

4 / 89

وزارة التعليم العالي

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

12X

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT

METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

ETUDE DE LA RECRISTALLISATION
DES ACIERS ELECTROTECHNIQUES

Proposé par :

A. MAISTROUK

Etudié par :

F. BENSLIMANE

Dirigé par :

A. MAISTROUK

PROMOTION : JUIN 1989

وزارة التعليم العالي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT METALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

S U J E T

ETUDE DE LA RECRISTALLISATION
DES ACIERS ELECTROTECHNIQUES

Proposé par :

A. MAISTROUK

Etudié par :

F. BENSLIMANE

Dirigé par :

A. MAISTROUK

PROMOTION : JUIN 1989

- DEDICALES -

Je dedie ce modeste travail :

- A la mémoire de ma grand mère maternelle décédée le: 31/ 12/ 1980
- A toute ma famille
- A mes chers Amis
- A KIKI.

F. BENSLIMANE

- R E M E R C I E M E N T S -

Il m'est agréable de saisir cette occasion pour remercier toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce modeste travail.

- Que monsieur MAISTROUK trouve ici toute ma gratitude pour m'avoir fait profiter de sa prodigieuse expérience et de m'avoir guidé sincèrement dans l'élaboration de ce projet de fin d'études.

- J e tiens aussi à remercier :

- Tous les enseignants qui ont contribué à ma formation et particulièrement à ceux du département METALLURGIE.

- Mes frères (BACHIR, BELKACEM, KAMEL) ainsi que monsieur HARKOUK MOHAMED pour leurs aides à la réalisation de ce polycopé.

- Ainsi que le président et les membres du jury.

- INTRODUCTION

- HISTORIQUE

I - Matériaux magnétiques doux et leurs propriétés ferromagnétiques:

1- Introduction

2- Propriétés ferromagnétiques

3- Pertes magnétiques

4- Matériaux magnétiques doux

5- Tôles magnétiques - Fer- Silicium.

II - Différents stades de recuit et le phénomène de recristallisation

1- Introduction

2- Processus de recristallisation

1- Restauration

2- Mécanisme de restauration

3- Polygonisation

4- Recristallisation primaire

5- Mécanisme de recristallisation

6- Recristallisation secondaire et croissance des grains

7- Déformation critique

8- Température de recristallisation

III - Textures de déformation et de recristallisation:

1- Origine de la texture

2- Textures de déformation

3- Textures de recristallisation

IV - Matériau étudié et méthodes expérimentales:

1- Matériau d'étude

1- Effets du silicium sur l'alliage

2- Analyse chimique du matériau

2- Préparation de deux solutions

3- Méthodes expérimentales

1- Déformation plastique

2- Description des échantillons

3- Traitements thermiques

4- Micrographie optique

5- Microscopie optique

6- Mesure de la microdureté

V - Résultats et interprétations:

1- Résultats

2- Interprétations

Conclusion -

BIBLIOGRAPHIE

INTRODUCTION

Les progrès considérables réalisés dans le domaine des industries électrotechniques, électroniques et de télécommunications ont vu le jour grâce à l'évolution et au perfectionnement des matériaux magnétiques. Un traitement métallurgique (déformation plastique suivie d'un recuit) soigneux du métal est plus que nécessaire pour espérer l'élimination aussi complète que possible des contraintes internes.

Grace à l'absence de ces contraintes internes, on obtient un matériau avec une perméabilité élevée et des pertes hystériques faibles. Dans cette optique, nous nous sommes intéressés à l'étude de la recristallisation des matériaux magnétiques doux (Tôles pour transformateurs électriques en fer - silicium).

Dans un premier chapitre, il sera question de la présentation des matériaux magnétiques doux et de leurs propriétés ferromagnétiques. Au deuxième chapitre, on traitera les différents stades du recuit et le phénomène de recristallisation. Les textures de déformation et de recristallisation feront l'objet du troisième chapitre.

On introduira les techniques expérimentales utilisées dans le quatrième chapitre.

Le dernier chapitre sera consacré aux résultats expérimentaux et à leur interprétation.

Et en fin, on terminera notre travail par une conclusion.

HISTORIQUE

L'ajonction de quelques pourcents de silicium dans le fer a marqué le premier progrès dans la fabrication des tôles pour la construction des circuits magnétiques des machines électriques qui jusqu'à lors étaient établis avec des tôles en fer - doux.

Les premières tôles en fer-silicium dont les résultats furent d'ailleurs médiocres parce que leur teneur en carbone était encore trop élevée (0,6 %) ont été préparées par M^r HAFIELD en 1882.

Il fallait attendre l'année 1900 pour assister à un développement rapide sur le plan industriel grâce à l'abaissement de la teneur en carbone (0,1 %), d'où des propriétés magnétiques meilleures.

Pendant cette période, les tôles étaient laminées à chaud et l'amélioration de leurs propriétés était due à l'élimination continue des impuretés.

Un grand pas a été franchi dans le domaine des matériaux magnétiques par la découverte des tôles à cristaux orientés par M^r GOSS en 1935. Le procédé utilisé par GOSS consiste en une déformation par laminage à froid suivie d'un traitement spécial sur un matériau à 3,5 % de silicium. Ainsi les caractéristiques de ces tôles dans le sens du laminage sont nettement supérieures à celles des tôles de même épaisseur dans lesquelles l'orientation des cristaux est distribuée au hasard lorsque le champ magnétique agit dans le sens du laminage.

C'est pour cette raison, que l'emploi des tôles à cristaux orientés s'est surtout généralisé dans la construction des circuits magnétiques de transformateurs.

Le dernier progrès enregistré à l'échelle expérimentable dans le domaine des tôles magnétiques en fer-silicium est la production des tôles à double orientation, ce qui nous permet d'avoir à peu près les mêmes propriétés magnétiques dans le sens longitudinal et dans le sens transversal de la tôle (9).

CHAPITRE : I

Matériaux Magnétiques doux
et
leurs Propriétés Magnétiques

I- 1 ; INTRODUCTION : (2)

Du point de vue magnétisme, toutes les substances naturelles se classent en trois groupes comprenant les corps diamagnétiques, paramagnétiques et ferromagnétiques.

On définit la susceptibilité magnétique d'un métal donné comme étant le rapport entre l'intensité de l'aimantation J et l'intensité du champ magnétique H . $K = J / H$

Pour des raisons d'autre pratique, on emploi de préférence d'autres grandeures - Pour les métaux on a :

- L'induction magnétique B est donnée par : $B = 4 \pi J + H$
 - La perméabilité magnétique μ est donnée par : $\mu = \frac{B}{H} = 4 \pi K + 1$
 - Les substances diamagnétiques sont faiblement repoussées par le champ magnétique d'où la valeur de K est petite et négative.
 - Les substances paramagnétiques sont faiblement attirées par le champ magnétique d'où la valeur de K est petite et positive.
 - Les substances ferromagnétiques sont ~~For~~tement attirées par le champ magnétique d'où la valeur de K est grande et positive.
- Il faut préciser aussi que différents alliages de ces métaux sont également ferromagnétiques.

I- 2 ; PROPRIETES FERROMAGNETIQUES : (2)

Les propriétés d'une substance ferromagnétique ne sont pas définies complètement par la perméabilité magnétique.

A cet égard, la courbe d'hysteresis renseigne d'avantage (Fig 1)

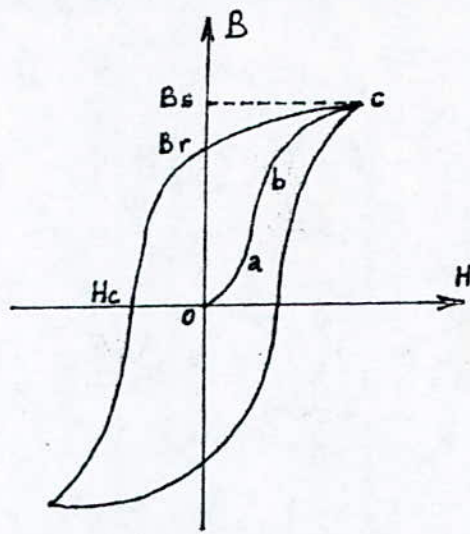


Fig. 1 : Courbe d'aimantation
et cycle d'hystérésis

La courbe d'aimantation (oabc dans la Fig. 1) représente les variations de l'induction magnétique B en fonction du champ magnétique extérieur H , pour un matériau qui n'est pas magnétique à l'origine (Point O).

Les caractéristiques importantes de cette courbe sont :

- La perméabilité μ , définie en chaque point de la courbe par le rapport B / H .

- La valeur de l'induction (B_s) qui correspond à la saturation

Sur cette courbe d'aimantation, on peut distinguer trois branches différentes /

- * Selon la branche oa , la magnétisation croît par l'orientation réversible des domaines magnétiques de WEISS (ce sont des régions délimitées du réseau cristallin, où les champs magnétiques des atomes sont alignés en parallèle). De sorte que ceux-ci reprennent leur direction initiale dès que le champ magnétique extérieur disparaît.
- * La partie ab correspond au déplacement des limites des domaines magnétiques à travers les obstacles du réseau (Par exemple les dislocations) qui s'opposent à la réversibilité du phénomène.
- * En fin dans la partie bc , les domaines magnétiques achèvent de s'orienter complètement dans le sens du champ extérieur, ce qui provoque finalement la saturation.

La courbe d'hystérésis précise trois caractéristiques importantes :

- L'induction remanente B_r mesure l'aptitude d'un matériau à constituer un aimant permanent.
- La force coercitive H_c est la valeur du champ magnétique extérieur nécessaire pour supprimer l'aimantation.
- La troisième caractéristique importante est définie par l'aire de la courbe d'hystérésis, c'est une mesure de l'énergie transformée en chaleur au cours d'un cycle complet (Pertes par hystérésis).

Pour un matériau destiné à la fabrication d'aimants permanents, il est nécessaire que l'induction remanente et la force coercitive soient aussi intenses que possible - on appelle magnétiquement dur un matériau qui remplit ces conditions.

Pour les applications en courant alternatif (noyaux de transformateurs et pièces de moteurs à courant alternatif) les pertes par hystérésis doivent être limitées au strict minimum, il faut des matériaux magnétiquement doux et c'est ce type de matériaux qu'on étudiera d'une manière détaillée

I- 3 : PERTES MAGNETIQUES : (6)

I- 3- 1 : GENERALITES :

Toute variation d'induction dans une matière magnétique provoque à l'intérieur de celle-ci une dissipation d'énergie. Cette énergie apparaît le plus souvent sous forme de chaleur et n'est généralement pas récupérable, d'où l'expression pertes magnétiques utilisée pour désigner le phénomène.

On distingue trois types de pertes magnétiques :

- Les pertes par hysteresis.
- Les pertes par courant de foucault.
- Les pertes residuelles ou pertes par trainage.

I- 3- 2- : PERTES PAR HYSTERESIS :

Les pertes par hysteresis sont dues au travail des forces de freinage agissant sur les parois de Bloch en mouvement. Elles sont donc maximum quand les forces d'epinglage sont les plus grandes, c'est à dire pour les materiaux magnetiques durs. Les pertes par hysteresis correspondent au travail necessaire pour parcourir lentement le diagramme B H (courbe d'aimantation).

I- 3- 3- : PERTES PAR COURANTS DE FOUCAULT :

On appelle pertes par courants de foucault, les pertes par effet joule résultant des courants créés dans toute matiere conductrices (magnetiques ou non), par un flux variable dans le temps.

I- 3- 4- : PERTES PAR TRAINAGE :

Les pertes par frainage sont dues au retard de l'induction B par rapport au champ H, décrit à la Fig. 2

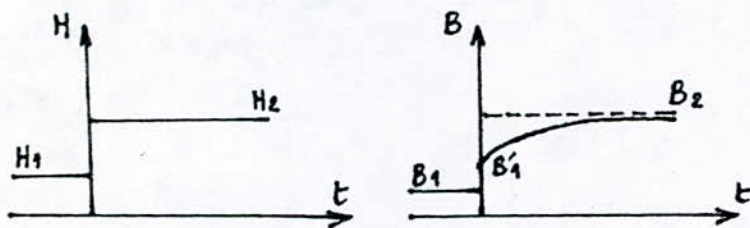


Fig. 2: Retard de l'induction par rapport au champ B.

Lorsque le champ H varie brusquement de H1 à H2, l'induction suit immediatement de B1 à B1', puis tend asymptotiquement vers la valeur de B2 correspondant à H2.

I- 4- : MATERIAUX MAGNETIQUES DOUX :

I- 4- 1- : INTRODUCTION :

Les matériaux magnétiques doux constituent de loin la plus grande partie des alliages et aciers fabriqués pour les besoins de l'équipement électrique. Quoique la production totale d'alliages électriques à base de fer soit petite par rapport aux grandes quantités d'acier de construction que l'on fabrique. (4).

Pour les matériaux magnétiques doux, le champ coercitif correspondant est petit, de même que la surface de leur cycle d'hysteresis principal est faible.

L'alliage fer-silicium sur lequel on travaille répond à ces conditions et fait donc parti des matériaux magnétiques doux.

I- 4- 2- : STRUCTURE CRISTALLINE DE L'ALLIAGE FER-SILICIUM : (9)

Au dessous d'une certaine température critique (Fig. 3), dont la valeur dépend de la teneur en silicium de l'alliage et de ces impuretes, particulièrement le carbone, la maille de la structure cristalline est celle du fer α . C'est un cube centré (c.c).

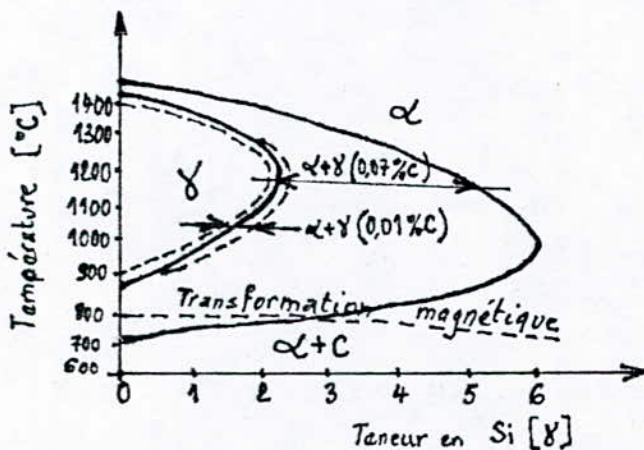


Fig. 3: Diagramme d'équilibre des alliages Fe-Si.

Dans le réseau, les atomes du silicium se substituent aux atomes de fer sans apporter de modifications notables, si ce n'est une légère diminution des dimensions de l'arrête. Au delà de la température critique (Fig. 3), le fer α se transforme en fer γ (Cube à faces centrées).

La température critique pour le fer pur est égale à 900°C, mais elle augmente avec la teneur en silicium.

Dans le cas d'un alliage pur, lorsque la teneur en silicium est supérieure à 2,5 % la transformation de fer α en fer γ ne se produit plus. Cette propriété permet de faire cristalliser des tôles à haute température (1000 - 1200° C) tout en évitant le passage par un point critique au refroidissement.

Toute fois, la présence de carbone augmente la zone de stabilité du fer γ et peut établir l'existence d'une température critique. La température de recuit des tôles magnétiques doit tenir compte de ce fait et ne peut pas, dans certains cas dépasser 800° C.

Par ailleurs, le carbone qui est relativement soluble dans le fer γ tend à précipiter, lors du refroidissement à l'état de cémentite dans le fer α , or cette impureté est particulièrement nuisible pour les propriétés magnétiques.

L'addition du silicium qui tend à empêcher la formation du fer γ fait que la précipitation du carbone en excès se produit à l'état de graphite beaucoup moins nuisible.

I- 4- 3- EFFET DU SILICIUM SUR LES PROPRIETES PHYSIQUES : (9)

I- 4- 3- 1- : RESISTIVITE :

Un des effets importants de la présence du silicium dans l'alliage est l'augmentation de la résistivité comme nous le montre la Fig 4. On a un accroissement de la résistivité jusqu'à environ 11 % Si, Au de là de 11 % de Si la résistivité décroît brusquement.

La résistivité accrue réduit les pertes par courants de Foucault.

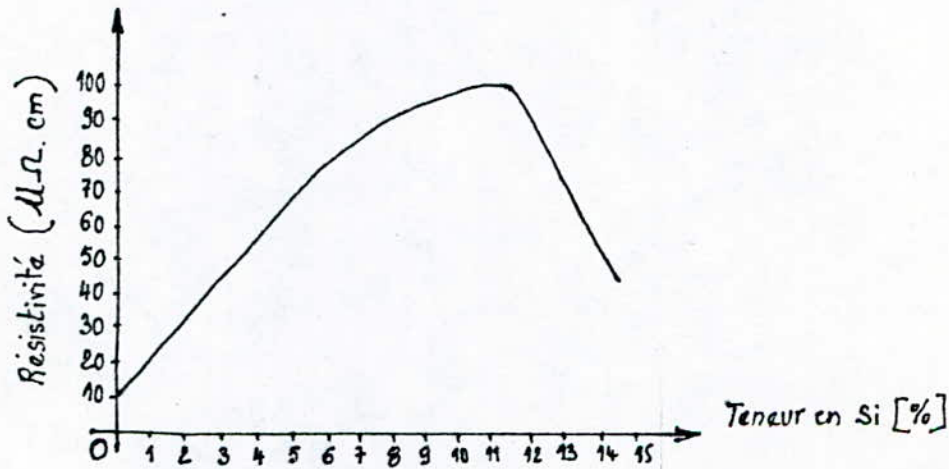


Fig. 4 : Résistivité.

I- 4- 3- 2- : RESISTANCE A LA TRACTION ET DUCTILITE :

La résistance à la traction croît avec l'addition de silicium jusqu'à environ 4,5 % puis décroît très rapidement (24 da N /mm² pour 0 % de Si, 61,8 da N /mm² pour 4,5 % de Si).

La ductilité à la température ambiante varie peu jusqu'à environ 2,5 % de Si:

Elle décroît ensuite et pour environ 5 % de Si, La tôle devient cassante. Pour cette raison, la teneur en silicium des tôles commercialisées ne dépasse pas 4,5 %.

I- 4- 3- 3- : MASSE VOLUMIQUE :

La masse volumique varie avec la teneur en silicium comme le montre la Fig. 5.

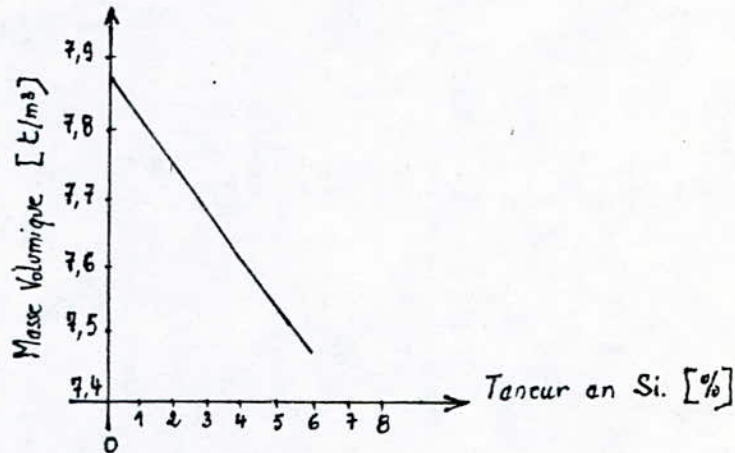


Fig. 5: Masse Volumique.

I- 4- 4- EFFET DU SILICIUM SUR LA PROPRIETES MAGNETIQUES : (9)

I- 4- 4- 1- : AIMANTATION A SATURATION :

Elle diminue avec la teneur en silicium comme le montre la Fig. 6.

I- 4- 4- 2- : TEMPERATURE DE CURIE :

La temperature de curie, pour laquelle l'aimantation à saturation est nulle, varie avec la teneur en silicium comme le montre la fig 6.

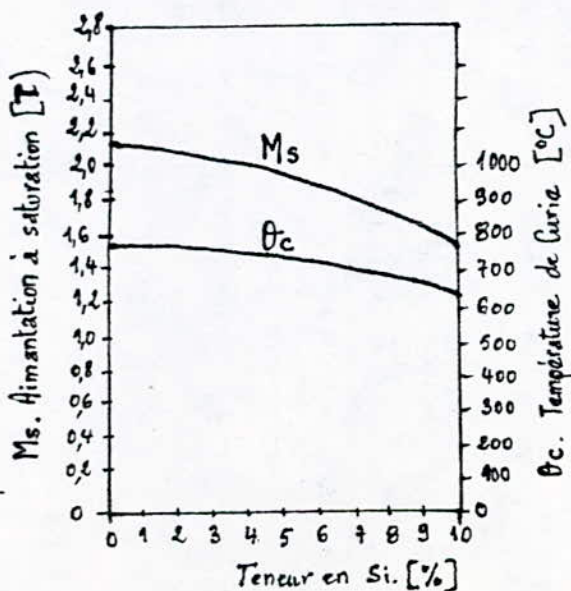


Fig. 6: Aimantation à saturation avec temperature de Curie.

I- 4- 4- 3- : CONSTANTE DE L'ENERGIE MAGNETOCRISTALLINE :

L'effet de la teneur en silicium sur l'énergie magnetocristalline est présenté à l'aide de la constante de l'énergie magnetocristalline voir Fig. 7.

L'énergie magnetocristalline caractérise l'aptitude des domaines à s'aligner suivant la direction d'aimantation la plus facile.

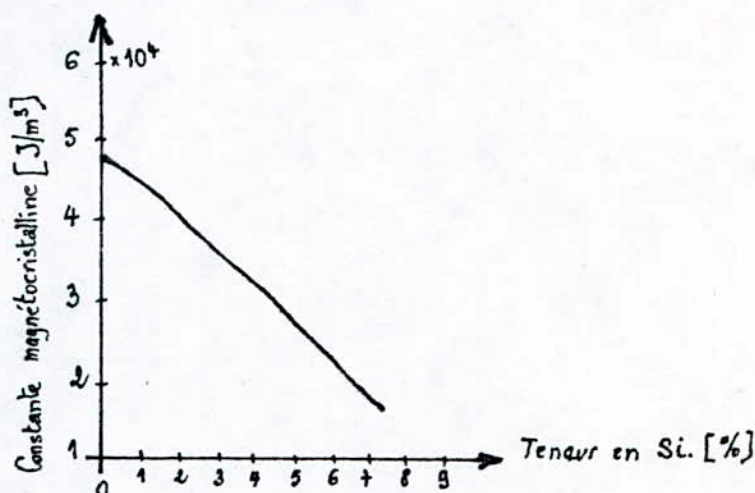


Fig. 7: Constante d'énergie magnetocristalline.

I- 4- 4- 4- : MAGNETOSTRICTION :

La magnétostriction se définit comme étant l'allongement relatif d'une tôle magnétique dans une direction donnée sous l'action d'un champ magnétique. La magnétostriction diminue avec la teneur en silicium.

I- 4- 4- 5- : PERMEABILITE ET PERTES :

L'addition de silicium diminue l'induction de saturation, Par contre elle améliore les principales propriétés magnétiques des tôles.

- La perméabilité relative maximale croît d'abord lentement avec la teneur en silicium jusqu'à environ 3 % ($\mu_{rm} = 5500$ à 6000), Passe par un maximum pour 6,5 % de Si (μ_{rm} de l'ordre de 28000), Puis retombe rapidement vers 6000 à 7000 au delà de 6,5 %.
- Les pertes par hysteresis décroissent avec la teneur en silicium.
- La force coercitive diminue par addition du silicium.

I- 4- 4- 6- : VIEILLISSEMENT DES TOLES :

Le vieillissement des tôles magnétiques, c'est à dire une diminution de la perméabilité et une augmentation des pertes avec le temps est un phénomène qui peut se rencontrer dans les tôles commerciales contenant diverses impuretés particulièrement du carbone. En général, on admet qu'au dessus de 1,5 % de silicium, l'accroissement des pertes est nul ou faible, mais qu'il peut être notable pour des teneurs inférieures.

I- 5 : TOLES MAGNETIQUES FER-SILICIUM :

I- 5- 1- : GENERALITES : (9)

Les tôles magnétiques sont des matériaux polycristallins dont les cristaux appartiennent au système cubique centré. Ces cristaux sont anisotropes et du point de vue magnétique possèdent les propriétés caractéristiques suivantes : (9).

- Les directions parallèles aux arêtes de la maille cubique (100), (001) et (010) sont des directions de facile aimantation.
- En l'absence de contraintes élastiques et de champ magnétique, l'aimantation spontanée des domaines se répartit naturellement suivant ces directions.

- * Les efforts élastiques modifient la répartition de l'aimantation dans les domaines de façons différentes selon leur orientation par rapport aux directions de facile aimantation.
- * Alors que dans un champ magnétique, les déformations élastiques dans une direction donnée dépendent à la fois de l'orientation de cette direction et de l'orientation du champ par rapport aux directions de facile aimantation, les tôles magnétiques fer-silicium existent sous trois formes :
 - * Les tôles à cristaux non orientés.
 - * Les tôles à cristaux orientés (orientation de GOSS)
 - * Les tôles à double orientation.

I- 5- 2- : TOLES A CRISTAUX NON ORIENTES :

Dans les tôles à cristaux non orientés, les cristaux sont orientés au hasard. Elles peuvent être considérées comme matériaux isotropes.

I- 5- 3- : TOLES A CRISTAUX ORIENTES : (6)

Cette orientation est obtenue par GOSS en 1936. résulte d'un traitement métallurgique (laminage et recristallisation contrôlée).

Cette texture de GOSS est représentée par $(110)[001]$ - Voir Fig. 8. Cela signifie que les plans (110) ont une orientation préférentielle parallèle à la surface de la tôle et que la direction cristallographique $[001]$ est parallèle à la direction du laminage.

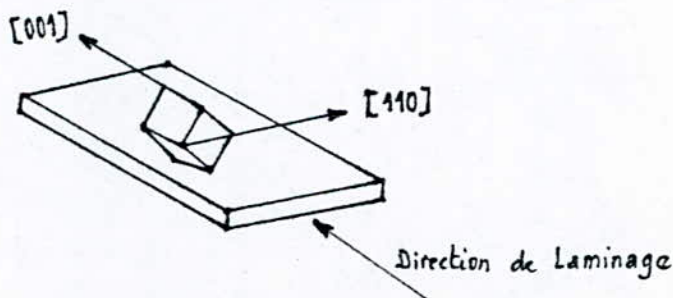


Fig. 8: Orientation de GOSS.

Les propriétés de ces tôles sont très différentes selon que le champ agit dans le sens du laminage ou dans le sens perpendiculaire.

I- 5- 4- : TOILES A DOUBLE ORIENTATION : (2)

Pour les tôles à double orientation, les cristaux sont orientés par rapport au plan de la tôle et au sens de laminage. Fig. 9.

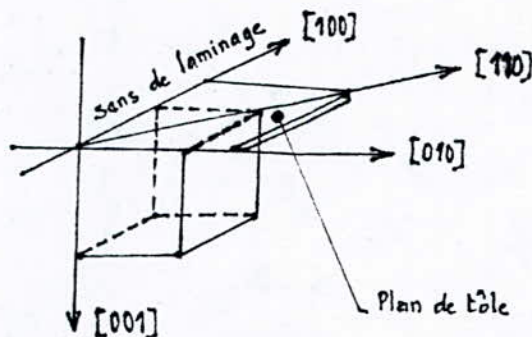


Fig. 9: Double orientation

Pour ces tôles qui présentent la texture (001)(100) cela veut dire que l'orientation préférentielle des plans (001) et des directions cristallographiques (100) est respectivement parallèle à la surface de la tôle et à la direction du laminage comme nous le montre la Fig. 9.

Ces tôles sont caractérisées par des propriétés très voisines dans le sens du laminage et dans le sens travers.

Elle sont réalisées en 1958.

I- 5- 5- : ISOLEMENT DES TOILES : (4)

On procède à l'isolement de ces tôles dans le but d'éviter la circulation des courants de Foucault et l'échauffement qui en résulte. L'isolement s'effectue à l'aide d'un traitement thermo-chimique à base de phosphates et de magnésie (carlite), d'épaisseur très faible (1 micron) et résistant à une température de 800° C.

CHAPITRE : II

Les différents stade de recuit
at le
phénomène de recristallisation

II- 1- : INTRODUCTION :

Lorsque le métal a subi une déformation plastique, il n'est plus dans un état d'équilibre car on enregistre une augmentation de l'énergie libre du métal provenant d'une concentration élevée de défauts.

Cependant l'apport de l'énergie thermique est nécessaire pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation.

Le retour à un état plus stable est accompagné d'un certain nombre de processus.

Reduction des défauts ponctuels, des dislocations, migration des joints de grains. La recristallisation est un phénomène de germination et croissance des cristaux donc dépend du rapport entre le nombre de germes et la vitesse de recristallisation. Mais la recristallisation n'est pas terminée au stade de la disparition de la structure déformée, un chauffage à une température élevée permet l'avancement du changement structural jusqu'au seul cristal.

II- 2- : PROCESSUS DE RECRISTALLISATION :

II- 2- 1- : RESTAURATION :

Au cours du stade de restauration, on a réduction du nombre de défauts atomiques, lacunes et dislocations essentiellement et réarrangement de ces dislocations dans des configurations de moindre énergie (la mise en paroi des dislocations en sous joints de grains). (1) .

Pour certains métaux on peut mettre en évidence ce phénomène de restauration par la restauration des propriétés mécaniques ou par la mesure de la résistivité électrique.

II- 2- 1- 1- : RESTAURATION DE LA RESISTIVITE ELECTRIQUE :

Pour mesurer la résistivité électrique, il faut que l'écrouissage s'effectue à température aussi basse que possible. Quand la température s'élève, on observe la diminution de la résistivité en plusieurs stades, attribuables à la migration et à l'élimination des lacunes et pour le stade de plus haute température, à la réduction de la densité de dislocation au cours de la recristallisation (1).

II- 2- 1- 2- : LIBERATION DE L'ENERGIE EMMAGASINEE :

On observe en general surtout un large domaine de température, une libération d'énergie à un taux à peu près indépendant de la température. A ce fond se superposent des pics, qui correspondent à des quantités d'énergie plus importantes libérées dans les domaines de température étroite (1).

II- 2- 1- 3- : RESTAURATION DES PROPRIETES MECANIQUES :

Les propriétés sont peu sensibles aux défauts ponctuels, pour les métaux à faible énergie de défauts, la restauration des propriétés ne se produit qu'aux températures élevées, mais ceux à forte énergie de défauts, on constate une restauration notable qui se produit avant la recristallisation.

II- 2- 1- 4- : RESTAURATION DE LA STRUCTURE :

La variation de la structure au cours de la restauration n'est observée que dans un certain nombre de métaux où se produit une restauration des propriétés mécaniques avant la recristallisation c'est à dire dans les métaux à forte énergie de défaut d'empilement, (1).

II- 2- 2- : MECANISME DE RESTAURATION

Le mécanisme de restauration diffère selon que la déformation Δ est produite par le jeu d'un seul système ou plusieurs systèmes de glissement. (1).

II- 2- 2- 1- : CAS D'UN SEUL SYSTEME DE GLISSEMENT

Pour qu'un seul système de glissement soit actif et une simplification efficace des facteurs pouvant compliquer l'étude, on réalise une expérience par flexion d'un monocristal bien orienté. Après déformation, un tel cristal renferme un excès de dislocation. Au cours du recuit trois processus vont se dérouler :

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

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

Avec : b = Vecteur de burgers

R = Rayon de courbure de l'échantillon.

- Dans un second stade, à plus haute température, les dislocations conjuguées de même signe se réarrangent en parois normales à leur vecteur de Burgers, donc aux plans de glissement ce processus s'effectue par glissement et montée. Le cristal est alors formé de petits blocs légèrement désorientés les uns par rapport aux autres, c'est la polygonisation (d'après la forme acquise).

Fig. 1 b.

Fig 1 : POLYCONDENSATION après Flexion

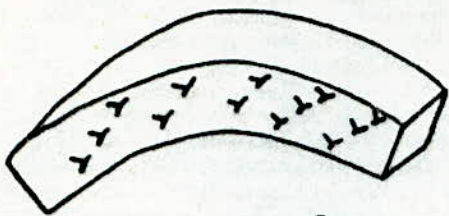


Fig 1a. : Glissement après Flexion.

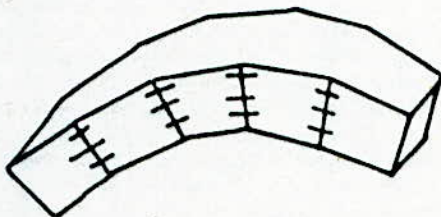


Fig 1.b. : POLYCONDENSATION.

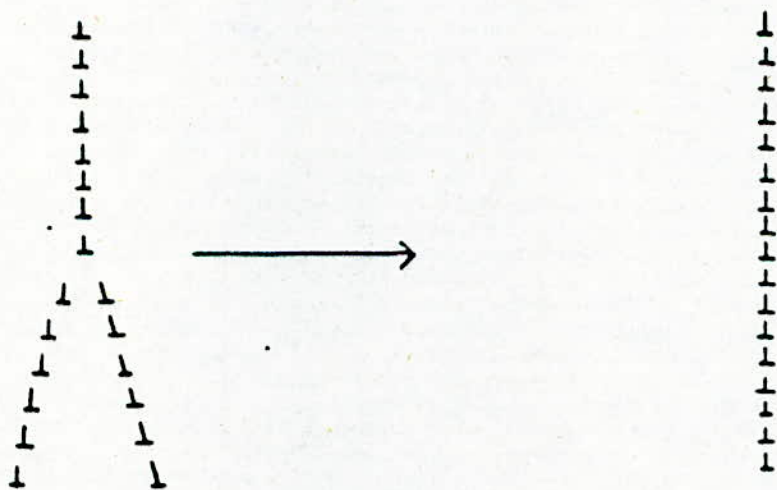


Fig 2 : Coalescence des sous-joints.

* Dans un troisième stade, la dimension des sous blocs peut augmenter par coalescence de deux ou plusieurs parois. C'est un mécanisme de restauration par polygonisation. Fig. 2.

II- 2- 2- 2- : CAS DE PLUSIEURS SYSTEMES DE GLISSEMENT :

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

II- 2- 3- : POLYGONISATION :

Un métal est "polygonisé", lorsque les grains de ce dernier sont fragmentés, résultant de l'alignement des dislocations en un réseau de plus faible énergie. La polygonisation est favorisée par :

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

II- 2- 3- 1- : NATURE DES SOUS JOINTS DE GRAINS (JOINTS DE FAIBLE DESORIENTATION).

Correspond à une faible désorientation de l'ordre de quelques degrés, ce joint est constitué par une famille de dislocation coins parallèles à l'axe de rotation de même vecteur de Burgers. L'angle de désorientation est $\theta < 14^\circ$ dont l'énergie interfaciale obéit à la formule suivante :

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

d = distance entre deux dislocations

b = Vecteur de burgers

ν = Coefficient de poisson

θ = Angle de désorientation

G = Module de cisaillement

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

II- 2- 4- : RECRISTALLISATION PRIMAIRE :

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

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

L'énergie des dislocations introduite par la déformation est approximativement proportionnelle à $G \cdot b^2$ - (1) -

b = Vecteur de burgers

G = Module du cisaillement

Sous l'effet de la formation d'une interface entre deux germes

α et β on a = (10)

$$\Delta G = - \Delta G_v + \Delta G_s$$

$$\Delta G = - V \Delta g_v - S \sigma$$

Avec : V = Volume du germe

$$\Delta g_v = g_\beta - g_\alpha / \text{Unité de volume}$$

S = Surface de l'interface.

$$\sigma = \text{Energie interfaciale / Unité de surface}$$

Ou coefficient de tension superficielle.

En admettant que le germe soit sphérique de rayon r on a =

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_v + 4\pi r^2 \sigma$$

On calcule : r_c pour : $\left(\frac{d(\Delta G)}{dr}\right)_{r_c} = 0 \Rightarrow -4\pi r_c^2 \Delta g_v + 8\pi r_c \sigma = 0$
 $\Rightarrow -r_c \Delta g_v + 2\sigma = 0 \Rightarrow r_c = \frac{2\sigma}{\Delta g_v}$

d'où la valeur du rayon critique est donnée par :

$$r_c = \frac{2\sigma}{\Delta g_v}$$

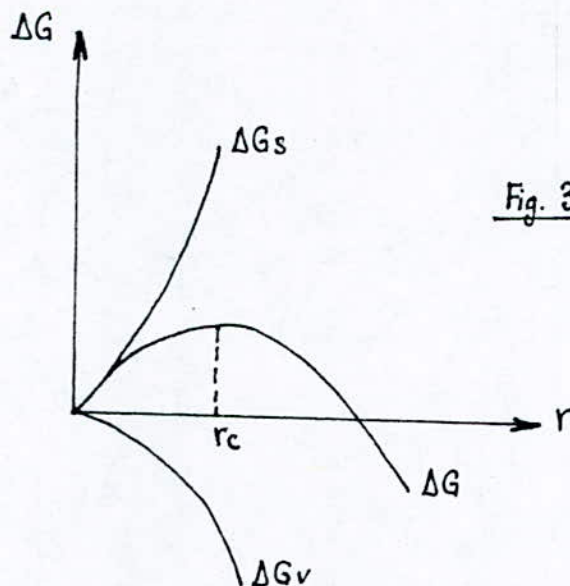


Fig. 3: Variation de l'énergie en fonction du rayon de germes.

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

II- 2- 4- 1- : LOIS DE LA RECRISTALLISATION : (1)

- * La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale dite déformation critique.
- * Plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée.
- * Plus la température de recristallisation est basse et plus le temps de recuit est long pour une même déformation.
- * La taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente.
- * Plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation dans des conditions de température et de temps données est élevée.
- * Les nouveaux grains ne croissent pas ^{aux} dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- * La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

II- 2- 5- : MECANISME DE LA RECRISTALLISATION : (1)

On décompose la recristallisation en deux stades : germination et croissance, et la vitesse de recristallisation (volume recristallisé / Unité de temps) s'écrit :

$$V = \dot{N} \cdot G$$

\dot{N} = nombre de germes nouveaux / unité de temps.

G = vitesse de croissance des germes.

Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps.

Dans ce cas on utilise souvent l'équation d'AVRAMI pour exprimer la fraction du volume recristallisé.

$$V = 1 - \exp. (-Bt^n)$$

$n = 1 \text{ à } 4$

$B =$ Facteur dépendant de la température.

$t =$ temps.

II- 2- 5- 1- : GERMINATION :

Des études plus récentes montrent que les germes de recristallisation apparaissent préférentiellement dans les régions de forte déformation, tels que les croisements de bandes de glissement ou de bandes de déformation, les joints de grains ... etc.

Notons enfin qu'une déformation critique ne pourrait par elle même constituer un germe car celui-ci doit pour ne pas disparaître être limité par des parois bien définies et suffisamment mobiles, ce qui exige une désorientation assez forte entre germe et matrice écrouie. De plus sa taille doit telle qu'au cours de croissance, le gain d'énergie de distorsion soit supérieur à la valeur d'énergie interfaciale, c'est d'ailleurs cette condition qui définit la taille critique du germe au delà de laquelle la croissance est énergiquement possible.

Les modèles de germination les plus généralement admis sont les suivants : (1).

II- 2- 5- 1- 1- : CROISSANCE ET COALESCENCE DES CELLULES :

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

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

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

II- 2- 5 - 1- 2- : MIGRATION INDUITE :

Dans les métaux faiblement écrouis (<20 %), on a observé une migration du joint en l'absence de germination de nouveaux grains. La partie formée par l'avancée d'un grain dans son voisin ne renfermant que très peu de dislocation la migration induite peut contribuer, à fine échelle, à la formation de germe de recristallisation.

II- 2- 5- 2- : CROISSANCE :

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

La vitesse de migration des parois dépend :

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

II- 2- 6- : RECRISTALLISATION SECONDAIRE ET CROISSANCE DES GRAINS :

Les grains qui se développent croissent au dépend d'un entourage qui est apparemment dans le même état de perfection. La force motrice provient alors de l'énergie de surface des joints.(1)

II- 2- 6- 1- : RECRISTALLISATION SECONDAIRE :

Un métal écroui, recuit à une température supérieure à sa température de recristallisation primaire, on observe parfois au lieu d'une croissance régulière de grains de dimensions voisines, la croissance secondaire d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse recristallisée. La recristallisation secondaire se produit donc si un petit nombre de grains ont pu atteindre cette taille critique, ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité de ceux-ci = tel que l'existence des textures (Joints de faible désorientation peu mobiles) où des précipités fins dispersés qui bloquent les joints Voir Fig. 4.

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



Fig: 4. la recristallisation secondaire.

II- 2- 6- 2- : CROISSANCE DES GRAINS :

Cette croissance se produit spontanément, lorsqu'on poursuit le recuit après recristallisation totale, cependant le métal n'est pas dans son état le plus stable, donc possède un excès d'énergie sous forme de joints de grains (1).

Pour comprendre le processus de grossissement des grains, considérons au modèle simplifié de grains dans un plan et supposons que l'énergie interfaciale varie peu avec la désorientation. L'équilibre statique est réalisé pour des cristaux de forme hexagonale tel qu'aux points triples des joints, les trois forces interfaciales sont en équilibre (Fig. 5). Après recristallisation primaire, le métal est constitué de grain de taille et de forme diverses. Aux points triples, les joints ont tendance à former la configuration stable, ce qui provoque une courbure de ces joints mais ceci accroît leur longueur ; l'énergie interfaciale ne peut être réduite par diminution de longueur de joints que par le mouvement des points triples on note que le mouvement des joints a lieu dans la direction de leur centre de courbure Fig. 6.



Fig. 5: Equilibre des tensions interfaciales de trois grains.

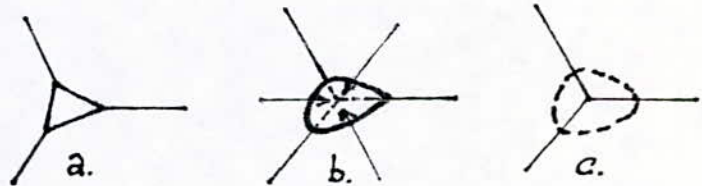


Fig. 6: Mécanisme de la croissance des grains.

II- 2- 7- : DEFORMATION CRITIQUE :

La déformation critique ϵ_{cr} représente la valeur minimale de déformation qui provoque l'apparition de germes de la recristallisation primaire.

La valeur de cette déformation critique est située souvent entre 0,2 et 2 %, et elle dépend de la nature du métal et de son degré de pureté.

Comme nous le montre la Fig. 7, la valeur de la déformation critique correspond au diamètre maximum des grains.

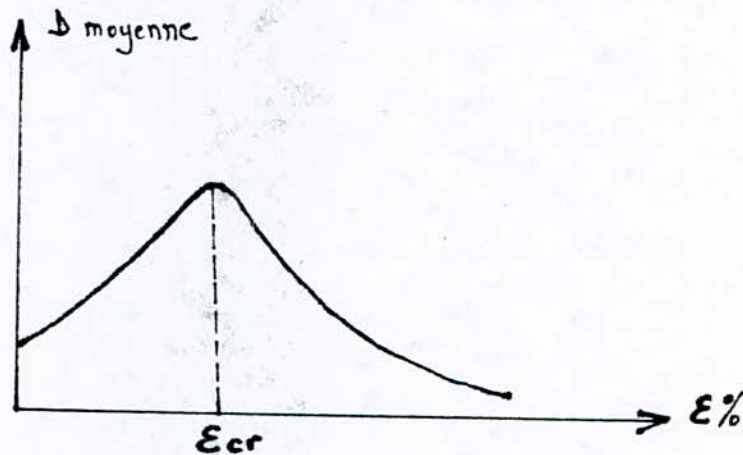


Fig. 7: *Ecrouissage critique.*

Au petit degré de déformation, la saturation des métaux et des alliages par les défauts n'est pas grande, Voilà pourquoi le mécanisme de formation de nouveaux grains et de leur croissance n'est pas déclenché.

Au cours de la faible déformation plastique, la densité des dislocations augmente préférentiellement aux joints des grains en provoquant le développement du processus de

grossissement des grains suivant le mécanisme d'association des grains qui consiste à la dissolution des joints de grains et à la croissance rapide de certains grains initiaux non recristallisés aux dépens de l'absorption de grains voisins (Fig. 8)-(12).

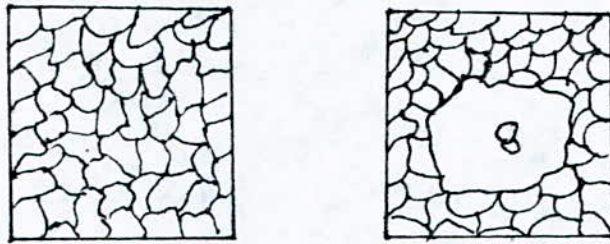


Fig. 8: Mécanisme d'association des grains.

A la déformation supérieure à la déformation critique, la densité des défauts est grande et le mécanisme d'association des grains est difficile, soit impossible, dans ce cas de grossissement des grains s'effectue par le mécanisme de migration des joints de grains recristallisés (Fig. 9) - (12).

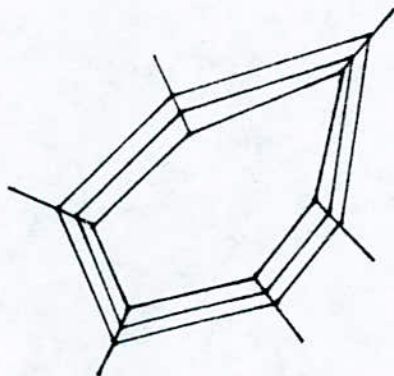


Fig. 9: Mécanisme de migration des joints de grains.

Lorsque le degré de déformation est élevé, la vitesse de germination produite par la recristallisation croît plus vite que la vitesse de croissance des grains, il en résulte la formation d'un grain fin (12).

La relation entre la grandeur des grains formés par recristallisation, la déformation et la température est traduite généralement par le diagramme de recristallisation Fig. 10-(2).

Ce genre de diagrammes permettent en première approximation de choisir le régime du recuit de recristallisation.

Les diagrammes de recristallisation ne tiennent pas compte de l'influence des impuretés, de la vitesse de chauffage et de la grandeur du grain avant déformation. Plus le niveau de déformation est élevé et plus la température de recristallisation est basse, plus le grain est fin - (12).

II- 2- 8- : TEMPERATURE DE RECRISTALLISATION :

Cette température n'est pas une constante physique, comme par exemple la température de fusion. Elle correspond à la température du début de la recristallisation primaire. Cette température dépend :

- de la durée de chauffage.
- de degré de la déformation préalable.
- de la grosseur du grain avant la déformation etc ...

Pour les métaux techniques, la température de recristallisation est d'environ $0,4 t_f$ (température de fusion).

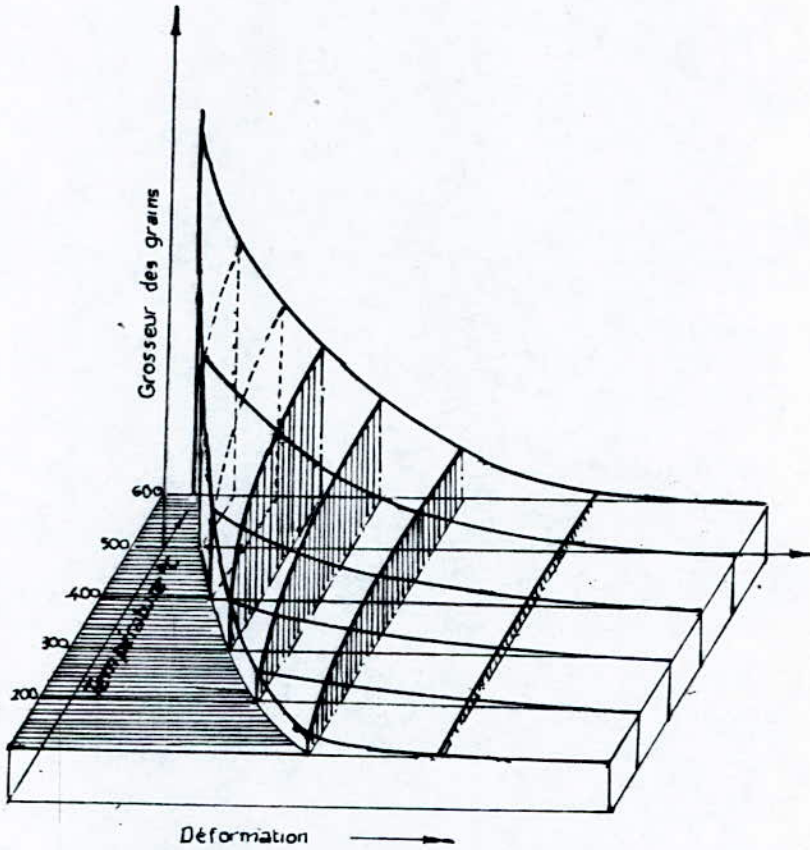


Fig 10 Diagramme de recristallisation de l'aluminium (98,5 %) en fonction du taux de déformation, pour un recuit de 30 min à différentes températures

On note qu'au cours du chauffage des aciers déformés, la dureté diminue sensiblement à cause de la restauration de ces derniers. (13).

A la température un peu plus grande que la température de recristallisation la dureté diminue brusquement et peut atteindre la dureté initiale avant la déformation avec un temps de maintien assez long. (11).

CHAPITRE : III

*Textures de déformation
et
de recristallisation*

III- 1- ORIGINE DE LA TEXTURE :

Il est difficile d'éviter la présence de toute texture après solidification ou écrouissage tous les métaux passent par l'état liquide et en se solidifiant que leurs premières orientations préférentielles prennent naissance et qui seront à l'origine de toute influence sur les textures ultérieures. (1).

Pour nos échantillons (Fe - Si), on obtient une texture (110)(001) dite texture de GOSS ou bien une texture cubique (001)(100).

(100) est une direction d'aimantation facile du fer 3 % Si, pour les transformateurs où la direction d'aimantation est fixe, on a cherché à aligner une direction (001) de chaque grain avec une même direction du plan des tôles pour obtenir les meilleures caractéristiques dans une direction donnée, quitte à sacrifié les autres. La texture de GOSS (110)(001) qui a été adoptée par l'industrie.

III- 2- TEXTURE DE DEFORMATION :

La déformation des divers grains est accompagnée d'une rotation autour de leur réseau cristallin vers un certain nombre de positions stables, ces positions stables sont les orientations préférentielles de la texture de déformation (1). D'un matériau à un autre ces orientations dépendent de plusieurs facteurs :

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

III- 2- 1- ORIENTATIONS PREFERENTIELLES :

Dans le trièdre de directions principales, la déformation dE peut être caractérisée par le paramètre q défini par la relation

suivante : (8).

$$dE = dE_1 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -q & 0 \\ 0 & 0 & -(1-q) \end{bmatrix}$$

Avec $q = \frac{dE_2}{dE_1}$

E_1, E_2, E_3 = déformations suivant les directions principales.

$$E_3 = -(E_1 + E_2)$$

Aux déformations planes, cas du laminage on a :

$q = 0$ d'où :

$$dE = dE_1 = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{bmatrix}$$

$dE_1 = -dE_3$ et $dE_2 = 0$

Pour tous les matériaux polycristallins, il se développe une texture de fibres, c'est à dire qu'au cours de la déformation plastique, les grains tournent de façon à ce qu'une ou plusieurs directions s'alignent parallèlement à l'axe de symétrie de déformation.

III- 2- 2- : INFLUENCE DES CARACTERISTIQUES DE LA
DEFORMATION PLASTIQUE SUR LA TEXTURE

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

III- 2- 2- 1- : AMPLITUDE DE DEFORMATION :

Plus la déformation est importante, plus la dispersion autour des orientations stables est étroite, il existe cependant des exceptions en particulier lorsqu'à partir d'une certaine amplitude de déformation, on assiste à une modification de la nature du mécanisme de déformation (apparition de maclage, formation de bandes de déformation) qui est à l'origine d'un changement dans la nature des orientations stables. (8).

III- 2- 2- 2- : TEXTURE INITIALE :

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

- * intensités relatives différentes des orientations stables entre elles.
- * Dispersion différentes autour des orientations stables.

III- 3- : TEXTURE DE RECRISTALLISATION :

Au cours du recuit la microstructure, en particulier la texture de déformation est modifiée. Le changement reste faible tant que les germes sont faiblement désorientés par rapport au grain écroui où ils se sont formés, le contrôle des orientations

préférentielles s'effectue par contrôle des écrouissages à froid et à chaud et des cycles de recuits, de la pureté du métal, de la composition de l'alliage.

Une texture de déformation bien développée donne habituellement une texture de recristallisation finement définie, ainsi que l'emploi de divers cycles de laminage simple ou croisés et de recuit, on a pu développer d'importantes textures. (5)

III- 3- 1- : THEORIES DES TEXTURES DE RECRISTALLISATION :

Une meilleure théorie des textures de recristallisation basée sur le principe que certaines orientations se développent dans le métal déformé, plus rapidement dans certaines directions que dans d'autres, le déplacement des atomes de la matrice déformée vers le nouveau grain s'effectue lentement lorsque le nouveau grain possède approximativement la même orientation que la matrice, et rapidement lorsque la désorientation est plus importante, ce point de vue a été adopté par BECK et ses collaborateurs. (5).

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

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

Dans les métaux de structure CFC, les grains de recristallisation possèdent une orientation qui peut être obtenue par rotation de 38° autour d'une direction (111) commune au métal écroui et au métal recristallisé, et une orientation de 27° autour d'un axe (110) pour le (Fe - 2,9 % Si) - (5).

III- 3- 2- : TEXTURES DE RECRISTALLISATION PRIMAIRE :

Dans le cas de la recristallisation, que la formation des germes d'orientation particulière soit privilégiée ou que la croissance soit anisotrope il apparaît une texture de recristallisation différente de la texture d'écrouissage.

III- 3- 3- : THEORIE DES TEXTURES DE CROISSANCE :

Les textures qui se développent au cours de la croissance des grains dans les métaux recristallisés sont dues à la croissance préférentielle des grains possédant une certaine orientation par rapport à leur voisins.

La vitesse de croissance dépend de ces orientations.

CHAPITRE : IV

Matériau étudié
et
méthodes expérimentales

IV- 1- : MATERIAU D'ETUDE :

Le materiau étudié est l'alliage Fer-silicium appelé aussi acier électrotechnique grace à ces propriétés magnétiques. Cet alliage est livré à l'échelle industrielle sous forme de tôles plates de différentes épaisseurs pour la fabrication des circuits magnétiques des générateurs électriques, des moteurs électriques et des transformateurs de puissance.

Avant la livraison, cet alliage a subi un traitement métallurgique spécial (laminage à froid et recristallisation contrôlée).

Les tôles étudiées proviennent de l'unité d'entretien et réparation des transformateurs de la SONALGAZ et sont de forme rectangulaires de 8 X 20 cm² et 0,8 mm d'épaisseur.

IV- 1- 1- : EFFET DU SILICIUM SUR L'ALLIAGE :

" L'ajonction de quelques pour-cents de silicium dans un fer doux améliore plusieurs de ces qualités :

- Permeabilité augmente.
- Force coercitive diminue d'où réduction des pertes par hystérésis.
- La résistivité électrique augmente et par conséquent les pertes par courants de Foucault diminuent.
- Amélioration de la stabilité des caractéristiques magnétiques dans le temps.
- Par contre on a diminution de l'induction à saturation.

Cet inconvénient est largement compensé par les avantages énumérés. Au delà de 5 % du silicium, l'alliage devient si fragile qu'il est impossible de le travailler.

IV- 1- 2- : ANALYSE CHIMIQUE DU MATERIAU :

Le matériau est analysé au laboratoire d'analyse spectrales de l'E-C-R-M-A (DAR_EL-BEIDA) afin de connaître la teneur des différents éléments contenus dans ce matériau surtout la teneur en carbone et en silicium.

L'analyse chimique de ce matériau a donné la composition suivante : C = 0,079 %, Si = 2,41 %, Mn = 0,22 %, P = 0,025 %, S = 0,066 %

Le carbone, Manganèse, Phosphore et le soufre sont considérés comme impuretés.

IV- 2- : PREPARATION DE DEUX SOLUTIONS :

L'une pour le polissage électrolytique, l'autre pour l'attaque électrolytique :

- Composition de la solution pour le polissage électrolytique
 - * 88 ml d'acide orthophosphorique glacial,
 - * 2 ml d'eau distillée,
 - * 10 grammes d'anhydride chromique.
- Composition de la solution pour l'attaque électrolytique :
 - * 133 ml d'acide acétique glacial,
 - * 7 ml d'eau distillée,
 - * 25 grammes d'anhydride chromique.

IV- 3- : METHODES EXPERIMENTABLES :

IV- 3- 1- : DEFORMATION PLASTIQUE :

Le procédé utilisé pour déformer ces tôles magnétiques et le laminage à froid, ceci nous permet d'obtenir de bonnes propriétés magnétiques dans le sens du laminage l'opération du laminage est effectuée à l'institut de métallurgie de l'université d'ANNABA.

Le but de cette déformation plastique est l'augmentation de l'énergie libre de ces tôles résultant de la concentration élevée de défauts atomiques (lacunes et dislocations).

Les taux de déformation obtenus dans l'ordre au cours de cette opération sont :

- 1^{er}- Tôle avec un degré de déformation $\epsilon = 15 \%$
- 2^e Tôle avec un degré de déformation $\epsilon = 25 \%$
- 3^e Tôle avec un degré de déformation $\epsilon = 35 \%$
- 4^e Tôle avec un degré de déformation $\epsilon = 45 \%$

et une tôle non déformée nous permettra de comparer les différents résultats.

IV- 3- 2- : DESCRIPTION DES ECHANTILLONS :

Une fois le laminage terminé, les tôles sont découpées en petits morceaux de dimensions 1,5 cm X 1 cm .

On plie environ 2,5 mm de chaque côté de l'échantillon dans le but de le polir d'où obtention d'un échantillon de 1cm X 1cm de dimension comme nous le montre la fig. (1).

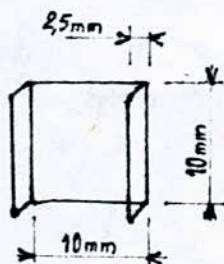


Fig. 1: Forme de l'échantillon.

IV- 3- 3- : TRAITEMENT THERMIQUE :

IV- 3- 3- 1- : RECUI DE RECRISTALLISATION :

Dans le but de restaurer les propriétés et la structure que les tôles possédaient avant la déformation plastique, on leur fait subir un recuit dit recuit de recristallisation à une température $T = 700^{\circ} C$ qui est inférieure à la température de transformation allotropique.

Les différents temps de maintien pour chaque taux de déformation sont les suivants : 0; 10; 30; 60; 120; et 180 minutes.

Ce qui nous fait donc 25 échantillons à étudier.

IV- 3- 3- 2- : VIEILLISSEMENT :

Après le recuit de recristallisation, les différents échantillons subissent un deuxième recuit à une température $T = 200^{\circ} C$ pendant un temps de maintien de dix heures. Ceci a pour but la ségrégation des impuretés vers la zone des dislocations en formant les atmosphères de Cottrell.

IV- 3- 4- : MICROGRAPHIE OPTIQUE :

L'étude micrographique permet l'observation détaillée des phases présentes des alliages à étudier. Pour cela les échantillons doivent subir préalablement un polissage qui leur confère une surface plane et dénuée de rugosités et la disparition de la couche isolante.

Cette étape qui d'ailleurs est d'une grande importance se fait comme suit :

IV- 3- 4- 1- : POLISSAGE MECANIQUE :

La méthode mécanique consiste à fixer le papier de polissage en forme de feuilles rondes sur un disque tournant et à exercer une pression légère sur l'échantillon tenu à la main sous un filet d'^{eau} Le papier de polissage utilisé est le papier abrassif de granulométrie 600 et 1000. En fin on termine le polissage en frottant l'échantillon sur un disque de feutre, sur lequel, on projette une petite quantité de pâte diamantée et un lubrifiant.

IV- 3- 4- 2- : POLISSAGE ELECTROLYTIQUE :

Tandis que le polissage mécanique consiste à supprimer les inégalités de la surface par abrasion, le polissage électrolytique opère par dissolution électrolytique sélective. donc le polissage électrolytique consiste en une dissolution anodique de la surface de métal dans un électrolyte approprié (1) Pour chaque métal et pour chaque électrolyte utilisés, les conditions de polissage sont très précises : Pendant notre polissage :

- La tension du courant est de 12 volts.
- Le temps de polissage est de 6 minutes.
- L'intensité du courant est de 1,5 ampères.

Ce procédé est rapide et il nous permet de dissoudre la couche écaillée (formée pendant le polissage mécanique) afin d'observer la vraie structure cristalline. Le montage utilisé pour exécuter le polissage électrolytique comprend (Voir fig. 2) :

- Un redresseur de courant qui pour tension d'entrée de 220 V, fournit un courant de sortie variable de 0 à 60 V pour le polissage et de 0 à 6 V pour l'attaque. Un cadran de contrôle V.A

(1): Voir Feuille N° 38

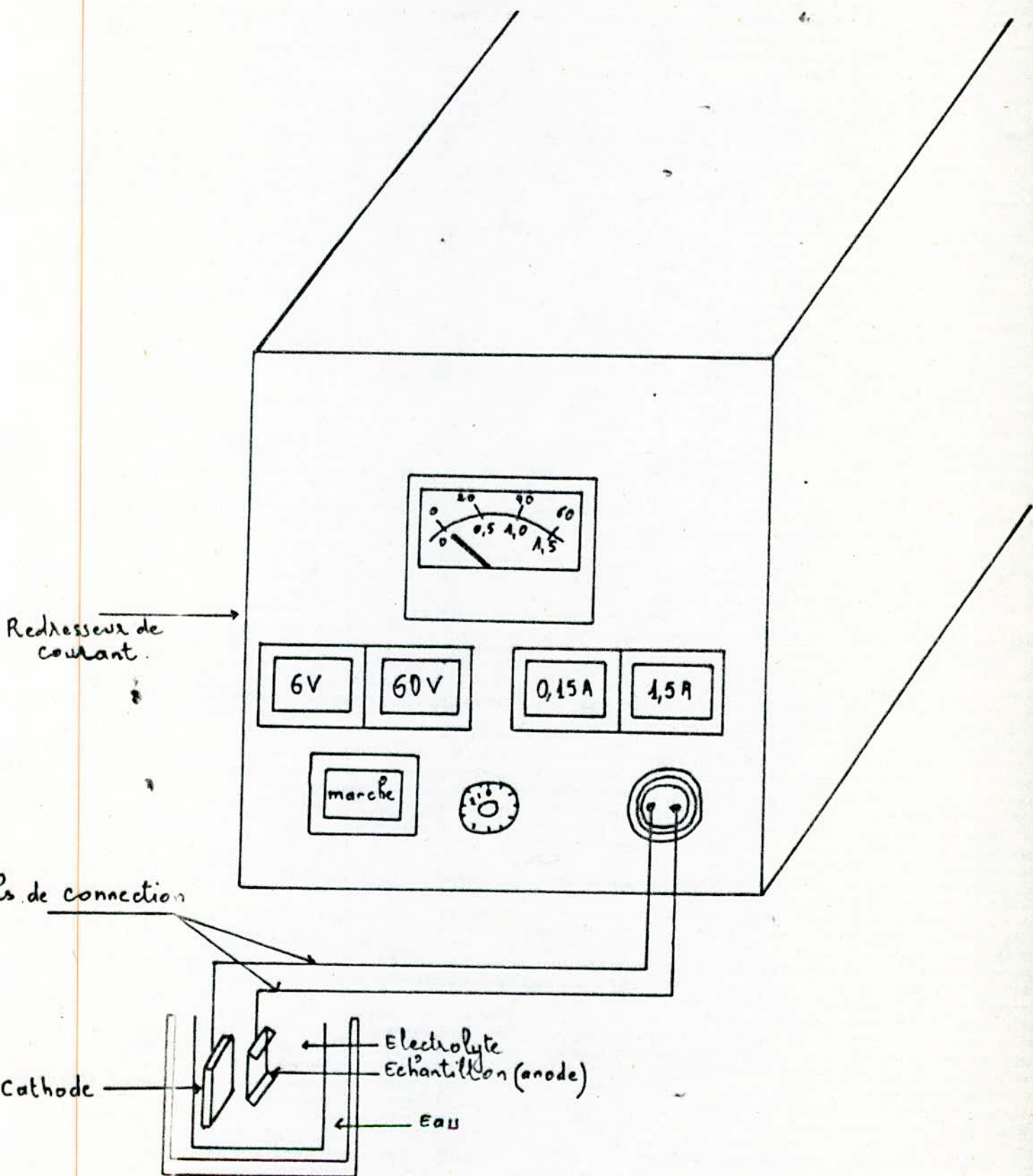


Fig. 2: Montage pour pallissage electrolytique

à deux sensibilités, permet de suivre les opérations d'attaque et de polissage. La sélection V → A se fait par boutons poussoirs lumineux.

- * Deux cristallisoirs en verre, l'un rempli d'eau sert de support pour l'autre cristallisoir rempli de la solution de polissage dans le but d'éviter l'échauffement de l'électrolyte. [1] ~~XXXXXXXXXX~~
- * Une cathode en acier inoxydable,
- * En fin l'échantillon jouant le rôle d'anode est soumis à un mouvement de va et vient de façon à accélérer le processus de dissolution.

L'échantillon à polir est introduit et retiré du bain sous tension, puis lavé et séché à l'air comprimé sec.

IV- 3- 4- 3- : ATTAQUE ELECTROLYTIQUE :

L'attaque des échantillons bien polis a pour but de mettre en évidence les contours de grains, les défauts etc ...

L'attaque électrolytique est réalisée de la même manière que le polissage électrolytique tout en changeant l'électrolyte (1) et le régime d'attaque.

Pour l'attaque, on utilise un courant d'intensité faible variant de 0,05 - 0,1 ampères pendant un temps variant de 30 à 60 secondes.

III- 3- 5- : MICROSCOPIE OPTIQUE :

L'appareil utilisé est un microscope métallographique équipé d'un appareil photo intitulé Microscope de recherche à lumière transmise (CARL-ZEISS-JENA) se trouvant au département de Génie minier.

Les observations au microscope métallographique des surfaces polies mettent en évidence la présence des grains recristallisés et leurs développement.

Une fois la plage voulue est localisée, on passe à la prise de la photographie :

- Le grossissement utilisé pendant la prise des photographies au microscope est : $G = 10 \times 20 = 200$

- La surface d'une photographie contenue dans le film est :

$$S_1 = 24 \times 36 = 864 \text{ mm}^2$$

- La surface réelle de la photo obtenue (après développement du

film) est : $S = \frac{S_1}{G} = \frac{864}{200} = 4,32 \text{ mm}^2$

(1) = Voir feuille N°38

IV- 3- 6- : MESURE DE LA MICRODURETE :

On procède aux indentations sur la surface polie des échantillons pour la mesure de micro-dureté à l'aide de l'appareil "TESTWELL". On repère à l'aide de l'objectif une plage convenable et on effectue une translation du plateau porte échantillons qui remplace l'objectif par le diamant en position haute, la descente du pénétrateur se fait automatiquement. Lorsque le diamant se remet en position haute, on ramène l'objectif et à l'aide des oculaires micrométriques, on mesure les diamètres de l'empreinte, que l'on transformera en dureté VICKERS à l'aide d'une table correspondant à la charge utilisée qui est de 100 g.

CHAPITRE : **V**

Résultats
et
interprétations

V - 1: RESULTATS

V - 1-1: ESSAI VICKERS :

Les valeurs de la dureté sont présentés dans les tableaux 1a,1b,1c,et 1d chaque valeur est la moyenne de dix essais effectués sur différentes plages l'échantillon .

La mesure de la dureté sur la tôle non déformée nous a donné la valeur suivante = H V moy = 195

Tableau 1a :

$\mathcal{E} = 15 \%$	
t (mm)	HV moy
0	210
10	197,6
30	197
60	197
120	196,7
180	196,6

Tableau 1b :

$\mathcal{E} = 25 \%$	
t (mm)	HV moy
0	222,4
10	200,5
30	200
60	200
120	199
180	199

Tableau 1c :

$\mathcal{E} = 35 \%$	
t (mm)	HV moy
0	226
10	204
30	204
60	203,7
120	203
180	203

Tableau 1d :

$\mathcal{E} = 45 \%$	
t (mm)	HV moy
0	230
10	206
30	205,8
60	205
120	204,6
180	204,2

Valeurs experimentales de la dureté pour une temperature du recuit T = 700° C .

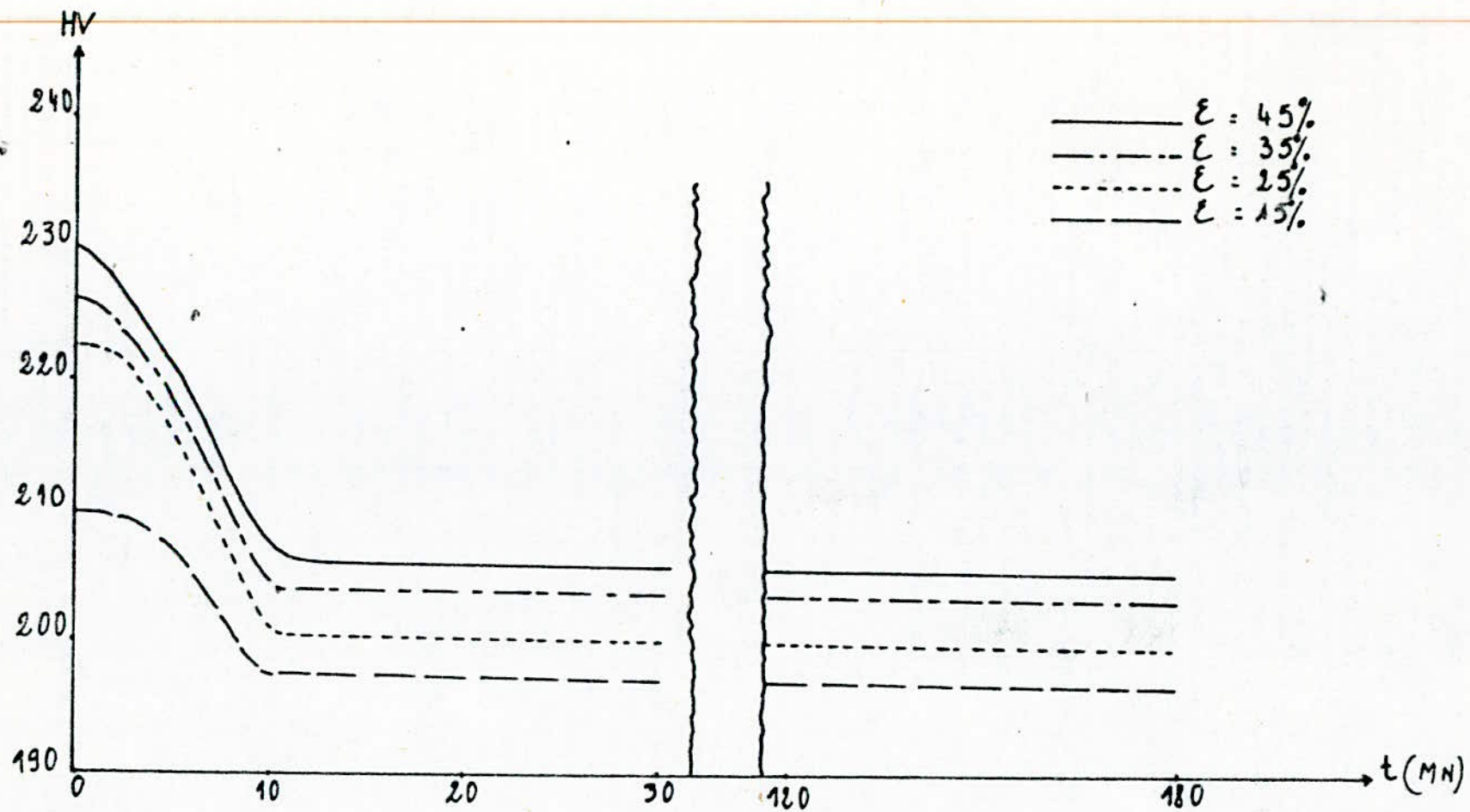


FIG N°1 : Variation de la microdurete en fonction du temps du maintien.

V - 1-2: Determination du nombre de grains recristallisés :

On compte les grains un à un sur les photographies obtenues et on dresse les tableaux 2a, 2b, 2c, et 2d en regroupant tous les nombres des grains recristallisés

V - 1-3: Determination de la surface moyenne des grains recristallisés :

La surface réelle de la photographie est $S = 4,32 \text{ m m}^2$ (1)

La surface moyenne des grains recristallisés nous est donnée par le rapport:

$$s = \frac{\text{Surface réelle}}{\text{nombre de grains}}$$

Les valeurs de la surface moyenne des grains sont présentés dans les tableaux 2a, 2b, 2c, et 2d .

(1) = Voir feuille N°: 44

Tableau 2a :

$\mathcal{E} = 15 \%$					
t (mm)	10	30	60	120	180
n	65	40	37	20	18
s (mm ²)	0,066	0,108	0,117	0,216	0,24

Tableau 2 b :

$\mathcal{E} = 25 \%$					
t (mm)	10	30	60	120	180
n	83	55	40	22	17
s (mm ²)	0,052	0,078	0,108	0,196	0,254

Tableau 2c :

$\mathcal{E} = 35 \%$					
t (mm)	10	30	60	120	180
n	215	106	41	26	15
s (mm ²)	0,020	0,041	0,105	0,166	0,288

Tableau 2d :

$\mathcal{E} = 45 \%$					
t (mm)	10	30	60	120	180
n	325	60	47	37	6
s (mm ²)	0,013	0,072	0,092	0,117	0,720

Valeurs expérimentales du nombre de grains recristallisés et de leurs surfaces moyennes pour une température du recuit $T = 700^\circ \text{C}$

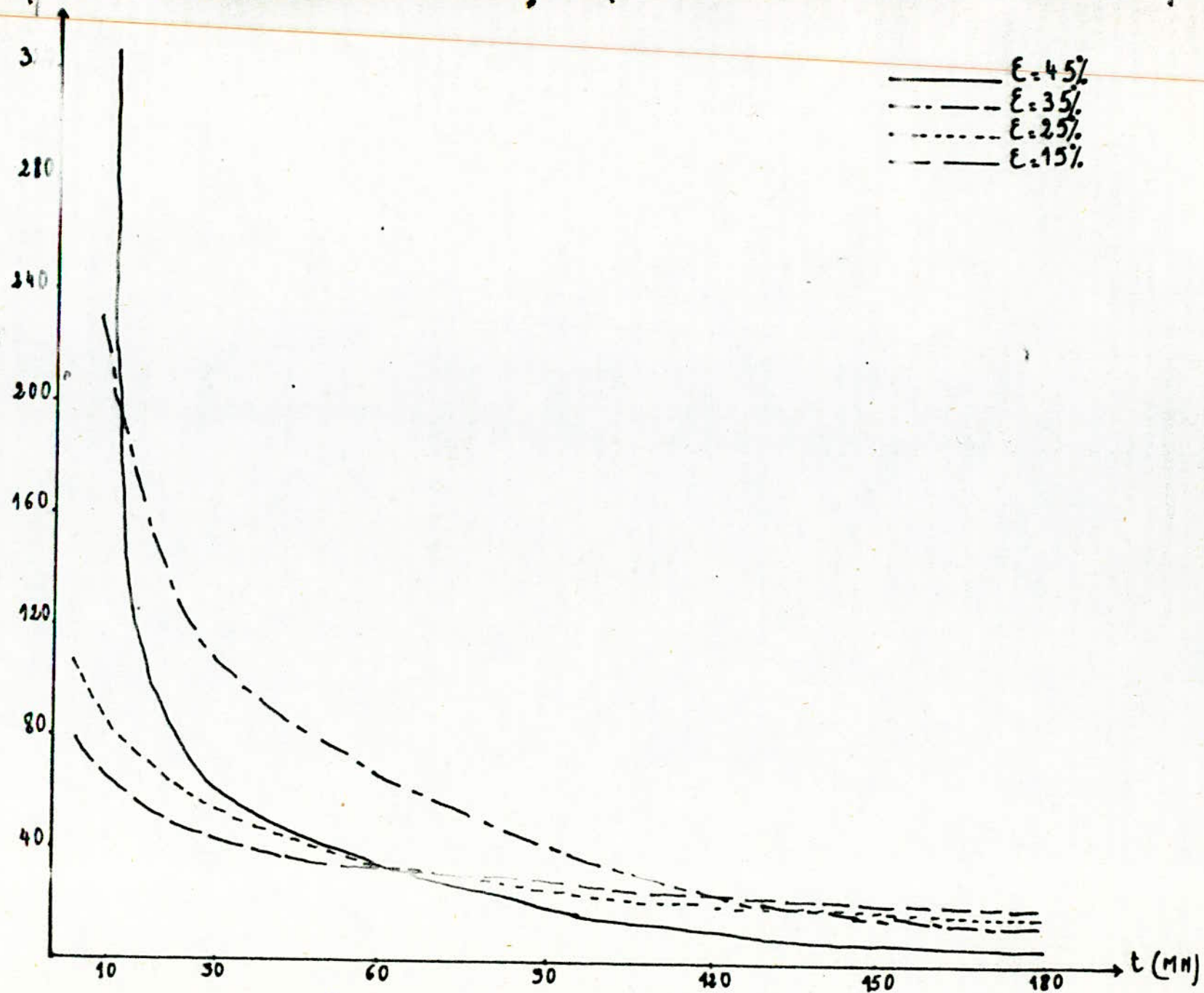


FIG N° 2: Variation des nombre de grains en fonction du Temps du Maintien.

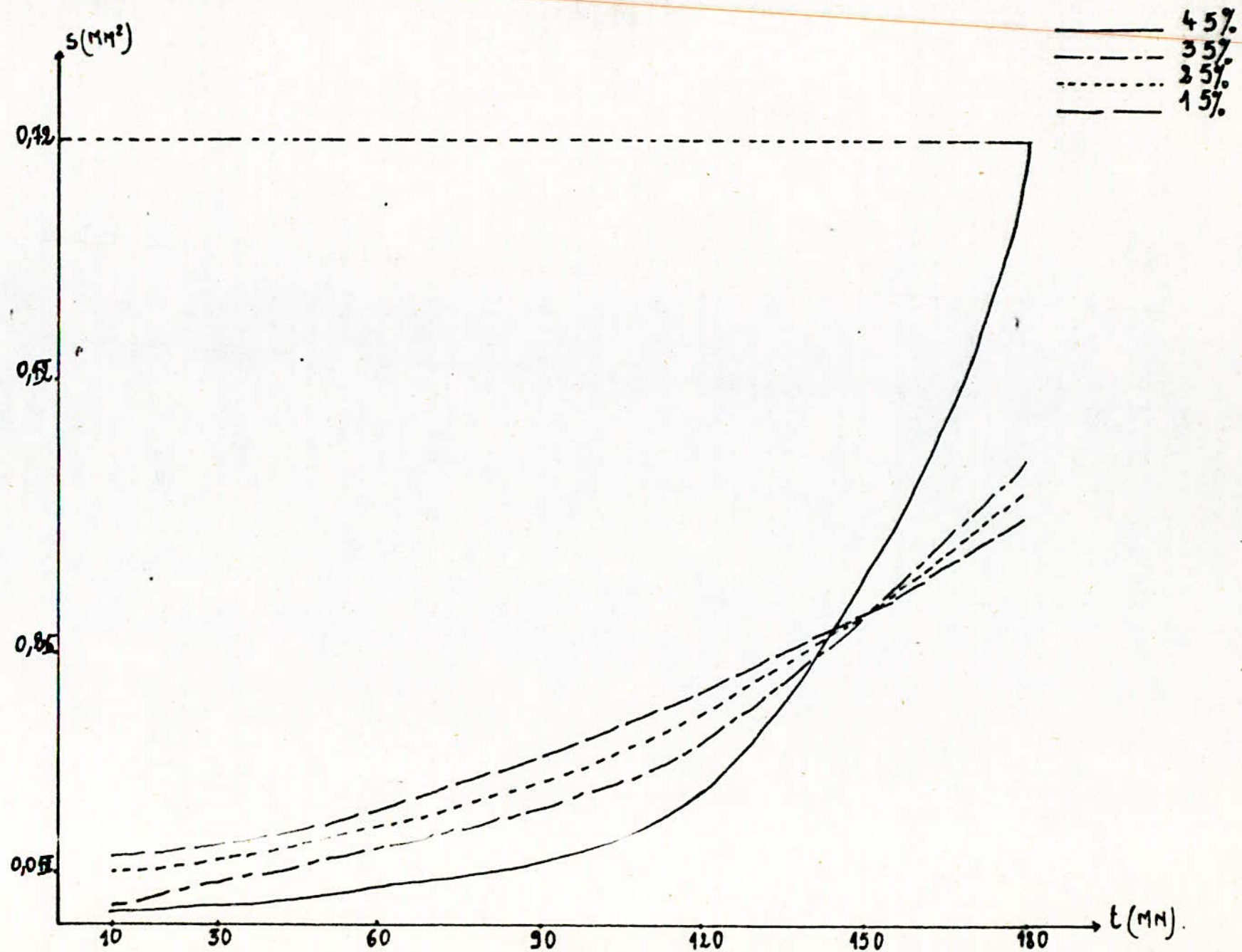


Fig n° 3 : Variation de la surface moyenne des grains en fonction du temps du Maintien.

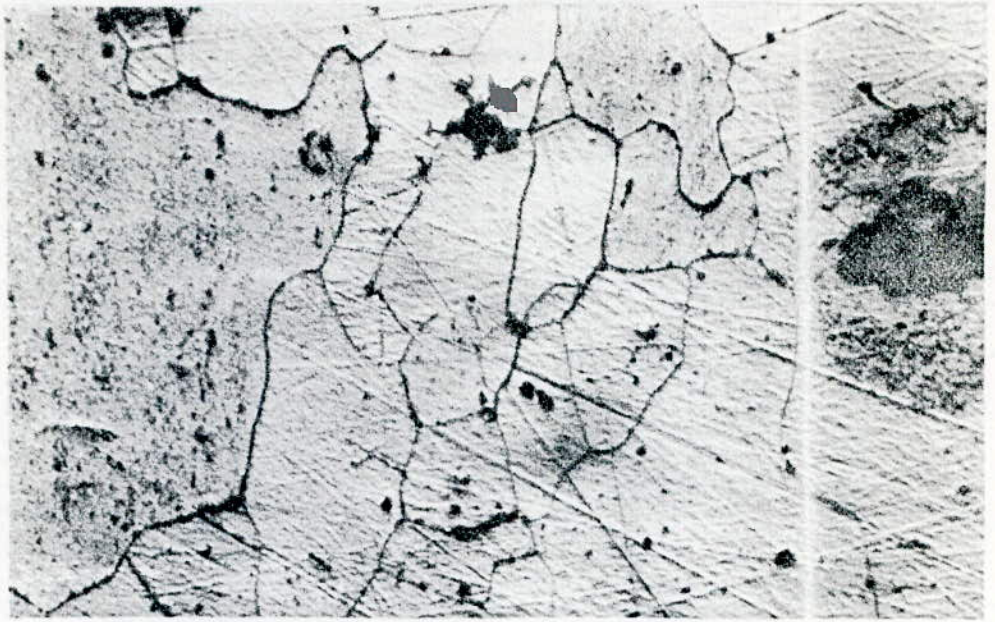


Fig 1a . $\epsilon = 15\%$; $t = 0 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

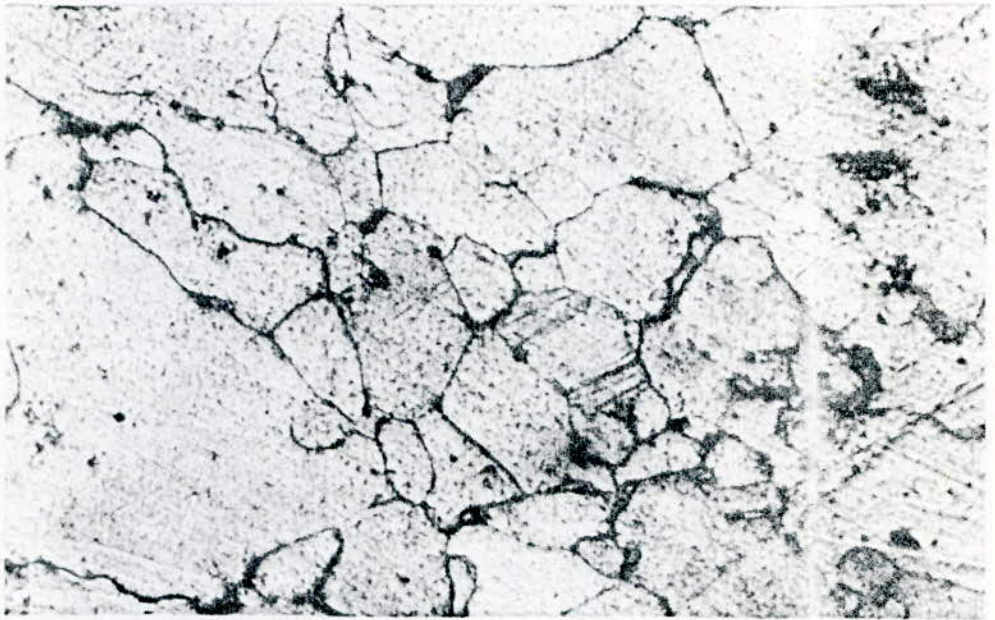


Fig 2a . $\epsilon = 15\%$; $t = 10 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

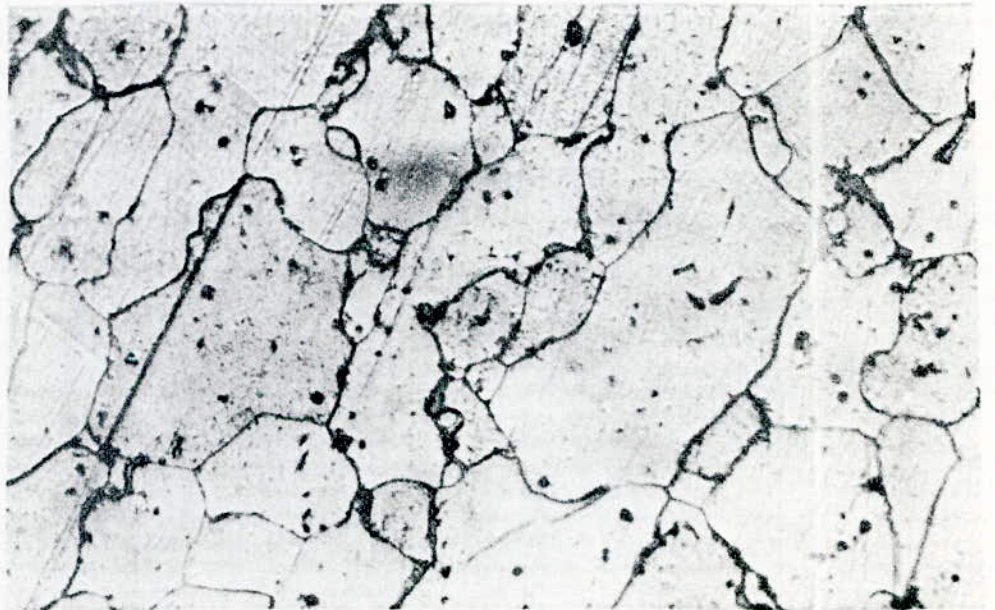


Fig 3a ; $\epsilon = 15\%$; $t = 30 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$



Fig 4a . $\epsilon = 15\%$; $t = 60\text{mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

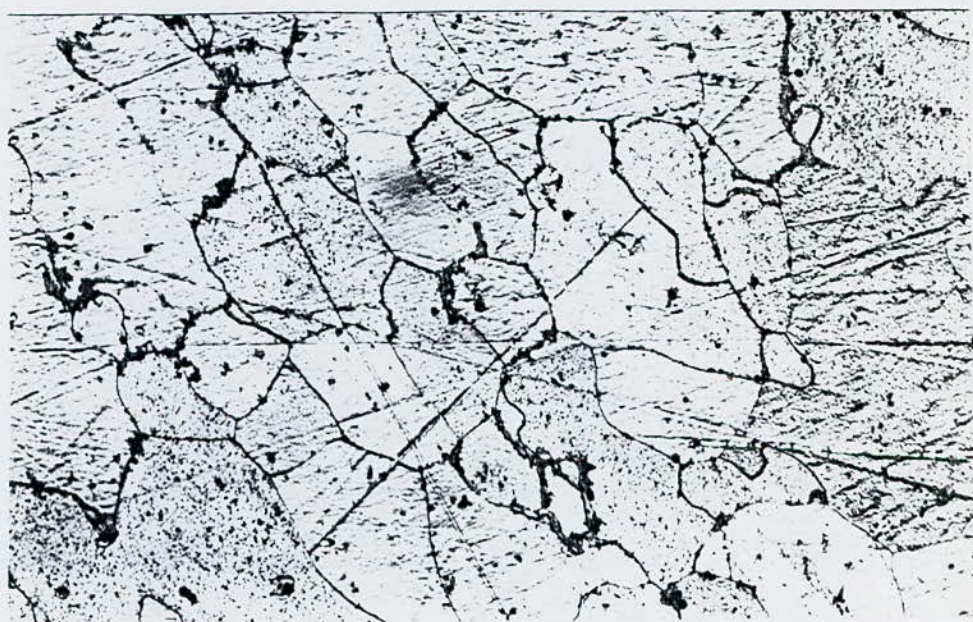


Fig 5a . $\epsilon = 15\%$; $t = 120\text{mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

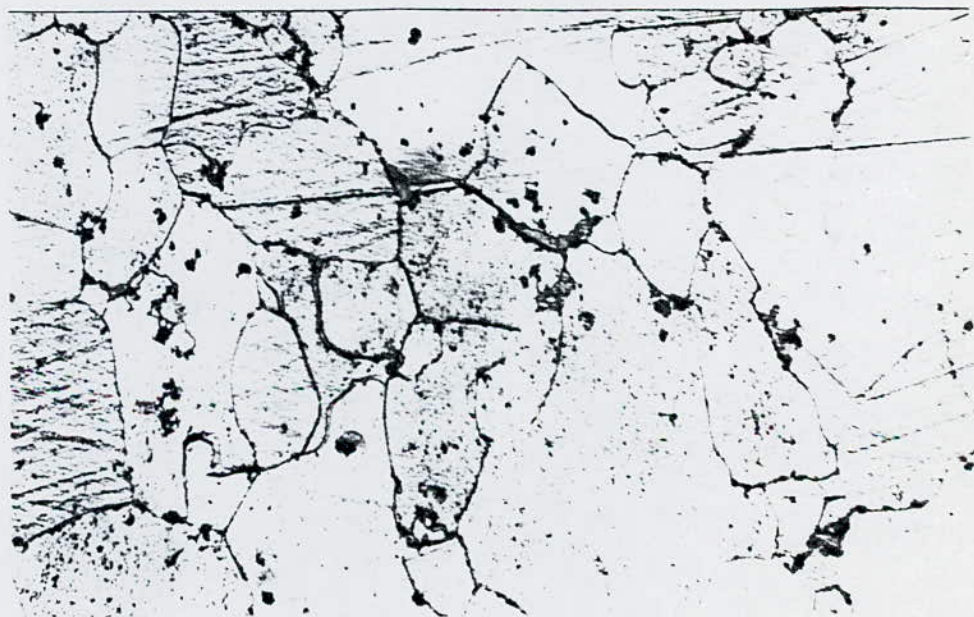


Fig 6a . $\epsilon = 15\%$; $t = 180\text{mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$



Fig 1b . $\epsilon = 25\%$; $t = 0 \text{ mn}$; $T = 700^\circ \text{C}$

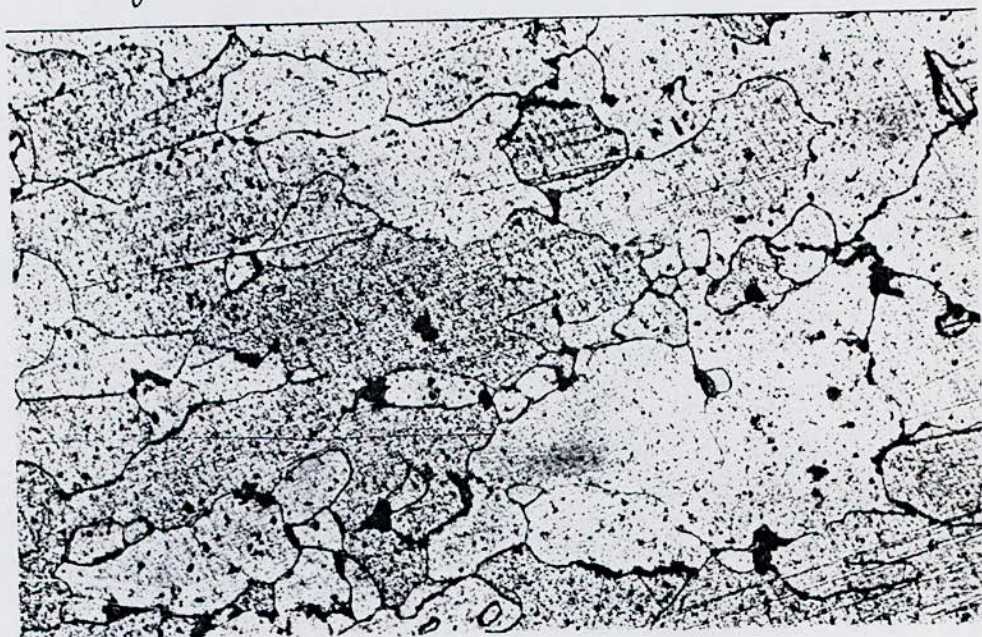


Fig 2b . $\epsilon = 25\%$; $t = 10 \text{ mn}$; $T = 700^\circ \text{C}$



Fig 3b . $\epsilon = 25\%$; $t = 30 \text{ mn}$; $T = 700^\circ \text{C}$

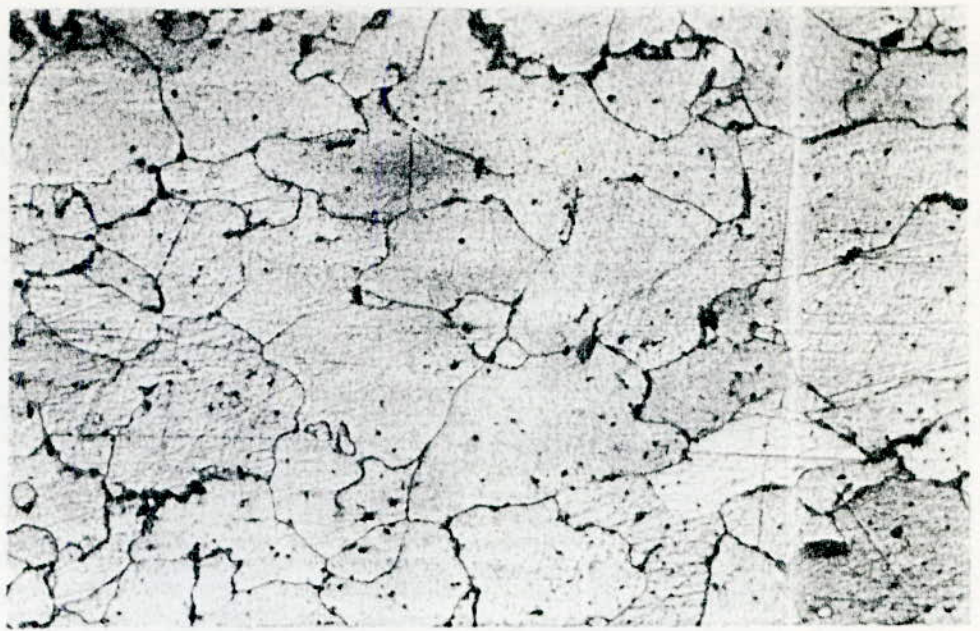


Fig 4b - $\epsilon = 25\%$; $t = 60 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

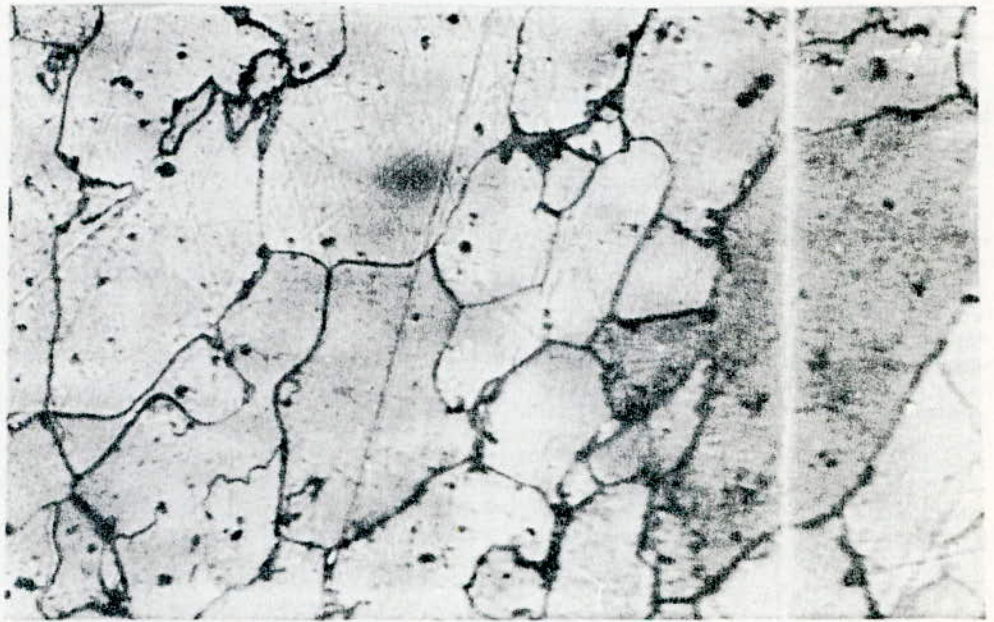


Fig 5b - $\epsilon = 25\%$; $t = 120 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

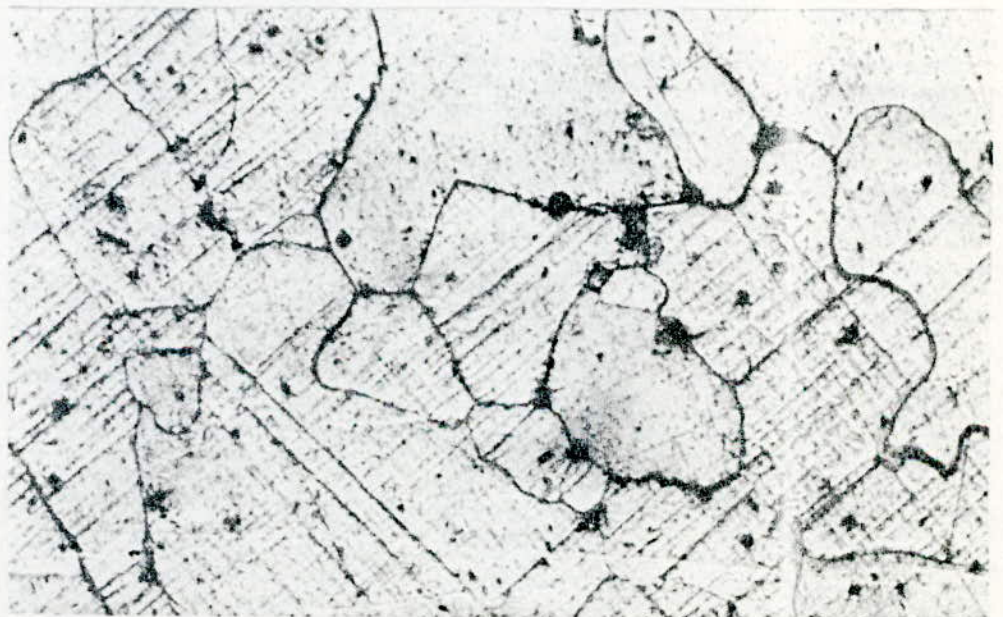


Fig 6b - $\epsilon = 25\%$; $t = 180 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

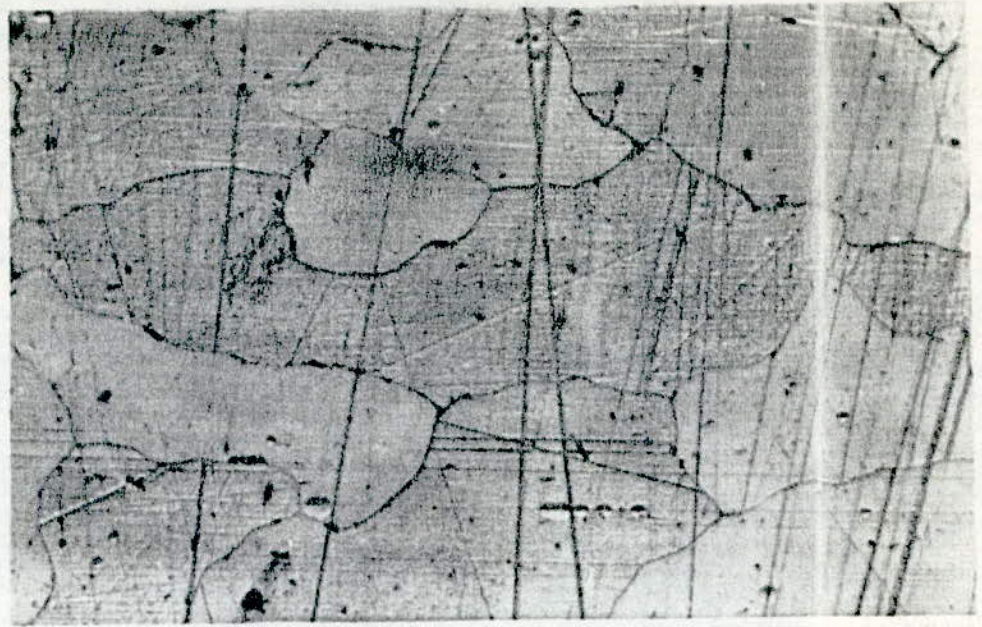


Fig 1C ; $\epsilon=35\%$; $t=0\text{mn}$; $T=700^\circ\text{C}$



Fig 2C. $\epsilon=35\%$; $t=10\text{mn}$; $T=700^\circ\text{C}$



Fig 3C. $\epsilon=35\%$; $t=30\text{mn}$; $T=700^\circ\text{C}$

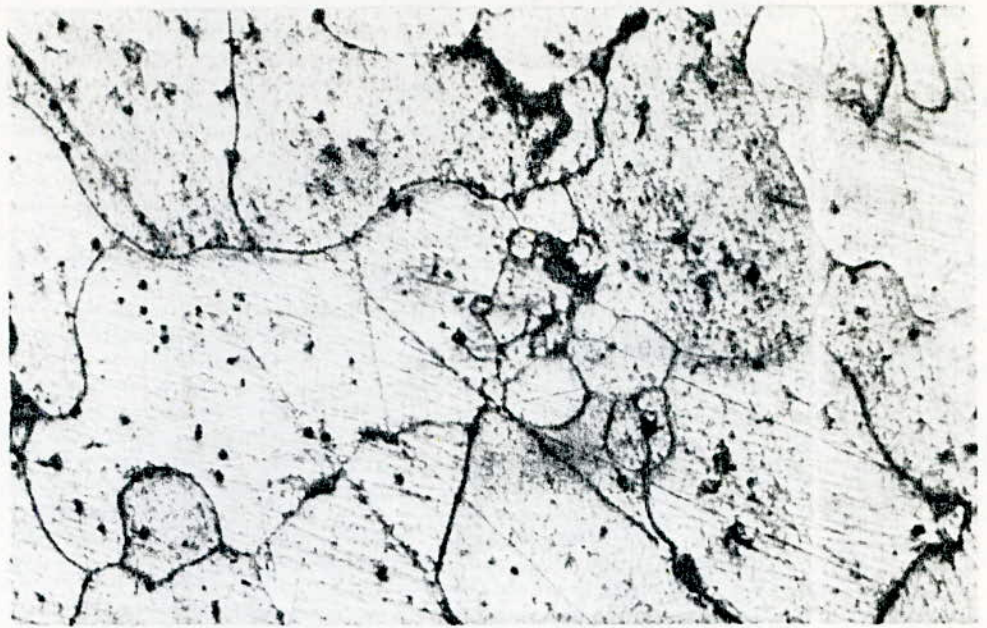


Fig 4C ; $\epsilon = 35\%$; $t = 60 \text{ mn}$; $T = 700^\circ \text{C}$



Fig 5C ; $\epsilon = 35\%$; $t = 120 \text{ mn}$; $T = 700^\circ \text{C}$

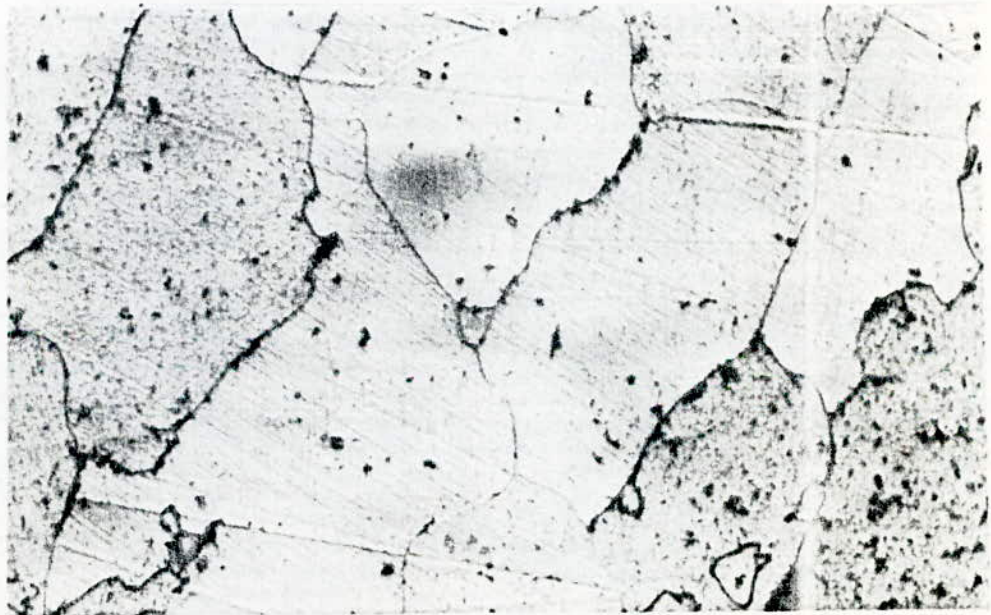


Fig 6C ; $\epsilon = 35\%$; $t = 180 \text{ mn}$; $T = 700^\circ \text{C}$



Fig 1d. $\epsilon = 45\%$; $t = 0\text{mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

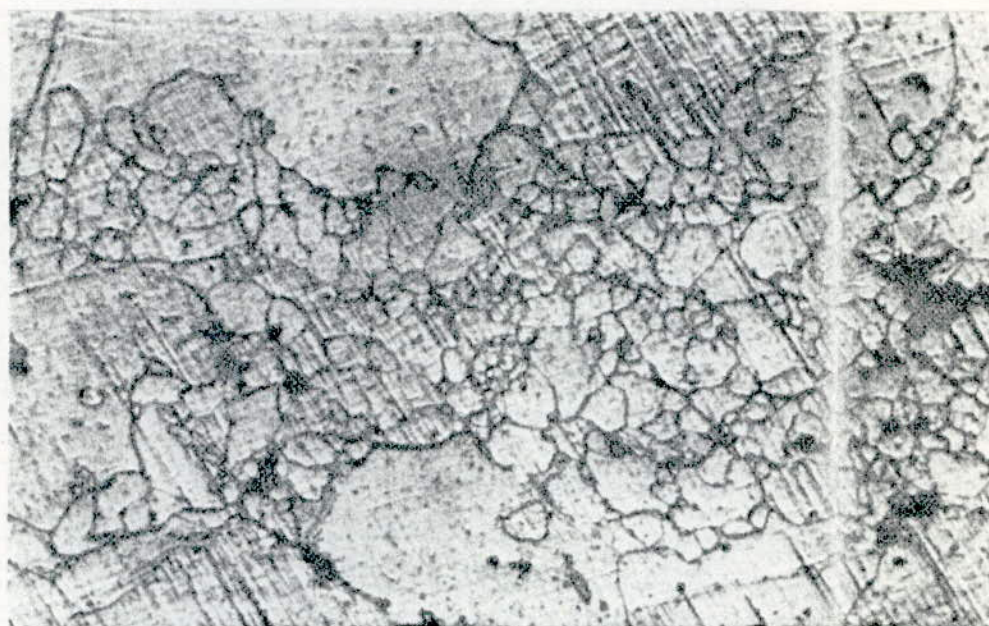


Fig 2d. $\epsilon = 45\%$; $t = 10\text{mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

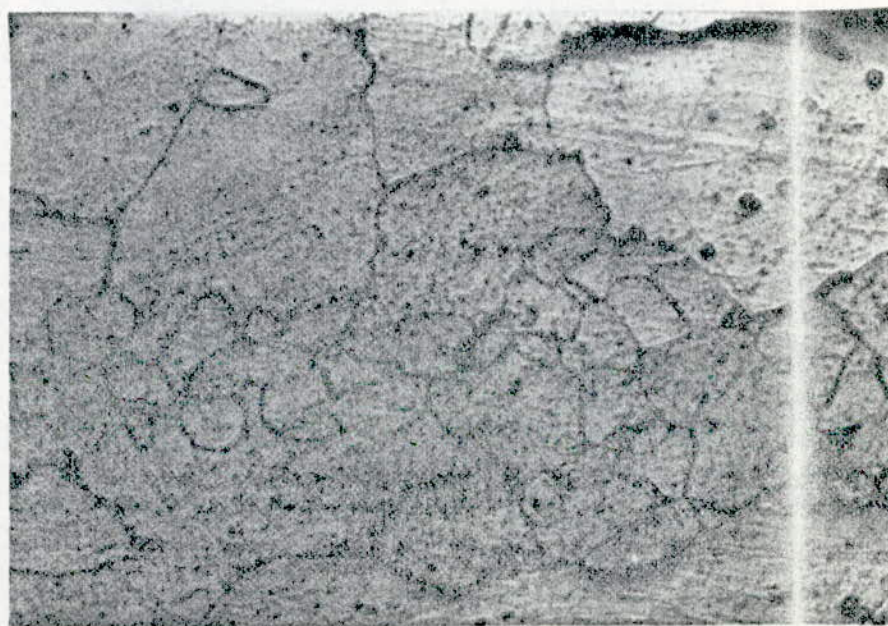


Fig 3d. $\epsilon = 45\%$; $t = 30\text{mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

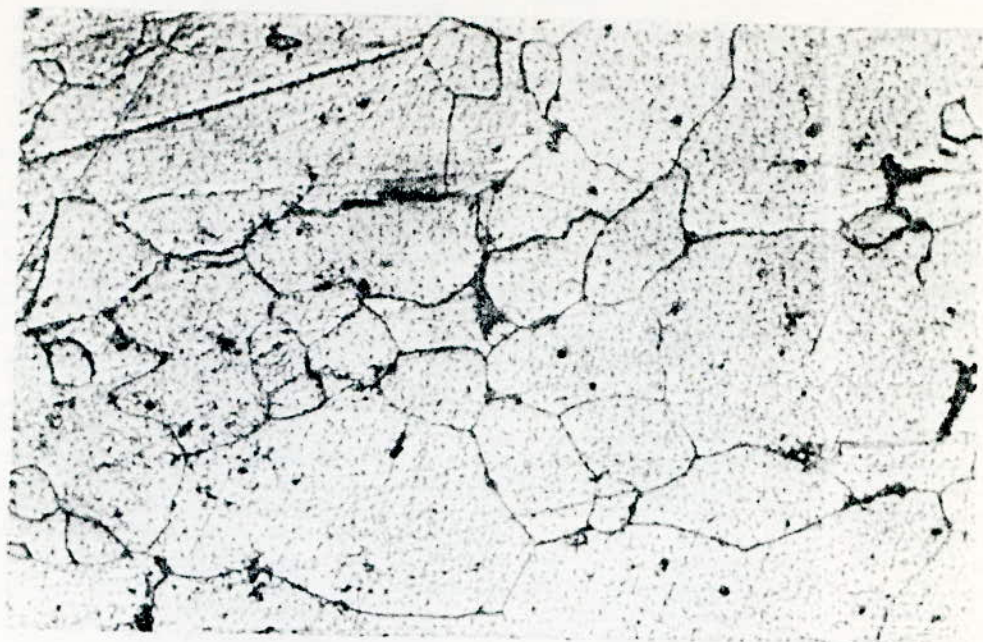


Fig 4d. $\epsilon = 45\%$; $t = 60 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

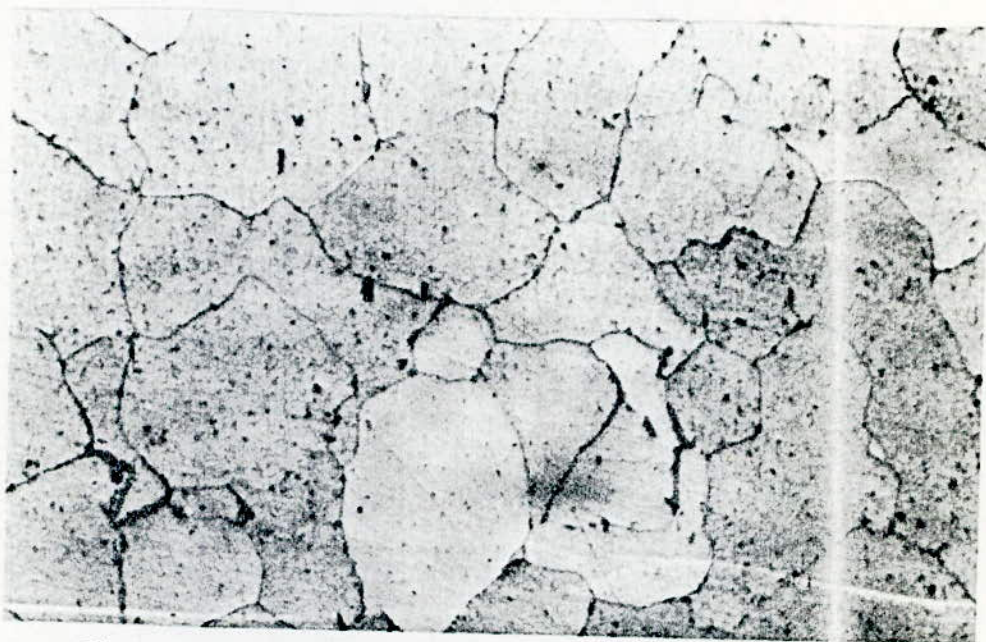


Fig 5d - $\epsilon = 45\%$; $t = 120 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

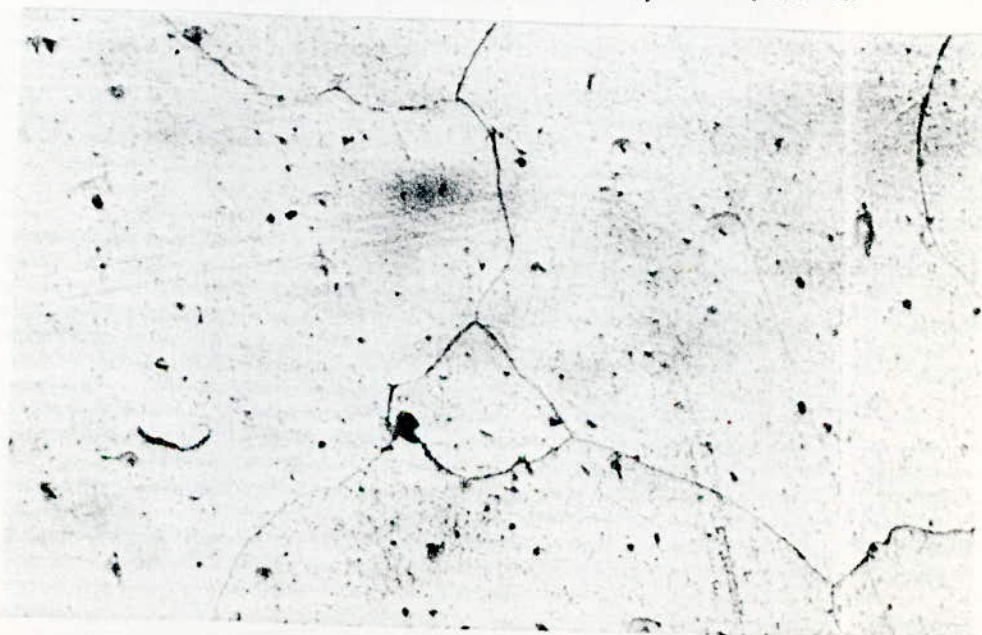


Fig 6d. $\epsilon = 45\%$; $t = 180 \text{ mn}$; $T = 700^\circ\text{C}$

V- 2= INTERPRETATIONS :

V- 2-1 = Influence du temps de maintien de recristallisation sur la dureté :

Afin d'étudier l'influence du temps de maintien de recristallisation sur la variation de la microdureté, des essais ont été faits sur des échantillons ayant le même degré de déformation, recuits à 700° C pendant différents temps de maintien, chaque valeur présentée dans le tableau 1 est la moyenne de dix valeurs relevées sur différentes plages de l'échantillon.

Nous avons jugé utile de réduire l'axe du temps sur le graphe au delà du temps de maintien de 30 mn, car d'un côté la dureté reste à peu-près constante et d'un autre côté cela nous permet d'avoir un graphe plus visible.

La première remarque à signaler est la diminution de la dureté pour un degré de déformation de plus en plus faible celle-ci est due à la réduction des dislocations résultant du grossissement des grains.

Au cours du chauffage, on a le phénomène de restauration qui se déroule (rearrangement des dislocations dans des configurations de moindre énergie)

qui provoque la diminution de la dureté comme on peut le voir sur les graphes. A l'aide de ces graphes, on constate qu'après un certain temps de maintien minimum (4-6 mn), la dureté diminue brusquement, cela nous prouve que la température du recuit utilisée est supérieure à la température de recristallisation.

Si on prolonge le temps de maintien, on pourra atteindre la valeur de la dureté que le matériau possédait avant d'être déformé (pour un temps de maintien de 180 mn et un degré de déformation $\epsilon = 15\%$, la dureté est égale à 196,6 HV tandis que pour une tôle non déformée, la valeur de la dureté est égale à 195 HV).

On peut affirmer que pendant le temps $t = 10$ mn, la recristallisation est presque terminée, surtout pour les plus grands taux de déformation (plus le degré de déformation est élevé et plus la température de recristallisation est basse), d'où la dureté reste à peu-près constante pendant les différents temps de maintien .

V- 2-2 = Influence du temps de maintien sur le nombre de grains recristallisés pour une température du recuit $T = 700^{\circ} \text{C}$.

En examinant les courbes du nombre de grains recristallisés en fonction de la durée de recuit à une température $T = 700^{\circ} \text{C}$ (Fig 2), on constate que pour un plus grand degré de déformation ($\epsilon = 45\%$), la vitesse de croissance des grains est assez considérable, vu le nombre de grains recristallisés obtenus après un temps de maintien de 10 mn (325 grains) et après 180 mn (6 grains) ceci s'explique par la présence d'une grande force motrice résultant d'une forte concentration d'énergie de surface des joints.

L'augmentation du nombre de grains recristallisés résulte de l'augmentation de joints et de la diminution de la taille des grains d'où obtention d'une structure à fins grains en fin du processus, ce qui assure une cohésion intergranulaire.

On remarque une légère variation de la cinétique de croissance des grains pour un degré de déformation moins grand ($\epsilon = 35\%$) par rapport au degré de déformation ($\epsilon = 45\%$), résultant de l'abaissement de l'énergie interfaciale des joints. Tandis que pour un degré de déformation plus faible ($\epsilon = 15\%$), la variation de la cinétique du grossissement des grains en fonction du temps de maintien à la température $T = 700^{\circ} \text{C}$ est presque constante.

Entre l'interval du temps [0 - 30 mn], un accroissement de la cinétique de croissance des grains est observé, après ce temps, les grains grossissent très lentement ceci est prouvé par la faible variation du nombre de grains au cours des différents temps de maintien [voir tableau 2a] .

Comme le degré de déformation est faible, le nombre de grains déformés est faible (voir photos 1a et 1b), et le processus de recristallisation n'a pas eu lieu.

Cependant on remarque un très petit nombre de germes qui se recristallisent aux joints de grains les plus déformés comme nous le montrent les photographies (2a,3a et 2b,3b).

Par suite du déroulement des phénomènes de restauration et de polygonisation on enregistre une structure à gros grains.

Cependant pour le temps de recuit de 180 mn, on remarque une certaine inversion, car en diminuant le degré de déformation, le nombre de grains recristallisés devient plus grand ceci peut s'expliquer par le fait que le processus de recristallisation est terminé au cours du temps de maintien 120mn alors on enregistre au delà de ce temps, une croissance de grains non contrôlée et qui est favorisée par un grand degré de déformation.

V- 2-3= Influence du temps de maintien sur la surface moyenne des grains recristallisés =

Pour suivre l'évolution de la surface moyenne des grains recristallisés en fonction du temps de recuit à une température $T = 700^{\circ} C$, on est amené à calculer d'abord:

- Le nombre de grains recristallisés présent sur la photographie pour chaque temps de maintien.
- La surface réelle de la photographie.

En fin, la valeur de la surface moyenne des grains, nous est donnée par le rapport : surface réelle / nombre de grains.

Ainsi le tracé: surface moyenne des grains recristallisés en fonction du temps de maintien nous permet de constater :

- * Une augmentation rapide de la surface moyenne des grains recristallisés pour le plus grand degré de déformation ($\epsilon = 45\%$) présentée sur la fig 3 - résultant d'une grande vitesse de croissance des grains à cause de la recristallisation

secondaire, comme on est en présence d'un apport de dislocations considérable, la formation et la croissance des germes sont très activées.

En prenant un temps de recuit constant (10 mn) à la température $T = 700^{\circ} \text{C}$, on enregistre une augmentation croissante de la surface moyenne des grains recristallisés pour une variation de croissante du degré de déformation [voir tableau 2] ceci s'explique par la diminution des sites de germination résultant de la réduction des différents types de défauts provoqués par la diminution de degré de déformation.

V- 2-4 = Influence du temps de maintien de recristallisation sur la microstructure :

Pour permettre de suivre l'évolution de la microstructure en fonction du temps de recuit à la température $T = 700^{\circ} \text{C}$, nous nous sommes servis d'un microscope métallographique équipé d'un appareil photo intitulé microscope de recherche à lumière transmise (CARL - ZEISS- JENA).

Une fois la microstructure voulue est localisée, en faisant observer toute la surface de l'échantillon par l'intermédiaire du microscope, on procède à la prise des photographies. comme on peut le constater sur la photographie (1d), pour un plus grand degré de déformation ($\epsilon = 45\%$) et sans recuit de recristallisation, on les grains sont plus allongés, tandis que sur les photographies (1a et 1b) les grains sont très faiblement déformés à cause de la faible déformation plastique. D'après les valeurs du tableau 2d, on remarque un plus grand nombre de germes recristallisés résultant de l'augmentation du nombre de sites de germination pour le plus grand taux de déformation- ceci est mis en évidence par les photos (2d et 2c) .

En comparant les photographies (2b,3b,4b,5b et 6b) avec (2d,3d,4d,5d et 6d) déduit que la cinétique de croissance des grains est plus importante pour une plus grande déformation plastique.

D'après les photographies (5a,5b,5c,et 5d) on constate que la structure devient de plus en plus fine tout en augmentant le degré de déformation

- La structure la plus fine est représentée sur la photo 5d.
- La structure la plus grosse est représentée sur la photo 5a.

Cependant les structures obtenues sur les photographies (6a,6b,6c et 6d) pour le temps de maintien 180 mn ne sont pas prises en compte, car le processus de recristallisation est terminé bien avant ce temps (au cours du temps de maintien 120 mn) d'où la cinétique de croissance des grains n'est plus contrôlée .

Comme la température de recuit est assez grande par rapport à la température de recristallisation, la recristallisation primaire et secondaire se déroulent au même temps - Le grossissement des grains est un processus spontané qui provoque la diminution d'énergie libre du système

En analysant les différentes photographies, on remarque que le grossissement des grains s'effectue par deux mécanismes bien distincts:

- Mécanisme d'association des grains.
- Mécanisme de migration des joints de grains recristallisés.

Les photographies (2a, 3a, 4a, 5a) avec (2b, 3b, 4b, 5b,) nous révèlent que le processus de grossissement des grains s'est effectué par le mécanisme d'association des grains car ces derniers ne sont pas suffisamment déformés. On voit clairement sur les photographies (2d, 3d, 4d, 5d) et (2c, 3c, 4c, 5c) le nombre élevé de germes recristallisés, dans ce cas le grossissement de ces grains s'effectue par le mécanisme de migration des joints de grains recristallisés résultant de la grande diffusion des atomes.

En fin on note que les grains recristallisés obtenus par le mécanisme de migration des joints de grains sont plus fins par rapport aux grains obtenus par le mécanisme d'association de grains comme on peut le constater sur les différentes photographies.

CONCLUSION =====

Les résultats expérimentaux que nous avons obtenus nous permettent de déduire les points cités dessous :

- Le nombre de germes récrystallisés augmente avec l'augmentation du degré de déformation, tout en gardant le temps de maintien constant.
- On enregistre une température de récrystallisation basse, pour un degré de déformation élevé.
- De plus on a une variation proportionnelle de la dureté en fonction du degré de déformation pour au temps de maintien constant, tandis que pour un degré de déformation constant, la dureté varie inversement proportionnellement avec le temps de maintien.
- De même l'augmentation du temps de maintien, provoque l'augmentation de la surface moyenne des grains.
- On note en fin que le grossissement des grains n'est plus contrôlé pour le temps de maintien le plus long.
- Le processus du grossissement des grains s'est effectué selon deux mécanismes bien distincts :
 - Mécanisme d'association des grains.
 - Mécanisme de migration des joints de grains récrystallisés.
- La cinétique de récrystallisation augmente au cours de l'augmentation du degré de déformation.

BIBLIOGRAPHIE
=====

- | | |
|---|-------------------|
| 1- Métallurgie Générale | J. BENARD |
| 2- Métallurgie Structurale | A. DESY et J. VIL |
| 3- Métallurgie Physique | B. CHALMERS |
| 4- Alliages Magnétiques et Ferrites | M. G. SAY |
| 5- Les Textures dans les métaux cubiques | P. COULOMB |
| 6- Traité d'électrecité Volume II | P. ROBERT |
| 7- Techniques de l'ingénieur M 230 | |
| 8- Techniques de l'ingénieur M 605 | |
| 9- Techniques de l'ingénieur D 195 | |
| 10- La cinétique du changement des phases
dans les métaux | BURKE |
| 11- Dislocation et écoulement plastique
dans les cristaux (Edition MIR MOSCOU) | A. COTRELLE |
| 12- Métallurgie physique (Edition MIR MOSCOU) | A. GROULAEV |
| 13- Dislocation dans les cristaux (Edition MIR MOSCOU) | A. RID |

