

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

*MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE*

**UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE  
FACULTE DES SCIENCES EXACTES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre :  
Série :

**THESE**

Présentée pour obtenir le diplôme de Doctorat en Sciences

**En Physique**

Spécialité : **Sciences des Matériaux**

Option : **Métallurgie**

**THEME**

***Effet de la vitesse de chauffage et de la  
déformation plastique sur les  
transformations anisothermes dans les  
alliages à base d'aluminium***

***Hayoune Abdelali***

Soutenue le : 15 / 04 / 09

Devant le jury :

Président :	D. KHIREDINE	Prof.	Université Mentouri - Constantine
Rapporteur :	D. HAMANA	Prof.	Université Mentouri - Constantine
Examineurs	M. BOUCHEAR	Prof.	Université Mentouri - Constantine
	A. MAGNOUCHE	M. R.	Centre de Recherche Nucléaire- Draria
	A. TRIKI	M. C	Université - Annaba
	D. SAIDI	M. R.	Centre de Recherche Nucléaire- Draria

# Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Transformations de Phases de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri-Constantine et le département des Essais Mécaniques et les Essais sur les Matériaux (DEMEM) de la division des Technologies Nucléaires (DTN) du Centre de Recherche Nucléaire de Birine (CRNB)

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à monsieur le professeur *HAMANA Djamel*, mon directeur de thèse, et directeur du Laboratoire de Transformations de Phases pour la confiance qu'il m'a témoignée en m'acceptant comme doctorant dans son laboratoire, son aide précieuse dans le domaine scientifique et sa disponibilité durant ces six années.

Je suis très reconnaissant aussi envers monsieur le Directeur Général du Centre de Recherche Nucléaire de Birine, A. Kerris et messieurs M. Semine, chef de la division des Technologies Nucléaires (DTN) et M. Kadouma, chef du département des Essais Mécaniques et les Essais sur les Matériaux (DEMEM) qui m'ont beaucoup aidé pour faire ce travail.

Je voudrai également remercier madame D. KHIREDDINE, Professeur au Département de Physique de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri-Constantine, pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant la présidence de ce jury.

Mes vifs remerciements à Messieurs M. BOUCHEAR, Professeur au Département de Physique de l'Université Mentouri Constantine, A. TRIKI, Maître de Conférences au département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université de Annaba, A. MAGNOUCHE, Maître de recherche et directeur du Centre de Recherche Nucléaire de Draria et D. SAIDI, Maître de recherche au Centre de Recherche Nucléaire de Draria qui ont bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail.

Mes remerciements également à toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail au laboratoire de Transformations de phases notamment :A. AZIZI, L. AMIOUR, L. BOUMAZA, , L. CHETIBI, L. NOUICER , A. SAWCHI et Z. Biskri.

J'exprime enfin toute ma reconnaissance à l'ensemble du personnel du CRNB, et en particulier celui du département DEMEM; M. Kadouma, A. Sari, N. Selmi, N. Berbeche, A. Sliman, O. Laaer et B. Abdeloueh, pour leur gentillesse et collaboration avec qui j'ai passé de bons moments, ainsi qu'à toutes celles et ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ma thèse.



# Sommaire

# Sommaire

**Introduction générale**.....1

## **Chapitre 1: La précipitation dans les alliages Al-Mg et Al-Cu**

1.1. Décomposition d'une solution solide cristalline sursaturée.....4

    1.1. 1. *La germination*.....4

    1.1. 2. *La croissance*.....7

    1.1. 3. *La coalescence*.....8

1.2. La précipitation dans les alliages des systèmes Al-Mg et Al-Cu.....8

    1. 2.1. La précipitation dans les alliages du système Al-Cu..... 9

        1. 2.1.1. *Précipitation des zones GP*.....10

        1. 2.1.2. Précipitation de la phase  $\theta''$  .....12

        1. 2.1.3. Précipitation de La phase  $\theta'$  .....13

        1. 2.1.4. Précipitation de la phase  $\theta$ .....13

    1. 2.2. La précipitation dans les alliages du système Al-Mg.....14

        1. 2.2.1. *Précipitation des zones de GP et  $\beta'$* .....16

        1. 2.2.3. *Précipitation de la phase intermédiaire  $\beta'$* .....17

        1. 2.2.3. *Précipitation de la phase d'équilibre  $\beta$* .....18

## **Chapitre 2: la déformation plastique, la restauration et la recristallisation**

2. 1. La déformation plastique des matériaux métalliques.....19

    2. 1. 1. *La contrainte résolue de cisaillement*.....20

    2. 1. 2. *La relation entre le système  $\epsilon$  glissement et la structure cristalline*.....21

    2. 1. 3. *La loi de la contrainte critique de cisaillement*.....22

    2. 1. 4. *Le glissement multiple*.....24

2. 2. La restauration et la recristallisation.....25

    2. 2. 1. *La restauration*.....26

        2. 2. 1. a. *La restauration des propriétés électriques*.....27

        2. 2. 1. b. *La restauration de l'énergie stockée interne*.....27

        2. 2. 1. c. *La restauration des propriétés mécaniques*.....28

2. 2. 1. d. La restauration de la microstructure.....	30
2.2.2. La recristallisation.....	31
2.2.2. 1. Les microstructures de déformation.....	31
2.2.2.3. Les lois de la recristallisation.....	32
2.2.2.3. Les cinétiques de la recristallisation.....	34
2.2.2.4. La germination des nouveaux grains.....	35
1. La germination classique par les fluctuations thermiques.....	36
2. La croissance des régions de polygonisation de la structure déformée.....	37
3. La coalescence des sous – grains.....	37
4. Le modèle basé sur la migration de joints de grains induite par les contraintes.....	37
2.2.2.5. La croissance des germes de la recristallisation.....	38
2.2.3. La croissance des grains.....	39
2.3. Les textures de la recristallisation.....	42

### ***Chapitre 3 : Matériaux étudiés et Méthodes expérimentales utilisées***

3.1. Alliages étudiés.....	44
3.1.1. Elaboration des alliages.....	44
3.1.2. Traitements thermiques et mécaniques appliqués.....	44
3.2. Méthodes expérimentales utilisées.....	45
3.2.1. Analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	45
3.2.2. Analyse dilatométrique différentielle.....	46
3.2.3. La diffraction des rayons X.....	46
3.2.4. Microdureté.....	46

### ***Chapitre 4: Résultats expérimentaux et discussion***

#### ***4.1. Cas de l'alliage Al - 12 % mass. Mg***

4.1.1. Etat de trempe.....	49
a. l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	49
b. L'analyse dilatométrique différentielle.....	56
c. L'étude par diffraction in situ des rayons X (DRX).....	61

<i>d. L'étude métallographique.....</i>	<i>67</i>
<b>4.1.2. Etude de l'interaction entre les processus de restauration et de recristallisation et la précipitation durant les traitements anisothermes.....</b>	<b>71</b>
<i>a. Introduction.....</i>	<i>71</i>
<i>b. L'analyse dilatométrique différentielle.....</i>	<i>71</i>
<i>    1. Cas d'une légère déformation (<math>\epsilon = 8\%</math>).....</i>	<i>71</i>
<i>    2. Cas d'une déformation de <math>\epsilon \approx 16\%</math>.....</i>	<i>72</i>
<i>    3. Cas d'une déformation de <math>\epsilon = 30\%</math>.....</i>	<i>73</i>
<i>    4. Cas d'une déformation de <math>\epsilon = 50\%</math>.....</i>	<i>74</i>
<b>4.3. L'étude par diffraction des rayons X à hautes températures.....</b>	<b>77</b>
<b>4.2. Cas de l'alliage Al – 4,5 % mass. Cu</b>	
<i>a. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....</i>	<i>93</i>
<i>b. L'analyse dilatométrique différentielle.....</i>	<i>102</i>
<i>c. Etude par diffraction des rayons X à hautes températures.....</i>	<i>106</i>
<i>d. L'analyse métallographique.....</i>	<i>119</i>
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>122</b>
<b>Références.....</b>	<b>124</b>



# *Introduction*

## *générale*



## Introduction générale

Même si les aciers sont les matériaux les plus utilisés dans l'industrie, les besoins récents d'une réduction de masse et de coût avec une augmentation de la résistance à la corrosion atmosphérique font des alliages d'aluminium des candidats naturels. En effet, ils peuvent posséder des caractéristiques mécaniques et physico-chimiques excellentes pour une masse et un coût plus faibles. Avec le développement des instruments d'observation et de caractérisation, la précipitation dans les alliages d'aluminium est devenue l'un des sujets les plus étudiés dans la métallurgie physique.

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural ont fait l'objet d'une recherche scientifique intense qui, grâce à l'innovation industrielle et les récents progrès des instruments d'observation et de caractérisation, a connu un grand progrès, et progresse encore. La précipitation d'une nouvelle phase, de manière extrêmement fine, à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium.

La taille, la cohérence, la morphologie et la densité numérique des particules de la phase précipitée contrôlent le durcissement de l'alliage, alors que la taille de grains de la matrice contrôle sa ductilité. Ces caractéristiques microstructurales peuvent être affectées essentiellement par deux facteurs: la température de vieillissement et le taux de la déformation plastique généralement effectuée entre le traitement d'homogénéisation et de vieillissement.

La déformation plastique, après l'homogénéisation durcit le matériau par l'introduction d'une forte densité de dislocations et par la création d'une solution solide sursaturée qui a un potentiel non seulement pour la précipitation mais aussi pour les processus de restauration et de recristallisation au cours du vieillissement à une température élevée.

Le vieillissement des matériaux déformés, peut se produire dans des conditions isothermes ou anisothermes. Dans le premier cas, malgré le grand nombre de recherches académiques et industrielles et des résultats obtenus, l'interaction entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation n'est pas encore

bien comprise, à cause des complications dues au chevauchement de ces processus durant le vieillissement. En plus, l'interaction entre ces processus durant le chauffage continu n'a pas été bien étudiée. Pourtant au cours de leur utilisation, les pièces formées à base d'alliages de ce type peuvent facilement subir des chauffages continus.

Du point de vue thermodynamique, les transformations de phases « anisothermes » diffèrent des transformations de phases « isothermes » en plusieurs points, en particulier, la variation des forces motrices de la diffusion et de la germination ; par conséquent, il peut se produire une altération ou une perturbation des séquences de précipitation et une complication des interactions entre les processus de précipitation, de restauration et de recristallisation.

L'objectif essentiel de notre travail est de mettre en évidence les particularités de la précipitation et des processus de restauration et de recristallisation, se produisant dans deux alliages modèles de deux systèmes bien connus (Al-12 % mass. Mg et Al-4,5 % mass. Cu), lors de traitements anisothermes avec différentes vitesses de chauffage. Les techniques essentielles utilisées sont la dilatométrie différentielle, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie optique et les mesures de la microdureté.

Le présent travail est organisé comme suit:

- Le premier chapitre se propose de rappeler les bases des théories existantes pour décrire la décomposition d'une solution solide sursaturée et de réaliser un état des lieux des études publiées concernant la précipitation dans les alliages des deux systèmes Al-Cu et Al-Mg.
- Dans le second chapitre est présentée une revue bibliographique détaillée sur les processus de la déformation plastique, la restauration et la recristallisation ainsi que l'interaction entre ces processus.
- Le troisième chapitre décrit les matériaux étudiés et les techniques expérimentales utilisées c'est-à-dire, le calorimètre différentielle à balayage (DSC), la dilatométrie et la diffraction des rayons X.
- Le quatrième et dernier chapitre comporte les résultats expérimentaux concernant l'effet de la vitesse de chauffage et la déformation plastique sur les transformations de

phases se produisant dans les alliages Al-12% mass. Mg et Al-4,5% mass. Cu mais aussi leurs interprétations.

Ces chapitres sont précédés par une introduction générale et suivis d'une conclusion générale et une liste des références bibliographiques consultées.



*Chapitre 1*  
*La précipitation*  
*dans les alliages*  
*Al-Mg et Al-Cu*

## ***Chapitre 1: La précipitation dans les alliages Al-Mg et Al-Cu***

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural ont fait l'objet d'une recherche scientifique intense qui, grâce à la progression de l'innovation industrielle, des chercheurs théoriciens, des expérimentateurs et des instruments d'observation et de caractérisation, a connu un grand progrès, et progresse encore. La précipitation d'une nouvelle phase, de manière extrêmement fine, à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium.

La taille, la cohérence, la morphologie et la densité numérique des particules de la phase précipitée contrôlent le durcissement de l'alliage, alors que la taille de grains de la matrice d'aluminium contrôle sa ductilité. Ces caractéristiques microstructurales peuvent être affectées essentiellement par deux facteurs: la température de vieillissement et le degré de la déformation plastique généralement effectuée entre le traitement d'homogénéisation et de vieillissement.

Ainsi, ce premier chapitre propose d'introduire brièvement les théories de germination – croissance – coalescence de la précipitation dans les solutions solides sursaturées, en général, et dans les alliages des systèmes Al-Mg et Al-Cu en particulier, et de réaliser un état des lieux des études publiées concernant la précipitation dans ces alliages afin de situer notre travail.

### **1. 1. Décomposition d'une solution solide cristalline sursaturée:**

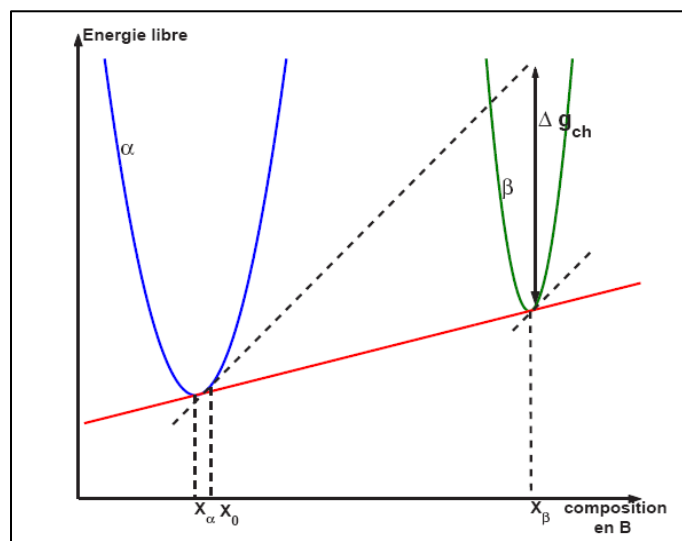
La décomposition d'une solution solide sursaturée est un processus physico-chimique dont les cinétiques sont déterminées par plusieurs facteurs, en particulier la présence des défauts du réseau et leur répartition dans l'alliage, et le type de transformation (décomposition spinodale, précipitation continue et précipitation discontinue). L'intérêt qui s'attache à l'étude de ces réactions est dû principalement aux modifications des propriétés mécaniques des solutions solides qui peuvent en résulter au cours de ces réaction.

La décomposition peut être décrite par la succession de trois étapes : germination, croissance et coalescence.

#### ***1. 1. 1. La germination:***

On considère un alliage binaire A-B où l'élément majoritaire (solvant) est A et l'élément dilué (soluté) est B. Le diagramme de phase A-B présente une lacune de

miscibilité et on s'est placé dans le cas d'une solution solide sursaturée (par mise en solution à une température supérieure à celle du solvus). La phase stable de la matrice est  $\alpha$  et la nouvelle phase stable à germer est  $\beta$ . Si on appelle  $N$  le nombre d'atomes total et  $N_A, N_B$  les nombres d'atomes de A et de B respectivement, tels que  $N = N_A + N_B$ , on peut définir la concentration en B ou fraction atomique  $x_0 = N_B/N$ . La solution étant sursaturée,  $x_0$  est supérieur à  $x_\alpha$ , qui est la concentration d'équilibre en B dans la phase  $\alpha$  à la température T. Si on néglige les effets élastiques, on peut considérer que le système va minimiser son énergie libre et on se trouve dans la situation résumée sur la figure 1.1 [1].



**Fig. 1.1.** Diagramme d'énergie libre dans un alliage binaire A-B présentant une lacune de miscibilité [1].

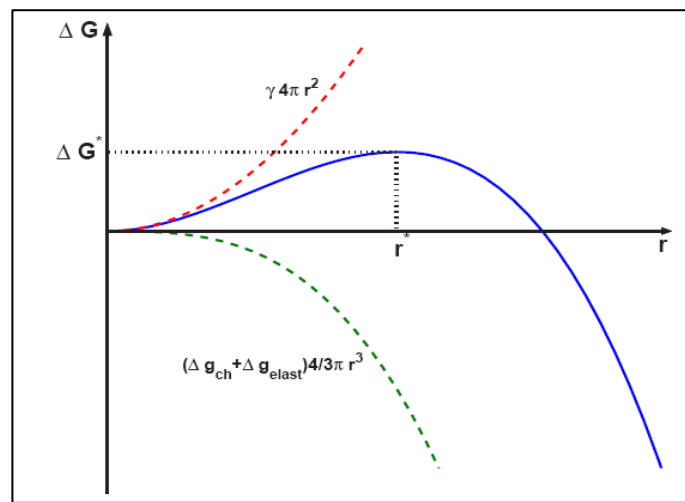
On peut alors définir la force motrice de germination comme la variation d'énergie libre entre l'état où la solution solide est sursaturée et l'état d'équilibre dans lequel les phases  $\alpha$  et  $\beta$  co-existent avec des fractions volumiques déterminées par la règle des segments inverses, et dont les compositions en élément B sont les compositions d'équilibre  $x_\alpha$  et  $x_\beta$ . Cette force motrice chimique de germination  $\Delta g_{ch}$ , négative dans ce cas, est représentée sur la figure 1.1. Elle dépend fortement de la sursaturation  $x_0 - x_\alpha$ . Par ailleurs, la prise en compte des effets élastiques rajoute un terme d'énergie élastique  $\Delta g_{elast}$  qui tend à augmenter l'énergie du système. La contribution de ces deux termes dépend du volume de phase  $\beta$  créée [1, 2]

Les atomes de B diffusant thermiquement dans  $\alpha$ , des germes de composition  $x_\beta$  sont susceptibles de se former lors de fluctuations de composition. Cependant, la formation d'une interface  $\alpha/\beta$  va créer une énergie de surface  $\gamma$  dont il convient de tenir

compte lors des calculs de stabilité du germe. Ainsi, l'énergie du germe que l'on suppose sphérique peut être exprimée en fonction de son rayon  $r$  par la somme d'un terme volumique et d'un terme surfacique :

$$\Delta G(r) = \frac{4\pi}{3} r^3 (\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast}) + 4\pi r^2 \gamma \quad (1.1)$$

La compétition entre le terme volumique négatif et le terme surfacique positif donne lieu à un maximum. Le rayon pour lequel ce maximum est atteint est appelé rayon critique de germination  $r^*$  (fig. 1.2) et correspond à une taille critique en nombre d'atomes  $n^*$  [1, 2]



**Fig. 1.2.** Variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe sphérique en fonction de son rayon.

La valeur de  $r^*$  est donnée par la relation:

$$\left. \frac{d(\Delta G)}{dr} \right|_{r=r^*} = 0 \quad (1.2)$$

Ce qui conduit à:

$$r^* = \frac{-2\gamma}{\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast}} \quad (1.3)$$

La barrière à franchir pour former un germe viable est donnée par:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi}{3} \frac{\gamma^3}{(\Delta g_{ch} + \Delta g_{elast})} \quad (1.4)$$

Ces relations consistent à dire qu'un germe ayant atteint la taille critique "plus un atome" se mettrait à croître instantanément. En réalité, l'agitation thermique à un grand effet sur le rayon critique de germination, Zeldovich a montré qu'un apport  $kT$  dû à l'agitation thermique peut conduire à l'augmentation ou la diminution de la barrière de

germination et donc, un germe qui un rayon légèrement supérieur à  $r^*$  peut très bien se redissoudre [3].

### *1.1. 2. La croissance:*

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la phase  $\beta$  se fait à l'aide de deux types de flux: un échange d'atomes A et d'atomes B à travers l'interface  $\alpha/\beta$  et la diffusion en volume des atomes B. Au début du phénomène la quantité d'atomes qui traversent l'interface  $\alpha/\beta$  par unité de temps est faible car l'aire de l'interface est limitée et parce que la distance sur laquelle la diffusion doit se produire est voisine de zéro, c'est donc la traversée de l'interface qui est la plus lente. Mais lorsque les précipités sont plus gros, c'est l'inverse qui est vrai : le flux de diffusion diminue progressivement parce que la disparition continue du soluté de la solution solide réduit le gradient de concentration qui est la force motrice de la diffusion tandis que le flux total à travers l'interface augmente avec l'aire de ce dernier.

La vitesse de croissance dépend alors de la vitesse à laquelle les atomes sont apportés vers ou éloignés de l'interface par diffusion (croissance commandée par la diffusion dans la phase mère), et de la vitesse à laquelle ils traversent l'interface (croissance commandée par la traversée de l'interface).

Dans le cas d'une croissance contrôlée par la diffusion en volume, des calculs [4] ont permis de prédire que la croissance devrait obéir à une équation de la forme :

$$r = \alpha (Dt)^{1/2} \quad (1.5)$$

où :

$r$  : le rayon du précipité après un temps  $t$ ,

$D$  : le coefficient de diffusion en volume,

$\alpha$  : est fonction de la sursaturation.

La plupart des résultats expérimentaux sont en accord avec cette formule. Pour les précipités de forme aplatie, des calculs similaires ont donné une évolution parabolique analogue au premier cas. Cependant dans le cas d'une structure de Widmanstätten la vitesse de croissance se révèle plus lente que la prédiction théorique, à cause justement du fait que cette structure se caractérise par une bonne correspondance entre la matrice et les précipités, ce qui favorise l'apparition d'interfaces cohérents ou semi-cohérents qui présentent une mobilité réduite.



### 1.1.3. La Coalescence

Lorsque la sursaturation autour des précipités existants devient très faible, la croissance par apport de solutés venant de la matrice devient très lente. La solubilité autour des précipités de petite taille étant plus grande, ceux-ci vont avoir tendance à se dissoudre alors que les plus grands vont continuer à croître, réduisant ainsi l'énergie totale du système. Il existe un rayon critique correspondant à une vitesse de croissance nulle. Ce rayon s'écrit en fonction de la concentration  $x(t)$  de la matrice :

$$r^{**} = \frac{2\gamma\mathcal{W}_\beta}{kT} \frac{1}{\ln\left(\frac{x(t)}{x_\alpha}\right)} \quad (1.6)$$

Dans les alliages infiniment dilués, en phase de coalescence pure, l'évolution du rayon moyen  $\bar{r}$  de particules sphériques peut être décrite à l'aide de la relation dite de LSW du nom des chercheurs ayant travaillé sur le sujet Lifschitz et Slyozov [5] et Wagner, [6]:

$$\bar{r}^3 - \bar{r}_0^3 = \frac{8}{9} \frac{D\gamma\mathcal{W}_\beta}{kT} \frac{x_\alpha}{x_\beta - x_\alpha} t \quad (1.7)$$

Dans le cas d'une croissance contrôlée par la diffusion en volume, le rayon des précipités croît donc en  $t^{1/3}$ . On peut s'intéresser également à la sursaturation de la matrice  $x(t) - x_\alpha$  qui décroît en  $t^{1/3}$ . Dans le cas d'une croissance contrôlée par les réactions d'interfaces, le rayon suit cette fois une croissance en  $t^{1/2}$  et la sursaturation décroît comme  $t^{-1/2}$  [5].

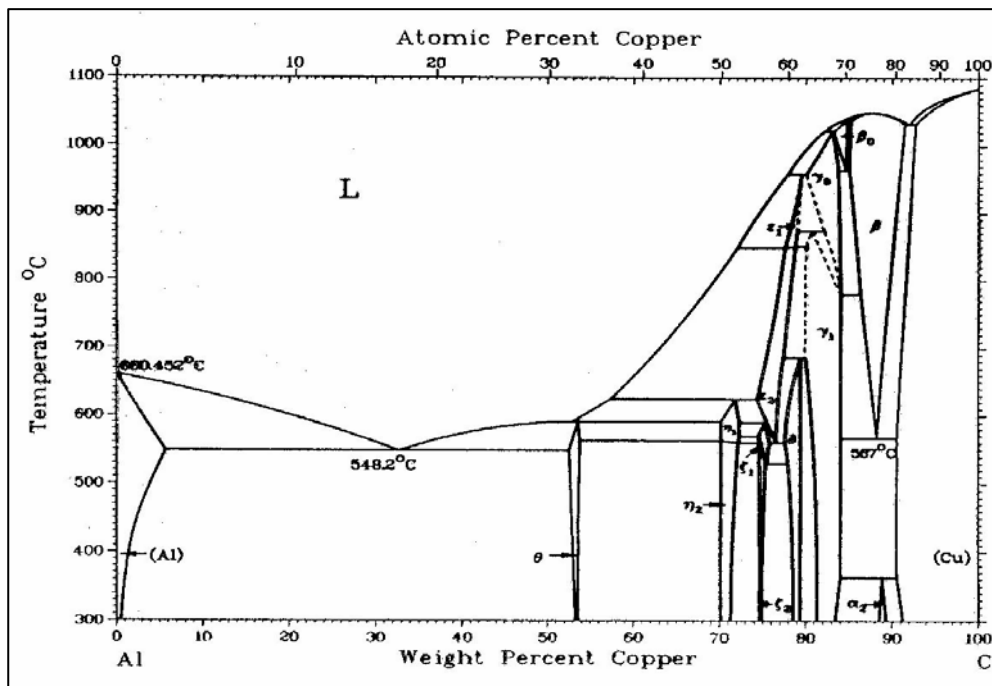
## 1. 2. La précipitation dans les alliages des systèmes Al-Mg et Al-Cu

La précipitation dans les alliages des systèmes Al-Mg et Al-Cu, objets de notre étude, a déjà été étudiée expérimentalement par le passé dans le laboratoire de Transformations de Phases sous la direction de Mr le Professeur D. Hamana [7-21]. La dilatométrie différentielle, l'analyse calorimétrique différentielle, la microscopie électronique en transmission et la diffraction des rayons X ont constitué les techniques essentielles dans ses études. A travers ces études et d'autres, la décomposition des solutions solides sursaturée de ces alliages sous différentes conditions peut se résumer dans les points suivants.

**1. 2.1. La précipitation dans les alliages du système Al-Cu:**

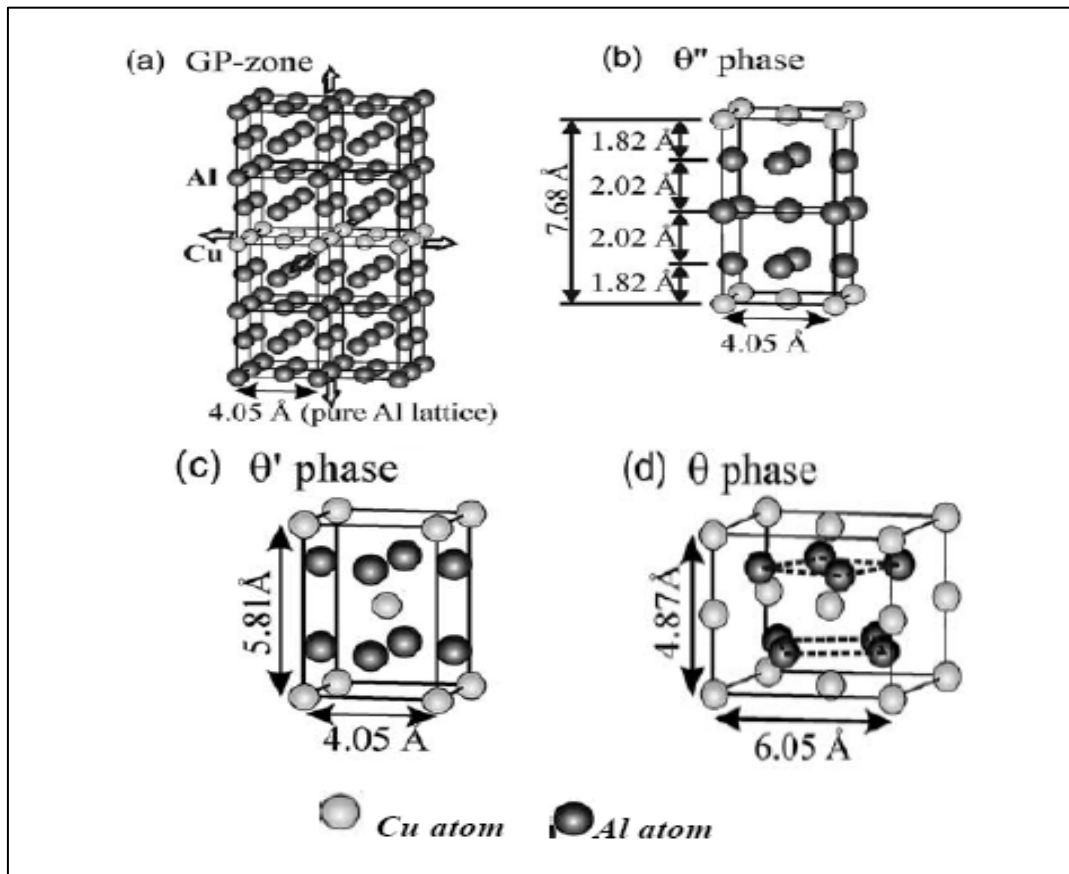
La séquence de précipitation dans les alliages du système Al-Cu est l'une des séquences de précipitation les plus complexes, des alliages d'aluminium à durcissement structural [22, 23]. La solubilité du cuivre dans l'aluminium de structure CFC est maximale (de  $2.48 \pm 0.05$  at. %) à la température de l'eutectique ( $548.2$  °C) et diminue avec la diminution de la température [24]. Quand un alliage de composition chimique comprise entre 0,5 et 2,48 % at. Cu, est homogénéisé à une température de  $540$  °C puis rapidement refroidi à une basse température, le cuivre sera retenu dans la solution solide et donne ainsi, une solution solide sursaturée (Fig. 1.3). Durant les traitements thermiques ultérieurs, cet alliage monophasé se décompose en une séquence des phases métastables et stables. Plusieurs investigations ont été consacrées à l'étude des détails de la précipitation dans les alliages de ce système [23-30], en utilisant des modèles théoriques ainsi que des techniques expérimentales sophistiquées [31]. Il est établi que la séquence de précipitation varie avec la composition de l'alliage et la température du traitement thermique appliqué, mais, la séquence de précipitation communément admise pour ces alliages est la suivante:

Solution solide sursaturée (s.s.s.)  $\rightarrow$  zones GP  $\rightarrow$  phase  $\theta'$  (ou GP(II))  $\rightarrow$  phase  $\theta'$   
 $\rightarrow$  phase stable  $\theta$ .



**Fig. 1.3.** Diagramme d'équilibre Al-Cu.

Cependant, malgré cette intense recherche, on trouve dans la littérature beaucoup de contradiction en ce qui concerne le nombre des phases métastables, leurs compositions chimiques ainsi que les cinétiques et les mécanismes de leur formation et croissance [23, 32]. Les structures de ces phases qui se forment dans la matrice de l'aluminium, ont été intensivement examinées par les méthodes de la diffraction, depuis leurs découvertes. La figure 1.4 illustre les structures atomiques, généralement acceptées, pour les différentes phases de la séquence de précipitation dans les alliages du système A-Cu [33].



**Fig. 1.4.** Les structures cristallines des phases (a) les zones GP, (b) la phase  $\theta''$ , (c) la phase  $\theta'$  et la phase  $\theta$  [33].

**1. 2.1.1. Précipitation des zones GP:** elles se forment durant les premiers stades de la décomposition des solutions solides sursaturées de plusieurs alliages sous différentes formes (plaquettes, sphériques et aiguilles) selon la différence entre les diamètres atomiques des atomes du soluté et du solvant [31].

Dans les alliages Al-Cu, les premières structures des zones G.P., ont été proposées par Guinier [34, 35] et Preston [36] qui ont interprété leurs résultats de

diffraction des rayons X par la présence de plaquettes riches en Cu situées dans les plans {100} de la matrice.

Gérolid [37] a proposé un modèle, également obtenu par diffraction des rayons X, qui reste toujours l'un des plus cités dans la littérature. Il propose une structure monocouche ne contenant que des atomes de cuivre. Le réseau subit une contraction sur cet amas avec une amplitude de 10 % pour le premier plan. L'amplitude de cette distorsion décroît linéairement avec la distance et s'annule au 15<sup>ème</sup> plan.

De nombreux autres modèles et observations ont proposé la coexistence de multicouches [38-40]. Ces résultats sont obtenus respectivement par diffraction X, diffraction des neutrons et microscopie électronique à haute résolution (MEHR).

Jouffrey et Dorignac [41] ont observé par MET une zone G.P. dans laquelle une colonne sur deux présentait un contraste surbrillant donc une teneur en Cu proche de 50 % et peut-être une structure ordonnée.

Schönfeld et al. [42] modélisent leurs résultats de diffraction des neutrons par un cristal contenant des zones bi-couches et mono-couches. Ces dernières sont majoritaires. La composition moyenne de leurs zones G.P. serait de 84 %. Karlik et al. [31] ont étudié la teneur en cuivre des zones par comparaison du contraste d'images obtenues expérimentalement par microscopie électronique en transmission à haute résolution et simulées. Ils confirment la coexistence de zones de différentes compositions (variant de 40 % à 100 % Cu).

L'évolution de la puissance des calculateurs permet aujourd'hui de modéliser la séquence de précipitation. Takeda et Chiou [43] ont utilisé un calcul basé sur les orbitales moléculaires afin d'étudier la stabilité des zones GP dans différents plans de la matrice ({100}, {111} et {110}), leur structure et leur teneur en cuivre. Dans leurs calculs, ils ont négligé les champs de déformation autour des zones. D'après leur étude, le plan d'habitat le plus favorable est de type {100} et les structures ordonnées avec des teneurs en Cu de l'ordre de 50 % sont les plus stables. Une autre étude basée sur la morphologie des précipités obtenus dans différents alliages est faite par Wang et al. [44] qui mettent en évidence la mise en plaquettes des précipités lorsqu'il existe un fort effet de taille entre les atomes solvant et soluté. Wolverton [45] par l'insertion d'un calcul thermodynamique dans un algorithme de Monté-Carlo, montre que la structure des zones la plus probable correspond dans son modèle à une monocouche 100 % cuivre et le premier plan d'aluminium subit une contraction de 16,4 % vers la zone. Il

suggère de plus qu'à partir d'une certaine taille ( $\sim 150$  Å), la transition G.P.I et G.P.II est énergiquement favorisée.

#### *1. 2.1.2. Précipitation de la phase $\theta''$ :*

La phase  $\theta''$  (ou G.P.II) qui apparaît à des températures comprises entre 130 et 200 °C correspond au début de la mise en structure quadratique (Fig. 1.4b). Elle se présente sous la forme de plans riches en Cu (dans les plans  $\{100\}$  de la matrice) séparés par deux (G.P.II (2)) ou trois (G.P.II (3)) plans riches en Al [46]. Cette phase qui est toujours cohérente est en partie responsable du maximum de durcissement des alliages du système Al-Cu.

L'idée qu'il y ait apparition d'une seconde phase cohérente au cours du vieillissement des alliages du système Al-Cu après les zones G.P.I et avant la formation des phases  $\theta'$  et  $\theta$ , a été proposée pour la première fois par Guinier [47]. Il a détecté l'apparition de réflexions de Bragg supplémentaires associées à ces zones. Guinier a postulé que la structure de ces zones consiste en une couche centrale de cuivre entourée par deux couches  $5/6$  Al et deux couches Al pour donner la même composition du précipité d'équilibre  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ). Malheureusement, le modèle n'était pas convenable vis à vis des mesures quantitatives de l'intensité diffusée le long de  $[100]$  dans le réseau réciproque [48].

Gérolid [37] a proposé un modèle différent dans lequel deux couches des plans  $\{100\}$  du cuivre pur sont séparées par trois couches d'aluminium pur. L'espacement entre ces couches 1.82, 2.02, 2.02 et 1.82 Å est choisi pour avoir une longueur axiale égale à 7.68 Å pour le modèle tétragonale déterminé à partir des réflexions supplémentaires. Il faut noter que l'espacement 1.82 Å est celui des plans  $\{100\}$  du Cu pur alors que 2.02 Å correspond à celui de l'aluminium pur. Bien qu'il soit le modèle le plus favorisé, il ne satisfait pas la distribution de l'intensité des réflexions de la phase  $\theta''$ .

En examinant l'effet de contraste dans des images obtenues au MET à champ clair, Nicholson et Nutting [49] suggèrent que  $\theta''$  se présente sous forme d'une série alternative de plans Al et Cu dans les plans  $\{100\}$  de la matrice. Dans une étude similaire faite par MET à haute résolution, Sato et al. [50] et Yoshida et al. [51] ont favorisé le modèle de Gérolid bien qu'il n'y ait pas d'accord entre l'image du réseau calculé et celui observé.

### ***1. 2.1.3. Précipitation de La phase $\theta'$ :***

La phase  $\theta'$  qui se présente sous forme de plaquettes dont les grandes faces sont cohérentes et parallèles aux plans  $\{100\}$  de la matrice a une structure tétragonale ( $a = 0,404$  nm et  $c = 0,581$  nm) (Fig. 1.4c). Les petites faces sont semi-cohérentes et présentent des dislocations de désaccord de type  $b=a/2\langle 100 \rangle$ . L'énergie d'interface est de l'ordre de  $0,1$  à  $0,23$  J.m<sup>-2</sup> [52].

Aaronson et Laird [53] ont démontré par exemple que les champs de contraintes des plaquettes de  $\theta'$  ne sont pas entièrement relâchés quand ces dernières deviennent incohérentes. Ces chercheurs mettent en évidence la présence de boucles de dislocations avec un vecteur de Burgers normal aux plaquettes  $b=n(001)_{\theta'}$ . Les dislocations d'accommodation dans les coins des plaquettes sont étroitement espacées et leur présence est associée avec une grande anisotropie de l'énergie libre interfaciale. Il est cependant clair que les grandes contraintes élastiques obtenues au cours du stade de germination de la phase  $\theta'$  font en sorte qu'elle germe préférentiellement sur les dislocations, puis dans les champs de contraintes des plaquettes existantes.

Headley et Hren [54] ont montré que beaucoup de précipités  $\theta'$  germent au cours de la trempe à partir de la solution solide sursaturée. Après la germination, les plaquettes  $\theta'$  croissent par le processus de diffusion à longue distance.

Nicholson, et al. [55] ont étudié les interactions entre dislocations et précipités  $\theta'$  au MET en faisant déplacer les dislocations sous le faisceau d'électrons. Leurs observations de répliques par cette technique montrent des précipités  $\theta'$  cisailés par les dislocations lors de la déformation plastique. Selon eux, l'adoucissement n'est pas dû au changement du type d'interaction (cisaillement/contournement) mais à la disparition des champs de distorsion élastique, à l'appauvrissement de la solution solide et à l'augmentation de la distance entre particules dans le plan de glissement.

### ***1. 2.1.4. Précipitation de la phase $\theta$ :***

La perte de cohérence des précipités au cours du vieillissement est due au grossissement des germes, suivi de l'apparition de réseaux de dislocations parallèles à la direction  $[100]_{\alpha}$  sur les faces larges des précipités  $\theta'$ . Ces dislocations sont en fait des dislocations de "désaccord de structure" ou d'accommodation qui minimisent les

tensions internes dans la matrice. Le processus de perte de cohérence des précipités de la phase  $\theta'$  conduit à la formation d'autres précipités de la phase stable  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ).

Au-dessus de  $300^\circ\text{C}$ , les derniers précipités se forment très rapidement et les particules de la phase d'équilibre  $\theta$  de stœchiométrie  $\text{Al}_2\text{Cu}$  totalement incohérente et de structure tétragonale ( $a = 0.607 \text{ nm}$  et  $c = 0.487 \text{ nm}$ ) (Fig. 4d) prennent place.

L'énergie d'interface est de l'ordre de  $1 \text{ à } 2 \text{ J m}^{-2}$  [52]. Les précipités de cette phase se trouvent sous forme de bâtonnets sans orientation déterminée et leurs sites préférentiels sont les joints de grains.

Il faut signaler l'existence d'une autre explication du passage d'une phase à une autre dans ce système Al-Cu. En effet, d'après Ashby et Jones [56], les étapes de précipitation dans les alliages du système Al-Cu durant le vieillissement sont schématisées dans la figure 5. Des zones G.P. germent sous forme de disques (Fig. 1.5b) à partir de la solution solide (Fig. 1.5a). Les faces des disques sont parfaitement cohérentes avec la matrice. Leurs côtés sont aussi cohérents mais avec une forte déformation (Fig. 1.5c). Certaines zones G.P. croissent pour former les précipités  $\theta''$  (les autres zones G.P. se dissolvent et le cuivre ainsi libéré est incorporé par diffusion aux précipités  $\theta''$  qui grossissent). L'écart paramétrique entre matrice et précipité génère des contraintes élastiques de cohérence. Les précipités  $\theta'$  germent sur les dislocations de la matrice (Fig. 1.5d). Lorsque les précipités  $\theta''$  se dissolvent, le cuivre ainsi libéré est incorporé à la phase  $\theta'$  qui grossit. Les faces des disques sont cohérentes avec la matrice mais leurs côtés ne le sont plus. La phase d'équilibre  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) prend naissance aux joints de grains et aux interfaces  $\theta'/\text{matrice}$  (Fig. 1.5e). Quand les précipités  $\theta'$  se dissolvent, ils cèdent le cuivre à la phase  $\theta$  qui précipite alors de façon complètement incohérente avec la matrice. Par conséquent, elle ne croît plus sous forme de disques mais sous forme de globules.

### **1. 2.2. La précipitation dans les alliages du système Al-Mg:**

La séquence de précipitation rencontrée dans les alliages du système Al-Mg est la suivante [57, 58]:

Solution solide sursaturée  $\alpha \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow$  la phase d'équilibre  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ).

$\beta''$  et  $\beta'$  : étant des phases de transition métastable.

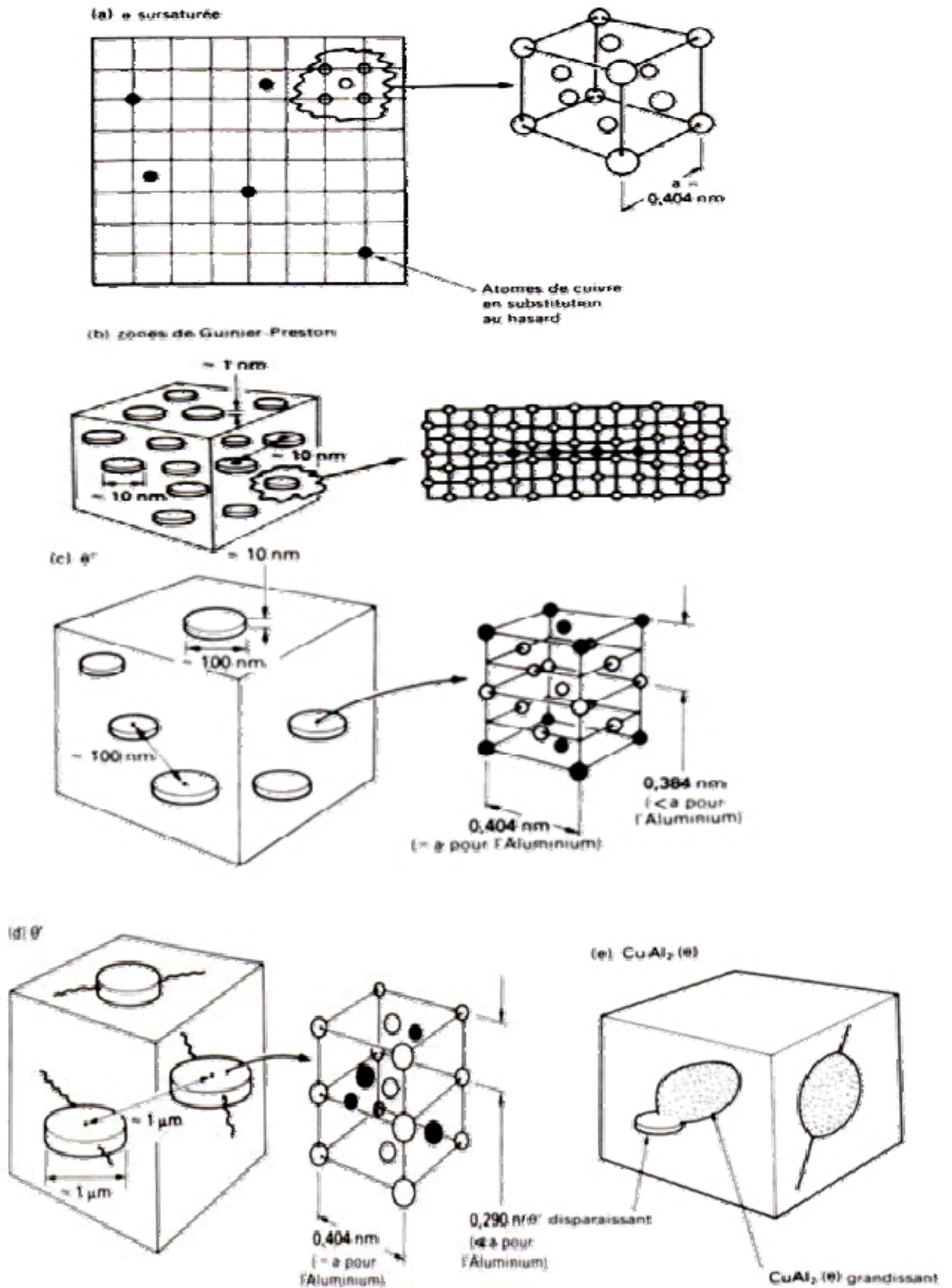
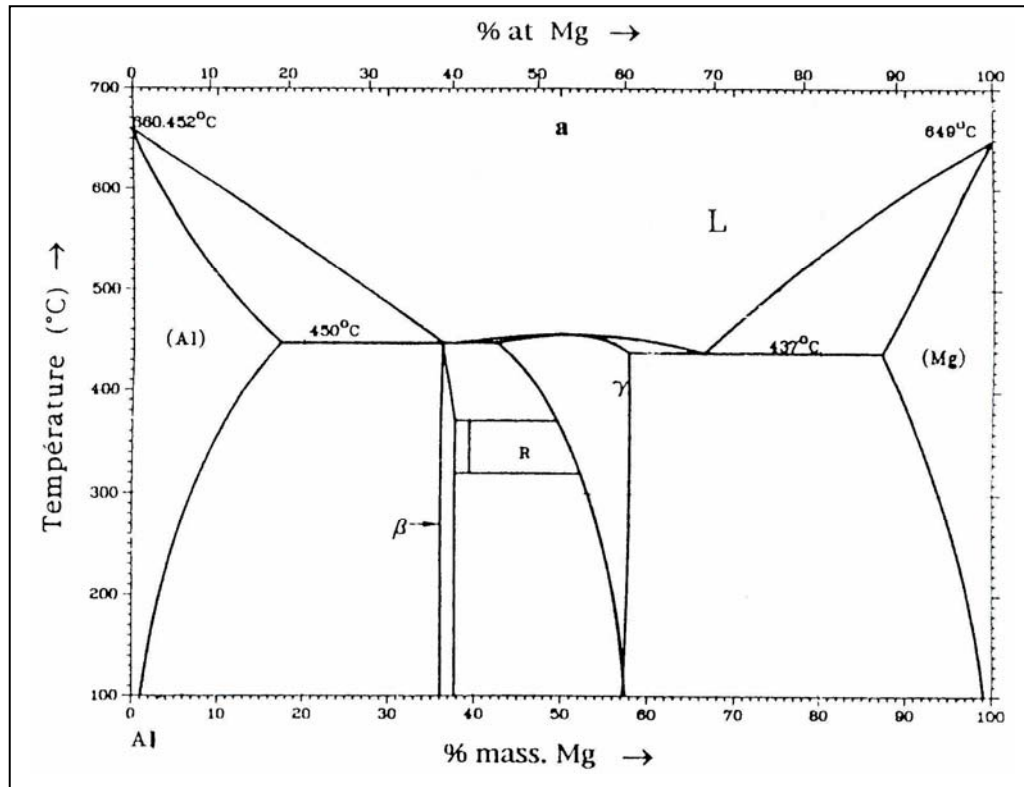


Fig. 1.5. Etapes de précipitation de la phase  $\theta$  ( $\text{Al}_2\text{Cu}$ ) dans le système Al-Cu [56].



Le diagramme d'équilibre du système Al-Mg (Fig. 1.6) [59], présente, pour le côté riche en aluminium, un domaine de solubilité limité à 17,4 % de Mg à 450 °C. Dans le domaine à deux phases, cette solution solide est en équilibre avec le précipité  $\beta$  ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ).



**Fig. 1.6.** Diagramme d'équilibre Al-Mg [59].

### 1. 2.2.1. Précipitation des zones de G P et $\beta''$ :

Le premier stade de la précipitation dans les alliages Al-Mg correspond à la formation des zones G.P., appelé aussi stade de pré-précipitation. Les zones G.P. qui se forment dans les alliages binaires sont de petits domaines enrichis en atomes de soluté. Elles provoquent souvent des distorsions dans le réseau cristallin de la matrice. On qualifie la formation des zones G.P. de pré-précipitation au lieu de précipitation à cause du fait que les rassemblements d'atomes que représente les zones G.P., n'ont pas une structure cristalline avec une périodicité à trois dimensions bien définie, ce qui n'est pas le cas de la phase  $\beta''$  qui en est une bien déterminée. Elles sont cohérentes avec la matrice ce qui les favorise lors de la germination avec une interface totalement cohérente à faible énergie ; cependant, du fait que les atomes de magnésium aient un rayon plus élevé que celui des atomes d'aluminium, ce rassemblement provoquera un effet de taille positif ; ce qui va créer des distorsions dans le réseau soit pour

accommoder la différence de volume, soit pour garder la cohérence des zones avec la matrice. Ces distorsions restent la cause principale du durcissement provoqué par les zones G.P. ; un durcissement qui vient se superposer à celui dû à la solution solide, car il entrave le mouvement des dislocations en les soumettant à un champ de contrainte supplémentaire [18]

La forme que peuvent prendre les zones G.P., dépend fortement de l'ampleur de la déformation nécessaire pour garder la cohérence et pour occuper un volume qui est le plus souvent plus grand (effet de taille négatif) ou plus petit (effet de taille positif). Elles ont une forme de plaquettes fines allongées suivant les directions  $\langle 100 \rangle$  et ayant une épaisseur de un ou deux plans atomiques [60].

La croissance ultérieure par le vieillissement prolongé, transforme les zones G.P. en particules sphériques  $\beta''$  cohérentes de composition  $\text{Al}_3\text{Mg}$  avec un diamètre de 8 à 10 nm ayant une structure ordonnée du type  $L_{12}$  dans laquelle les atomes d'aluminium et de magnésium sont alternativement alignés dans une périodicité tridimensionnelle le long des directions  $\langle 100 \rangle$  [61, 62].

Certains auteurs pensent même que les zones G.P. peuvent se former au cours de la trempe [63] ce qui contredit d'autres [64] qui affirment qu'elles ne peuvent se former que lors du vieillissement ultérieur.

### ***1. 2.2.3. Précipitation de la phase intermédiaire $\beta'$ :***

Une élévation de la température du recuit aux environs de 100 °C [18] conduit à la dissolution des zones G.P. et des particules  $\beta''$  permettant ainsi la formation de la phase intermédiaire également métastable  $\beta'$  qui se forme par germination et croissance sur les hétérogénéités structurales surtout sur celles qui résultent de la condensation de lacunes figées après trempe. Elle apparaît au microscope optique sous forme de lamelles perpendiculaires suivant deux orientations bien définies parallèles aux rangées  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 120 \rangle$  avec des plans d'accolement  $\{100\}$  de la matrice [65], comparable à la structure de Widmanstätten. Elle possède une structure hexagonale de paramètre  $a = 1.002$  nm et  $c = 1.636$  nm et une composition  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  proche de celle de l'équilibre [62].

La stabilité de la phase  $\beta'$  reste mal déterminée ; certains auteurs la situent entre 100 et 200 °C [18], alors que d'autres [67] ont mentionné son existence entre 250 et 300 °C et l'ont décrite comme étant de haute stabilité thermique.

**1. 2.2.3. Précipitation de la phase d'équilibre  $\beta$ :**

Selon le diagramme d'équilibre, le refroidissement suffisamment lent des alliages du système Al-Mg permet d'obtenir la phase d'équilibre dite  $\beta$  [10]. Cependant, elle peut aussi apparaître directement lors de vieillissements après trempe pour des températures supérieures ou égales 250 °C, sans passer par les autres phases intermédiaires. En effet la germination de la phase  $\beta$  s'opère de préférence, et en premier lieu, sur les hétérogénéités de structure, en l'occurrence les joints de grains, ce qui provoque une dégradation des propriétés de l'alliage vis-à-vis de la corrosion surtout lorsque les précipités ont le temps de former un film continu le long du joint.

La phase d'équilibre  $\beta$  cristallise suivant une structure CFC complexe avec un paramètre du réseau  $a = 2,824$  nm et avec des relations d'orientation établies par Bernole [64]  $(001)_{Al} // (001)_{\beta}$  et  $\langle 110 \rangle_{\beta} // \langle 100 \rangle_{Al}$  [10-15].



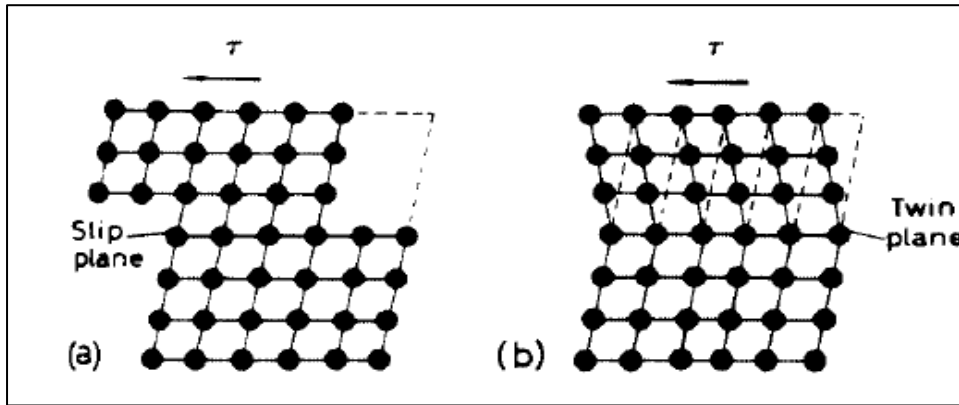
*Chapitre 2*  
*la déformation*  
*plastique,*  
*la restauration*  
*et la recristallisation*

## ***Chapitre 2: la déformation plastique, la restauration et la recristallisation***

Dans ce chapitre nous présenterons une revue bibliographique sur les phénomènes de la déformation plastique, la restauration et la recristallisation des matériaux métalliques. La déformation plastique conduit à l'augmentation de l'énergie libre des matériaux par l'augmentation de la densité des défauts de structure. Le retour vers un état thermodynamiquement plus stable se fait par l'annihilation de ces défauts, au cours d'un traitement thermique [68-70]. Il est généralement connu que le retour vers l'état d'équilibre se fait en deux stages: la restauration et la recristallisation. La restauration se réfère à tous les changements qui ne font pas introduire la migration des joints de grain à grand angle. La recristallisation se fait par la germination de nouveaux grains, généralement, au niveau des joints de grains du matériau déformé, puis leur croissance au dépens de la matrice déformée jusqu'à sa consommation totale [68, 70-73].

### **2. 1. La déformation plastique des matériaux métalliques:**

La limite élastique exacte d'un matériau donné ne peut pas être déterminée, mais, elle peut être considérée comme la contrainte au dessous de laquelle la plasticité irréversible est négligeable et au dessus de la quelle la déformation plastique induite est plus grande que la déformation élastique. Une fois que cette limite élastique est dépassée, il se produit une déformation plastique permanente [71]. Il est établi que la déformation plastique peut avoir lieu par l'un des deux mécanismes simples suivants: le glissement (ou la montée) et le maclage. Durant le processus du glissement montré sur la figure 2.1a, la partie supérieure du cristal se déplace par rapport la partie inférieure, le long de certains plans cristallographiques, dits les plans de glissement, de telle sorte que les atomes avancent par un nombre entier de vecteurs du réseau, et comme une conséquence, la continuité du réseau cristallin est maintenue. Durant le maclage (Fig. 2.1b), les déplacements atomiques ne sont pas de l'ordre des distances interatomiques, bien que le réseau de la zone déformée soit identique au réseau mère, avec une autre orientation cristallographique. Contrairement à la déformation par glissement, la formation des macles, conduit au cisaillement de plusieurs plans atomiques: les atomes de chaque plan sont décalés par une valeur relative au déplacement des atomes du plan situé au dessous de ce plan [71, 73].



**Fig. 2.1.** *Le cisaillement (a) et le maclage d'un cristal (b) [71].*

### 2. 1. 1. La contrainte résolue de cisaillement:

Toutes les opérations de déformation à froid telle que le laminage, l'extraction, le forgeage etc....causent une déformation plastique et donc, ces opérations introduisent les processus de glissement ou de maclage. Les système de contraintes appliquées, durant ces opérations, est souvent très compliqué, mais pour que la déformation plastique puisse se produire, il faut qu'une contrainte de cisaillement soit présente. Cette condition est due au fait que les contraintes de cisaillement apparaissent dans tous les processus de la déformation plastique. Ceci peut être vérifié par l'examen d'un cristal cylindrique de surface  $A$ , dans un essai de traction conventionnel, sous une charge uniaxiale  $P$ . Dans une telle situation, le glissement se produit sur le plan hachuré dans la figure 2.2, ayant une surface  $A/\cos\phi$ , où  $\phi$  est l'angle entre la normale au plan  $OH$  et l'axe de la tension appliquée. La force  $P$  appliquée sur ce plan peut être dévisée en deux composantes: une normale le long de l'axe  $OH$  ( $P\cos\phi$ ) et une autre tangentielle le long de l'axe  $OS$  ( $P\sin\phi$ ). Ici la ligne  $OS$  est la ligne qui a la plus grande pente dans le plan du glissement (par rapport l'axe de traction). La force de cisaillement est ( $P\sin\phi$ ). Il en résulte que la contrainte appliquée (force/surface) est la résultante de deux composantes; une contrainte normale qui tend à arracher les atomes  $(P/A)\cos^2\phi$ , et une contrainte de cisaillement qui tend à faire les atomes glisser les uns sur les autres  $(P/A)\cos\phi\sin\phi$ .

En général, le glissement ne se produit pas pour les lignes ayant une pente inférieure à celle de la ligne  $OS$ . Donc il est nécessaire de connaître la contrainte de cisaillement sur le plan de glissement et dans la direction de glissement. Si on

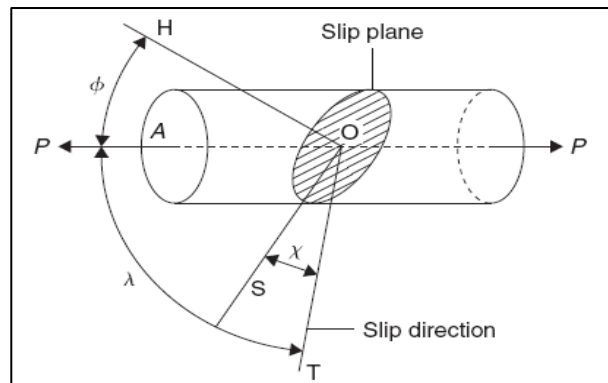
considère que la direction du glissement est  $OT$ , la contrainte de cisaillement sera donnée par:

$$\sigma = P \cos \varphi \sin \varphi \cos \chi / A \quad (2.1)$$

où  $\chi$  est l'angle entre  $OS$  et  $OT$ . Cette formule peut être écrite plus facilement sous la forme:

$$\sigma = P \cos \varphi \cos \lambda / A \quad (2.2)$$

où  $\lambda$  est l'angle entre la direction de glissement et l'axe de la tension appliquée. On peut conclure que la contrainte résolue de cisaillement a une valeur maximale pour les plans de glissement inclinés avec un angle de  $45^\circ$  par rapport à l'axe de la charge, et diminue pour les angles inférieurs ou supérieurs à cette valeur: pour les angles  $\varphi > 45^\circ$  c-à-d le plan de glissement est presque perpendiculaire à l'axe de la charge, il est facile d'imaginer que les contraintes exercées tendent à arracher les atomes du plan de glissement de part et d'autre de ce dernier; quand il est plus parallèle à l'axe de la charge ( $\varphi < 45^\circ$ ), la contrainte de cisaillement est aussi petite, mais cette fois elle est due au fait que la surface du plan de glissement, donnée par  $A/\cos \varphi$ , est plus importante.



**Fig. 2.2.** La relation entre le plan du glissement, la direction du glissement et l'axe de la charge appliquée au cours d'un essai de traction d'un cristal cylindrique [73].

### 2. 1. 2. La relation entre le système de glissement et la structure cristalline:

La compréhension fondamentale de la déformation plastique a été établie grâce aux études faites sur les monocristaux, car si un polycristallin était utilisé dans ces études, le résultat obtenu représente le comportement moyen d'un ensemble de grains différemment orientés [71, 73, 74]. De telles expériences avec les monocristaux ont montré que, malgré que la contrainte de cisaillement soit maximale le long des directions ayant la plus grande pente dans les plans faisant l'angle  $45^\circ$  avec l'axe de la charge exercée, le glissement se produit sur certains plans et le long de certaines

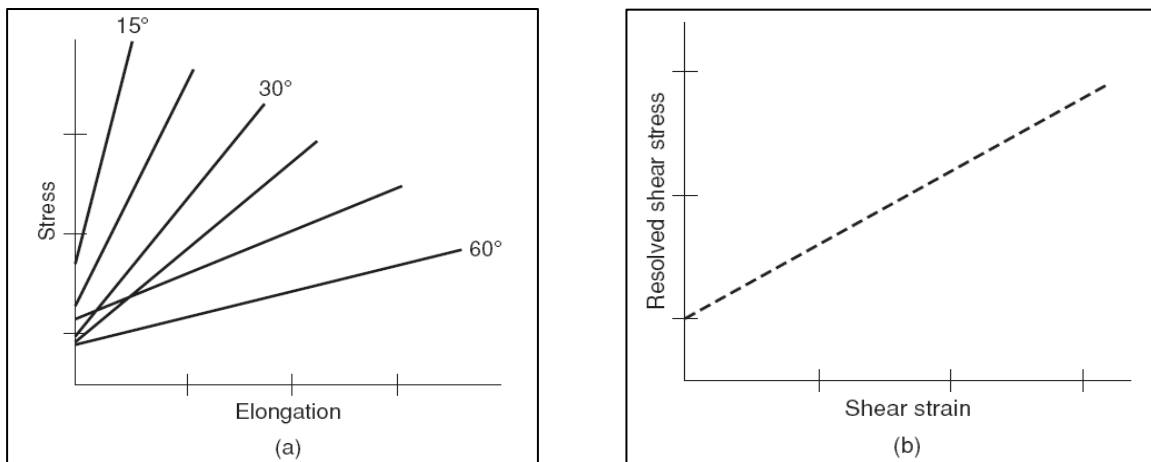
orientations cristallographiques. D'une manière générale, il existe trois lois essentielles qui peuvent gouverner le glissement: (1) la direction du glissement est généralement celle où les atomes sont plus compactés, (2) le glissement se produit sur les plans les plus denses, et (3) parmi les systèmes de glissement (plan et direction), le glissement se produit seulement sur les systèmes pour lesquels la contrainte de cisaillement est la plus grande. Pour les métaux de structure CFC, ces lois sont applicables; le glissement se produit le long des directions  $\langle 110 \rangle$  sur les plans  $\{111\}$ . Dans les métaux de structure HCP, le glissement a lieu le long des directions  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , car ces directions sont toujours les plus denses, cependant, les plans actifs dépendent de la valeur du taux axial  $c/a$ ; pour les métaux ayant une valeur  $c/a$  supérieure à la valeur idéale ( $c/a = 1,633$ ), cas des métaux cadmium et zinc, les plans les plus denses sont les plans de base  $\{0\ 0\ 0\ 1\}$ , et le glissement est actif dans ces plans. Dans le cas où le taux axial est sensiblement inférieur au taux idéal, les plans de bases ne sont pas les plans les plus denses et le glissement est actif dans d'autres plans. Par exemple, dans le zirconium ( $c/a = 1.589$ ) et le titan ( $c/a = 1.587$ ), le glissement a lieu dans les plans  $\{10\bar{1}0\}$  à la température ambiante et sur les plans  $\{10\bar{1}1\}$  à haute températures. Dans le magnésium, le taux axial ( $c/a = 1.624$ ) est proche de la valeur idéale, et les plans de glissement actifs à basses températures sont les plans de base; pour les températures supérieures à 225 °C, le glissement peut aussi se produire dans les plans  $\{10\bar{1}1\}$ . Pour les métaux de structures CC, la direction la plus dense est toujours  $\langle 111 \rangle$ , mais plusieurs plans ont également la plus grande densité  $\{1\ 1\ 2\}$ ,  $\{1\ 1\ 0\}$  et  $\{1\ 2\ 3\}$ . Le choix du plan de glissement dans ces métaux est généralement influencé par la température: les plans  $\{1\ 1\ 2\}$  pour les températures inférieures à  $T_f/4$ , les plans  $\{1\ 1\ 0\}$  pour les températures incluses entre  $T_f/4$  et  $T_f/2$  et les plans  $\{1\ 2\ 3\}$  à haute température, où  $T_f$  est la température de fusion [71, 73, 74].

### **2. 1. 3. La loi de la contrainte critique de cisaillement:**

Cette loi affirme que le glissement a lieu, dans une direction et dans un plan donnés, seulement si la contrainte de cisaillement dépasse une certaine valeur dite critique. A cause de la grande symétrie des différents réseaux cristallins, il existe plusieurs systèmes de glissement qui peuvent être considérés équivalents. Par exemple dans le réseau HCP, le glissement a trois systèmes équivalents formés par un



seul plan (le plan de base) contenant trois directions; le réseau CFC possède douze systèmes de glissement formés par quatre plans de glissement chaque plan ayant trois directions de glissement. Cependant, les cristaux CC ont plusieurs systèmes de glissement équivalents. Dans ces conditions, le glissement se produit, en premier lieu, dans les plans et les directions soumis à la contrainte maximale de cisaillement (la loi 3). Ceci a été montré en testant une série des monocristaux de zinc dans des essais de traction [71, 73]. Du fait que le zinc est de structure HCP, un seul plan est possible pour le glissement, c'est le plan de base, et les courbes contrainte – déformation, résultantes dépendent de l'inclinaison de ce plan par rapport à l'axe de la traction. Le choix de cet angle ( $\varphi$  dans les équations (1) et (2)) est difficile car il est difficile de contrôler la direction de croissance des monocristaux, et par conséquent, tous les monocristaux ont des valeurs différentes de l'angle  $\varphi$ , et les courbes contraintes – déformation ont aussi des valeurs différentes de la contrainte de déformation plastique (Fig. 2.3a). Cependant, le tracé de la contrainte résolue de cisaillement (c'est à dire la contrainte appliquée sur le plan de glissement dans la direction de glissement) en fonction de la contrainte appliquée doit être commun pour tous les monocristaux. Cette courbe est présentée dans la figure 2.3b [71, 73].



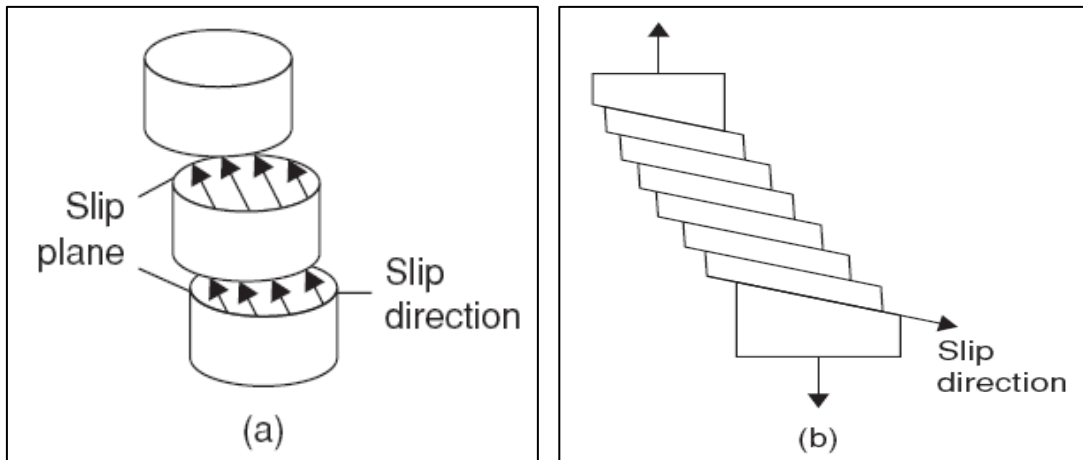
**Fig. 2.3.** La variation des courbes contraintes – déformation en fonction de l'orientation du plan basal (a) et la variation de la contrainte résolue de cisaillement en fonction des contraintes de cisaillement appliquées [71].

L'importance de la contrainte critique de cisaillement peut être démontrée en donnant l'exemple d'un monocristal avec le plan de base perpendiculaire à la direction de traction c'est à dire  $\varphi = 0$ , dans un test de pliage. Contrairement à l'essai de traction, où ce monocristal apparaît fragile, le matériau possède une certaine ductilité car la contrainte de cisaillement sur le plan de glissement est nulle seulement pour le test de

traction et non pas pour l'essai de pliage. Par contre, si on prend un monocristal qui a un plan de base parallèle à la direction de traction (c à d  $\varphi = 90^\circ$ ), cet échantillon montrera un comportement fragile quelque se soit le système des contraintes appliquées. Dans ce cas, la contrainte de cisaillement appliquée est petite bien que la force de cisaillement soit grande, à cause de la grande surface du plan de glissement. Donc la contrainte de cisaillement est toujours très petite et insuffisante pour produire la déformation par glissement [71, 73, 74].

#### 2. 1. 4. Le glissement multiple:

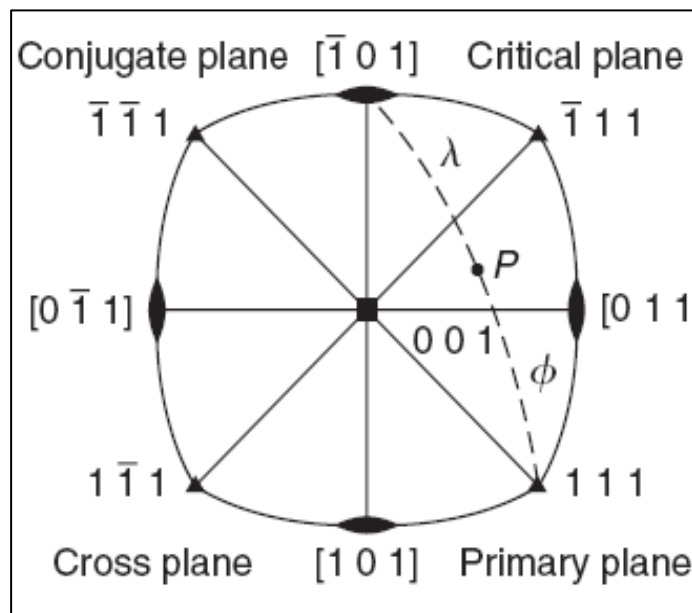
L'observation des surfaces des monocristaux déformés montre l'existence de bandes de glissement, chacune est constituée de plusieurs lignes de glissement. Une telle constatation montre que la déformation est hétérogène: le glissement est très actif dans certains plans, alors que les plans situés entre ces plans restent pratiquement non déformés. La figure 2.4. a et b montre un ensemble de plans cisailés, les uns sur les autres, dans la direction du glissement.



**Fig. 2.4.** *Le processus du glissement dans un monocristal non fixé par ses extrémités* [69].

Dans les essais de traction les limites des éprouvettes sont fixées par les poignées de la machine de traction. Dans ces conditions, la partie moyenne de l'éprouvette change son orientation par la rotation des plans ainsi que les directions de glissement vers la direction des contraintes, et donc un autre système du glissement (plan et direction) favorablement orienté sera activé. Ce comportement est mieux illustré par la projection stéréographique, en considérant la rotation de l'axe des contraintes par rapport au cristal au lieu de l'inverse. Considérons la déformation d'un

cristal de structure CFC, où les angles entre la direction de traction  $P$  et  $[\bar{1}01]$  et  $P$  et  $(111)$  sont à  $\lambda$  et  $\phi$  respectivement (Fig. 2.5). Le système de glissement actif est  $(111)[\bar{1}01]$ . Au cours de la déformation, le plan du glissement dévie, par rotation, de sa position de la contrainte de cisaillement maximale. Ce comportement est illustré par le déplacement du point  $P$  vers la direction  $[\bar{1}01]$  c'est à dire  $\lambda$  diminue et  $\phi$  augmente. Le glissement continue sur le premier jusqu'à ce que l'orientation du cristal atteigne la ligne de symétrie  $[001]-[\bar{1}01]$ ; au delà de ce point, le glissement se produit, de manière équivalente, sur deux systèmes: le premier système et sur le système  $(\bar{1}\bar{1}1)-[011]$  car ces deux systèmes reçoivent des quantités équivalentes de contraintes de cisaillement.



**Fig. 2.5.** La présentation stéréographique des systèmes de glissement dans les cristaux CFC [73].

## 2. 2. La restauration et la recristallisation

La déformation plastique produit une augmentation de la densité  $\rho$  des dislocations; en effet, dans la plupart des métaux  $\rho$  augmente de  $10^{10}-10^{12}$  ligne/m<sup>2</sup> vers  $10^{12}-10^{13}$  après seulement une déformation de quelques pourcents, et au-delà de  $10^{15}-10^{16}$  lignes/m<sup>2</sup> après une déformation sévère [71, 73, 75]. Une telle densité de dislocations donne une augmentation considérable de l'énergie de contraintes stockée dans le réseau cristallin et le matériau se retrouve, alors, dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état

plus stable [70, 75]. En général, le retour vers l'état d'équilibre ne se fait pas spontanément, mais seulement à une température élevée où les processus, thermiquement activés, comme la diffusion, le glissement dévié et la montée des dislocations peuvent avoir lieu. Comme tous les processus hors d'équilibre, la vitesse du retour vers l'équilibre obéit à une loi d'Arrhenius de la forme:

$$\text{La vitesse du retour vers d'équilibre} = A \cdot \exp[-Q/kT] \quad (\text{II.3})$$

où Q est l'énergie d'activation et dépend de plusieurs facteurs comme la concentration des impureté et le taux de la déformation, etc. Le retour vers l'état d'équilibre des matériaux déformés se fait par la combinaison de trois processus essentiels: (1) la restauration, (2) la recristallisation et (3) la croissance de grains. Ces trois stades peuvent être étudiés par plusieurs méthodes expérimentales, essentiellement, la microscopie optique, la diffraction des rayons X, la microscopie électronique à transmission, les mesures des propriétés mécaniques (la microdureté par exemple), et le suivi des propriétés physiques (la densité, la résistivité électrique et l'énergie stockée).

### **2. 2. 1. La restauration:**

La restauration peut être définie comme l'ensemble des processus qui peuvent se produire dans un matériau déformé et qui ne nécessitent pas la migration des joints de grain à grand angle [68, 70, 72]. D'une manière grossière, la restauration décrit les variations de la distribution et la densité des défauts avec les changements des propriétés physiques et mécaniques qui en résultent et qui ont lieu dans les matériaux déformés avant la recristallisation ou le changement des orientations cristallographiques [71, 73]. On rappelle que la microstructure des matériaux déformés est caractérisée par une forte densité de dislocations, formées par le glissement et leur interaction, par conséquent; le stage de la restauration concerne, essentiellement, le réarrangement de ces dislocations afin de réduire l'énergie du réseau et ne fait pas introduire la migration de joints de grains à grands angles. Ce processus de réarrangement des dislocations nécessite une activation thermique et fait appel à plusieurs mécanismes, en particulier, le glissement et la montée des dislocations et la diffusion des lacunes [68-72].

**2. 2. 1. a. La restauration des propriétés électriques:**

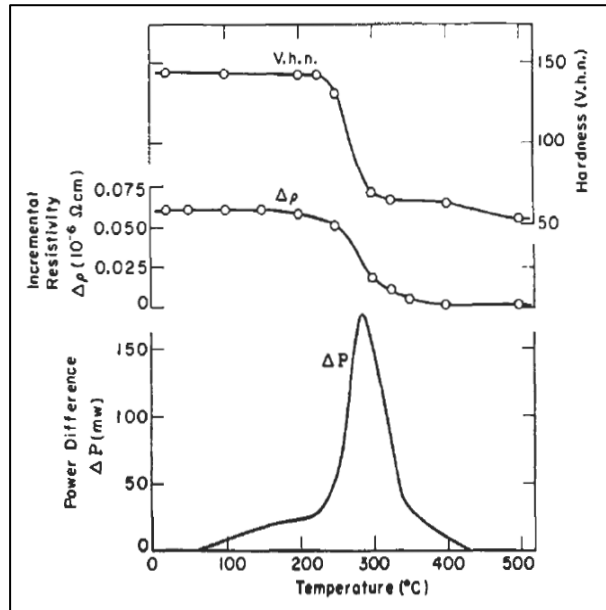
Un grand nombre de travaux scientifiques a été consacré pour l'étude des mécanismes de restauration de la résistivité électrique. Le suivi de la variation de la résistivité électrique est de grande importance, car il permet de séparer les contributions des dislocations et des lacunes induites par la déformation plastique dans l'augmentation de la résistivité électrique [72].

**2. 2. 1. b. La restauration de l'énergie stockée interne:**

Quand un métal est plastiquement déformé, une grande fraction du travail extérieur appliqué est dissipée sous forme de chaleur et seulement une petite fraction est retenue dans le matériau comme une énergie stockée, et au cours du recuit ultérieur, la majorité ou toute cette énergie est progressivement libérée sous forme de chaleur. La mesure de cette chaleur libérée exige des calorimètres différentiels très sensibles, dans lesquels la chaleur émise par un échantillon déformé, dans un intervalle de température, est comparé avec celle d'un échantillon non déformé [72].

Dans une série d'expériences classiques, Clarebrough et al [76] ont déterminé les différents stages de la libération de l'énergie stockée pour le cuivre. La figure 2.6 montre les résultats obtenus accompagnés par d'autres résultats concernant la variation de quelques propriétés physiques. Pour le cuivre pur, seulement une très petite quantité (3 – 10 %) de l'énergie stockée est libérée durant le processus de la restauration. Durant ce stade, la plupart des lacunes générées par la déformation plastique sont annihilées. La plus grande fraction de l'énergie stockée et la grande diminution de la résistivité électrique et de la dureté sont associées à la recristallisation. Quand le cuivre contient des impuretés, la température de la recristallisation est augmentée et presque toute l'énergie interne stockée est libérée dans le processus de la restauration [71, 72, 76].

L'énergie libérée durant le processus de restauration dans l'aluminium doit être entièrement liée au réarrangement des dislocations et la formation des cellules de dislocations, car les lacunes induites par la déformation plastique sont annihilées à la température ambiante [72].



**Fig. 2.6.** La variation de l'énergie libérée ( $\Delta P$ ) durant le chauffage continu d'un échantillon de cuivre pur déformé par torsion et les changements de la résistivité électrique ( $\Delta\rho$ ) et la dureté qui l'accompagnent [76].

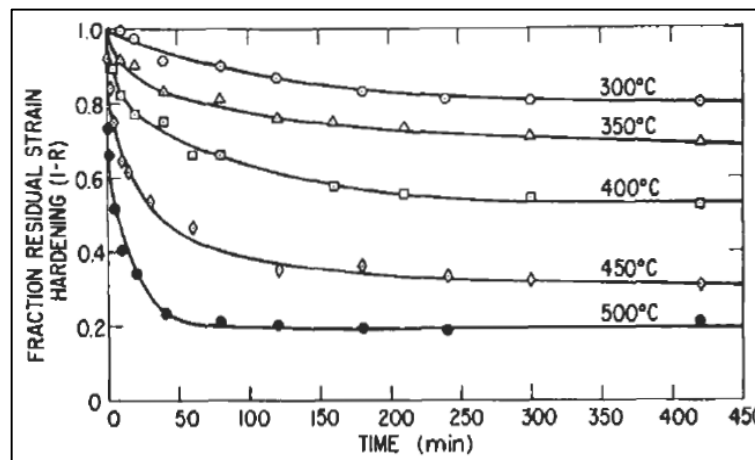
Selon Clarebrough et al [72], il est probable qu'au moins une partie de l'énergie libérée au cours du processus de la restauration est due au réarrangement des dislocations avec ou sans la formation de cellules ainsi que leur annihilation mutuelle. Cette considération rend difficile la mesure des concentrations des lacunes et des dislocations à partir des essais calorimétriques. L'énergie libérée durant la restauration  $E_{res}$  est égale [72, 76] ou trois fois plus grande que celle libérée durant la recristallisation  $E_{rec}$  [77, 78]. Dans l'aluminium, la proportion de l'énergie libérée durant la restauration est égale à celle libérée durant la recristallisation. En fait, la fraction  $E_{res}/E_{rec}$  est une fonction inverse de l'énergie spécifique des fautes d'empilement dans le plan (111) des métaux CFC: plus l'énergie des fautes d'empilement est faible, plus le processus de montée des dislocations est difficile, et donc le processus de la restauration sera plus inhibé. Dans les métaux de plus faible énergie de fautes d'empilement, comme le cuivre ou l'or, la restauration est largement limitée à l'annihilation des lacunes et le réarrangement ou l'annihilation des dislocations ne se produit qu'au cours de la recristallisation [70, 72].

### 2. 2. 1. c. La restauration des propriétés mécaniques:

De la figure 2.6 et d'autres tests sur le nickel, il est montré que la diminution de la dureté n'accompagne pas la restauration dans ces métaux. Ces métaux sont tous des

métaux de faible énergie de fautes d'empilement où les processus de la montée et de réarrangement des dislocations sont difficiles; par conséquent, la dureté de ces matériaux reste constante au cours de la restauration et sa diminution est due au processus de la recristallisation, car elle est fortement liée à la concentration et la distribution des dislocations [71, 72]. Dans d'autres métaux tel que l'aluminium et le fer, la montée des dislocations est facile, et par conséquent, ils s'adoucissent au cours de la restauration et dans des conditions favorables, l'énergie de déformation peut être complètement éliminée durant la restauration. Selon les résultats des travaux réalisés par Dunn [72], sur des cristaux Si – Fe, et par Lawley et al [79], sur un alliage polycristallin Fe – Al, il est établi que ces alliages se restaurent complètement après de faibles déformations plastiques, alors qu'après une déformation plastique sévère, le fer ne se restaure que partiellement (Fig. 2.7). D'une manière générale, il est établi qu'à l'exception des métaux de structure hexagonale (comme le Zn et le Cd), plus le taux de déformation est élevé, plus la fraction de l'énergie de déformation qui peut être restaurée est petite. Les métaux de structure hexagonale peuvent se restaurer complètement, même après des déformations plastiques sévères, à cause du glissement facile [72].

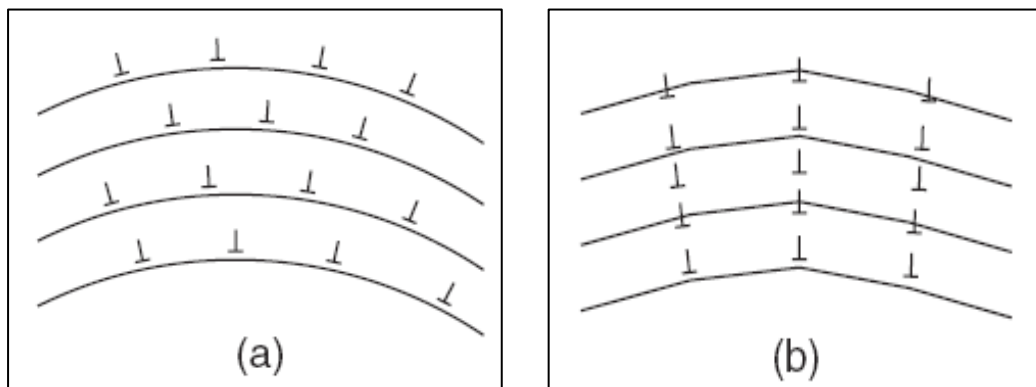
La figure 2.7 illustre l'adoucissement isotherme accompagnant la restauration du fer polycristallin déformé en traction. Elle montre que la vitesse d'adoucissement est rapide au début de la restauration puis elle diminue progressivement. D'autre part, l'adoucissement isotherme qui accompagne la recristallisation a la forme du "C", il est lent au début de la recristallisation puis il s'accélère et à la fin de la réaction il devient de nouveau lent.



**Fig. 2.7.** Les cinétiques de la restauration dans des échantillons de fer recuits à différentes températures [72].

**2. 2. 1. d. La restauration de la microstructure:**

L'un des mécanismes les plus importants de la restauration, qui diminue l'énergie du matériau déformé, est le réarrangement des dislocations sous forme de parois de cellules. Au cours de ce processus, originellement dit la polygonisation, des dislocations de même signe s'alignent en formant des parois qui représentent des sous joints de grains de faibles angles de désorientation (Fig. 2.8) [71-73]. Durant la déformation une région du réseau cristallin est courbée (Fig. 2.8a), et la courbure observée peut être attribuée à la formation d'un excès de dislocations coins parallèlement à l'axe de la courbure. Durant le chauffage, ces dislocations forment des sous joints de grains par un processus d'annihilation et de réarrangement. En effet, c'est l'excès de dislocations de même signe, qui restent après le processus d'annihilation, et qui s'alignent sous forme de parois de dislocations (Fig. 8b) [71-73].



**Fig. 2.8.** Un excès de dislocations parallèles formées après la déformation (a) et l'alignement de ces dislocations sous forme de parois de dislocations (b) [71].

Le processus de polygonisation peut être observé en utilisant la méthode Laue de la diffraction des rayons X: les raies radiales continues caractérisant le spectre de diffraction d'un monocristal déformé se découpent en plusieurs points, chaque point est dû à la diffraction d'un sous – grain, alors que les distances entre ces points représentent les désorientations angulaires à travers les sous – joints de grains délimitant les sous – grains [71]. L'observation directe de ce processus est possible par la microscopie électronique à transmission: la restauration dans les matériaux polycristallins est associée à la formation de sous joints de grain à partir des structures complexes de dislocations par un processus d'annihilation et de réarrangement des dislocations. Dans certains métaux et alliages, la déformation permet un arrangement



partiel des dislocations sous forme de sous joints de grain qui forment des cellules, via une réaction dite la restauration dynamique, caractérisées par une concentration de dislocations relativement faible à l'intérieur des cellules et importante au niveau des parois des dislocations [72]. Le processus de restauration conventionnelle conduit à un amincissement et une croissance de la structure cellulaire. Alors que dans d'autres métaux, les dislocations sont uniformément distribuées après la déformation et la restauration introduit la formation, l'amincissement et la croissance de la structure cellulaire [71-73].

### **2.2.2. La recristallisation:**

La recristallisation d'un matériau est définie comme " les processus impliqués dans la formation et la migration de joints de grains de forte désorientation, sous l'influence de la force motrice dérivée de l'énergie stockée de déformation" [68, 80]. Dans ce stade, la structure déformée est complètement remplacée par une nouvelle structure dépourvue de contraintes par un processus de germination et de croissance, dans lequel des grains dépourvus de contraintes croissent à partir de germes déjà présents dans la matrice déformée, et les orientations des nouveaux grains sont totalement différentes de celles des grains de la matrice déformée [70, 72, 73, 80].

#### **2.2.2. 1. Les microstructures de déformation:**

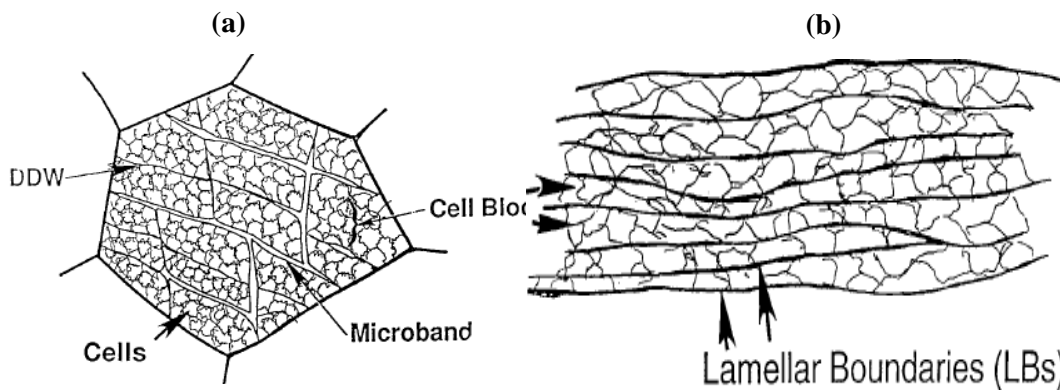
Les changements qui peuvent avoir lieu au cours du processus de recristallisation sont contrôlés par les microstructures et les textures qui se développent au cours de la déformation plastique [70].

Les déformations plastiques, pratiquées industriellement, varient dans une large gamme et la microstructure de déformation évolue par: (i) une augmentation, initialement rapide, de la densité des dislocations typiquement de  $10^{10}$  ou  $10^{12} \text{ m}^{-2}$  à  $\sim 10^{16} \text{ m}^{-2}$ , (ii) une évolution de la forme des grains en fonction du chemin de déformation, (iii) le développement d'une texture macroscopique et (iv) une évolution de la configuration des dislocations [80].

Les microstructures déformées sont caractérisées par la subdivision des grains en plusieurs régions orientées différemment [70, 72, 73, 80]. Des joints de dislocations séparent ces régions en plusieurs éléments qui peuvent être classés en deux catégories, selon le taux de déformation:

- (i) Pour les faibles et les moyens déformations, il se développe une structure de blocs de cellules croisés (Fig. 2.9a). Ces blocs de cellules sont délimités par des parois à forte densité de dislocation (DDWs dense dislocation walls) ou des microbandes, et arrangés en mosaïque caractérisée par des désorientations de sens alternatif, chaque bloc contenant plusieurs cellules de dislocations [70, 80].
- (ii) Pour des déformations sévères, la microstructure est constituée de blocs de cellules très aplatis, séparés par des joints de dislocation lamellaires (lamellar dislocation boundaries LBs) qui remplacent les DDWs et les MB observées à des faibles déformations (fig. 9b) [70, 80].

Si l'on trouve ces stades de déformation dans la plupart des alliages métalliques de structure CFC et CC, il va de soi que leur domaines en termes de déformation, varient selon les paramètres mécaniques (le mode de déformation) et physique (énergie de faute d'empilement  $\gamma$ , taille et orientation des grains) et la température. Un abaissement de  $\gamma$  accélère la formation de microbandes de cisaillement, tandis qu'une augmentation de la température de déformation la retarde [80].



**Fig. 2.9.** Schéma de la subdivision de grains pour les faibles taux de déformation (a) et les grands taux de déformation (b) [70].

#### **2.2.2.2. Les lois de la recristallisation:**

Burke et Turnbull [81] ont résumé les connaissances disponibles sur la recristallisation primaire par les lois suivantes:

1. une certaine déformation minimale (critique) est nécessaire pour que la recristallisation puisse avoir lieu,
2. plus la déformation est faible plus la température du début de la recristallisation est élevée,

3. l'augmentation du temps de recuit permet de diminuer la température de la recristallisation,
4. la taille de grains finale dépend du degré de la déformation et, avec un plus faible degré, de la température du recuit. Généralement, la plus petite taille de grains est obtenue au cours du recuit à des faibles températures après des déformations sévères,
5. plus la taille de grains initiale est grande, plus le degré de la déformation, la température et le temps de la recristallisation sont élevés,
6. la déformation à une température élevée résulte en une taille de grains grossière et une température de recristallisation plus élevée,
7. les nouveaux grains ne se forment pas dans les grains ayant des orientations identiques ou légèrement désorientés, ou proches des macles,
8. les cinétiques de la recristallisation seront ralenties si la température de la déformation est élevée,
9. le chauffage continu après la fin de la recristallisation primaire conduit à l'augmentation de la taille de grains.

Ces lois quantitatives peuvent être comprises si on considère les deux étapes de la recristallisation primaire c'est-à-dire la germination et la croissance des nouveaux grains: des observations métallographiques ont montré que les germes des nouveaux grains se forment dans les régions où la concentration des dislocations est élevée. Donc, une certaine concentration locale de l'énergie élastique est nécessaire pour donner naissance à un germe, d'où la nécessité d'une déformation critique (la loi 1).

Du fait que la germination est un processus thermiquement activé, l'augmentation de la température et le prolongement du temps du recuit augmentent la probabilité de la formation des germes même pour des faibles déformations (les lois 2 et 3).

La taille de grains dépend de l'équilibre entre les vitesses de germination et de la croissance; la vitesse de germination augmente rapidement avec l'augmentation de la déformation, mais la vitesse de croissance augmente avec la température (d'où la loi 4). La loi 5 est expliquée par le fait que la majorité des nouveaux grains se germent sur ou près des joints de grains initiaux, donc une petite taille originale de grains améliore la germination, alors que la loi 6 résulte de la diminution de la concentration des dislocations au cours de la déformation à haute température [70, 72, 73].

**2.2.2.3. Les cinétiques de la recristallisation:**

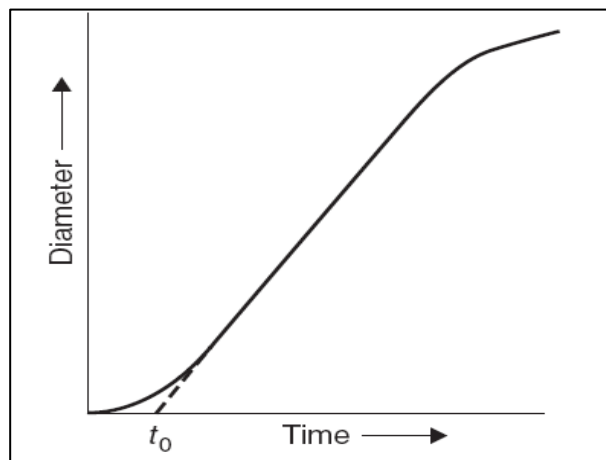
Plusieurs efforts ont été consacrés pour l'étude des cinétiques isothermes de la recristallisation dans le but de comprendre ses mécanismes, et en particulier afin de déterminer, séparément, les vitesses de la germination  $N$  et de la croissance  $G$  [72]. D'une manière générale, les cinétiques de la recristallisation peuvent être prédites par l'équation:

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (2.3)$$

où  $X_v$  est la fraction volumique recristallisée,  $t$  le temps et  $B$  et  $k$  sont des constants [72].

La microscopie optique permet l'étude des cinétiques de la recristallisation primaire par le suivi de l'augmentation des diamètres des nouveaux grains en fonction du temps du recuit à une température donnée. Il est observé que le diamètre augmente linéairement avec le temps jusqu'à ce que les nouveaux grains se mettent en contact et la vitesse de croissance diminue (Fig. 2.10). L'interprétation classique de ces observations est basée sur le fait que les germes des nouveaux grains se forment spontanément après un certain temps d'incubation  $t_0$ , puis ils se mettent en croissance avec une vitesse régulière. La force motrice de cette réaction est dérivée de l'énergie de contraintes stockée dans les grains déformés à côté des joints de nouveaux grains totalement dépourvus de contraintes [71-73].

Plusieurs résultats expérimentaux ont montré que la vitesse de la germination est faible au début de la réaction, puis elle augmente, alors que d'autres résultats ont montré qu'elle est constante, ou bien, les germes sont formés avant le début de la recristallisation. Plus de correspondance a été trouvé pour la vitesse de croissance; la vitesse de croissance reste constante ou bien diminue lentement quand la croissance continue [72].

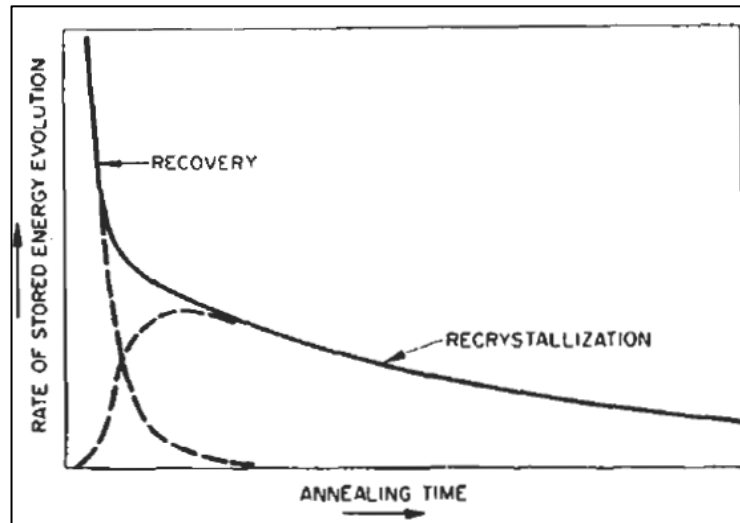


**Fig. 2.10.** La variation du diamètre de grains en fonction du temps de recuit à une température fixe. [71].

L'étude réalisée par Vandermeer et Gordon [82], sur l'effet des additions de cuivre sur les cinétiques de la recristallisation de l'aluminium pur, a montré que les cinétiques de la recristallisation du métal pur vérifient l'équation (2.3) avec  $k = 2$ : tous les germes sont formés sur une petite fraction de la surface totale des joints de grain et commencent à croître directement au début du recuit (c'est-à-dire qu'il n'y a pas un temps d'incubation) avec une vitesse constante. Après un abaissement de la température du recuit ou l'addition des impuretés ou les deux à la fois, les cinétiques de la recristallisation n'obéiront pas à l'équation (3); on observe un retardement de la croissance des nouveaux grains, attribué à la réaction de restauration qui réduit la force motrice de la recristallisation [72]. En effet, les résultats calorimétriques ont montré un chevauchement des réactions de restauration et de recristallisation. La figure 2.11 montre une courbe calorimétrique typique obtenue au cours d'un recuit isotherme de l'aluminium, elle peut être décomposée en deux effets qui sont attribués à la restauration et la recristallisation respectivement. Pour une température de recuit donnée, la déviation des cinétiques de la recristallisation sera plus prononcée pour les plus grandes additions, alors que pour une composition donnée, plus la température du recuit est basse, plus cette déviation est grande. Cette corrélation est interprétée, d'une part, par la différence entre les énergies d'activation des deux réactions "la restauration et la recristallisation", et par l'effet des additions du cuivre sur ces énergies d'activation d'une autre part: les additions de cuivre augmentent l'énergie d'activation de la recristallisation plus que celle de la restauration. Donc l'addition du cuivre décélère les réactions de la restauration et la recristallisation mais la recristallisation sera la plus décélérée. D'autre part, avec la diminution de la température les cinétiques de la recristallisation seront plus ralenties par rapport à celles de la restauration car l'énergie d'activation de la recristallisation est plus grande que celle de la restauration [72].

#### **2.2.2.4. La germination des nouveaux grains:**

L'étude de la germination de nouveaux grains au cours de la réaction de recristallisation a trouvé beaucoup de difficultés. Ces difficultés proviennent, en premier lieu, du fait que certains chercheurs comptent complètement sur les méthodes métallographiques pour l'examen des premiers stades de la recristallisation où la chance d'observation d'un germe très petit (ou même un grain qui a juste commencé à croître) est très petite, car la résolution de la microscopie optique est très limitée et le champs de vision de la microscopie électronique à transmission est trop petit [72].



**Fig. 2.11.** Evolution de l'énergie stockée Durant un traitement isotherme montrant le chevauchement des réactions de la restauration et de la recristallisation [82].

D'autre part, la majorité des autres études est basée sur la comparaison entre les textures obtenues avant et après la recristallisation [72].

En utilisant des méthodes expérimentales très adéquates, il est devenu clair que les mécanismes de la germination dépendent essentiellement, de la structure du matériau déformé et en particulier, des hétérogénéités des orientations dans les grains déformés.

Plusieurs modèles ont été proposés pour décrire les cinétiques et les mécanismes de la germination. Le travail fait par Hutchinson [83] représente un état d'art sur les travaux faits sur les différents modèles.

#### 1) *La germination classique par les fluctuations thermiques:*

Ce modèle propose la formation des germes par une construction atome par atome, ce qui n'est pas pratique à cause de la trop faible énergie motrice disponible pour la création des joints de grain à grand angle de grande énergie et nécessitant des déformations élastiques incroyables (de l'ordre de 20 % dans une région de quelques nanomètres) [68, 70, 72, 80]. En plus, selon Doherty [72, 84], à cause de la faible force motrice disponible, la probabilité de la formation d'un germe critique contenant un nombre de  $10^{10}$  atomes, par les fluctuations thermiques est considérablement négligeable. Il s'en suit que les germes sont fournis par quelques caractéristiques de la microstructure déformée [68, 72]. Il existe plusieurs modèles qui peuvent décrire la germination des nouveaux grains dans la microstructure déformée:

2) *La croissance des régions de polygonisation de la structure déformée* [68, 86-88]:

Ce modèle est basé sur l'idée que les germes peuvent se former dans les régions de la polygonisation qui sont désorientées par rapport à son environnement pour permettre leur croissance.

3) *La coalescence des sous - grains:*

Le germe critique est formé par la coalescence des sous- grains voisins par l'évaporation des dislocations constituant les sous - joints de grain, par l'intervention des processus de glissement et de montée. Le grand sous - grain ainsi formé peut constituer un germe pour la recristallisation qui peut croître aux dépens de ses voisins [72, 89]. La désorientation des nouveaux joints augmente avec l'augmentation du nombre de dislocations qui entrent dans leur formation et quand elle atteint une grande valeur ( $8,5 - 20^\circ$ ), leur mobilité augmente. La conséquence de la coalescence des sous grains est la formation d'une cristallite avec une taille surcritique qui est caractérisé par un joint de grain à grand angle. Les joints à grand angle peuvent se déplacer plus facilement dans les régions déformées et réduire ainsi la densité des dislocations [68, 89].

4) *Le modèle basé sur la migration de joints de grains induite par les contraintes:*

On considère, que le germe de la recristallisation est formé à partir d'un sous grains situé dans une région déformée et croit par la consommation de ses voisins. La germination est observée de se produire à partir de la courbure d'un joint de grain sous l'effet d'une force motrice dérivée de la différence de l'énergie libre à travers le joint de grain. Cette migration, sous l'effet des contraintes, est irrégulière et se produit à partir du grain de faible énergie de contrainte (par exemple une grande cellule) vers celui possédant la plus grande énergie de contrainte (une plus petite cellule). Pour qu'un joint puisse croître par ce mécanisme, il faut que la différence de l'énergie de contraintes par unité de volume à travers le joint de grain soit suffisante pour fournir l'énergie pour courber un joint de grain de longueur  $\approx 1\mu\text{m}$  [71, 72].

En résumé, les germes de la recristallisation sont donc les sous grains formés dans la microstructure déformée. La croissance de ces grains pour former de nouveaux grains, dépend de deux facteurs; (i) l'énergie emmagasinée de la déformation plastique doit être suffisamment élevée pour fournir la force motrice nécessaire, (ii) les germes potentiels doivent posséder un critère de croissance rapide par rapport aux cristallites voisins, en raison de double avantage de taille et de désorientation; la taille permet

d'avoir un faible rayon de courbure de l'interface, donc un avantage énergétique, et la désorientation donne un avantage de mobilité de l'interface [71, 80].

On admet habituellement que les sites de la germination sont alors les sites d'hétérogénéités de la structure de la déformation [68, 70, 80], à savoir:

- autour des particules de la deuxième phase, de taille  $\geq \mu\text{m}$  (PSN, particle stimulated nucleation),
- les anciens joints de grain (SIBM, strain induced boundary migration),
- les bandes désorientées à l'intérieur du même grain, dues aux différentes rotations du réseau induites par l'activation de plusieurs systèmes de glissement,
- les régions de haute désorientation dans les bandes de cisaillement et,
- plusieurs sites dans les matériaux hautement déformés.

#### **2.2.2.5. La croissance des germes de la recristallisation:**

Par définition, un germe viable de la recristallisation est entouré, au moins partiellement par un joint à grande désorientation qui peut se déplacer dans la microstructure déformée et donc cause la croissance du germe [70]. Plus les germes de ce type croissent plus les différences d'orientation entre eux et la matrice déformée augmentent et donc ils continuent à consommer la matrice jusqu'à ce qu'ils deviennent de nouveaux grains complètement dépourvus de contrainte et séparés par des joints à grand angle [70, 71].

Ces connaissances sur la recristallisation permettent de comprendre comment les différents paramètres peuvent contrôler la recristallisation des métaux et des alliages, par exemple:

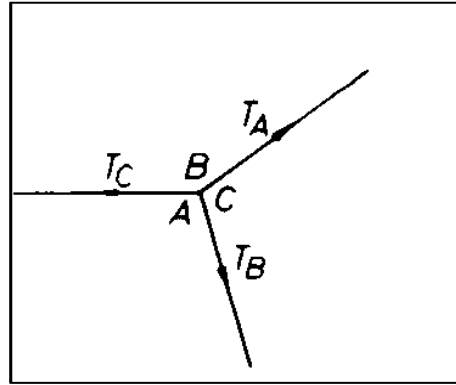
- Le taux de déformation contrôle la microstructure de déformation; une déformation sévère conduit à la création de plusieurs régions de fortes désorientations, par conséquent, la taille des sous grains qui peuvent se développer en des nouveaux grains sera plus petite. Ceci signifie un très court recuit pour que ces sous grains puissent devenir des germes actifs de la recristallisation. Dans certains matériaux, sévèrement déformés, les germes de la recristallisation sont formés pendant la déformation [71, 72].
- L'effet des impuretés sur la recristallisation est évident du fait que ces impuretés peuvent affecter la mobilité des dislocations des sous grains ainsi que celle des joints de grain [71, 72].



- La ségrégation des atomes solutés ou la précipitation sur les joints de grain tendent à inhiber la germination intergranulaire et favorisent la germination intragranulaire si la dispersion des précipités n'est pas assez fine. En général, la recristallisation dans les alliages biphasiques est extrêmement sensible à la dispersion des particules de la deuxième phase. Une bonne dispersion des petites particules retarde la recristallisation en réduisant la vitesse de la germination et la mobilité des joints de grain, alors que, la précipitation des grands précipités améliore la recristallisation par l'augmentation de la vitesse de la germination; durant la déformation, des zones de haute densité de dislocations et de grandes désorientations se forment autour des particules non déformables, et au cours du recuit, les germes de la recristallisation sont formés dans ces zones par un processus de polygonisation par la migration des sous joints. La germination stimulée par les particules, se produit pour une taille surcritique des particules de la deuxième phase qui diminue avec l'augmentation du taux de déformation. Une distribution fine des particules tend à homogénéiser la microstructure de la déformation (des dislocations), par conséquent, elle minimise la densité des désorientations et donc réduit la germination. La formation des germes devient difficile quand l'espacement entre les particules est très petit du fait que ces particules empêchent les sous grains de se développer en des germes de la recristallisation [68, 70-73, 80].

### **2.2.3. La croissance des grains:**

Après que la recristallisation soit complète (quand les nouveaux grains ont consommé toute la microstructure déformée), le matériau peut réduire son énergie en réduisant la surface totale des joints de grains [70-72]. Il est établi qu'au cours d'un recuit prolongé, les joints de grain se redressent, les petits grains se contractent et les plus grands grains croissent. Ce phénomène est appelé la croissance des grains. Le plus important facteur qui contrôle ce processus est la tension de surface des joints de grain. Chaque joint de grain possède une tension de surface  $T$  ( $\approx$ l'énergie libre de la surface du joint par unité de surface) due au fait que les atomes formant le joint de grain ont une énergie libre supérieure à celle des atomes dans le grain [71]. Par conséquent, pour réduire cette énergie, un matériau polycristallin tend à minimiser la surface de ses joints de grains. La configuration finale tenue par les joints de grain doit vérifier la condition énergétique suivante:  $T_A / \sin A = T_B / \sin B = T_C / \sin C$  (Fig. 2.12)



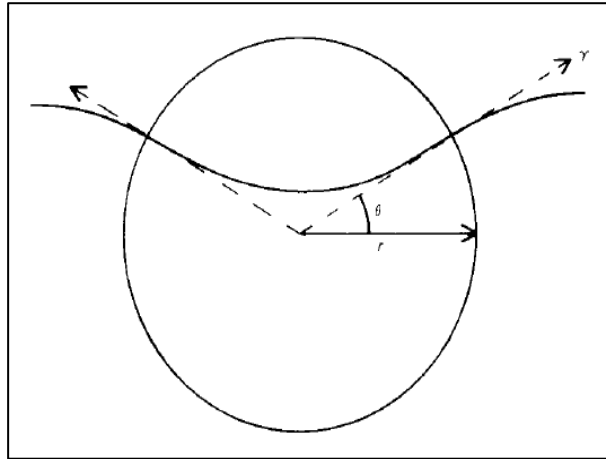
**Fig. 2.12.** La relation entre les angles et les tensions de surface des joints de grains à un point triple [71].

La majorité des joints de grains sont des joints à grand angle qui ont des énergies, approximativement, indépendantes des orientations; donc pour un agrégat aléatoire des grains  $T_A = T_B = T_C$  et les angles d'équilibre des joints de grain sont chacun égal à  $120^\circ$ , et la forme d'équilibre des grains est un polygone de six côtés. Tous les grains ayant un nombre de côtés supérieur ou inférieur à six sont hors d'équilibres. A haute température, quand la mobilité des atomes sera grande, un grain avec un nombre inférieur de côtés va tendre à se contracter sous l'action des forces de la tension de surface des joints de grain [68, 71].

Les particules de la deuxième phase jouent un rôle important dans le contrôle de la migration des joints de grain et en particulier, le contrôle de la taille des grains. Le processus de l'épinglage est dû aux forces de la tension de surface exercées par l'interface précipité/matrice sur le joint de grain quand il passe à travers les particules. La figure 2.13 montre la force d'épinglage, exercée par une particule sur un joint de grain, dans la direction du déplacement du joint qui est donnée par:

$$F = \pi r \gamma \sin 2\theta \quad (2.4)$$

où  $\gamma$  est l'énergie interfaciale spécifique du joint; cette force est maximale pour  $\theta = 45^\circ$ . Si il y a  $N$  particule par unité de volume, la fraction volumique  $f$  de la deuxième phase est  $4\pi^3 N/3$  et le nombre des particules qui coupent le joint par unité de surface du joint est  $n = 3f/2\pi^2$ .



**Fig. 213.** Un diagramme montrant l'épinglage d'un joint de grain par une particule [7].

Pour un joint de grain se déplaçant sous l'effet de sa tension de surface, la force motrice de ce déplacement est  $2\gamma/R$  avec  $R$  le rayon de courbure minimal du joint. Quand le grain croît,  $R$  augmente et la force motrice diminue jusqu'à où elle sera égale à la force d'épinglage des particules et la croissance s'arrête. Si  $R \sim d$  la taille moyenne des grains, le diamètre critique du grain (c'est à dire, le diamètre du grain obtenu après l'arrêt de la croissance) sera:

$$d_{crit} \approx 4r/3f \quad (2.5)$$

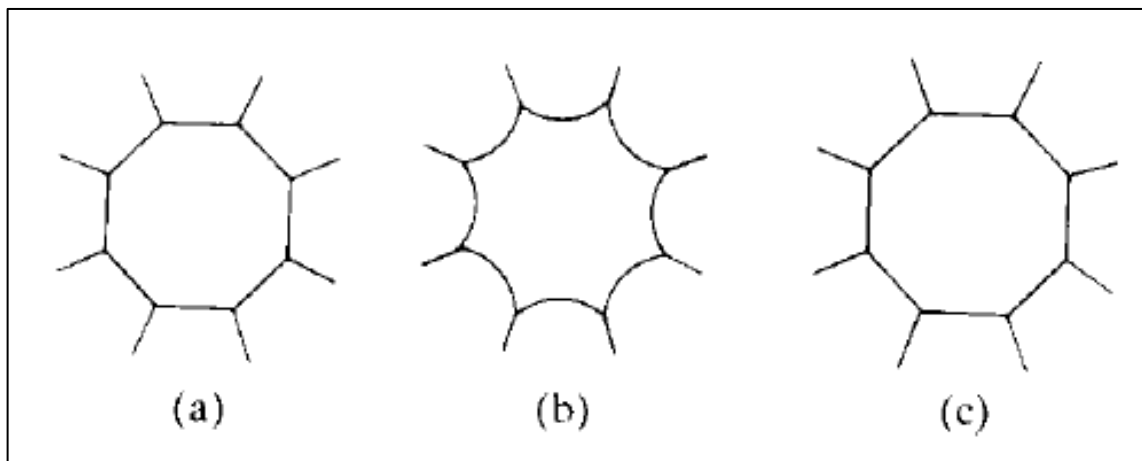
Cette équation de Zener est obtenue en considérant un grain sphérique isolé. Cependant l'existence d'une hétérogénéité de la taille de grain est nécessaire pour la croissance des grains, en tenant ça en compte, la taille critique de croissance sera donnée par:

$$d_{crit} \approx \frac{\pi r}{3f} \left[ \frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right] \quad (2.6)$$

Où  $Z$  représente le rapport du diamètre du grain en croissance sur celui des grains qui l'entourent [71, 75].

Même après la fin de la croissance, la taille de grain, dans un échantillon sévèrement déformé reste relativement petite, à cause de la forte germination de nouveaux grains. Une croissance exagérée des grains, peut se produire par deux manière essentielles: (1) en exposant l'échantillon à un traitement déformation – recuit bien défini, (2) par un processus de la recristallisation secondaire. En appliquant une déformation critique (généralement de l'ordre de quelque pourcents), le nombre de germes sera très petit, et si cette déformation est suivie par un recuit à haute température dans un gradient de température, certains de ces germes vont croître plus rapidement que le reste. Avec cette technique, si les conditions sont soigneusement contrôlées, il est possible que l'échantillon polycristallin se transforme en un

monocristal. Le terme *recristallisation secondaire* décrit le processus par lequel un échantillon, qui a subi un traitement de recristallisation primaire à basse température, est chauffé à haute température pour permettre la croissance rapide de quelques grains. La seule force motrice de cette réaction est la réduction de l'énergie libre des joints de grain, comme dans la croissance normale. En conséquence, certaines conditions doivent être vérifiées pour son déroulement. La présence des particules ou des inclusions empêche la croissance des grains pendant la recristallisation primaire, à basse température, mais en se dissolvant lentement au cours du traitement thermique à haute température, permettent la croissance des grains. Il s'en suit que les angles de jonction entre les grands grains et les petits grains voisins ne satisferont pas la condition de l'équilibre des tensions discutées auparavant. Par conséquent, il se produit un autre mouvement des joints de grain pour assurer l'angle  $120^\circ$  dans les points triples. Cependant, ce mouvement est accompagné par une courbure des segments des joints de grain entre les jonctions ce qui conduit à une augmentation de la surface des joints. Un déplacement de ces segments courbés des joints vers les centres de courbures est nécessaire. Ces trois processus sont bien schématisés dans la figure 2.14 [71].



**Fig. 2.14.** *La croissance des grains au cours de la recristallisation secondaire: (a) la configuration des grains avec un gros grain entouré par des petits grains, (b) le déplacement des points de jonction des joints de grain et (c) la configuration finale [71].*

### 2.3. Les textures de la recristallisation:

L'orientation préférentielle développée après la déformation à froid est remplacée, après la recristallisation, par une orientation préférentielle complètement différente. Pour expliquer cette observation, Barrett [70] et, plus tard, Beck [73] ont

proposé la théorie de la croissance orientée de la texture de la recristallisation, dans laquelle ils ont proposé qu'au début de la recristallisation, plusieurs germes de différentes orientations sont formés; mais, du fait que la vitesse de croissance de chaque germe dépend de la différence d'orientation entre la matrice et le germe en croissance, la texture de la recristallisation résulte de la croissance de ceux qui ont les plus grandes vitesses de croissance dans la matrice déformée c'est à dire ceux limités par des joints à grand angle [68, 71-73]. Du fait que la matrice déformée possède une texture, il en résulte que les germes qui croissent auront des orientations qui diffèrent de la texture de la déformation par  $30^\circ$  à  $40^\circ$  [68, 71, 72]. Ceci explique pourquoi les nouvelles textures dans les métaux CFC sont reliées aux anciennes textures par une rotation de  $30-40^\circ$  autour des axes  $\langle 111 \rangle$ , dans les métaux CC par  $30^\circ$  autour des axes  $\langle 110 \rangle$  et dans les structure HCP par  $30^\circ$  autour des axes  $\langle 0\ 0\ 0\ 1 \rangle$ . Sans doute, la croissance orientée permet la sélection entre les germes favorablement orientés et ceux défavorablement orientés; cependant, il existe plusieurs observations qui indiquent que la germination initiale n'est pas complètement aléatoire. Par exemple, à cause de la symétrie cristallographique de la structure CFC, normalement, tous les grains de la texture développée après la recristallisation, doivent être obtenues par des rotations autour des quatre axes  $\langle 111 \rangle$ , c'est à dire, huit orientations résultant de deux rotations possibles autour de chaque axe. Cependant, ces orientations sont rarement (sinon jamais) observées [71, 72].

Pour expliquer ces observations et d'autres observations où la texture de la recristallisation est très similaire à celle de la déformation, on doit prendre en considération la germination orientée. La théorie de la germination orientée assumant la sélection des orientations est déterminée dans le stade de germination [68, 71, 72].



*Chapitre 3*  
*Matériaux*  
*étudiés*  
*et méthodes*  
*expérimentales*  
*utilisées*

## Chapitre 3 :

### *Matériaux étudiés et Méthodes expérimentales utilisées*

#### 3.1. Alliages étudiés :

##### 3.1.1. Elaboration des alliages :

Dans ce travail notre choix s'est porté sur deux types de systèmes à base d'aluminium ; il s'agit de Al-Mg et Al-Cu, où la précipitation est toujours continue.

Les alliages étudiés sont :

- Al-12% mass. Mg : élaboré en Allemagne à partir des éléments très purs Al à 99,999 % et Mg à 99,98 %.
- Al-4,5% mass. Cu : élaboré dans notre laboratoire à partir d'éléments très pur (99,999 %).

La composition initiale en éléments d'addition de ces alliages est donnée dans le tableau 1 suivant :

<b>Alliage</b>	<b>Al</b>	<b>Mg</b>	<b>Cu</b>	<b>Si</b>	<b>Fe</b>	<b>Mn</b>
Al-12% mass. Mg	87,90	11,95	0,03	0,07	0,04	0,01
Al- 4,5% mass. Cu	95,47	0,00	4,49	0,00	0,01	0,03

##### 3.1.2. Traitements thermiques et mécaniques appliqués :

Dans le but d'obtenir des solutions solides sursaturées, les alliages ont été portés à 430°C pendant 17h pour Al-Mg et à 520°C pendant 7 à 14h pour Al-Cu afin de dissoudre tout le magnésium et le cuivre respectivement dans leurs solutions solides, et ensuite trempés rapidement dans l'eau froide.

Certains échantillons qui ont été homogénéisés et trempés, sont déformés par compression (pour les échantillons de l'alliage Al-12% Mg) à différents taux variant entre 10% et 50 %. Afin de figer les microstructures déformées, les échantillons déformés ont été stockés dans le congélateur (à -15°C) en attente des essais de dilatométrie ou de diffraction X à haute température.

Dans le but de faire des observations microscopiques, les échantillons sont polis mécaniquement sur papiers abrasifs (du numéro 250 au numéro 1200), puis à la pâte

diamantée de granulométrie 9 et 3  $\mu\text{m}$ , et nettoyés chaque fois par l'eau distillée ; les surfaces ont été ensuite attaquées chimiquement par des réactifs d'attaque adéquats :

➤ *Pour Al-Mg :*

-Acide fluorhydrique :	10 ml.
-Chlorhydrique :	18ml.
-Acide nitrique :	46 ml.
-Eau distillée :	174 ml.

➤ *Pour Al-Cu :*

-Acide fluorhydrique :	10 ml.
-Acide nitrique :	34 ml.
-Eau distillée :	156ml.

La durée d'attaque dans les deux bains varie de 2 à 3 secondes.

### **3.2. Méthodes expérimentales utilisées :**

#### **3.2.1. Analyse calorimétrique différentielle (DSC) :**

Elle permet de mesurer les chaleurs libérées ou absorbées par un échantillon durant un cycle thermique, avec des thermocouples situés au voisinage immédiat de l'échantillon. Ces flux de chaleurs mesurés sont représentatives des modifications microstructurales qui s'opèrent : précipitation, restauration et recristallisation.

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) permet de suivre les évolutions des matériaux dans le temps dans des conditions thermiques prédéfinies et sous atmosphère contrôlée.

L'analyseur utilisé est du type SETARAM DSC 131. Les échantillons de l'analyse calorimétrique ont été préparés mécaniquement sous la forme de disque de 6mm et 1mm d'épaisseur.

Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de l'ambiante à 435 °C pour l'étude de l'alliage Al-12 % mass. Mg et à 550°C pour l'alliage Al-4,5 % mass.Cu, avec différentes vitesses de chauffage variant entre 1 °C/min et 30 °C/min, suivi d'un maintien d'une heure et d'un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec la mêmes vitesse.

Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase), la DSC enregistre un pic au-dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique (dissolution



d'une phase), elle enregistre un pic au-dessous de la ligne de base ; le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme.

### **3.2.2. Analyse dilatométrique différentielle:**

La dilatométrie a été utilisée depuis plusieurs années pour l'étude des transformations de phases qui engendrent des variations des paramètres cristallins.

Pour l'analyse dilatométrique différentielle nous avons utilisé un dilatomètre ADAMEL LHOMERGY du type DI24 qui sert à suivre les transformations de phases par mesure des variations dimensionnelles relatives  $\frac{\Delta L}{L_0}$  en fonction de la température, au cours des cycles thermiques identiques à ceux utilisés pour DSC. Le pilotage du dilatomètre est assuré automatiquement par un système informatique et l'exploitation des courbes dilatométriques enregistrées se fait à l'aide d'un logiciel particulier (LOGIDIL) qui permet le traitement des courbes de dilatation en fonction du temps ou de la température pour chaque segment du cycle thermique imposé, avec la courbe dérivée correspondante. Les échantillons du dilatomètre ont été préparés sous forme rectangulaire avec des dimensions de 5X5X20 mm<sup>3</sup>.

### **3.2.3. La diffraction des rayons X :**

La diffraction des rayons X est l'une des méthodes les plus puissantes utilisées dans les études des transformations de phases et la caractérisation des microstructures déformées. Les spectres de diffraction ont été enregistrés avec un diffractomètre du type X-Pert Philips équipé d'une chambre de diffraction à chaud (HTK1200 de Anton Paar) avec une radiation CuK $\alpha$  ( $\lambda = 0.15405$  nm), (45 kV/40 mA). Les cycles de la diffraction in situ sont composés d'un chauffage à partir de l'ambiante à la température d'homogénéisation (550°C pour l'alliage Al-4,5%Cu et 435°C pour le deuxième alliage Al-12%Mg) avec les mêmes vitesses utilisées pour le DSC. Durant le chauffage les échantillons sont maintenus aux différents points caractéristiques des courbes DSC ou de dilatométrie pour l'enregistrement des spectres DRX correspondant.

### **3.2.4. Microdureté :**

Pour suivre l'évolution de la microdureté durant les différents traitements thermiques appliqués, nous avons utilisé un microduromètre du type Controlab à

pénétration Vickers. Les empreintes ont été induites par une charge de mesure de 0,3 Kg avec un temps de maintien de la charge de 10 s.

❖ **Principe de la méthode :**

Il consiste à exercer sur la surface de l'échantillon à étudier une force constante pendant un temps (t) donné à l'aide d'un poinçon en diamant très dur appelé pénétrateur, ce dernier a une forme pyramidale à base carrée, la dureté Vickers (Vickers Hardness) est alors définie par le rapport :

$$H_v = \frac{m}{S}$$

Avec :

m : la charge appliquée (en Kg) par le pénétrateur

S : la surface latérale (en mm<sup>2</sup>) de l'empreinte pyramidale.

et elle est définie par :

$$S = \frac{1}{2} \cdot \frac{d^2}{\sin \frac{136}{2}} \quad \rightarrow \quad H_v = 1.8544 \cdot \frac{m}{d^2}$$

Il suffit de mesurer la longueur de la diagonale de la base carrée de l'empreinte pour accéder à la valeur de la dureté Vickers ; on tire les valeurs de la dureté à partir de deux longueurs  $d_1$  et  $d_2$  des deux diagonales et on fait la moyenne; on prend ensuite la valeur moyenne de dix mesures, qui sera prise comme la valeur de  $H_v$  pour le matériau (ou l'état) étudié.



*Chapitre 4*  
*Résultats*  
*expérimentaux*  
*et discussion*

### *Chapitre 4: Résultats expérimentaux et discussion*

Durant le traitement de la plupart des alliages d'aluminium, la précipitation anisotherme joue un rôle clé, car elle peut être envisagée dans plusieurs stades des traitements: la précipitation de dispersions durant les traitements d'homogénéisation ou les traitements thermomécaniques, la trempe imparfaite des tôles épaisses, durant les rampes de chauffage d'un traitement de plusieurs étapes, la dissolution des phases métastables pouvant se produire en compétition avec la précipitation des phases stables et le comportement des alliages durant les traitements isothermes, dépend de la vitesse de chauffage jusqu'aux températures de ces paliers isothermes. Par ailleurs, si on considère la jonction de différentes pièces par soudage, il est important de prendre en compte la stabilité des différents précipités durant un traitement anisotherme rapide.

Du point de vue thermodynamique, la précipitation durant les traitements anisothermes diffère de la précipitation classique se produisant durant les traitements isothermes en plusieurs points :

- la variation de la température durant les traitement anisotherme fait varier tous les paramètres de la précipitation essentiellement la force motrice de la diffusion et de la germination, donc les précipités formés à un instant donné peuvent être déstabilisés après un certain temps,
- la précipitation dans le plus part des alliages d'aluminium se fait à travers une séquence de plusieurs phases métastables et la variation de la température durant un traitement anisotherme peut altérer cette séquence.

Afin de suivre l'évolution et la stabilité des phases présentes dans les séquences de précipitation dans deux types d'alliages d'aluminium (Al - 12 % mass. Mg et Al - 4,5 % mass. Cu) durant les traitements anisothermes nous avons combiné plusieurs techniques expérimentales : pour suivre quantitativement et qualitativement les phases se formant durant les différentes rampes de températures en utilisant plusieurs vitesses nous avons utilisé l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et l'analyse dilatométrique. Pour l'identification des différents effets calorimétriques et pour suivre les paramètre des précipités (comme la fraction volumique et la taille), nous avons utilisé la diffraction in situ des rayons X.

**4.1. Cas de l'alliage Al – 12 % mass. Mg**

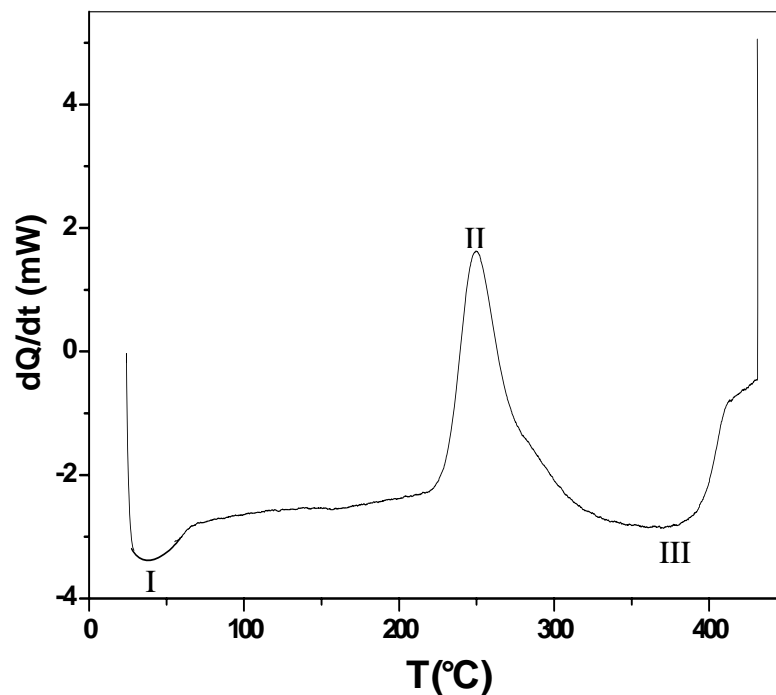
**4.1.1. Etat de trempe :**

**a. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) :**

Les figures 4.1 – 4.5 montrent les thermogrammes enregistrés au cours du chauffage avec une série de vitesses variant de 0,5°C/min à 30°C/min, d'un échantillon Al – 12 % Mg homogénéisé et trempé à l'eau froide.

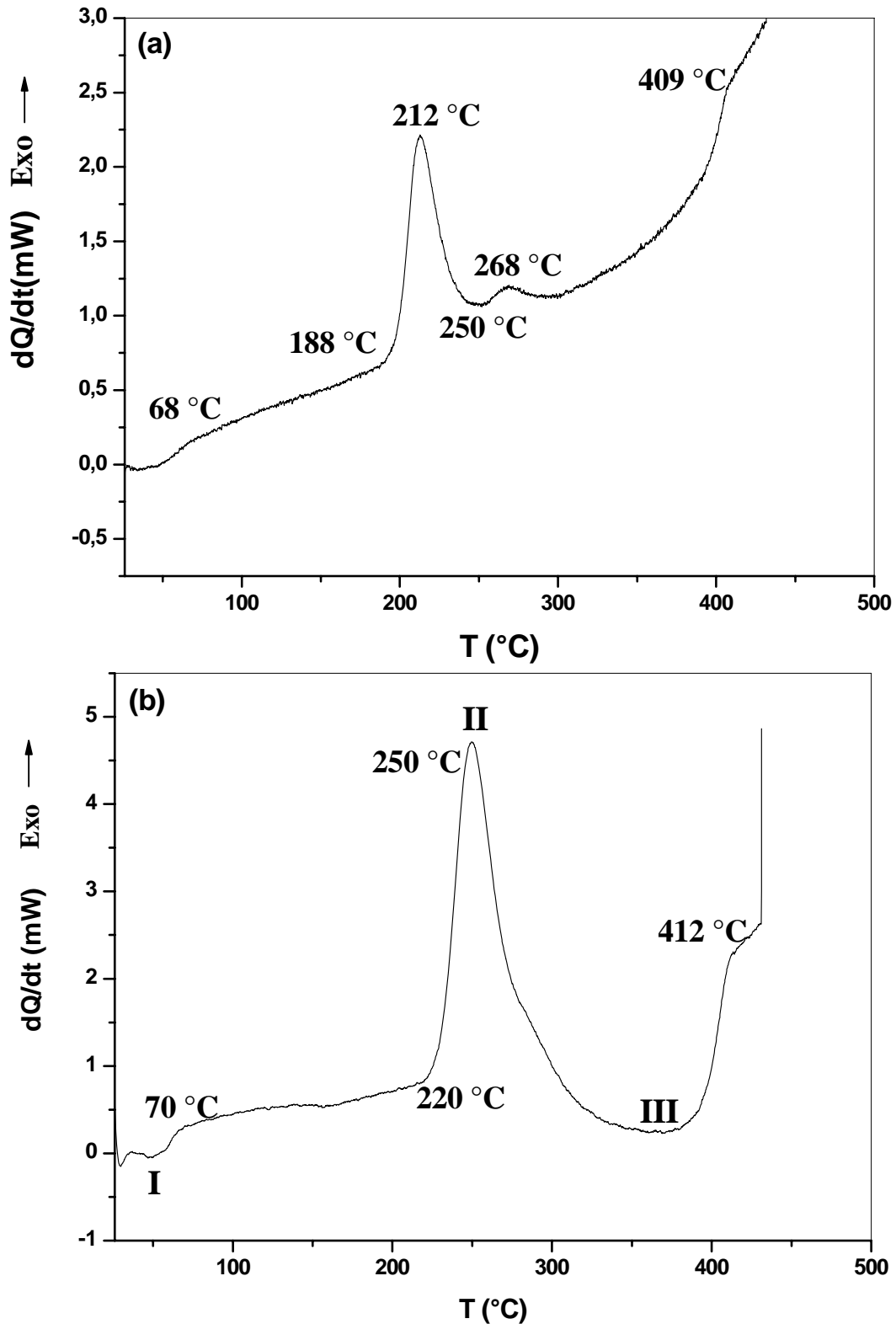
Pour une vitesse de 2 °C/min, on peut observer un pic endothermique (I) dans l'intervalle de température [24, 74°C] qui ne peut être attribué qu'à la dissolution des zones G. P. formées durant la trempe [11-19] (Fig. 4.1).

Entre les température T= 217 °C et T= 280 °C on peut observer l'apparition d'un grand pic exothermique (II), avec un épaulement et un maximum situé vers T= 250 °C, lié à la formation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  [11-19] Ce pic est immédiatement suivi par un pic endothermique (III), dont la forme géométrique indique l'effet de deux processus : la dissolution des particules  $\beta'$  (non encore transformées) et la dissolution de la phase d'équilibre  $\beta$ .

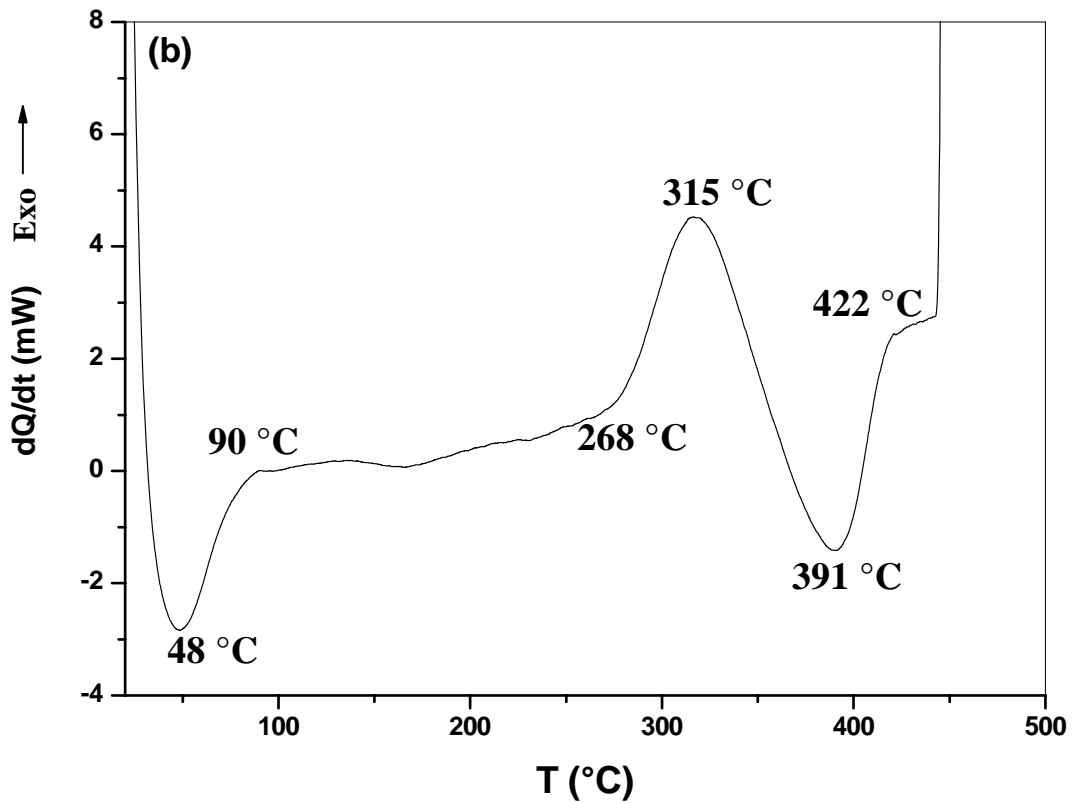
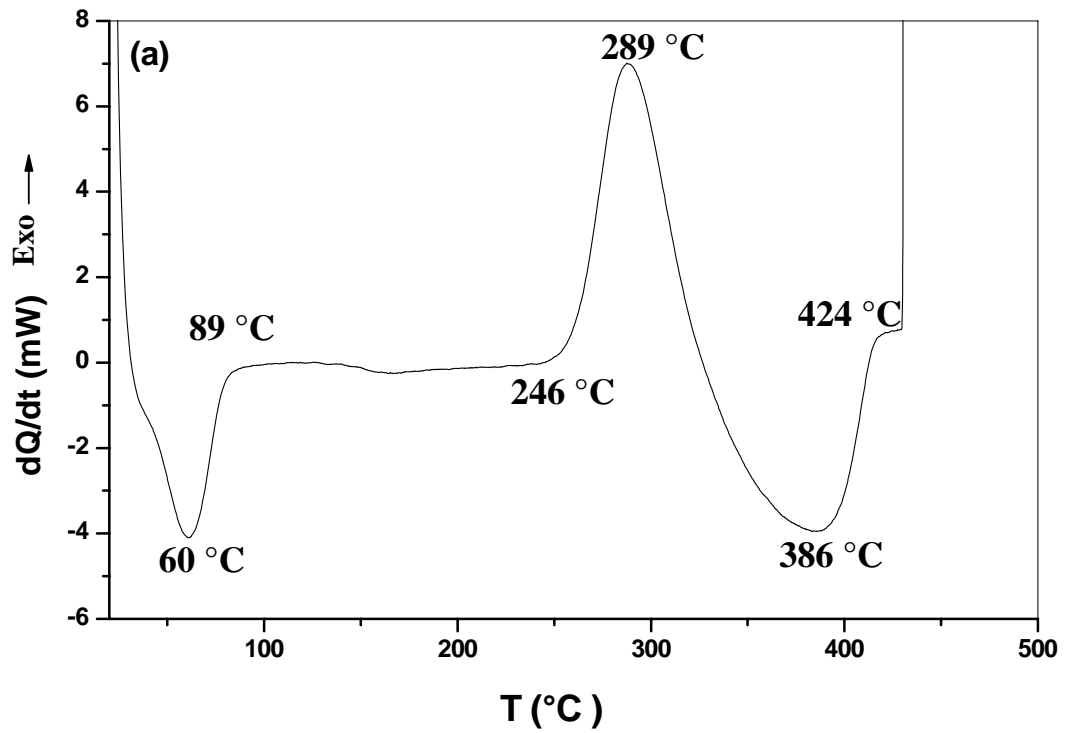


**Fig. 4.1:** Courbe DSC obtenue au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse :  $V= 2 \text{ }^\circ\text{C/min}$ .

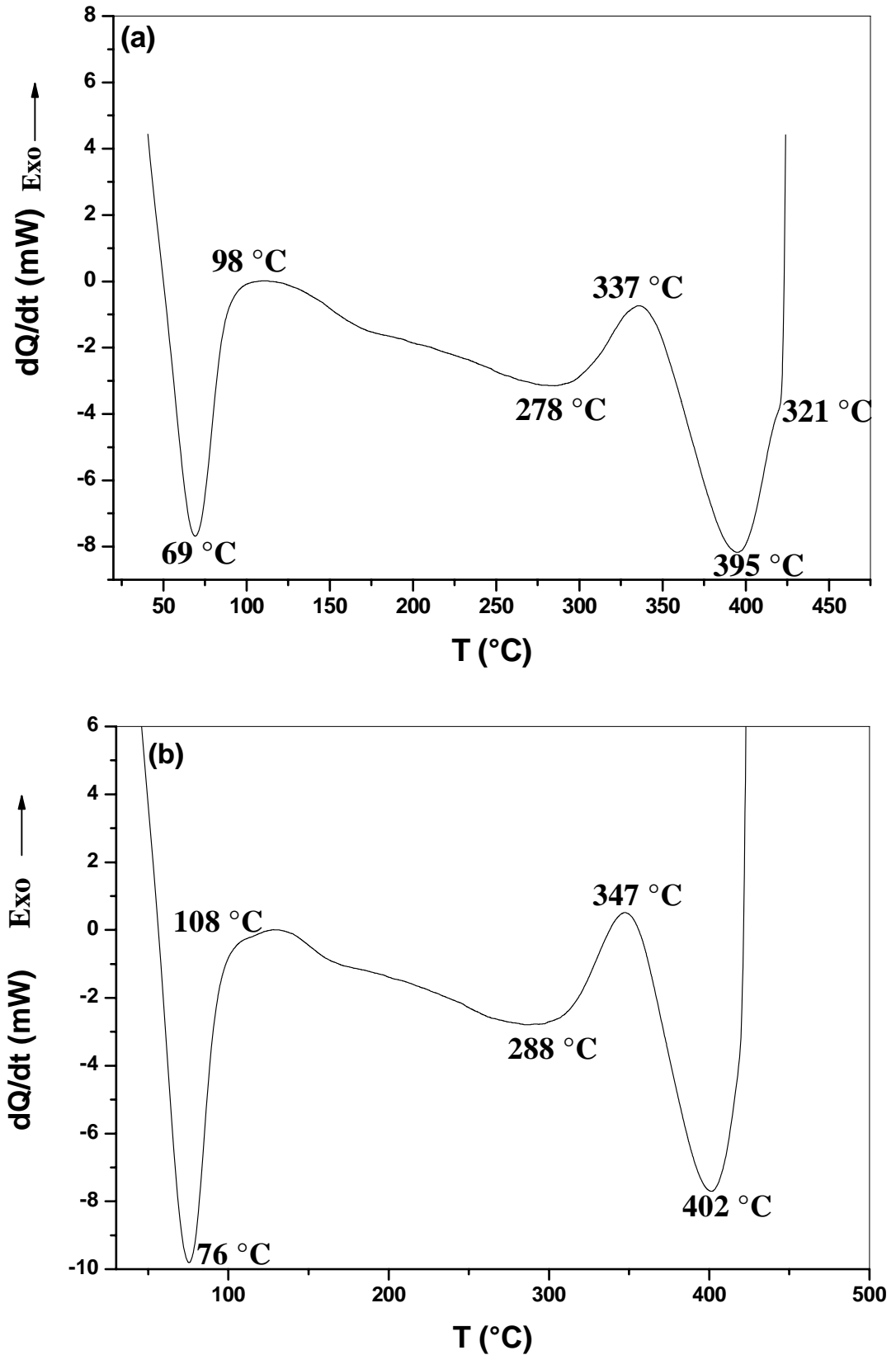
Les mêmes effets sont observés sur les courbes DSC enregistrées par différentes vitesses, mais avec des décalages des températures des pics et des amplitudes (Fig. 4.2-4.5).



**Fig. 4.2.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse :  $V = 0,5$  °C/min (a) et  $V = 2$  °C/min (b).

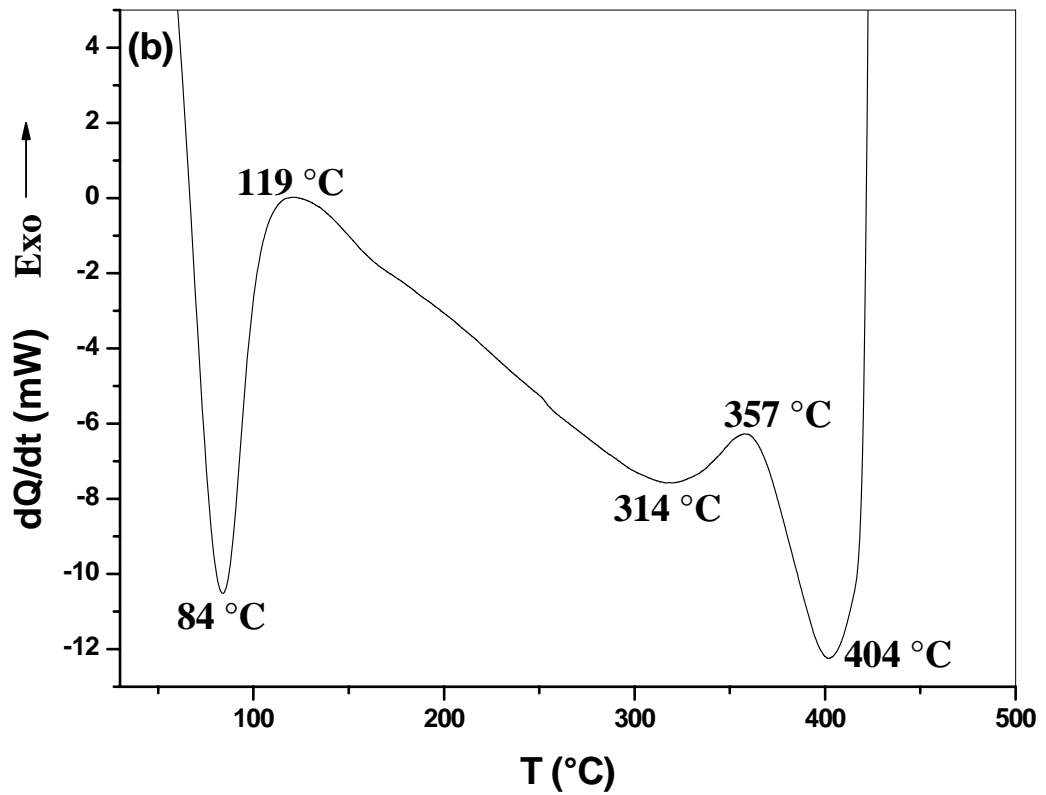
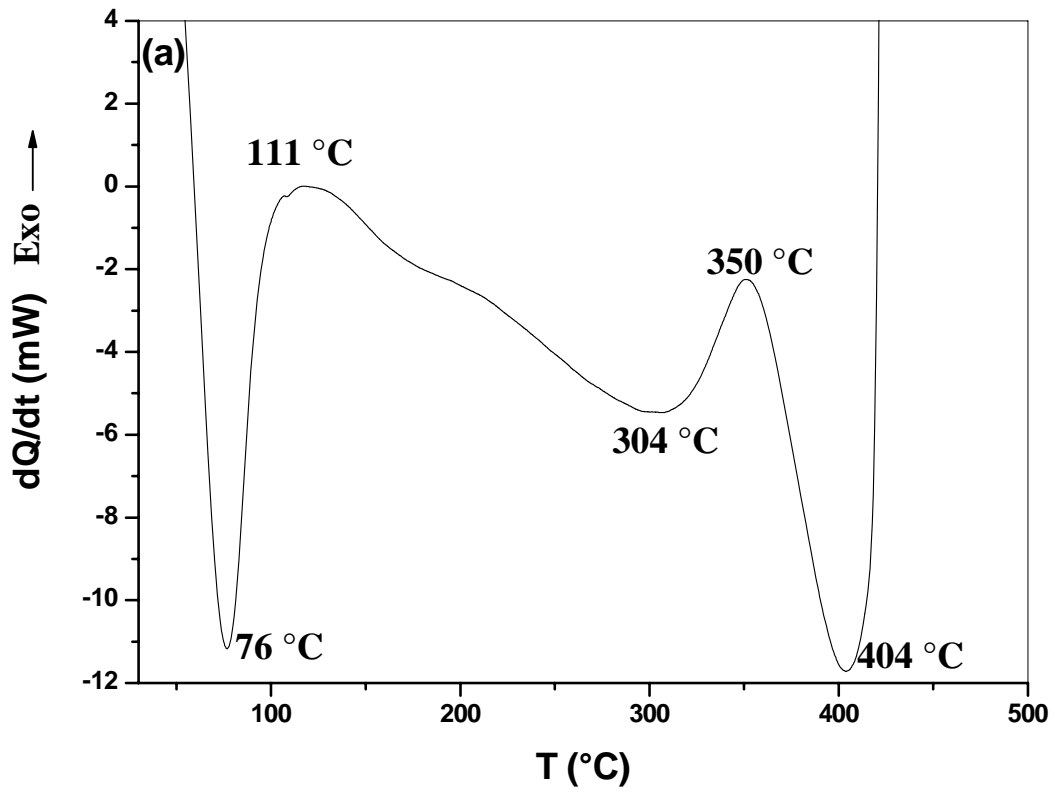


**Fig. 4.3.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse :  $V=6$  °C/min (a) et  $V=10$  °C/min (b).



**Fig. 4.4.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse :  $V = 15$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V = 20$   $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (b).

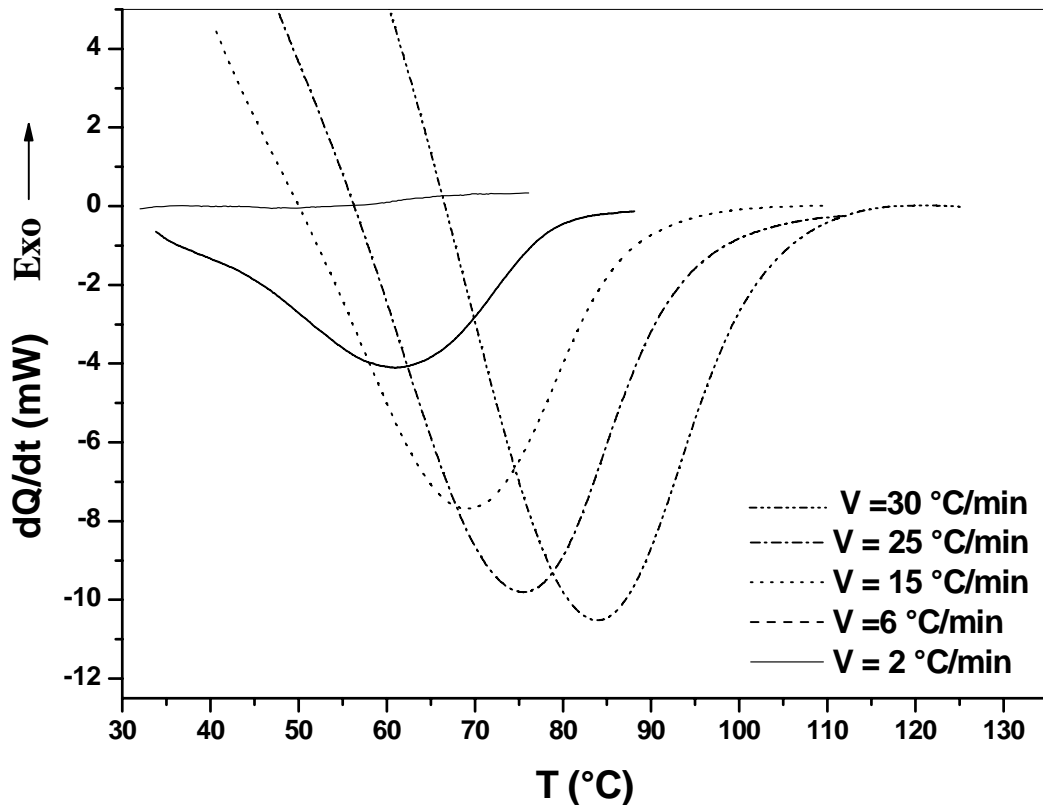




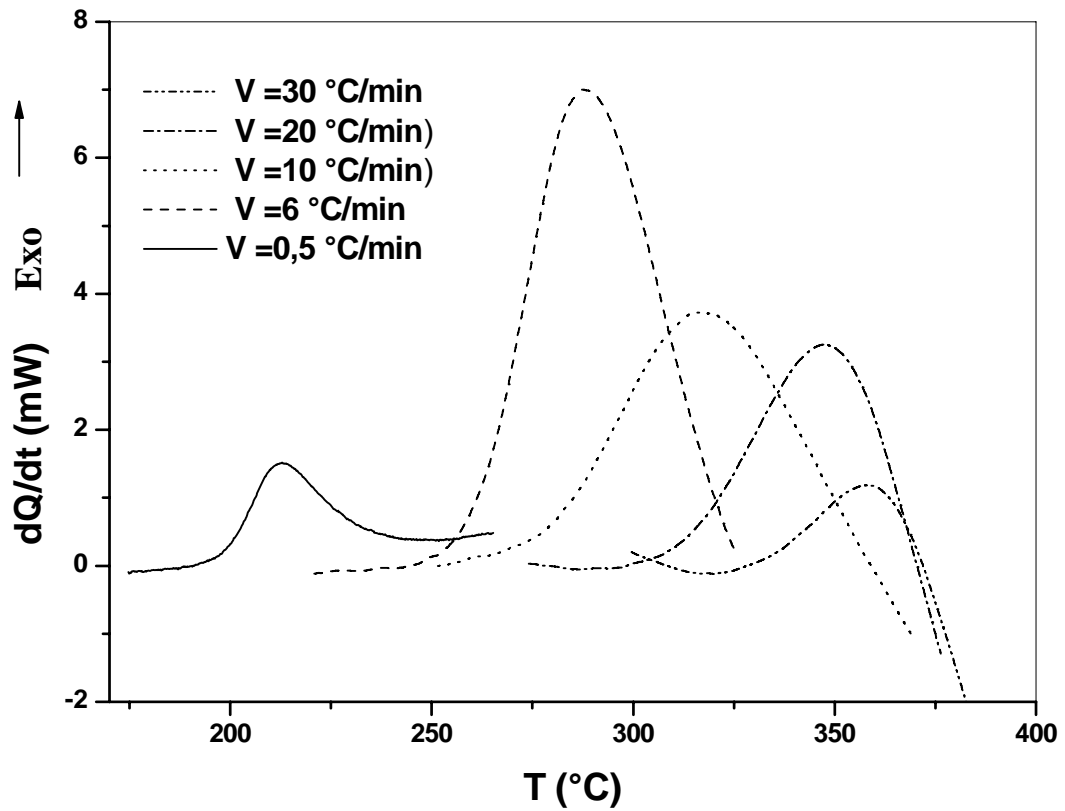
**Fig. 4.5.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse :  $V=25\text{ °C/min}$  (a) et  $V=30\text{ °C/min}$  (b).

Une comparaison prudente de ces thermogrammes enregistrés pour plusieurs vitesses de chauffage, permet de noter que l'augmentation de la vitesse conduit aux effets suivants :

- un déplacement vers les hautes températures avec une augmentation de l'amplitude du pic endothermique lié à la dissolution des zones G P (Fig. 4.6),
- un déplacement vers les hautes températures avec une diminution de l'amplitude du pic exothermique attribué à la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  (ce dernier effet est plus clair et perd son épaulement pour les grandes vitesses de chauffage) (Fig. 4.7), signifiant donc la précipitation d'une seule phase  $\beta$ ,
- une augmentation continue de la symétrie du pic endothermique (III) associé à la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , indiquant ainsi la dissolution d'une seule phase  $\beta$ .



**Fig. 4. 6.** Evolution de l'effet endothermique lié à la dissolution des zones GP au cours du chauffage avec différentes vitesses d'un échantillon de l'alliage Al-12 %Mg homogénéisé et trempé à l'eau.



**Fig. 4.7.** L'évolution de l'effet exothermique lié à la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  au cours du chauffage avec différentes vitesses d'un échantillon de l' alliage Al-12 %Mg homogénéisé et trempé à l'eau.

*b. L'analyse dilatométrique différentielle:*

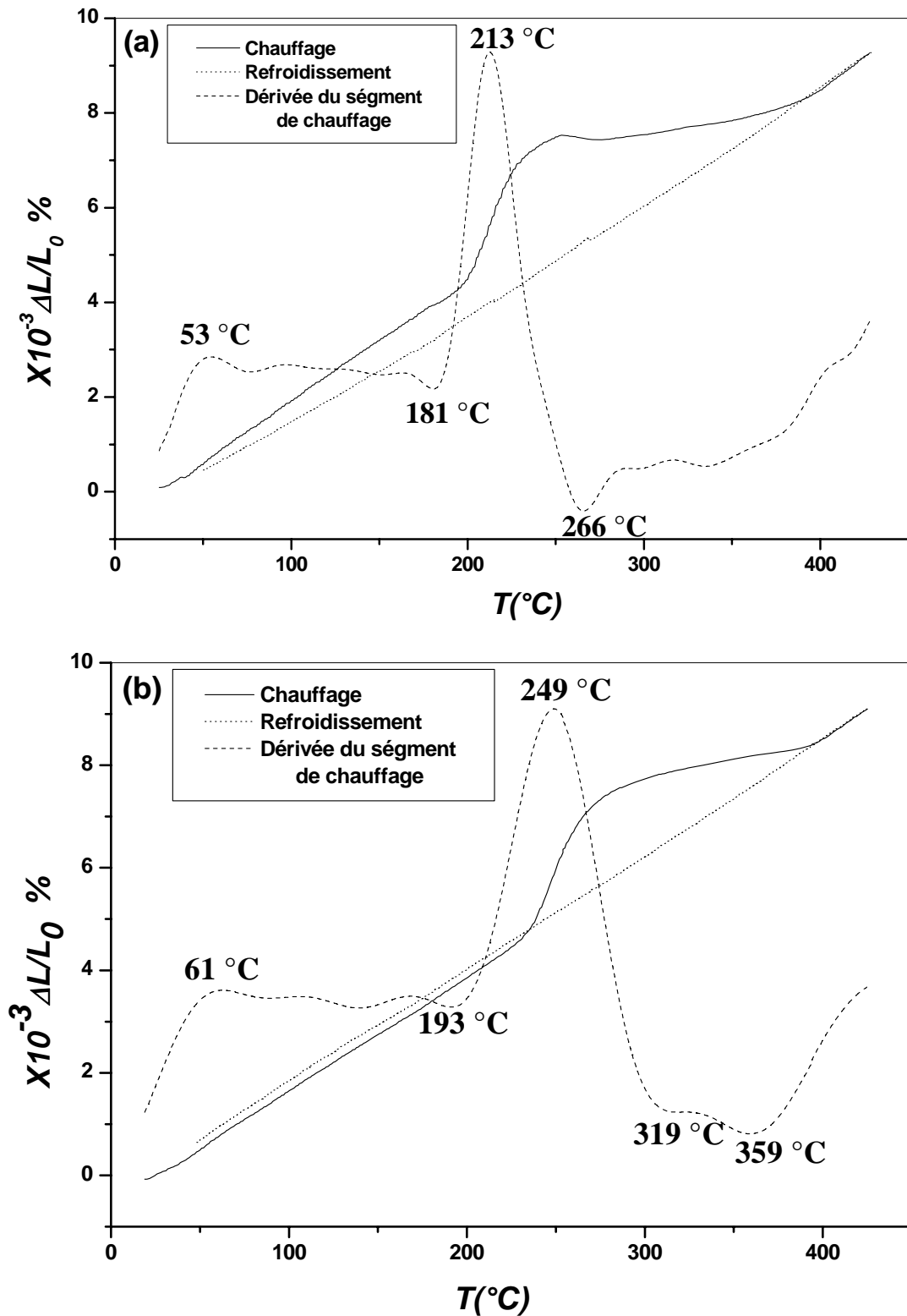
Nous avons également réalisé des essais dilatométriques afin de déterminer l'influence de la vitesse de chauffage sur les transformations de phase se produisant lors du chauffage avec des petite vitesses ce qui est difficile à faire en DSC à cause de la domination de leurs lignes de base.

La courbe de dilatation au cours du cycle complet et la courbe dérivée du segment de chauffage d'un échantillon homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé et chauffé avec une vitesse  $V=0,5$  °C/min sont présentées dans la figure 4.8a. La courbe de refroidissement ne présente pas d'anomalies particulières mais la courbe de chauffage est assez intéressante ; en effet, un examen détaillé permet de constater la présence de:

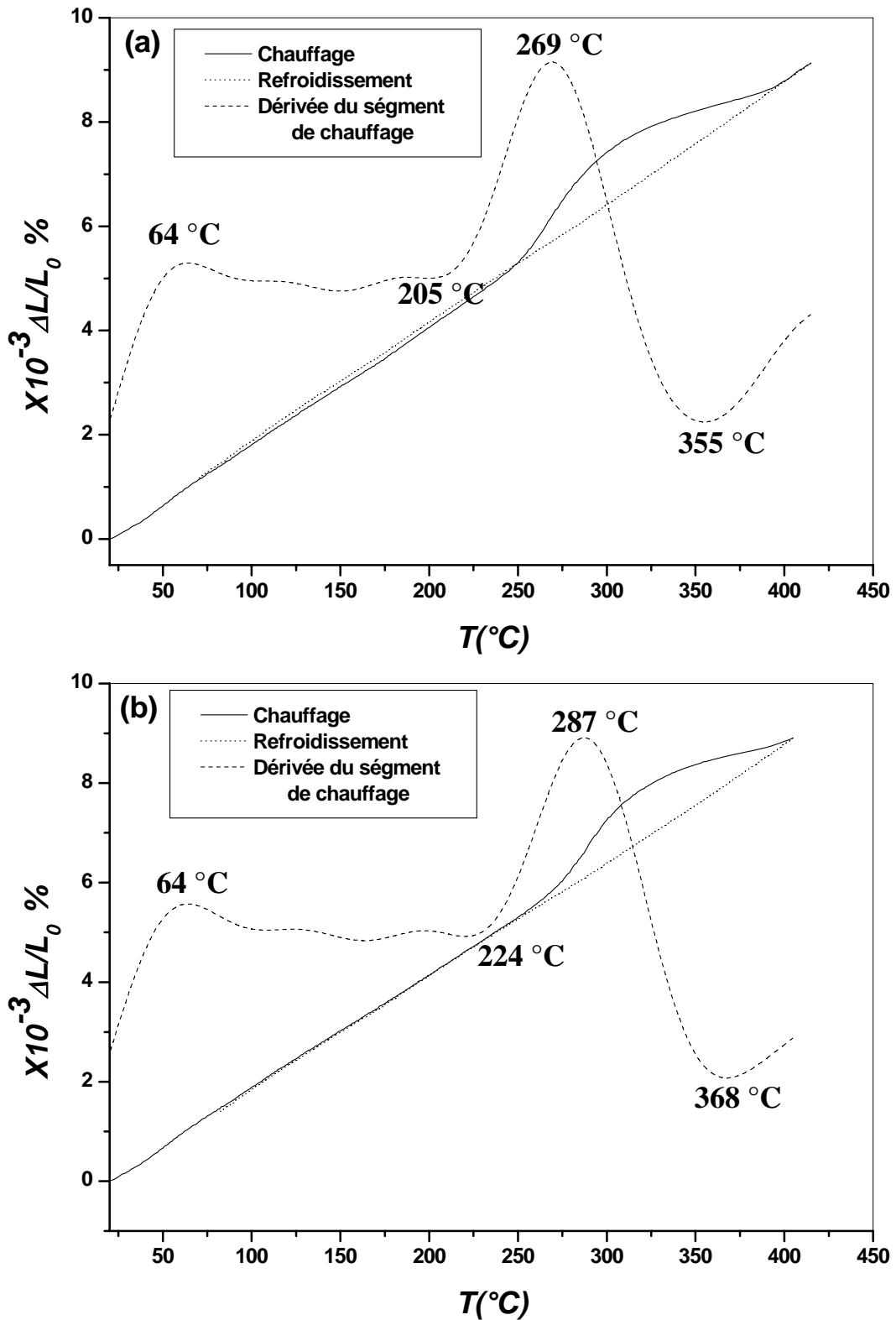
- une première anomalie dans l'intervalle [40 °C - 75 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé vers 53 °C,
- une anomalie importante entre 185 °C et 396 °C composée d'une expansion dans l'intervalle [185 - 240 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé vers 213°C et deux contractions successives entre 240 °C et 410 °C avec deux minima le premier situé vers 266°C et le deuxième difficile à déterminer,

L'anomalie dans l'intervalle [40°C - 75 °C] est due à la dissolution des zones G.P. formées au cours de la trempe. Pour ce qui est de l'anomalie importante, elle est due à la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  donnant une expansion suivie de leur dissolution donnant deux contractions ; la première est sûrement attribuée à la dissolution de la phase moins stable  $\beta'$ , tandis que la deuxième est associée à la dissolution de la phase d'équilibre  $\beta$  [11-19].

Une augmentation de la vitesse de chauffage et de refroidissement (2 °C/min, 4 °C/min et 6 °C/min) (figures 4.8b et 4.9a), mène pratiquement aux mêmes effets et anomalies, c'est à dire les courbes ont la même allure. Comme on le voit dans la figure 4.10, sur la courbe dérivée remarque toujours la présence de la contraction liée à la dissolution des zones G.P. et de l'importante anomalie due à la formation et à la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$  ; on note aussi la disparition de la contraction liée à la dissolution de  $\beta'$ .

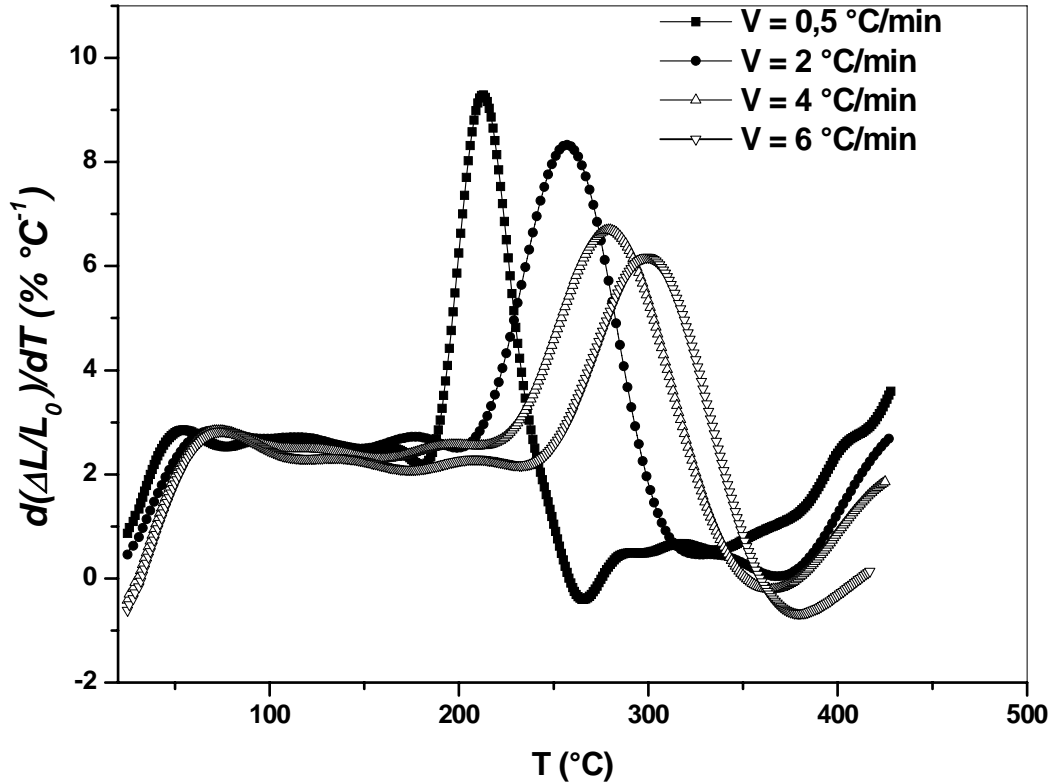


**Fig. 4.8.** Courbes de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé et chauffé avec une vitesse :  $V= 0,5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V=2 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig. 4.9.** Courbes de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à  $430^{\circ}C$ , trempé et chauffé avec une vitesse :  $V=4^{\circ}C/min$  (a) et  $V=6^{\circ}C/min$  (b).

Cependant, après un examen détaillé de ces courbes dérivées (Fig. 4.10), on peut signaler que l'augmentation de la vitesse de chauffage mène à une diminution de l'intensité de l'expansion et de la contraction attribuées respectivement à la formation et la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ .



**Fig. 4.10.** Comparaison entre les courbes dérivées des segments de chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé et chauffé avec les différentes vitesses.

Une synthèse des résultats des analyses dilatométrique et calorimétriques permet de faire les constatations suivantes:

- une augmentation de la quantité des zones GP dissoutes, traduite par l'augmentation de l'amplitude du premier pic endothermique sur les courbes DSC,
- un déplacement vers les hautes températures de toutes les anomalies calorimétriques et dilatométriques,
- une diminution des quantités des phases  $\beta'$  et  $\beta$  formées, indiquée par la diminution des amplitudes des effets calorimétriques (pour les vitesses supérieures à 6 °C/min) et la diminution des amplitudes de

l'expansion et de la contraction dues à la précipitation et la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$  (pour des petites vitesses).

L'augmentation de l'amplitude du pic de dissolution des zones GP, avec l'augmentation de la vitesse de chauffage s'explique comme suit : au cours d'un chauffage avec de faibles vitesses, la vitesse d'annihilation des lacunes est plus faible que celle de leur annihilation associée à la croissance des zones GP [90, 91] et par conséquent, la croissance des zones GP sera plus rapide que l'augmentation de leur rayon critique; et on est donc en présence de deux processus: la croissance et la dissolution des zones GP, qui donnent un faible pic endothermique. La croissance des zones GP devient moins importante (ou même disparaît) lorsque la vitesse de chauffage augmente, car la vitesse d'annihilation des lacunes doit être plus élevée que la vitesse de leur annihilation compatible avec leur croissance [90, 91]; la croissance du rayon critique des zones est donc plus rapide que leur croissance et par conséquent, presque toutes les zones auront des tailles inférieures à la taille critique et vont donc se dissoudre.

Le phénomène de déplacement de toutes les anomalies vers les hautes températures est essentiellement dû au fait qu'au cours du chauffage avec des grandes vitesses on donne peu de temps aux différents microconstituants de la matrice pour diffuser et on augmente les temps d'incubation; le processus de diffusion sera donc difficile et par conséquent, toutes les réactions diffusives seront retardées vers les plus hautes températures [90-92]. D'autre part, le fait que l'augmentation de la vitesse de chauffage de l'appareil DSC cause une augmentation des températures de précipitation, selon le diagramme d'équilibre des phases stables et métastables, va induire deux principaux effets : (1) une diminution de la quantité des atomes solutés précipités à cause de l'augmentation de leur solubilité solide et (2) l'augmentation de la proportion des phases stables à hautes températures. A cause de ces deux raisons, l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit à une diminution des amplitudes des anomalies liées à la formation et à la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ . En outre, selon le mécanisme de germination de la phase  $\beta'$  proposé par Starink et al [61], pour de grandes vitesses de chauffage, peu de temps est disponible pour la diffusion des lacunes à partir de leurs amas et donc la possibilité de formation de la phase  $\beta'$  est réduite.

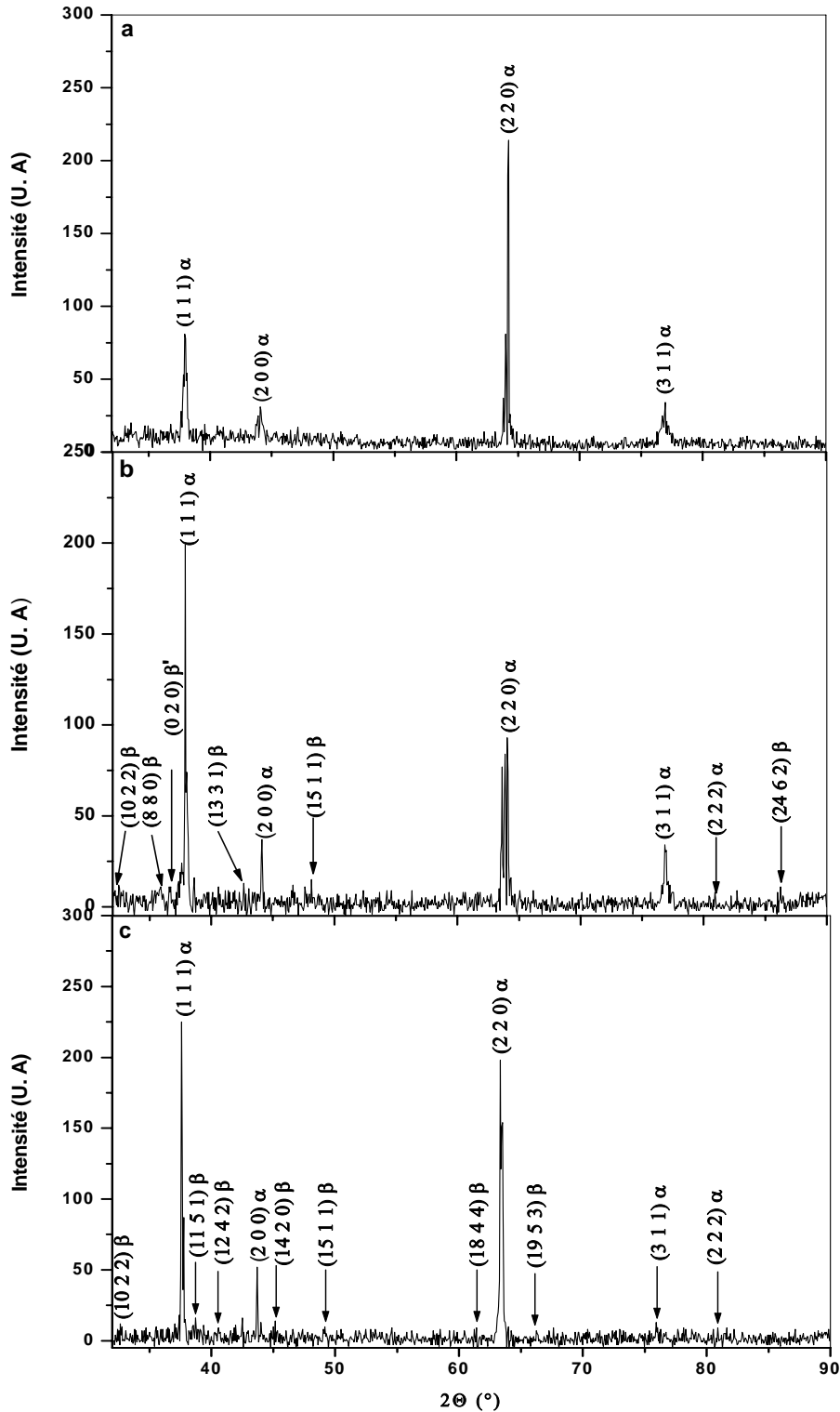


*c. L'étude par diffraction in situ des rayons X (DRX):*

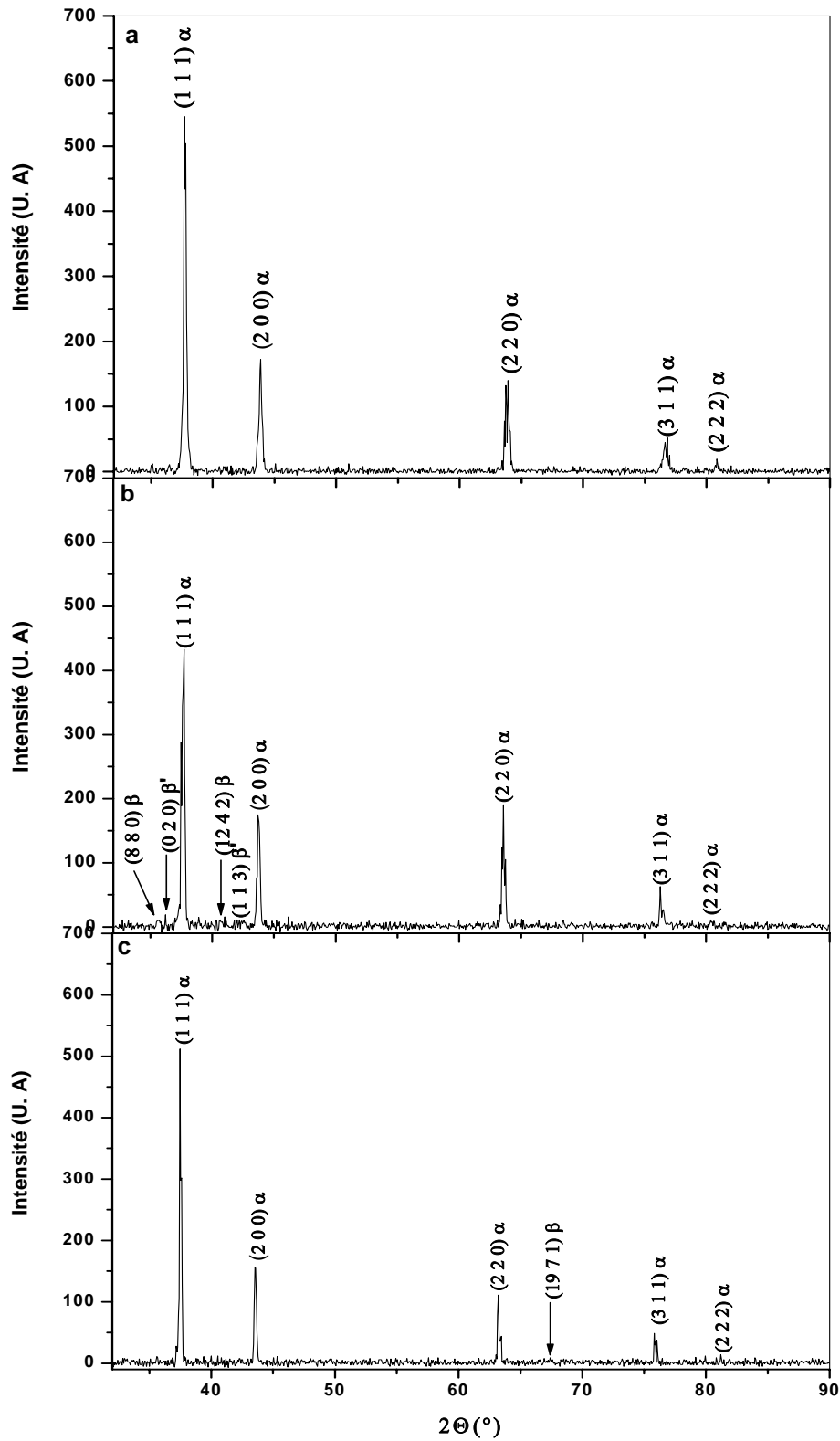
A cause de leur classement très proche dans le tableau périodique des éléments, les atomes d'aluminium et de magnésium possèdent des structures électroniques presque identiques et par conséquent leurs facteurs de diffusion électronique l'est aussi. De cela la diffraction des rayons X (DRX) ne peut révéler que des très faibles pics de diffraction des phases composées de ces deux éléments. Cependant, l'utilisation de la diffraction in situ des rayons X, c'est-à-dire la diffraction à haute température des rayons X (HTXRD), à cause d'une certaine atténuation des pics de diffraction de la matrice peut permettre la détection de ces phases.

Afin de pouvoir suivre l'effet de la vitesse sur les transformations de phases, en particulier la précipitation et la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , se produisant durant les traitements anisothermes effectués avec différentes vitesses, nous avons également utilisé cette technique.

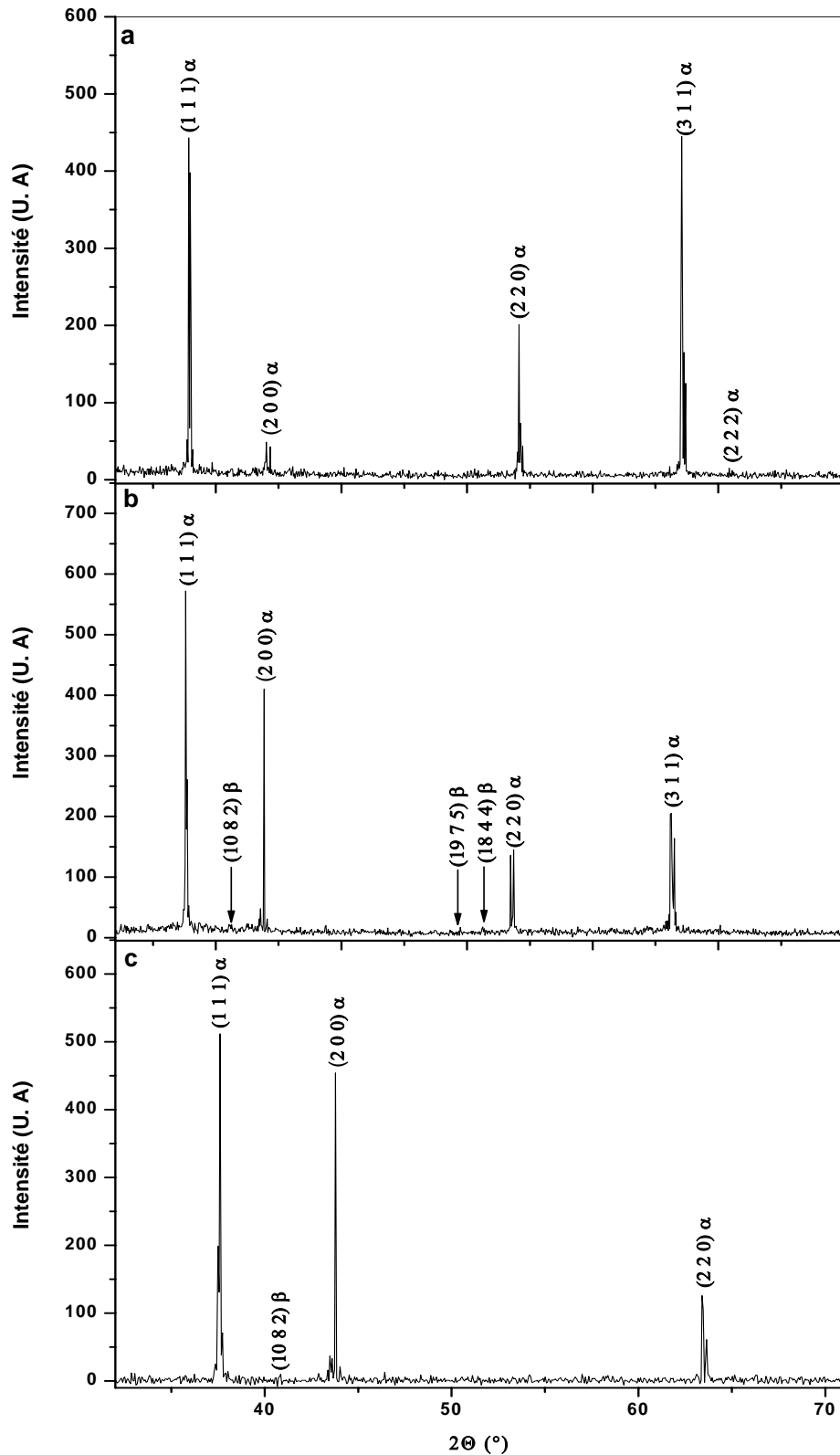
L'évolution de la structure des échantillons homogénéisés et trempé à l'eau au cours de chauffage avec différentes vitesses a été suivie par la diffraction in situ des rayons X. Les spectres de diffraction X enregistrés correspondant aux différents effets calorimétrique pendant le chauffage d'un échantillon homogénéisé et trempé à l'eau avec différentes vitesses sont montrés dans les figures 4.11-4.14. La figure 4.11 présente les spectres de diffractions des rayons X enregistrés pour une vitesse de chauffage de 6 °C/min; nous constatons clairement que les effets II et III sont respectivement dus aux réactions de formation et de dissolution des phases  $\beta$  et  $\beta'$ . Les mêmes constatations peuvent être faites pour les différentes vitesses de chauffage (Fig. 4.12 – 4.14). En ce qui concerne l'influence de la vitesse de chauffage sur la précipitation des phases  $\beta$  et  $\beta'$ , l'examen des spectres enregistrés lors du chauffage avec les différentes vitesses (essentiellement aux températures correspondant au pic de précipitation) (Fig. 4.15) permet de constater une diminution progressive des quantités précipitées des deux phases  $\beta'$  et  $\beta$ . Une telle constatation confirme bien les explications des résultats précédents.



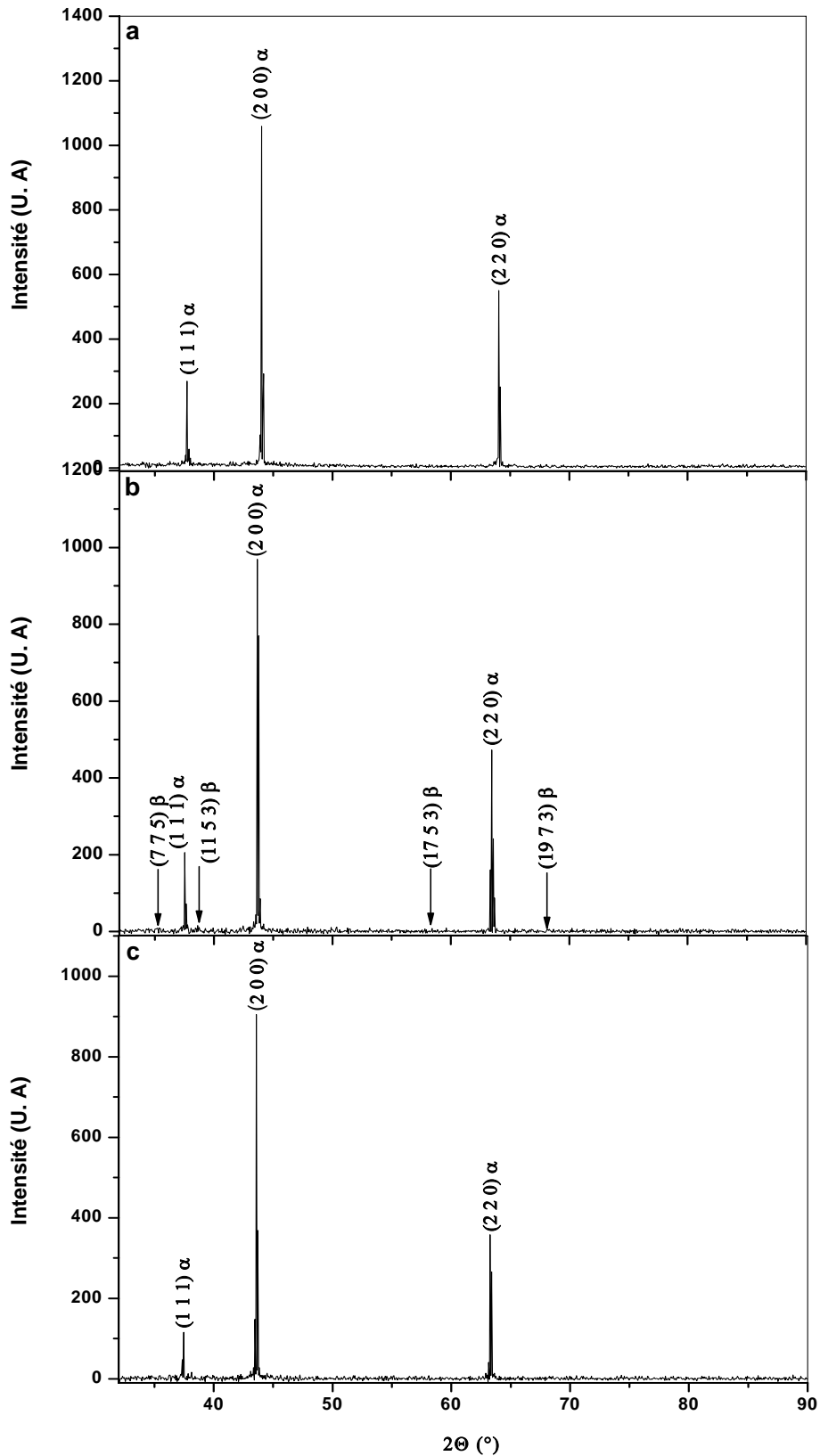
**Fig. 4.11.** Les spectres de diffraction des rayons X enregistrés; à la température ambiante (a), à la température du pic de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  (b) et du pic de leur dissolution (c) au cours du chauffage d'un échantillon Al-12 % mass. Mg homogénéisé trempé et chauffé avec une vitesse  $V = 6 \text{ }^\circ\text{C/min}$ .



**Fig. 4.12.** Spectres de diffraction des rayons X enregistrés à la température ambiante (a), à la température du pic de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  (b) et du pic de leur dissolution (c) au cours du chauffage d'un échantillon Al-12 % mass. Mg homogénéisé trempé et chauffé avec une vitesse  $V=15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .



**Fig. 4.13.** Spectres de diffraction des rayons X enregistrés à la température ambiante (a), à la température du pic de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  (b) et au pic de leur dissolution (c) au cours du chauffage d'un échantillon Al-12 % mass. Mg homogénéisé trempé et chauffé avec une vitesse  $V = 20$  °C/min.



**Fig. 4.14.** Spectres de diffraction des rayons X enregistrés: à la température ambiante (a), à la température du pic de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  (b) et du pic de leur dissolution (c) au cours du chauffage d'un échantillon Al-12 % mass. Mg homogénéisé trempé et chauffé avec une vitesse  $V=30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

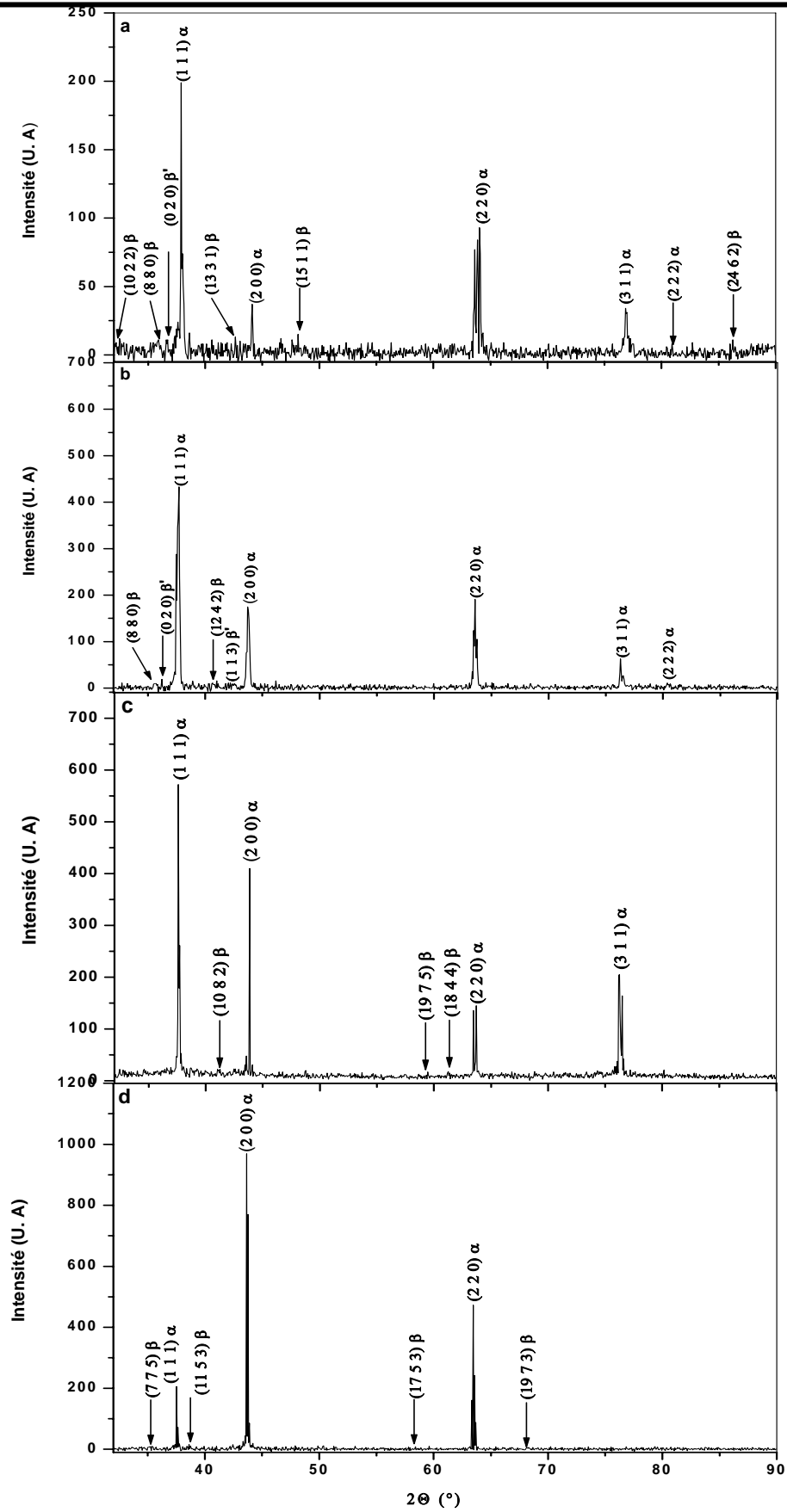


Fig. 4.15. Comparaison des spectres de diffraction des rayons X enregistrés aux températures correspondant au pic de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  au cours du chauffage d'un échantillon Al-12 % mass. Mg homogénéisé trempé et chauffé avec une vitesse (a)  $V=6$  °C/min, (b)  $V=15$  °C/min, (c)  $V=20$  °C/min et (d)  $V=30$  °C/min.

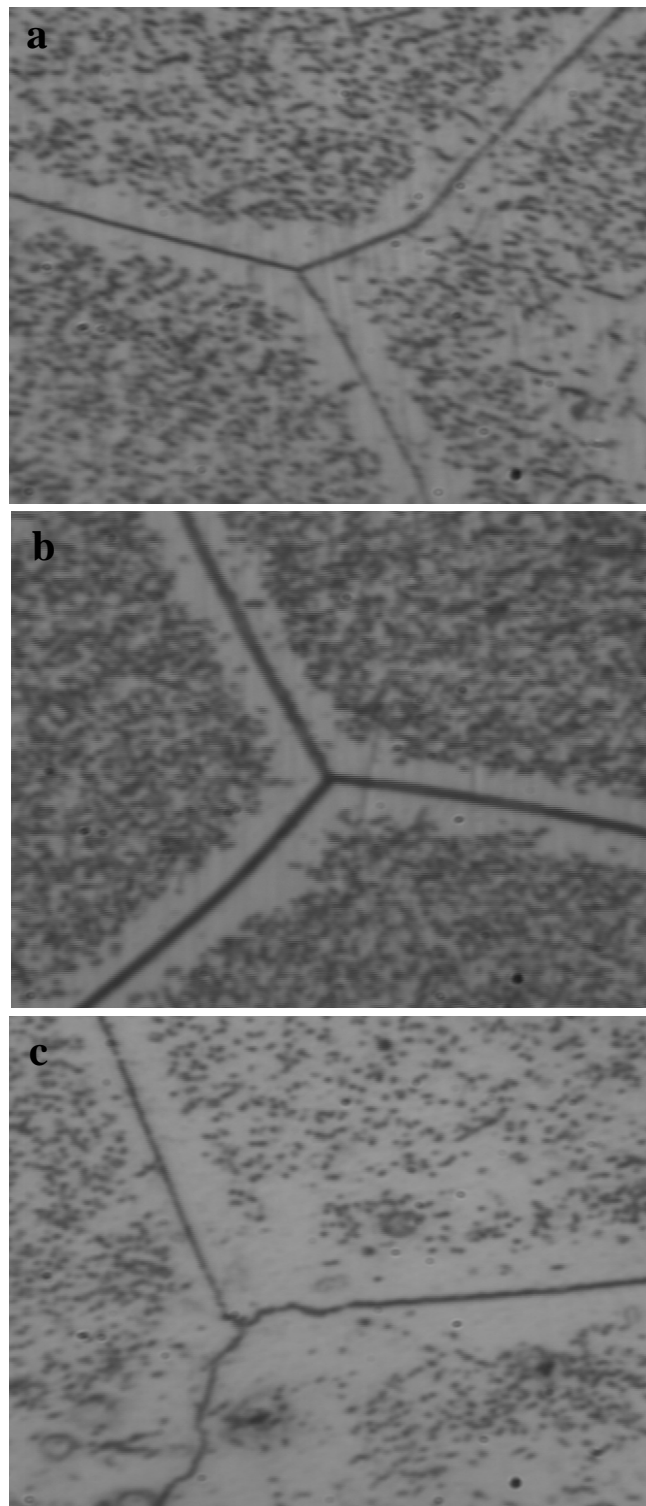
*d. L'étude métallographique :*

Afin de confirmer les explications précédentes des variations induites par l'augmentation de la vitesse de chauffage sur les effets calorimétriques et dilatométriques, nous avons fait subir les mêmes cycles thermiques (chauffage continu à partir de la température ambiante jusqu'aux températures correspondant au pic exothermique II, avec les mêmes vitesses que celles utilisées dans les essais calorimétriques) à un échantillon de même alliage homogénéisé et trempé à l'eau qui, dès qu'il atteint cette température est trempé à l'eau pour figer l'état microstructural obtenu.

Les micrographies optiques de la figure 4.16 illustrent les états microstructuraux obtenus aux températures correspondant aux effets calorimétriques II enregistrés durant le chauffage avec des vitesses de 6 °C/min, 10 °C/min et 20 °C/min. Pour une vitesse de chauffage de 6 °C/min, la microstructure révèle une distribution homogène des particules fines des deux phases  $\beta$  (sous forme de sphéroïdes) et  $\beta'$  (sous forme de bâtonnets) (Fig. 4.16a). La microstructure de l'échantillon homogénéisé, trempé et chauffé jusqu'à 315 °C avec une vitesse de 10 °C/min (Fig. 4.16b) n'est pas fondamentalement différente de celle de l'état précédent, bien que nous voyons une distribution très dense des très petites particules dont nous pouvons pas déterminer la nature. Pour une plus grande vitesse de chauffage ( $V = 20$  °C/min jusqu'à 347 °C) (Fig. 4.16c) nous observons une faible densité des précipités sphéroïdes (de la phase  $\beta$ ).

De cette évolution de la microstructure avec la vitesse de chauffage, nous pouvons affirmer que l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit, premièrement, à un affinement de la taille des précipités  $\beta$  et  $\beta'$  formés puis à la diminution progressive de la quantité de la phase  $\beta'$  ensuite de la phase  $\beta$  formées. Ce qui est en bon accord avec les analyses précédentes.

Quand on parle du durcissement des alliages du système Al-Mg, plusieurs mécanismes doivent être considérés. D'une manière grossière, ces mécanismes sont: (i) l'effet Hall-Petch relié à l'interaction entre les dislocations et les joints de grains, (ii) le durcissement par solution solide et (iii) le durcissement par précipitation. Pour le troisième mécanisme, ce sont la taille, la distribution et la densité des précipités qui contrôlent le durcissement induit [93].

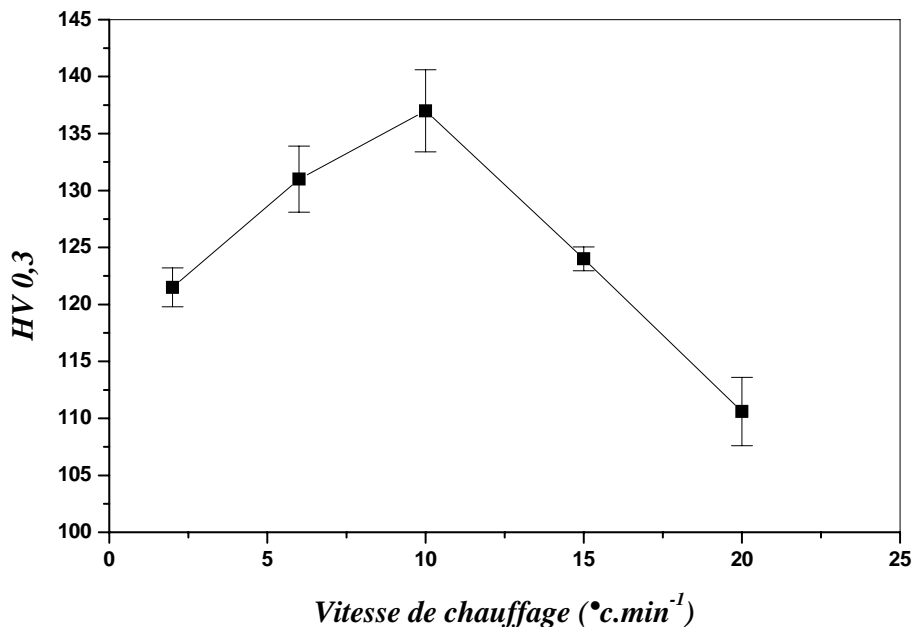


**Fig. 4.16.** *Microstructures de l'échantillon Al-12% mass. Mg homogénéisé 17h à 430°C, trempé et chauffé jusqu'à la température du pic de précipitation  $\beta'/\beta$  avec une vitesse de : (a) 6 °C/min, (b) 10 °C/min et (c) 20 °C/min (X1000).*



L'objectif de cette étude est de déterminer l'influence de la vitesse de chauffage sur les propriétés mécaniques à travers des mesures de la microdureté Vickers, en se basant sur le fait que ce paramètre peut modifier la taille et la densité des précipités  $\beta'$  et  $\beta$ .

Pour cela, nous avons chauffé, avec différentes vitesses, des échantillons homogénéisés et trempés à l'eau froide aux températures correspondant aux pics de précipitation des thermogrammes de DSC et dès qu'ils atteignent ces températures, ils sont trempés à l'eau pour figer l'état microstructural obtenu. La figure 4.17 montre l'évolution de la microdureté Vickers en fonction de la vitesse de chauffage; on note une augmentation (pour les vitesses inférieures à 10 °C/min) puis une diminution (pour les vitesses supérieures à 10 °C/min) des valeurs de la microdureté. L'augmentation des valeurs de la microdureté observée est certainement due à l'augmentation de la densité des précipités et la diminution de leur taille et de la distance inter-précipités, tandis que la diminution notée pour les grandes vitesses de chauffage est attribuée à la diminution de la densité des précipités, en particulier celle de la phase  $\beta'$ , qui induit une augmentation de la distance inter-précipités.



**Fig. 4.17.** Variation de la microdureté mesurée à la température du pic exothermique dû à la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$  en fonction de la vitesse de chauffage.

*4.1.2. Etude de l'interaction entre les processus de restauration et de recristallisation et la précipitation durant les traitements anisothermes*

*a). Introduction:*

La déformation plastique est généralement faite entre les traitements d'homogénéisation et de vieillissement pour alliages à durcissement structural. Cette étape durcit le matériau par l'introduction d'une forte densité de dislocations et par la création d'une solution solide sursaturée qui possède alors un potentiel non seulement pour la précipitation mais aussi pour les processus de restauration et de recristallisation au cours du vieillissement à une température élevée [94, 95]. Malgré le grand nombre des recherches académiques et industrielles [70,94-97], l'interaction entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation n'est pas encore bien comprise, à cause des complications dues au chevauchement de ces processus durant le vieillissement.

Nous avons montré dans des paragraphes précédents que l'un des effets de l'augmentation de la vitesse de chauffage est le déplacement vers les hautes températures de tous les processus de précipitation et le changement de la nature, la densité et la taille des précipités formés (une diminution voir une suppression de la précipitation des phases métastables). D'autre part, il est bien connu qu'une augmentation de la vitesse de chauffage conduit à un déplacement vers les hautes températures des processus de restauration et de recristallisation, cependant ils ne peuvent pas être complètement annihilés [98, 99]. Donc un choix prudent de la vitesse de chauffage peut permettre l'obtention d'une fine taille de grains à travers le contrôle de la recristallisation ou l'obtention d'une distribution uniforme de fins précipités dans la matrice.

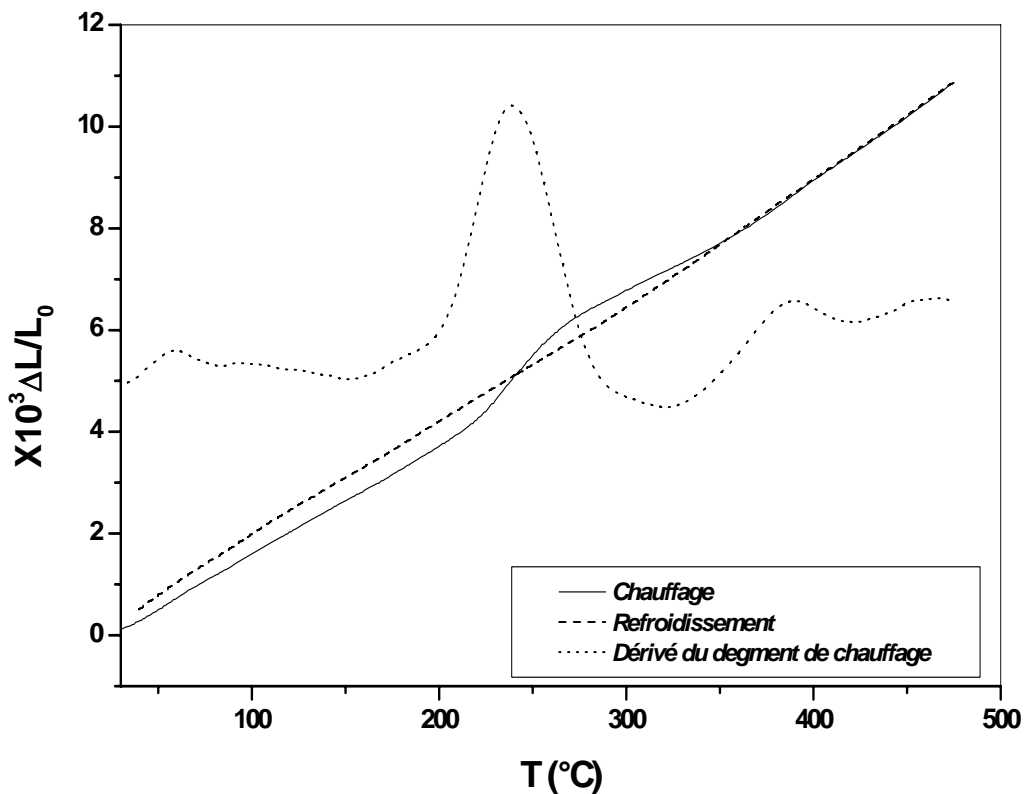
L'objectif de cette étude est d'établir le comportement de la précipitation et des processus de restauration et de recristallisation durant les traitements anisothermes. Pour atteindre cet objectif nous allons tout d'abord expliquer les anomalies dilatométriques observées par Hamana et al [17].

*b). L'analyse dilatométrique différentielle:*

**b.1. Cas d'une légère déformation ( $\varepsilon = 8 \%$ ):**

La courbe dilatométrique obtenue lors du chauffage avec une vitesse de 2 °C/min d'un échantillon homogénéisé, trempé et déformé avec un taux  $\varepsilon = 8 \%$

présentée dans la figure 4.18, n'est pas assez différente de celle de l'état de trempe: une expansion située à basse température due certainement à la dissolution des zones GP et deux anomalies représentées par une expansion et une contraction dédoublée. L'expansion étalée entre 190 °C et 285 °C avec un pic de la courbe dérivée situé vers 245°C, est attribué à la formation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , tandis que la contraction dédoublée entre 285 °C et 455°C est due à la dissolution de ces deux phases.



**Fig. 4.18.** Courbes de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé, déformé avec un taux de 8 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C/min

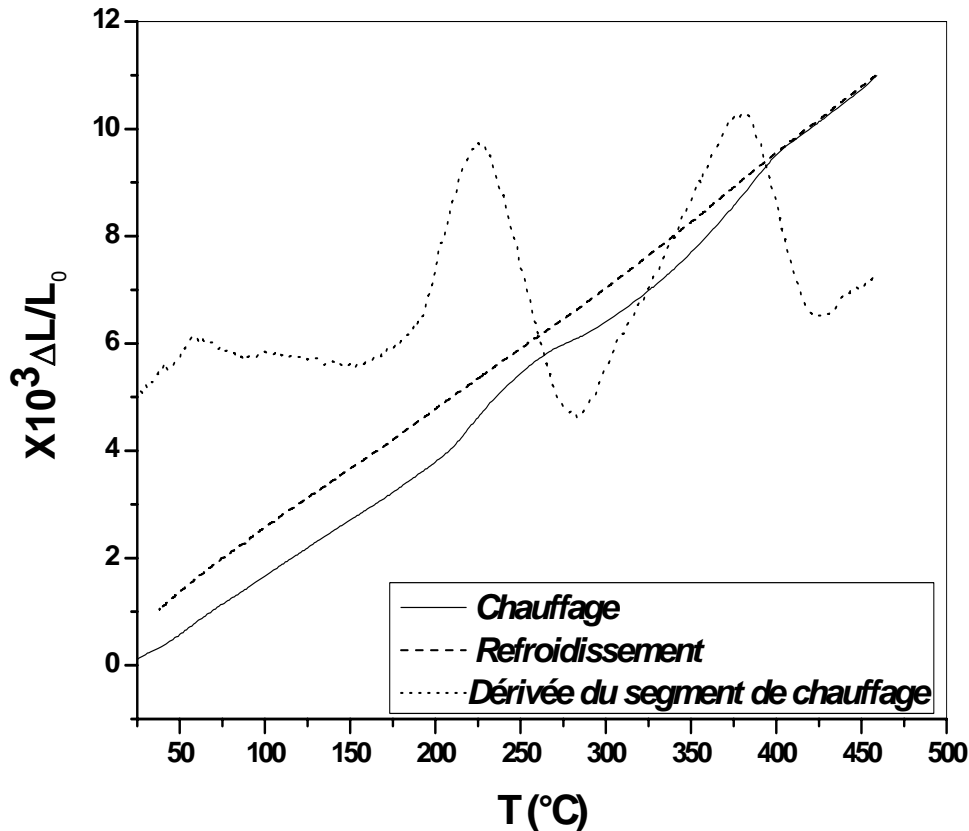
#### **.b.2. Cas d'une déformation de $\varepsilon \approx 16$ %:**

Un changement de forme de la courbe dilatométrique se produit après une déformation de 16 % : la courbe dérivée du segment de chauffage (Fig. 4.19) présente cette fois ci trois expansions et une contraction dans l'ordre suivant:

- une petite expansion avec un pic situ vers 70 °C qui est due à la dissolution des zones GP; par comparaison avec l'état précédent l'effet de cette expansion a diminué,

- une deuxième expansion étalée dans l'intervalle de températures [180, 260 °C] avec un pic de la courbe dérivée situé à 225 °C, suivie immédiatement par une contraction très étroite avec un minimum à 283 °C,
- une troisième expansion supplémentaire qui commence à 310 °C et prend fin à 425 °C avec un pic à 380 °C.

L'apparition d'une telle succession d'anomalies à haute température reste difficile à expliquer.



**Fig. 4.19.** Courbes de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé, déformé avec un taux de 16 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C/min

### **b.3. Cas d'une déformation de $\varepsilon = 30$ %:**

Un nouveau changement de la forme des courbes dilatométriques se produit après une déformation de 30 % : l'effet de la deuxième expansion devient très faible et la contraction diminue. Le pic de la courbe dérivée de la dernière expansion à 390 °C est devenu plus important (Fig. 4.20a).

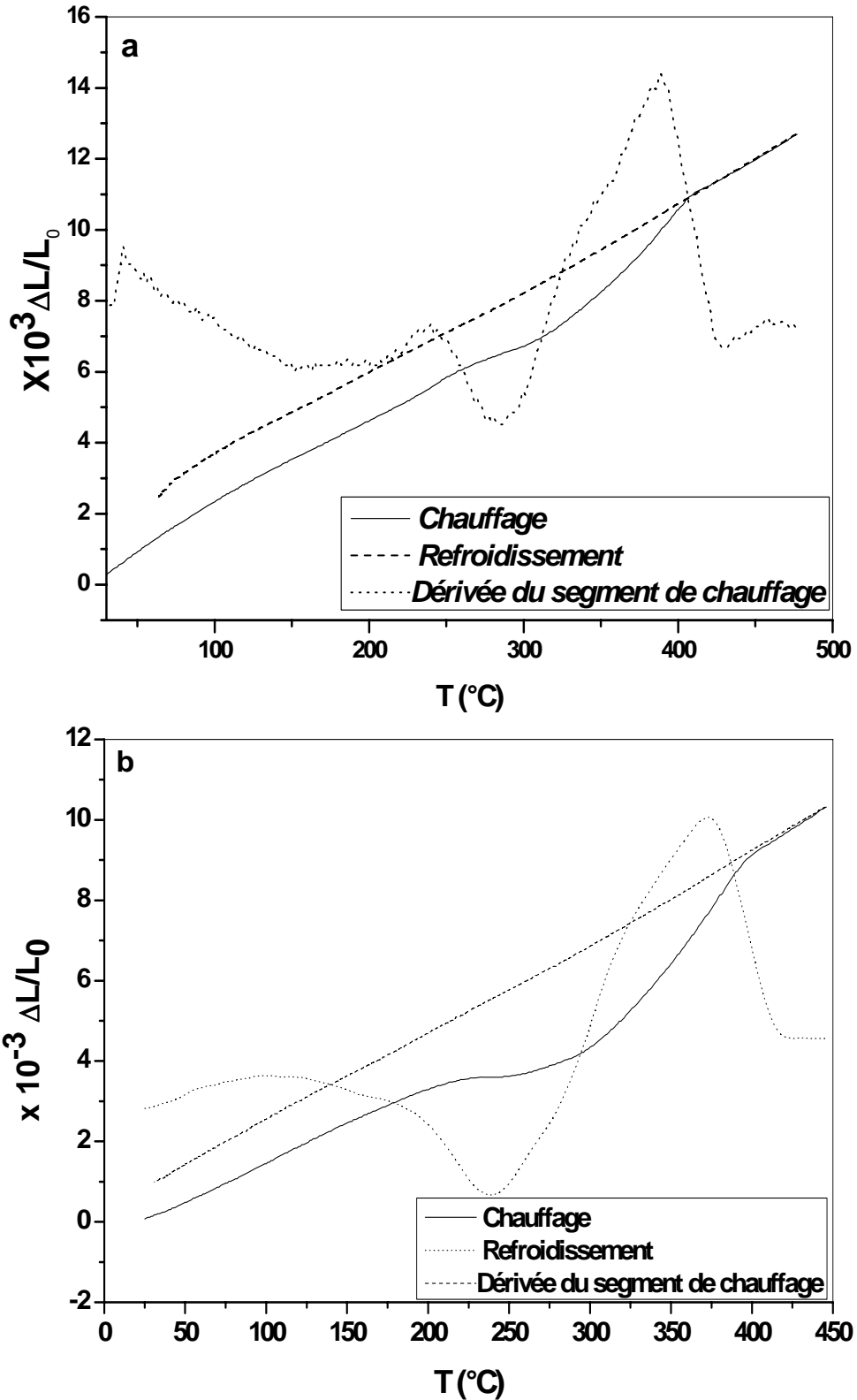
#### **b.4. Cas d'une déformation de $\varepsilon = 50$ %:**

Une déformation plus sévère ( $\varepsilon = 50$  %) donne la même allure de courbe que dans le cas de l'échantillon déformé à 30 %: en effet, la courbe dérivée du segment de chauffage montre une importante anomalie qui commence à partir des basses températures (vers 70 °C) et qui prend fin à 435 °C. Cette anomalie est constituée d'une légère expansion avec un pic situé vers 105 °C suivie d'une importante contraction avec un minimum à 240 °C et d'une importante expansion entre 300 °C et 435 °C avec un pic à 375 °C (Fig. 4.20b).

Une analyse détaillée des courbes dilatométriques enregistrées pour différents taux de déformation permet de constater que l'augmentation du taux de la déformation plastique peut mener aux variations suivantes sur les courbes dérivées des segments de chauffage des courbes dilatométriques:

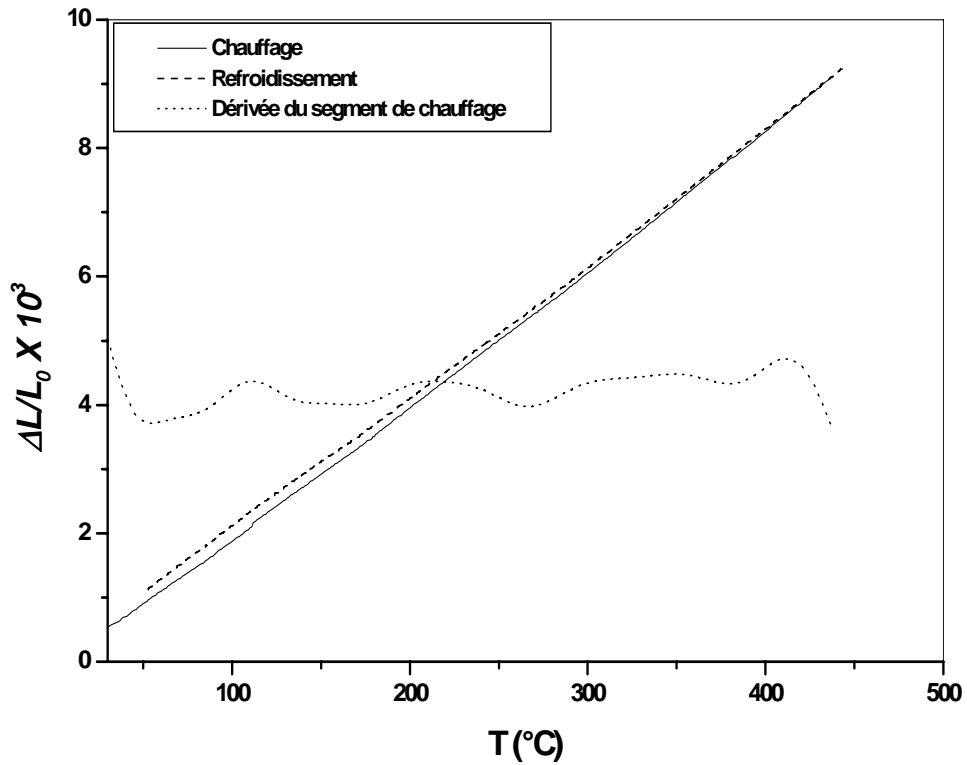
- la diminution de l'amplitude de la première expansion liée à la dissolution des zones GP,
- un changement progressif des importantes anomalies liées à la formation et la dissolution des phases  $\beta'$  et  $\beta$ ; d'une expansion suivie d'une contraction (pour les échantillons non déformés et faiblement déformés) en une expansion suivie d'une contraction puis d'une deuxième expansion pour les moyennes et les fortes déformations,
- un déplacement de la contraction vers les basses températures pour les moyennes et les fortes déformations,
- conservation de la température de la dernière expansion avec la variation du taux de déformation.

L'apparition de la faible expansion (pour une vitesse de chauffage de 2 °C/min) est due certainement à la précipitation facile de la phase d'équilibre à cause de la grande densité des défauts induite par la déformation. La contraction et l'expansion supplémentaire (apparaissant pour les moyennes et les fortes déformations) peuvent être dues à une interaction entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation.



**Fig. 4.20.** Courbes de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage enregistrées au cours de chauffage avec une vitesse de 2 °C/min, d'un échantillon de l'alliage Al-12% mass. Mg homogénéisé 17 h à 430°C, trempé et déformé avec un taux de: (a) 30 % et (b) 50 %.

Pour avoir une idée sur l'effet des processus de restauration et de recristallisation sur les courbes dilatométriques, nous avons appliqué le même type d'essai sur un échantillon d'aluminium pur déformé jusqu'à un taux de 50 %. La courbe dilatométrique enregistrée au cours du chauffage avec une vitesse de 2 °C/min, qui est présentée dans la figure 4.21, ne montre que de faibles anomalies.



**Fig. 4.21.** Courbes de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon de l'aluminium pur déformé avec un taux de 50 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C/min

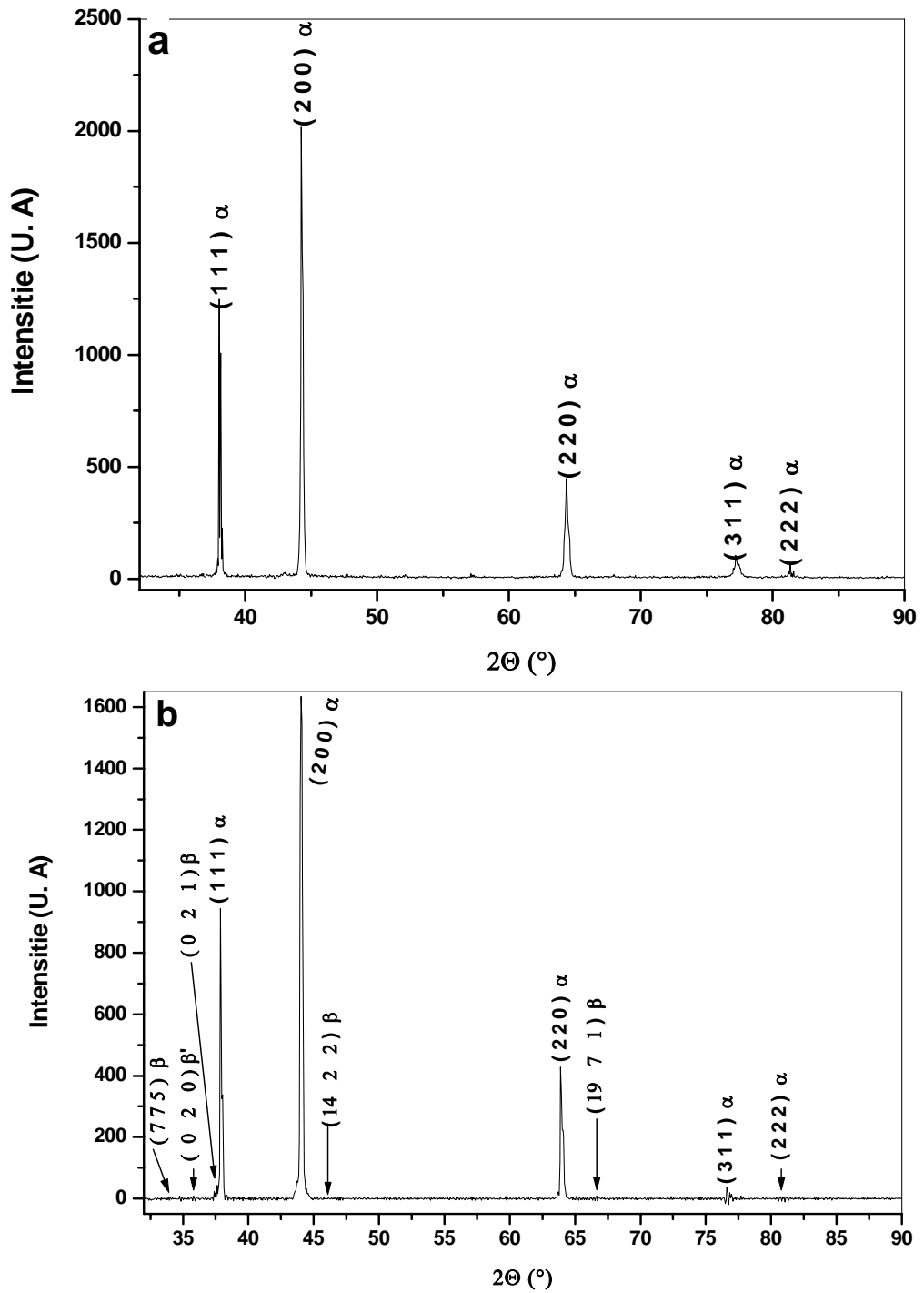
*c). L'étude par diffraction des rayons X à hautes températures:*

Pour bien déterminer les origines des différentes anomalies dilatométriques apparaissant pour toutes les déformations, des échantillons subissant les mêmes déformations ont été préparés pour la diffraction des rayons X à hautes températures. Le cycle thermique appliqué dans les essais de diffraction des rayons X à hautes températures est le même que celui utilisé dans les essais dilatométriques. Le chauffage a été interrompu pour l'enregistrement des spectres de diffraction des rayons X dès que la température atteint les points caractéristiques des différentes anomalies dilatométriques.

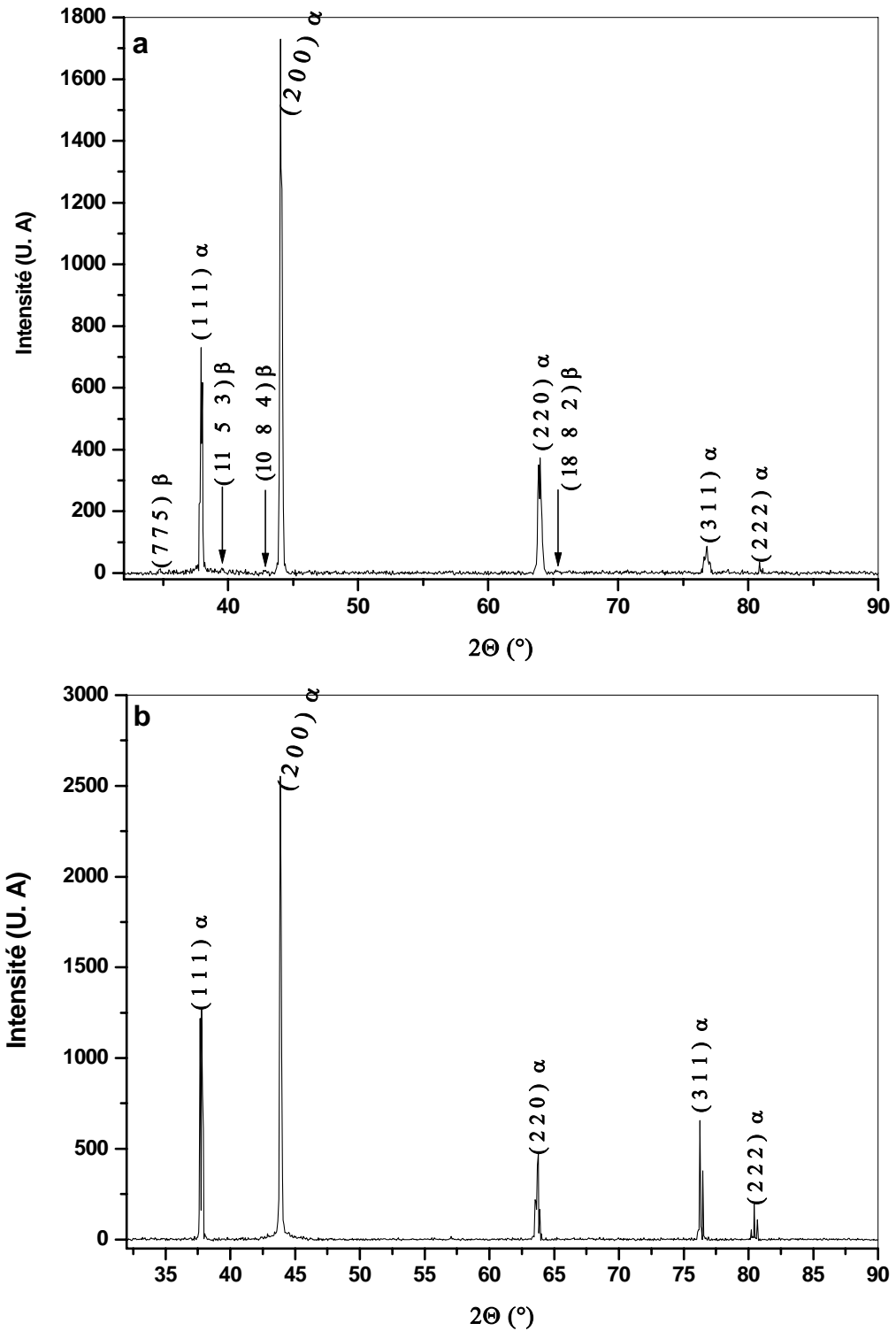
Les figures 4.22 et 23 représentent les spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé, trempé, déformé 8 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C/min aux différentes températures caractéristiques de la courbe dilatométrique. Ces spectres montrent bien que l'expansion est vraiment due à la formation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , tandis que la contraction dédoublée est due à leur dissolution. D'autre part le suivi de la variation des intensités relatives des différents pics de diffraction de la matrice enregistrés aux différentes températures (Fig. 4.24) ne montre que de faibles changements et donc l'absence du processus de recristallisation.

Pour une déformation moyenne (16 %), les spectres de diffraction X enregistrés aux différentes températures caractéristiques de la courbe dilatométrique obtenue lors du chauffage avec une vitesse de 2 °C /min sont montrés dans les figures 4.25 – 4.27. Dans ces spectres on voit que la deuxième expansion est sûrement attribuée à la formation de la phase d'équilibre  $\beta$ . La présence des pics de diffraction de cette phase aux températures caractéristiques de la contraction (à  $T = 245$  °C et  $T = 270$  °C) signifie que cette dernière n'est pas due à sa dissolution. Le fait que la précipitation de la phase  $\beta$  est habituellement accompagnée par une expansion permet de penser que ces deux anomalies ne peuvent être dues qu'à la compétition entre, aux moins, deux processus. D'autre part, comme le montre la figure 4.28, autour des températures limites de la première expansion et la contraction, on note la présence de faibles variations des intensités relatives des différents pics de diffraction de la matrice, ce qui implique que ces anomalies



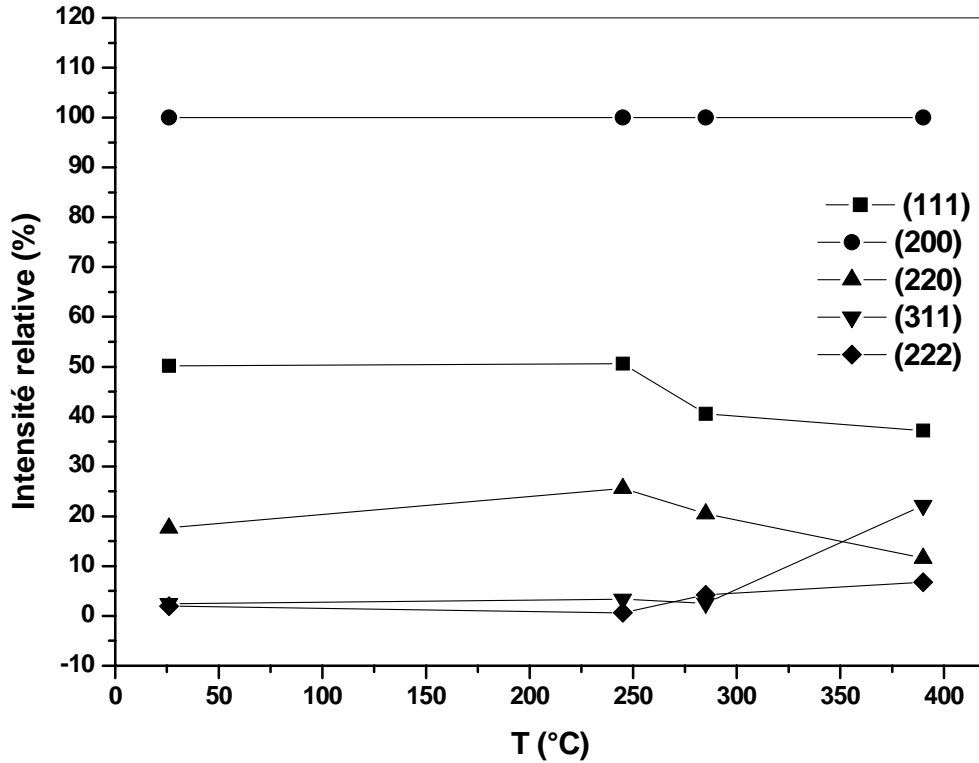


**Fig. 4.22:** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à  $430^{\circ}\text{C}$ , trempé à l'eau, déformé 8 % et chauffé avec une vitesse de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) à la température ambiante et (b) à une température  $T = 245^{\circ}\text{C}$ .

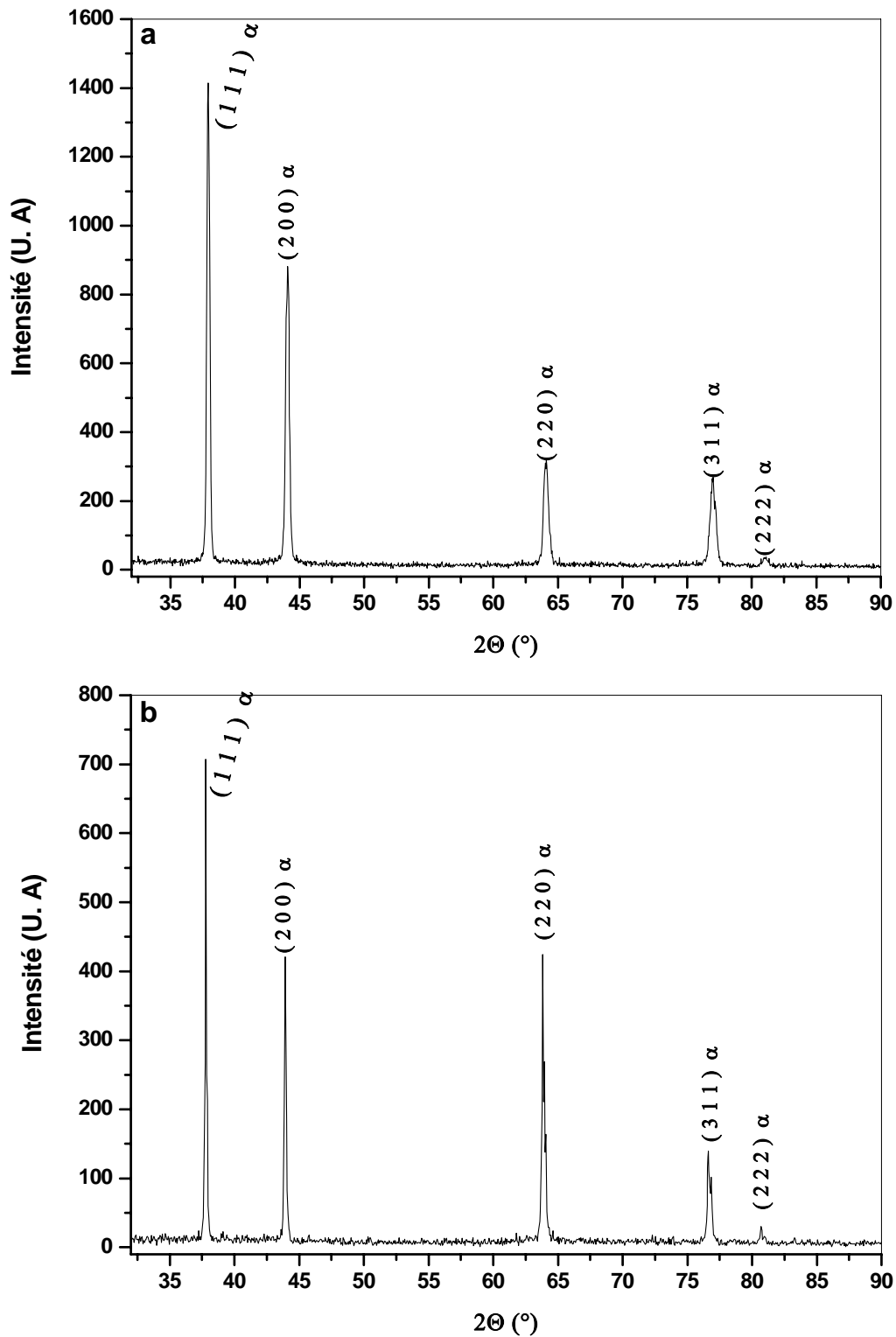


**Fig. 4.23.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 8 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C/min (a) à une température  $T = 285$  °C et (b) à une température  $T = 390$  °C.

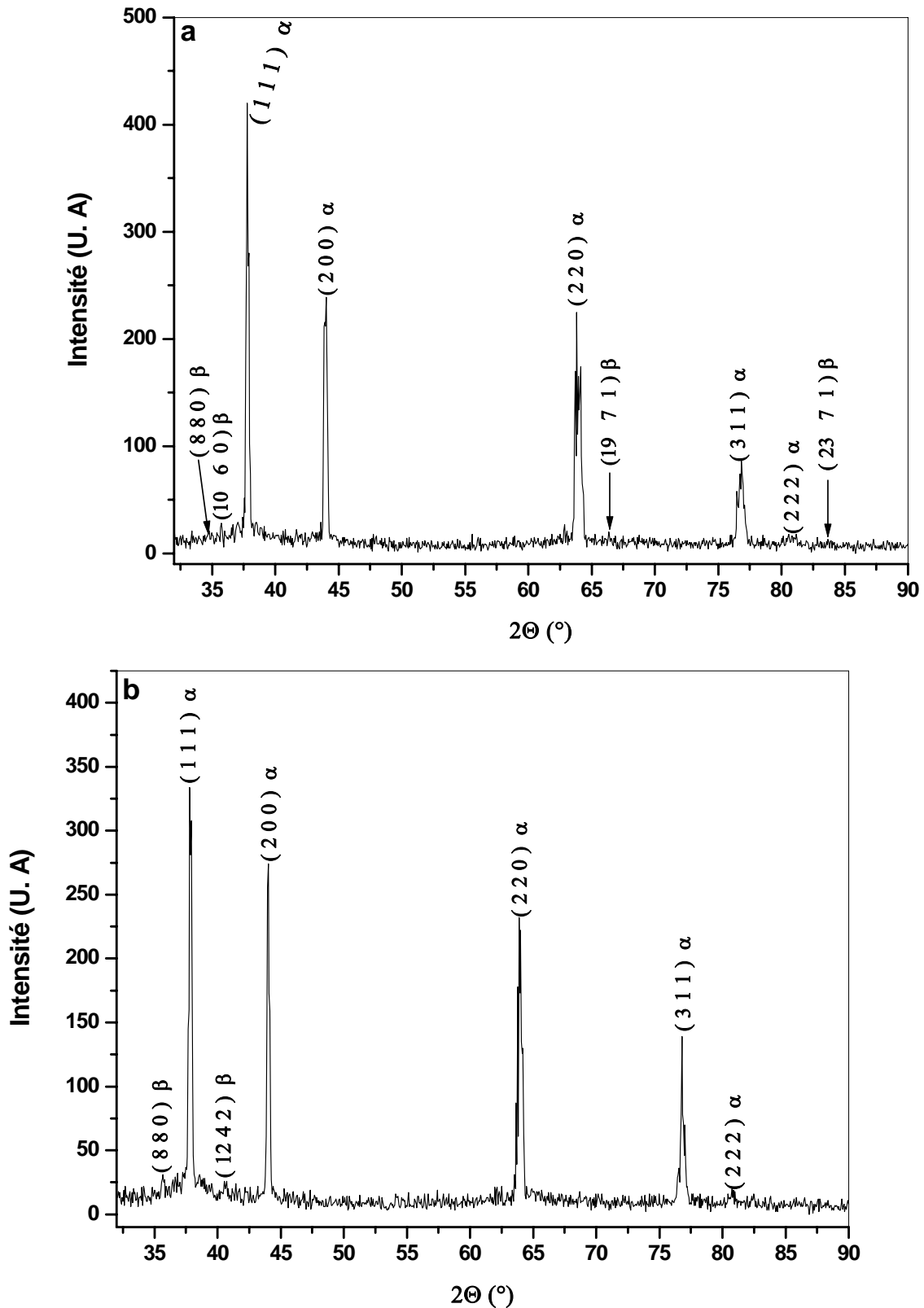
(expansion et contraction) ne présentent pas le processus de recristallisation. Une altération des orientations cristallographiques ne s'est produite que pour les températures au dessus de 250 °C (la dernière expansion).



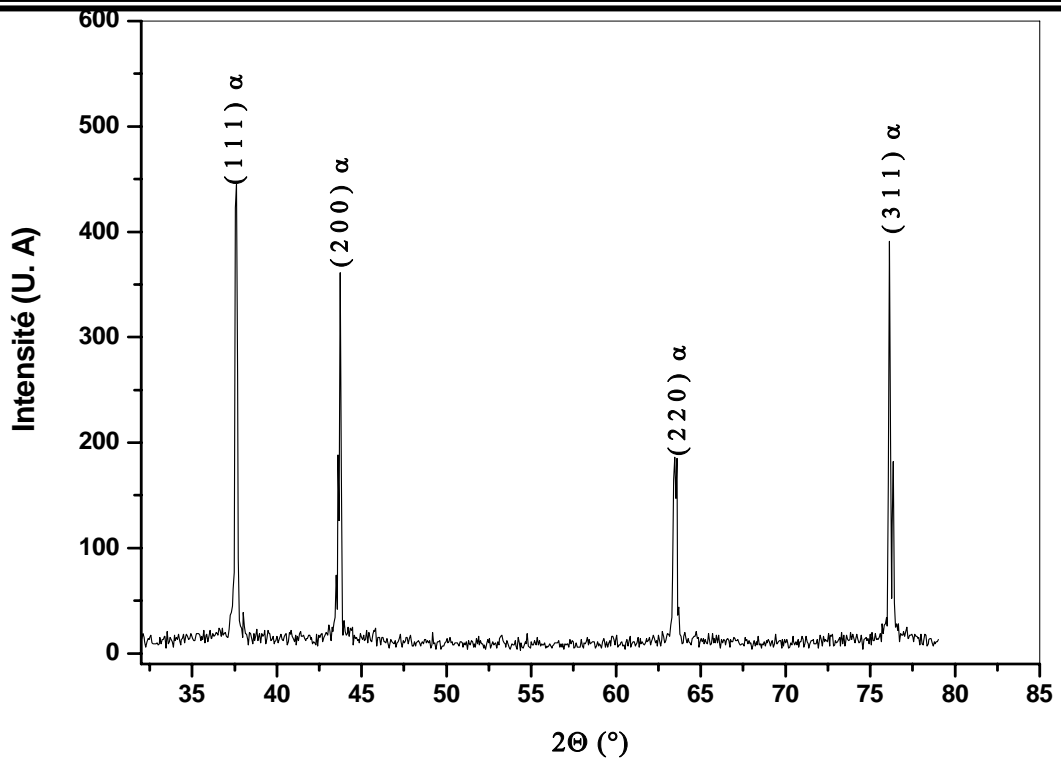
**Fig. 4.24.** Variation des intensités relatives des différents pics de diffraction des rayons X en fonction de la température de la matrice Al d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 8 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min.



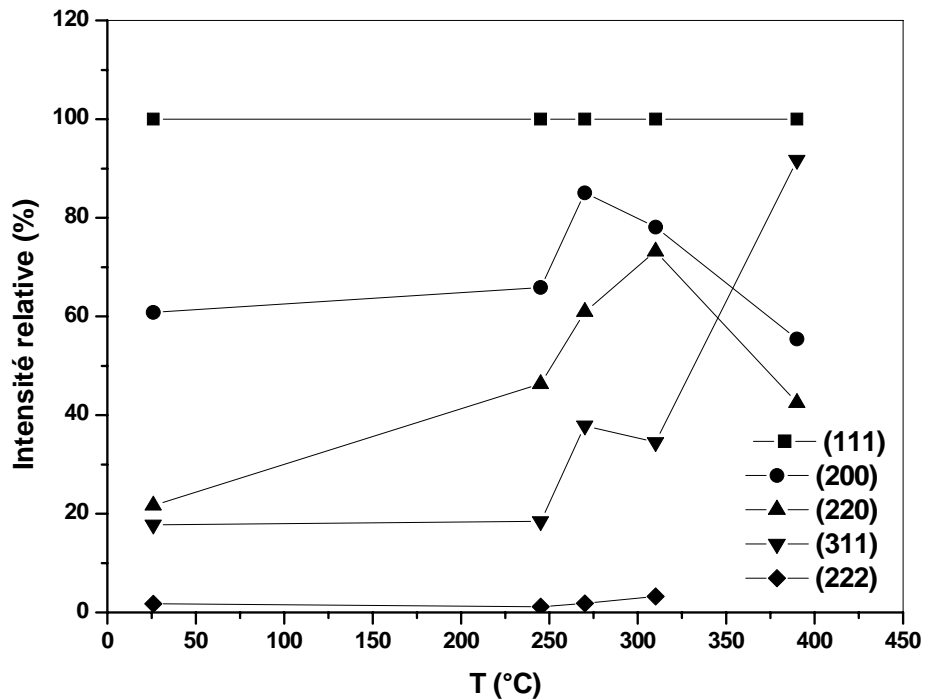
**Fig. 4.25.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 16 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min (a) à la température ambiante et (b) à une température  $T= 180$  °C.



**Fig. 4.26.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à  $430^{\circ}\text{C}$ , trempé à l'eau, déformé 16 % et chauffé avec une vitesse de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) à une température  $T = 245^{\circ}\text{C}$  et (b) à une température  $T = 270^{\circ}\text{C}$ .



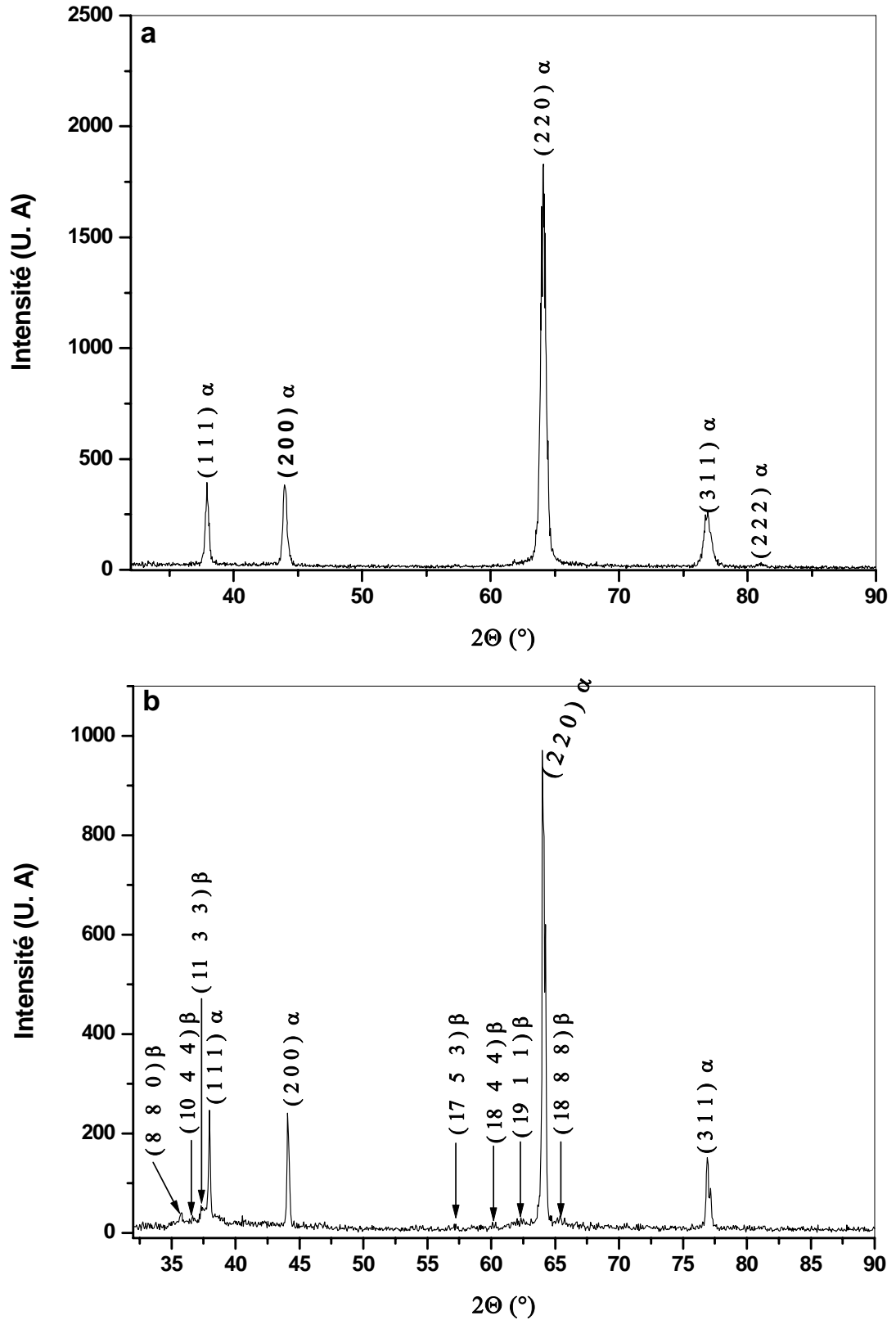
**Fig. 4.27.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 16 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min à une température  $T= 390$  °C.



**Fig. 4.28.** Variation des intensités relatives des différents pics de diffractions des rayons X de la matrice Al d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 16 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min en fonction de la température.

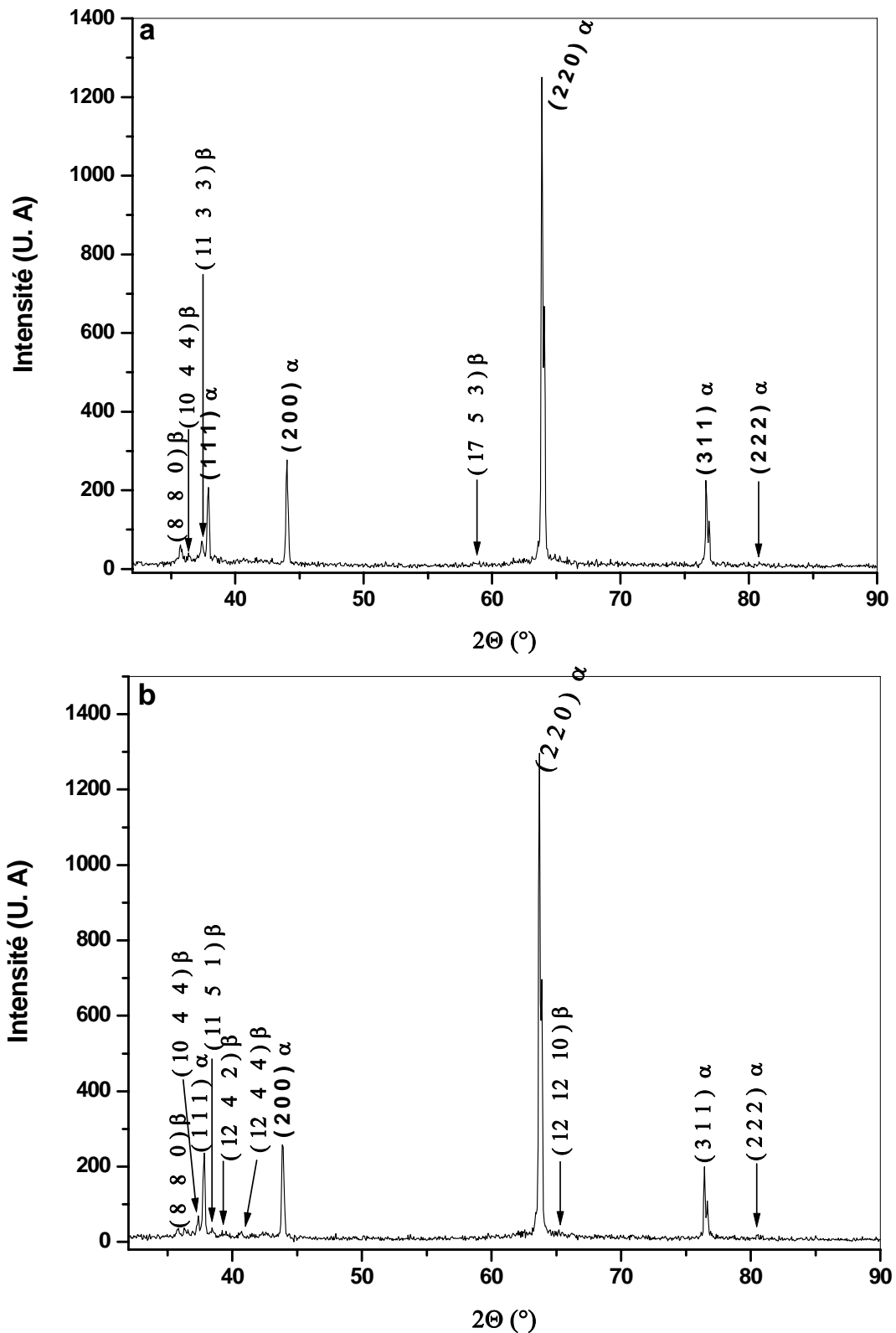
Les spectres de diffraction des rayons X obtenus pour l'alliage A-12 % Mg homogénéisé, trempé et déformé 30 %, aux différents températures caractéristiques de la courbe dérivé de la courbe dilatométrique, sont présentés sur les figures 4.29 – 4.31. On observe tout d'abord la présence des pics de diffraction de la phase d'équilibre  $\beta$  aux dessous de la température de fin de contraction et qui disparaissent pour les températures plus élevées, ce qui implique que la contraction n'est pas due à la dissolution de cette phase. D'autre part les évolutions correspondantes des intensités relatives des différents pics de diffraction de la matrice, rapportées dans la figure 4.32, révèlent une intense altération des orientations cristallographiques à la température correspondant à la fin de la dernière expansion.

Le même type d'essai a été fait pour un alliage homogénéisé, trempé et déformé 50 %. Les spectres enregistrés (Fig. 4.33 – 4.35) mènent aux mêmes remarques enregistrées pour la déformation précédente: la contraction n'est pas due à la dissolution de la phase d'équilibre et comme le montrent les variations des intensités relatives des différents pics de diffraction de la matrice (Fig. 4.36), le processus de recristallisation qui est accompagné par une altération des orientations cristallographiques du matériau déformé, ne commence qu'au delà d'une température de 300 °C, qui correspond au début de la deuxième expansion.

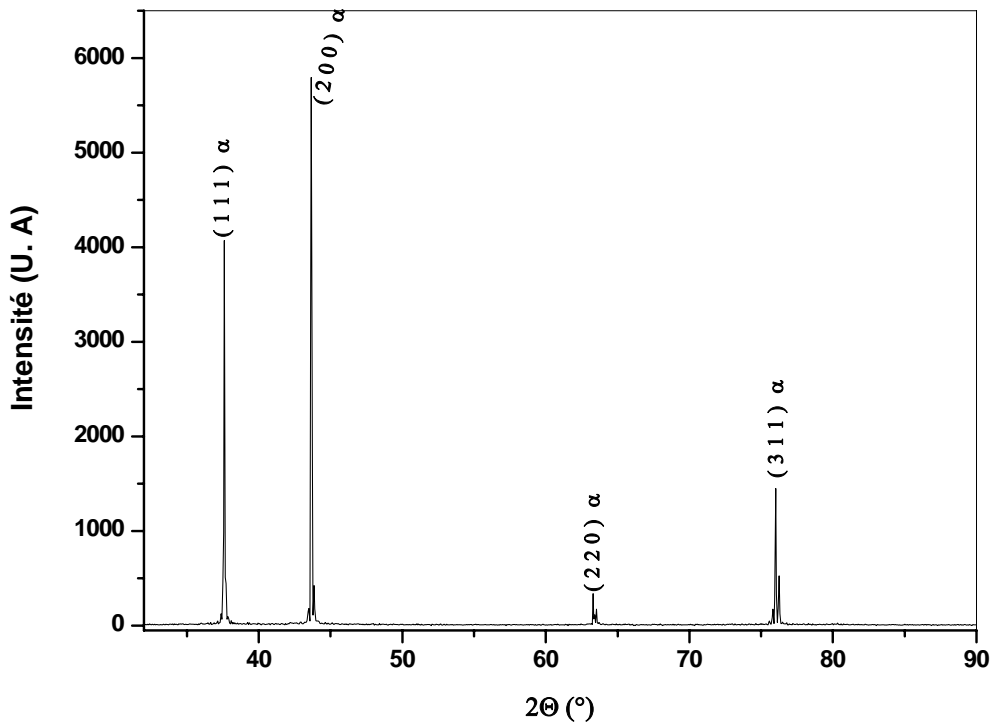


**Fig. 4.29.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à  $430^\circ\text{C}$ , trempé à l'eau, déformé 30 % et chauffé avec une vitesse de  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  (a) à la température ambiante et (b) à une température  $T = 270^\circ\text{C}$ .

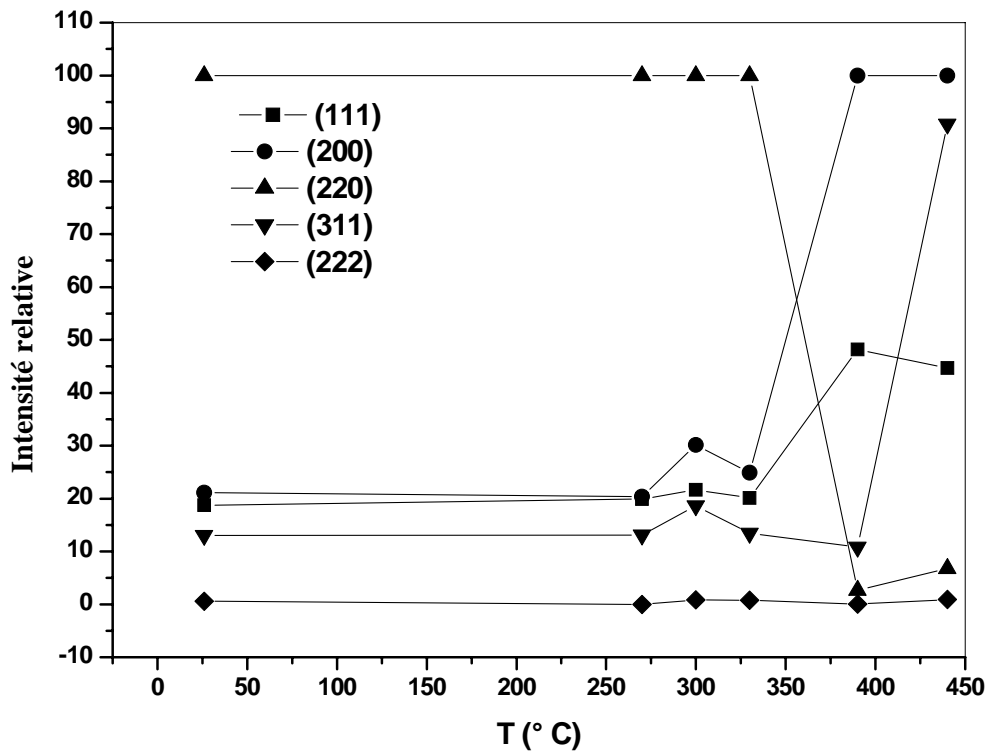




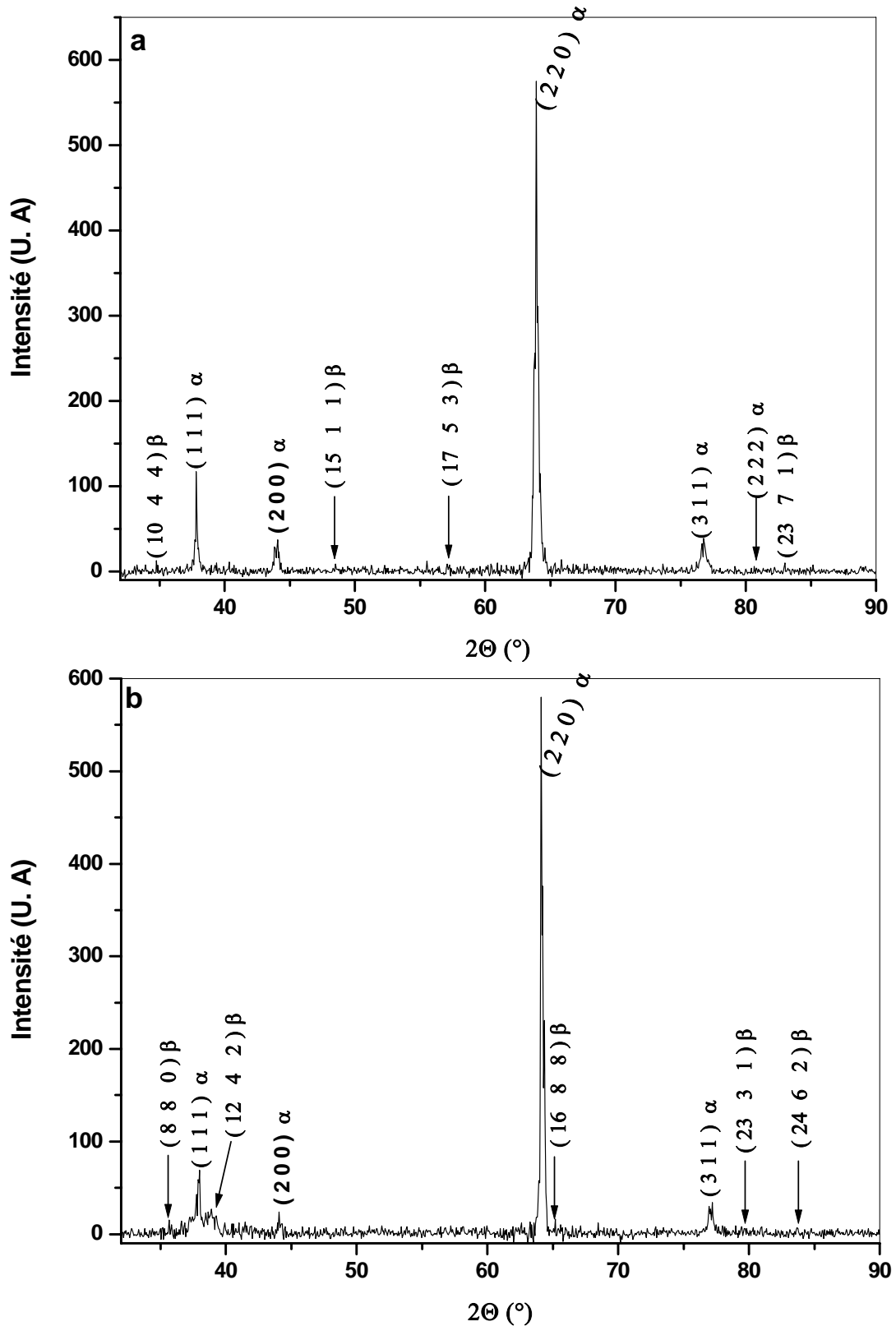
**Fig. 4.30.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à  $430^\circ\text{C}$ , trempé à l'eau, déformé 30 % et chauffé avec une vitesse de  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  (a) à une température  $T = 300^\circ\text{C}$  et (b) à une température  $T = 330^\circ\text{C}$ .



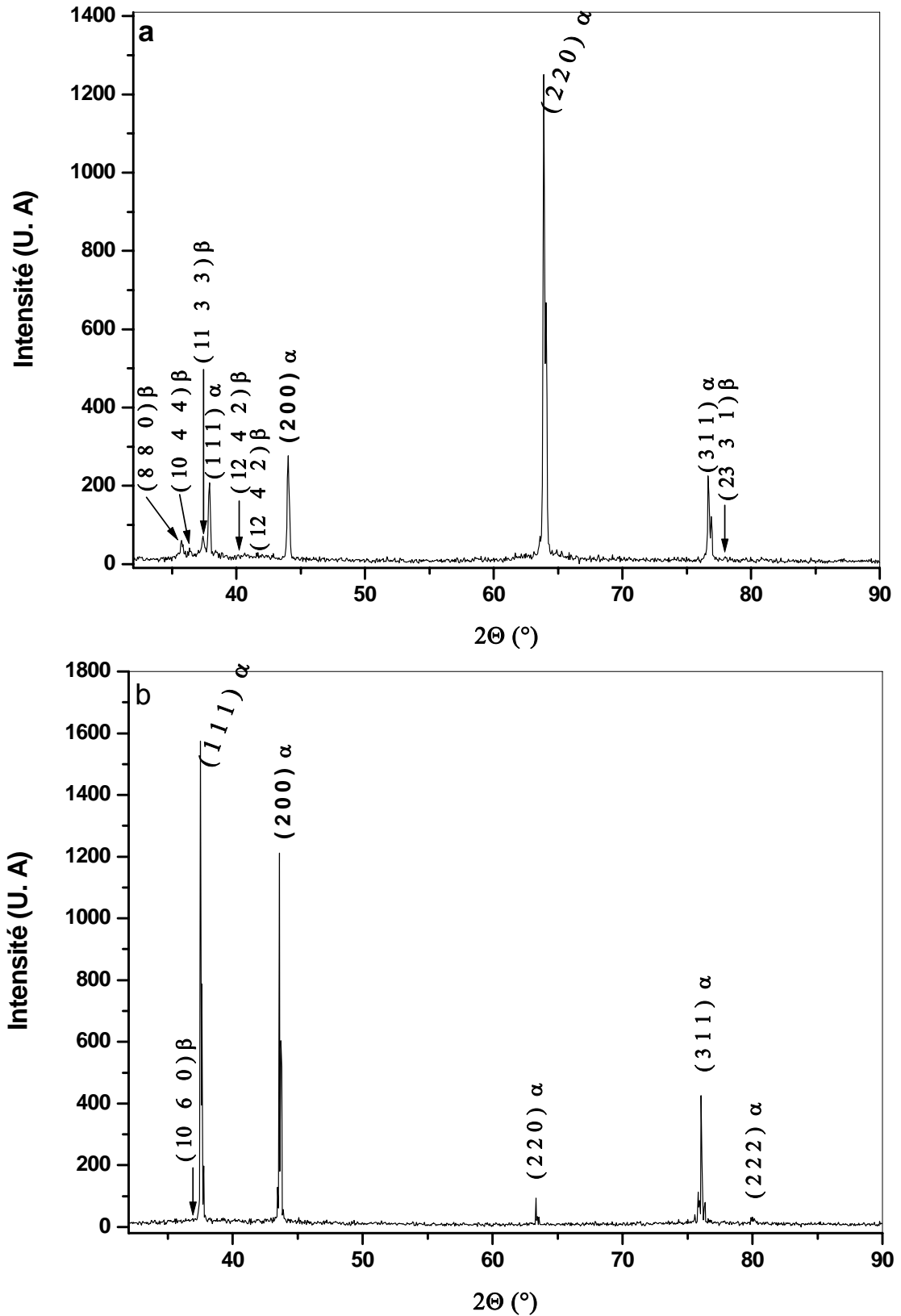
**Fig. 4.31.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 30 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min à une température  $T= 390$  °C.



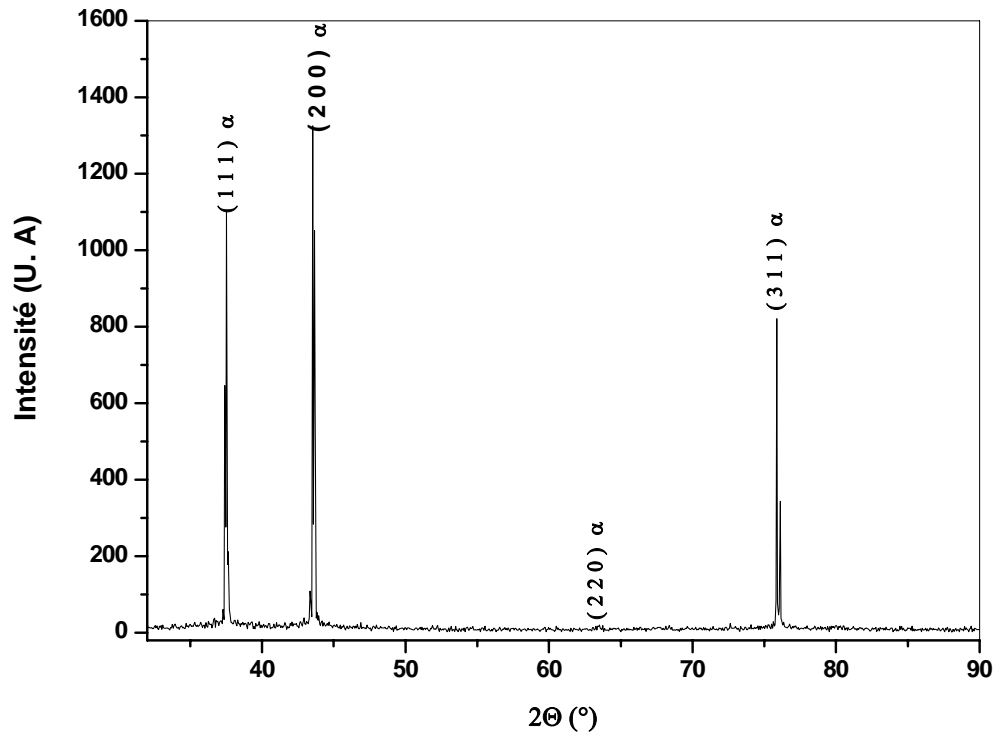
**Fig. 4.32.** Variation des intensités relatives des différents pics de diffractions des rayons X en fonction de la température de la matrice Al d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 30 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min.



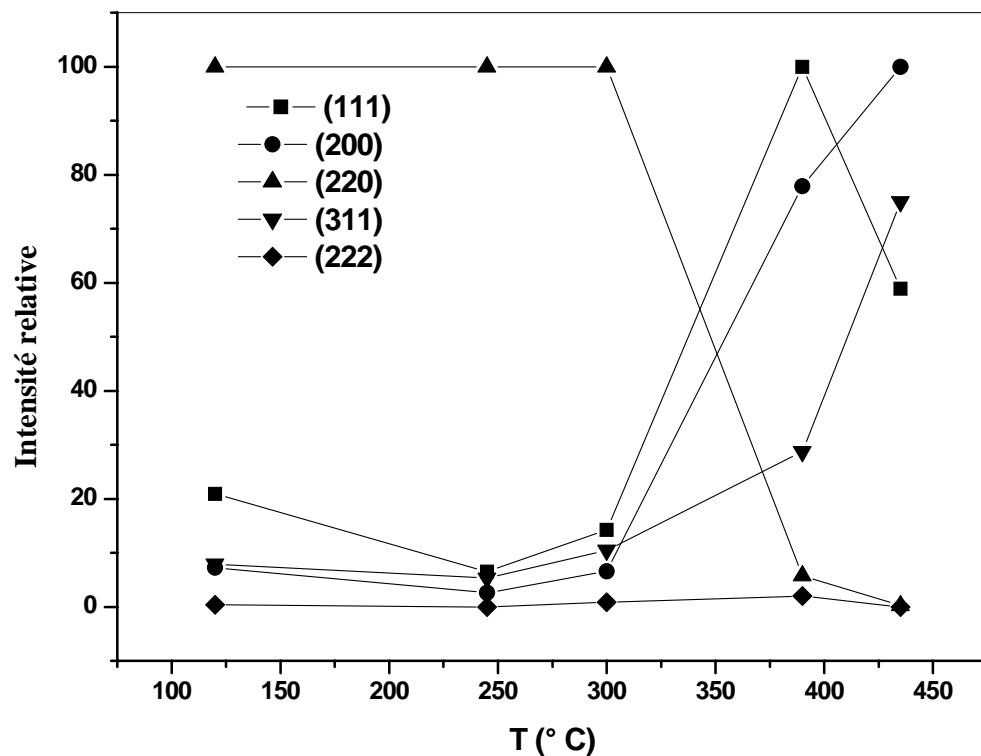
**Fig. 4.33.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à  $430^{\circ}\text{C}$ , trempé à l'eau, déformé 50 % et chauffé avec une vitesse de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) à une température  $T = 120^{\circ}\text{C}$  et (b) à une température  $T = 245^{\circ}\text{C}$ .



**Fig. 4.34.** Spectres de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à  $430^{\circ}\text{C}$ , trempé à l'eau, déformé 50 % et chauffé avec une vitesse de  $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) à une température  $T = 300^{\circ}\text{C}$  et (b) à une température  $T = 390^{\circ}\text{C}$ .



**Fig. 4.35.** Spectre de diffraction des rayons X à hautes températures d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 50 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min à une température T= 435 °C.



**Fig. 4.36.** Variation des intensités relatives des différents pics de diffractions des rayons X en fonction de la température de la matrice Al d'un échantillon Al-12 % Mg homogénéisé 17 h à 430 °C, trempé à l'eau, déformé 50 % et chauffé avec une vitesse de 2 °C /min.

La synthèse des résultats des différentes techniques utilisées permet d'établir les observations suivantes:

- pour les faibles déformations, le retour vers l'état d'équilibre se fait uniquement par le processus de restauration,
- pour les moyennes et les fortes déformations, les deux premières anomalies (une expansion suivie d'une contraction) accompagnent la précipitation de la phase d'équilibre, on peut également ajouter que le pic de la contraction correspond à la plus grande quantité précipitée de la phase d'équilibre  $\beta$ ,
- tandis que la dernière anomalie accompagne sa dissolution et une altération des orientations cristallographiques (la recristallisation),

La compréhension des mécanismes d'interaction entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation durant le chauffage continu reste toujours incomplète à cause du grand nombre des facteurs qui peuvent être introduits. Plusieurs possibilités d'interactions entre la précipitation et les processus de restauration et de recristallisation peuvent être envisagés [98, 100]: 1) la restauration peut retarder la précipitation par la diminution du nombre de sites de germination à cause de la réduction de la densité de dislocations, 2) la précipitation peut retarder la restauration à cause de l'épinglage des dislocations par la formation des fins précipités et 3) la restauration peut être facilitée par la précipitation qui réduit la concentration des atomes du soluté dans la matrice qui peuvent, à cause de leur forte interaction avec les dislocations, retarder le développement de la restauration.

L'explication, que nous proposons pour ces alliages et qui pourrait rendre compte de ces phénomènes s'appuie sur les effets de tailles découlant de la différence de rayons atomiques entre les espèces en présence et l'interaction entre les précipités et les dislocations. On rappelle que la différence de rayon atomique entre l'aluminium et le magnésium est :  $r_{Mg} - r_{Al} / r_{Al} = 11,8 \%$  [101, 102].

Pour des raisons de relaxation des contraintes, les atomes Mg vont certainement interagir - à l'aide des lacunes en sursaturation - avec les dislocations en formant un enrichissement en atomes Mg sur les dislocations de l'atmosphère de Cottrell, qui peut freiner leur mouvement [101]. En revanche, la formation rapide des précipités  $\beta$  favorisée par la forte densité de dislocations et qui donne lieu

habituellement à une expansion sur les courbes dilatométriques, fait diminuer cet enrichissement en atomes Mg sur les dislocations ce qui facilite leur mouvement. Cependant, au premier stade de précipitation, les précipités sont suffisamment fins, et ils vont ancrer les dislocations qui deviennent peu mobiles, ce qui freine une deuxième fois la restauration. En croissant, ces précipités ont un effet d'ancrage moins efficace et la restauration devient de nouveau possible en conduisant à l'apparition d'une contraction sur les courbes dilatométriques. La raison pour laquelle la restauration est accompagnée d'une contraction est due au fait que la dilatation associée à la création d'une dislocation est de l'ordre de 1 à 2 fois le volume atomique pour chaque plan au voisinage de la dislocation [103].

En conclusion, nous pouvons dire que l'interaction entre la précipitation et la restauration se fait au moins en deux étapes:

- au début du revenu anisotherme, le processus de restauration est retardé premièrement par la formation des atmosphères de Cottrell autour des dislocation (pour les basses températures) ensuite par la formation de fins précipités qui vont ancrer les dislocations,
- En croissant, ces précipités en appauvrissant la matrice d'atomes solutés, ont un effet d'ancrage moins efficace et la restauration devient de nouveau possible.

La vérification expérimentale de cette explication pourrait se faire par sa projection sur nos résultats dilatométriques:

- pour les faibles déformations (8%) à cause de la faible énergie emmagasinée après la déformation, le retour vers l'état d'équilibre se fait uniquement à travers le processus de restauration simultanément avec la précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , en donnant lieu alors à une expansion un peu moins importante que celle de l'état de trempe, l'effet de la précipitation était plus dominant par rapport à l'effet de la restauration. La contraction traduit la dissolution des phases formées,
- pour une déformation, relativement, moyenne (16 %), la densité de dislocations induite est un peu importante de telle sorte qu'on peut observer la formation directe de la phase d'équilibre, qui donne lieu à une expansion; une telle réaction fait diminuer la concentration en atomes solutés de la matrice, ce qui facilite le processus de restauration qui donne une contraction à cause de l'annihilation d'un important nombre de dislocations.

- pour les fortes déformations (30% et 50%) à cause de la forte densité de dislocations produite, la précipitation sera rapide et donc on peut observer le déroulement simultané des deux processus; et comme la restauration est le processus le plus dominant pour les fortes déformation [98, 100], son effet sera le plus prépondérant de telle façon qu'on voie la formation d'une légère expansion suivie d'une contraction.

L'association du processus de recristallisation à une expansion sur nos courbes dilatométriques reste incompréhensible.

La dilatation thermique des matériaux déformés (surtout par laminage) dépend de deux facteurs: 1) la dilatation élastique résultant de l'interaction interatomique, la configuration électronique et la densité des plans atomiques et 2) la déformation élastique associée aux contraintes internes décrite par la loi de Hooke. Le coefficient de la dilatation linéaire des matériaux de structure cubique est isotrope et il reste invariant dans un matériau avec ou sans texture. En revanche, la déformation élastique décrite par la loi de Hooke dépend de la texture présente dans le matériau; en conséquence, la présence d'une certaine texture doit avoir une importante influence sur la dilatation thermique du matériau [71,103]. Dans leur étude sur le comportement des aciers faiblement alliés fortement déformés, De Cock et al [103], ont pu montrer que l'expansion thermique de ce matériau dépend de la texture de l'échantillon; la suppression de certaines orientations cristallographiques correspondant à de grandes valeurs du coefficient de l'expansion thermique conduit à l'apparition d'une contraction sur les courbes dilatométriques. Donc nous pouvons penser que l'association du processus de recristallisation à une expansion thermique peut être attribuée à une relation directe entre le module d'élasticité (E) et la texture produite durant le processus de recristallisation.



#### *4.2. cas de l'alliage Al – 4,5 % mass. Cu*

##### *a). L'analyse calorimétrique différentielle:*

Le fait que les changements d'enthalpie associés aux différents processus de précipitation du cuivre à partir de la matrice riche en aluminium, seront suffisamment grands pour être mesurables par le DSC, l'influence de la vitesse de chauffage, sur les transformations de phases se produisant dans l'alliage Al- 4,5 % mass. Cu, a été étudiée par cette technique.

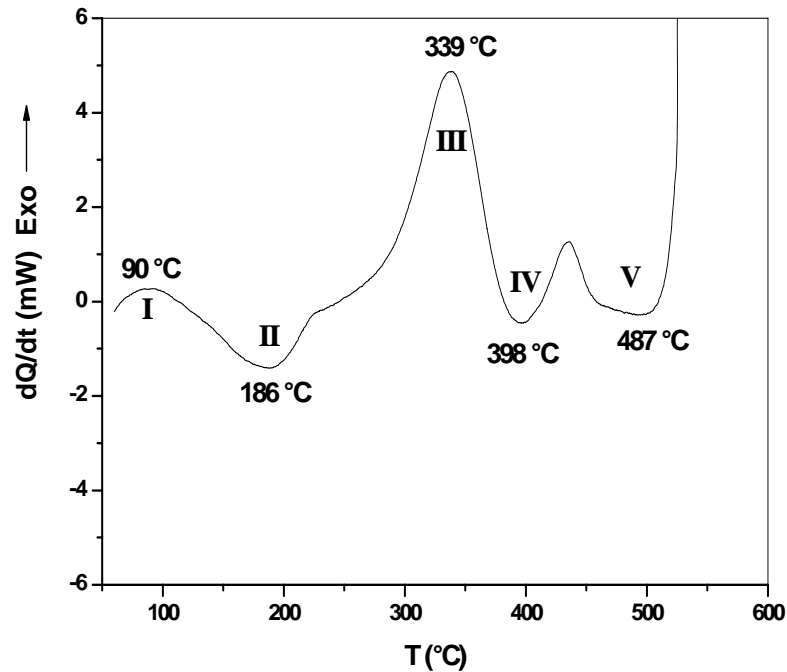
Le cycle thermique utilisé dans les essais DSC est constitué d'une montée en températures à partir de l'ambiante avec plusieurs vitesses (qui varient entre 0, 5 °C/min et 30 °C/min), jusqu'à une température de 520 °C ou 550 °C, un maintien de 30 seconde à cette température suivi par un refroidissement jusqu'à l'ambiante avec la même vitesse.

Les thermogrammes de DSC enregistrés durant le chauffage de 20 à 520 °C, avec différentes vitesses variant de 0,5 °C/min à 30 °C/min, d'un échantillon homogénéisé et trempé, sont montrés sur les figures 4.36 – 4.40. La figure 4.36 présente un thermogramme typique obtenu lors d'un chauffage avec une vitesse de 6 °C/min et sur lequel on peut distinguer cinq effets thermiques (numérotés de I à V) et qui ont été, selon plusieurs précédents travaux [23,24,26-28,30,104,105], interprétés comme suit:

- un pic exothermique (I) dans l'intervalle de température [60 °C, 120 °C], avec un maximum situé vers 90 °C, attribué à la formation des zones GP,
- un pic endothermique (II) entre 120 °C et 225 °C, qui a une forme asymétrique (qui devient de plus en plus clair quand on augmente la vitesse de montée en température) ; en réalité, ce pic est le résultat de la compétition entre au moins deux processus qui peuvent se produire simultanément, ce sont la dissolution et la croissance des zones GP; après la formation complète des zones GP (premier pic exothermique I), le chauffage ultérieur conduit à la dissolution des plus petites zones GP; un tel processus produit un faible pic endothermique, simultanément, les zones ayant des rayons surcritiques (par rapport à la vitesse de chauffage) croissent en produisant alors un pic exothermique; ces dernières vont se dissoudre aux plus hautes température en donnant lieu à un pic endothermique plus important; la production de tous ces processus à des domaines de températures très proches conduit à l'apparition d'un pic endothermique

asymétrique [30, 105]. Si l'on compare les quantités de chaleur dues à la formation et la dissolution des zones GP, il est évident que la plus grande partie des zones est formée au cours du maintien à la température ambiante avant la réalisation de l'essai DSC,

- un grand pic exothermique (III) étalé sur l'intervalle de température [225 °C - 370 °C] avec un maximum situé vers 339°C, suivi immédiatement par deux pics endothermiques situés respectivement, entre 370 °C et 435°C (IV) et entre 435 °C et 520 °C (V) ; la présence de ces deux derniers pics permet de conclure que le grand pic exothermique (III) ne peut être attribué qu'à la formation des phases  $\theta'$  et  $\theta$ , tandis que, ces deux derniers pics sont respectivement dus à leurs dissolutions.

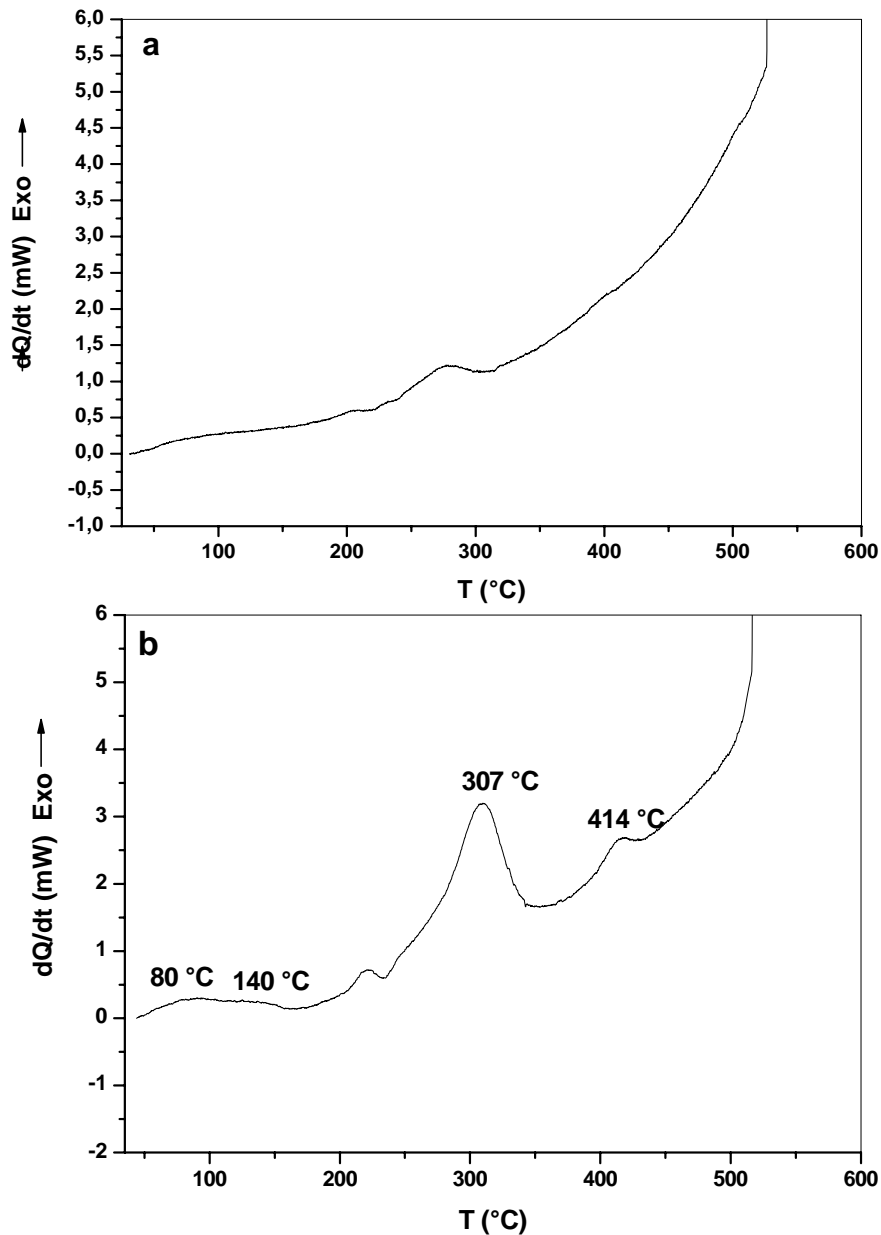


**Fig. 4.36.** Courbe DSC obtenue au cours du chauffage d'un échantillon Al - 4,5 % mass. Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec :  $V=6^\circ \text{ C/min}$ .

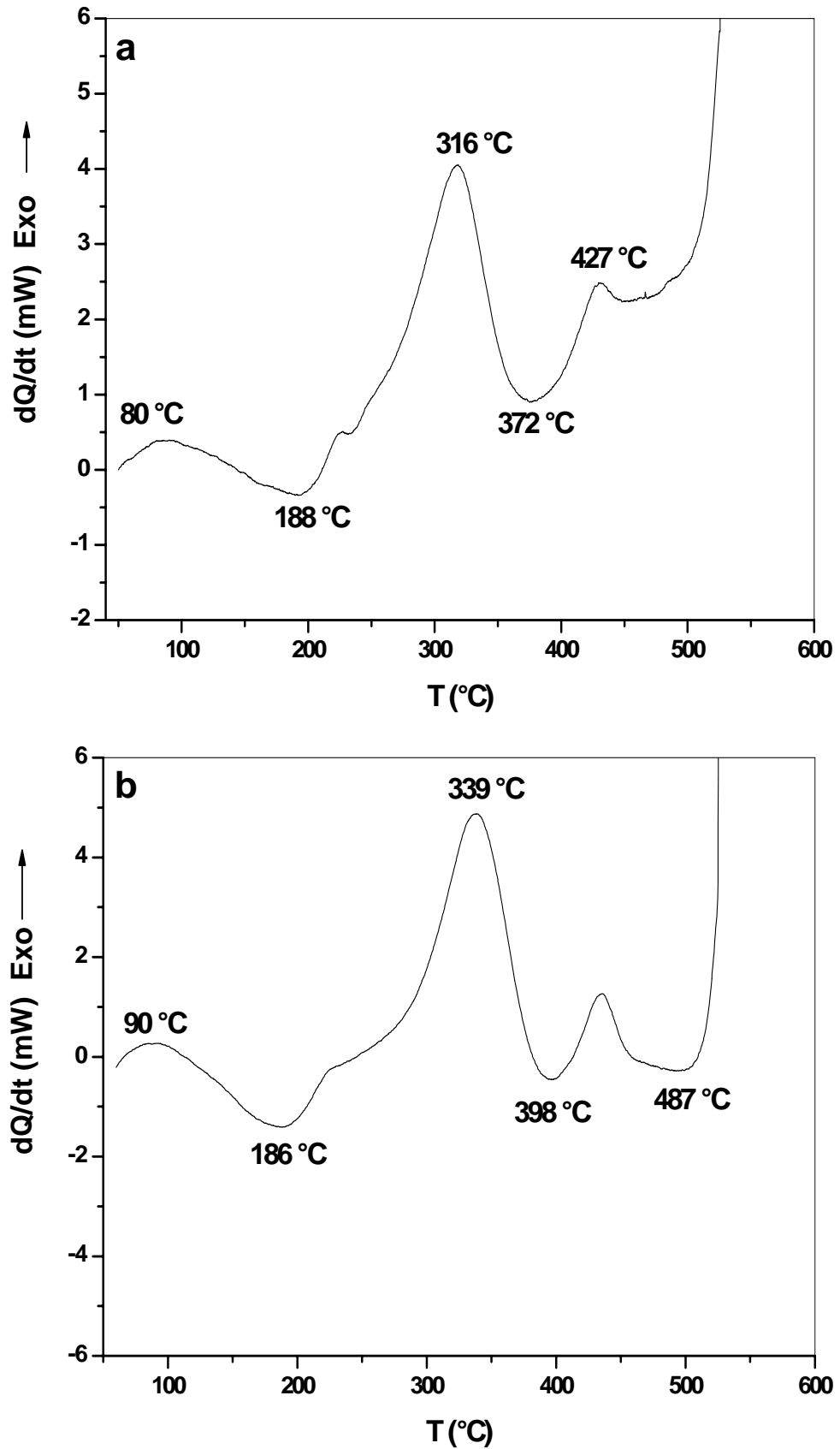
Les courbes DSC enregistrées durant des cycles thermiques similaires, mais avec des vitesses de chauffage croissantes ( $V= 0,5, 2, 4, 6, 10, 15, 20$  et  $30^\circ\text{C/min}$ ) (Fig. 4.37 – 4.40) montrent presque les mêmes effets thermiques; en effet le thermogramme de DSC de l'échantillon homogénéisé, trempé et chauffé avec une

vitesse de 20°C/min (fig. 4.40a), contient cinq effets thermiques dont deux sont exothermiques et trois endothermiques :

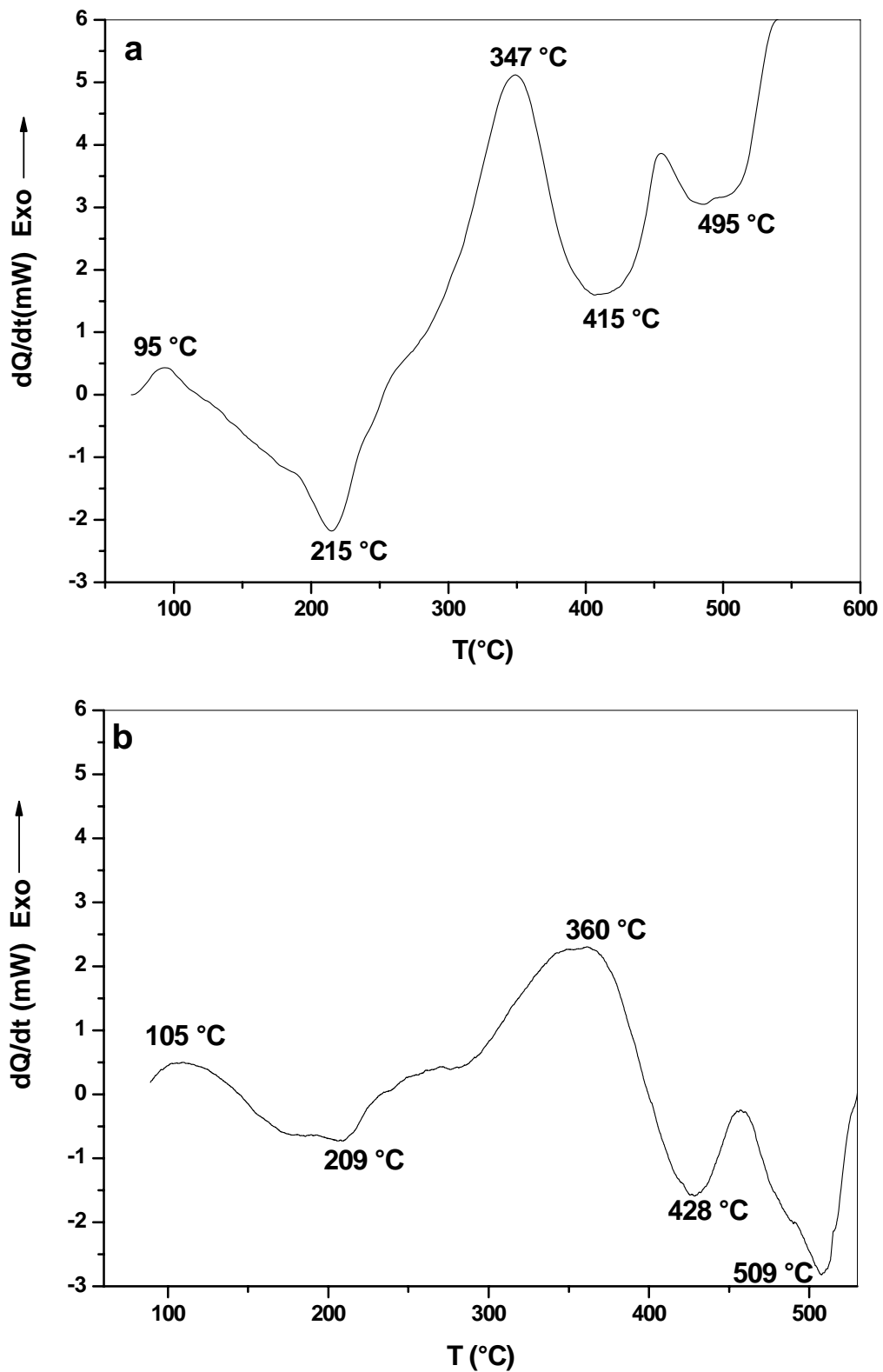
- un petit pic exothermique attribué à la formation des zones GP, suivi immédiatement par un pic endothermique très asymétrique, lié respectivement à la croissance et à la dissolution des zones GP, puis à la dissolution des grosses zones GP ( $\theta''$ ) ; par comparaison avec les mêmes pics enregistrés durant des plus lents chauffages, on peut noter la diminution de la quantité des zones GP formées et une augmentation de leur quantité dissoute quand on utilise des grandes vitesses de chauffage,



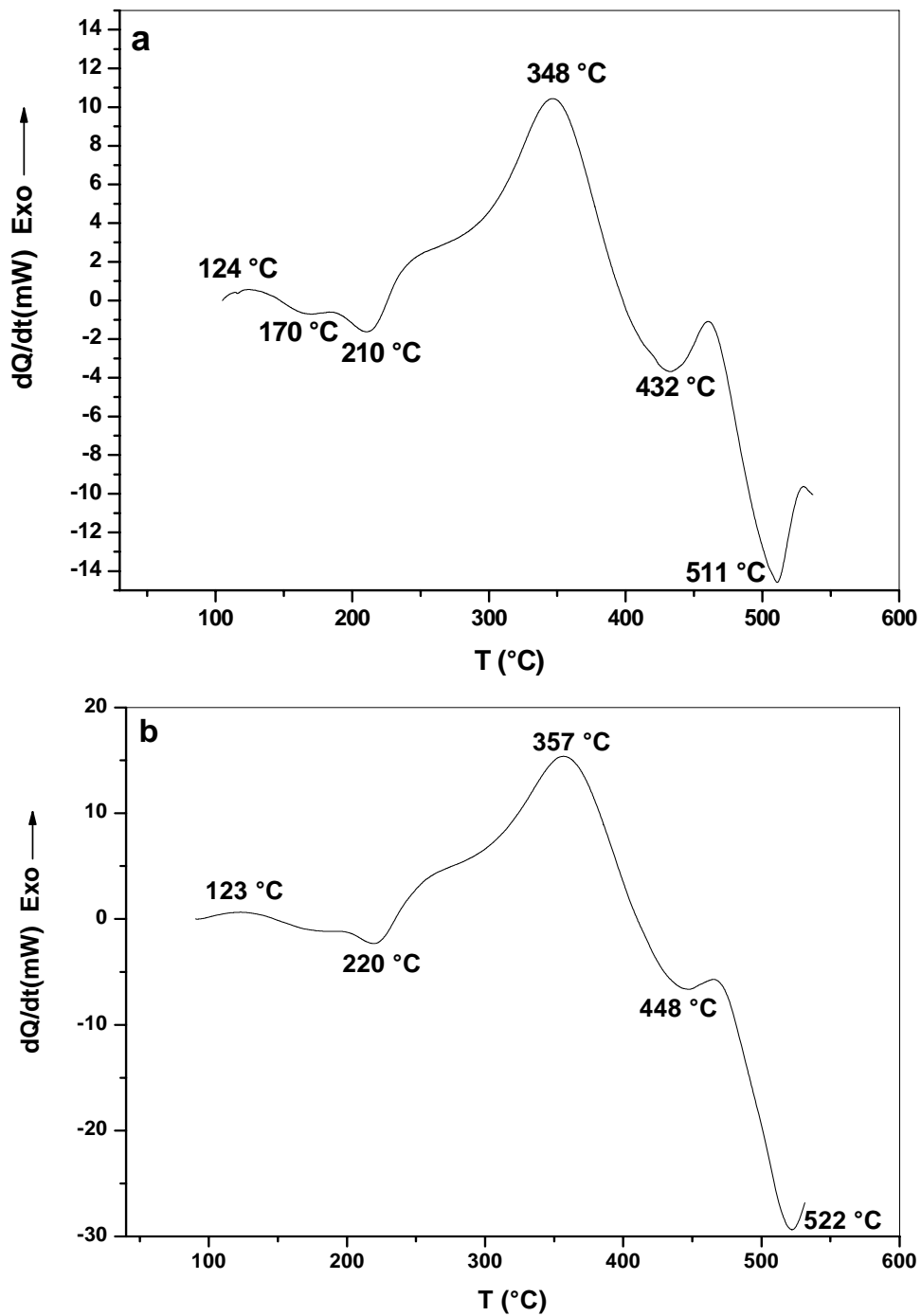
**Fig. 4.37.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al - 4,5 % mass. Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec :  $V= 0,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V= 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig. 4.38.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al  
- 4,5 % mass. Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec :  $V=4\text{ °C/min}$  (a) et  $V=6\text{ °C/min}$  (b).



**Fig. 4.39.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al - 4,5 % mass. Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec :  $V= 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V= 15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig. 4.40.** Courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al  
- 4,5 % mass. Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec :  $V = 20^{\circ}C/min$  (a) et  $V = 30^{\circ}C/min$  (b).

- un pic exothermique dans l'intervalle de température [250 – 385°C] attribué à la formation des phases  $\theta'$  et  $\theta$ , et deux pics endothermiques successifs attribués respectivement à la dissolution de ces deux phases  $\theta'$  et  $\theta$ ; on peut noter que l'amplitude du premier pic diminue, tandis que celle du deuxième pic augmente.

Une analyse minutieuse de ces courbes montre que l'évolution des différents effets calorimétriques avec la vitesse de chauffage peut être divisée en deux étapes; une première étape où une augmentation de la vitesse de chauffage conduit à une amplification des différents effets (vitesses inférieures à 6 °C/min) et une deuxième étape où on constate généralement une diminution de ces effets (les vitesses supérieures à 6°C/min).

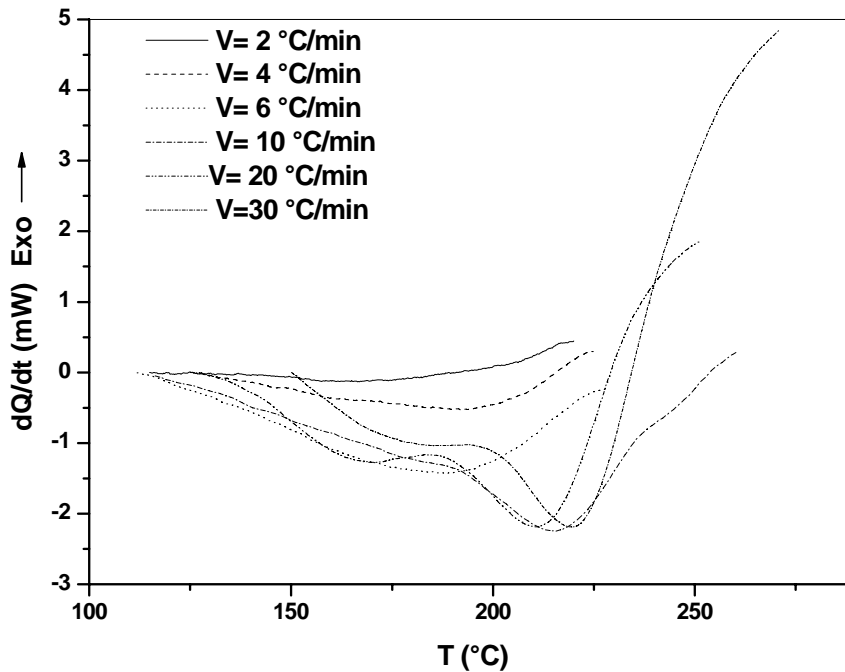
Si les effets calorimétriques détectés avec des vitesses de chauffage lentes (surtout avec une vitesse de 0,5 °C/min) sont plus faibles par rapport à ceux détectés avec une vitesse de 6 °C/min, ce n'est pas à cause de la précipitation de faibles quantités de phases, mais c'est par ce que au cours du chauffage avec de telles vitesses, les différentes transformations se produisent dans de plus grands intervalles de temps, le résultat immédiat est le fait que le thermogramme DSC est dominé par sa ligne de base.

D'une manière générale, la comparaison entre ces courbes permet de constater que l'augmentation de la vitesse de chauffage, conduit aux effets suivants sur les thermogrammes:

- 🔧 La formation des zones GP devient de moins en moins importante et leur quantité dissoute augmente (que se soit celle des zones GPI ou celle de GPII) (Fig. 4.41),
- 🔧 le déplacement vers les hautes températures de tous les effets thermiques,
- 🔧 quand l'amplitude du pic IV diminue, celle du pic V augmente.

La diminution progressive de la quantité de zones GP formée indiquée par la diminution de l'ampleur du pic exothermique (I) , et l'augmentation de la quantité des zones GP (I et II) dissoute accompagnée d'une séparation des effets calorimétriques, trouvent leurs explications dans le fait que les faibles vitesses de chauffage correspondent à des vitesses d'annihilation des lacunes plus faibles que celles de

croissance des zones GPI [90, 91]; par conséquent, la croissance des zones est plus rapide que la croissance de leur rayon critique (due à une lente augmentation de la



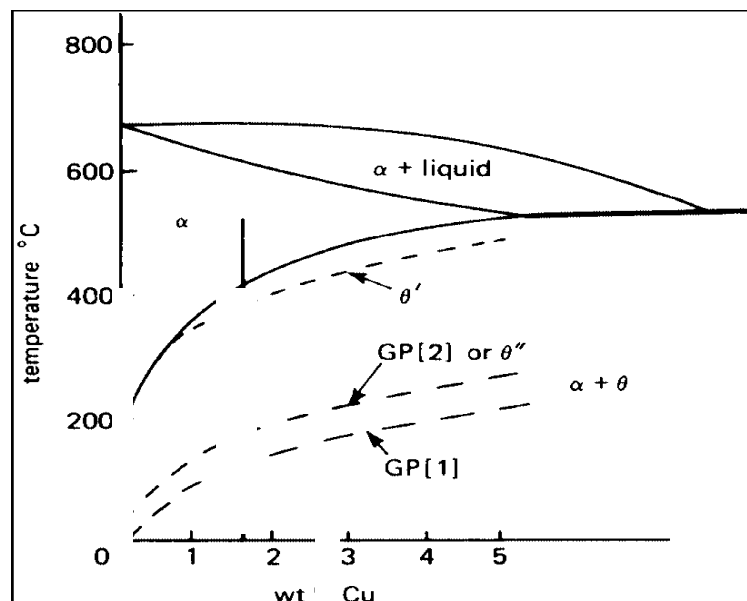
**Fig. 4.41.** Comparaison entre les pics endothermiques attribués à la dissolution des zones GP détectés au cours du chauffage d'un échantillon de l'alliage Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé et trempé, avec plusieurs vitesses.

température) et donc, une grande fraction des ces zones se trouve surcritique et se mettra alors à croître. On observe alors, la formation d'un important pic exothermique suivi d'un faible pic endothermique dû à la dissolution des plus petites zones. Tandis que, pour les grandes vitesses de chauffage, la vitesse d'annihilation des lacunes, est plus rapide que leur annihilation compatible avec la formation et la croissance des zones (qui dépendent, essentiellement, de l'excès en lacunes); la croissance du rayon critique des zones est donc plus rapide (à cause d'une augmentation rapide de la température) que la vitesse de croissance des zones GP. Par conséquent, la plupart des zones sont souscritiques et vont donc se dissoudre en donnant un faible pic exothermique suivi par un pic endothermique plus important sur les thermogrammes de DSC. D'autre part la séparation des effets calorimétriques dus à la dissolution des zones GPI et GPII qui devient plus claire pour les grandes vitesses de chauffe peut être due au fait que la dissolution des zones GPI est plus dominante que la formation et la croissance des zones GPII pour ces grandes vitesses de chauffe.



Le déplacement vers les hautes températures des anomalies liées à la formation des phases  $\theta'$  et  $\theta$ , ainsi que la diminution de leurs amplitudes peuvent être dus aux raisons suivantes :

- (i) Durant le chauffage avec une grande vitesse, le matériau reste à chaque température de la rampe, une durée plus courte par rapport à celle qu'il peut rester lorsqu'on le chauffe avec une plus lente vitesse; les vitesses de chauffage rapides correspondent donc à une diffusion difficile des atomes solutés [90-92]. Comme conséquence immédiate, les transformations de phases qui peuvent avoir lieu, vont se produire, alors à des températures plus élevées.
- (ii) La diminution de la quantité des atomes solutés qui doivent précipiter, à cause de l'augmentation de leur solubilité dans la matrice avec l'augmentation des températures de précipitation. Les grandes vitesses de chauffage correspondent donc à la précipitation d'une faible quantité d'atomes solutés et à des températures relativement plus élevées. En outre, du fait que la fraction volumique de la phase métastable  $\theta'$  diminue avec l'augmentation de la température de précipitation (Fig. 4.42), les grandes vitesses de chauffage ne mènent qu'à la formation d'une faible quantité des précipités  $\theta'$ , ce qui explique la diminution de l'amplitude du pic endothermique associé à la dissolution de la phase  $\theta'$ .



**Fig. 4.42.** Diagramme de phases partiel du système Al-Cu [71].

*b). L'analyse dilatométrique différentielle:*

Afin de bien suivre l'évolution des transformations de phases se produisant dans l'alliage Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé et trempé à l'eau, au cours des traitements anisothermes réalisés avec des vitesses inférieures ou égales à 6 °C/min (qui sont moins décrits par l'analyse calorimétrique différentielle (DSC)), nous avons, également réalisé des essais dilatométriques avec des vitesses identiques ( $V = 0, 5$  °C/min, 2 °C/min, 4 °C/min et 6 °C/min).

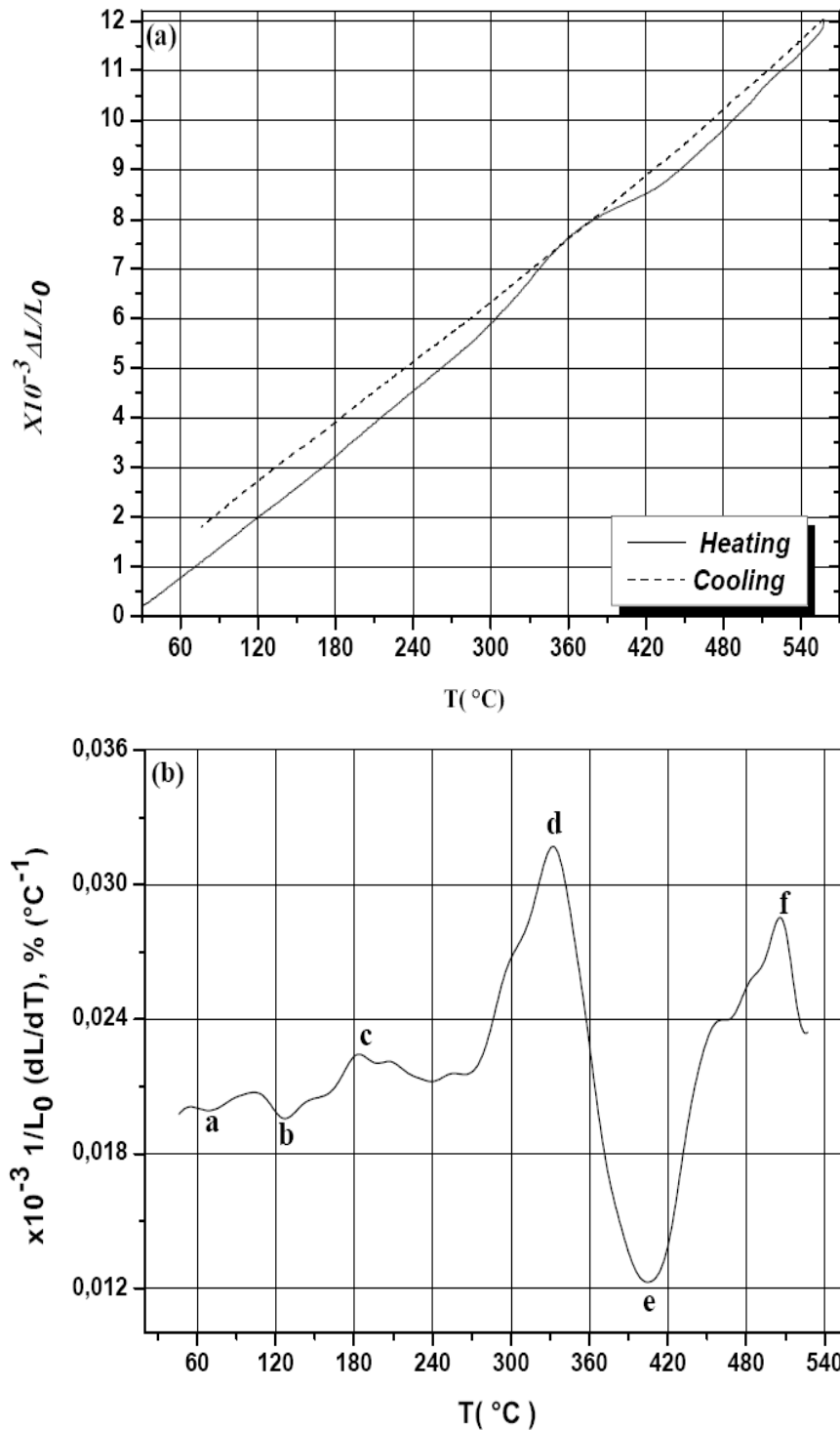
La figure 4.43a représente une courbe dilatométrique typique de l'échantillon Al - 4, 5 % mass. Cu homogénéisé et trempé à l'eau enregistrée au cours du chauffage avec une vitesse de 6 °C/min. La courbe de refroidissement ne présente pas d'anomalies particulières mais la courbe de chauffage est assez intéressante; en effet, la dérivée du segment de chauffage montre la présence de six anomalies qui sont indiquées sur la courbe dérivée par a – f. Parmi ces anomalies trois sont des expansions (c, d, et f) et trois sont des contractions (a, b et e) (Fig. 4.43b).

Pour identifier ces anomalies nous avons comparé la dérivée de la courbe dilatométrique avec la courbe DSC obtenue avec la même vitesse de chauffage (Fig. 4.44). De cette figure on montre que:

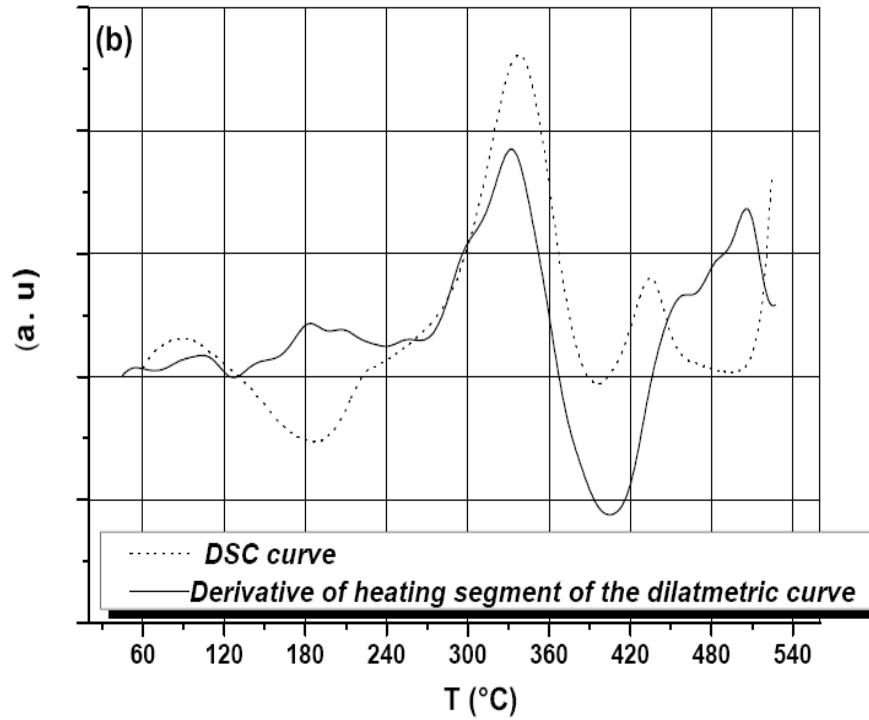
- la petite contraction "a" entre 45 et 100°C peut être attribuée à la formation des zones GPI,
- l'anomalie formée par la contraction "b" et l'expansion "c" est associée à la formation et la dissolution des zones GPII respectivement,
- l'importante expansion "d" observée dans l'intervalle de température 265 - 365 °C avec un pic de la courbe dérivée situé à 332 °C coïncide parfaitement avec l'effet calorimétrique dû à la précipitation des phases  $\theta'$  et  $\theta$ , et par conséquent, les deux anomalies "e" et "f" qui coïncident avec les effets calorimétriques dus à la dissolution des phases  $\theta'$  et  $\theta$  sont aussi dus à ces réactions.

L'association de la formation des zones GPI et GPII à des contractions (a et b) peut être expliquée par le fait que les zones GP dans cet alliage consistent en de disques de cuivre sur des sites substitutionnels sur les plans {100} de la matrice, à cause de la différence entre les rayons atomiques du cuivre et de l'aluminium (le rayon atomique du cuivre est 10% inférieur à celui de l'aluminium), leurs formation

génère une contraction locale des plans {100} de la matrice vers ces disques de cuivre [25, 33].



**Fig. 4.43.** Courbe de dilatation  $\Delta L/L_0=f(T)$  du cycle complet (a) et la dérivée du segment de chauffage d'un échantillon Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé 15 h à 520 °C, trempé et chauffé avec une vitesse de  $6^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ .

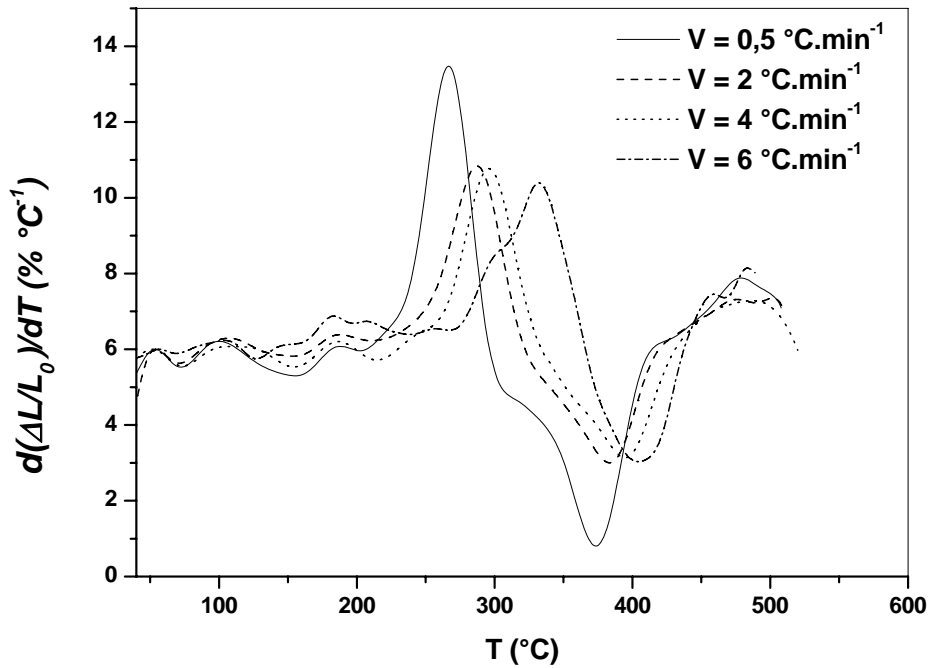


**Fig. 4.44.** Comparaison entre la dérivée de la courbe dilatométrique et la courbe DSC obtenues avec une vitesse de 6°C/min.

La précipitation des phases  $\theta$  et  $\theta'$  conduit à un appauvrissement de la matrice d'atomes de Cu se qui cause une augmentation du paramètre cristallin de l'aluminium [25, 33], et l'apparition d'une expansion sur les courbe dilatométriques.

La dissolution de la phase  $\theta$  qui remet les atomes Cu en solution solide dans l'aluminium, qui doit normalement engendrer une contraction, donne une dilatation thermique. Ce comportement peut être expliqué, au moins d'une manière qualitative, par l'augmentation du volume spécifique de la phase  $\theta$  du fait que le paramètre "c" dans sa maille cristalline varie avec le nombre de plans atomiques suivant l'axe Z durant le réaction de dissolution [30, 32].

La figure 4.45 montre une comparaison entre les dérivées des courbes dilatométriques enregistrées au cours du chauffage avec différentes vitesses (0,5, 2, 4 et 6 °C/min). On peut y observer une certaine variation des amplitudes des anomalies dilatométriques:



**Fig. 4.45.** Comparaison entre les dérivées des segments de chauffage des courbes dilatométriques enregistrées au cours du chauffage, d'un échantillon de l'alliage Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé et trempé, avec plusieurs vitesses.

- une diminution continue de l'amplitude des anomalies (a et b) attribuées à la formation des zones GPI et GPII,
- une augmentation de l'expansion liée à la dissolution de la phase  $\theta''$ ,
- un décalage progressif vers les plus hautes températures de toutes les anomalies liées à la formation et la dissolution des phases  $\theta'$  et  $\theta$  (Tableau 1),
- une diminution continue de l'amplitude des anomalies liées à la précipitation des phases  $\theta'$  et  $\theta$ .

**Tableau 1 :** les températures caractéristiques des anomalies (e) et (f)

Vitesse de chauffage anomalie	Vc=0,5° C/min	Vc=2 °C/min	Vc=4 °C/min	Vc=6 °C/min
Température du pic e	266 °C	296 °C	308 °C	332 °C
Température du pic f	371 °C	395 °C	396 °C	404 °C

*c). Etude par diffraction des rayons X à hautes températures:*

Afin d'améliorer encore notre compréhension des changements qui peuvent être induits suite à une augmentation de la vitesse de chauffage, nous avons procédé à cette étude qui est concentrée sur l'illustration de l'influence de la vitesse de chauffage sur les quantités des différents précipités au cours des traitements anisothermes.

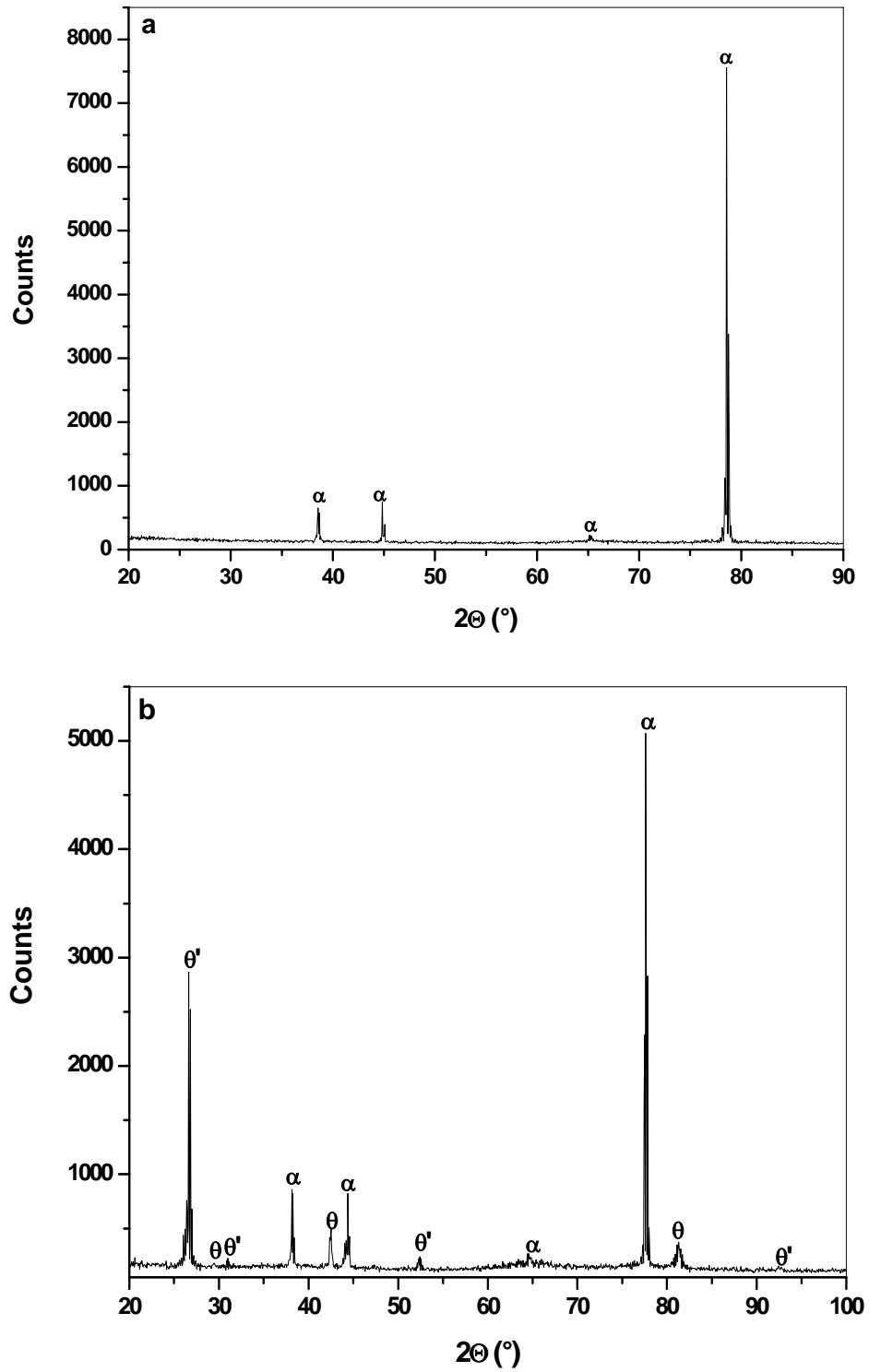
Nous avons également réalisé des expériences in situ de diffraction des rayons X qui permettent directement de :

- identifier les effets calorimétriques,
- avoir une idée sur les cinétiques de formation et de dissolution des différentes phases au cours du chauffage,
- déterminer les quantités des différentes phases formées,
- la mesure des positions angulaires  $2\theta$ , la largeur à mi-hauteur  $\Delta\theta$  et les intensités  $I$  des pics de diffraction de la matrice donnent des informations importantes sur la structure cristallographique et la teneur en soluté de la matrice.

L'avantage essentiel de cette technique est l'observation de tous les changements qui peuvent avoir lieu au cours des différents revenus, en suivant les caractéristiques des pics de diffraction des nouvelles phases; une telle caractéristique n'est pas permise pour la diffraction des rayons X à température ambiante (caractérisation des échantillon ayant subi des traitement anisothermes dans le four) à cause des facteurs de diffusion électroniques très proches des atomes Al et Cu.

Les spectres de diffraction des rayons X à haute température (HTXRD) ont été enregistrés sous air à l'aide d'un diffractomètre à poudre du type Philips X'pert équipé d'une chambre de diffraction à haute température du type Anton paar (HTK 1200) qui permet le chauffage des échantillons, sous forme de disque d'épaisseur de 0,9 mm, aux différentes températures avec les différentes vitesses désirées.

La série des spectres de diffraction HTXRD enregistrés au cours du chauffage d'un échantillon homogénéisé et trempé à l'eau avec une vitesse de 6 °C/min, est montrée dans les figures 4.46 et 4.47. Ces spectres montrent la formation et la dissolution des différentes phases au cours du chauffage. Une des caractéristiques les plus importantes de ces spectres est le déplacement vers les petits angles de tous les pics de la matrice due à l'expansion thermique de la matrice et un léger déplacement vers les grands angles de diffraction de ceux de la phase



**Fig. 4.46.** Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de  $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  à: a)  $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  et b)  $T = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

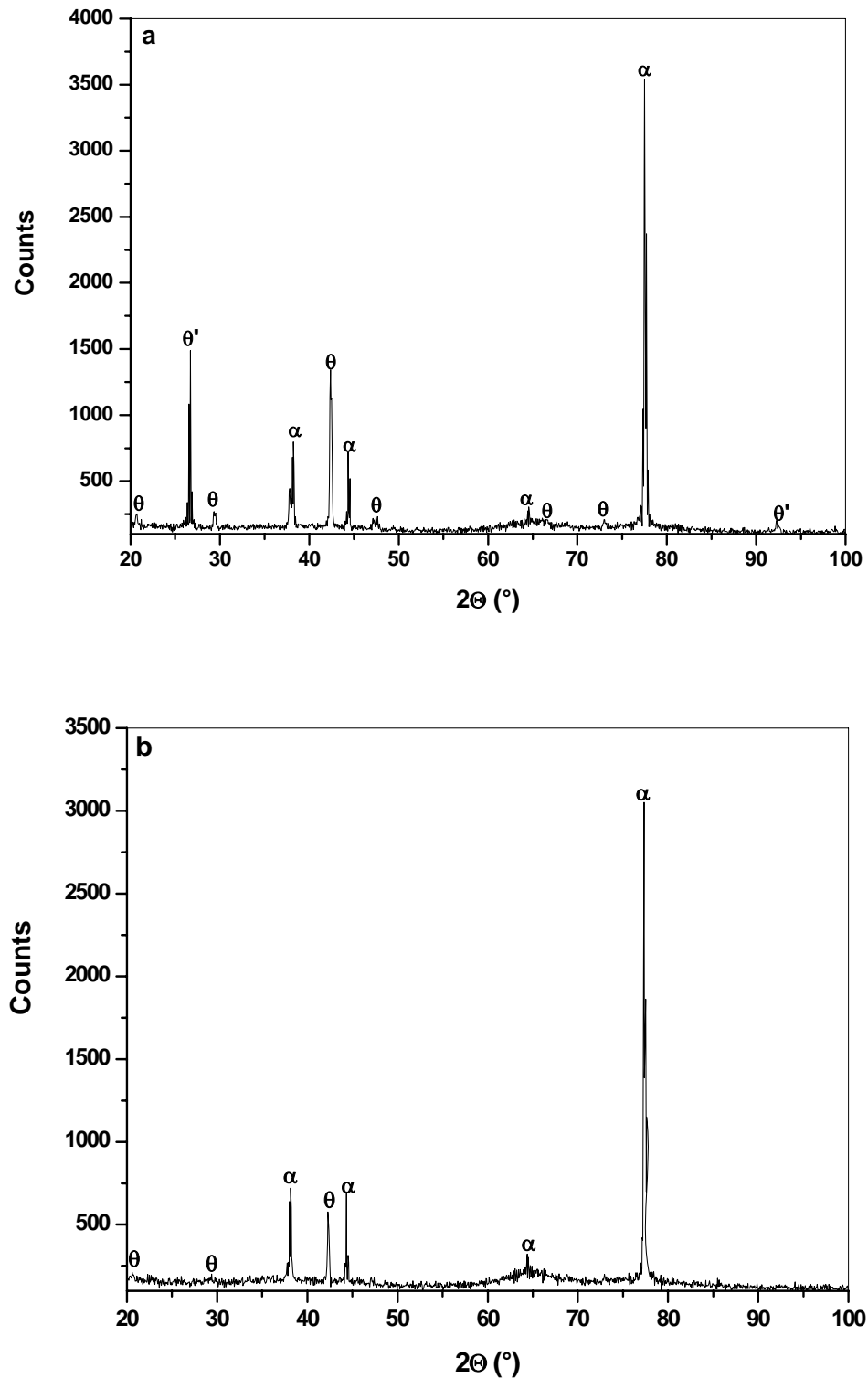
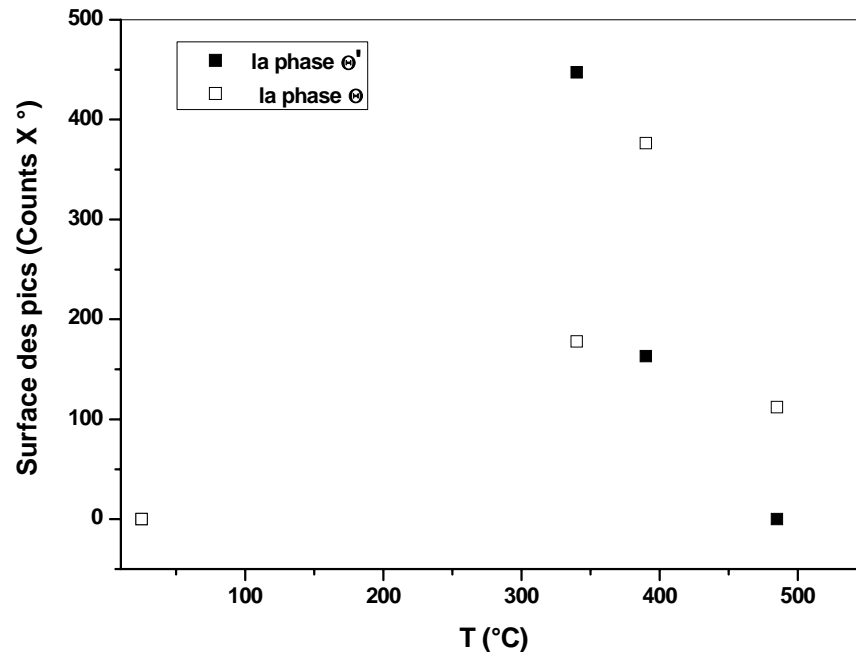


Fig. 4.47. Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de  $6^\circ\text{C}/\text{min}$  à: a)  $T = 390^\circ\text{C}$  et b)  $T = 480^\circ\text{C}$ .



précipitée  $\theta$ , cela signifie que le paramètre de maille de la phase  $\theta$  diminue au cours du chauffage.

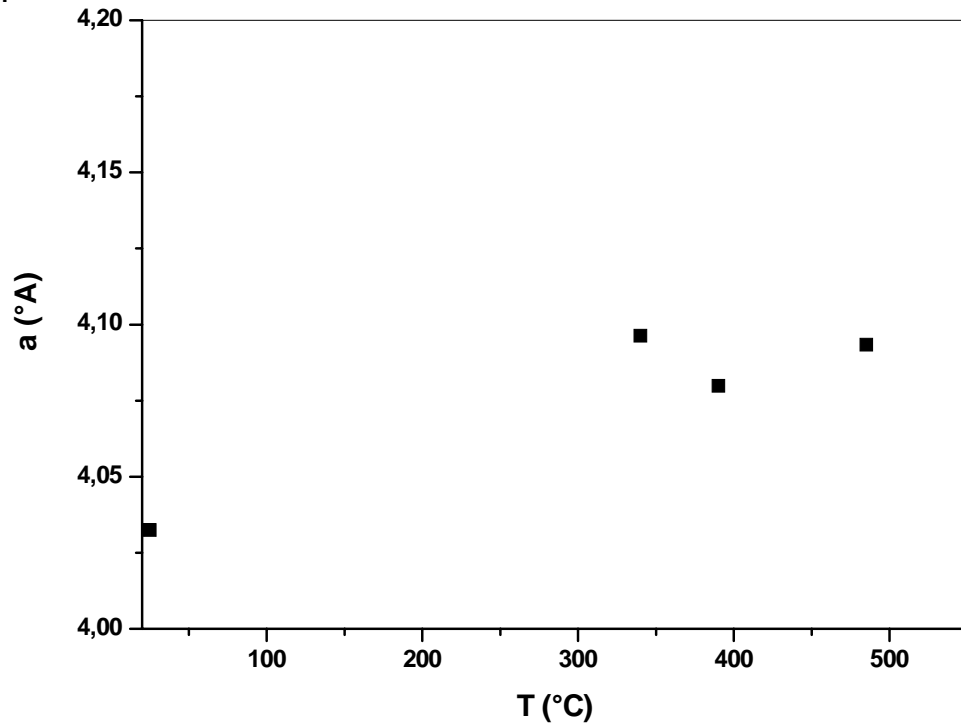
Pour quantifier les phases précipitées à une température donnée, nous avons utilisé la surface des pics de diffraction qui leur sont associés, qui est proportionnelle à la quantité de la phase qui précipite [106]. Pour cela, nous avons utilisé un logiciel approprié (X'pert HighScore Plus) qui permet après un profil fitting des différents pics caractéristiques des phases précipitées, de déterminer la surface de chaque pic du spectre de diffraction. De l'évolution des surfaces des pics de diffraction des deux phases  $\theta'$  et  $\theta$  avec la température représentée sur la figure 4.48, il apparaît que le pic principal de la courbe de DSC enregistrée avec la même vitesse (situé vers une température de 340 °C) (Fig. 4.36) est attribué au premier degré à la précipitation de la phase  $\theta'$  ensuite à celle de la phase d'équilibre  $\theta$ . Par ailleurs, il est aussi important de signaler que parallèlement au processus de dissolution de la phase métastable  $\theta'$  (le pic endothermique situé à  $T = 390$  °C), la quantité de la phase d'équilibre  $\theta$  augmente. Cette caractéristique permet de penser que la formation de la phase  $\theta$  n'est pas indépendante de la phase  $\theta'$ ; la transformation de la phase  $\theta'$  en  $\theta$  ou la dissolution de  $\theta'$  permet la germination et la croissance de la phase  $\theta$ .



**Fig. 4.48.** Variation des quantités des phases précipitées aux températures des pics caractéristiques de la courbe de DSC obtenue au cours du chauffage avec une vitesse  $V = 6$  °C/min

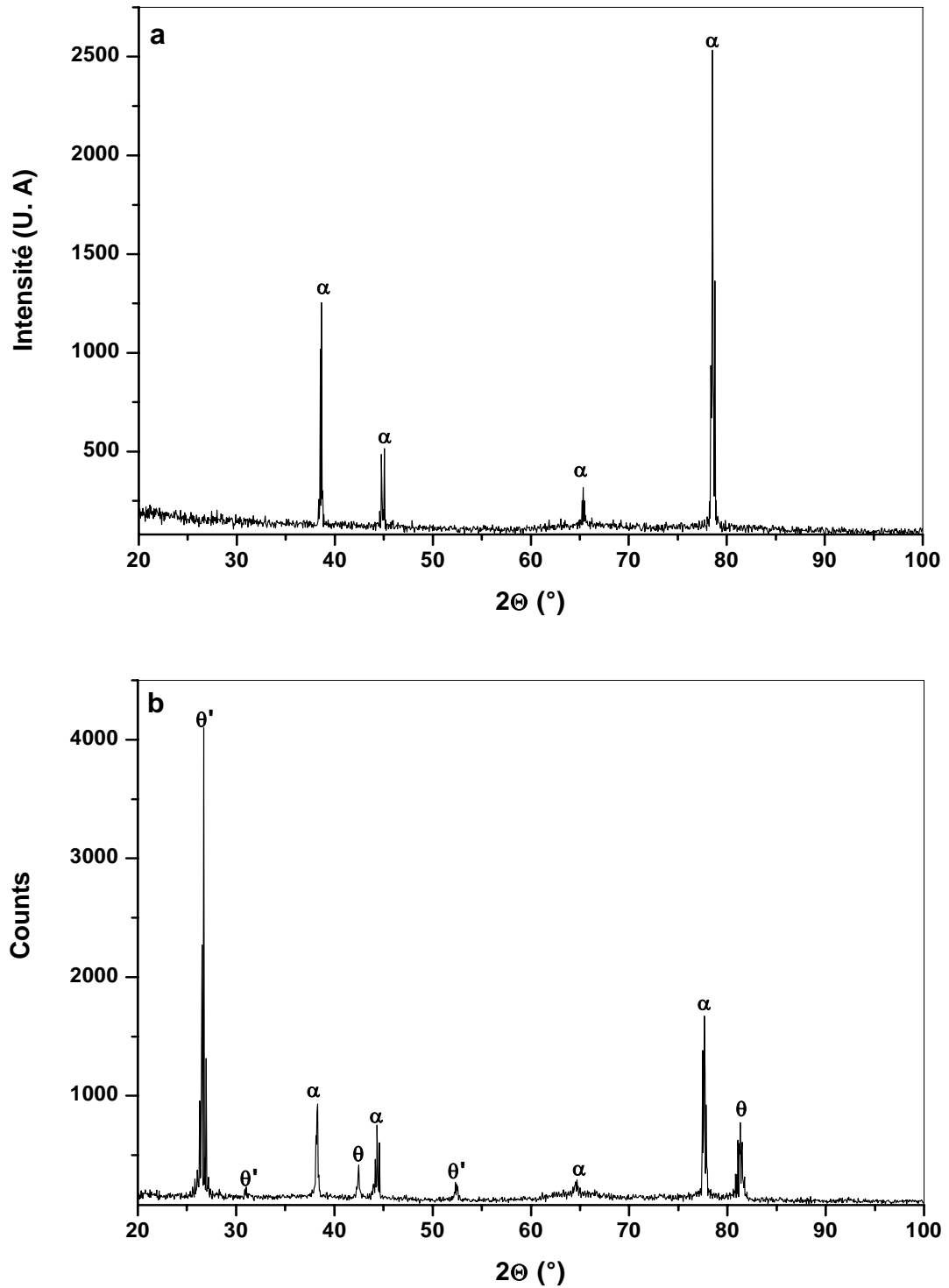
Cependant, si l'on compare les variations des tailles des particules des phases  $\theta'$  et  $\theta$ , estimées à partir de la formule de Scherer [106, 107], en comparant la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic le plus intense de chaque phase entre ces deux températures (  $T= 340\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $T = 390\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) (tableau 2), on peut constater une croissance des particules des deux phases  $\theta'$  et  $\theta$ .

Les mesures du paramètre cristallin de la matrice aux différentes températures caractéristiques de la courbe de DSC (Fig. 4.49) (qui sont presque celles caractéristique de la courbe dilatométrique nous a permis de confirmer que l'importante contraction observée sur la courbe dérivée du segment du chauffage est pratiquement due à une dissolution de la phase  $\theta'$  et une croissance de la phase d'équilibre  $\theta$ .

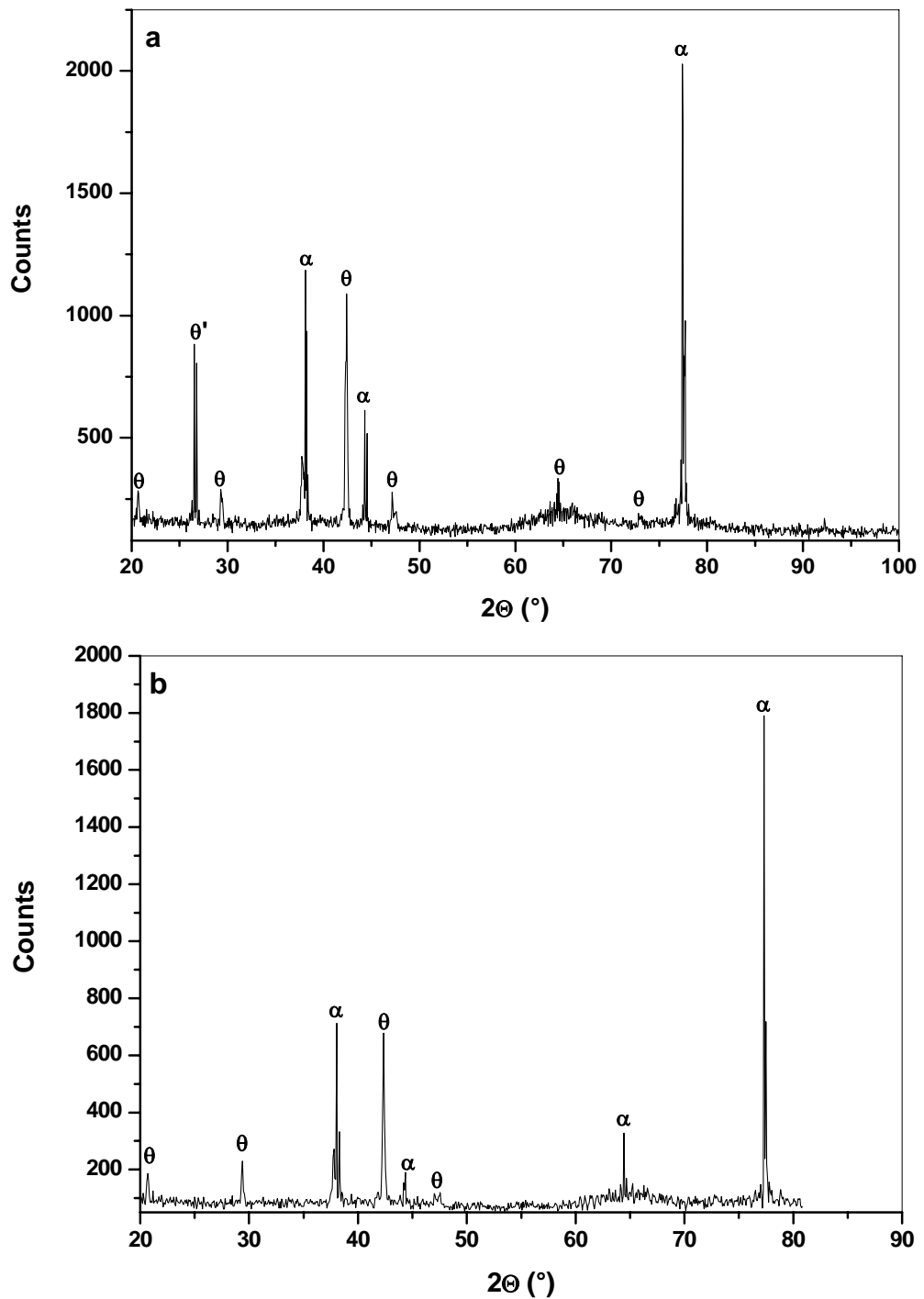


**Fig. 4.49.** Variation du paramètre cristallin de la matrice avec la température au cours du chauffage d'un échantillon homogénéisé et trempé avec une vitesse de  $6\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ .

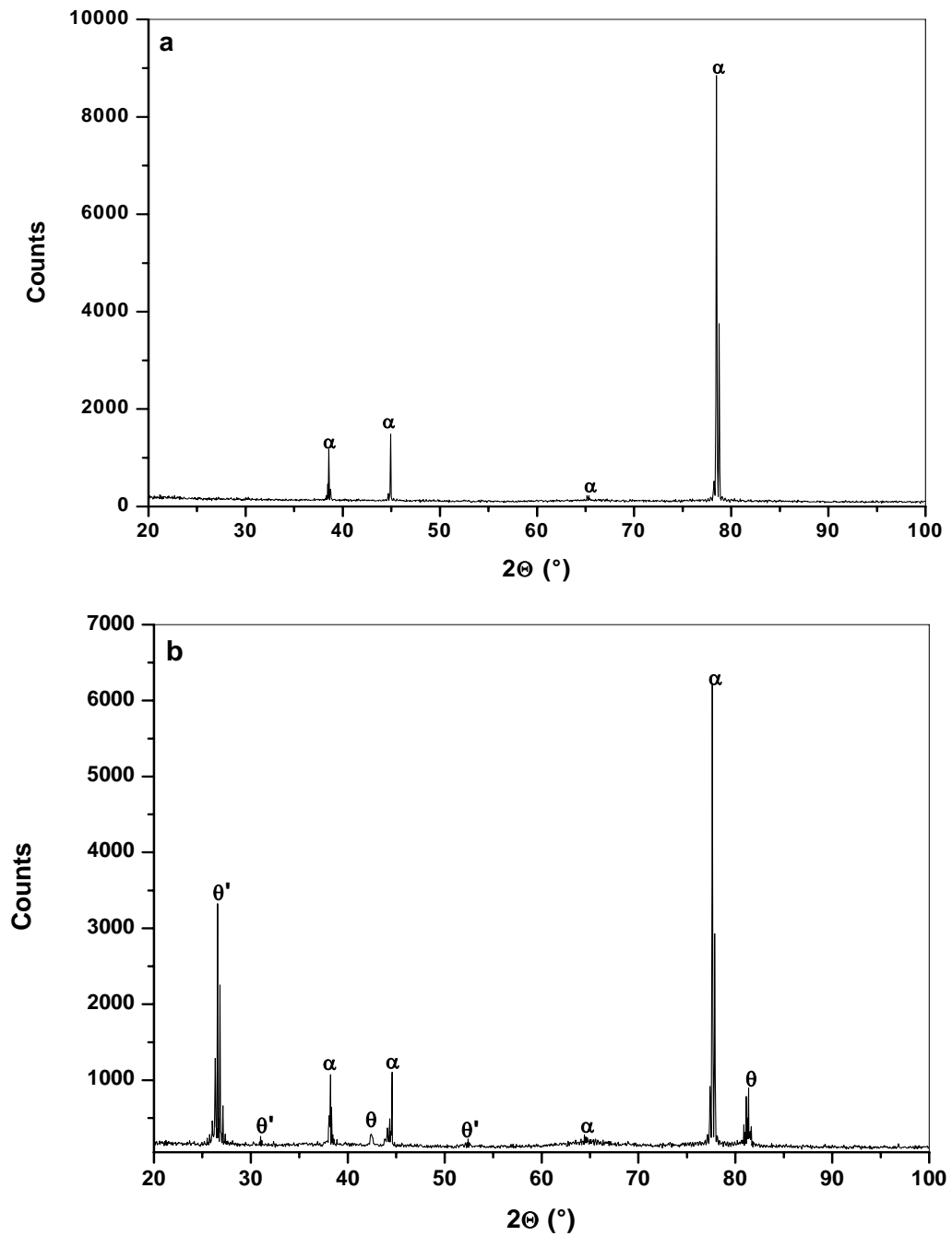
Les figures (4.50, 4.51), (4.52, 4.53) et (4.54, 4.55) montrent des séries de diffraction des rayons X à hautes températures, obtenus pour l'alliage homogénéisé et trempé au cours du chauffage avec une vitesse de 10, 20 et  $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .



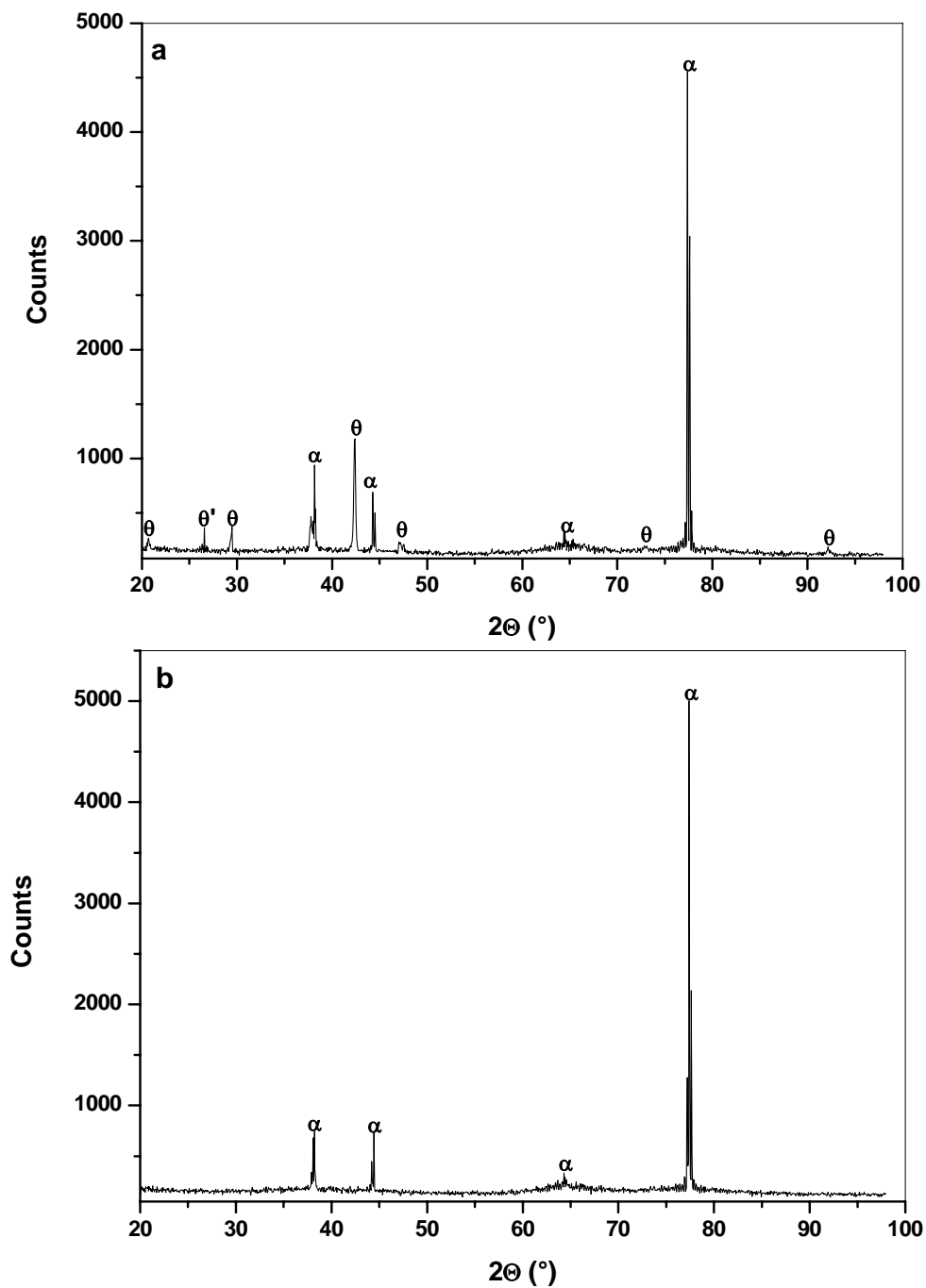
**Fig. 4.50.** Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  à: a)  $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  et b)  $T = 345\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



**Fig. 4.51.** Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de 10 °C/min à: a)  $T = 415$  °C et b)  $T = 490$  °C.



**Fig. 4.52.** Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de 20 °C/min à: a)  $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  et b)  $T = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



**Fig. 4.53.** Spectres de diffraction in situ XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de 20 °C/min à: a)  $T = 432$  °C et b)  $T = 512$  °C.

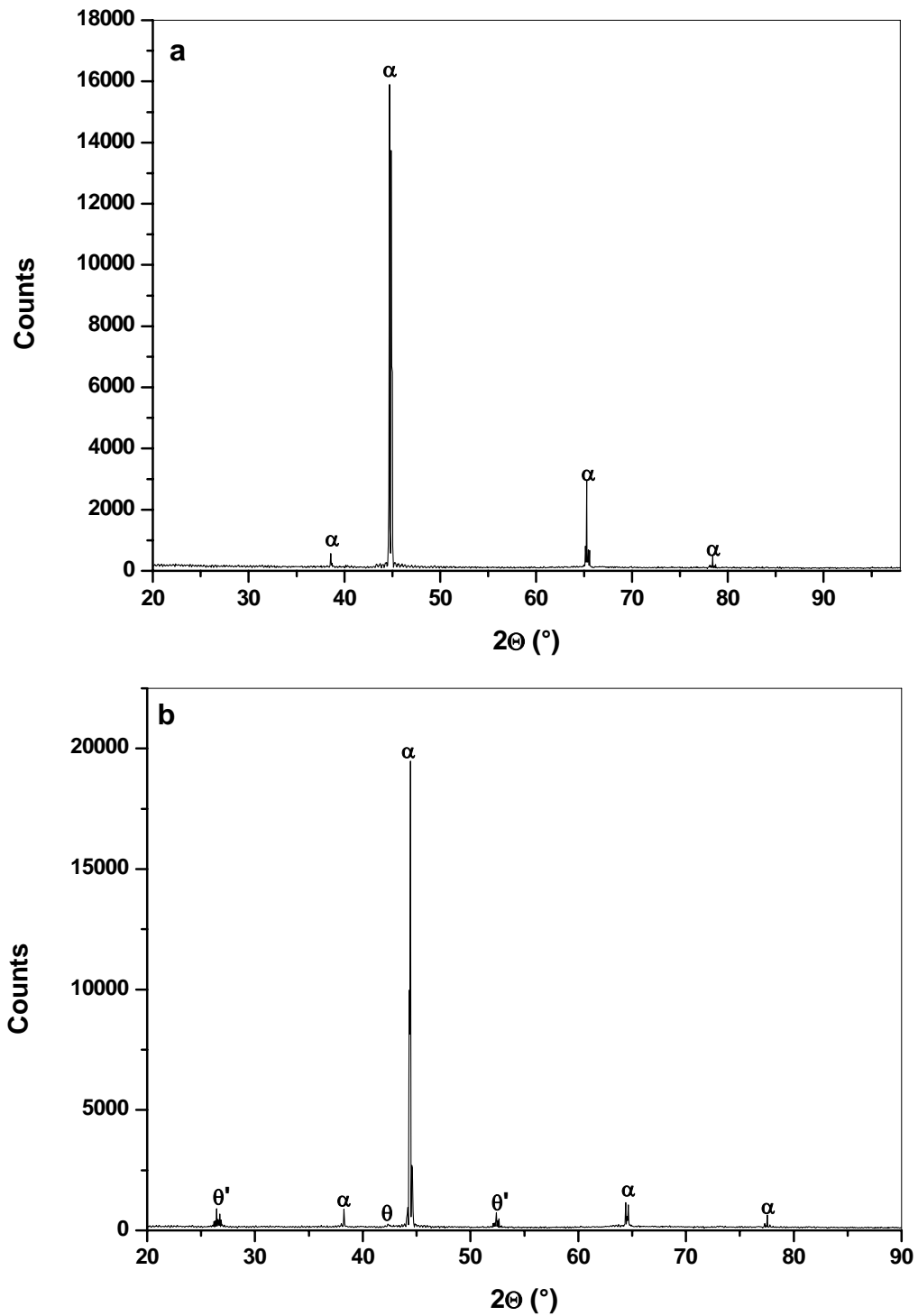
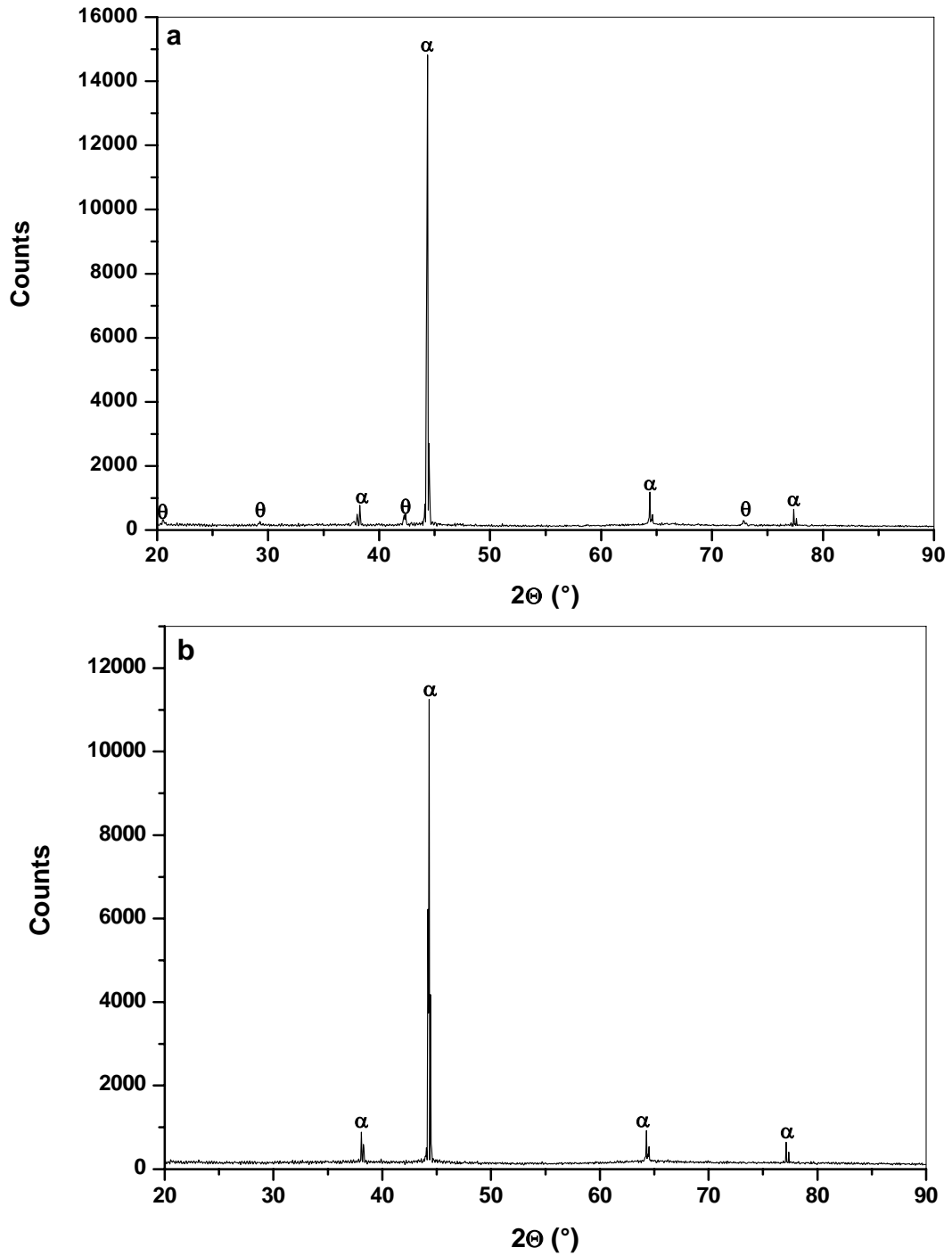


Fig. 4.54. Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de  $30\text{ °C/min}$  à: a)  $T = 25\text{ °C}$  et b)  $T = 355\text{ °C}$ .



**Fig. 4.55.** Spectres de diffraction *in situ* XRDHT obtenus sur l'échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisé, trempé et chauffé avec une vitesse de 30 °C/min à: a)  $T = 445\text{ °C}$  et b)  $T = 512\text{ °C}$ .

**Tableau 2:** variation de la largeur à mi-hauteur des pics principaux des phases  $\theta'$  et  $\theta$  au cours du chauffage avec une vitesse de 6 °C/min.

	$T = 340\text{ °C}$	$T = 390\text{ °C}$	$T = 485\text{ °C}$
FWHM (111) $\theta'$	0,39 °	0,2958 °	
FWHM (112) $\theta$	0,2290 °	0,1925 °	0,1750 °

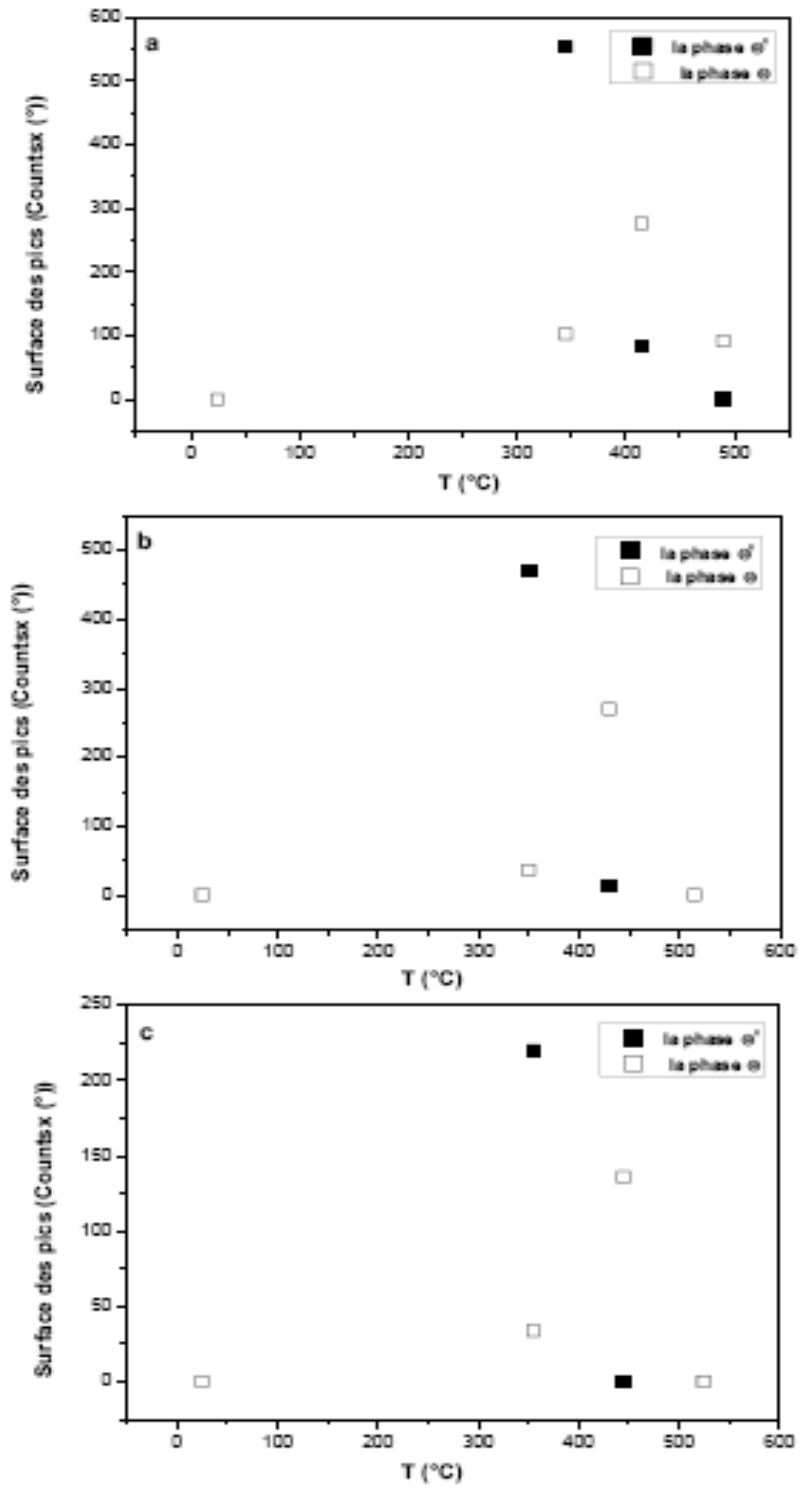


A partir de ces spectres, on peut dire que les cinétiques de formation et de dissolution des phases  $\theta'$  et  $\theta$  sont identiques pour toutes les vitesses de chauffage. Cependant, une analyse minutieuse des différents spectres de diffraction permet de tirer quelques points, dont les plus essentiels sont :

- une diminution des quantités de phases  $\theta'$  et  $\theta$  formées avec l'augmentation de la vitesse de chauffage (Fig. 4.56), une observation est en bon accord avec les résultats des analyse calorimétriques et dilatométriques,
- en tenant compte de la dilatation thermique, les variations du paramètre cristallin de la matrice mesuré entre les températures correspondant à la précipitation des phases  $\theta'$  et  $\theta$  et la dissolution de la phase  $\theta'$ , montrent que l'expansion produite quand on chauffe avec une vitesse lente est plus importante que celle obtenue lorsqu'on chauffe avec une plus grande vitesse: pour une vitesse de 6 °C/min;  $\Delta a_{Al} = 0,01775$  °A, pour une vitesse de 10 °C/min;  $\Delta a_{Al} = 0,0162$  °A, alors que pour une vitesse de chauffage de 30 °C/min;  $\Delta a_{Al} = - 0,0071$  °A. Ces variations sont expliquées par la diminution des atomes précipités avec l'élévation de la vitesse de chauffage,
- la comparaison des quantités résiduelles des phases  $\theta'$  et  $\theta$  aux températures correspondant aux pics endothermiques attribués à leur dissolution (Fig. 4.56) montre une décroissance de la stabilité de ces phases avec l'augmentation de la vitesse de chauffage. Ce comportement peut être dû aux faibles quantités formées.
- le suivi des variations de la largeur à mi-hauteur (FWHM) des pics principaux des phases  $\theta'$  et  $\theta$  ((111) et (112) respectivement) (tableau 3) qui peuvent nous servir comme un indice de la variation de la taille des précipités, a permis de constater une décroissance de la taille des précipités avec l'augmentation de la vitesse de chauffage.

*Tableau 3: variation de FWHM des principaux pics des phases  $\theta'$  et  $\theta$  en fonction de la vitesse de chauffage au pic de précipitation de ces phases*

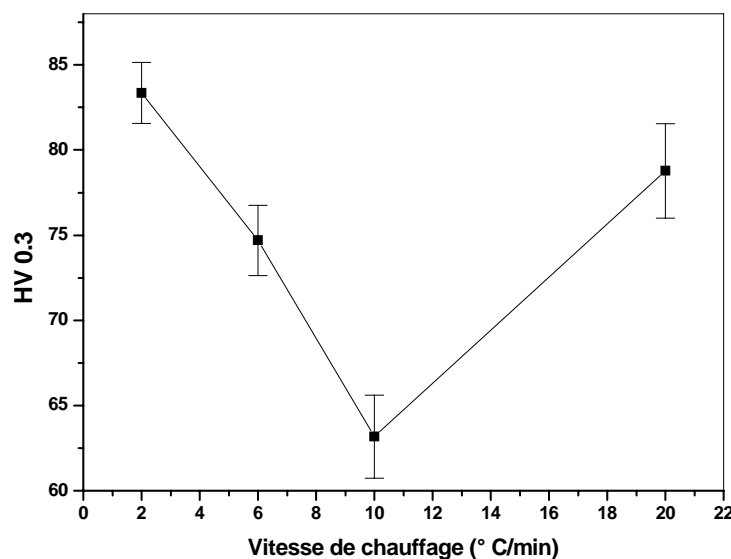
	<b>V = 6 °C/min T = 340 °C</b>	<b>V = 10 °C/min T = 345 °C</b>	<b>V = 20 °C/min T = 350 °C</b>	<b>V = 30 °C/min T = 355 °C</b>
FWHM (1 1 1) $\theta'$	0, 390 °	0, 4034 °	0, 5343 °	0, 5324 °
FWHM (1 1 2) $\theta$	0, 2290 °	0, 2441 °	0, 3050 °	0, 6580 °



**Fig. 4.56.** Variation des surfaces des pics de diffraction des phases  $\theta'$  et  $\theta$  en fonction de la température pour une vitesse de chauffage de : a) 10 °C.min<sup>-1</sup>, b) 20 °C.min<sup>-1</sup> °C et c) ) 30 °C.min<sup>-1</sup>.

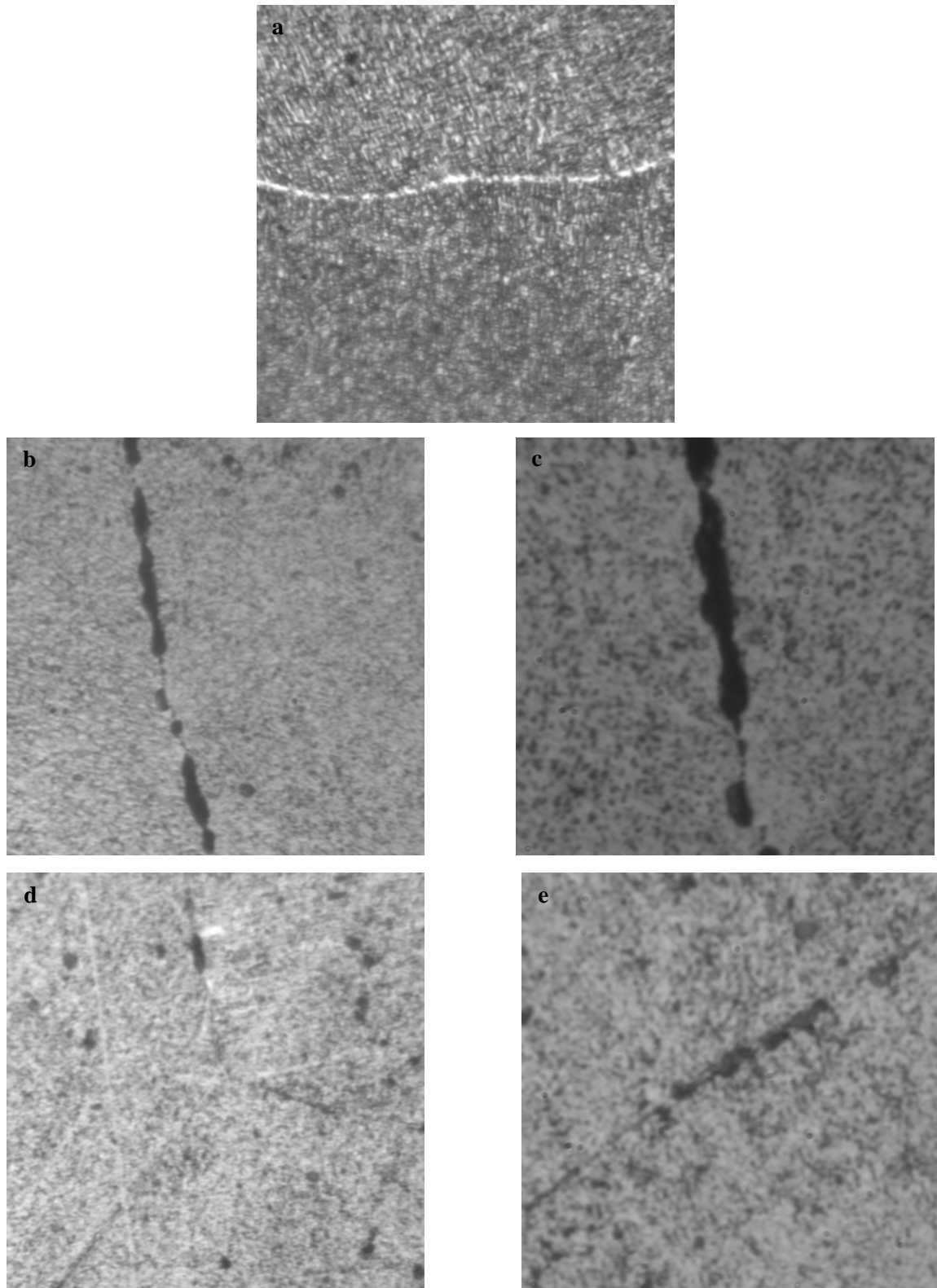
*d). L'analyse métallographique:*

Pour confirmer les observations faites sur les courbes dilatométriques et de DSC et les spectres de diffraction des rayons X, lorsqu'on fait varier la vitesse de chauffage, nous avons fait subir les mêmes traitements thermiques (chauffage continu avec les mêmes vitesses) à un échantillon du même alliage homogénéisé et trempé, et dès qu'il atteint la température correspondant au pic de précipitation des phases  $\theta'$  et  $\theta$  nous le trempons à l'eau froide pour figer l'état microstructural obtenu. La figure 4.57 montre la variation de la microdureté HV en fonction de la vitesse de chauffage, mesurée à la température du pic de précipitation des phases  $\theta'$  et  $\theta$  (effet III dans les thermogrammes de DSC). La diminution des valeurs de la microdureté avec l'augmentation de la vitesse de chauffage est directement attribuée à la diminution de la quantité de phases précipitées et en particulier, de la phase métastable  $\theta'$  qui est le responsable du durcissement dans ce type d'alliages. Un point assez surprenant qui ressort de ces expériences est l'augmentation de la microdureté pour une assez grande vitesse de chauffage en donnant lieu à un pic : elle diminue progressivement avec l'augmentation de la vitesse de chauffage (de 2 °C/min à 10 °C/min) jusqu'à un minimum pour augmenter ensuite rapidement pour une vitesse de chauffage de 20 °C/min. Ce point ne peut pas être expliqué sur la base des résultats des analyses calorimétriques et dilatométriques et des essais de diffraction des rayons X qui montrent une diminution progressive de la quantité formée de la phase métastable  $\theta'$  avec l'élévation de la vitesse de chauffage.

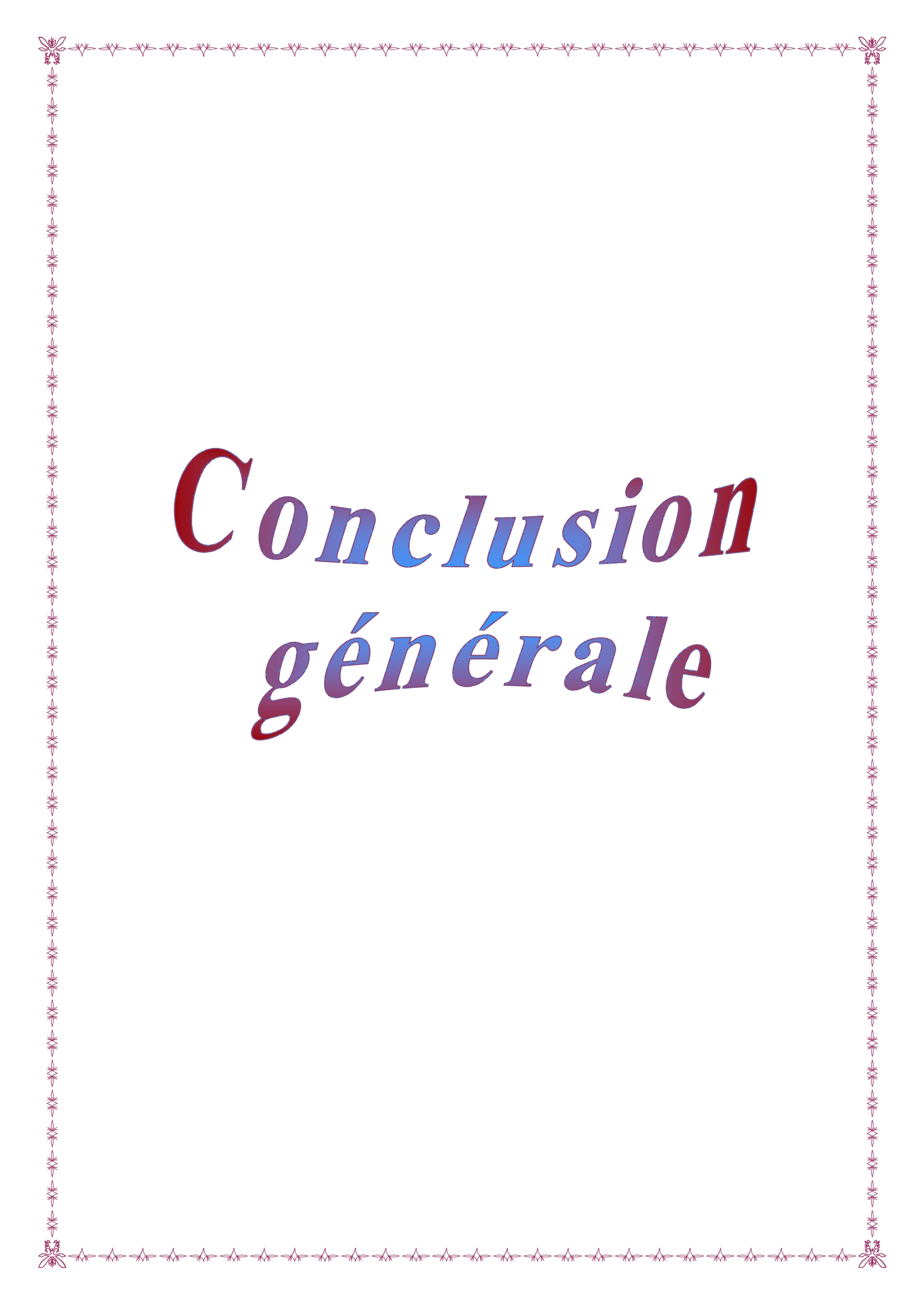


**Fig. 4.57.** Variation des valeurs de la microdureté HV en fonction de la vitesse de chauffage

Afin d'essayer d'expliquer l'origine de la variation des valeurs de la microdureté HV en fonction de la vitesse de chauffage, nous avons fait subir les mêmes traitements thermiques sur des échantillons homogénéisés et trempés à l'eau. Les microstructures sont montrées sur la figure 4.58. Pour une vitesse de chauffage de 6 °C/min, seules les particules  $\theta'$  sont observées (comme aiguilles allongées suivant deux direction) (Fig. 4.58.a), tandis que pour une vitesse de 10 °C/min la microstructure est caractérisée par une distribution aléatoire de fines particules allongées (de la phase  $\theta'$ ) et d'autres sphériques (de la phase  $\theta$ ) (Fig. 4.58. b et c). Pour une assez grande vitesse 20 °C/min, la microstructures obtenue montrent la présence de précipités si fins qu'on ne peut pas distinguer entre les deux types de précipités ( $\theta'$  et  $\theta$ ) (Fig. 4.58 d et e). Donc à la base de cette variation de la microstructure on peut conclure que l'augmentation des valeurs de la microdureté enregistrée pour une vitesse de chauffage de 20 °C/min ne peut être due qu'à la très fine microstructure des précipités  $\theta'$  et  $\theta$ . D'autre part, il très important de noter la présence de la précipitation hétérogène sur les joints de grain pour les grandes vitesses de chauffage. Ce phénomène peut être expliqué comme il est motionné auparavant par la diminution de la force motrice de la précipitation homogène à cause de la diminution de la sursaturation par le déplacement de la température de la précipitation vers les hautes températures.



**Fig. 4.58.** *Microstructures de l'échantillon Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé à 520°C, trempé et chauffé jusqu'à la température du pic de précipitation  $\theta'/\theta$  avec une vitesse de: 6 °C/min X500 (a), 10 °C/min : X500 (b) et X1000 (c) et 20 °C/min: X500 (d) et X1000(e).*



# *Conclusion générale*

## **Conclusion générale**

L'objectif de ce travail était d'élucider les effets des deux paramètres, introduits dans les processus industriels (la vitesse de chauffage et la déformation plastique) ainsi que leur combinaison sur les transformations de phase qui peuvent avoir lieu dans deux alliages modèles à base d'aluminium (Al- 12 % mass. Mg et Al- 4,5 % mass. Cu).

Pour cela nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales essentiellement, la calorimétrie différentielle à balayage, l'analyse dilatométrique différentielle et la diffraction des rayons X à la température ambiante et à haute température. A travers plusieurs études faites au sein du laboratoire de transformations de phase, ces méthodes expérimentales simples, mais rigoureuses ont montré qu'elles sont très utiles pour l'étude de diverses transformations de phase.

Il s'est avéré que cette étude nécessitait une connaissance approfondie des différentes transformations de phases se produisant au cours des traitements thermiques des alliages des systèmes Al-Mg et Al-Cu et des mécanismes des processus de restauration et de recristallisation.

Les principaux résultats de la thèse peuvent se résumer de la manière suivante :

### ***Cas de l'alliage Al-12 % mass. Mg homogénéisé et trempé:***

L'augmentation de la vitesse de chauffage des échantillons homogénéisés et trempés mène aux effets suivants:

- une augmentation de la quantité des zones GP dissoute, traduite par l'augmentation de l'amplitude du premier pic endothermique sur les courbes DSC. Cette tendance est expliquée par la compétition entre la vitesse d'annihilation des lacunes et la vitesse de croissance du rayon critique des zones GP,
- le déplacement vers les hautes températures des températures de précipitation des phases  $\beta'$  et  $\beta$ , à cause de la nature diffusive de la réaction de précipitation,
- une diminution des quantités précipitées des phases  $\beta'$  et  $\beta$  qui peut être liée à l'augmentation de la solubilité des atomes Mg dans la matrice d'aluminium et l'augmentation de la proportion de la phase d'équilibre pour les températures de précipitation élevées.

***Cas de l'alliage Al-12 % mass. Mg homogénéisé, trempé et déformé:***

En réalité, l'effet de la déformation plastique sur les transformations de phase se produisant au cours du chauffage des échantillons homogénéisés, trempé et déformés a déjà été étudié par le passé [17] en utilisant essentiellement, le DSC, la dilatométrie différentielle et la diffraction des rayons X. Cependant, il était difficile d'interpréter les anomalies dilatométriques observées après la déformation. L'utilisation de la diffraction des rayons X à haute température nous avons pu donner des interprétations qui apparaissent très logiques pour. Les conclusions qui peuvent être tirées de cette étude sont:

- pour une faible prédéformation, la restauration se produit avant et au cours de la précipitation; dans ce cas, la réduction de la densité des dislocations qui sont des sites préférentiels de la précipitation, cause une diminution de la quantité des précipités formés par rapport l'état de trempé; par ailleurs, la majorité des contraintes de déformation sont éliminées essentiellement par le processus de la restauration,
- après des déformations relativement sévères, à cause de la grande densité de dislocations induites par déformation, la réaction de la précipitation est plus rapide et la restauration ne se produit qu'après la croissance des précipités et la réduction de la concentration des atomes du soluté dans la matrice; les processus continuant de se produire simultanément,
- la diminution de l'amplitude de l'expansion associée à la précipitation de la phase d'équilibre avec l'augmentation du taux de déformation est due à l'accélération de la restauration qui devient plus rapide et concourt avec la précipitation,
- l'association des réactions de la dissolution de la phase d'équilibre et de la recristallisation à une expansion sur les courbes dilatométriques est expliquée par l'effet dominant du changement de la texture produit par la recristallisation; l'augmentation de la densité de certaines orientations cristallographiques peut produire une augmentation du coefficient de la dilatation thermique.

***Cas de l'alliage Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé et trempé:***



## *Conclusion générale*

---

La précipitation anisotherme dans l'alliage Al-4,5 % mass. Cu n'a pas été bien étudiée dans le laboratoire de transformations de phase, c'est pour cela que nous avons consacré une étude détaillée de la séquence de précipitation dans cet alliage, en particulier pour pouvoir expliquer les anomalies dilatométriques. La conclusion principale que nous avons tirée de cette étude est que la formation et la dissolution de toutes les phases présentes dans la séquence de la précipitation, sont faciles à détecter par la dilatométrie différentielle. En effet:

- la formation et la dissolution des zones GP sont traduites par deux petites contractions suivies par une expansion; ceci est dû au fait que les zones GP dans cet alliage consistent en des disques de cuivre allongés sur les plans (100) de la matrice et à cause de la différence entre les rayons atomique du cuivre et de l'aluminium, leurs formation génère une contraction locale des plans (100) de la matrice vers les disques de cuivre,
- la précipitation de la phase métastable  $\theta'$  est accompagnée d'une expansion du réseau cristallin de la matrice, à cause de la réduction de la concentration du cuivre dans la matrice,
- la formation de la phase d'équilibre  $\theta$  accompagne la formation et la dissolution de la phase métastable  $\theta'$ .

En ce qui concerne l'influence de la vitesse de chauffage sur la séquence de précipitation dans l'alliage Al- 4,5% mass. Cu, elle est similaire à celle déterminée pour l'alliage Al-12% mass. Mg, à l'exception des premiers stades de la décomposition; on observe une importante compétition entre les réactions de dissolution des zones GPI et la formation et la croissance des zones GPII: durant les essais DSC, on observe une séparation des effets calorimétriques dus à la dissolution des zones GPI et GPII surtout pour les grandes vitesses de chauffe, probablement à cause du fait que la dissolution des zones GPI est plus dominante que la formation et la croissance des zones GPII pour ces grandes vitesses de chauffe.



# Références

***Références***

- [1] B. DUBOST et P. SAINFORT : *Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium*, chapitre M240-M242. Les Techniques de l'Ingénieur (1991).
- [2] J. W. Christian, "The theory of transformations in metals and alloys", Pergamon press, 2<sup>nd</sup> Ed. (1995).
- [3] J.B. Zeldovich, *Acta Physicochim.*, 18 (1943).
- [4] H. B. Aeron, D. Fainsten, G. R. Kotler. *J. Appl. Phys.*, 41 (1956) 4404.
- [5] Lifschitz et V.V. Slyozov, *J. Phys. Chem. Solids*, 19 (1961) 35–50.
- [6] C. Wagner, *Z. Elektrochem.*, 65 (1961) 581.
- [7] S.A. Gernov, A.F. Sirenko, D. Hamana, *Ukrainian Physical Journal*, T29, N°3 (1984) 436-439.
- [8] S.A. Gernov, A.F. Sirenko, D. Hamana, *Physique du Corps Solide*, N°14 (1984) 40-43.
- [9] D. Hamana, S.A. Gernov, A.F. Sirenko, *Mémoires Scientifiques de la revue de Métallurgie*, Juillet Août (1987) 397-400.
- [10] D. Hamana, V.L. Avanesov, A.F. Sirenko, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 24, N°10 (1990) 2013-2018.
- [11] D. Hamana, S. Nebti, S. Hamamda, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 24, N°11 (1990) 2059-2064.
- [12] D. Hamana, S. Nebti, A. Boutefnouchet, S. Chekroud, *Ins. Phys. Cof. Ser. N°130* (1992) 287-290.
- [13] D. Hamana, S. Nebti, A. Boutefnouchet, S. Chekroud, *Z. Metallkunde*, Vol. 84 N°1 (1993) 33.
- [14] S. Nebti, D. Hamana, G. Cizeron, *Acta Metall. Mater.* Vol. 43 N°9 (1992) 3583.
- [15] D. Hamana, S. Nebti, M. Boucheur, *Z. Metallkunde*, Vol. 87 N°2 (1995) 135.
- [16] M. Boucheur, D. Hamana, T. Laoui, *Phil. Mag. A.73* N°6 (1996) 1733.
- [17] D. Hamana, M. Boucheur, A. Derafa, *Materials Chemistry and Physics* 57 (1998) 99 - 110.
- [18] D. Hamana, M. Boucheur, M. Betrouche, A. Derafa et N. Ya Rokhmanov, *Journal of Alloys and Compounds*, 320 (2001) 93.
- [19] D. Hamana, L. Baziz, M. Boucheur, *Materials Chemistry and Physics* 84 (2004), 112–119.

- [20] D. Hamana, A. Azizi, G. Tellouche, M. Boucheur, *philosophical Magazine Letters*, Vol. 84 N°11 (2004) 697–704.
- [21] D. Hamana, A. Azizi, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 479 N°1-2 (2008) 357-365.
- [22] R.E. Smallman, R.J. Bishop, *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering. Science, process, applications, Sixth Edition Butterworth-Heinemann press* (1999).
- [23] S.K. Son, M. Takeda, M. Mitome, Y. Bando, T. Endo, *Materials Letters* 59 (2005) 629– 632.
- [24] L. Loechte, A. Gitt, G. Gottstein, I. Hurtado, *Acta mater.* 48 (2000) 2969-2984.
- [25] T. B. Wu, *Scripta Metallurgica* Vol. 17 (1983) 559-562.
- [26] M. Takeda, Y. Maeda<sup>1</sup>, A. Yoshida, K. Yabuta, S. Konuma and T. Endo, *Scripta Materialia*, Vol. 41, No. 6 (1999) 643–649.
- [27] A.M. Zahra, C.Y. Zahra et M. Laffitte, *Scripta Metallurgica*, Vol. 9 (1975) 879-886.
- [28] J. Merlin, F. Fouquet, M. Kohen and P. F. Gobin, *Scripta Metallurgica* Vol. 8 (1974) 357-362.
- [29] M. Wada, H. Kita and T. Mori, *Acta Meta.* Vol. 33, No. 9 (1985) 1631-1636.
- [30] S.Q. Wang, M. Schneider, H.Q. Ye, G. Gottstein, *Scripta Materialia* 51 (2004) 665–669.
- [31] M. Karlik and B. Jouffrey, *Acta mater.* Vol. 45, No. 8 (1997) 3251-3263.
- [32] J. Wang, C. Wolverton, S. Müller, Z.Liu, L. Chen, *Acta Materialia* 53 (2005) 2759–2764.
- [33] T.J. Bastow, S. Celotto, *Acta Materialia* 51 (2003) 4621-4630.
- [34] A. Guinier, *Journal de physique et de Radium*, 6 (1938) 124.
- [35] A. Guinier, *Journal de Physique et de Radium*, 8 (1938)122.
- [36] G. D. Preston, *Proc. R. Soc.*, A167 (1938) 526.
- [37] V. Gerold, *Z. Metallk*, 45 (1954) 599.
- [38] P. P. Muller, B. Schonfeld, G. Rostrz et W. Buhrer, *Acta Met.*, 37(1989) 2125.
- [39] V. A. Philips. *Acta Met.*, 21 (1973) 219.
- [40] M. Karlik, Thèse 3<sup>ème</sup> cycle, Ecole Centrale Paris (1994).
- [41] B. Jouffrey et D. Dornignac, *J. Phys.*, I France. (1992) 1067.
- [42] B. Schonfeld, Malik, G. Kostorz, W. Buhrer, *physica B*, 234 (1997) 983.
- [43] Takeda et chiou, *Acta. Met.*, (1992).

- [44] Y. Wang, L. Q. Chen et A. G. Kachaturyan, *Acta Met. Mater.*, 1 (1993) 279.
- [45] C. Wolverton, *Phys. Rev. Lett.*, (1998).
- [46] Fujita et Lu, *Mater. Trans.* 33 (1992) 892.
- [47] A. Guinier, *Solid. St. Phys.*, 9 (1959) 293.
- [48] J. M. Silcock, T. J. Heal et H. K. Hardy, *J. Inst. Metals*, 82 (1953-54) 239.
- [49] R. B. Nicholson et J. Nutting, *Phil. Mag.* 3 (1958) 531.
- [50] T. Sato, Y. Kojima et T. Takahashi, *Trans. Japan. Inst. Metals* 23 (1958) 461 (1958).
- [51] H. Yoshida, H. Hashimoto, Y. Yokota et N. Ajika, *Trans. Japan. Inst. Metals*, 24 (1983) 378.
- [52] E. Hornbogen, *Aluminium*, 43 (2) (1967) 115.
- [53] H. I. Aaronson et C. Laird, *Trans. Metall. Soc. AIME* 242 (1958) 1393.
- [54] T. J. Headley et J. J. Hren, *J. Mater. Sci* 11 (1976) 1867.
- [55] R. B. Nicholson, G. Thomas et J. Nutting, *Acta Met*, 8 (1960) 172.
- [56] M. F. Ashby, D. R. H. Jones, *Matériaux* 2, "Microstructure et mise en œuvre", Dunod, Paris, 96 (1990).
- [57] R. Nozato, S. Isihara, *Trans. Japan Ins. Metals.*, 21 (1980) 580.
- [58] K. Osumara, T. Ogura, *Metall Trans.*, 15 (1984) 835.
- [59] T. B. Massalski (Ed), *Binary Alloy Phase Diagrams*, Second ed., ASM international, Materials Park, (1996).
- [60] M. Hillert, *Acta Metall*, 9 (1961) 525.
- [61] M. J. Starink, A. m. Zahra, *Acta Mater*, 46 (1998) 701.
- [62] A. Dager, M. Femuan, J. P. Guillot, *J. Appl. Crystallogr*, 12 (1979) 429.
- [63] M. Roth, J. M. Rayral; *J. Appl. Cryst*, 7 (1974) 219.
- [64] S. Nebti, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie (1995).
- [65] M. Feller –Kniemeimer, K. Deterti, L. Thomas, *Z. Metallkd.*, 55 (1964) 83.
- [67] E. C. W. Perryman, G. B. Brook, *Jap. Metals*, 79 (1972) 19.
- [68] R. Schaller et A. Rivière, *Materials Science Forum* Forum Vols. 366-368 (2001) pp 276-290.
- [69] D.A. Porter et K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, Van Nostrand Rheinhold (UK) Co. Ltd., 1981.
- [70] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen,

- M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen, A.D. Rollett, *Materials Science and Engineering A238* (1997) 219–274.
- [71] R.E. Smallman, R.J. Bishop, *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering. Science, process, applications, Sixth Edition* Butterworth-Heinemann press (1999).
- [72] R.W. Cahn, P. Haasen (Eds.), *Physical Metallurgy Volum III, 4th ed.*, Elsevier, Amsterdam, 1996.
- [73] R.E. Smallman, A. H.W. Ngan, *Physical Metallurgy and Advanced Materials, 7<sup>th</sup> ed.*, Elsevier, Amsterdam, 2007.
- [74] C.S. Barrett, *Structure of Metals, 1<sup>st</sup> ed.*, McGraw-Hill Book Company, Inc. 1943.
- [75] F.J. Humphreys et M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, Oxford, 1995.
- [76] L. M. Clarebrough, M. E. Hargreves et G. W. West, *Phil. Mag.* 1 (1956) 528.
- [77] F. Bell, *O Krisment, Z Metallk.* 53 (1962)115.
- [78] E Bell, *Acta Metall.* 13 (1965) 363.
- [79] A. Lawley, A.E. Vidoz et R. W. Cahn, *Acta Metall.* 9 (1961) 287.
- [80] J.H. Driver, *Journal de physique Colloque C3 supplément au Journal de physique III volume 5 avril* (1995).
- [81] J.E. Burke, D. Turnbull, *Prog. Met. Phys.* 3 (1952) 220.
- [82] R.A. Vandermee, P. Gordon "Recovery and Recrystallization of Metals", *ed. L. Himmel* (Interscience, New York) 1963 p. 211.
- [83]. W.B. Hutchinson, E. Nes, *Mater. Sci. Forum*, 385 (1992) 94-96.
- [85] D. Doherty, *Metal Science*, 8 (1974) 132.
- [86] R.W. Cahn, *Proc. Phys. Soc. A63* (1950) 323.
- [87] A.H. Cottrell, *Prog. Met. Phys.* 4 (1953) 255.
- [88] P.A. Beck, *Adv. Phys.* 3 (1954) 245.
- [89] H. Hu, *Recovery and Recrystallization of Metals* (Interscience, New York) 1963, p. 311.
- [90] A. Varschavsky, E. Donoso, *Thermochimica Act.* 266 (1995), 257 - 275.
- [91] E. Donoso and A. Varschavsky, *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 63 (2001) 249 - 266.
- [92] N. Luigui and M. Betancouert, *Journal of Thermal Analysis and calorimetry*, Vol. 74 (2003) 883-894.

- [93] J. Gubicza, I. Schiller, N.Q. Chinh, J. Illy, Z. Horita, T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* (2007) doi:10.1016/j.msea.2007.01.001.
- [94] N. Gao, E. Huttunen-Saarivirta, T. Tiainen, M. Hemmilä, *Materials Science and Engineering A342* (2003) 270-278.
- [95] M.J. Jones, F.J. Humphreys, *Acta. Materialia* 51 (2003) 2149-2159.
- [96] J.H. Ryu, D.N. Lee, *Materials Science and Engineering A336* (2002) 225–232.
- [97] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Jansen, and H.W. Zandbergen, *Acta Mater.*, 51 (2003) 789.
- [98] H.S. Zurob, C.R. Hutchinson, Y. Brechet, and G. Purdy, *Acta Mater.*, 50, 3075 (2002).
- [99] O.M. Ivasishin, P.E. Markovsky, Y.V. Matviychuk, et S.L. Semiatin *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 34A, January (2003) 147.
- [100] K.J. Lee, *Scripta Mater.*, 40 (1999) 759.
- [101] M. Verdier, I. Groma, L. Flandin, J. Lendvai, Y. Brkhet, P. Guyot, *Scripta Mater.*, Vol. 31, No. 4 (1991) 449-454.
- [102] Y. Nagai, M. Murayama, Z. Tang, T. Nonaka, K. Hono. *Acta. Mater.*, 49 (2001) 913–920.
- [103] T. De Cock, C. Capdevila, F.G. Caballero, C.G. de Andrés, *Scripta Materialia* 54 (2006) 949–954.
- [104] T. J. Konno, M. Kawasaki and K. Hiraga, *Journal of Electron Microscopy*, 50 (2) (2001) 105-111.
- [105] M.J. Starink and P. van Mourik, *Material Science and Engineering A* 156 (1993) 183-194.
- [106] T. Puclin, W. A. Kaczmarek, *Colloids Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 129-130 (1997) 365-375.
- [107] B. D. Cullity, *Elements of X-rays diffraction*, 2<sup>nd</sup> ed., Addison-Wesley Publishing Company, Inc., Reading, MA, 1978.

## Résumé

L'objectif de cette thèse est l'étude de l'effet de deux paramètres essentiels dans les processus industriels qui sont la vitesse de chauffage et la déformation plastique sur les transformations de phases se produisant dans deux alliages à base d'aluminium (Al- 12 % mass. Mg et Al- 4,5 % mass. Cu). Pour cela nous avons divisé notre travail en deux grandes parties:

1) *L'effet de la vitesse de chauffage sur les séquences de précipitation* partie qui porte sur la détermination des effets de la vitesse de chauffage sur les quantités et la stabilité des différentes phases qui peuvent se former au cours des traitements anisothermes,

2) *l'effet de la déformation plastique sur les transformations de phases au cours des traitements anisothermes* qui consiste à suivre les interactions entre la précipitation et les réactions de restauration et de recristallisation en fonction du taux de déformation et de la vitesse de chauffage.

Pour cela, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales simples mais rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux scientifiques, plus particulièrement l'analyse calorimétrique différentielle, la dilatométrie, la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage.

L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus a montré que l'influence de l'augmentation de la vitesse de chauffage peut se résumer en une augmentation de la dissolution des zones GP et la diminution des quantités formées des phases durcissantes au cours des traitements anisothermes. Le suivi de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la vitesse de chauffage a montré que les alliages étudiés se comportent de manière complètement différentes.

En ce qui concerne l'influence de la déformation plastique sur la précipitation, le travail réalisé a permis de déterminer l'évolution microstructurale au cours du chauffage continu en fonction du taux de déformation introduite juste après le traitement d'homogénéisation; on a montré que pour les faibles taux de déformation, la restauration se produit avant et simultanément avec la précipitation. Cependant, après de grandes déformations plastiques, la précipitation devient plus rapide et la restauration se produit après le début de la précipitation et continue avec elle. Après des déformations plus sévères, la restauration devient plus rapide et concourt avec la précipitation.

**Mots clés:** Al-Mg, Al-Cu, précipitation, vitesse de chauffage, déformation plastique, restauration, cristallisation, DSC, dilatométrie, DRX.



# ***Effect of heating rate and plastic deformation on non isothermal transformations in aluminum based alloys.***

## ***Abstract***

The aim of this thesis was the study of the effect of the two essential parameters in the industrial process which are the heating rate and the plastic deformation on the phase transformations occurring in the two aluminium based alloys (Al- 12 wt. % Mg and Al- 4.5 wt. % Cu). For that, we have shared our work on two largely parts:

*1) the effect of the heating rate on the precipitation sequence*, which carries on the determination of the heating rate effects on the quantity and stability of the various phases which can form during the non-isothermal treatments,

*2) the effect of the plastic deformation on the phase transformations during the non-isothermal treatments*, which consists to follow the interactions between the precipitation and the recovery and the recrystallization reactions according to the deformation amount and the heating rate.

For that, we have used several experimental technical, simple but rigorous and adapted for this kind of scientific works; particularly differential scanning calorimetric analysis, dilatometry, X-ray diffraction and scanning electronic microscopy.

The ensemble of the obtained experimental results have shown that the influence of the heating rate increase can be summarised to the increase of the GP zone dissolution and the decrease of the formed quantities of hardening phases during the non-isothermal treatments. The follow evolution mechanical properties evolution according to the heating rate, has shown that the studied alloys behave with completely different manners.

Concerning the influence of the plastic deformation on the precipitation, the realised work has allowed to determine the microstructural evolution during the continuous heating according to the deformation amount introduced just after homogenisation treatment; we have shown that after lower deformation amounts, the recovery occurs before and simultaneously with the precipitation. However, after high deformation amounts, the recovery occurs after the starting of the precipitation and continues with it. After higher deformation, the recovery is accelerated and fast with the precipitation.

***Key words:*** Al-Mg, Al-Cu, precipitation, heating rate, plastic deformation, recovery, recrystallisation, DSC, dilatometry, XRD.

.Al-4.5 % mass. Cu Al-12% mass. Mg

:

:

(1

:

(2

G.P

, Al-Cu ,Al-Mg :