

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

12/95

وزارة التربية الوطنية

MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT **Métallurgie**

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Changements structuraux
après déformation d'un
lingot d'argent déformé
à froid

Proposé par : **Agenor**

Etudié par :

Messaoud Faouzi

Dirigé par :

Kasser A.

PROMOTION **Octobre 1995**

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التربية الوطنية

MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT **Métallurgie**

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Changements structuraux
après déformation d'un
lingot d'argent déformé
à froid

Proposé par : **Agenor**

Etudié par :

Messaoud Faouzi

Dirigé par :

Kasser A.

PROMOTION **Octobre 1995**

DÉDICACE

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique



MES PARENTS, source de confiance,
qui ont pris soin de moi depuis que
j'étais petit et que je n'oublierai jamais,
mes frères *Yassine* et *Choukry*, la
paire de perles,
Mehdi Boukheloua, mon troisième
frère,
Benyoucef Otsmane, mon meilleur ami,
Madani Chohami, mon maître qui est
devenu mon ami,

Je dédie ce travail

REMERCIEMENTS

Le travail de thèse présenté dans ce mémoire a été réalisé au laboratoire du département de métallurgie de l'école polytechnique. (Année 1995)

Je tiens à d'abord à exprimer mes plus vifs remerciements à Monsieur **Abdelmajid Kasser**, professeur au département de métallurgie de l'école polytechnique pour m'avoir encadrer et qui a guidé mes premiers pas dans le monde merveilleux des métaux précieux. Son suivi quotidien et son expérience m'ont épargné des grandes difficultés inévitables et m'ont permis de réaliser du gain de temps considérable. Sa patience jamais prise en défaut, sa persévérance ont été pour moi source d'espoir et d'encouragement tout au long de mon travail.

Monsieur Ramdani S., directeur général d'Agenor qui m'a permis l'accès aux laboratoires d'Agenor, me témoignant ainsi une grande confiance. Je le remercie également de l'intérêt qu'il a manifesté en m'aidant à obtenir le matériau d'études.

Monsieur Zaourar K., HCR (Frantz Fanon), pour m'avoir procuré la solution d'attaque électrolytique de l'argent, pour laquelle j'ai consacré tout le mois de mai, jour après jour.

Monsieur **Bouaza**, chef d 'atelier d 'Agenor, qui m 'a guidé dans la pratique de ce mémoire avec la rigueur de ses remarques et la richesse de ses commentaires ainsi que les discussions fructueux que j 'ai eu avec lui, dans le domaine de la technologie des métaux précieux

Monsieur **Abdelmoumen B.**, ingénieur chimiste à Agenor, pour son vif intérêt auquel il m 'a fait part durant ce travail et avec qui le débat scientifique était fort attirant.

Messieurs **Dahmane** et **Louifi**, les inséparables de l 'atelier de fonderie d 'Agenor, **Hamza**, **Madjid**, **Abdenour**, **Mustapha**, **Djouzi**, l 'équipe des tréfileurs et des lamineurs ont pour moi été des tuteurs durant ce mémoire.

Monsieur le directeur de l 'unité de transformation des métaux précieux d 'Agenor, pour m 'avoir fait une grande confiance durant la réalisation de ce mémoire et a été pour moi un soutien moral.

Monsieur **Magnouche** (HCR), **Benzliad A.** (SNVI) et **Ouzane D.** qui m 'ont fait part de leur aide pour la prise de photographies des échantillons d 'étude. Qu 'ils trouvent ici mes sincères remerciements.

Que mes remerciements aillent également à **Saghi H.**, pour sa collaboration et son soutien durant la réalisation de ce mémoire.

Je tiens également à remercier **Messaoudi R.** et **Hallal A.** En fin de parcours, dans l 'impression de ce travail.

قال بعضهم :

” رأيت الناس قد مالوا عند الذي عنده مال

ومن ليس عنده مال فعنه الناس قد مالوا “

” رأيت الناس قد ذهبوا الى من له ذهب

و من لا ذهب له فعنه الناس قد ذهبوا “

” رأيت الناس منفضة عند الذي عنده فضة

ومن ليس عنده فضة فعنه الناس منفضة . “

ملخص

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

التغيرات التركيبية التي تحدث في هيكل المعادن ناتجة عن عوامل داخلية ومنها الدينامكية الحرارية و عوامل خارجية و منها حرارة الفرن عند اعادة التبلور و اللاعوجاجز منحنيات اعادة التبلور التي نتحصل عليها تظهر لنا كأداة عمل ذي أباد دقيقة و هامة لأنها تتبئ بالتحويلات في هيكل المعادن و م لنا لوحات بيانية يستفيد بها المستعمل لتحضير معدن ذات خصوصيات معينة

RÉSUMÉ

Les changements structuraux qui affectent l'argent sont dus à un état thermodynamique interne soumis à des contraintes thermomécaniques externes tels que la température et le taux de déformation. De faible énergie de défaut d'empilement, l'argent manifesterà une recristallisation qui sera concrétisée par des courbes de recristallisation dont l'efficacité sera telle qu'elles permettront de prévoir les changements structuraux et de tracer les abaques des traitements thermomécaniques.

TABLE DES MATIÈRES

Introduction

Première partie : Bibliographie

CHAPITRE 1 : Résistance des métaux pendant la déformation à froid.....	1
1-1) Introduction.....	1
1-2) Influence des paramètres thermomécaniques sur la recristallisation.....	1
1-2-1) Influence de la taille du grain.....	1
1-2-2) Influence de l'énergie de défaut d'empilement.....	3
1-2-3) Influence des éléments d'alliage.....	4
1-2-4) Influence de la vitesse de déformation.....	6
1-3) Interprétation mathématique.....	7
CHAPITRE 2) Résistance des métaux pendant la déformation à chaud.....	11
2-1) Introduction.....	11
2-2) Interprétation analytique de la résistance à chaud.....	11
2-3) Coefficient de Poisson.....	14
2-4) Conclusion.....	14
CHAPITRE 3) Changements structuraux.....	16
3-1) Introduction.....	16
3-2) Théorie de la recristallisation.....	16
3-3) Influence des paramètres thermomécaniques et chimiques sur la recristallisation.....	19
3-3-1) Influence de la température.....	19
3-3-2) Influence de la déformation.....	20
3-3-3) Influence de la pureté du métal.....	21
3-3-4) Influence de la taille du grain.....	21
3-4) Mesure de la vitesse de recristallisation et de la taille du grain.....	22
3-5) Energie d'activation pour la recristallisation.....	23
3-6) Les changements structuraux dynamiques.....	24
3-6-1) La restauration dynamique.....	24
3-6-2) La recristallisation dynamique.....	26
3-7) Les changements structuraux après déformation.....	29
3-7-1) La restauration statique.....	29
3-7-1-1) La restauration statique après déformation à froid.....	29
3-7-1-2) La restauration statique après déformation à chaud.....	33

3-8) La recristallisation métadynamique.....	38
CHAPITRE 4) Les propriétés du matériau étudié.....	40
4-1) Introduction.....	40
4-2) Notions fondamentales.....	40
4-2-1) Production d 'argent.....	40
4-2-2) Les propriétés physiques de l 'argent.....	40
4-2-3) Les principaux développements dans l 'industrie de l 'argent.....	41
4-2-4) Production de cuivre.....	43
4-2-5) Les propriétés physiques et mécaniques du Cuivre.....	44
4-2-6) Les alliages Argent-cuivre.....	45
Deuxième partie : partie expérimentale	
CHAPITRE 5) Procédure expérimentale.....	50
5-1) Introduction.....	50
5-2) Préparation de l 'argent pur à Agenor.....	50
5-3) Préparation du lingot d 'argent en fonderie.....	51
5-3-1) Activités préliminaires.....	51
5-3-2) Transformation de l 'alliage en fonderie.....	52
5-3-3) Observation de la structure du lingot coulé.....	52
5-4) Laminage préalable.....	54
5-5) Recuit d 'initialisation.....	54
5-6) Préparation de la structure.....	57
5-6-1) Préparation de la classe A.....	57
5-6-2) Préparation de la classe B d 'échantillons.....	57
5-7) Laminage à différents degré de déformation.....	58
5-7-1) Préparation de la classe A1 d 'échantillons.....	58
5-7-2) Préparation de la classe A2 d 'échantillons.....	58
5-7-3) Préparation de la classe A3 d 'échantillons.....	58
5-7-4) Préparation de la classe B1 d 'échantillons.....	59
5-7-5) Préparation de la classe B2 d 'échantillons.....	59
5-7-6) Préparation de la classe B3 d 'échantillons.....	59
5-8) Recuit de recristallisation.....	59
5-9) Temps effectif.....	60
5-10) Conclusion.....	62
Troisième partie : Résultats et discussion	
CHAPITRE 6) Résultats et discussion.....	63
6-1) Introduction.....	63
6-2) Résultats expérimentaux.....	63

6-2-1) Préparation des structures de référence.....	63
6-2-1-1) Préparation de la classe A d'échantillon.....	63
6-2-1-2) Préparation de la classe B d'échantillon.....	64
6-2-2) Traitements thermomécaniques : laminage et recuit.....	65
6-2-2-1) Préparation de la sous-classe A1 d'échantillon.....	65
6-2-2-2) Préparation de la sous-classe A2 d'échantillon.....	66
6-2-2-3) Préparation de la sous-classe A3 d'échantillon.....	66
6-2-2-4) Préparation de la sous-classe B1 d'échantillon.....	67
6-2-2-5) Préparation de la sous-classe B2 d'échantillon.....	68
6-2-2-6) Préparation de la sous-classe B3 d'échantillon.....	68
6-3) Discussion.....	70
6-3-1) Microstructure de départ.....	70
6-3-2) Effet du degré de déformation sur la recristallisation.....	74
6-3-2-1) Comparaison entre les courbes des sous-classes A1 et A2.....	74
6-3-2-2) Comparaison entre les courbes des sous-classes A1 et A3.....	76
6-3-2-3) Comparaison entre les courbes des sous-classes B1 et B2.....	79
6-3-2-4) Comparaison entre les courbes des sous-classes B2 et B3.....	80
6-3-2-5) Comparaison entre les courbes des sous-classes B1 et B3.....	80
6-3-2-6) Influence du degré de déformation sur les classes A et B.....	81
6-3-2-7) Comparaison avec l'étude bibliographique.....	83
6-3-3) Effet du grain initial sur la recristallisation.....	83
6-3-4) Influence de la température sur la recristallisation.....	88
6-3-5) Cinétique de recristallisation.....	90
6-3-5-1) Influence du degré de déformation sur la cinétique.....	90
6-3-5-2) Influence de la taille initiale sur la recristallisation.....	93
6-3-5-3) Influence de la température sur la recristallisation.....	96
6-3-6) Le grain recristallisé.....	98
6-3-6-1) Effet du degré de déformation.....	99
6-3-6-2) Effet de la taille d_0	101
6-3-6-3) Effet de la température.....	104
6-4) Etude comparative de la taille des grains recristallisée entre deux nature différentes de la matière solide.....	105
6-4-1) Introduction.....	105
6-4-2) Structurer des produits frittés conventionnelles.....	105
CHAPITRE 7) Application industrielle.....	109
7-1) Domaine d'utilisation des alliages d'argent.....	109
7-2) Méthodes d'asmélioration des propriétés des alliages d'argent.....	110

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
المكتبة — BIBLIOTHEQUE
Ecole Nationale Polytechnique

***PREMIÈRE PARTIE : PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE***

INTRODUCTION

Les propriétés métallurgiques d'un métal sont mécaniques et physiques. Du processus d'adoucissement à la dureté, les études macroscopiques et microscopiques révèlent la situation et les comportements du métal avant, pendant et après déformation.

Le métal sur lequel portera notre étude thermomécanique est un lingot d'alliage à base d'argent (95% Ag et 5% Cu), puisé du laboratoire de transformation des métaux précieux d'Agenor.

L'expérimentation comprend deux tâches : la première est une préparation du lingot d'argent à partir de la fonderie, puis un laminage dégrossisseur suivi d'un recuit prolongé dans le but d'obtenir une structure de départ ; la seconde est consacré à l'étude métallographique des processus d'adoucissement entrepris pour conférer à l'alliage à base d'argent une structure qui met en valeur l'influence des paramètres thermomécaniques : la taille du grain, la déformation, la température et le temps de recuit.

*CHAPITRE I : RÉSISTANCE
DES MÉTAUX PENDANT LA
DÉFORMATION À FROID*

1-1) Introduction

La déformation des métaux à froid, comme processus de mise en forme, est largement utilisée pour les métaux non-ferreux, en l'occurrence l'argent. Nous qualifions cette déformation de mise en forme à froid car elle a lieu à des températures inférieures à la température qui amorce la recristallisation et qui s'estime à $0,6 T_f$, où T_f est la température de fusion du métal en question en degré Kelvin [45].

Du fait de leur malléabilité, les alliages superplastiques ainsi que l'argent peuvent subir, en plusieurs passes, des déformations à froid dont les degrés peuvent dépasser les 400 %, sans passer par des recuits. Ceci s'explique par le fait que leurs énergies de défaut d'empilement sont si faibles qu'il arrive parfois que la structure métallique se recristallise pendant la déformation ; on parlera de recristallisation dynamique du plomb à l'ambiante.

1-2) Influence des paramètres de déformation sur la recristallisation

1-2-1) Influence de la taille du grain

Lorsque le métal est déformé, les grains qui le composent sont soumis à des contraintes orientées visant à modifier la forme granulaire. Ceux-ci étant équiaxiaux, pour une structure de départ idéale, vont prendre petit à petit une forme allongée sur une même direction qui est perpendiculaire à la direction de déformation.

L'étude de la résistance à froid des métaux se manifeste par le comportement du grain pendant cette déformation. Celui-ci fait varier la résistance du métal selon sa taille initiale.

Dans le cas d'une structure présentant des grains fins, comme cela est le cas des structures ayant subi un recuit de recristallisation, la surface des grains est si petite que ceux-ci ont du mal à changer de forme. Honeycombe [21] a montré que

la taille du grain influe à grande échelle sur la limite d'élasticité ; ceci a été concrétisé par les courbes de la figure (I-1) dans le cas de l'aluminium pur :

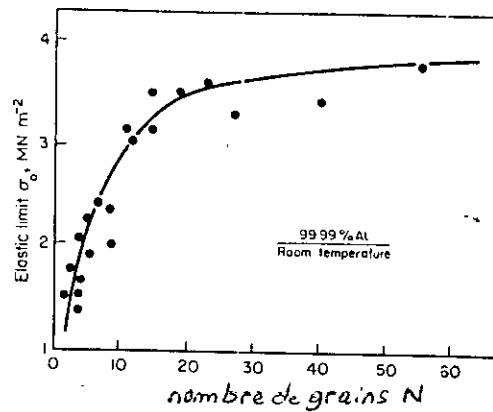


Figure (I-1) - Influence de la taille du grain sur la limite élastique de l'aluminium pur (Jaoul, 1964).

Les collisions auxquelles le grain fait face sont intenses, ce qui entraînera une augmentation rapide de l'énergie de surface, puis celle du métal à l'échelle polycristalline. Si nous considérons à présent une structure grossière, c'est à dire présentant des grains de taille élevée tels que ceux qui caractérisent les structures surchauffées, l'énergie de surface sera faible ; en d'autres termes, le métal présentera peu de résistance à la déformation.

Dans les travaux de Petch [21] concernant l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation, l'étude du comportement métallique est plus intéressante en reliant la contrainte de déformation σ à la taille du grain d .

L'originalité de cette étude réside dans l'étroite relation entre un état microscopique, en l'occurrence la taille du grain, et une propriété mécanique, la résistance. Petch [21] a proposé la relation suivante :

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_i(\varepsilon) + k(\varepsilon) d^{-1/2} \quad (\text{I-1})$$

où

$\sigma_i(\varepsilon)$ est la contrainte de frottement

k est une constante liée à la propagation de la déformation à travers le joint de grain.

Sur la figure (I-2), nous visualisons la relation de Petch par rapport aux cellules, sources et puits de dislocations, qui subissent la polygonisation, dans le cas des métaux à haute énergie de défaut d'empilement :

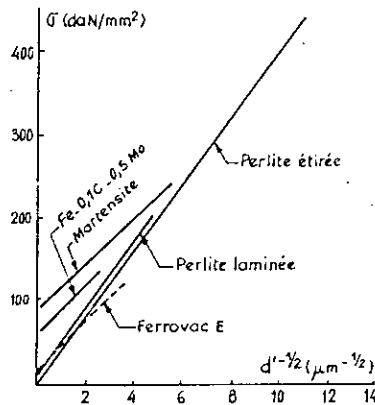


Figure (I-2) - Relation de Petch par rapport aux cellules (Embury et Fisher, 1966).

Certes, il s'avère que pour un même volume de métal, il existe moins de grains dans le cas surchauffé que dans le cas recristallisé, donc plus de facilité à mettre en forme que dans le cas d'une structure fine.

1-2-2) Influence de l'énergie de défaut d'empilement

L'énergie de défaut d'empilement est l'énergie responsable de ce défaut ou nécessaire pour créer ce défaut. Dans le cas de l'argent et du cuivre, elle est faible car ce sont des métaux ductiles et plastiques.

D'après Honeycombe [21], le stade 2 des courbes contrainte - déformation σ - ϵ peut renseigner sur le niveau de l'énergie de défaut d'empilement. Sur le tableau 1-1, le stade 2 est assez prolongé pour les métaux malléables, tandis que pour l'aluminium une résistance à la déformation s'impose car l'énergie de défaut d'empilement est élevée, ce qui réduit le stade 2 de courbes σ - ϵ

Métal	ϵ_1	σ_1	ϵ_2	σ_2	$\frac{d\sigma}{d\epsilon}$	E	78K	
	%	MN m ⁻²	%	MN m ⁻²	(Stade 2) MN m ⁻²		ϵ	σ
						MN m ⁻²	%	MN m ⁻²
Aluminium (99,99 %)	1,6	23	1,6	23	800	79 000	6	60
Cuivre	1,5	50	8	120	1200	120 000	30	350
Argent	1,5	30	20	110	670	79 000	54	300

Tableau I-1 - Correspondance entre la contrainte et la déformation pour certains métaux cfc (Jaoul, 1957).

Les propos de Honeycombe sont également vérifiés sur la figure (I-3).

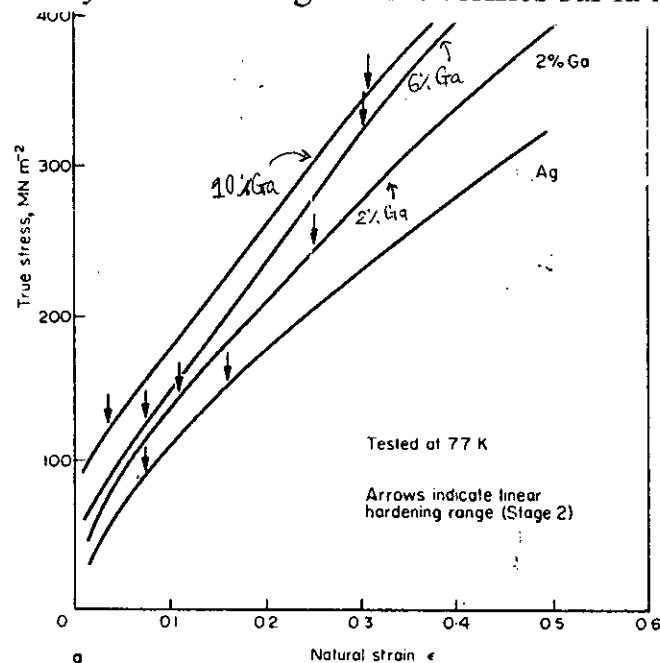


Figure (I-3) - Stress-Strain curves of Silver and silver-gallium solid solution at 77 K (constant grain size. Hutchison, 1967).

Ceci dans le cas de l'argent pur et une fois allié avec du gallium.

1-2-3) Influence des éléments d'addition

Les éléments d'addition sont ceux que nous combinons avec le métal de base afin de faire varier une ou plusieurs propriétés mécaniques ou chimiques de ce

métal. Métalliques ou non-métalliques, ces éléments ont des comportements structuraux et mécaniques tels qu'ils sont souvent classés en groupe, pour des métaux de base appropriés.

Dans le cas du fer, l'inclusion du carbone en insertion dans le réseau cubique centré jusqu'à une teneur de 2 % constitue la famille d'acier dont la dureté croît en fonction du taux de carbone.

Dans le cas de l'argent, il est intéressant voire primordiale d'étudier l'influence des autres métaux communs sur la dureté du métal précieux. L'argent est un métal mou. Pour élargir son utilisation et ses applications, l'apport de certains métaux communs tels que le cuivre est nécessaire. Ce dernier est un élément durcisseur pour l'argent. Comme dans le cas du fer, le diagramme d'équilibre argent-cuivre fait apparaître un domaine α de solubilité du cuivre dans l'argent et c'est ce domaine α qui confère à l'alliage une résistance à la déformation. Honeycombe [21] illustre sur la figure (I-4) ce qui a été dit à propos de l'argent par des courbes contrainte-déformation $\tau - \epsilon$.

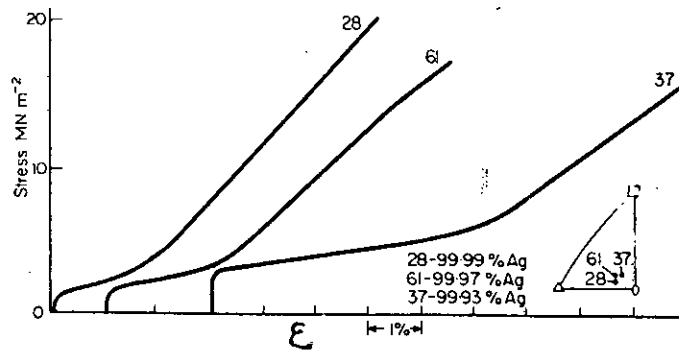


Figure (I-4) - Influence de la pureté de l'argent sur les courbes contrainte-déformation (Rosi F.D., 1954)

1-2-4) Influence de la vitesse de déformation

Les processus de déformation responsables de changements structuraux dépendent de la vitesse avec laquelle ils sont entrepris. On entend par le terme vitesse de déformation la variation de la déformation d'une ébauche en fonction du temps généralement pris pour une minute. Si la vitesse de déformation varie, elle entraînera une variation dans le temps des processus structuraux qui feront l'objet d'une étude dans le chapitre III. Nous illustrons ceci dans les figures (I-5) et (I-6) :

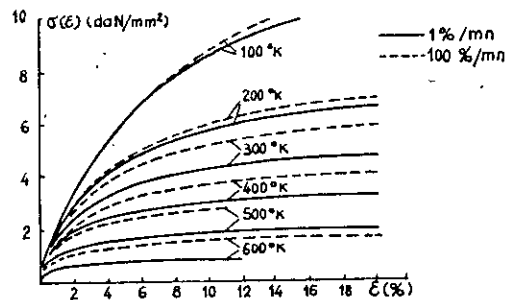


Figure (I-5) - Courbes rationnelles de traction de l'aluminium polycristal en fonction de la vitesse et de la température (Kocks U.F., 1970).

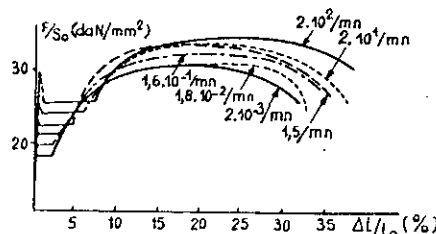


Figure (I-6) - Courbes de traction brutes d'un fer à 0,06 % de carbone en fonction de la vitesse de traction (Winlock J., 1953).

- pour l'aluminium, l'écart entre deux vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_1 = 1 \% / \text{mn}$ et $\dot{\epsilon}_2 = 100 \% / \text{mn}$ est plus prononcé en augmentant la température ; ceci fait appel à d'autres phénomènes que nous citerons dans le cas de "la résistance des métaux pendant le travail à chaud",

- pour le fer, les changements structuraux s'accroissent proportionnellement avec la vitesse de déformation.

Ce durcissement structural est traduit par une baisse de la réponse du métal aux sollicitations externes. Nous en déduisons un comportement mécanique du métal qui, selon le régime de déformation, peut s'octroyer des propriétés mécaniques variées.

1-3) Interprétation mathématique

L'explication mathématique du processus de mise en forme à froid est schématisé par des courbes rationnelles de déformation des métaux. Une approche analytique du traçage de ces courbes est illustré par les équations de Ludwick et de Hollomon. Ce dernier a proposé la loi générale suivante :

$$\sigma(\epsilon) = A\epsilon^n \quad (\text{I-2})$$

avec

n : exposant d'écrouissage tel que $n = d \ln \sigma(\epsilon) / d \ln(\epsilon)$

A : coefficient d'écrouissage, qui selon De Fouquet [14] vaut environ $E/400$ avec E le module d'élasticité.

Selon De Fouquet [14], n renseigne sur le "type de consolidation", et A sur l'intensité des contraintes mises en jeu. Dans le tableau I-2 sont données les valeurs de A et de n pour divers métaux, A étant rapporté au module de Young du polycristal.

	A	n		A	n
Acier 1002	E/360	0,32	Cuivre	E/220	0,48
1212	260	0,24	Laiton	160	0,52
1018	320	0,25	Aluminium	400	0,24
1008	360	0,20	Al-Cu	85	0,09
Acier 18/8	125	0,51	Fer α	400	0,43
Acier 304	150	0,45	Titane	140	0,13
Hastalloy C	135	0,45	Ta6V	90	0,07
17-4 PH	110	0,01	Be	550	0,13

Tableau I-2 : Coefficient et exposant d'écrouissage de différents métaux à la température ambiante (Green, 1967).

La loi de Ludwick relie la contrainte σ au degré de déformation ϵ comme suit

$$\sigma = \sigma_0 + A \epsilon^n \quad (\text{I-3})$$

où σ_0 est la limite élastique du métal.

En traçant les familles de courbes $\sigma = f(\epsilon)$, dans le cas des métaux à réseau cubique à faces centrées, tels que l'argent, nous remarquons que l'allure parabolique est quasi-continue et ne présente pas de baisse de la résistance comme dans le cas des métaux à réseau cubique centré tels que le fer.

C'est dans cette interprétation analytique du processus microscopique de la déformation des métaux que Jaoul [24] a subdivisé la courbe contrainte-déformation en trois étapes, telles que dans le cas de l'aluminium à $T = 77 \text{ K}$:

- une étape parabolique pour une déformation n'excédant pas les 2 % où :

$$\sigma(\epsilon) = \sigma_0 + A \epsilon^n \quad (\text{I-4})$$

jusqu'à $\epsilon = \epsilon_1$. C'est

l'étape où la

résistance paraît la plus importante car nous sollicitons une structure aléatoire et lui imposons un mode de mise en forme auquel elle n'est pas disposée. Selon Honeycombe [21], les joints de grains sont soumis à différents types de glissement.

Jaoul [24] trouve que pour des métaux purs, le stade 1 est balayé sur l'intervalle de déformation ne dépassant pas les 2 % pour des contraintes inférieures à 50 MN.m⁻² ; il illustre ceci par le tableau I-1.

Dans cette étape, l'exposant n de la relation de Hollomon caractéristique de la consolidation est fonction de la taille du grain ; Honeycombe [24] rapporte qu'un diamètre de grain de 1 mm n varie entre 0,7 et 0,8, cependant pour les structures fines (0,1 mm) n avoisine 0,5 tel est le cas pour l'aluminium pur (99,99%).

- Une étape linéaire

(I-5)

$$\sigma (\epsilon) = a \epsilon^n + b$$

La figure (II-3), qui illustre les travaux d'Hitchison pour diverses températures, peut s'allonger sur un domaine de déformation de largeur égale à 0,2 %.

- Une étape parabolique finale où l'écoulement du métal est plus facile. Il s'avère que les dislocations rencontrent moins d'obstacles, figure (I-7) tels que les joints de grain lors de leur déplacement.

Selon Honeycombe [21], le stade 3 représente l'étape durant laquelle les dislocations franchissent les obstacles auxquelles elles ont fait face durant le stade 2. Il ajoute également que le processus est dû à une combinaison entre la contrainte de déformation et l'activation thermique:

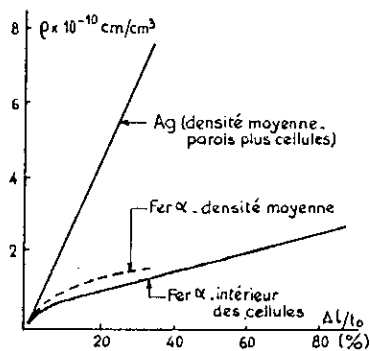


Figure (I-7) - Evolution de la densité de dislocation dans le fer α et l'argent en fonction de la déformation (Mac Lean, 1962).

En somme, la déformation plastique se prolongera avec moins de résistance de la part du métal de base afin de faire varier une ou plusieurs propriétés mécaniques.

*CHAPITRE II : RÉSISTANCE
DES MÉTAUX PENDANT LA
DÉFORMATION À CHAUD*

2-1) Introduction

La déformation à chaud des métaux est un processus de mise en forme réalisé à des températures supérieures à $0,6 T_m$ (où T_m est la température de fusion du métal en degré Kelvin) [45], température à partir de laquelle la recristallisation du métal peut s'amorcer. Du point de vue structural, il y a compensation de la formation des défauts principalement des dislocations dues à l'écroutissage, par leur élimination ou leur réarrangement.

Si, à froid, la déformation s'explique par le glissement suivant des systèmes de glissement, celle à chaud dépendra de la dynamique des dislocations telle que leur montée, du joint de grain qui résistera peu au champ de contrainte appliqué par les dislocations au niveau du joint de grain et de la recristallisation dynamique.

2-2) Interprétation analytique de la résistance à chaud

Une visualisation intéressante du comportement à chaud des métaux et de l'intérêt de leurs travaux à chaud, est marquée par l'étude des familles de courbes contraintes-déformation σ - ϵ . La figure (II-1) donne l'allure de ces courbes.

Selon Kasser [29], il y a une rapide augmentation de la contrainte jusqu'à atteindre un pic, suivie d'une diminution de la contrainte causée par l'atteinte d'un état d'équilibre aux grandes élongations.

De telles courbes ont mené Jonas et Sellars [26] à proposer des modèles analytiques. Aux basses contraintes comme dans le cas du fluage, ils proposèrent une relation entre σ et ϵ du type exponentielle :

$$\boxed{\epsilon = A' \sigma_x^n} \quad (\text{II-1})$$

où

σ_x est la contrainte relative à un taux de déformation $\dot{\epsilon}_x$,

n est une constante indépendante de la température

A' une constante de proportionnalité.

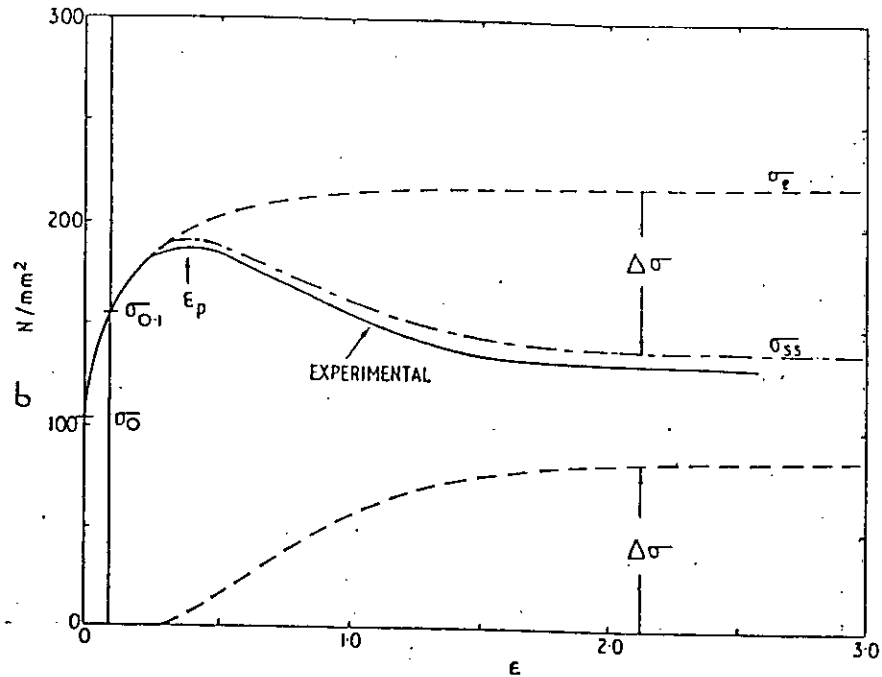


Figure (II-1) - Courbes contraintes-déformation pour l'acier Ti C.Mn traité à 900 °C avec une vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 4,1 \text{ s}^{-1}$ (Le Duc, 1980).

Quant aux contraintes élevées, ils suggèrent une évolution en exponentiel de la déformation en fonction de la contrainte :

$$\boxed{\epsilon = A \exp(\beta \sigma_x)} \quad (\text{II-2})$$

où β est une constante indépendante de la température

Selon Sellars et Teggart [45], l'équation qui décrit l'état d'équilibre à toute contrainte peut être écrite comme suit :

$$\boxed{\epsilon = A (\sinh \sigma_x)^n \cdot \exp(-Q/RT)} \quad (\text{II-3})$$

où

A, α et n' sont des constantes indépendantes de la températures

Q est l'énergie d'activation pour la déformation

R est la constante des gaz parfaits ($R = 8,31 \text{ j/mol.K}$).

L'équation (II-3) peut être réduite à l'équation (II-1) pour des contraintes faibles, soit $\alpha\sigma_x < 0,8$. Cependant, aux contraintes élevées, soit $\alpha\sigma_x > 1,2$, l'équation (II-3) est similaire avec l'équation (II-2).

Selon Sellars [43], la connaissance rapide de la contrainte jusqu'à atteindre un pic est associée avec une augmentation de la densité de dislocations ainsi qu'à un mauvais réarrangement de ces dislocations en sous-joints, à cause de l'écrouissage et de la restauration dynamique. Sur la figure (II-2), nous observons les différents aspects d'une structure ayant subi une restauration dynamique :

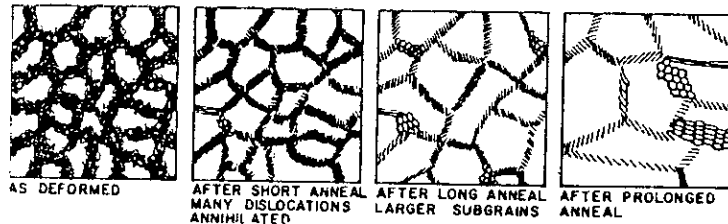


Figure (II-2) - Faciès typique d'une structure ayant subi une restauration dynamique (Leslie W.C. et Al., Swan, 1963)

Sah [40] a rapporté que dans le cas d'un métal ayant subi un adoucissement par restauration dynamique, la formule analytique des équations σ - ε est la suivante

$$\sigma_c = \sigma_o + B [1 - \exp(-C \varepsilon)]^m \quad (\text{I-9})$$

où

σ_o est la contrainte initiale (à $\varepsilon = 0$)

B et C sont des constantes dépendantes du paramètre de Zener donné par :

$$Z = \varepsilon \exp(-Q_{\text{def}} / RT) \quad (\text{I-10})$$

où

ϵ est la vitesse de déformation en s^{-1}

Q_{def} est l'énergie d'activation pour la déformation en KJ/mol

R est la constante des gaz parfaits 8,31 j/mol.K

T est la température de déformation en degré Kelvin.

2-3) Le coefficient de Poisson

Pendant la déformation d'une éprouvette en compression radiale est toujours accompagnée d'une déformation verticale de compression parallèle à l'axe de la force. Le rapport entre la déformation radiale et la déformation axiale est communément appelé " le rapport de Poisson " :

$$\nu = -\epsilon_d / \epsilon_z \quad (\text{I-11})$$

avec

$\epsilon_d = \ln D / D_0$ la déformation radiale

$\epsilon_z = \ln H_0 / H$ la déformation axiale.

Pour les métaux dense, nous prenons généralement $\nu = 0,5$ (dans le cas des métaux poreux $\nu = 0,3$), car le volume étant constant durant la déformation :

$$\ln (H_0/H) = \ln (D/D_0)^2 = 2 \ln (D/D_0) \quad (\text{I-12})$$

D'où $-\epsilon_z = 2 \epsilon_d \Rightarrow -\epsilon_d / \epsilon_z = 1/2$

Comme $\nu = -\epsilon_d / \epsilon_z$, alors $\nu = 0,5$.

2-4) Conclusion

Dans ce chapitre qui prépare le suivant, nous avons voulu exposé le comportement du métal soumis à des contraintes à chaud. Dans les essais de mise en forme, les buts à atteindre sont :

- la forgeabilité, soit la facilité acquise par le métal à subir une déformation sans création de défauts,
- l'optimisation de la contrainte à exercer,
- l'apparition d'une structure, fine et isotrope, qui servira de référence pour d'autres applications.

La raison pour laquelle un tel processus de déformation est à entreprendre est que l'écroutissage est simultanément compensé par une restauration de la structure en arrangeant le " réseau " de dislocations, ou par une recristallisation à partir des zones affectées par l'écroutissage.

Dans le chapitre suivant, nous expliquerons les divers processus d'adoucissement.

CHAPITRE III :
CHANGEMENTS STRUCTURAUX

3-1) Introduction

Les changements structuraux sont des processus d'adoucissement qui ont lieu pendant et après la déformation des métaux.

Aujourd'hui, les changements structuraux sont un outil de développement des propriétés mécaniques des matériaux. Celles-ci sont fonctions de la taille du grain, de sa forme et des conditions de traitement et de travail de ces métaux.

3-2) Théorie de la recristallisation

Les chercheurs ont consacré leurs travaux sur la recristallisation à déterminer la vitesse de germination et la vitesse de croissance du germe recristallisé. Ceci a pour but de dresser une équation générale où la fraction recristallisée est fonction des deux paramètres cités ci-dessus.

Johnson et Mehl [27] ont contribué à l'étude théorique de la recristallisation en posant comme axiomes :

- la germination a lieu aléatoirement à travers la structure,
- à volume constant, la vitesse de germination N , qui est le nombre de germe formé par seconde, est constante,
- la vitesse de la croissance des germes G reste constante,
- les germes aboutissent en fin de croissance à des formes sphéroïdales
- en collisions.

La fraction recristallisée X_V , qui est fonction du temps t a pour expression selon Johnson et Mehl [27] :

$$X_V = f(t) = 1 - \exp(-\pi/3 N G^3 t^4) \quad (\text{III-1})$$

La courbe caractéristique d'une telle équation est donnée par la figure (III-1) qui compare les valeurs théoriques et les résultats expérimentaux effectués sur l'aluminium.

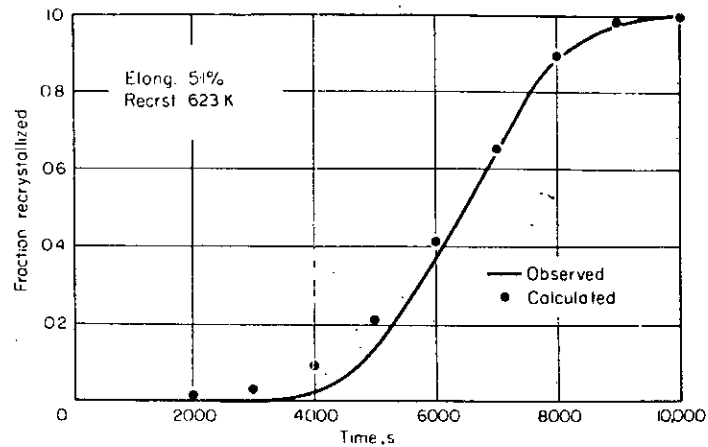


Figure (3-1) - Comparaison entre les valeurs théorique et empirique de la recristallisation de l'aluminium (Anderson et Mehl, 1945).

Honeycombe [21] va jusqu'à dire qu'une famille de courbes $X_V = f(t)$ peut être réduite à une seule courbe en posant comme abscisse $\sqrt[4]{(NG)^3} \times t$; ceci est dû au fait que $\sqrt[4]{(NG)^3} \times t$ prend la même valeur pour différentes valeurs de N et de G.

L'étude de la vitesse de germination N a été faite par Avrami [4]. Il suggère que la germination a des sites préférentiels N et que ceux-ci ont chacun une fréquence de germination γ . Il propose sa relation $N = f(t)$:

$$N = N \gamma \exp(-\gamma t) \quad (\text{III-2})$$

Selon lui, la fraction recristallisée X_V varie avec le temps t suivant :

$$X_V = 1 - \exp(-\beta t^K) \quad (\spadesuit)$$

où

β est une constante

et K varie entre 3 et 4

Cette équation est valable à deux et à trois dimensions.

Selon Kasser [29], une écriture plus pratique de l'écriture plus pratique de l'équation ci-dessus peut donner le temps pour obtenir une fraction volumique recristallisée X_V :

$$X_V = 1 - \exp [- C (t/t_f)^K] \quad (\text{III-3})$$

où

t_f est le temps nécessaire pour recristalliser une fraction X_V du métal

$C = - \ln (1 - f)$ et $C = 0,693$ pour $X_V = 0,5$.

Cependant, cette équation n'est valable que pour des recuits isothermes. En d'autres termes, la mise en forme à chaud des métaux doit être analytiquement exploitée par d'autres modèles : rappelons que l'état instable d'un matériau fait qu'à une déformation à haute température, il tend à absorber de l'énergie, donc de la chaleur, pour restaurer ses propriétés initiales. C'est dans ce concept que Whittaker [50] a suggéré de donner au temps de chauffage du métal un sens plus pratique : pour une fraction volumique $X_V = 0,5$, il propose :

$$W_{0,5} = t_{0,5} - \exp (- Q_{rec} / RT) \quad (\text{III-4})$$

avec $W_{0,5}$ le paramètre de temps compensé par la température (température - compensated time parameter) pour une fraction recristallisée $X_V = 0,5$. A partir des courbes de chauffage des échantillons, nous pouvons déterminer le temps effectif nécessaire W pour obtenir une fraction recristallisée X_V donnée ; pour cela, nous subdivisons la courbe en une série de températures T_i d'intervalles égaux à δt_i (δt en seconde) :

$$W = \sum_{i=0}^{i=t} [\delta t_i \exp (- Q_{rec} / R t_i)] \quad (\text{III-5})$$

Pour des intervalles de temps δt_i élémentaires, l'expression $W = f(t)$ devient :

$$W = \int_0^t \exp(-Q_{rec} / RT_t) dt$$

où T_t est la variation de la température en fonction du temps suivant une vitesse de chauffage déterminée. Expérimentalement, nous prendrons :

$$W = \int_{t=0}^{t=T} (\exp(-Q_{rec} / RT_i)) / (\exp(-Q_{rec} / RT)) \delta t$$

De là, l'équation (♣) prendra la forme :

$$\boxed{X_V = 1 - \exp(-0,693 (W / W_{0,5}))} \quad (\text{III-6})$$

3-3-1) Influence de la température sur la recristallisation

La recristallisation est un phénomène activé d'un point de vue thermique, elle peut s'amorcer plus rapidement en élevant la température. Cependant, la vitesse de recristallisation ne dépend pas uniquement de la température ; il est certes juste de dire que, pour une température croissante, le temps d'incubation qui précède la recristallisation statique diminue à grande échelle. La figure (3-2) illustre ceci dans le cas du cuivre pur écroui à 30 % par torsion :

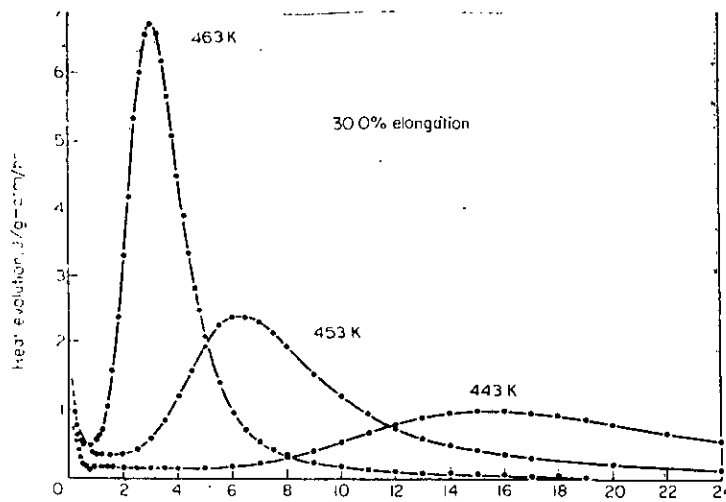
Le temps nécessaire pour un pourcentage de transformation donné est expérimentalement fourni par la relation suivante, d'après Honeycombe [21] :

$$1/t = A \exp(-Q_{rec}/RT)$$

où

Q_{rec} est l'énergie d'activation de la recristallisation exprimé en j/mol

A une constante.



Restitution de l'énergie
emmagasinée chez le cuivre
pur à 99,99% écrasé par
torsion jusqu'à $\epsilon = 30\%$.
(Gordon P. 1955).

Figure (3-2) -

3-3-2) Influence de la déformation sur la recristallisation

La vitesse de la recristallisation statique est une fonction de la déformation. Pour Honeycombe [21], à faible taux de déformation, le temps d'incubation pour le début de la germination est élevé : ceci est dû à une faible densité de dislocations qui, lors du recuit, sera le siège d'une faible recristallisation car l'énergie emmagasinée n'est suffisante que pour faire germer et croître un petit nombre de germes. Il ajoute que les grains issus de la recristallisation d'un métal à faible degré de déformation, sont de taille importante : ceci est évident car à faible taux de déformation les contraintes acquises par le métal sont minimisées et les grains recristallisés trouveront moins d'obstacles durant leur croissance.

Le tableau III-1 montre le résultats des travaux de Gordon [16]. Les différentes énergies dégagées lors de la restauration et de la recristallisation statiques sont mentionnées, pour différentes elongations, ce qui conclut que l'énergie dégagée durant le recuit est proportionnelle à la densité de dislocations.

Elongation %	Energie restituée, J/g.atome		$\frac{U_r}{U}$
	<i>durant la restauration</i> U_r	<i>durant la recristallisation</i> U	
10,8	1,13	10,5	0,10
17,7	0,79	15,1	0,05
30,0	1,05	20,9	0,05

39,5	0,79	26,0	0,03
------	------	------	------

Tableau III-1 - Energie dégagée par le cuivre de haute pureté (99,999 %) exprimée en J/g.atm

3-3-3) Influence de la pureté du métal sur la recristallisation

Généralement, les éléments d'addition vont à l'encontre de l'adoucissement du métal de base. Dans le cas du cuivre commercial, Honeycombe, indique un intervalle de 453 à 773 °K où le métal subit la recristallisation statique, alors que pour le cuivre de haute pureté (99,999 %) la température ambiante suffit à recristalliser le métal. Il ajoute que certains éléments peuvent abaisser la température de recristallisation en-deçà de celle du cuivre de haute pureté ; c'est le cas du phosphore et de l'arsenic qui, selon lui, migrent jusqu'aux dislocations par maintien de la contrainte, ce qui assouplira les dislocations durant le recuit et participera à la recristallisation.

3-3-4) Influence de la taille du grain sur la recristallisation

Lorsque la taille du grain est importante, l'énergie de surface est minimale par rapport à celle d'une structure fine. Pour un même volume de métal, le nombre de grains est moins élevé dans le premier cas.

La recristallisation, qui s'amorce préférentiellement au niveau des joints de grain, est dans les métaux à structure grossière apparente à des températures plus élevées par rapport à celle des métaux à structure fine. D'un point de vue thermodynamique, l'énergie emmagasinée dans la structure fine est plus élevée, à cause de la densité des grains, que dans la structure grossière. Ceci est illustré sur la figure (3-3) pour un même taux de déformation du cuivre.

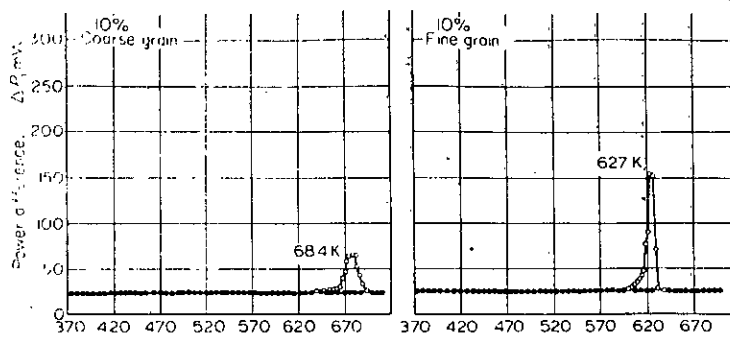


Figure (3-3) - Effet de la recristallisation du cuivre vue selon le principe de la restitution de l'énergie emmagasinée (Clarebrough L.M et al., 1958).

3-4) Mesure de la vitesse de la recristallisation et de la structure

Les progrès des techniques de mesure et d'exploitation des résultats sont devenus aujourd'hui les outils des chercheurs pour améliorer la qualité de leurs produits et élever la précision dans le cas d'une technologie de pointe. Avec l'avancée de l'informatique, les calculs les plus longs se font en une fraction de seconde et avec une précision sans égale.

C'est avec des équations telles que celles donnant la vitesse de la recristallisation en fonction du temps de recristallisation que des logiciels de pointe peuvent contribuer à grande échelle au développement de la science des métaux.

Selon Kasser [29], l'influence des variables de déformation sur le temps pour obtenir une fraction recristallisée x s'écrit comme suit :

$$t_x = C \cdot \varepsilon^{-p} \cdot Z^{-q} \cdot d_0^n \quad (\text{III-7})$$

avec :

- t_x le temps nécessaire pour obtenir une fraction recristallisée x ,
- C une constante indépendante de la température,
- ε le degré de déformation acquis par le métal,
- Z le paramètre de Zener - Hollomon tel que $Z = \varepsilon \exp\left(\frac{Q_{\text{def}}}{RT}\right)$,
- d_0 la taille initiale du grain en μm ,
- Q_{def} l'énergie d'activation pour amorcer la recristallisation exprimée en $\text{J/mol} \cdot \text{K}$,

- p, q et n sont déterminés expérimentalement pour chaque métal.

Selon Kasser [29], d'une façon générale, la taille du grain recristallisé est déterminée par l'équation suivante :

$$d_{rec} = \varepsilon^{-p} \cdot Z^{-q} \cdot d_0^n$$

où les exposants p, q et n sont déterminés expérimentalement.

3-5) Energie d'activation pour la recristallisation

Nous avons vu que théoriquement la recristallisation des métaux était un processus d'adoucissement des structures géré par une germination et une croissance des germes. Cependant, Cahn et Hagel [10] ont rapporté que la recristallisation, pour certaines de traitements thermiques n'est dépendante que de la vitesse de croissance, pourvu que la germination soit homogène au niveau des joints de grain et y que la germination intragranulaire soit minime.

Selon Whittaker [50], en considérant les temps de recristallisation à différentes températures pour des valeurs de ε et de Z constants, il est possible de synthétiser une énergie d'activation propre à la recristallisation Q_{def} . D'après Whittaker [50], l'énergie d'activation pour la recristallisation statique est évaluée comme suit :

$$\ln \frac{t_2}{t_1} = \frac{Q_{rec}}{R} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right) Q_{rec} = -R \left[\frac{\delta \ln \frac{1}{t_{50}}}{\delta \frac{1}{T}} \right]_{\sigma_f, \varepsilon_f}$$

où

σ_f est la contrainte finale

et ε_f est la déformation finale.

Nous pouvons écrire l'équation de Whittaker de la manière suivante :

$$\ln \frac{t_2}{t_1} = \frac{Q_{\text{rec}}}{R} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right)$$

où

t_1, t_2 sont des temps de recristallisation pour une fraction $X_v = 50 \%$
et T_1, T_2 sont des températures de recuit.

3-6) Les changements structuraux dynamiques

3-6-1) La restauration dynamique

La restauration dynamique est un processus qui adoucit le métal pendant la déformation à chaud. D'un point de vue structural, il y a un réarrangement des dislocations et un mouvement des défauts ponctuels durant le travail à chaud.

Sainfort [41] affirme que deux stades caractérisent la restauration dynamique

- un stade de consolidation qui devient plus prononcé dès que la vitesse de déformation augmente et que la température croît,
- un stade manifesté par une déformation sans consolidation.

D'après lui, ceci est dû à un arrangement des dislocations en sous-joints pour subdiviser le grain en sous-grains : c'est la polygonisation, figure (3-4).

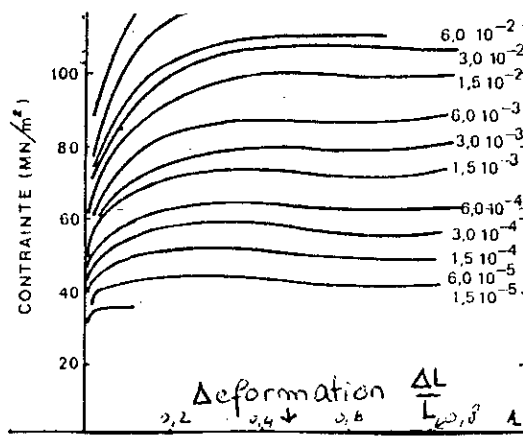


Figure (3-4) - Variation avec la vitesse de la déformation du fer à 700 °C (Immarigeon J.P.D. et Jonas J.J., 1924)

Contrairement à ce qu'on pourrait déduire que la déformation augmente le nombre de dislocations dans les métaux où la restauration dynamique a lieu tels que le fer, il y a selon Sainfort [41] un état d'équilibre correspondant à des vitesses égales d'émission et d'annihilation des dislocations.

Si les dislocations font face, durant leurs mouvements, à des obstacles, elles ne pourraient franchir ceux-ci que si elles dépassent un col de d'énergie ΔG_0 propre à ces obstacles. D'après Sainfort [41], l'énergie nécessaire pour franchir un obstacles est :

$$\Delta G = \Delta G_0 + \Delta W = \Delta G_0 - \sigma^* b \cdot \Delta A$$

Kasser [29] affirme que la structure ayant subi une restauration dynamique présente une structure dont les sous-joints, qui traduisent la repolygonisation, ont une forme équiaxiale. La dépendance de la taille d du sous-grain de la température T et de la déformation ϵ est donnée par [25] :

$$d_s^{-1} = a + b \log_{10} Z \quad (\text{III-8})$$

où

a et b sont des constantes,

Z est le paramètre de Zener-Hollomon tel que :

$$Z = \epsilon \exp(-Q_{\text{def}}/RT), \quad Q_{\text{def}} \text{ étant l'énergie de déformation exprimée en j/mol.}$$

Nous pouvons, selon Mac Quenn [25], déduire de ce qui précède que la taille moyenne des sous-grains est fortement dépendante de la dynamique des

dislocations pendant la restauration et par conséquent, qu'elle peut être reliée uniquement à la contrainte de l'état stable :

$$\sigma_{es} = k \cdot d_s^{-1} \quad (\text{III-9})$$

avec

σ_{es} : la contrainte de l'état stable,

k : une constante qui dépend du matériau

et d_s : la taille moyenne des sous-grains.

3-6-2) La recristallisation dynamique

Une des caractéristiques des métaux à faible énergie de défaut d'empilement est la recristallisation dynamique. Il s'avère que la restauration dynamique seule est insuffisante pour réduire la densité de dislocations et amener la structure à un état plus stable.

Selon Glover [16], la liste suivante des métaux correspond à un classement de leur tendance à favoriser une recristallisation dynamique. Ce classement correspond presque à une énergie de défaut d'empilement croissante. :

Pb - Au - Ag - Cu - Ni - Fe γ - Fe α - Zn - Mg - Al.

Bien que certains métaux se recristallisent pendant leur déformation à froid, comme c'est le cas pour le plomb, la recristallisation dynamique est surtout étudiée à chaud.

Mac Queen et Bergeron [33] ont, sur le cuivre, fait des tests de déformation dans le domaine stable des courbes contrainte-déformation σ - ϵ . Leurs travaux ont consisté à déformer puis à tremper le métal (le cuivre) pendant sa déformation. Ils

ont conclu qu'une sous-structure à l'intérieur des grains recristallisés était la preuve tranchante que la recristallisation dynamique existe et a bien eu lieu.

D'un point de vue énergétique, la recristallisation dynamique n'est vérifiée que dès que le métal atteint un niveau de déformation critique. Rossard [39] a proposé que la recristallisation dynamique n'est amorcée dans le métal que si les déformations critiques ϵ_c et au pic de la contrainte ϵ_p , relatives aux courbes σ - ϵ , sont liées par la relation :

$$\boxed{\epsilon_c = \frac{5}{6} \epsilon_p} \quad (\text{III-10})$$

Selon Sellars [43], le processus de recristallisation dynamique est en fait un mécanisme de germination continue et de façon cyclique. Il est vérifié, sur les courbes σ - ϵ relatives à la recristallisation dynamique, que pour des bas taux de déformation et pour des basses vitesses de déformation le phénomène cyclique est apparent.

Luton et Sellars [33] ont affirmé que sous des conditions de déformation telles que :

$$\epsilon_x < \epsilon_c$$

avec

ϵ_x la déformation nécessaire pour obtenir une fraction x recristallisée

ϵ_c la déformation critique qui déclenche la recristallisation,

la recristallisation dynamique s'achevait avant d'atteindre la contrainte critique. En d'autres termes, nous aboutiront à une structure recristallisée avant d'atteindre la déformation critique pour amorcer le prochain cycle de recristallisation, les figures (3-5) et (3-6) illustrent ceci.

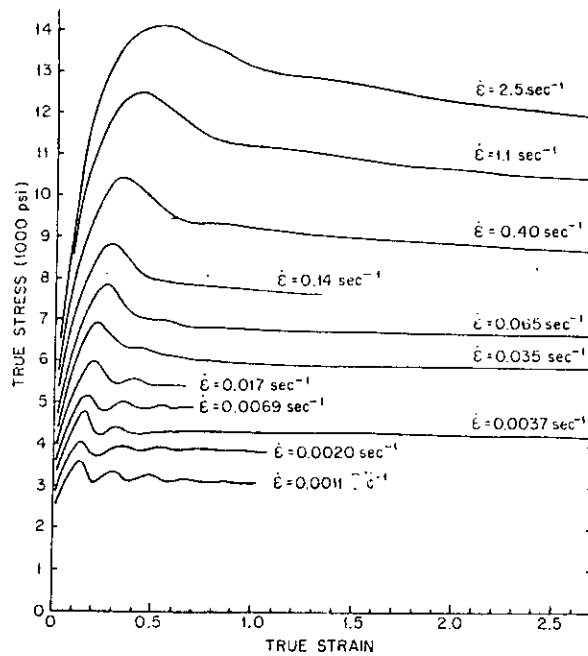


Figure (3-5) - Influence de la vitesse de déformation sur les courbes de contrainte-déformation : cas d'un acier à 0,25% C traité à 1000 °C (Hardwick et al., 1961)

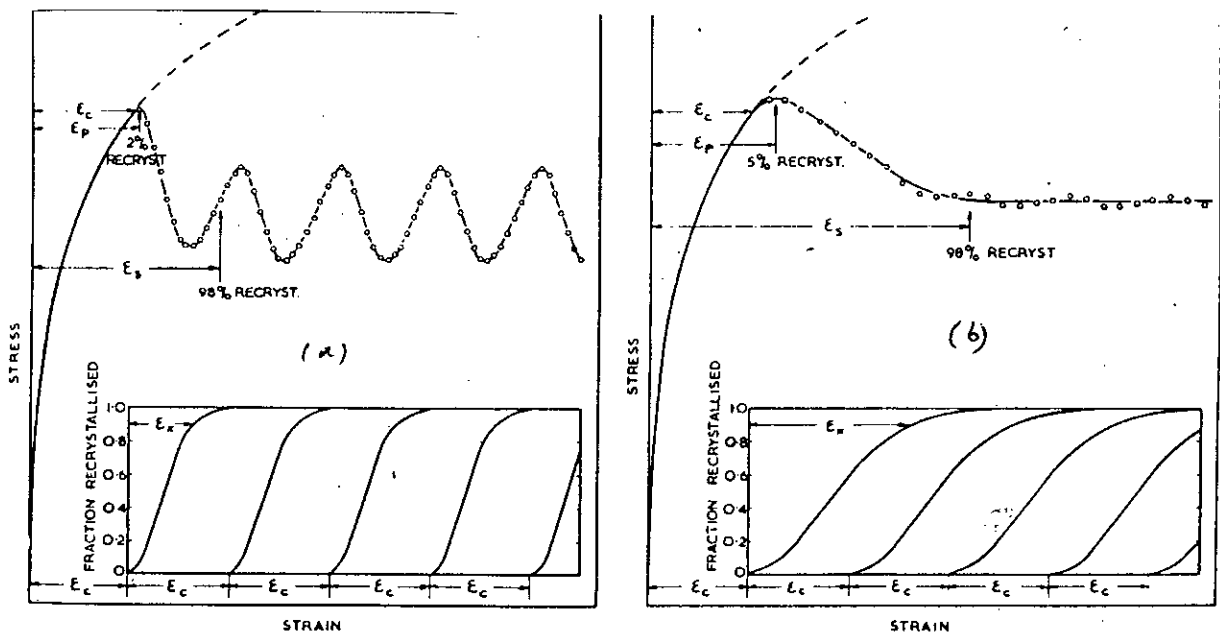


Figure (3-6) - Analogie entre les courbes de recristallisation et la recristallisation dynamique

- a) cas où $\epsilon_c > \epsilon_x$
- b) cas où $\epsilon_c < \epsilon_x$

Cependant, au-delà du niveau critique et lorsque :

$$\epsilon_c < \epsilon_x$$

la recristallisation dynamique n'a le temps de s'achever que déjà le cycle suivant de recristallisation dynamique s'initie. Les courbes σ - ϵ ne présenteront pas d'allures

cycliques car il y a eu un enchevêtrement de tous les cycles périodiques. Ces courbes présentent l'allure apériodique.

Les structures qui subissent la recristallisation dynamique n'observent pas de grossissement de grain. Il se trouve que les germes issus de la recristallisation acquièrent, durant la déformation, une énergie de densité de dislocation qui entrave leur croissance et y qui déclenche le prochain cycle de recristallisation.

3-7) Les changements structuraux statiques

3-7-1) La restauration statique

3-7-1-1) La restauration statique après déformation à froid

Les métaux déformés à froid se "chargent" de dislocations et de défauts ponctuels. Pour régénérer la structure primaire, l'instabilité structurale du métal d'un point de vue thermodynamique est, en combinaison avec un apport thermique approprié, responsable du réarrangement des dislocations ou de leur annihilation. Cet apport thermique, qui cause en fait une diminution de l'énergie de déformation, n'est autre qu'un recuit. Dans le cas de ce paragraphe, le recuit de restauration, appliqué aux métaux déformés à froid tels que l'argent, ne conduit pas à une germination et une croissance de nouveaux grains ; il s'agit en fait, d'après Honeycombe [21], de forcer la structure à finaliser ses changements dans le sens de la stabilité intragranulaire.

Dans le cas des monocristaux, Honeycombe [21] affirme que pour une déformation suivant un unique système de glissement (tel est le cas pour le zinc et le cadmium), la restauration statique peut être réalisée à 100 %. Cette affirmation est la conclusion des travaux de Haase et de Schmid [19] sur le zinc ; il affirme que 24 heures suffisent au métal pour qu'il acquiert un état d'équilibre similaire à celui du métal non-déformé. Ceci est illustré sur la figure (3-7), dans le cas du zinc, et

confirme les propos de Haase et de Schmid [19] pour diverses températures. Sur cette figure, R est la contrainte élastique définie par :

$$R = (\sigma_m - \sigma) / (\sigma_m - \sigma_0)$$

où

σ_m est le flux de contrainte du métal durcit

σ est le flux de contrainte du métal restauré

σ_0 est le flux de contrainte initial.

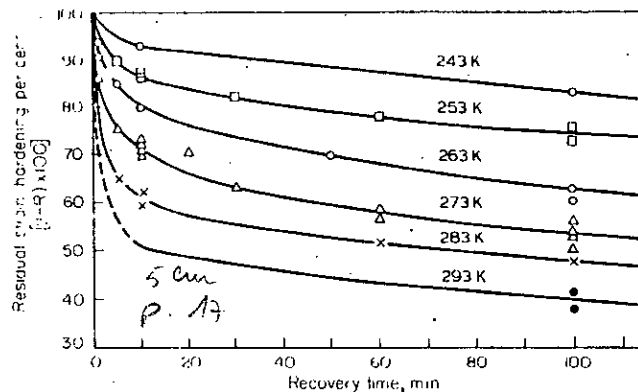


figure (3-7) - Restauration du zinc déformé à différentes températures (Drouard R. et al., 1953)

Sur l'échelle polycristalline, il y a plusieurs systèmes de glissements qui participent à la déformation, c'est le cas de l'aluminium.

Selon Honeycombe [21], les propriétés mécaniques des métaux recuits sont différentes de celles des métaux ayant subi la restauration statique. Il explique ceci par le fait que les dislocations issues des collisions entre les différents systèmes de glissement vont se réarranger en formant un réseau stable à haute température, ce qui stabilisera le flux de contrainte à un niveau juste supérieur au niveau typique du

métal non-déformé. Les différentes-étapes de la restauration statique sont illustrées sur la figure (3-8)

Ceci étant, les changements structuraux affectent la physique même du métal. L'énergie emmagasinée durant la déformation est transformée en une force motrice responsable de la nouvelle taille du grain qui se forme durant le processus de recristallisation.

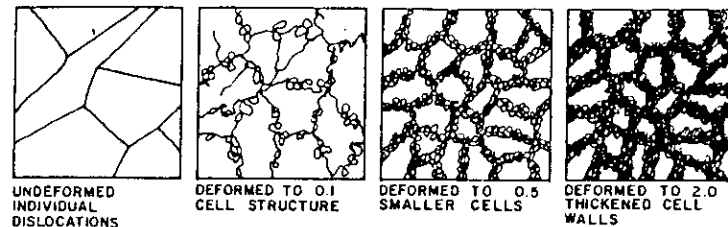


Figure (3-8) - Faciès typique de structure ayant subi une restauration statique (Leslie W.C. et al., 1963).

Selon Honeycombe [21], il existe au sein du métal déformé un pourcentage de force motrice de l'ordre de 5 % qui demeure à l'état d'énergie élastique. Il poursuit en affirmant que pour un échantillon déformé, l'énergie nécessaire pour maintenir la vitesse de chauffage égale à celle d'un échantillon non-déformé est inférieure à celle de ce dernier. Ceci, d'après lui, s'explique par le fait que l'énergie emmagasinée est dégagée lors du recuit sous forme thermique.

Clarebrough et Hargreaves [11] ont tracé la courbe $\Delta P = f(T(^{\circ}K))$, figure (3-9), où ΔP est la différence entre l'énergie nécessaire pour chauffer l'échantillon non-déformé et celle nécessaire pour chauffer l'échantillon déformé, et ceci pour une même vitesse de chauffage des échantillons. Il ont consacré leur étude sur le cuivre industriel et ont proposé les courbes suivantes. La figure (3-9) montre l'allure de ΔP pour un large intervalle de température.

Cette courbe est en fait une interprétation de la figure (III-2). Nous voyons bien que l'annihilation des dislocations n'affecte pas de façon marquante la variation ΔP et ceci jusqu'à $T = 643 \text{ }^{\circ}K$: c'est le stade de la polygonisation. ΔP

croît en flèche car les dislocations restantes se sont annihilées aux dépens de la recristallisation jusqu'à atteindre un pic à 453 °K.

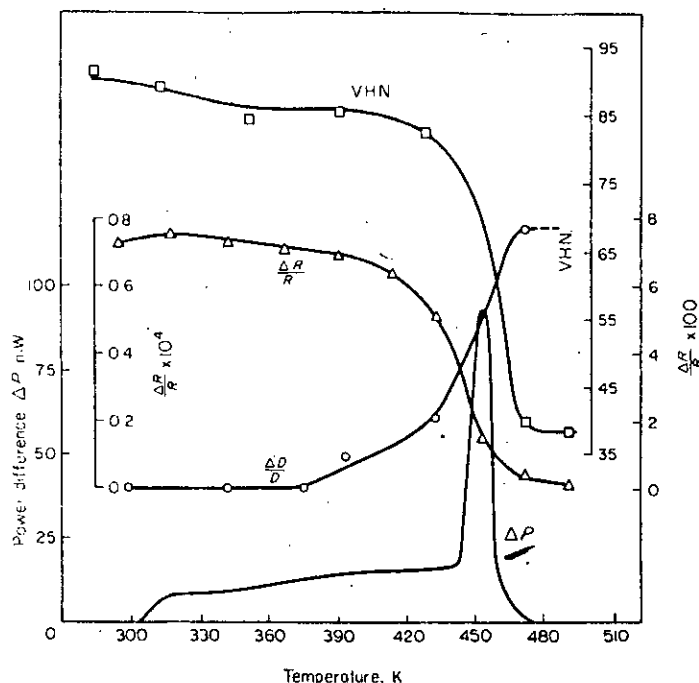


Figure (3-9) - Influence de l'énergie restituée ΔP sur les propriétés du cuivre (Clarebrough L.M. et Hargreaves M.E., 1963).

Dans le cas d'un même métal, Honeycombe [21] a montré, figure (3-10), que pour deux teneurs différentes, nous obtenons deux courbes similaires mais déphasées :

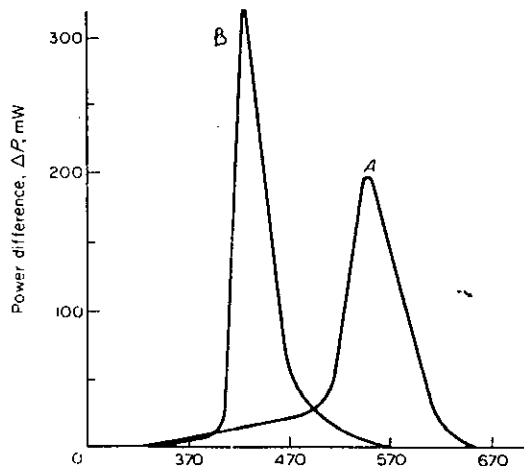


Figure (3-10) - Restitution de l'énergie emmagasinée suivant la pureté du métal (Clarebrough L.M. et al., 1952) : A - cuivre 99,988%, B - cuivre 99,967%.

3-7-1-2) La restauration statique après déformation à chaud

C'est un processus d'adoucissement qui a lieu à chaud. Les dislocations issues de l'écroutissage à chaud vont s'annihiler durant ce stade.

Selon Jonas et Mac Quenn [25], les paramètres qui gouvernent la cinétique de la restauration sont la température, la contrainte, la vitesse de déformation et la composition chimique du métal. L'effet de la température sur la restauration statique d'un acier à 0,42 % de carbone est illustrée sur la figure (3-11)

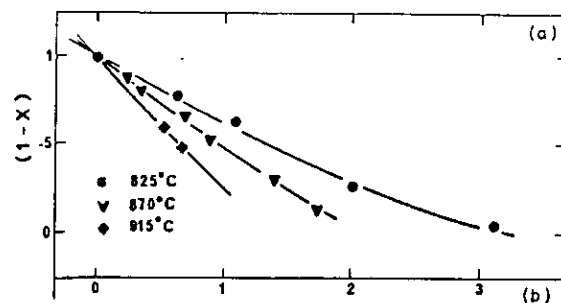


Figure (3-11) - Effet de la température sur la cinétique de la restauration pour l'acier 0,42 % (Petkovic et al., 1975).

Sur cette figure est révélée la restauration après une déformation de 14 %, inférieure à la déformation critique qui amorce la recristallisation. La température décrit l'intervalle $0,6 T_m - 0,67 T_m$ (T_m est la température de fusion du métal en degré Kelvin). Ces résultats sont obtenus après une compression suivie d'un arrêt brutal ; la vitesse de déformation étant de $0,1 \text{ s}^{-1}$ et X est la fraction adoucie., c'est à dire la réduction relative de la limite élastique ($1-X$ sera donc la fraction résiduelle durcie).

Bien qu'évident, l'effet de la température sur la vitesse de restauration n'est pas assez marquée ; comme nous l'avons cité au chapitre III - 2 - 3a), l'énergie emmagasinée va contribuer à la restauration, ceci sera plus pertinent lorsque nous élèverons la température.

Selon Jonas et Mac Quenn [25], l'énergie d'activation de la restauration est difficile à déterminer car pour différentes températures de déformation, nous observons différentes forces motrices d'amorçage de la restauration.

La vitesse de déformation contribue également à déclencher la restauration statique à chaud. Ceci est illustré sur la figure (3-12) avec le même acier de la figure précédente :

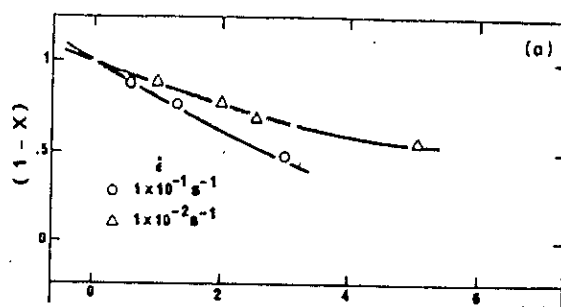


Figure (3-12) - Effet de la vitesse de déformation sur la vitesse de recristallisation statique (Petkovic et al., 1975).

Déformé à $\epsilon = 14 \%$ à $825 \text{ }^\circ\text{C}$, la vitesse de déformation élevée ($\dot{\epsilon} = 1.10^{-1} \text{ s}^{-1}$) a entraîné une augmentation de la densité de dislocations, donc un augmentation de l'énergie emmagasinée et une diminution plus rapide de la fraction durcie.

D'après Jonas et Mac Quenn [25], l'addition d'éléments d'alliages contribue à minimiser l'énergie de défaut d'empilement, donc la vitesse de restauration ; en d'autres termes, la substitution d'atome de base par des atomes étrangers augmente le temps d'incubation qui précède l'amorçage de la restauration statique. Ils rapportent également que l'addition d'éléments en solution solide fait augmenter le flux de contraintes à haute température, car dans ces conditions la restauration dynamique n'a pas lieu. C'est pour cela que, pour des métaux à faible énergie de défaut d'empilement ou alliés, le travail à chaud doit se faire à haute température.

III-7-9) La recristallisation statique après déformation à froid et à chaud

Le processus d'adoucissement gouverné par la germination et la croissance de nouveaux grains est communément nommé "recristallisation". Contrairement à la restauration, la recristallisation aboutit à une structure métallique identique à celle du métal de départ, c'est à dire du métal non-déformé, en toutes proportions mécaniques et physiques.

Selon Honeycombe [21], la forme allongée du grain déformé augmente la probabilité de retrouver la structure non-écrouie de départ (ou celle typique du recuit). Il poursuit en affirmant que le phénomène de recristallisation, par germination et croissance, engendre des nouveaux grains équiaxiaux et ceci au niveau des joints de grains écrouis.

Dans le cas de la recristallisation, les courbes exprimant le taux de recristallisation en fonction du temps ont l'allure d'une sigmoïde qui présente :

- un temps d'incubation qui dépend des paramètres thermomécaniques (ϵ , T , d_0 , $\dot{\epsilon}$),
- une recristallisation qui s'amorce lentement suivie d'une rapide augmentation de la vitesse de germination et de croissance,
- un stade final, où le métal se recristallise lentement, dû à la diminution de la force motrice par restauration statique.

Sur la figure (3-13), nous illustrons les stades de la recristallisation cités ci-dessus dans le cas de l'aluminium pour $T = 629$ °K.

A l'échelle microscopique, l'origine des germes recristallisés a fait l'objet de propositions de divers chercheurs. Alors que Beck [7] s'est contenté de dire que les joints de grain sont les sites favorables à la recristallisation, Honeycombe et Brinson [8] ont affirmé que les interfaces séparant deux phases et les macles [21] peuvent être aussi des sites préférables à la recristallisation. Hsun Hu [22] et Cahn [9] ont, quant à eux, suggéré les bandes déformées, les bandes qui visualisent les

systèmes de glissement. Selon Honeycombe [21], ces sites sont caractérisés par une forte densité de dislocations.

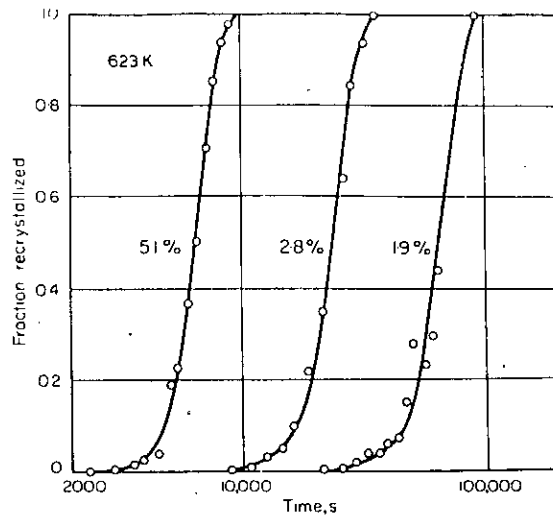


Figure (3-13) - Effet de la déformation sur la vitesse de recristallisation de l'aluminium à 623 °K (Anderson et Mehl, 1945).

Bailey [5] et Hirsh [6] ont fait des études sur le recristallisation de l'argent, du cuivre et du nickel et ceci après une déformation qui aboutit à une structure présentant un arrangement de dislocations en sous-joints. Ceux-ci présentent une désorientation de 10 degrés si le taux de déformation est de 90 %, la déformation dans ce cas est réalisée par laminage.

Les mécanismes de germination sont, selon Jonas et Mac Quenn [25] dépendants du niveau d'énergie de défaut d'empilement. Sur la figure (3-14), la classe (a) est typique des métaux à haute énergie de défaut d'empilement, tels que le fer α ou γ et l'aluminium :

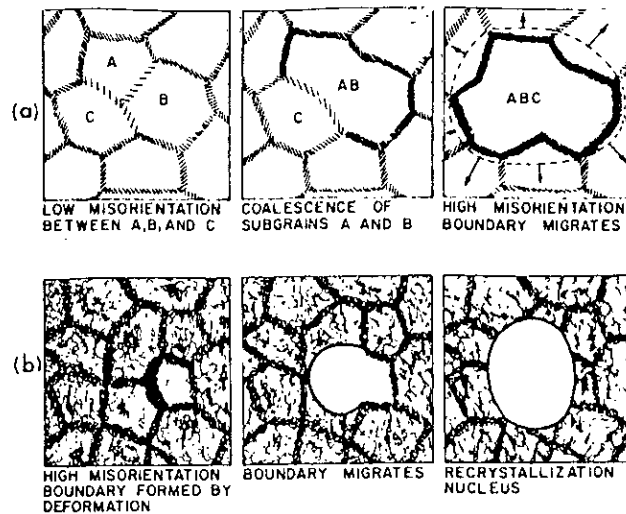


Figure (3-14) - Mécanismes d'adoucissement selon le niveau d'énergie de défaut d'empilement (Jonas J.J et Mac Queen H.J., 1975)

Les sous-grains A, B et C coalisent en un cristallite communément appelé germe. Dans la classe (b), il s'agit des métaux à faible énergie de défaut d'empilement ; la déformation est responsable de l'apparition de densités locales mais fortes qui, par recuit, se transformeront en une structure dont les grains présenteront des sommets à angles obtus.

Jonas et Mac Quenn [25] ont rapporté dans leur étude consacrée à la recristallisation statique que la force motrice responsable de la migration du joint des nouveaux germes est le gradient de densité de dislocations entre le cœur du germe et le joint ou la matrice initiale déformée.

Cette force motrice responsable de la migration du joint du germe recristallisé est cependant décroissante au fur et à mesure que le processus d'adoucissement est en cours :

Vandermeer et Gordon [49] ont affirmé que la densité de dislocations diminuait dans le temps à cause de la restauration statique, alors que Jonas et Mac Quenn [25] ont suggéré qu'une recristallisation précédait la restauration statique là où la déformation est élevée, en d'autres termes là où la densité de dislocations est haute.

3-8) La recristallisation métadynamique

Lors d'un arrêt brutal du processus de déformation à chaud d'un métal, les germes créés migrent vers les zones écrouies et riches en dislocations, laissant dans leur sillage un état structural restauré et exempt de dislocation. Les contraintes externes au grain étant absentes, celui-ci continue à croître, à mesure que la température est élevée, car le joint de grain diffuse par absorption des dislocations.

Le processus d'adoucissement qui est issu d'une croissance du grain recristallisé dynamiquement (pendant la déformation à chaud) est connu sous le terme de recristallisation métadynamique.

Selon Jonas et Mac Queen [25], la migration du joint est effectuée sans temps d'incubation, il en est de même pour la croissance du grain. Ils ajoutent également que pour les régions qui n'ont pas subi de germination dynamique, la recristallisation statique peut avoir lieu.

Sur la figure (3-15) sont illustrés les trois processus d'adoucissement subis par le métal après la déformation à chaud ; si le taux de déformation subi par le métal est inférieur à la déformation de l'état stable ϵ_{cs} , il peut y avoir une restauration statique, une recristallisation statique et une recristallisation métadynamique, cependant, aux déformations supérieures à ϵ_{cs} , la restauration statique ainsi que la recristallisation métadynamique seront les seuls processus d'adoucissement.

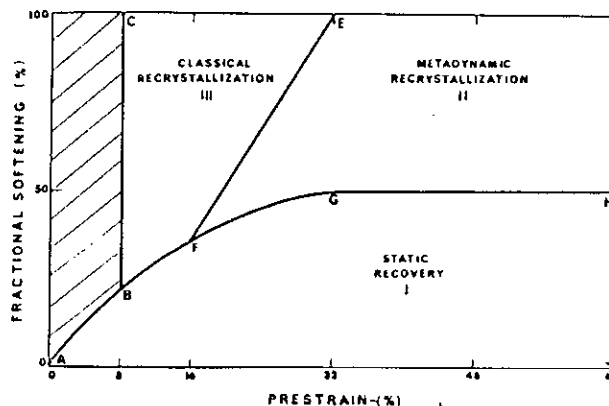


Figure (3-16) - Mécanisme d'adoucissement statique après déformation (Sellars et Whitemann, 1979).

D'un point de vue structural, il a été rapporté par Ahlblom [1] que la taille du grain recristallisé par recristallisation métadynamique est plus petite que celle du grain ayant subi la recristallisation statique, mais légèrement supérieure à la taille du grain recristallisé dynamiquement, la figure (3-17) illustre ceci.

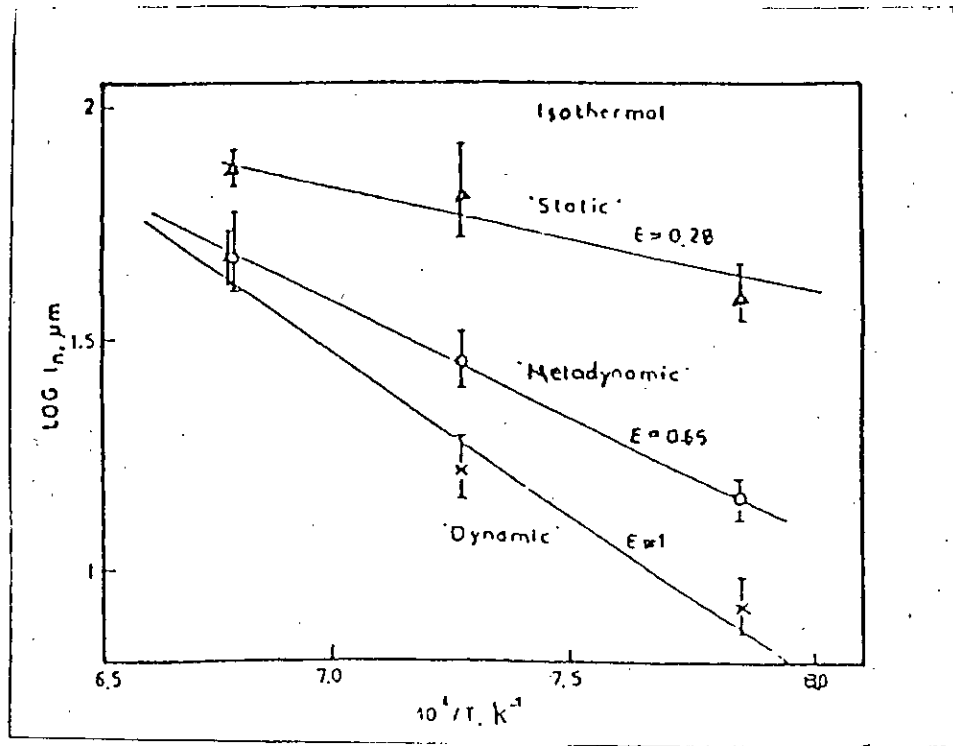


Figure (3-17) - Comparaison entre la taille du grain recristallisé dynamiquement et statiquement pour l'acier 304 (Ahlblom, 1977).

*CHAPITRE IV : LES
PROPRIÉTÉS DU MATÉRIAU
ÉTUDIÉ*

4-1) Introduction

Le traitement thermomécanique d'un lingot d'alliage d'argent, en tant que spécialisation dans la technologie des métaux, fait appel à une connaissance de l'alliage d'argent dans sa physique et sa chimie, visant des applications industrielles variées.

Le métal de base étant l'argent, nous exposons tout d'abord une étude bibliographique de ce métal.

4-2) Notions fondamentales

4 - 2 - 1) Production de l'argent

D'après Fargeon [13], treize mille tonnes d'argent environ sont produites chaque année par l'industrie minière, essentiellement par le Mexique, les Etats-Unis, le Canada, l'Australie et l'Inde.

Extrait d'un minerai appelé argyrose, l'argent se trouve à l'état naturel dans les mines d'or, de plomb et de cuivre associé au soufre sous forme de sulfure d'argent Ag_2S . L'extraction de l'argent à partir de l'argyrose se fait par apport de chlorure de sodium $NaCl$ qui, une fois combiné au sulfure d'argent, fournira le chlorure d'argent $AgCl$. Celui-ci est traité par la suite par amalgamation : le mercure réagit avec le chlore pour laisser de l'argent plus ou moins purifié. La technologie la plus récente, selon Fargeon [13], consiste à traiter le minerai d'argent par le charbon actif qui, grâce à l'apport thermique, épurera l'argent.

4 - 2 - 2) Propriétés physiques de l'argent

Les propriétés physiques de l'argent sont hors du commun. Selon Fargeon [13], l'argent, une fois bien décapé, présente un aspect blanc très pur ; il n'est pas brillant mais mat. Si on lamine jusqu'à le rendre en feuille, il prendra une apparence violette.

L 'opération de laminage se fait à froid sans que le métal ne manifeste de résistance notable car c 'est le plus malléable de tous les métaux venant après l 'or. Lourd mais mou, sa dureté de 25 ° sur l 'échelle Vickers fait de lui un métal de base pour divers alliages de duretés plus élevées tels que les alliages argent-cuivre.

D 'après Fargeon [13], l 'argent ne s 'oxyde pas à la fusion (962 °C) en présence d 'air ou d 'oxygène, mais absorbe 22 fois son volume d 'oxygène à haute température et le rejette lors de son refroidissement : c 'est le phénomène de rochage.

De tous les métaux, l 'argent est le meilleur conducteur électrique et le meilleur conducteur de la chaleur. Robertson [38] rapporte dans une étude faite sur les propriétés des métaux précieux que la résistivité électrique de l 'argent à 0 °C est de $1,59 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ et que le coefficient thermique de dilatation linéaire λ est de $19,68 \mu\text{m}/\text{m} \cdot ^\circ\text{C}$.

Fargeon [12] rapporte que dès que l 'argent approche une température de 950 °C, il se volatilise et ceci à un ordre de grandeur plus élevé dans le cas d 'une atmosphère oxydante que dans le cas d 'une atmosphère réductrice.

L 'argent est un métal dont le réseau de Bravais est cubique à faces centrées pour le durcir, les éléments d 'addition tels que le cuivre sont nécessaires mais à des taux assez faibles afin de ne pas diminuer de sa préciosité et de sa résistance à la corrosion chimique (l 'argent a un potentiel de réduction de +0,799 V sur l'échelle ENH [34]).

4 - 2 - 3) Principaux axes de développement dans l 'industrie de l 'argent

L 'utilisation industrielle de l 'argent combine les conductivités électrique et thermique les plus élevées.

Dans le revêtement, l 'argenture, qui selon Fargeon [13] consiste à appliquer une couche mince d 'argent à la surface de certains corps et plus particulièrement

des métaux et à leur communiquer ainsi l'éclat, la couleur, l'inaltérabilité ou la conductivité de l'argent. Aujourd'hui, l'argenture se réalise par dépôt électrolytique dans un bain électrolytique contenant un sel d'argent, généralement le cyanure d'argent.

En bijouterie, les normes internationales nous astreignent à respecter les teneurs suivantes en élément des alliages argent - cuivre :

95 % Ag - 5 % Cu et 80 % Ag et 20 % Cu.

Le cuivre, de potentiel de réduction égale à + 0,33 V sur l'échelle ENH, sert d'élément durcissant sans faire varier de manière apparente le potentiel de réduction (l'éclat métallique est également conservé).

En dentisterie, Fargeon [12] cite les deux alliages suivants :

argent - palladium - or et argent - palladium - platine

qui sont intéressants pour leurs malléabilités et leurs pouvoirs anti-corrosifs.

Dans l'industrie de l'argent, la stérélisation de l'eau, la fabrication d'écrans de radars, la miroiterie et les monnaies sont également avides d'argent.

Actuellement, les 50 % de l'industrie de l'argent sont occupés par l'industrie photographique [47]. La préparation d'émulsion d'argent, d'après Fargeon [13], nécessite une solution de nitrate d'argent, de bromure d'argent et d'autres halogénures d'argent. Cette part occupée par l'industrie photographique la première source d'approvisionnement en argent récupéré par le biais du recyclage des déchets (car une forte consommation de l'argent entraîne une importante quantité d'argent à récupérer des déchets, aussi pauvres soient-ils en ce métal).

4 - 2 - 4) Production du cuivre

Le cuivre est, dans la famille des métaux non-ferreux, parmi les plus importants du fait de ses caractéristiques mécaniques et chimiques, électriques et thermiques.

Selon Quid [36], près de 9 millions de tonnes sont produits chaque année dans le monde. Les principaux minerais de cuivre sont ceux qui présentent une combinaison entre le cuivre et le soufre. Dans le tableau V-I, nous dressons une liste de minerais de cuivre, en donnant le nom, la formule chimique et la teneur en cuivre du minerai.

Aujourd'hui, les provenances du cuivre sont multiples. Des méthodes d'enrichissement du minerai jusqu'à l'affinage électrolytique, le cuivre passe par différentes gammes d'utilisation telles que la plomberie et l'électronique. Cependant, pour les métaux précieux, le cuivre pur, c'est à dire de teneur égale à 99,99 %, est exigée car dans ce domaine, la teneur en métal est à respecter de part ces propriétés physiques.

Nom	Formule chimique	Teneur en cuivre
Chalcopyrite	Cu Fe S_2	34,6
Bornite	$\text{Cu}_3 \text{Fe S}_3$	55,6
Chacosine	$\text{Cu}_2 \text{S}$	79,5 - 79,9
Covelline	Cu S	68
Malachite	$\text{Cu CO}_3 \text{Cu (OH)}_2$	57
Azurite	$2 \text{Cu CO}_3 \text{Cu (OH)}_2$	55 - 57
Cuprite	$\text{Cu}_2 \text{O}$	88
Tenarite	Cu O	80
Grycorole	$\text{Cu Si O}_3, 2 \text{H}_2 \text{O}$	36
Cuivre natif	Cu	≤ 99

Tableau(V-I) - Quelques minerais de cuivre avec leur symbole chimique et leur teneur en cuivre

4 - 2 - 5) Propriétés physiques et mécaniques du cuivre

D 'après Isabey [23], le cuivre est un métal rouge, un peu rosé lorsqu 'il est bien pur et privé de toute trace d 'oxyde (il devient légèrement jaunâtre sous l'influence de ce composé.

De réseau de bravais cubique à faces centrées, le cuivre a un numéro atomique $Z = 49$.

La mesure des propriétés physiques en général et mécaniques en particulier a toujours fait l 'objet de divergences entre chercheurs. Dans le cas du cuivre électrolytique (pur), la densité mesurée selon Scheerer et Marchand [42] est de $8,914 \text{ g/cm}^3$, alors que Joule et Playfair [36] trouvent $8,920 \text{ g/cm}^3$. Si le cuivre est à l'état compressé sous une pression de 10 t/cm^2 , on remonte à $8,93258 \text{ g/cm}^3$ selon Kalhbaum [28], alors que le martelage fournit une densité de $8,958 \text{ g/cm}^3$.

Dans les propriétés mécaniques, le cuivre est selon Isabey [23] un métal extrêmement ductile et malléable, aussi bien à chaud qu'à froid. Les traitements thermomécaniques sur le cuivre révèlent la température de 200 °C, d'après Jeffries et Archer [25], comme suffisante après écrouissage pour redonner au métal ses qualités initiales. Alors que le module de Young est de $E = 1322$ selon Gray, Blyth et Dunlop [17], sa décroissance en fonction de la température à, d'un point de vue analytique fait l'objet de plusieurs propositions dont celles de Koherausch et Loomis [30] :

$$E = E_0 (1 - 572 \cdot 10^{-6} t - 280 \cdot 10^{-6} t^2)$$

avec

E_0 le module de Young à la température ambiante
et t la température en degré Celsius.

Le coefficient de Poisson varie selon la température :

T (°C)	20	60	100	120
ν	0,340	0,355	0,352	0,370

D'après Goereus [18], la résistance à la traction est fortement affectée par le travail mécanique.

4 - 2 - 6) Les alliages argent-cuivre (diagramme d'équilibre)

Parmi les plus anciens alliages, nous citons l'argent Sterling relatif au chercheur allemand Easterings. C'est un alliage utilisé en Grande Bretagne dans la fabrication des pièces de monnaie et il titre à 92,5 % en argent et 7,5 % en cuivre. La figure ci-dessous offre une gamme de courbes dureté Brinell en fonction du temps de maintien à différentes températures :

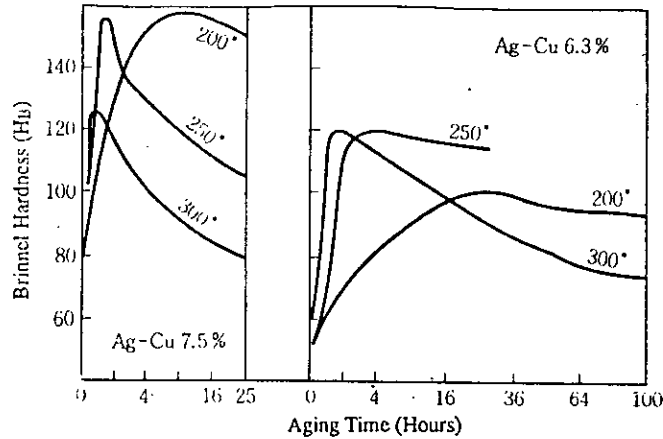


Figure (4-1) - Courbes dureté-temps de maintien de l'alliage Ag-Cu 7,5 % et Ag-Cu 6,3 % [31]

Ces courbes montrent qu'aux températures 250 °C et 300 °C, les processus de durcissement en cours sont identiques : nous en déduisons une précipitation d'une phase β à solubilité de l'argent dans le cuivre limitée qui est responsable du durcissement. Un tel processus s'effectue à 200 °C moins rapidement et avec une vitesse quasi-continue. La précipitation de phases, qui est activée par la température, a un effet sur la dureté plus important à 200 °C : sur le diagramme d'équilibre Ag-Cu [48], nous notons une précipitation de la phase β et sa stabilité à 200 °C. Nous remarquons que d'un point de vue thermodynamique, la phase β est quasi-stable au-delà du pic de dureté sur la courbe et il faut plus d'un jour de maintien pour retrouver les duretés basses. En balayant le diagramme Ag-Cu sur l'axe des teneurs en cuivre [48], la figure (4-2) sur l'évolution de la dureté de l'alliage Ag-Cu en fonction du traitement thermique adopté :

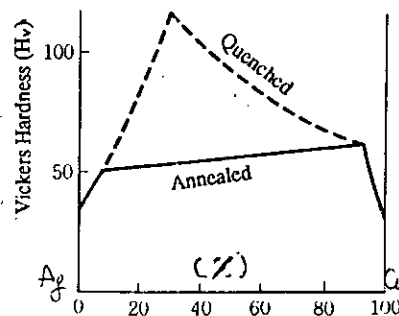


Figure (4-2) - Evolution de la dureté de l'alliage en fonction de la teneur en cuivre [48].

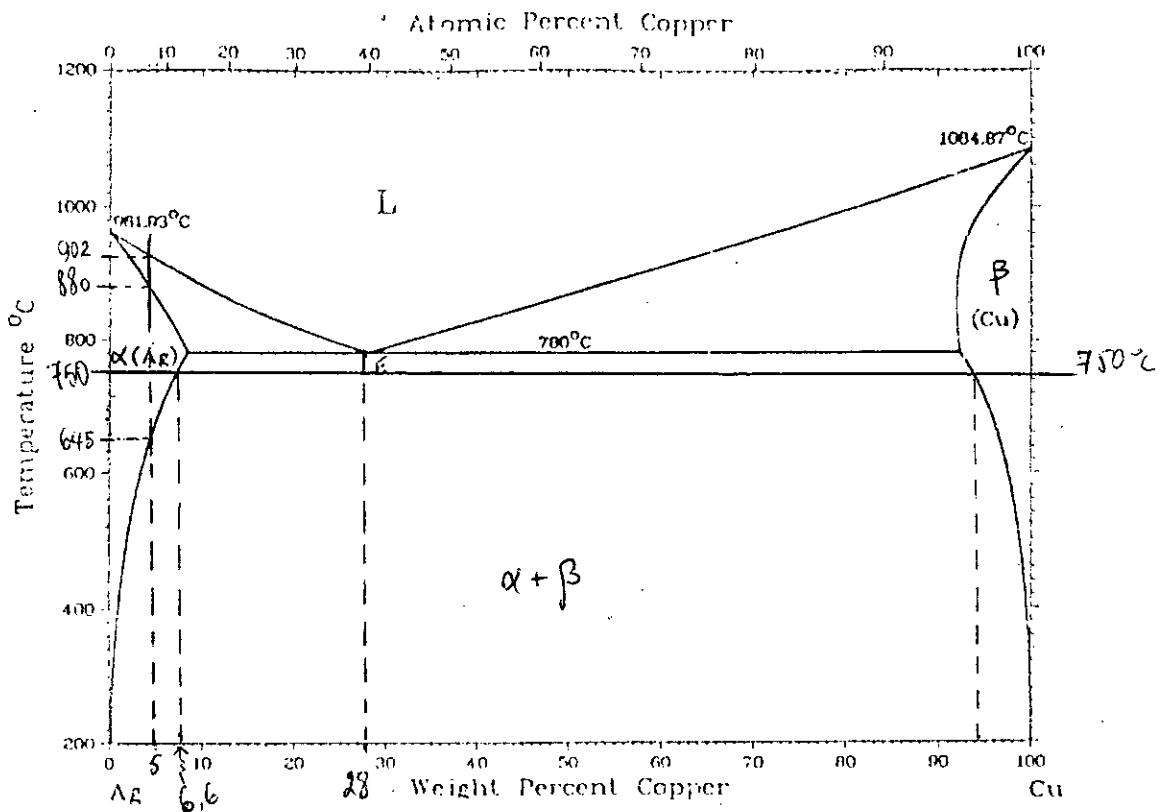


Figure (4-3) - Diagramme d'équilibre Ag-Cu [48].

Hormis la ténacité et la dureté élevées des alliages par rapport à celles de l'argent pur, l'addition de cuivre dans le réseau de l'argent diminue selon la température de fusion de l'alliage et fait augmenter la coulabilité [31].

Avec un élément tel le cuivre qui présente un potentiel de réduction électrochimique inférieur à celui de l'argent (+0,33 V/ENH par rapport à celui de l'argent : +0,799 V/ENH [34]), l'alliage Ag-Cu ne résiste pas au ternissement causé par la formation de sulfure et présente un eutectique, à 28 % en cuivre, au-delà d'une teneur de l'alliage en cuivre de 8,5 %.

Parmi les autres métaux susceptibles de s'allier à l'argent, le cuivre occupe les premiers rangs de ceux capables de durcir la matrice, ceci est illustré dans la figure(4-4).

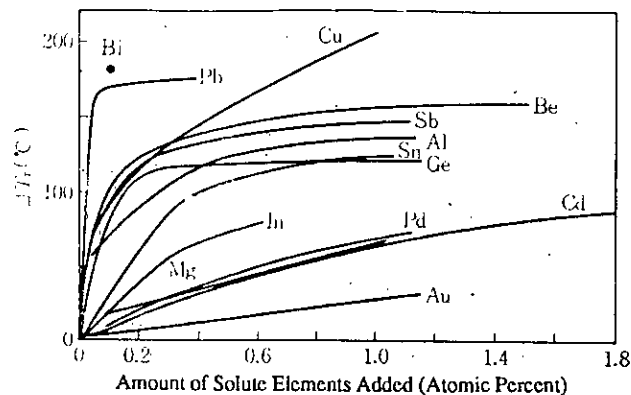


Figure (4-4) - Augmentation de la température de recristallisation de l'argent causée par l'addition d'autres éléments. ΔT étant la différence entre la température de recristallisation de l'alliage et celle de l'argent pur (91 °C) [31].

Dans la bijouterie, nous sommes astreints à utiliser deux types d'alliages : Ag-Cu 20 % et Ag-Cu 5 %. Ces normes étant internationales exigés une préparation de pointe de chaque élément, puis de l'alliage.

Pour la fusion de l'alliage de bijouterie Ag-Cu 5 %, en l'occurrence notre échantillon de travail, le coke, le gaz de ville, les fours à induction à haute fréquence ainsi que les résistances électriques sont utilisés. De nos jours, les fours à induction sont ceux qui sont utilisés pour préparer les lingots [31] ; ceci est dû au fait ces fours sont dotés des caractéristiques suivantes :

- ils contrôlent mieux la ségrégation des composants du bain et aide à la fusion totale de l'alliage, due à l'action de mixage causée par l'induction
- ils accélèrent le processus de fusion surtout si les cycles d'élévation et de baisse de la température sont courts
- ils facilitent la détection d'impuretés
- ils atteignent les hautes températures rapidement.

La figure (4-5) fournit un schéma conventionnel d'un four électrique à induction à haute fréquence pour la fusion.

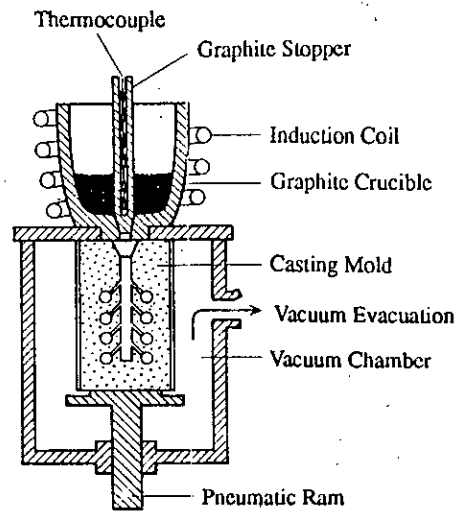


Figure (4-5) - Schéma d'un four à induction à haute fréquence pour la fusion [31].

5-1) Introduction

L'alliage d'argent, qui fait l'objet de notre étude, est élaboré à partir de métaux purs. La procédure métallurgique de préparation de cette alliage est conventionnelle et doit respecter certaines étapes, avant d'amorcer le traitement themomécanique.

Nous exposons ci-dessous le processus métallurgique de production d'alliage Ag-Cu 5% au laboratoire de transformation des métaux précieux d'Agenor.

5-2) Préparation de l'argent pur à Agenor

La méthode utilisée au laboratoire de transformation des métaux précieux d'Agenor pour produire l'argent pur est la méthode Moébius [2]. Nous disposons pour cela de n anodes en argent brut arrangées verticalement en intercalaire entre $n+1$ cathodes : nous récupérons l'argent sur les deux faces de la cathode et pour récupérer l'argent renfermé dans les deux anodes extrêmes.

Les anodes contenant l'argent brut sont enveloppées dans des sacs en propylène dans lesquels les boues anodiques contiennent les métaux non-ionisés tels que l'or et le cuivre qui se déposent à l'état solide.

Les cathodes, faites en graphite ou en acier inoxydable, vont être le siège de la réduction de l'ion Ag^+ .

L'électrolyte contient du nitrate d'argent, de concentration $C_{\text{AgNO}_3} = 30-50 \text{ g/l}$, de l'acide sulfurique, tel que l'acidité dans la solution est $C_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 3-10 \text{ g/l}$, du sulfate de cuivre, de concentration $C_{\text{CuSO}_4} = 60 \text{ g/l}$. La densité de courant est réglée à $I = 4-5 \text{ A/dm}^2$ et la tension est fixée à $2,5 \text{ V/cuve}$. L'affinage est accéléré par la circulation de bulles d'air ce qui empêchera l'épaississement de la double-couche à la cathode et permettra le dépôt continu et à la même vitesse de l'argent. L'affinage est également accéléré par le mouvement alternatif d'un racloir en polychlorure de vinyle (PVC) qui décape les surfaces de la cathode des cristaux d'argent. L'argent ainsi recueilli titre à 99,99%.

*DEUXIÈME PARTIE : PARTIE
EXPÉRIMENTALE*

***CHAPITRE V : PROCÉDURE
EXPÉRIMENTALE***

Une fois recueillies, les poudres d'argent sont rincées à l'eau pour leur enlever toute trace d'acide. Ces poudres, après rinçage, vont être séchées dans des creusets en réfractaire dans des fours électriques pendant 24 heures puis conservées dans des bocaux en plastique.

Le cuivre, quant à lui, n'est pas produit au laboratoire de Agenor, il provient d'une unité extérieure de filage du cuivre. Il n'empêche que sa pureté est appréciable pour l'élaboration des bijoux.

5-3) Préparation du lingot d'argent en fonderie

Tout commence au bureau de gestion des stocks où l'argent est pesé à l'aide d'une balance électronique. Durant la pesée du cuivre, nous ajoutons souvent plusieurs dixièmes de grammes de ce métal, car il se recouvre parfois d'oxyde. Notons que le lieu de travail est assez réduit et que les ateliers de fonderie et de traitements chimiques ne sont pas assez espacés, ce qui rend l'atmosphère assez nocive surtout pour le cuivre.

Alors que l'argent est disponible en grenaille, le cuivre est stocké en forme de tige fine. Cette disposition des métaux de base est nécessaire de point de vue économique et de point de vue sécuritaire. L'aspect géométrique réduit de l'argent et du cuivre est rentable car la surface de contact de ces métaux est supérieure à celle d'une configuration plus compacte. Ainsi, le temps de fusion de ces métaux sera court et la préparation du lingot sera rapide.

5-3-1) Activités préliminaires

L'opération de chauffage du four à gaz est accélérée par un compresseur qui rend la flamme plus chaude et la température plus homogène.

Dans le four est placé un creuset en réfractaire sur un support recouvert d'une couche de coke pulvérisé afin d'éviter que le creuset ne colle au fond du

four. Une fois que le creuset est chauffé au rouge, l'opération de préparation des produits de fonderie commence.

5-3-2) Transformation de l'alliage d'argent en fonderie

A partir de l'argent disponible en grenaille et du cuivre en tige, nous procédons à l'élaboration du lingot. C'est l'argent qui est versé le premier dans le creuset ; sa température de fusion étant de 962°C [13] contrairement à celle du cuivre qui est de $1084,5^{\circ}\text{C}$ [37].

En remuant à l'aide d'un baton en graphite le bain d'argent, le cuivre est versé par bottes. Dès que la proportion de cuivre passe au bain, nous remuons pendant 30 secondes avant la coulée de l'alliage Ag-Cu.

Une fois liquide, le bain présentera deux phases :

- la phase liquide l'alliage Ag-Cu
- la phase solide qui surnage la phase liquide et qui contient surtout des déchets solides tels que le fer.

Notons que le fait que l'argent soit le premier à fondre mettra le cuivre en contact quasi-homogène avec un bain à haute température et accélérera sa fusion.

Pendant la fusion des métaux, les lingotières en acier et de forme parallélépipédique sont chauffées au chalumeau pour éviter le choc thermique lors de la coulée. Avant chaque coulée, la surface intérieure de la lingotière est huilée à l'huile de lin pour que le métal une fois refroidis ne colle à cette surface.

Une fois refroidis, les lingots sont rabottés à l'aide d'un étau-limeur pour éliminer les déchets en surface ainsi que les traces grasses car toute inclusion risque d'entraver les transformations plastiques ultérieures.

5-3-3) Observation de la structure du lingot coulé

Du barreau issu de la préparation décrite ci-dessus, nous prélevons à l'aide d'une scie à métaux un échantillon. Le découpage doit se faire proprement car tout

copeaux doit être récupéré et stocké pour la restitution des produits; le même soin est observé lors du limage.

Notre échantillon est ensuite poli avec les papiers abrasifs dont les calibres sont les suivants :

120-320-600-1200, puis avec un tapis imbibé d'une solution d'alumine de granulométrie égale à $1\ \mu\text{m}$ et enfin avec un tapis imbibé avec la même suspension, sauf que la granulométrie descend à $0,3\ \mu\text{m}$.

La microstructure révélée à l'aide de l'acide citrique en utilisant l'attaque électrolytique [46]. C'est une attaque à courant imposé : l'anode est une lame d'aluminium ou d'acier inoxydable et la cathode est notre échantillon de travail de surface moyenne égale à 1cm^2 .

Nous imposons une densité de courant $I = 100\ \text{mA/cm}^2$ et une tension $U = 6\text{V}$ pendant deux minutes.

L'attaque électrolytique met en évidence l'effet de la variation du potentiel de réduction au sein de la surface d'étude. Les phases α et β ont des concentrations en cuivre très distinctes, ce qui favorisera l'interaction électrochimique beaucoup plus dans les régions de potentiel moins noble.

L'observation métallographique révèle une structure basaltique et poreuse caractéristique des structure de fonderie, figure (V-1).

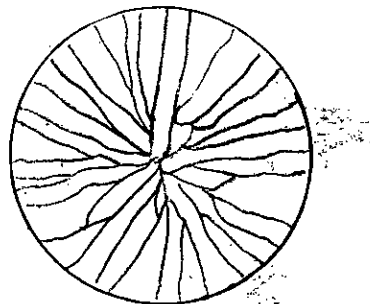


Figure (5-6) - Coupe transversale d'une pièce coulée en coquille

Pour remédier à cette structure chargée de défauts indésirables, nous proposons de travailler au préalable le lingot d'argent par une déformation à froid.

Celle-ci est réalisée, au laboratoire de transformation des métaux précieux d'AGENOR, par laminage.

5-4) Laminage préalable

Dans l'atelier de laminage, le laminoir utilisé a les caractéristiques suivantes :

- marque : Joliot
 - diamètre des cylindres : 140 mm
 - longueur des cylindres : 175 mm
 - vitesse de laminage : 4m/mn
 - ouverture maximale : 25 mm
 - longueur : 750 mm
 - largeur : 750 mm
 - hauteur : 1500 mm
- } dimensions extérieures du laminoir

Le laminage à froid est effectué en plusieurs passes afin de ne pas faire chauffer les coussinets du laminoir et pour ne pas casser le lingot. Les échantillons sont laminés jusqu'à un taux d'écroutissage $\varepsilon = 0,2$. Ceci est nécessaire pour briser le réseau des inclusions et des défauts cristallins issus de la préparation en fonderie.

5-5) Recuit d'initialisation

L'opération de recuit des échantillons issus de la fonderie est écouis par laminage jusqu'à $\varepsilon = 0,2$ et précédée par un calibrage du four.

Avant tout enfournement, nous devons connaître la marge d'erreur entre la température affichée et mesurée dans le four.

L'avantage technique de ce four est la position de son thermocouple au fond du four pour minimiser l'influence des courants d'air lors de l'ouverture de sa porte.

Le calibrage du four consiste à faire pénétrer dans le four un thermocouple relié à un potentiomètre qui donne la fem de la température.

En utilisant un thermocouple chromel-alumel, les différentes tensions (fem) trouvent sur une table de donnée leur correspondante en température. Nous dressons ci-dessous le tableau qui donne la mesure affichée et sa correspondante réelle dans le four :

Température réglée (°C)	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000	1100
Température mesurée (°C)	100	170	280	390	500	610	720	830	930	1030	1120

Tableau V-1 : Comparaison entre les valeurs affichées et les valeurs mesurées (°C)

La courbes relative à notre four présente, figure (V-2), une allure rectiligne et révèle une température mesurée de 750°C pour une température de 740°C.

Comparaison entre les températures affichées et mesurées.

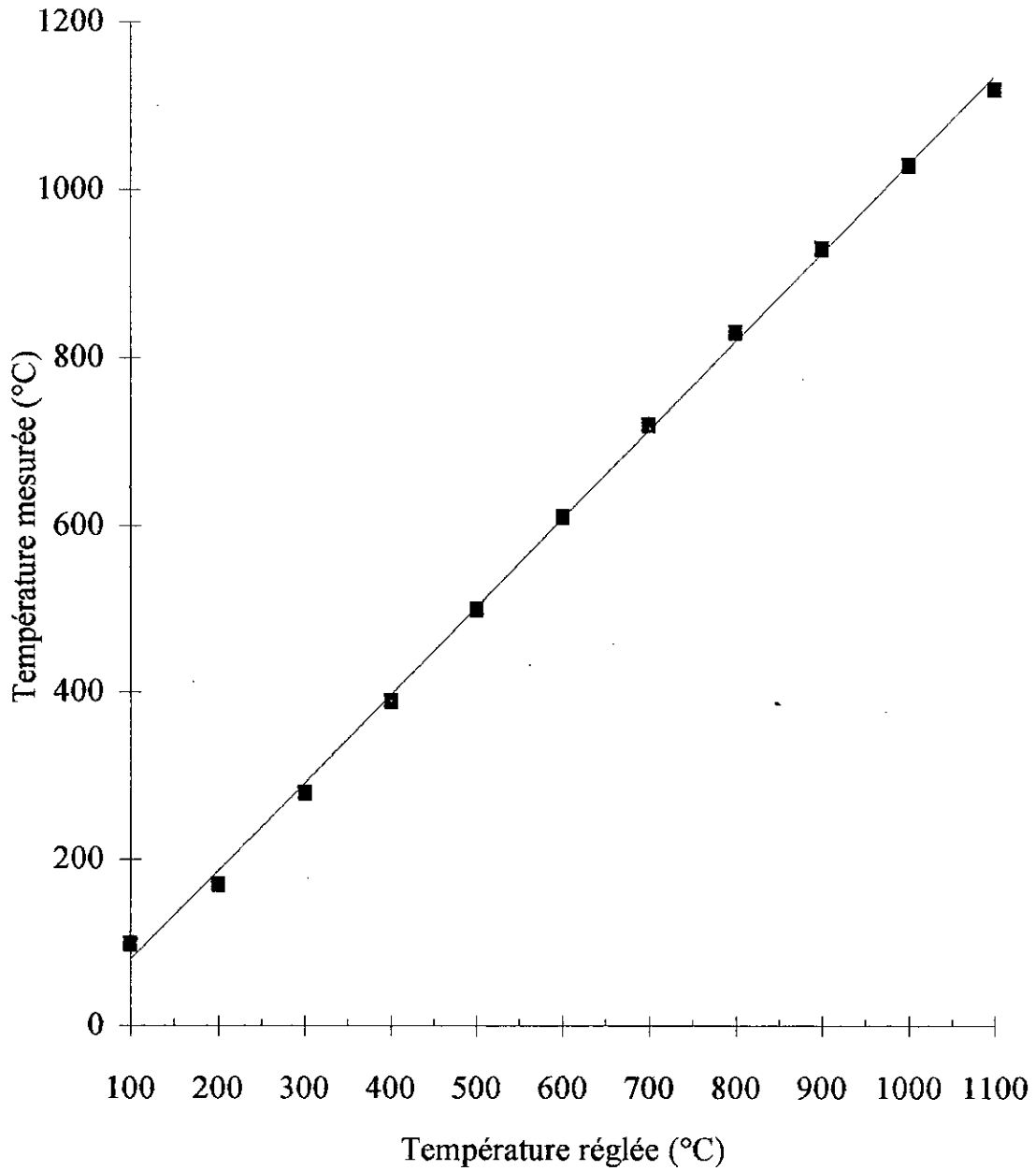


Figure V-2 - Courbe montrant la fiabilité du four

5- 6) Préparation des structure de base de traitement thermomécanique

5-6-1) Préparation de la classe A d'échantillons

Nous adoptons à la classe A d'échantillons une taille de grain initiale d_{01} en procédant par un recuit d'un barreau d'alliage d'argent issus de la préparation en fonderie puis écroui à $\varepsilon = 0,2$. Ce recuit dure 20 minutes. Notre but étant de recristalliser complètement écrouie et d'obtenir un état de référence pour les traitements thermomécaniques ultérieurs.

Au barreau d'alliage d'argent recuit pendant 20 minutes, nous prélevons un échantillon de référence avec la méthode décrite plus haut. La classe A d'échantillons regroupera trois sous-classes suivants les paramètres de déformation que nous avons appliqué pendant le laminage à froid.

5-6-2) Préparation de la classe B d'échantillons

Dans la panoplie de paramètres thermomécaniques, nous avons choisi deux tailles initiales de grains différents afin de visualiser l'influence de celles-ci sur les autres et par conséquent sur les comportements structuraux.

Au barreau d'alliage d'argent issu de la fonderie puis recuit à $\varepsilon = 0,2$, nous affectons un recuit à 750°C pendant deux heures. La structure ainsi recuite présente une nouvelle taille initiale de grain d_{02} . Nous appliquerons également à cette classe des traitements thermomécaniques pareils à ceux de la classe A.

5-7) Laminage à différents degrés de déformation

5-7-1) Préparation de la classe A1 d'échantillons

Cette sous-classe est issue de la classe A, c'est à dire du barreau d'alliage d'argent Ag-Cu 5% issu de la préparation de fonderie, puis écroui par laminage à froid jusqu'à $\varepsilon = 0,2$, et enfin recuit pendant 20 minutes à 750°C.

Cette première sous-classe est caractérisée par une déformation par laminage à froid jusqu'à un taux de déformation $\varepsilon = 0,40$.

La première durée de recuit est fixée aléatoirement. Si nous observons par microscopie optique un début de recristallisation, les durées de recuit seront choisies de manière à suivre le processus de recristallisation statique.

5-7-2) Préparation de la sous-classe A2 d'échantillons

A cette sous-classe, nous fixons par la même méthode un taux de déformation $\varepsilon = 0,80$.

5-7-3) Préparation de la sous-classe A3 d'échantillons

C'est avec la même méthodologie de travail, seulement jusqu'à un taux de déformation $\varepsilon = 1,10$, que nous poussons notre investigation sur l'étude des comportements structuraux de l'alliage d'argent. Puisque les paramètres de travail sont la taille initiale d_0 , la température de recuit T_{rec} , le temps de recuit t_{rec} et le taux d'écrouissage à froid ε , nous serons sensés trouver des résultats différents, car le métal sera soumis à un champs de contraintes différents.

5-7-4) Préparation de la sous-classe B1 d'échantillons

La sous-classe B1 a suivi les mêmes manipulations que celles de la sous-classe A1, seulement avec d_0 égale à d_{02} . ($\varepsilon = 0,40$)

5-7-5) Préparation de la sous-classe B2 d'échantillons

Pour une taille initiale d_0 égale à d_{02} , nous poursuivons le même processus expérimental que celui de la sous-classe B-1, seulement pour un taux d'écroutissage $\varepsilon = 0,80$.

5-7-6) Préparation de la sous-classe B-3 d'échantillons

Au barreau d'alliage d'argent de la classe B, nous déformons, par laminage à froid, jusqu'à une déformation $\varepsilon = 1,10$.

Notons que pour ces six sous-classes, il faudra tout le temps conserver la masse des échantillons quelque soit leurs déformations et leurs dimensions ; cette précaution sous-entend une égalité quantitative dans le transfert de chaleur à l'intérieur de tous ces échantillons.

5-8) Recuit de recristallisation

La température de 750°C fait entrer le métal Ag-Cu dans le domaine monophasé α , comme montré sur la figure (4-3) dont la limite de solubilité de cuivre dans l'argent est de 8,5 % (en masse). Ceci nous permet de mieux critiquer l'influence du cuivre.

L'enfournement des échantillons à l'aide de pinces à manches longues est une opération qui ne doit durer que 5 secondes pour que la température du four reste préservée. Nous plaçons un bassin d'eau au bas de la porte du four pour tremper les échantillons une fois le recuit accompli.

5-9) Temps effectif

Comme nous l'avons vu dans la partie théorique, le temps mis par l'échantillon métallique lors du chauffage afin d'être recristallisé à un certain pourcentage est nettement inférieur à celui que nous prévoyons. Le chauffage de l'échantillon dans le four étant continu, l'échantillon peut être complètement recristallisé avant que sa température n'atteigne celle du four. C'est pour cela qu'il faut calculer les temps effectifs à des températures variables, car il faut tracer des courbes de recristallisation isotherme.

Ainsi en fixant au coeur de l'échantillon un thermocouple chromel-alumel relié à une table traçante, nous traçons la courbe de chauffage de cette échantillon (figure (5-3)). Grâce à une table de données spécifique de la nature du thermocouple, nous dressons le tableau des temps effectifs en fonction des températures successives de l'échantillon. En utilisant l'équation de Whittaker [50], nous calculons les temps à chaque température dans le tableau 5-2 en annexes.

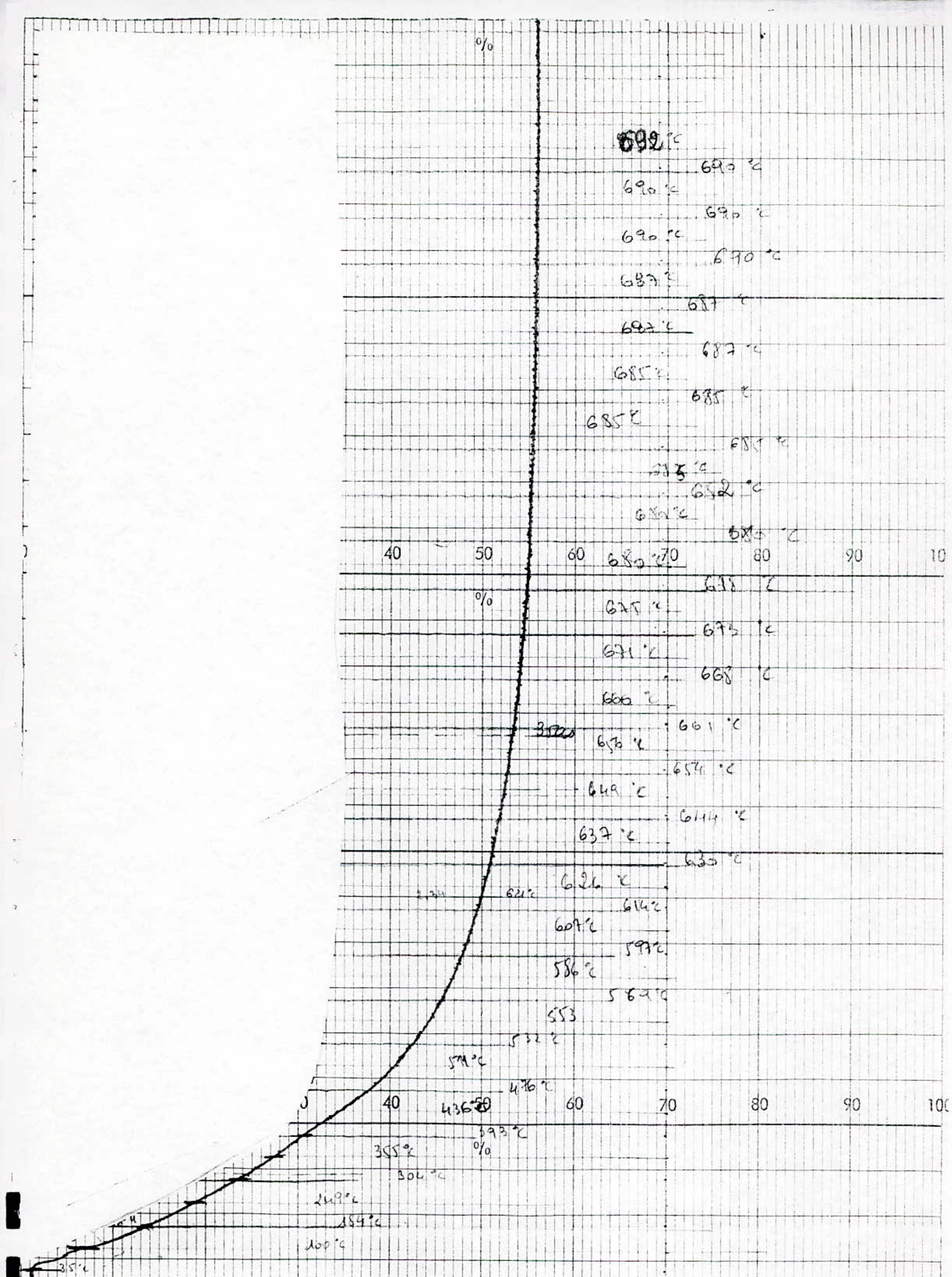


Figure (5-2)- Courbe de chauffage de l'alliage Ag-5%Cu

5-10) Conclusion

Le travail dans l'atelier de fonderie renseigne par anticipation sur les résultats des produits finis.

Le laminage préalable à $\epsilon = 0,2$ était inévitable car la structure basaltique spécifique des métaux coulés est une réserve de défauts ponctuels et fournit des propriétés non souhaitées pour notre programme d'investigation de l'alliage précieux étudié.

Dans le chapitre suivant, nous nous attendons à trouver une méthodologie qui offre l'aspect structural désiré dans une optimisation raisonnable des processus.

TROISIÈME PARTIE :
RÉSULTATS ET DISCUSSION

***CHAPITRE VI : RÉSULTATS
ET DISCUSSION***

6-1) Introduction

L'étude expérimentale entreprise dans ce travail a fourni des résultats prévus et auxquels nous consacrons une analyse privilégiée dans ce chapitre. Aussi nombreux soient-ils, les échantillons regroupés en classes et en sous-classes n'ont cependant subi qu'un seul traitement thermomécanique différents des autres ; ceci est dû à la préciosité du métal de bijouterie et donc de sa non-disponibilité sur le marché de façon abondante.

Dans le chapitre précédent, nous avons imposés les paramètres de travail à savoir :

- la température de déformation T_{def} et la température de recuit $T_{rec} = 750 \text{ °C}$
- les taux de déformation appliqués au métal, $\varepsilon_1 = 0,40$; $\varepsilon_2 = 0,80$ et $\varepsilon_3 = 1,10$
- le temps de recuit
- les tailles initiales du grain d_{O1} et d_{O2} .

Ces paramètres sont les conditions de nos traitements thermomécaniques sur lesquels porteront nos critiques et nos interprétations. Nous ferons également allusion aux différents travaux des chercheurs et par la suite, nous comparerons nos résultats à ceux d'un traitement thermique effectué sur le même alliage, mais sous-forme de poudre.

6-2) Résultats expérimentaux

6-2-1) Préparation des structures de référence

6-2-1-1) Préparation de la classe A d'échantillons

A cette classe d'échantillons, nous imposons une taille initiale d_{O1} du grain en faisant subir au barreau d'alliage d'argent issu de la fonderie un écrouissage par

laminage à froid jusqu'à un taux de déformation $\varepsilon = 0,2$, puis un recuit à une température de 750 °C pendant 20 mn.

Le but de cette manipulation est d'amorcer notre traitement thermomécanique à partir d'une structure initiale stable du point de vue thermodynamique. Cette stabilité est concrétisée par la forme sphéroïdale des grains et par la présence de macles parallèles et rectilignes, caractéristique d'une structure complètement recristallisée.

Nous avons mesuré à l'aide d'un microscope optique muni d'un palmer la taille moyenne du grain initiale sur lequel portera l'étude thermomécanique de la classe A.

La taille moyenne du grain est $\bar{d}_{O1} = 30 \mu\text{m}$.

6-2-1-2) Préparation de la classe B d'échantillon

La préparation de la classe B d'échantillons est analogue à celle de la classe A, sauf qu'elle se distingue de celle-ci par la taille initiale du grain d_{O2} mesuré par la même méthode expérimentale décrit plus haut.

La variation de la taille initiale du grain s'est réalisée par voie thermique en maintenant la température de recuit à 750°C, pour un barreau d'alliage d'argent issu de la fonderie puis écroui par laminage à froid jusqu'à un taux de déformation $\varepsilon = 0,2$.

Le temps de recuit est le seul paramètre que nous avons fait varier. Sa variation entraînera celle de tous les processus de changements structuraux, visant à amener la structure vers un état plus stable.

Dans notre expérience, le temps choisi pour obtenir un nouveau grain d'étude donc une nouvelle structure de départ est long par rapport à celui de la classe A. Pour un temps de recuit égal à 2 heures, la nouvelle taille initiale du grain mesurée par la méthode expérimentale décrite plus haut est :

$$\bar{d}_{O2} = 57 \mu\text{m}$$

6-2-2) Traitements thermomécaniques : laminage et recuit

6-2-2-1) Préparation de la sous-classe A1 d'échantillons

A cette sous-classe, nous imposons le paramètre suivant : le taux de déformation à froid ϵ est poussé jusqu'à la valeur 0,4.

Bien que l'écroutissage soit faible, nous avons tout de même constaté un tassement des grains beaucoup plus prononcé au niveau des surfaces de travail qu'au coeur. Evidemment, le terme "niveau" signifie profondeur ne dépassant pas les 2 mm. Nous observons sur les photographies de cette sous-classe des grains serrés les uns contre les autres, sans toutefois observer d'allongement prononcé au niveau de la surface de travail.

Après une série de recuit à 750°C à différents temps, nous mesurons la fraction recristallisée et la taille du grain de la structure recristallisée et dressons le tableau suivant :

Echantillons	T_{def}	$T_{\text{rec}} (\text{°C})$	ϵ	$t_{\text{sec}} (\text{s})$	$X_v (\%)$ estimée	$t_{\text{eff}} (\text{s})$
1	Ambiante	–	0,40	–	0	0
2	Ambiante	750	0,40	240	15	2,533
3	Ambiante	750	0,40	360	75	14,14
4	Ambiante	750	0,40	420	95	23,993
5	Ambiante	750	0,40	450	100	35,916

Tableau VI-1 - Les données de la sous-classe A1

($d_{01} = 30 \mu\text{m}$, nous obtenons une taille du grain recristallisée $d_{\text{rec}} = 33,6 \mu\text{m}$).

6-2-2-2) Préparation de la sous-classe A-2 d'échantillons

La donnée que nous fixons à cette sous-classe est le taux de déformation $\epsilon=0,8$, soit le double de celui de la sous-classe précédente.

L'observation métallurgique révèle l'allure allongée des grains depuis la surface de travail, surface écrouie, jusqu'au coeur. Il faut dire que pour $\epsilon = 0,8$, la déformation est assez profonde pour recristalliser toute la structure lors de recuit.

Les données de cette sous-classe sont dressées sur le tableau VI-2 suivant :

Echantillons	T _{def}	T _{rec} (°C)	ϵ	t _{rec} (s)	X _v (%) estimée	t _{eff} (s)
6	Ambiante	750	0,80	180	5	0,515
7	Ambiante	750	0,80	240	20	2,533

Tableau VI-2 - Les données de la sous-classe A2

(d₀₁ = 30 μm)

6-2-2-3) Préparation de la sous-classe A3 d'échantillons

Il serait judicieux de pousser l'étude thermomécanique de la classe A d'échantillons pour certifier notre interprétation sur le comportement du matériau dans un champs de contraintes plus élevés. Si, pour un barreau de la classe A, nous poussons le taux de déformation ϵ jusqu'à la valeur 1,1, soit 110% par laminage à froid, la réaction du métal sera telle que les processus d'adoucissement cités plus haut dans les sous-classes A-1 et A-2 se réaliseront en un temps très court par rapport aux résultats obtenus auparavant.

Les résultats obtenus dans la sous-classe A-3 sont dressés sur le tableau VI-3 ci-dessous :

Echantillons	T _{def}	T _{rec} (°C)	ε	t _{rec} (s)	X _v (%)	t _{eff} (s)
8	Ambiante	–	1,10	0	0	0
9	Ambiante	750	1,10	30	5	2,71.10 ⁻⁴
10	Ambiante	750	1,10	45	40	1,19.10 ⁻⁸
11	Ambiante	750	1,10	65	60	1,7.10 ⁻⁵
12	Ambiante	750	1,10	120	95	0,026
13	Ambiante	750	1,10	180	100	0,515

Tableau VI-3 - Les données de la sous-classe A3

(d₀₁ = 30 μm, nous obtenons une taille du grain recristallisée d_{rec} = 4,4 μm).

6-2-2-4) Préparation de la sous-classe B1 d'échantillons

La sous-classe B1 suit les mêmes étapes expérimentales que celles suivies par la sous-classe A1 en augmentant la taille du grain initiale jusqu'à d₀₂ = 57, nous nous proposons d'étudier l'effet de celui-ci sur les changements structuraux et permet de mieux connaître le comportement structural vis à vis des paramètres thermomécaniques.

Les résultats du traitements thermomécanique effectué à la sous-classe B1 sont résumés dans le tableau VI-4 ci-dessous :

Echantillons	T _{def}	T _{rec} (°C)	ε	t _{rec} (s)	X _v (%)	t _{eff}
14	Ambiante	750	0,40	360	10	14,14
15	Ambiante	750	0,40	420	60	23,993

Tableau VI-4 - Les données du traitement thermomécanique de la sous-classe B1

(d₀₁ = 57 μm)

6-2-2-5) Préparation de la sous-classe B2 d'échantillons

Nous fixons à cette sous-classe un taux de déformation $\epsilon = 0,8$. Après laminage à froid, les grains sont écrasés beaucoup plus en surface, de contact métal-cylindre qu'au coeur. L'apparence grossière de la structure ne doit pas être trompeuse car nous sommes en présence d'une structure initialement à gros grains ($d_{O_2} = 57\mu\text{m}$). Dans le tableau ci-dessous, nous donnons les résultats du traitement thermomécanique effectué sur la sous-classe B2.

Echantillons	T_{def}	$T_{\text{rec}} (\text{°C})$	ϵ	$t_{\text{rec}} (\text{s})$	$X_v (\%)$	$t_{\text{eff}} (\text{s})$
16	Ambiante	–	0,80	0	0	0
17	Ambiante	750	0,80	300	10-15	6,93
18	Ambiante	750	0,80	320	30-40	8,949
19	Ambiante	750	0,80	350	50	12,605
20	Ambiante	750	0,80	420	95	23,993

Tableau VI-5 - les Données du traitement effectué sous-classe B2

($d_{O_1} = 57 \mu\text{m}$, nous obtenons une taille du grain recristallisée $d_{\text{rec}} = 24,5 \mu\text{m}$).

6-2-2-6) Préparation de la sous-classe B1 d'échantillons

Parallèlement à la manipulation de la sous-classe A-3, nous imposons un taux de déformation $\epsilon = 1,10$ ($\epsilon (\%) = 110\%$) à la classe B d'échantillons pour parachever l'analyse des changements structuraux qui régissent le comportement de l'alliage en question.

Dans le tableau VI-6 ci-dessous, nous donnons les résultats au traitement thermomécanique de la sous-classe B3.

Echantillons	T _{def}	T _{rec} (°C)	ε	t _{rec} (s)	X _v (%)	t _{eff} (s)
21	Ambiante	–	1,10	0	0	0
22	Ambiante	750	1,10	150	5	0,146
23	Ambiante	750	1,10	180	25	0,515
24	Ambiante	750	1,10	210	40-50	1,270
25	Ambiante	750	1,10	250	75	2,961
26	Ambiante	750	1,10	300	95	6,93

Tableau VI-6 - Données du traitement thermomécanique de la sous-classe B3. ($D_{O_2} = 57 \mu\text{m}$, nous obtenons une taille du grain recristallisée $d_{\text{rec}} = 40\text{m}$).

6-2-3) Calcul de l'énergie d'activation pour la recristallisation

A partir de la relation de Whittacker [50], nous pouvons calculer l'énergie d'activation de la recristallisation de l'alliage Ag-Cu 5 %, sachant que :

$$Q_{\text{rec}} (\text{Ag}) = 185 \text{ kJ/mol}$$

$$Q_{\text{rec}} (\text{Cu}) = 197 \text{ kJ/mol}$$

En nous référant à la figure (6-9), nous aurons $\ln (t_1 / t_2) = -1,455$ et

$$[1/T_1 - 1/T_2] = -1,67 \cdot 10^{-4},$$

d'où

$$Q_{\text{rec}} = 72 \text{ kJ/mol}$$

6-3) Discussion

Le programme expérimental entrepris durant ce travail s'est réalisé sur des échantillons d'alliage d'argent, de faible dimensions nous avons pris soin de conserver les dimensions des échantillons, soit leur volume, pour garder constant le transfert de chaleur. Lors de la sortie des échantillons du four, nous avons pris soin de retrancher au temps de recuit 2 secondes. Ce temps correspond au transfert de l'échantillon du four vers le bassin de trempe.

6-3-1) Microstructures de départ

Dans le cas de l'échantillon de la classe A, la sphéroïdisation des grains de la structure de notre alliage de départ est le résultat de l'effet d'un long recuit (20 mn) du le métal dont le composant essentiel est l'argent connu comme étant le meilleur conducteur de la chaleur de tous les métaux [13]. Cette spécificité de l'argent va conférer au métal, une accélération du processus d'adoucissement, en l'occurrence la recristallisation statique, qui se manifestera par une germination et une croissance de nouveaux grains aux dépends d'une matrice écrouie. Vu que l'apport thermique est important ($T_{rec} = 750 \text{ }^{\circ}\text{C}$), la taille du grain recristallisé va augmenter par migration du joint de grain. Celle-ci est très activée lorsque le joint de grain se situe sur les zones affectées par la déformation. La déformation du métal issu de la fonderie va enrichir la structure en défauts d'empilement et en défauts ponctuels qui, lors du recuit, vont dégager l'énergie d'activation de la dynamique du joint de grain.

Parallèlement à ce constat, sur les zones peu ou non-affectées par la déformation initiale $\varepsilon = 0,2$ (cœur), l'énergie de défaut d'empilement est faible, ce qui ralentira la migration du joint de grain.

L'observation métallographique, voir figure (6-1), révèle une croissance continue de la taille du grain depuis la surface écrouie jusqu'au cœur.

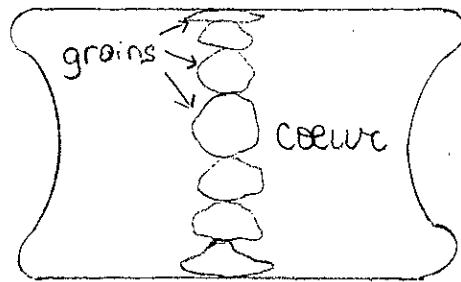


Figure (6-1) - Coupe transversale d'un échantillon laminé.

En balayant une surface de travail telle que montrée ci-dessus, la courbe donnant la taille du grain d en fonction de l'épaisseur de l'échantillon p présente l'allure d'une cloche :

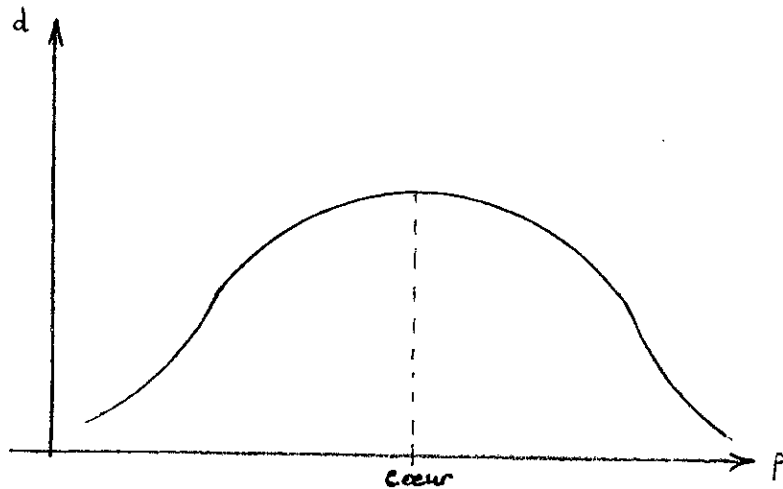


Figure (6-2) - Distribution de la taille des grains en fonction de la profondeur des déformation

La distribution des tailles des grains sur les surfaces de travail renseigne sur la profondeur de la déformation, sur les éventuels changements structuraux qui ont eu lieu dans le métal et, par conséquent, sur les propriétés mécaniques qui en découlent. Ce contraste dans les dimensions est dû à une hétérogénéité de la déformation sur l'épaisseur de l'échantillon ; l'inégale répartition de l'énergie de défaut d'empilement entraîne un déphasage temporel dans l'amorçage de la recristallisation entre la surface écrouie et le cœur de l'échantillon.

Les zones riches en défaut d'empilement sont le siège de la germination de nouveaux grains. Ceux-ci, aux dépens d'une matrice écrouie, vont croître tant qu'il y a encore de l'énergie d'activation de la germination et de la croissance qui n'est autre que la force motrice responsable du phénomène de recristallisation. Cependant, étant donné que la germination s'est répandue de façon homogène sur la surface écrouie, chaque germe a tendance à croître ; cette croissance aboutira à une collision entre les grains recristallisés en croissance, ce qui freinera le processus de croissance des germes.

Parallèlement, dans les zones moins écrouies et notamment au cœur du métal, l'énergie de défaut d'empilement est si faible et inégalement répartie qu'elle ne suffit qu'à la germination et la croissance d'un petit nombre de germes. Ceux-ci ne seront pas gênés par un obstacle durant leur croissance et seule l'arrivée des joints de grain aux zones non affectées ou peu par la déformation achèvera le processus de croissance car il y a absence d'énergie de défaut d'empilement qui active l'adoucissement structural.

Ce constat est valable seulement durant les 5 premières minutes de recuit. Cependant, à la fin de la recristallisation primaire, un prolongement du temps de recuit jusqu'à 20 mn aboutira à une structure très homogène dont la taille moyenne du grain est de l'ordre de 30 μm .

L'échantillon typique de la classe B, est à structure grossière et la distribution de la taille des grains d'une extrémité de travail mécanique à une autre présente l'allure d'une cloche telle qu'observée dans la classe A. Sur la figure (6-3), les gros grains au centre renseignent sur la nature de la zone photographiée : au centre de l'échantillon, là où la déformation n'a pas autant affecté la structure comme aux extrémités de l'échantillon ; le grain est plus gros qu'ailleurs car l'énergie de défaut d'empilement est faible et ne sera responsable, comme vu plus haut, que d'une faible germination.

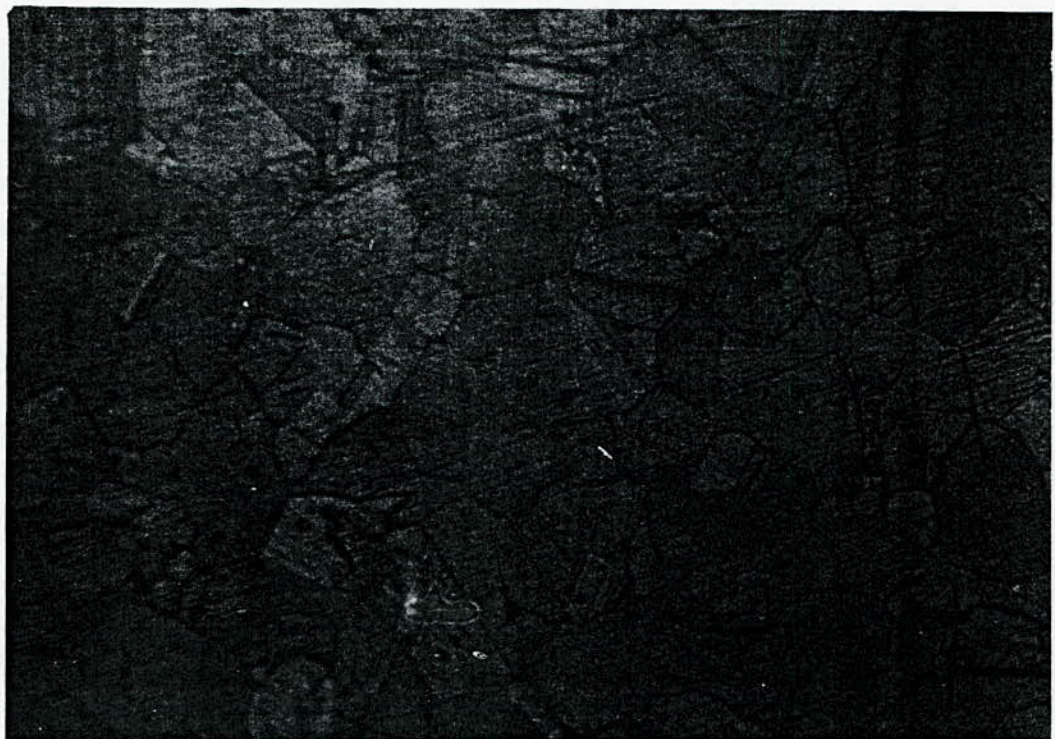


Figure (6-3) - Structure initiale de la classe B : $d_{O_2} = 57 \mu\text{m}$.

Sur la partie gauche de la photographie, les grains recristallisés paraissent moins grossiers. Prés de la surface, l'énergie de défaut d'empilement est suffisante pour que, une fois libérée, cette énergie emmagasinée puisse par apport thermique durant 2 heures à 750 °C faire germer préférentiellement au niveau des joints des

grains écrasés par la déformation, une nouvelle structure de même nature chimique mais de stabilité meilleure.

La multitude de germes va, par suite de leur croissance, faire entrer les nouveaux grains recristallisés dans une phase de collision entre eux qui freinera la migration du joint de grain. Dans la structure recuite pendant 2 heures, les macles, indice de la recristallisation, sont parallèles et plus écartés que dans l'échantillon de la classe A.

D'une façon similaire, un recuit prolongé (2 heures) conduit à une homogénéisation de la structure dont la taille du grain finale est de 57 μm .

6-3-2) Effet du degré de déformation ϵ sur la recristallisation

Nous traçons les courbes de recristallisation des classes A et B à partir des tableaux de données dressés plus haut.

En observant ces courbes, nous constatons à priori l'allure sigmoïdale qui est caractéristique des courbes de recristallisation des métaux en général.

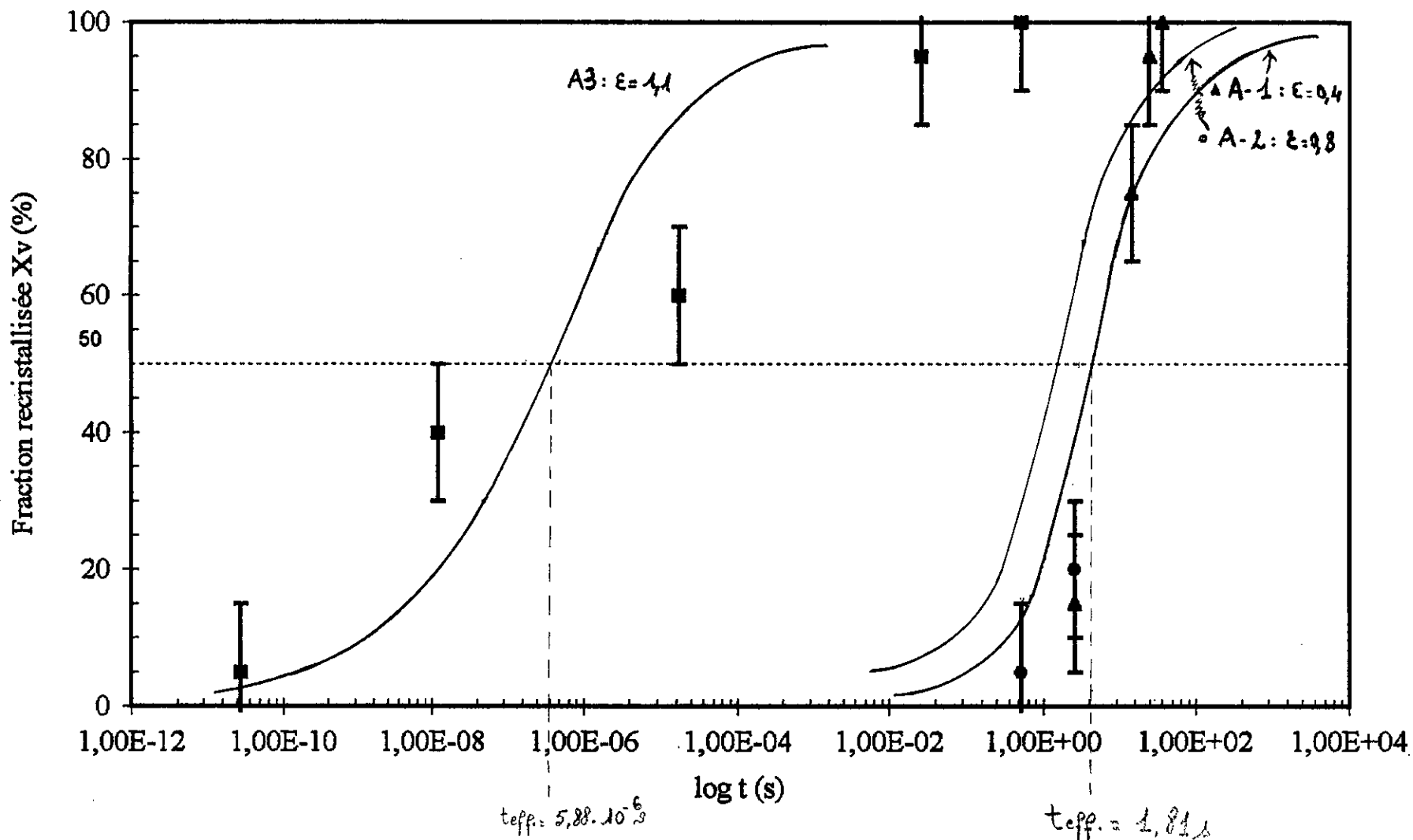
Dans le cas de la classe A, figure (6-4), nous observons un parallélisme étroit entre les trois courbes. Cependant, un décalage dans le temps s'impose dès que nous faisons varier le degré d'écrasement.

6-3-2-1) Comparaison entre les courbes des sous-classes A1 et A2

Les courbes représentatives du processus de recristallisation des sous-classes A1 et A2 sont situées à droite par rapport à l'axe des temps de recuit. Cette disposition révèle qu'un long temps d'incubation prépare la structure à subir la recristallisation.

Alors que nous nous attendions à observer un décalage dans le temps entre les deux courbes caractéristiques des sous-classes A1 et A2, l'expérience nous

Figure - (6-4) Courbes de recristallisation de la classe A ($d_0 = 30 \mu\text{m}$, $T_{rec} = 750^\circ\text{C}$).



montre qu'en fait un intervalle de degré d'écroutissage compris entre 0,40 et 0,80 n'observe pas de variation de la vitesse de recristallisation. En d'autres termes, le temps d'incubation est conservé dans le cas de l'écroutissage à $\varepsilon = 0,40$ et dans le cas d'un doublement du degré d'écroutissage. Comme la taille initiale du grain d_{01} est petite ($d_{01} = 30 \mu\text{m}$), il fallait peut être déformer le matériau beaucoup plus pour distinguer les énergies déposées et ainsi avoir une nette différence entre les courbes de recristallisation aux différents degrés de déformation.

Ainsi à des degrés de déformation ε compris entre 0,40 et 0,80 nous concluons qu'un chevauchement entre les courbes de recristallisation est observé dans le temps de recuit t_{50} responsable de la recristallisation de 50 % de la matrice écroutie s'estime graphiquement à $t_{50} = 1,81 \text{ s}$.

6-3-2-2) Comparaison entre les courbes des sous-classes A1 et A3

Etant donné qu'un chevauchement entre les courbes de recristallisation est observé pour des degrés d'écroutissage compris entre 0,40 et 0,80 pour une taille initiale moyenne de grains $d_{01} = 30 \mu\text{m}$, nous ne comparerons pas les courbes de recristallisation des courbes A2 et A3.

En observant les courbes de recristallisation des sous-classes A1 et A3 sur la figure (6-4), nous sommes obligés de faire allusion aux conditions de traitements thermomécaniques. La taille $d_{01} = 30 \mu\text{m}$, dont l'effet sur l'écart des courbes A1 et A2 était négligeable, influe en symbiose avec le degré de déformation ε élevé.

Un taux d'écroutissage $\varepsilon = 1,10$ sur une taille de grain d_{01} permet à la structure de se déstabiliser considérablement et d'acquérir une énergie de déformation supérieure à celle des sous-classes A1 et A2. Ce gain d'énergie lors

du recuit augmenter la probabilité de germination et la recristallisation aura lieu ainsi rapidement (temps d'incubation court).

Ce que nous constatons est que pour une fraction recristallisée X_v estimée à 100 % dans le cas de la sous-classe A3, nous correspondons un temps effectif de recuit qui ne permettra à la sous-classe A1 (ou A2) que d'amorcer son processus d'adoucissement.

L'effet du degré d'écroutissage (donc de la déformation) s'est manifesté beaucoup plus dans le cas de la sous-classes A3 car il y a eu accumulation importante d'énergie au profit des joints de grains ; ceci se traduira par un déphasage vers la gauche par rapport à l'axe des temps de recuit.

Contrairement à la comparaison entre les courbe de recristallisation des sous-classes A1 et A2, l'écart les courbes de recristallisation est dans ce cas plus important. Bien que le degré de déformation diffère de 0,40 l'effet de l'écroutissage sur la recristallisation est beaucoup plus prononcé dans la sous-classe A3 (temps d'incubation court) : nous pourrions affirmer que pour des degrés de déformation ϵ qui diffèrent de 0,40, les courbes de recristallisation s'éloignent rapidement ; il suffit pour cela de comparer les temps t_{50} de recristallisation de 50 % de la structure écroutie dans les trois cas :

$$t_{50} (A1) = t_{50} (A2) = 1,81 \text{ s}$$

$$t_{50} (A3) = 5,88.10^{-6} \text{ s.}$$

Nous concluons qu'il serait plus rentable de procéder à un écroutissage jusqu'à $\epsilon = 1,10$ pour que la recristallisation soit plus rapide (à 750 °C), par conséquent moins coûteuse.

En traçant les courbes de recristallisation de la classe B ($d_{O2} = 57 \mu\text{m}$),

4
Figure (6-5) - Courbes de recristallisation de la classe B ($d_{02} = 57 \mu\text{m}$)

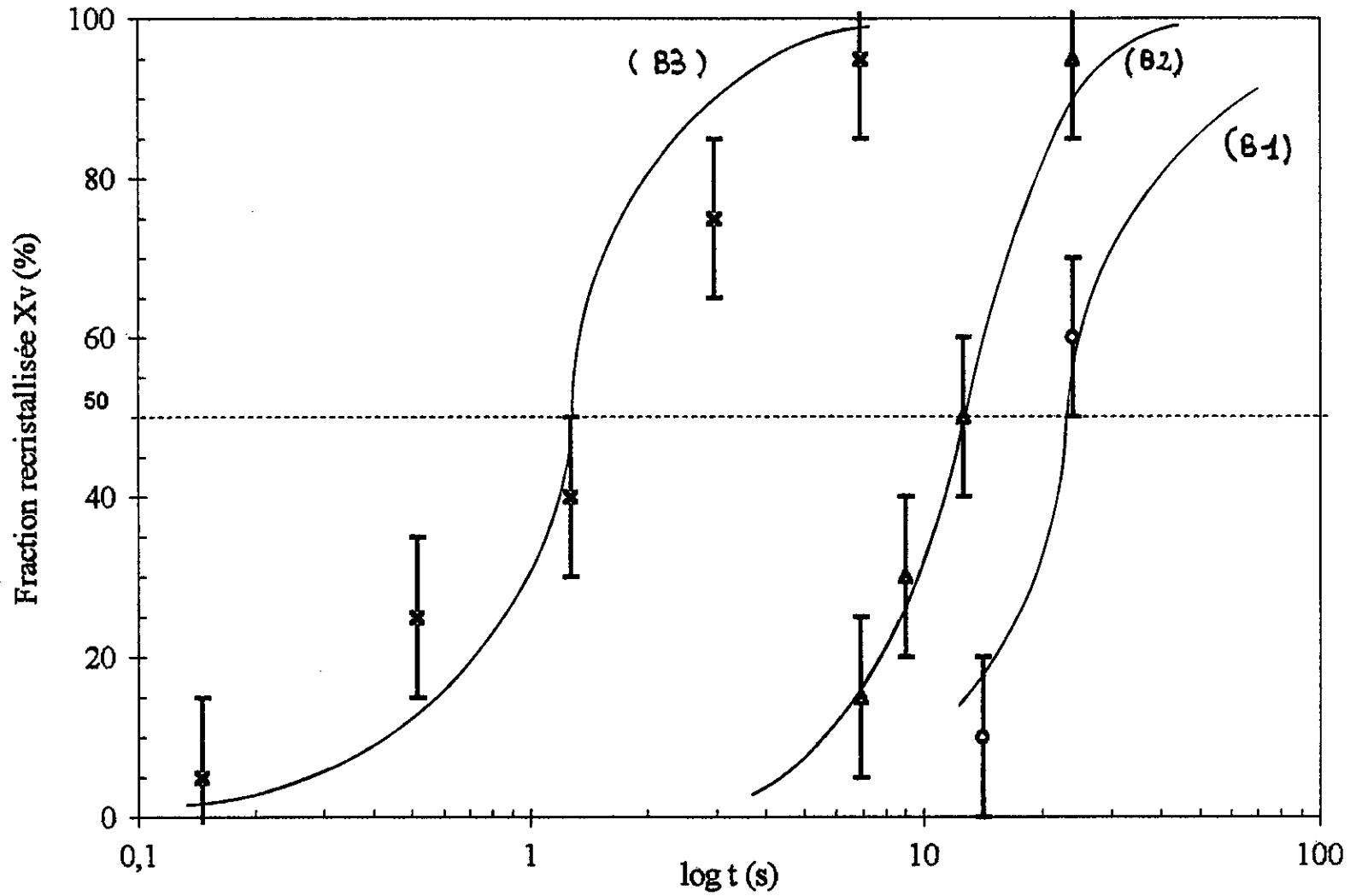


figure (6-5), le décalage dans le temps des courbes spécifiques des trois sous-classes est plus prononcé.

6-3-2-3) Comparaison entre les sous-classes B1 et B2

En augmentant la taille initiale du grain jusqu'à $d_{02} = 57 \mu\text{m}$, nous augmentons la surface de chaque grain, mais en diminuant la surface totale du système. Il s'en suit qu'un degré d'écroutissage $\varepsilon = 0,40$, qui est figuré ci-dessous par la courbe B1, figure (6-5), permettra à la structure écroutie et grossière de se charger en énergie de déformation proportionnelle à la surface du grain initial.

L'écart entre ces courbes de recristallisation est mesuré à t_{50} qui comprend à un adoucissement par recristallisation de 50% de la structure. Nous observons un écart de temps $\Delta t = 9,6 \text{ s}$, soit l'échantillon de la sous-classe B3 ($\varepsilon = 1,10$) mettra un temps égale à 9,6 secondes pour rejoindre l'état structural de l'échantillon de la sous-classe B2 ($\varepsilon = 0,80$), lorsque nous fixons un temps t de recuit. Nous sommes donc dans des conditions de recristallisation où l'effet du degré de déformation ε est un paramètre qui influe sur la recristallisation d'une façon significative.

Nous pouvons augmenter ce constat graphiquement en notant que 12,86 s est un temps de recuit qui recristallise à moitié la structure écroutie à $\varepsilon = 0,80$, mais qui ne fait qu'amorcer la recristallisation statique dans la sous-classe A1 ($\varepsilon = 0,40$).

6-3-2-4) Comparaison entre les sous-classes B2 et B3

L'idée d'augmenter le degré de déformation ε à 1,10 a permis d'affirmer qu'une relation en exponentielle lierait l'écart Δt entre les temps de recuit pour une même fraction recristallisée X_v (%) au degré de déformation ε .

Nous illustrons ceci par la comparaison entre les temps de recuit t_{50} entre les deux sous-classes B2 ($\varepsilon = 0,80$) et B3. Alors que t_{50} (B2) dure 12,86 secondes, 1,31 secondes suffisant à recristalliser une structure écrouie à $\varepsilon = 1,10$.

D'un autre côté, la fin du processus de recristallisation statique de la sous-classe B3 a lieu dès que s'amorce celui de la sous-classe B2.

Nous pourrions dire qu'un taux d'écroutissage $\varepsilon = 1,10$ est pour la classe B plus rentable de point de vue faisabilité du processus de déformation, que les faibles degrés d'écroutissage.

6-3-2-5) Comparaison entre les sous-classes B1 et B3

Lorsque nous augmentons le degré d'écroutissage de la sous-classe B1 de trois fois, nous faisons diminuer le temps de recuit t_{50} de 17 fois. En comparant ces courbes, nous déduisons que la recristallisation de la sous-classe B3 s'achève bien avant que ne s'amorce celle de la sous-classe B1. Les 5,49 s de temps effectif (de recuit) qui sépare la fin de la recristallisation dans B3 et le début de celle-ci dans B1 est un temps trop long pour une température de recuit de 750°C. Il s'en suit que si nous prolongeons le temps de recuit de la sous-classe B3 pendant 5,49 s (de temps effectif), la structure observera un nouveau mode d'adoucissement statique qui est le grossissement du grain recuit.

6-3-2-6) Influence du degré de déformation sur les classes A et B

La déformation, en tant que paramètre thermomécanique, influe sur la recristallisation à grande échelle. Sa participation à l'élaboration d'une structure finale de taille de grains moyenne d_{rec} est dépendantes d'autres paramètres tels que la taille initiale du grain d_0 et la température de recuit T_{rec} .

Sur les figures (6-4) et (6-5), sont dressées les courbes de recristallisation des classes A et B respectivement. A priori, nous observons un décalage vers la gauche par rapport à l'axe des temps de recuit des courbes de la classe A ($d_{01} = 30 \mu\text{m}$) par rapport à la classe B ($d_{02} = 57 \mu\text{m}$). Ceci est le résultat d'une réponse d'une taille initiale de grain fine par rapport à une classe B à grains grossiers ; la taille fine des grains fait augmenter le nombre de grains, par rapport à la taille grossière, ce qui à l'échelle du métal fera augmenter l'énergie de déformation. Nous observons ici un emmagasinage important d'énergie de la part de la structure, qui sera libérée sous forme de force motrice de la germination, puis de la croissance des nouveaux germes lors du recuit.

En comparant l'écart Δt_{50} entre les temps effectifs de recristallisation moyenne dans les deux classes, nous remarquons qu'il est négligeable entre les sous-classes A1 ($\varepsilon = 0,40$) et A2 ($\varepsilon = 0,80$), mais qu'entre les sous-classes A1 et A3 ($\varepsilon = 1,10$) il est de 1,80s, alors que dans la classe B, l'écart entre les temps de recuit est plus prononcée : 9,6s entre les sous-classes B1 ($\varepsilon = 0,40$) et B2 ($\varepsilon = 0,80$) et 11,55s entre les sous-classes B2 et B3 ($\varepsilon = 1,10$). Là, nous pourrions prévoir une relation en exponentielle entre le degré d'écroutissage ε et Δt_{50} pour chaque taille initiale de grain.

L'effet du taux d'écroutissage ε sur la force motrice de la recristallisation est prépondérant dans la classe B. La taille initiale d_{02} l'emporte sur le degré de déformation ε . Sachant que la structure initiale est stable d'un point de vue

thermodynamique, un écrouissage à taux de déformation $\varepsilon = 0,80$ dans le cas des sous-classes A2 et B2 ne déstabilisera pas à un même ordre de grandeur ces deux sous-classes ; il s'en suivra un décalage de temps vers les durées les plus longues dans le cas de la sous-classe B2. En d'autres termes, la sous-classe B2 est moins instable après déformation que la sous-classe A2. Ceci est illustré par un déphasage temporel sur les courbes de recristallisation, lorsque nous nous référons à l'axe des temps de recuits.

La recristallisation statique dans la classe A ($d_{01} = 30 \mu\text{m}$) présente l'aspect de "grappe" collées à la surface de joint de grain, comme montré sur la figure (6-6) ci-dessous :

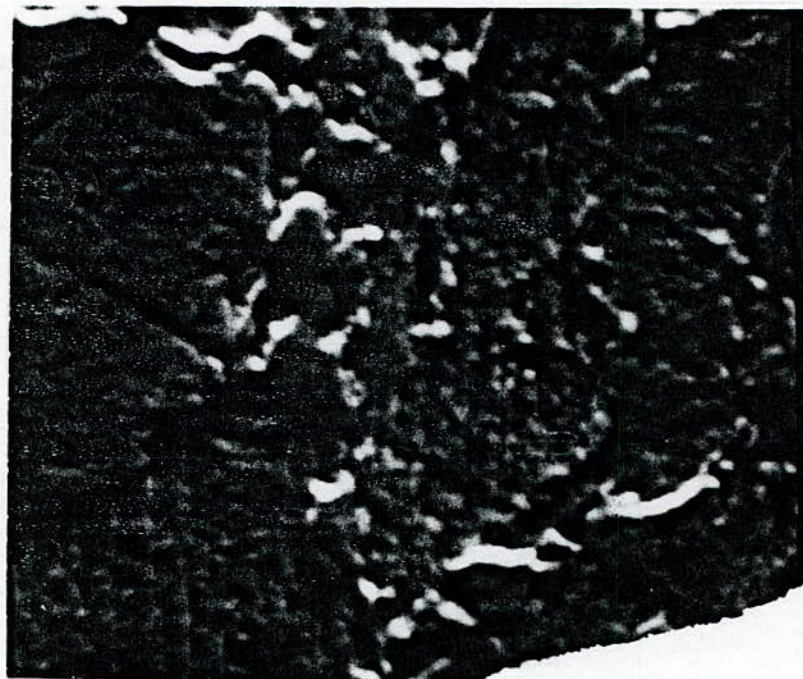


Figure (6-6) - Germination au niveau du joint de grain - cas de la sous-classe A3 (x4000).

Les germes vont croître jusqu'à une taille bien inférieure à celle du grain écroui car celui-ci va gêner la croissance du grain au-delà d'un seuil maximal et la structure ne sera adoucie totalement qu'après un recuit prolongé.

Si le début de la recristallisation de la sous-classe A2 après 0,515 seconde de recuit, celui de la sous-classe B2 est de 6,93 secondes. Bien que la température de recuit, ainsi que le taux d'écrouissage sont élevés, la taille du grain fait diminuer la vitesse de recristallisation.

6-3-2-7) Comparaison avec l'étude bibliographique

Nous retrouvons durant notre observation des échantillons l'interprétation de Clarebrough [11] en ce qui concerne l'effet de la déformation sur la force motrice de recristallisation. Le principe de notre recuit réside dans l'énergie interne du matériau qui comprend l'énergie de surface et l'énergie élastique des grains. Notons que cette dernière est forte dépendante du nombre de grain donc de leur taille.

En traçant les courbes de recristallisation des classes A et B, nous obtenons l'allure de la sigmoïde observée sur les courbes de Johnson et Mehl [27]. Ces courbes sont, lorsque nous faisons varier un paramètre, parallèles comme dans le cas de l'étude fait sur l'aluminium à 623 k.

La recristallisation comme observé sur nos courbes répond au propos de Honeycombe [21] qui spécifie le stade II, des courbes dont la fraction recristallisée X_v varie de 20% à 70%, comme étant un stade rapide.

En partie théorique, Clarebrough et ses collaborateurs [21] ont étudié la force motrice de l'adoucissant en confirmant l'existence d'une énergie restituée par le métal écroui lors de la recristallisation, ce qui confirme la validité de nos résultats.

6-3-3) Effet du grain initial sur la recristallisation

Le volume de tous les échantillons est conservé pour garder constant le transfert de chaleur lors du recuit. Cependant, pour une taille initiale du grain

importante comme dans la classe B, le nombre-de-grain par unité de volume sera plus bas que celui de la classe A. Cette grosseur de la taille du grain renseigne également sur l'état thermodynamique de la structure métallique.

En comparant à titre d'exemple les sous-classes A1 ($d_{O1} = 30 \mu\text{m}$) et B1 ($d_{O2} = 57 \mu\text{m}$), pour un même taux d'écroutissage $\varepsilon = 0,40$, figure (6-7), nous aurons :

1. le temps d'incubation correspondant à une structure fine sera plus court que celui observé dans une structure grossière,
2. la vitesse de recristallisation d'une structure fine écroui est plus grande que celle d'une structure grossière ayant subi la même déformation,
3. le palier de fin de recristallisation difficile à atteindre dans le cas de la sous-classe B1 car la taille initiale du grain d_{O2} est plus grande donc s'opposera beaucoup plus à l'avancée du joint de grain recristallisé.

Sur les photos effectuées sur la classe B1 ($\varepsilon = 0,40$ - $d_{O2} = 57 \mu\text{m}$), la déformation se révèle comme faible pour distinguer le grain écroui du grain initial. Bien que serrés, les grains de la structure métallique ne sont pas visiblement allongés mais présentent une allure un peu orientée au niveau des zones affectées par la déformation, c'est à dire sur les surfaces écrasées par les cylindres du laminoir, les macles nous paraissent tordues, ce qui prouve que la structure a subi un écroutissage. Ce résultat était difficile à révéler dans la sous-classe A1, car le grain initial était de petite taille d_{O1} par rapport à d_{O2}

Sur la figure (6-7), la zone médiane entre le coeur et la périphérie est notable car les grains au centre paraissent plus gros que ceux de la partie supérieure. Bien que nous sommes au début de la recristallisation, cette partie semble pour des raisons thermodynamiques déjà citées, plus adoucie que celle du centre : les macles, indice de recristallisation, sont parallèles sur la partie du haut de la photographie, tandis que le coeur paraît encore écrouie avec ses macles tordues.



Figure (6-7) - Observation de l'alliage Ag-Cu de la sous-classe B1 : $\epsilon = 0,40$ - $d_{O2} = 57 \mu\text{m}$

Ce résultat est obtenu après un recuit de 360 secondes, soit de 6 minutes, à 750°C . Si ce temps suffisait à recristalliser 75 % de l'échantillon de la sous-classe A1 ($d_{O1} = 30 \mu\text{m}$), seulement 10% de la structure écrouie sont adoucis pour la sous-classe B1 ($d_{O2} = 57 \mu\text{m}$). Encore une fois, la taille du grain, qui vaut presque le double de celle de la classe A, a également accru le temps d'incubation et par suite tout le processus de recristallisation.

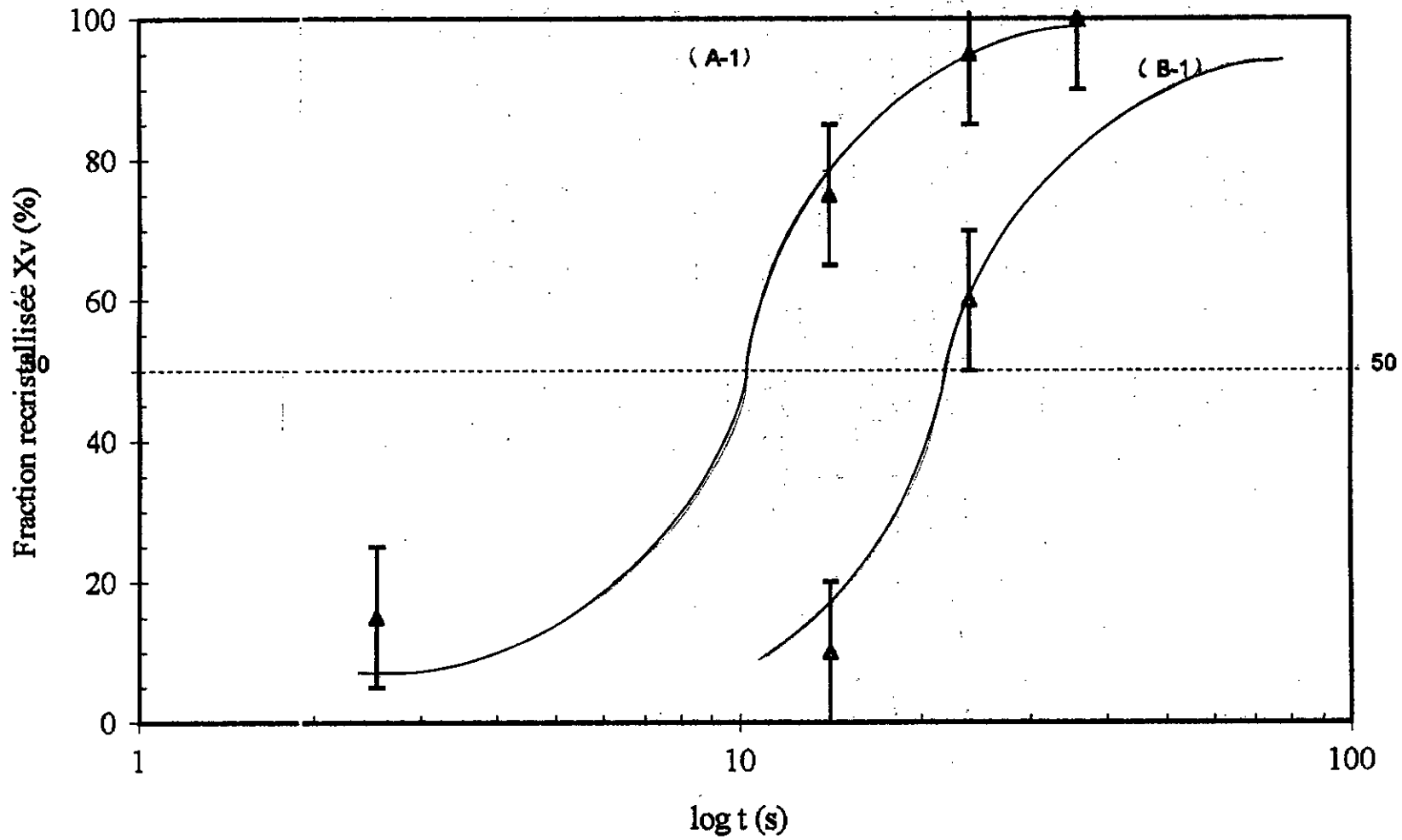
La recristallisation s'amorce avant que les trois premières minutes soient achevées dans la sous-classe B3. L'impact de la déformation sur les changements

structuraux est apparent sur nos observations métallographiques sauf pour les sous-classes A1 et A2. Cependant l'effet de la taille initiale du grain d_{O2} est plus important que le degré de déformation. Celle-ci comme dans le cas de la sous-classe de A va augmenter le temps d'incubation et faire obstacle à l'adoucissement statique. Cependant, cette latence trouve dans le temps de recuit toute l'explication du processus de recristallisation statique car, durant le temps d'incubation, il y a accumulation d'énergie calorifique convertie en une énergie d'activation de la recristallisation.

Après un temps de recuit de 6,93 s dans la sous-classe B3, le métal de bijouterie est recristallisé presque totalement. Vis à vis des travaux effectués dans les sous-classes A1 et A3, la courbe de recristallisation relative à la sous-classe B3 se positionne entre les deux courbes de recristallisation des sous-classes de A. Cependant, la rentabilité de chaque processus d'adoucissement en faisant varier les paramètres thermomécaniques réside en l'obtention de propriétés mécaniques optimales pour une application industrielle souhaitée. Ceci est largement visible et prévisible lorsque nous observons le grain recristallisé et mesurons sa taille. A grain fin correspondrait une dureté et à grain grossier le métal de bijouterie serait plastique.

En somme, comme paramètre qui influe sur la recristallisation de manière positive, nous citerons la taille initiale du grain d_0 . Dans le but de la traiter comme paramètre thermomécanique, nous avons choisi deux classes d'échantillons A et B avec deux tailles initiales de grains différentes. Il s'avère que dans le cas de la classe A, la taille de grain $d_{O1} = 30 \mu\text{m}$ aide la structure à se recristalliser rapidement car qui dit petite taille de grain dit également nombre important de grains ; comme l'énergie de déformation pour un même volume métallique est

Figure 6-8 : Influence de la taille initiale du grain sur la recristallisation



proportionnelle au nombre de grains, il se trouve que dans ce contexte structural, la vitesse de recristallisation est élevée, figure (6-8)

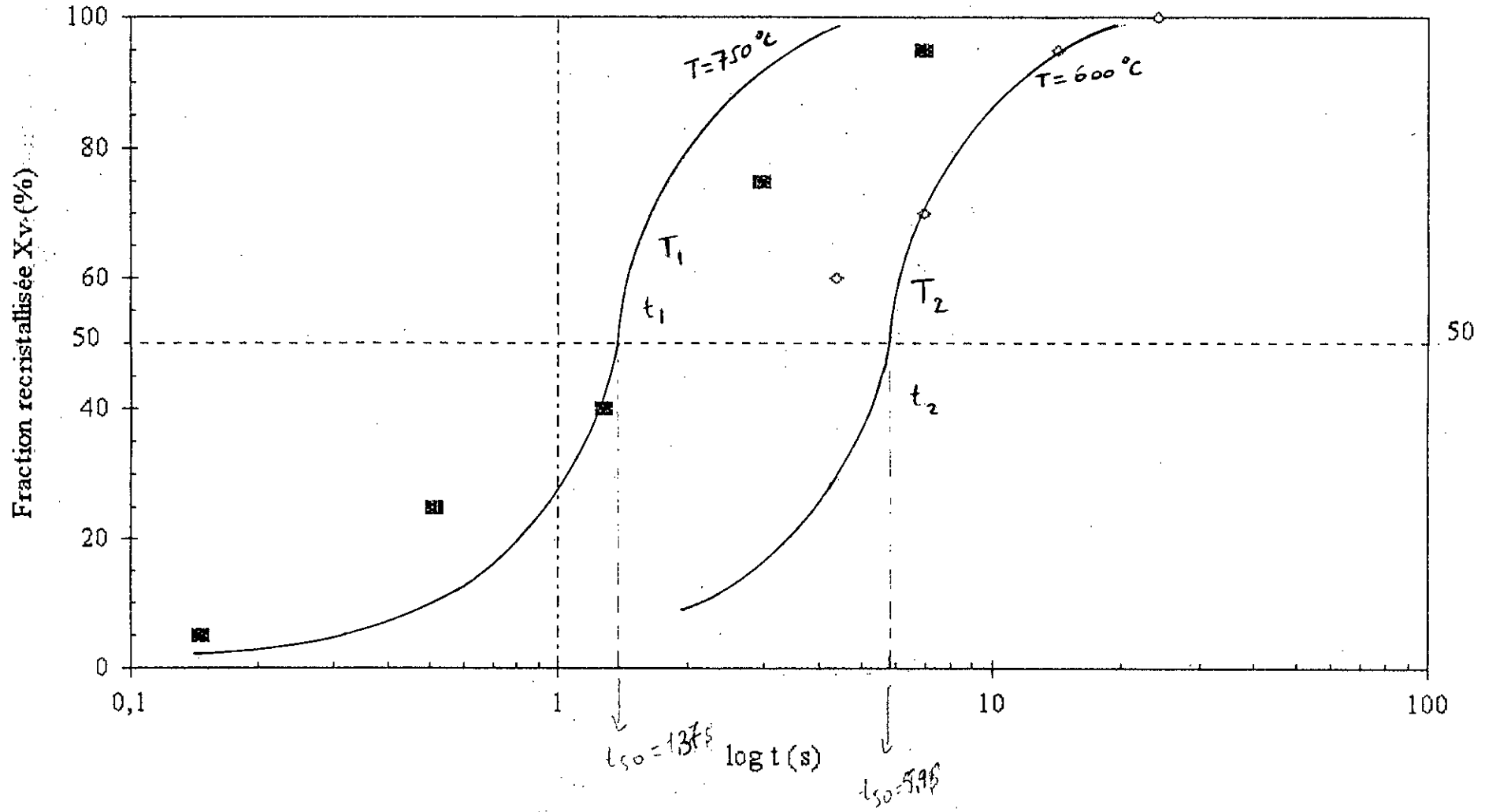
En conclusion, nous pouvons dire que le processus de recristallisation est le résultat de l'effet combiné de tous les paramètres de déformation (ϵ , d_0 , T_{rec}).

6-3-4) Influence de la température sur la recristallisation

La température de recuit favorise le processus de recristallisation. Celle-ci, qui est thermo-activée, nous montre sur la figure (6-8), deux courbes suivant les températures de recuit différentes. Les deux courbes représentent deux échantillons ayant subi la même déformation. En fait, l'énergie libérée, lors du recuit, par le métal écroui est faible à 600 °C et ne sera responsable que d'une faible germination, donc d'un faible adoucissement. Par contre, à 750 °C, cette température favorise la libération de l'énergie emmagasinée et accélérera la germination : nous observons dans ce cas un temps d'incubation court.

Sur la figure (6-8), la vitesse de recristallisation serait plus importante à haute température ($T_{rec} = 750$ °C), bien que la structure serait plus grossière. Cependant, du point de vue économique, cela serait plus rentable puisque cette structure favorisera les opérations de mise en forme des bijoux.

Figure 6-9 : Influence de la température sur la recristallisation ^{de} B-3



68

50

6-3-5) Cinétique de recristallisation

La recristallisation est un processus d'adoucissement structural qui dépend de plusieurs paramètres. Ceux qui font l'objet de notre étude sont thermomécaniques, c'est à dire qu'ils regroupent la taille initiale du grain d_0 , le taux de déformation ε , la température de recuit T_{rec} , et le temps de recuit t_{rec} .

Chaque paramètre contribue à l'adoucissement par recristallisation. Cependant, il arrive que les conditions de traitement favorisent la prédominance d'un paramètre, par son effet sur les comportements structuraux, sur d'autres. Parfois, nous observons une concomitance entre ces paramètres.

6-3-5-1) Influence du degré de déformation (ε) sur la cinétique

Pour étudier l'effet de la déformation sur la cinétique de la recristallisation, nous avons tracé la courbe t_{50} en fonction du degré de déformation ε . Pour les deux tailles initiales de grains $d_{01} = 30 \mu\text{m}$ et $d_{02} = 57 \mu\text{m}$, nous observons sur la figure (6-9) un parallélisme étroit entre les droites de chaque classe d'études. En fait, ce parallélisme répond bien à la relation vue dans la partie théorique [29] où le temps de recuit responsable d'une recristallisation d'une fraction X était fonction des paramètres thermomécaniques que nous avons choisis et la loi :

$$\ln t_x = a \ln \varepsilon + b$$

se dessine bien sur la figure dans les deux cas des tailles initiales de grains.

Nous pouvons affirmer que le temps de recuit qui recristallise 50 % de la structure est proportionnel au degré de déformation suivant une loi exponentielle :

$$t_{50} \propto \varepsilon^{-x}$$

où x désignera la pente sur notre graphique, en traçant la courbe $t_{50} = f(\log \varepsilon)$ à l'aide du logiciel Excel 5.0, celui-ci nous affiche l'équation de la droite

d 'extrapolation dans le cas de la classe B ($d_{O_2} = 57 \mu\text{m}$). Si pour la courbe spécifique de la classe B nous obtenons :

$$y = -29,878 x + 35,117$$

$$\text{soit } \ln t_{50} = -29,878 \ln \varepsilon + 35,117$$

cela veut dire que l'exposant x de l'équation (II-14), vaut $x = -29,3$

$$\text{d'où, } t_{50} \propto \varepsilon^{-29,978}$$

Ce que nous observons sur la courbe spécifique de la classe A, est typique à notre étude faite au paragraphe VI-3-3 où nous avons constaté un chevauchement entre les courbes de recristallisation des sous-classes A1 et A2. Il s'en suit que les temps de recuit t_{50} respectifs de ces sous-classes seront égaux et se traduiront par une droite parallèle à l'axe de déformation sur la figure (6-9).

Nous observons une discontinuité de la courbe $t_{50} = f(\varepsilon)$ dans le cas de la classe A au-delà de $\varepsilon = 0,80$. il s'agit d'une réponse de la part de la structure à un degré de déformation important ($\varepsilon = 1,10$), donc d'une libération importante d'énergie lors du recuit, qui fait diminuer le temps d'incubation à $5,8 \cdot 10^{-7}$ s.

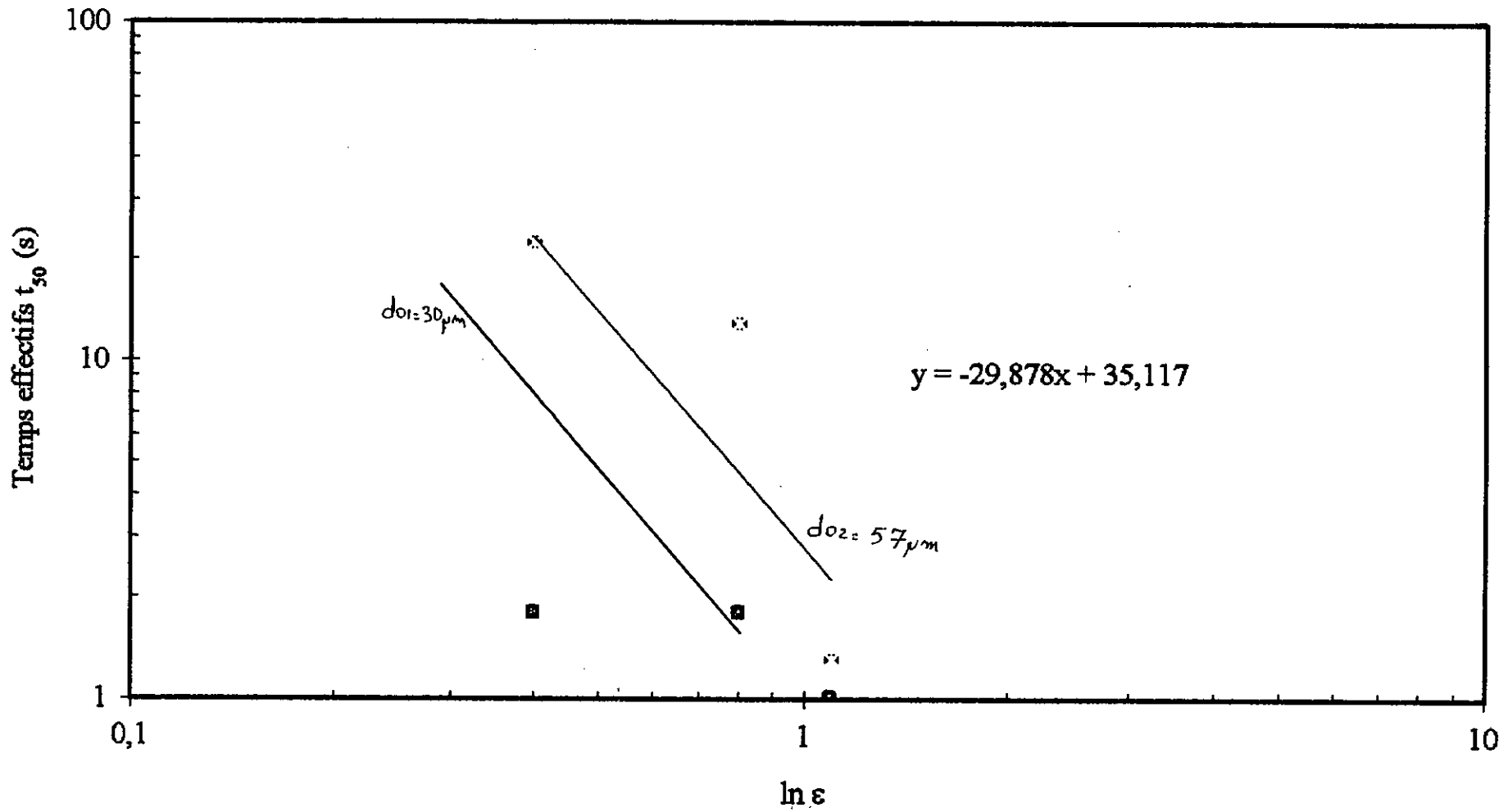
La courbe $t_{50} = f(\varepsilon)$ que nous traçons dans le cas de la classe A, pour $\varepsilon > 0,80$ reprend le coefficient directeur de la courbe spécifique de la classe B. Nous en déduisons que notre approche faite sur nos échantillons aux équations de la théorie (II-14) doit s'effectuer à des degrés de déformation élevés ($\varepsilon > 0,80$).

L'observation des courbes $t_{50} = f(\varepsilon)$ révèle qu'un écart entre ces courbes parallèles peut servir de guide à tout utilisateur qui veut observer une recristallisation à 50 % à partir de différentes tailles initiales du grain. En reprenant nos résultats sur la figure (6-9), nous mesurons un écart de

$$\Delta\varepsilon = 1,11 - 0,91 = 0,2.$$

Ceci équivaut à dire que si nous déformons à un degré d'écroutissage $\varepsilon = 0,91$, notre métal dont la taille initiale d_{O_1} vaut $30 \mu\text{m}$,

Figure 6-10 : Influence du degré de déformation ϵ sur la recristallisation



puis nous procédons par son recuit jusqu'à recristalliser 50%, nous observerons le même comportement structural durant le même temps t_{50} pour une taille initiale du grain $d_{02} = 57 \mu\text{m}$, en augmentant la déformation de $\Delta\varepsilon = 0,2$ la déformation finale sera de :

$$\varepsilon_f = \varepsilon + \Delta\varepsilon = 0,91 + 0,2 = 1,11$$

A grains grossiers, correspond une stabilité thermodynamique élevée. La classe B d'échantillons à une taille initiale $d_{02} = 57 \mu\text{m}$ qui, comme nous l'avons vu sur la figure (6-3), présente une forme équiaxiale. L'énergie de surface dans le cas de la classe B est très faible. Il s'en suit qu'un degré de déformation $\varepsilon = 1,10$ est insuffisant pour enrichir la structure en énergie de déformation ; le temps d'incubation, donc t_{50} , augmentera jusqu'à ce que l'apport thermique ait atteint en énergie le seuil critique de l'énergie d'activation de la recristallisation.

Dans le cas de la classe A, la taille initiale du grain $d_{01} = 30 \mu\text{m}$ sous-entend un nombre plus important de grain. L'énergie de surface étant importante, nous obtiendrons lors du recuit un accélération des processus d'adoucissement structuraux grâce à la libération de cette énergie.

6-3-5-2) Influence de la taille initiale sur la cinétique

En traçant la courbe $t_{50} = f(d_0)$, nous obtenons une droite comme montré sur la figure (6-10). L'équation (II-14) vue dans la partie théorique, montre que le comportement des temps t_{50} en fonction de la taille initiale d_0 suit une loi identique à la précédente, sauf que l'exposant est positif:

$$t_{50} \propto d_0^p$$

En faisant varier la taille initiale d_0 , nous faisons varier l'énergie de surface lors de l'écroutissage. Il s'en suit que la libération de cette énergie lors du recuit se fera favorablement est abondamment par les faibles tailles de grains ($d_{01} = 30 \mu\text{m}$).

Le logiciel-Excel 5.0 nous fournit l'équation de la courbe d'extrapolation

$$y = 0,4093 x - 10,468$$

$$\text{soit } \ln t_{50} = 0,4093 \ln d_0 - 10,468.$$

Cela veut dire que l'exposant p de l'équation (II-14) vaut $p = 0,4093 \approx 0,41$

$$\text{d'où } t_{50} \propto d_0^{0,41}$$

Le parallélisme que nous observons sur les courbes $t_{50} = f(d_0)$ révèle que pour un temps de recuit t_{50} , nous pouvons manipuler les paramètres ε et d_0 en restant fidèle aux données de la figure (6-10). Si nous mesurons l'écart entre les courbes de la figure (6-10), nous verrons que pour obtenir le même temps de recuit t_{50} , il faudra augmenter la taille initiale du grain si le degré de déformation ε est élevé et la diminuer dans le cas contraire. Ceci est particulièrement intéressant si nous possédons notre métal (Ag-Cu 5%) sur plusieurs échantillons avec différentes tailles initiales de grain : le taux d'écroutissage par laminage à froid pour obtenir un taux de recristallisation $X_v = 50\%$ après un temps de recuit t_{50} est directement lu sur la figure (6-10).

Nous pouvons à la suite des deux paragraphes précédents donner l'allure de l'équation $t_{50} = f(\varepsilon, d_0)$

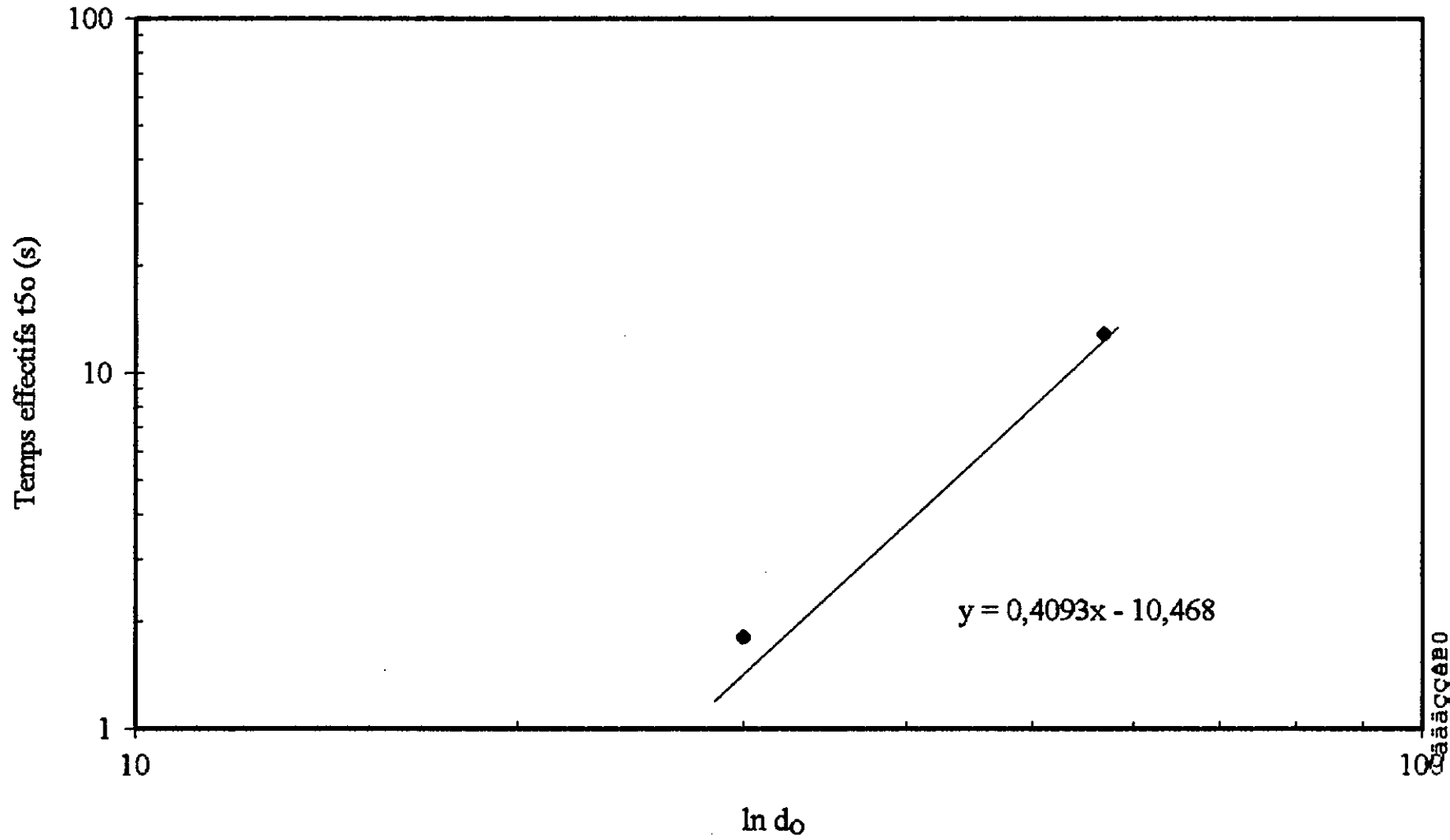
$$t_{50} = \varepsilon^{-29,9} \cdot d_0^{+0,41} \cdot Z^p \cdot \exp\left[-\frac{72000}{RT}\right]$$

où Z est la paramètre de Zener tel que

$$Z = \varepsilon \exp\left[-\frac{Q_{\text{def}}}{RT}\right]$$

Figure 6-11 : Influence de la taille initiale d_0 sur la recristallisation

56



005555000

6-3-5-3) Influence de la température sur la cinétique

La température est la principal paramètre qui influe sur la rentabilité des processus thermomécaniques. A titre de comparaison, nous avons procédé à un recuit de la sous-classe B3 à une température $T_{rec} = 600^{\circ}\text{C}$.

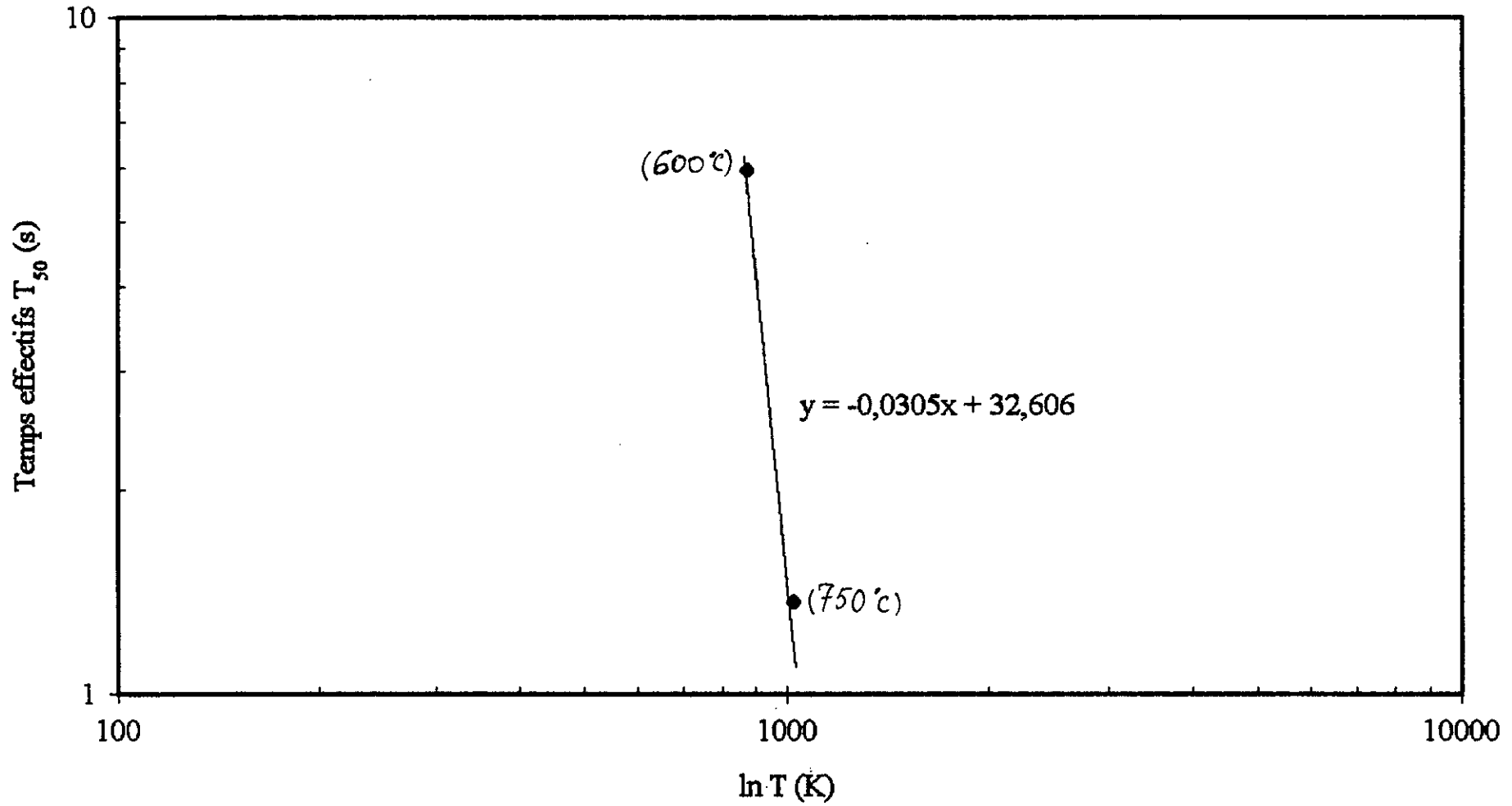
La courbe représentative de la température de recuit T_{rec} sur la cinétique de recristallisation est mentionnée sur la figure (6-11). La courbe $t_{50} = f(T_{rec})$ est une droite décroissante : nous pouvons affirmer que le temps de recuit t_{50} est lié à la température également.

Si 5 secondes séparent les temps de recuit t_{50} de la sous-classe B3 recuite aux températures $T_1 = 750^{\circ}\text{C}$ et $T_2 = 600^{\circ}\text{C}$, cela révèle la rentabilité du processus thermomécanique à 750°C , pour une plage de degré de déformation comprise entre 0,40 et 1,10.

Rappelons que sur le diagramme d'équilibre Ag-Cu [48], une température de 750°C est assez élevée pour fournir l'énergie nécessaire à la germination et la croissance. La limite de solubilité de la phase α en cuivre, dont le titre massique vaut 5%, est coupée sur le diagramme d'équilibre par le palier des 645°C . En symbolisant la courbe de limite de solubilité du cuivre dans la phase solide α par Ac_1 , nous sommes dans notre traitement thermomécanique à une température T_{rec} égale à $Ac_1 + 105^{\circ}\text{C}$. Ainsi nous nous sommes éloignés de la zone critique Ac_1 , où le changement de phase $\alpha + \beta \rightarrow \alpha$ thermo-activé ne fournit pas une structure homogène et monophasée, et avons réduit le temps grâce à cette apport thermique.

Etant donné que la déformation ne s'opère à l'atelier de laminage de Agenor qu'à une seule vitesse le paramètre de Zener dans l'équation (II.14) aura un exposant inconnu : car il nous faut au moins deux vitesses pour estimer l'exposant p de l'équation (II.14).

Figure 6-12 : Influence de la la température de recuit t_{rec} sur la recristallisation



Nous nous contentons de l'équation suivante où t_{50} est fonction des paramètres de notre recherche avec la donnée $Q_{rec} = 72 \text{ kJ/mol}$ (pour Ag-Cu 5%) :

$$t_{50} = A \varepsilon^{-29,9} \cdot d_0^{+0,41} \cdot Z^p \cdot \exp\left[-\frac{72000}{RT}\right]$$

A est une constante de proportionnalité [29]

et R la constante des gaz parfaits : $8,31 \text{ j/mol} \cdot ^\circ\text{C}$

6-3-6) Effets des paramètres thermomécaniques sur le grain recristallisé

Le but d'un traitement thermomécanique est d'aboutir à une structure homogène, stable et satisfait aux besoins de la mise en forme des métaux.

L'étude consacrée dans les paragraphes 6-3-2 et 6-3-5 s'est concrétisée, dans notre alliage, par une taille de grain recristallisé qui répond bien aux conditions thermomécaniques entreprises dans la procédure expérimentale.

Le grain recristallisé est le résultat des processus de changements structuraux observés dans le métal soumis à nos conditions expérimentales. Nous affirmons par ce constat que la métamorphose du grain recristallisé peut être gouvernées par nos conditions thermomécaniques, en d'autres termes nous pouvons dresser des abaques mettant en valeur l'impact des paramètres d'études sur notre métal.

La démarche que nous entreprise, afin de mieux comprendre le comportement structural des métaux adoucis statiquement, a été de tracer les courbes montrant l'évolution de la taille du grain recristallisé en fonction de chaque paramètre thermomécanique.

6-3-6-1) Effet du-degré-de déformation

L'énergie de déformation fournie au métal lors de l'écroutissage s'y est emmagasinée dans des sites préférentiels. Ceci favorisera lors du recuit une libération de l'énergie emmagasinée aux profits de la germination. La germination, comme processus minimisant l'énergie interne d'une structure instable aura lieu favorablement dans des sites affectés par la déformation.

Les régions distordues du métal, en l'occurrence les joints de grains, sont initialement à l'état instable du point de vue thermodynamique. Un écroutissage supplémentaire désordonnera beaucoup plus ces régions et les transformera en sièges potentiels de la recristallisation statique.

Sur la figure A, nous avons tracé les courbes $d_{rec} = f(\epsilon)$ pour les tailles initiales $d_{O1} = 30 \mu\text{m}$ et $d_{O2} = 57 \mu\text{m}$. Nous pouvons dire qu'à priori ces courbes sont parallèles et décroissantes. Si pour des degrés de déformation croissants nous observons une chute de la taille du grain recristallisé suivant une loi donnée par le logiciel Excel 5.0 :

$$y = - 24,571 x + 43,429 \approx - 24,5 x + 43,4$$

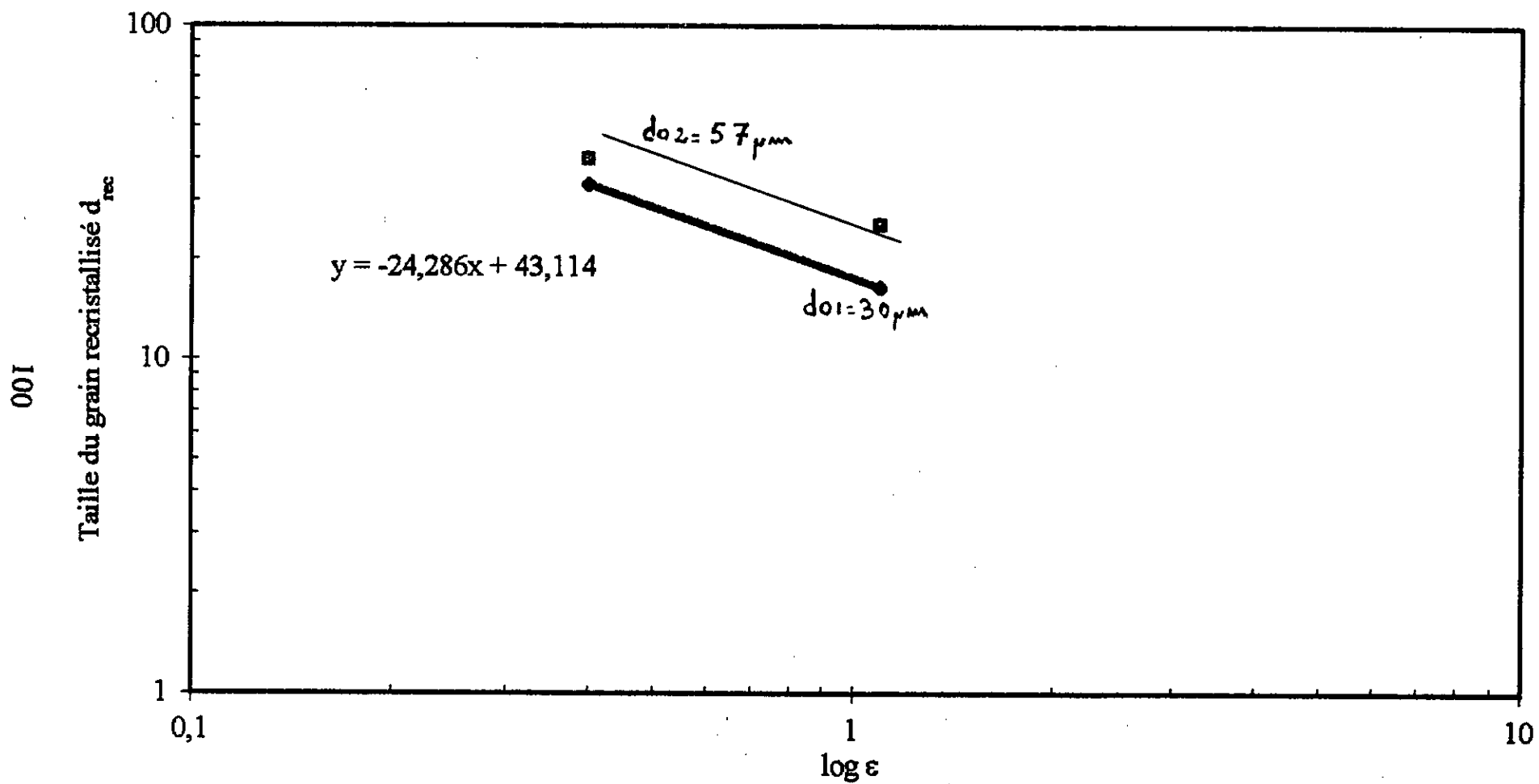
$$\text{soit } \ln d_{rec} = - 24,5 \ln \epsilon + 43,4$$

Selon la loi vue en théorie [29], nous dérivons l'exposant n :

$$d_{rec} \propto \epsilon^{-24,5}$$

La déformation, comme processus de mise en forme des métaux confère à la structure un état thermodynamique instable. Le laminage à froid a rapproché les centres des grains et, par suite, fait augmenter les forces de réaction entre ceux-ci. Si l'essentiel de la déformation est dans une optique énergétique emmagasinée dans les joints de grains en collision, les ondes de déformation se propagent également dans le grain provoquant un désordre structural illustré par l'apparition de la

Figure 6-13 : Influence du degré de déformation ϵ sur la taille du grain recristallisé



dislocation beaucoup plus au niveau des zones proches des joints de grains. Si le degré de déformation ϵ élevé correspond à un nombre important de sites favorables à la germination, nous en déduisons que le grain recristallisé trouvera des obstacles à sa croissance, lors du recuit. Ces obstacles à la dynamique du joint de grain recristallisé peuvent être d'autres joints de grains recristallisés, ce qui en fin de recristallisation fournira une structure fine telle que celles des sous-classes A3 ($\epsilon = 1,10$, $d_0 = 30 \mu\text{m}$) et B3 ($\epsilon = 1,10$, $d_0 = 57 \mu\text{m}$). Sur la figure (6-12) ceci est illustré sur la courbe pour des degrés de déformation ϵ croissants.

Parallèlement à cela, lorsque le degré d'écroutissage est faible, la structure métallique perd peu de sa stabilité et le processus de recuit favorisera la migration des joints de grains peu écroutis. C'est ainsi que la sous-classe A1, dont l'effet sur le grain recristallisé est illustré sur la partie supérieure de la courbe, figure (6-12), présente une structure plus grossière que sa structure initiale car un écroutissage à 0,40 n'a fait que resserrer les grains beaucoup plus, et le recuit de la sous-classe A1 est en fait le prolongement de celui de la structure de base :

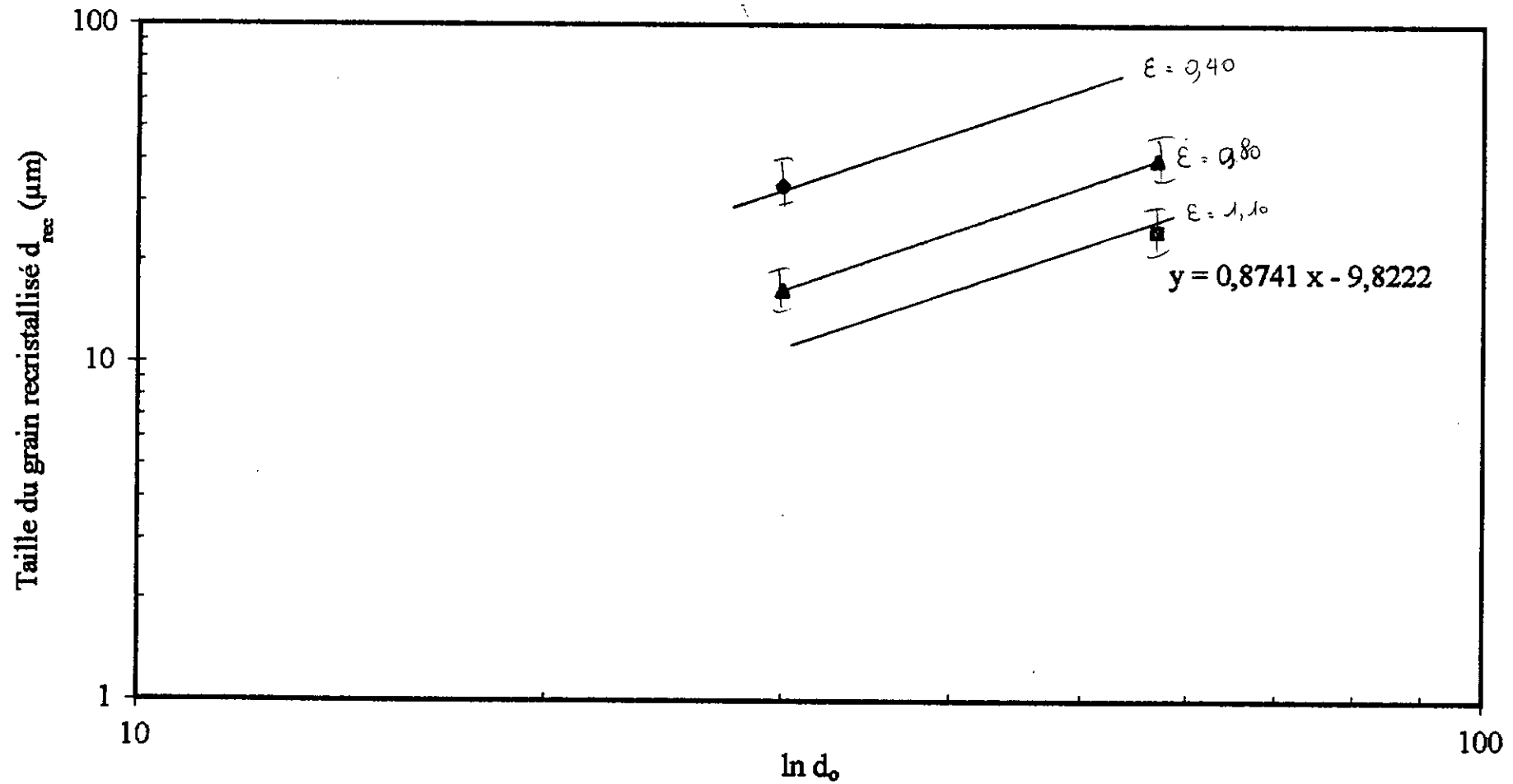
	Classe A	Sous-classe A1
taille des grains (μm)	30	33,40

6-3-6-2) Effet de la taille initiale d_0

Nous avons choisi pour notre expérimentation deux tailles initiales de grains, pour noter l'effet doublement de celle-ci sur le comportement structural lors du recuit et sur la taille finale du grain recristallisé.

En fixant les autres paramètres, entre autre la déformation ϵ , le doublement de la taille initiale va défavoriser l'augmentation de la vitesse de recristallisation. A grains grossiers, il correspondra une énergie interne du métal assez basse, qui ne se

Figure 6-14 : Influence de la taille initiale d_0 sur la taille du grain recristallisé



déstabilise pas rapidement que dans la classe A ($d_{01} = 30 \mu\text{m}$). Si pour un échantillon dont le grain initial de taille $d_{02} = 57 \mu\text{m}$ nous procédons à son écrouissage jusqu'à $\varepsilon = 1,10$, sa réponse à une telle sollicitation sera telle que la taille du grain recristallisé sera faible par rapport à la taille initiale d_{02} . Si nous résonnons dans la classe B, nous retrouverons nos propos et constats fait dans les précédents, en décalant à droite $d_{\text{rec}} = f(\ln \varepsilon)$ vers la droite de l'axe des degrés de déformation.

Ceci explique en faite l'allure des courbes $d_{\text{rec}} = f(\ln(d_0))$. Etant donné que la taille initiale d_0 évolue en modifiant l'énergie interne du métal, la figure B illustre ceci en montrant une stabilité croissante dès que la taille d_0 croît. Nous en déduisons que la taille initiale d_0 est un indice de la stabilité de la structure : car à grains grossiers correspond une énergie de surface faible.

La courbe tracée sur la figure (6-13), montre la correspondance linéaire entre la taille du grain recristallisé et la taille initiale d_0 du grain de départ tel que

$$y = 1,1441 x + 11,237 \approx 1,1 x + 11,2$$

$$\text{soit } \ln d_{\text{rec}} = 1,1 \ln d_0 + 11,2$$

D 'après la loi observée dans la partie théorique [29], nous obtenons l'expression du grain recristallisé d_{rec} en fonction de la taille initiale d_0 :

$$d_{\text{rec}} \propto d_0^x$$

Le traitement thermomécanique effectué sur notre alliage d'études n'a pas observé de variation dans la vitesse de déformation : le paramètre de Zener ayant été constant, nous lui affectons un exposant p :

$$d_{\text{rec}} = B \varepsilon^{-24,5} \cdot d_0^{-1,1} \cdot Z^{-p}$$

où B est une constante de proportionnalité [29].

Si nous observons les courbes de la figure (6-12), nous pouvons dire que l'effet de la taille du grain initiale permet de tracer des abaques qui récapitulent les traitements thermomécaniques et prédisent les résultats, en l'occurrence la taille du grain recristallisé.

Nous relevons sur les courbes typiques des classes A et B respectivement un écart $\Delta\varepsilon$ entre les degrés d'écroutissage de 0,55. En d'autres termes, si nous voulons obtenir une même taille de grain recristallisé d_{rec} pour une taille initiale $d_{O2} = 57 \mu\text{m}$, il nous faudra augmenter le degré de déformation ε affecté à la classe A de $\Delta\varepsilon$ de 0,55.

En prenant le degré de déformation comme repère, nous relevons un intervalle Δd_{rec} égale à $10,32 \mu\text{m}$ qui marque l'écart entre les valeurs des grains recristallisés à partir des structures initiales d_{O1} et d_{O2} en fixant un degré de déformation.

6-3-6-3) Effet de la température T_{rec}

La température est un facteur favorisant la recristallisation statique. Vis à vis du diagramme d'équilibre Ag-Cu [48], une température de $600 \text{ }^\circ\text{C}$ est révélée comme déconseillée de point de rentabilité du processus thermomécanique, car elle pousse les courbes de recristallisation trop loin vers la droite de l'axe des temps de recuit. Ceci fournira une formation de grains recristallisés très fins par rapport à une matrice plus grossière, donc une structure hétérogène et instable par rapport à celles des classes A et B à $750 \text{ }^\circ\text{C}$.

6-4) Etude comparative de la taille du grain recristallisé entre deux natures différentes de la matière solide

6-4-1) Introduction

Dans une approche de l'étude thermomécanique à partir d'une autre optique, nous enrichissons l'étude faite sur les conditions de traitements de l'alliage d'argent. Il s'agit de l'étude du comportement structural dans le cas de l'alliage élaboré par la métallurgie des poudres.

6-4-2) Structure des produits frittés et conventionnels

L'étude expérimentale a montré que la microstructure des produits frittés est beaucoup plus fine et homogène que celles des produits conventionnels de même nature. L'importance industrielle de ces propriétés est très importante dans certaines applications surtout dans l'industrie de pointe, où la demande en produits à hautes propriétés mécaniques est toujours croissante.

Si à partir d'une poudre nous fabriquons un comprimé, celui-ci verra ses grains écrouis. Il se trouve que l'allongement d'un grain de poudre renseigne sur l'allongement d'une multitude de grains métalliques et microscopiques qui composent le grain de poudre. Le compactage dans ce contexte de conditions thermomécaniques est équivalent à un écrouissage.

Il est connu que le port est un obstacle à la recristallisation. Sa présence dans la microstructure fait que l'avancée du joint de grain lors du recuit se fait à une vitesse très lente. En d'autres termes, nous pouvons interpréter ce retard de la recristallisation par rapport aux cas des classes A et B de notre travail affirmant que la migration du joint de grain est freinée par le volume de pores. Ceux-ci, aussi longtemps qu'ils se trouvent sur les joints de grains, constitueront des entraves au mouvement des joints de nouveaux grains recristallisés empêchant ainsi

l'adoucissement ultérieur de la structure. C'est ainsi que peut s'expliquer la différence entre la cinétique de recristallisation des métaux conventionnels et en poudres.

Dans le tableau ci-dessous, nous donnons quelques valeurs des tailles de grains obtenues par frittage d'une poudre d'alliage Ag-Cu 5%.

Echantillon n°	Temps de recuit (heure)	Taille du grain recristallisé (μm)
1	1	8,02
2	2	9,04
3	4	9,86
4	8	10,83

Tableau VI-1 - Influence du temps sur la taille moyenne des grains à 740 °C et pur un compactage à 300 bars.

Dans les sous-classes de A, la taille initiale du grain est $d_{01} = 30 \mu\text{m}$. Dans le tableau X ci-dessous, nous mentionnons deux tailles de pores après frittage.

Echantillon n°	Temps de recuit (heure)	Taille du pore (μm)
1	1	3,9
2	2	3,47

Tableau VI-2 - Influence du temps de frittage sur la taille du pore, $T = 740^\circ\text{C}$, $p = 300$ bars.

La différence entre les produits frittés et solides fait qu'une taille de pores de 3,9 μm ne peut avoir le même effet sur la recristallisation qu'une faibles de taille de grain : si dans le cas des produits frittés, la cinétique du croissance du grain recristallisé s'étale sur des heures, les produits solides n'exigent que quelques minutes pour se retrouver à l'état recristallisé.

Il est certes juste de citer les traitements thermomécaniques de type classe A et classe B comme processus possibles d'amélioration des propriétés structurales

(donc mécaniques), cependant, la méthode de la MDP-offre une taille de grain nettement plus fine : 8,2 μm pour le frittage qui dure 1 heure et 16 40 μm pour le métal écroui jusqu'à $\epsilon = 1,10$, puis recuit pendant 180 secondes.

Echantillon n°	Temps de recuit (h)	Porosité (%)	Taille du grain recristallisé (μm)
3	1	3,53	11,90
4	2	2,11	12,11
5	4	0,98	12,86
6	8	0,55	13,04
7	16	0,22	14,10

Tableau VI-3 - Influence du temps de frittage sur la porosité et la taille des grains - $T = 740^\circ\text{C}$ et $p = 300$ bars.

Au laboratoire de Agenor, nous consacrons 30 minutes à chauffer le four à une température de 1000°C avant l'opération de fusion de la matière première, alors que si nous traitons l'alliage précieux par la MDP, ce temps serait utilisé à assécher le compact de l'humidité. A 770°C , sur le diagramme d'équilibre, nous sommes au centre du domaine α sur l'échelle des températures (Celsius) et donc sur le domaine où le grain recristallisé a plus de facilité thermique et par conséquent thermodynamique à grossir. C'est ainsi qu'après 1 heure de recuit nous trouvons une taille de grain égale $12,88 \mu\text{m}$ et 16 heures de recuit, nous la trouvons égale à $19,28 \mu\text{m}$.

Sur le tableau X ci-dessous, l'influence de la température est pertinente par rapport au traitement de frittage à 740°C . Cette dernière température sur 15 heures de recuit fait élever la taille du grain recristallisé de $11,90$ à $14,10 \mu\text{m}$, soit de $2,20 \mu\text{m}$, alors qu'à 770°C , la structure "compactée" ou écrouie profite de l'apport thermique pour activer ses processus d'adoucissement et faire élever la taille du

grain recristallisé sur un temps de recuit de 15 heures de 12,88 μm jusqu'à 19,28 μm , soit de 6,40 μm .

Echantillon n°	Temps de recuit (h)	taille des grains recristallisés (μm)
8	1	12,88
9	16	19,28

Tableau VI-4 - Effet du temps de recuit sur la taille du grain- $T = 770^\circ$, $p = 400$ bars.

En conclusion, la métallurgie des poudres dans le cas du traitement thermomécanique de l'alliage d'argent Ag-Cu 5%, offre une structure fine, dont la taille des grains varie en fonction de la compression initiale, de la température de recuit et du temps de recuit. Parallèlement, dans l'étude classique de la recristallisation des échantillons des classes A et B, nous sommes astreints à fournir une quantité importante d'énergie pour atteindre un stade initial référentiel, c'est à dire pour amorcer l'étude à partir d'une taille initiale donnée qui fournira une taille finale de grains recristallisés encore trop grossière.

Pour atteindre les tailles de grains des produits frittés, il aurait fallu écraser davantage l'alliage solide, soit $\epsilon \gg 1$, ce qui aurait fait chauffer, voire fait entrer celui-ci dans le domaine du travail à chaud ; rappelons que la température de recristallisation de l'argent pur est de 91 $^\circ\text{C}$.

***CHAPITRE VII : APPLICATION
INDUSTRIELLE***

Dans l'industrie, les propriétés des alliages d'argent sont largement exploitées grâce aux propriétés physiques et chimiques et l'influence des éléments d'addition, même à des faibles proportions.

7-1) Domaine d'utilisation des alliages d'argent

Afin de promouvoir leurs fabrications, les industriels se sont lancés dans l'utilisation de l'argent à cause de ses propriétés électrochimiques nobles et ses pouvoirs élevés de conduction électrique et thermique.

Parmi, les utilisations industrielles de l'argent nous citons la bijouterie. Au laboratoire d'Agenor, la teneur massique de l'argent doit respecter les normes internationales qui exigent deux teneurs en précieux métal : 880‰ et 950‰.

Selon Fargeon [13], une application, mettant en action le pouvoir réfléchissant élevé de l'argent est la fabrication de miroir. L'étamage, qui était autrefois utilisé pour élaborer des surfaces miroirs, est aujourd'hui remplacé par l'argenture qui est plus rapide et moins insalubre.

Traditionnellement, l'argent est le métal de base des pièces de monnaie. En Angleterre, la livre Sterling étalon a une teneur en argent de 92,5%, l'élément d'alliage principal que nous employons généralement pour durcir la monnaie est le cuivre. Sa faible teneur en alliage Ag-Cu suffit à durcir la structure et à rendre résistant et ductile.

Dans la dentisterie, Fargeon [13] cite deux alliages qui sont utilisés dans l'élaboration des prothèses dentaires et des dents artificielles :

Ag-Pd-Au

Ag-Pd-Pt

Dans les contacts électriques, les alliages d'argent trouvent un large domaine d'utilisation. Grâce à sa grande conductivité électrique, l'industrie offre une gamme à base d'argent suivant les contraintes extérieures auxquelles ils sont exposés :

- les contacts de disjoncteurs sont en argent 994‰ additionné avec de l'oxyde de cadmium 6‰,
- les disjoncteurs à faible charge sont en alliage d 'argent 880‰ et 120‰ de cadmium,
- les micro-interrupteurs sont en alliage d 'argent 700‰ et 300‰ de palladium, ou bien 600‰ d 'argent et 400‰ de palladium,
- les contacts des relais miniatures sont en argent fin 1000‰

7-2) Méthodes d 'amélioration des propriétés des alliages d 'argent

Les propriétés des alliages d 'argent sont dépendantes des conditions de préparation de ces métaux. Si nous coulons l 'argent et le cuivre dans les proportions du bijou désiré, cela ne sous entend pas que les métaux sont pris initialement à l 'état pur. A Agenor, le cuivre est fourni par une unité de câblage. Nous remarquons souvent qu 'un film d 'oxyde recouvre ces tiges à cause du milieu nocif qui règne dans le laboratoire. Cette de la pureté du cuivre va se traduire lors de la fusion de celui-ci par une dispersion des métaux présents dans le cuivre dans le bain et infestera l 'alliage.

Nous proposons pour remédier à une telle défaillance du matériel de procéder par un affinage poussé du cuivre. Ceci conférera une pureté qui pourra être suivi et conservé jusqu 'au produit fini. D 'un autre côté, les équipements de mise en forme des métaux seront moins sollicités, lors de leur fonctionnement, par la réaction de l 'alliage Ag-Cu au champs de contraintes, étant donné que ces deux méthodes sont connues pour leur ductilité élevée.

Un autre moyen viendrai à homogénéiser la structure et à l 'affiner, malgré les insertions d 'éléments. Il s 'agit de notre traitement thermomécanique que nous avons entrepris tout au long de ce travail et qui qualitativement et quantitativement mène à de bons résultats, malgré que le départ a été une structure de fonderie

hétérogène. La série de déformations suivies par un recuit a largement contribué à minimiser l'effet des éléments sur la recristallisation de l'alliage Ag-Cu.

Parallèlement à ce que nous pourrions suggérer comme remède conventionnel à l'amélioration des propriétés des alliages d'argent, nous trouvons dans la métallurgie des poudres la solution moins onéreuse et plus fiable à obtenir un produit fini et exempt d'inclusions. Dans la métallurgie des poudres qui a partir de matériaux purs en poudres aboutit à un métal dense dont les propriétés sont souvent meilleures que celles des produits conventionnels. Nous dépassons ainsi le stade de la purification du produit fini, étant donné que les métaux de départ sont des poudres pures.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le traitement thermomécanique du lingot d'argent (Ag-Cu 5%) a consisté à faire ressortir à partir d'une structure de fonderie, donc hétérogène et de taille de grain inégalement répartie, une structure homogène et de bonnes propriétés mécaniques.

Nous avons procédé par un laminage préalable à un degré de déformation $\epsilon = 0,2$, afin de briser le réseau établi lors de la solidification, puis un recuit à une température de 750°C a suivi ce premier laminage pour aboutir à une structure de départ plus stable et homogène.

Dans le souci de retrouver les résultats observés dans la théorie, nous avons choisi deux tailles initiales de grains $d_{O1} = 30 \mu\text{m}$ et $d_{O2} = 57 \mu\text{m}$ en faisant varier le temps de recuit. A chaque taille initiale d_O , nous avons affecté une classe d'échantillons qui, en faisant varier le degré de déformation ϵ , s'est subdivisée en sous-classes.

Avec de tels paramètres, l'observation faite après traitement a révélé l'impact de ceux-ci dans les processus d'adoucissement et de changements structuraux observés par recuit.

L'explication qualitative de la recristallisation a pris source dans les courbes de recristallisation des sous-classes de A et de B : l'allure sigmoïdale observée dans la théorie s'est retrouvée dans nos résultats, ce qui a permis de mieux suivre le processus structural dans l'alliage.

D'un point de vue quantitatif, nous avons relevé les temps effectifs t_{50} , consacrés par les métaux pour se recristalliser à 50%, à partir des courbes de recristallisation et tracé les courbes qui montrent l'évolution du temps t_{50} en fonction des paramètres thermomécaniques utilisés dans notre étude.

Parallèlement, la taille du grain recristallisé a été un excellent indice de la cinétique de recristallisation et de la dynamique du joint de grain recristallisé lors du recuit.

En récapitulant nos résultats quantitatifs, nous notons une proportionnalité entre la taille initiale du grain d_0 d'une part et le temps de recuit t_{50} avec la taille du grain recristallisé d_{rec} d'autre part. Si nous augmentons le degré d'écroutissage ϵ , nous observerons une structure plus fine qui achèvera son adoucissement en des temps de recuit t_{50} plus courts.

La participation de tous nos paramètres à l'élaboration d'une structure finale stable ou quasi-stable et homogène de l'alliage d'argent s'est interprétée mathématiquement par les équations [28] paramétriques :

$$t_{50} = A \epsilon^{-29,9} \cdot d_0^{+0,41} \cdot Z^{-p} \exp\left[-\frac{72000}{RT}\right]$$

$$d_{rec} = B \epsilon^{-24,5} \cdot d_0^{1,1} \cdot Z^{-p}$$

Durant notre comparaison entre la métallurgie conventionnelle et la métallurgie des poudres (MDP), nous avons mis en évidence l'effet des paramètres thermomécaniques sur la dynamique des changements structuraux et sur la croissance du grain recristallisé. Dans le cas de la métallurgie des poudres, nous serons toujours dans les conditions de rentabilité du processus métallurgique si nous élevons la température de recuit de 740 à 770°C, car une augmentation de 30°C ne pourra compenser les pertes énergétiques dues à la fusion de l'alliage Ag-Cu. La rentabilité de ce processus à partir de métaux en poudre réside également dans la durée de fabrication d'un produit fritté. Au laboratoire d'Agenor, nous consacrons 30 minutes à chauffer le four à une température de 1000°C alors que dans la métallurgie des poudres le traitement thermique conserve l'état solide de l'alliage.

PERSPECTIVES D 'AVENIR

A l 'image de ce que nous avons obtenu durant notre procédure expérimentale, nous suggérons pour les travaux de demain une approche analytique du processus de changements structuraux à partir des équations paramétriques déduites de la théorie. Ceci sera inscrit dans le cadre de la conception d 'un logiciel qui prédira les changements structuraux, à partir de nos données empiriques tels que les paramètres thermomécaniques, et offrira une gamme de traitements suivant les résultats que nous souhaitons tels que la taille du grain recristallisé et les propriétés mécaniques qui en dériveraient.

RÉFÉRENCES

BIBLIOGRAPHIQUES

- 1) AHLBLOM B., Sweden inst. for met. Research., IM-1208, (1977)
- 2) AMMEN C.N., 1984 - Recovery and refining of precious metals
Ed. CHAPMAN et HALL, LONDON, NEW YORK,
328p.
- 3) AVENES P., BANDELET B., PARMIERE P., SERTOUR G. et ZAOUÏ, 1976 -
Mise en forme des métaux et alliages.
Ed. Du C.N.R.S., PARIS, 440p.
- 4) AVRAMI M., 1939 - J.V. phys., 7 ; 1103 ; 9, 17 1941
- 5) BAILEY J.E. (1963) - Electron microscopy and the strength of crystals
Ed. By THOMSON G. WASHBURN J., JOHN
WILEY, NEW YORK and LONDON
- 6) BAILEY J.E. and HIRSH P.B., 1962 - Proc. R. Soc., A 267, 11
- 7) BECK P.A., 1952 - Chapter in metal interfaces
A.S.M., 208 P.
- 8) BRINSON G. and HARDGREAves M.E., 1959 - J. Inst. Metals, 87, 112
- 9) CAHN R. W., 1950 - Proc. Phys. Soc., A 364, 323
- 10) CAHN R. W. and HAGEL H.C., 1962 - Decomposition of austenite by
diffusion processes.
Ed. by ZACKAY V.F. and
AARONSON M.T., Interscience, New York, 131

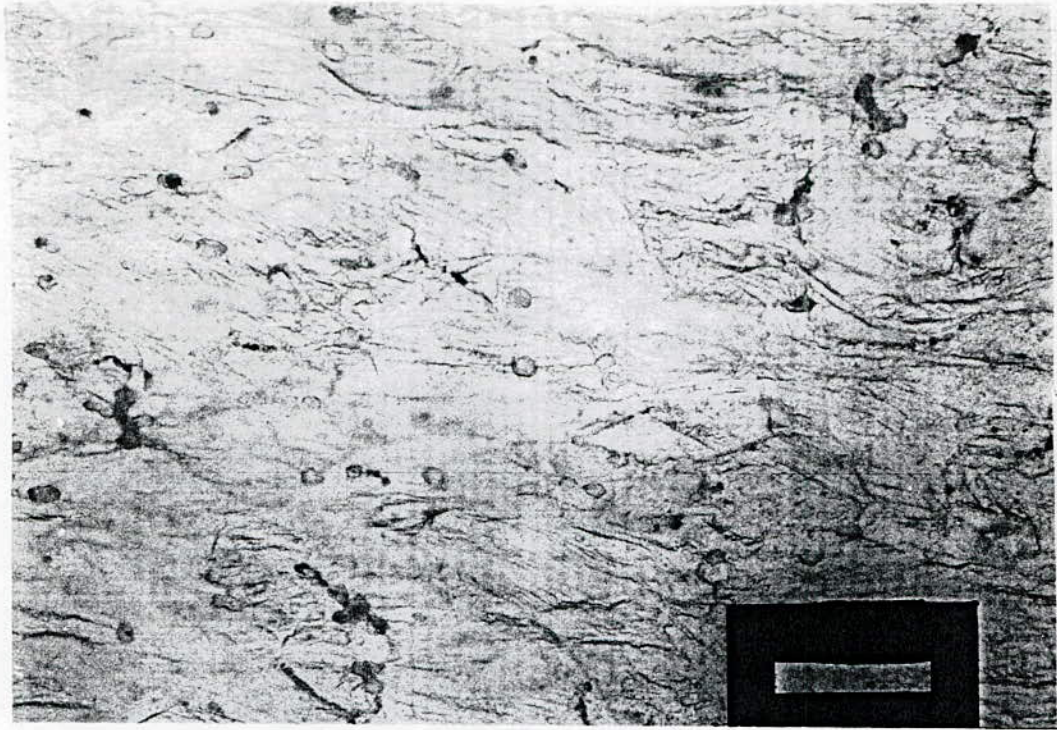
- 11) CLAREBROUGH L. M. et HARGREAVES M.E., 1963 - Recovery and recrystallisation of metals. (AIME) écrit par HIMMEL L., intersciences, NEW YORK and LONDON
- 12) DEWAR et FLEMING, 1893 - Fil. Mag. 36-271
- 13) FARGEON M., 1992 - Technologie des métaux précieux. Ed. MASSON, PARIS, pp. 11-17 ; 163-170
- 14) FOUQUET J., 1977 - Mécanismes fondamentaux de la déformation à froid des métaux, AHLBLOM B., Sweden inst. for met. Research., IM-1208, pp. 60-72.
- 15) GLOVER G., 1969 - Thesis university of scheffield, PHD .
- 16) GORDON P., 1955 - Trans. AIME, 203.1043.
- 17) GRAY, BLYTHOT et DUNLOP - Proc. Ray. Soc., 67-108-1900
- 18) GORENS CANEGIE scholarship mémoire.3-320-1911.
- 19) HASSE O. et SCHMID E., 1925 - J. Phys., 33, 413.
- 20) HONEYCOMBE R.N.Y. and BAAS W., 1984 - Aust. J. Scien. Res., 1. (1), 70.
- 21) HONEYCOMBE R.N.Y., 1984 - The plastic deformation of metals. Ed. EDWARD ARNOLD, FRANCE and LONDON, 483 P.
- 22) HSUN HU, 1963 - AVRAMI M., 1939 - J.V. phys., 7 ; 1103 ; 9, 17 1941.
- 23) ISABEY J. In PASCAL P. PP.154-160.
- 24) JEFFRIES et ARCHER - Met. Chem. Eng. 26-343-1922

- 25) JONAS J.J. et H.J. MAC QUEEN, 1975 - in Treatise on materials science and technology, vol.6 : plastic deformation of metals, academic press, NEW YORK, pp.394-490.
- 26) JONAS J.J., SELLARS C.M. et TEGGART W.J., 1969 - Int. Met. Rev.,
vol.130
n°14, p.1.
- 27) JONHSON W.A. et MEHL R.F., 1939 - Trans. AIME, 416 p.
- 28) KAHLBAUM, ROTH et SIEDLER Z. Anorg. Chem. 29-177-1902.
- 29) KASSER A., 1993 - Structural changes in AISI 316L Stainless Steel and T15 Tool Steel powders during hot temperatur consolidation by hot forging and the Cap process.
PHD, university of SCHEFFIELD, 193 p.
- 30) KAHERAUSCH et LOOMIS in ISABEY
- 31) LINDA S.B., SUZUKI T., MEGUROK, TANAKA S., 1991 - Precious metals science and technology.
Ed.
International,
precious metals
institute, 779 p.
- 32) LUTON M.J.et SELLARS C.M., 1969 - Acta. Met., vol.17, p. 1033
- 33) MAC QUEEN H.J. et BEYERON A., 1972 - A. Met. Sci. J., vol.6, p.25.
- 34) MILAZZO G., 1969 - Electrochimie, tome I.
Ed. DUNOD, PARIS, 381 P.
- 35) PASCAL P., 1957 - Nouveau traité de chimie minérale.
Ed. MASSON et C^{ie}, PARIS, tome III, 838 p.

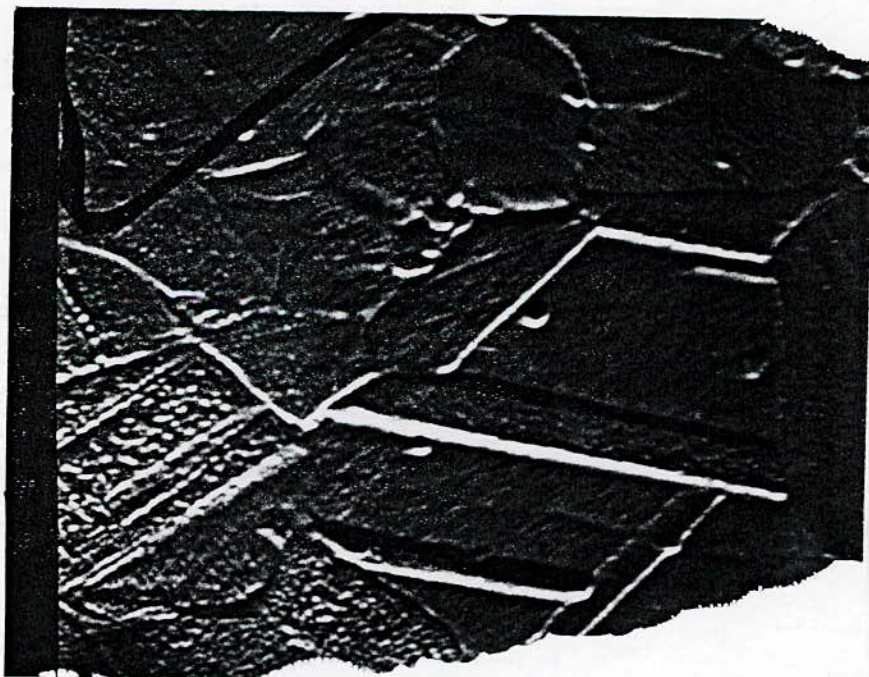
- 36) PLAY FAIR et JOULE. Mem. Chem. Soc. 3-57-77-1848.
- 37) QUID, 1988.
- 38) ROBERTSON A.R., 1990 - Precious Metals and their Uses. Metals Handbook.
Tome 2. Tenth Edition (1990).
- 39) ROSSARD C., 1973 - 3rd inter. Conf. of strength of met. and alloys.
Inst. of met., p.175.
- 40) SAH J.P., RICHARDSON G.J. et SELLARD C.M., 1969 - J. Aust. Int. Met.,
vol.14, 292 p.
- 41) SAINFORD G., 1975 - Comportement à chaud des métaux et alliages
pp.87-97 in 1
- 42) SCHECER et MARCHAND J. Prakt. Chem. [1]-27-193-1843.
- 43) SELLARS C.M., 1985 - J.of phys., B 35, 239
- 44) SELLARS C.M. et TEGGART W.J., 1966 - Int. Sci. Rev. Met., vol 63, p.731.
- 45) SELLARS C.M. et TEGGART W.J., 1972 - Int. Met. Rev., 17
- 46) SMITHLESS C.J., 196- Metals reference book Ed. BUTTERWORTH ET Co.,
tome I, LONDON, pp. 359-360.
- 47) Techniques d 'ingénieur M8 - 3240. P : 1-13. (1988)
- 48) THADDEUS B. Massalski, 1986 - Binary Alloys phase Diagrammes.
Tome I. pp. 19. Edition ASM (OHIO),
- 49) VANDERMEER R.A. et GORDON P., 1963 - in Recovery and
recrystallisation of
metals
Ed. HIMMEL L., WILEY
(Interscience), NEW YORK,
pp. 211-240.

50) WHITTAKER H.J. PHD. Thesis university of CAMBRIDGE.

ANNEXES



Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 30 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\epsilon = 0,80$ (x500).



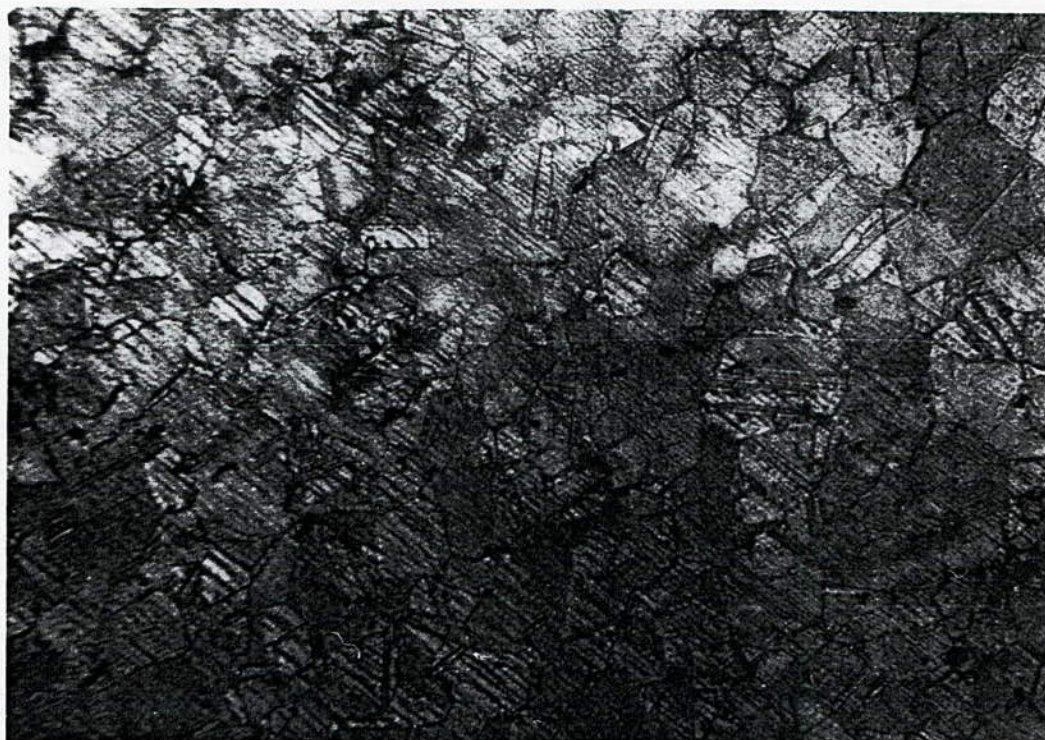
Micographie des macles sur un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% en cours de recristallisation.



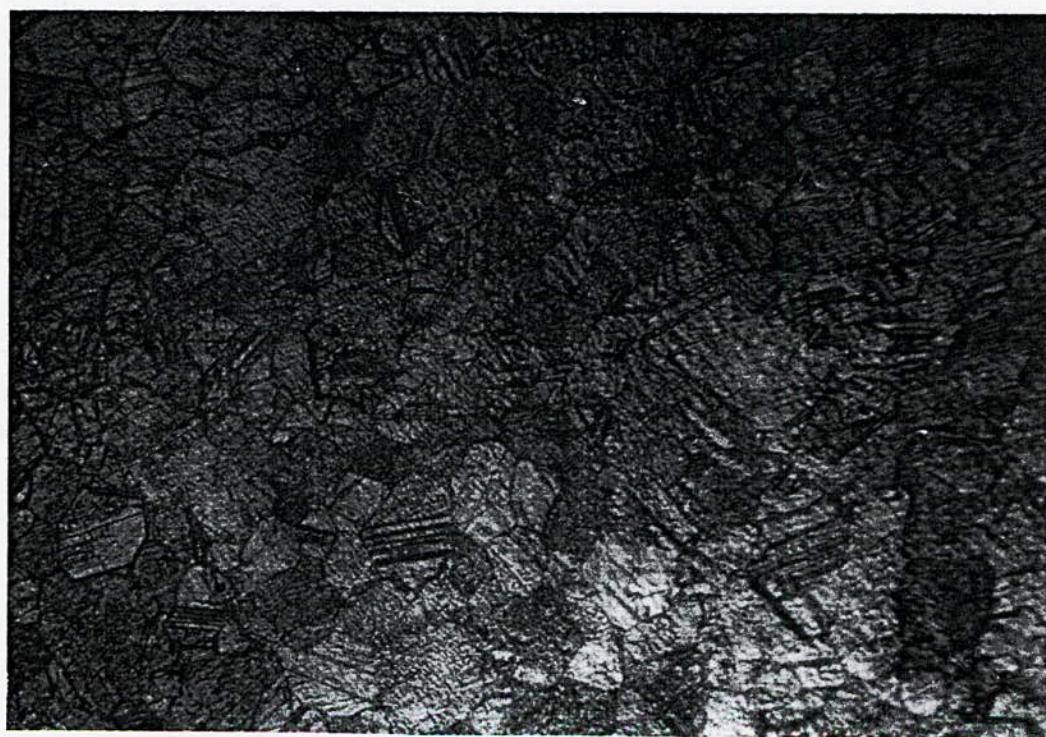
Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 30 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\epsilon = 1,10$ et recuit pendant 45 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 40% (x 250).



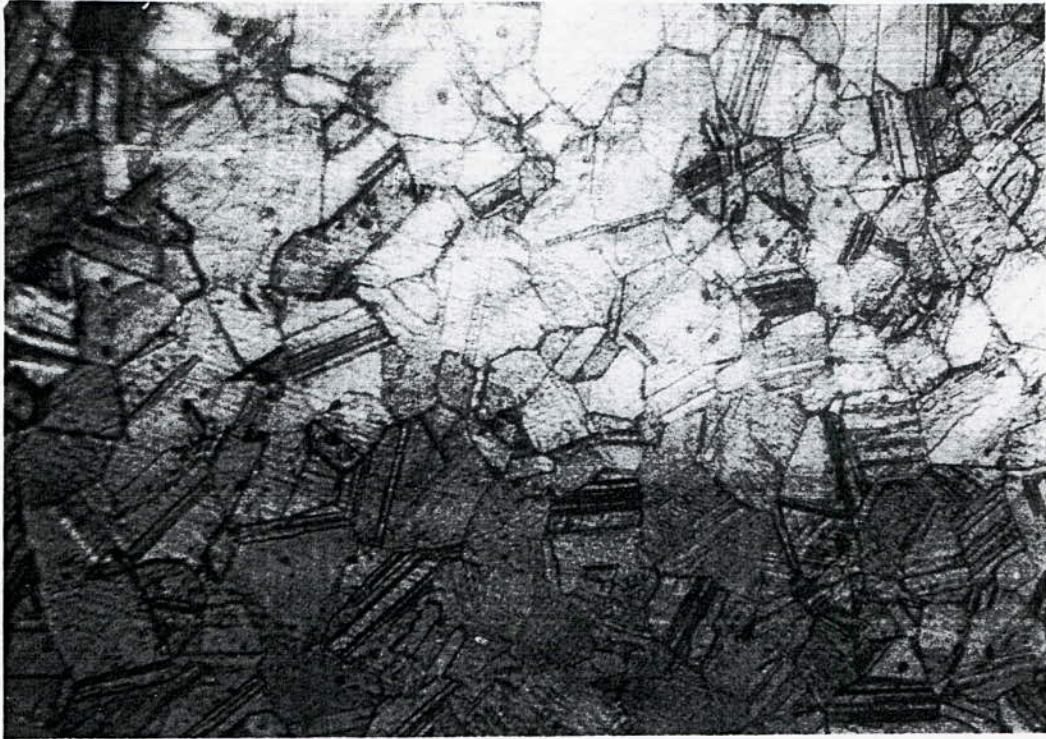
Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 30 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\epsilon = 1,10$ et recuit pendant 65 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 60% (x250).



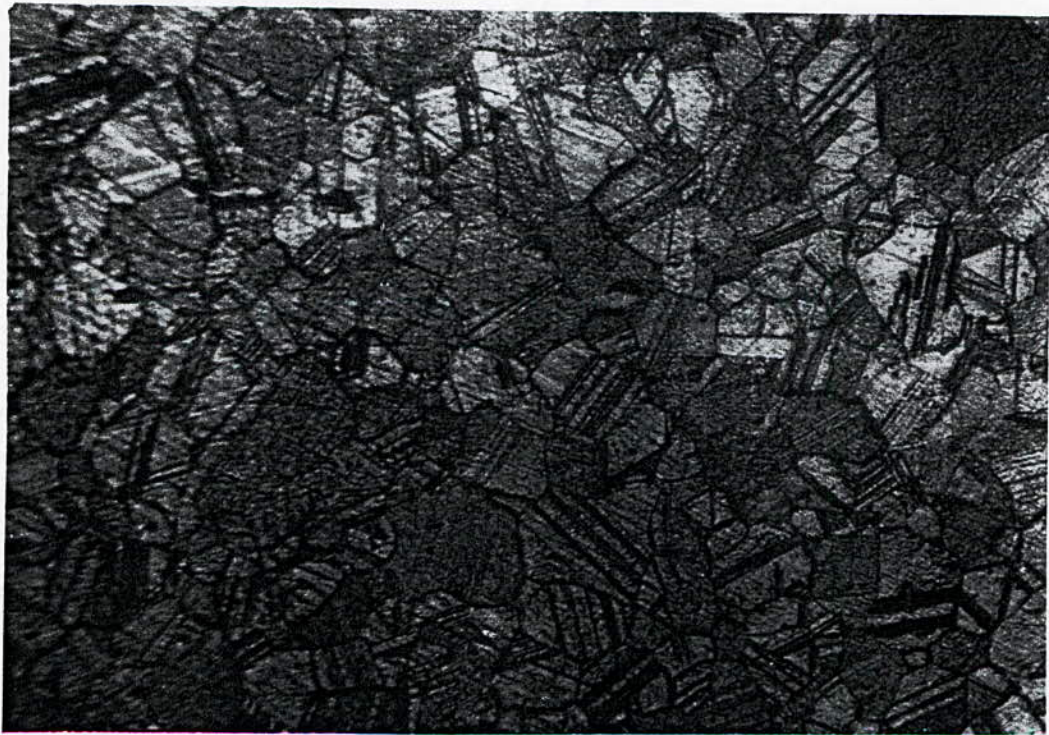
Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 57 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\varepsilon = 0,40$ et recuit pendant 420 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 60% (x250).



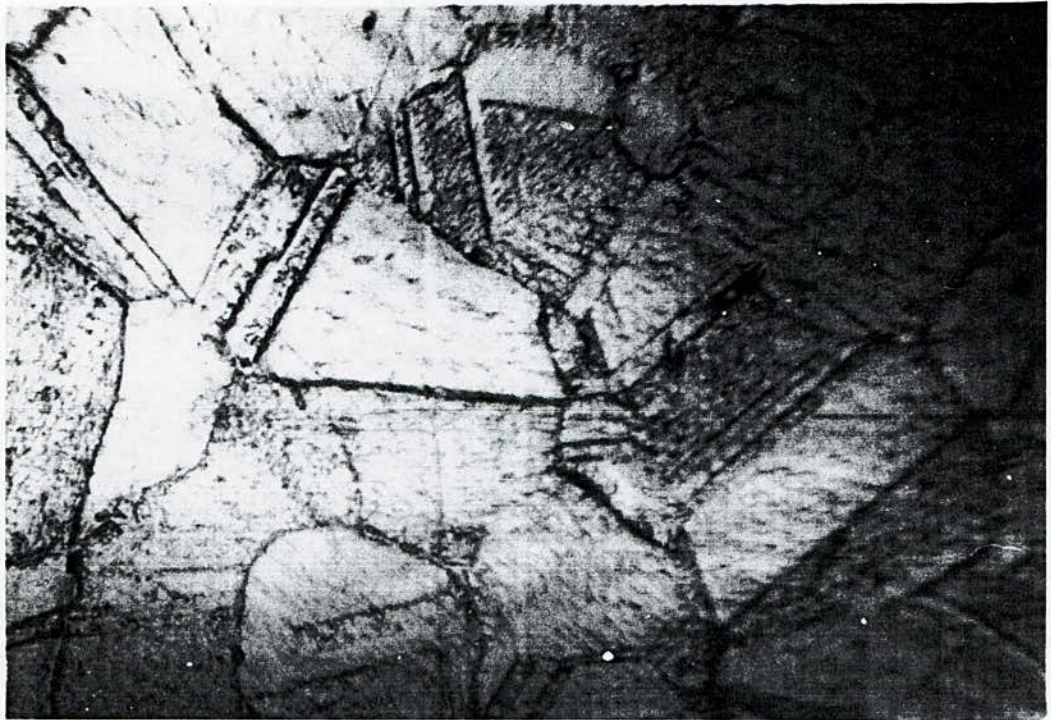
Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 57 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\varepsilon = 0,80$ et recuit pendant 350 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 50% (x250).



Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 57 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\epsilon = 0,80$ et recuit pendant 180 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 25% (x250).



Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grains $d_{01} = 57 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\epsilon = 1,10$ et recuit pendant 250 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 75% (x250).



Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% de taille initiale de grain $d_{01} = 57 \mu\text{m}$, écroui jusqu'à $\epsilon = 1,10$ et recuit pendant 250 secondes à 750°C . La fraction recristallisée est estimée à 75% (x500).



Observation métallographique d'un échantillon d'alliage d'argent Ag-Cu 5% forgé à chaud (750°C) jusqu'à $\epsilon = 0,58$ puis recuit pendant 300 secondes à 750°C (x250).

Temps réel (s)	f.e.m. (mV)	Température (°C)	Température (K)	Temps effectif
0	1,4	35	308	$1,46 \cdot 10^{-21}$
15	4,1	100	373	$4,49 \cdot 10^{-10}$
30	7,5	184	457	$2,71 \cdot 10^{-11}$
45	10,1	249	522	$1,19 \cdot 10^{-8}$
60	12,4	304	577	$1,63 \cdot 10^{-5}$
75	14,5	355	6,28	$1,40 \cdot 10^{-4}$
90	16,1	393	666	$1,09 \cdot 10^{-3}$
105	18	436	709	$6,19 \cdot 10^{-3}$
120	19,6	476	749	0,026
135	21,1	511	784	0,066
150	22	532	805	0,146
165	22,9	553	826	0,283
180	23,6	569	842	0,515
195	24,3	586	859	0,837
210	24,8	597	870	1,270
225	25,2	607	880	1,795
240	25,5	614	887	2,533
255	26	626	899	3,357
270	26,2	630	903	4,354
285	26,5	637	910	5,556
300	26,8	644	917	6,930
315	27	649	922	8,492
330	27,2	654	927	10,140
345	27,3	656	929	12,012
360	27,5	661	934	14,140

375	27,7	666	934	16,377
390	27,8	668	941	18,790
405	27,9	671	944	21,327
420	28	673	946	23,993
435	28,1	675	948	26,865
450	28,2	678	951	29,882
465	28,3	680	953	32,900
480	28,3	680	953	35,916
495	28,3	680	953	39,086
510	28,4	682	955	42,496
525	28,5	685	958	45,906
540	28,5	685	958	49,486
600	28,6	687	960	52,896
675	28,7	690	963	56,306
735	28,8	692	965	59,716

Tableau 5-2 - Données empiriques du chauffage de l'échantillon d'alliage d'argent à $T_{rec} = 750^{\circ}\text{C}$