

**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**

**Présenté pour obtenir le diplôme de Magister**

**En Physique**

Spécialité : **Sciences des matériaux**

**THEME**

**Etude détaillée des anomalies dilatométriques  
et des effets calorimétriques de l'alliage  
Cu-7% mass. Ag**

par Melle **Amel KHALED**

Soutenue le :24 / 11 /2010

Devant le jury :

Président :	S. CHEKROUD	Prof.	Université Mentouri - Constantine
Rapporteur :	D. HAMANA	Prof.	Université Mentouri - Constantine
Examineurs:	M. BOUCHEAR	Prof.	Université Mentouri - Constantine
	A. BOUDJADA	Prof.	Université - Mentouri - Constantine

# DEDICACES

Au nom de dieu le clément et le Miséricordieux et en termes d'amour et  
de fidélité, je dédie ce présent mémoire :

Aux deux êtres les plus précieux au monde  
ma MERE et mon PERE pour leur affection et leur amour

QUE DIEU LES PROTEGE

A ceux qui m'ont entouré et soutenu

ma SŒUR INESSE et mes FRERES

ma nièce ANFEL et mes neveux AYOUB et TAKI

et ma meilleure amie ISMAHEN

Pour leur affection, leur soutien et leur compréhension

Ainsi qu'aux deux familles : KHALED et BOULTIFE

Et à tous ceux que j'aime

# Remerciements

Le présent mémoire a été réalisé au laboratoire de Transformations de Phases de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri-Constantine.

Je voudrais remercier particulièrement messieurs :

Le professeur HAMANA Djamel, directeur de thèse, et directeur du Laboratoire de Transformations de Phases qui m'a soutenu dans cette épreuve ; il m'a surtout encouragé à travers ses orientations, ses conseils et son assistance dans l'élaboration du travail et l'appréciation des résultats.

J'exprime ma gratitude à Monsieur S.CHAKROUD, Professeur au Département de Physique de la Faculté des Sciences Exactes et vice-recteur de l'Université Mentouri-Constantine, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant la présidence de ce jury.

Je remercie particulièrement Messieurs M. BOUCHEAR et A. BOUJADA, professeurs au Département de physique de la Faculté des Sciences de l'université Mentouri de Constantine.

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 : L. CHETIBI, Z. BELAMRI, A. HACHOUFE, M. BENGADOIRE et mes collègues en post graduation des autres laboratoires et surtout CHARAF pour leur soutien moral et à tout(es) mes amies pour leurs aides durant la période de réalisation de ce travail.

# Sommaire

Introduction.....	7
-------------------	---

## Chapitre I : Précipitation discontinue

I-1- Introduction .....	10
I-2-Définition de la précipitation discontinue .....	10
I-3- Condition d'apparition de la précipitation discontinue.....	12
I-4-différents types de réaction discontinue.....	13
I-5-les différents types de précipitation discontinue.....	14
I-5-1-précipitation interfaciale.....	14
I-5-2-précipitation sur les dislocations.....	15
I-5-3-précipitation aux joints d'interphases.....	16
I-6-germination et croissance des précipités.....	17
I-6-1-germination.....	17
I-6-1-1-mécanisme de germination.....	17
I-6-1-2-facteurs influençant la germination.....	19
I-6-2-croissance.....	20
I-6-2-1-modèles de croissance.....	21
I-7-étude de la précipitation discontinue dans le laboratoire transformation de phases.....	23

## Chapitre II : Influence de la déformation plastique sur les solutions solides sursaturées

II -1-Introduction.....	26
II -2-état écroui.....	26
II -3-recristallisation (primaire et secondaire).....	27
II -3-1-recristallisation primaire.....	27
II -3-1-1-loi de recristallisation primaire.....	29
II -3-1-2-influence des impuretés sur la migration des joints.....	31
II -3-2-croissance des grains et recristallisation secondaire.....	32

II -3-2-1-croissance des grains.....	32
II -3-2-2-recristallisation secondaire.....	35
II -4-compétition recristallisation –précipitation.....	36
II -4-1-influence de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation.....	36
II -4-2-interaction entre la précipitation et la recristallisation.....	37

## **Chapitre III: précipitation dans les alliages du system Cu-Ag**

III-1-introduction sur le cuivre et l'argent.....	40
III-1-1-le cuivre.....	40
III-1-1-1-a-caractéristiques générales du cuivre.....	40
III-1-1-1-b-usages actuels.....	41
III-1-2-l'argent.....	41
III-1-2-a-caractéristiques générales de l'argent .....	42
III-1-2-b-usages actuels.....	43
III-2-généralités sur le cuivre et ses alliages.....	43
III-2-1-les alliages de cuivre.....	43
III-2-2-cas des alliages du système Cu-Ag.....	44
III-2-2-1-description du diagramme de phases.....	44
III-2-2-1-domaine d'application.....	47
III-2-2-2-travaux réalisés sur le système Cu-Ag.....	47

## **Chapitre IV : Alliages étudiés et méthodes expérimentales utilisées**

IV-1- Alliages étudiés.....	49
IV-1-1- Elaboration des alliages.....	49
IV-1-2- Traitements thermiques appliqués.....	49
V-1-3- Préparation des échantillons.....	50
IV-2- Méthodes expérimentales utilisées .....	51

IV-2-1- Analyse dilatométrique .....	52
IV-2-2- Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) .....	53
IV-2-3- Microscope optique .....	54
IV-2-4- La microdureté Vickers (HV).....	55
IV-2-5- Diffraction des rayons X.....	56

## **Chapitre V : Résultats expérimentaux et interprétations**

V-1-Introduction.....	58
V-2-Analyse dilatométrique.....	58
V-3-Analyse calorimétriques différentielle(DSC).....	69
V-4-Analyse métallographique.....	75
V-5-Etude par diffraction des rayons X.....	80
V-6-Mesures de la microdurté Hv.....	84
V-7-Résultats et discussion.....	85

<b>Conclusion</b> .....	86
-------------------------	----

<b>Références</b> .....	87
-------------------------	----

# Introduction

Les processus de précipitation discontinue restent encore un sujet d'actualité à cause de leur influence sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques, de l'impossibilité d'établir un critère rigoureux qui explique l'apparition de cette réaction dans certains alliages et pas dans d'autre, et du changement de son mécanisme et de sa cinétique d'un système à un autre.

En général, la réaction de précipitation discontinue correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases, la nouvelle phase naissant et se développant aux joints de grains de forte désorientation.

Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer la germination et la croissance des lamelles de cette nouvelle phase qui forment avec la nouvelle solution solide d'équilibre une cellule de précipités. La caractéristique essentielle de ce type de précipitation est la discontinuité constatée dans la variation du paramètre de réseau. En effet, lors du vieillissement réalisé après homogénéisation et trempe, sa valeur passe directement de celle correspondant à la solution solide sursaturée, obtenue juste après trempe, à celle de la solution solide d'équilibre prévue par le diagramme d'équilibre et obtenue à la fin du processus de précipitation discontinue. Cela veut dire que les produits de la précipitation contenus dans la cellule ont déjà leur composition d'équilibre et hors de la cellule la solution solide sursaturée est intacte et conserve encore sa composition hors d'équilibre.

En général, la seconde phase d'équilibre qui a une structure et une composition bien déterminées, est un composé chimique ou intermétallique. Mais, dans certains systèmes, cette seconde phase précipitée est elle-même une solution solide. C'est le cas des alliages du système Cu-Ag, dans le diagramme d'équilibre duquel on n'observe aucune autre phase à part les deux solutions solides à base d'argent et de cuivre. Aucune étude complète n'a été développée dans ce sens dans ces alliages, surtout sur les mécanismes de germination et de croissance qui restent des sujets d'actualité, à part celles entamées au sein de notre laboratoire et dans quelques laboratoires étrangers.

Malgré quelques travaux publiés sur ce sujet, de nombreuses questions restent encore sans réponses convaincantes et montrent que les résultats varient d'un alliage à

un autre. La diversité des résultats obtenus par les chercheurs s'explique par la complexité de cette réaction de précipitation et par l'effet important de nombreux paramètres dont les impuretés. C'est pour cela qu'on a jugé utile d'élaborer nous même, dans notre Laboratoire de Transformations de Phases, l'alliage binaires Cu-7% mass. Ag, à partir d'éléments très purs (99,999%).

Notre objectif principal dans ce travail porte sur l'étude de l'effet des phases précipitées dans les solutions solides sursaturées, ainsi que l'effet d'une déformation plastique préalable (juste après homogénéisation et trempe) sur la dilatation thermique. Il s'est avéré que les phases précipitées lors de la décomposition des solutions solides sursaturées ont une influence considérable (et même plus importante que celle des atomes mis en solution solide), sur la dilatation de ces dernières. Cette influence dépend bien sûr de la microstructure de ces phases qui peut elle-même être influencée par une déformation plastique ; par ailleurs un résultat original a été obtenu dans notre laboratoire : il concerne le mécanisme de précipitation discontinue [1] qui s'apparente à une transformation allotropique.

On va donc essayer de suivre l'évolution de la précipitation discontinue dans cette solution solide sursaturée déformée et non déformée, au cours d'un chauffage anisotherme avec une vitesse constante, pour essayer d'apporter plus d'informations et d'éclaircissements sur ce type de précipitation, de mieux comprendre certains phénomènes et de donner des explications au mécanisme de formation de la nouvelle phase grâce aux effets qu'elle provoquera sur les courbes dilatométriques et calorimétriques.

Pour cela, nous avons utilisé différentes méthodes expérimentales : l'analyse dilatométrique, l'analyse calorimétrique différentielle, la microscopie optique, la microdureté Vickers (HV) et la diffraction des rayons x.

En plus d'une introduction où on présente et on justifie le choix de ce thème de recherche, d'une conclusion où on résume le travail réalisé et d'une liste des références utilisées, le mémoire comprend cinq chapitres :

- le premier chapitre est consacré à la précipitation discontinue (définition et conditions d'apparition de la précipitation discontinue, différents types de réactions et de précipitations discontinues et travaux réalisés dans le laboratoire de transformation de phases),

- le second chapitre traite les différentes théories de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux purs et les alliages métalliques après une déformation plastique à froid,
- le troisième chapitre présente le phénomène de la précipitation discontinue et les travaux réalisés dans l'alliage du system Cu – Ag,
- le quatrième chapitre donne un aperçu sur les alliages étudiés et les méthodes expérimentales utilisées,
- le cinquième chapitre regroupe l'ensemble des résultats obtenus et leur interprétation.

# Chapitre I

## Précipitation discontinue

### I-1- Introduction :

La théorie des transformations de phases dans les alliages a été étudiée à partir des années 1928-1930 ; parmi ces transformations, la réaction de précipitation discontinue a été découverte la première fois par Agrew et al [2,3] en 1930 dans les alliages Ag–Cu. Depuis cette année, la compréhension de cette réaction a énormément évolué.

Cependant, beaucoup de questions très importantes concernant la précipitation restent encore ambiguës. Par exemple, il est encore impossible de prédire dans quels systèmes binaires la précipitation discontinue peut avoir lieu, ni quel est le mécanisme de germination et de croissance le plus probable pour chaque système d'alliage.

Généralement, les travaux menés sur le phénomène de précipitation discontinue se sont intéressés aux points suivants :

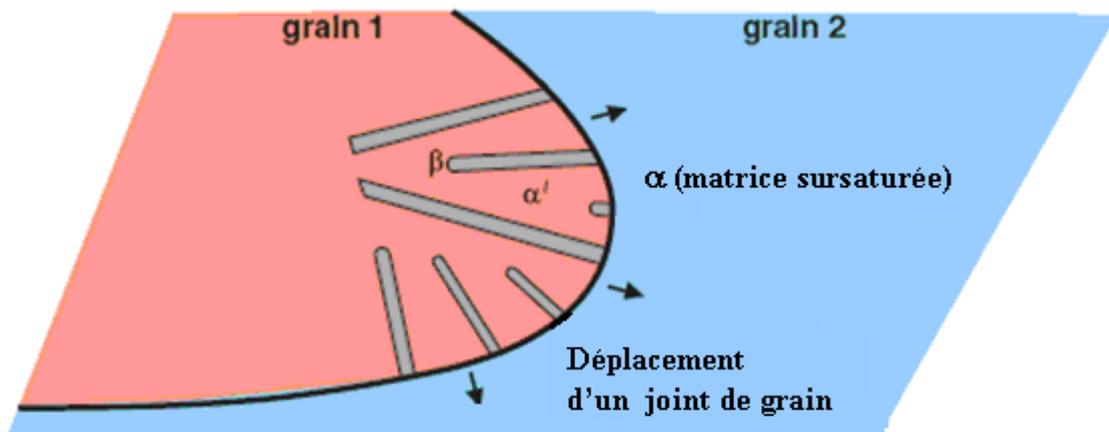
- l'initiation de cette réaction discontinue,
- la croissance des précipités cellulaires,
- la coalescence des précipités cellulaires,
- la dissolution des précipités discontinues.

### I-2- Définition de la précipitation discontinue :

La précipitation discontinue est la croissance d'un produit biphasé derrière un joint de grain mobile, la réaction étant  $\alpha \rightarrow \alpha' + \beta$  (Fig. 1). L'adjectif " discontinue " se rapporte à un changement brusque de la composition des matrices ( $\alpha$ ,  $\alpha'$ ) et pas à la morphologie du précipité.

La réaction commence par la nucléation du germe  $\beta$  au joint de grains. Quand il se déplace, le joint de grains rassemble le soluté dissous de la matrice sursaturée  $\alpha$ , et la phase précipitée  $\beta$  est alors fournie avec le soluté dissous par la diffusion le long de joint de grains, qui est beaucoup plus rapide que la diffusion dans la matrice. Le résultat est que les précipités de  $\beta$  peuvent se développer en restant attachés au joint de grains mobile. Alternativement, ceci a souvent comme conséquence une

microstructure lamellaire derrière le joint de grains, comme il est indiqué sur la figure 1. Cette dernière montre schématiquement, par l'intermédiaire du contour de la couleur de la matrice épuisée  $\alpha'$ , dans la zone de précipitation, le changement de l'orientation cristallographique du grain 2 de celui du grain 1. C'est une caractéristique essentielle de la précipitation discontinue [4].



**Fig. 1** : Schéma de la précipitation discontinue  $\alpha \rightarrow \alpha' + \beta$ .

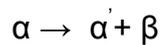
Pour déclencher une réaction de précipitation, il faut passer par les trois étapes suivantes :

- **premièrement** : un traitement d'homogénéisation pour éliminer toute ségrégation dans l'alliage et arriver à un système monophasé homogène ; la température d'homogénéisation est choisie au-dessus de celle de la limite de solubilité dans le domaine monophasé,
- **deuxièmement** : une trempe rapide pour obtenir une seule phase hors équilibre dite solution solide sursaturée, puisqu'elle contient plus de soluté que la solution solide d'équilibre à cette température, en plus d'une autre sursaturation en lacunes,
- **troisièmement** : un vieillissement à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou plusieurs phases.

### I-3- Condition d'apparition de la précipitation discontinue :

Le phénomène de précipitation discontinue a énormément évolué grâce au grand intérêt qu'elle présente du point de vue scientifique et industriel, non seulement vis-à-vis du mécanisme de la réaction proprement dite, mais aussi des modifications des propriétés du métal qu'elle présente.

La précipitation discontinue correspond donc à une réaction à l'état solide :



C'est une décomposition de la phase mère  $\alpha$  sursaturée en deux phases filles  $\alpha'$  (phase appauvrie en élément d'alliage) et  $\beta$  (phase ou composé intermétallique riche en élément d'alliage) ;  $\alpha$  et  $\alpha'$  représentent généralement la même phase, mais avec des compositions différentes.

Les deux phases croissent simultanément par mouvement d'un front de réaction qui limite la phase mère  $\alpha$  et le produit de précipitation  $\alpha' + \beta$ .

Les deux phases  $\alpha'$  et  $\beta$  croissent sous forme de lamelles alternées. Le premier germe de la phase  $\beta$  se forme à un joint de grains, puis grâce à des germinations répétées, un paquet de lamelles peut croître, en formant un faciès de cellules en colonie, ce qui conduit à l'appellation fréquente de précipitation cellulaire.

En effet, le joint de grain se déplace en restant confondu avec le front de réaction, de sorte que la diffusion intergranulaire peut alimenter le front en éléments d'alliage et permettre aussi une nouvelle étape de germination et de croissance sur les flancs de la colonie, et ainsi de suite...

Les conditions pour lesquelles le phénomène de précipitation discontinue peut exister sont très difficiles à prédire, car beaucoup de questions restent toujours ambiguës, malgré l'effort fourni par les différents auteurs relatif à cette question.

Il est impossible de prédire dans quel type de système binaire la précipitation discontinue peut avoir lieu [5], mais beaucoup de questions restent aussi posées concernant la force motrice réelle de la réaction proprement dite, le mécanisme de germination et de croissance le plus approprié pour chaque type d'alliages, à cause du fait que cette réaction peut être favorisée par beaucoup de facteurs.

Plusieurs tentatives non satisfaisantes ont été faites pour donner un critère valable pour que la réaction de précipitation discontinue ait lieu avec un maximum de vitesse possible : Zener [6], Hillert [7] et Puls et Kirkaldy [8] estiment que la production

d'entropie est maximale, Cahn [9] pense qu'une vitesse de décroissance de l'énergie libre de Gibbs est maximale et Bohm [10], pour les alliages à base de cuivre, a mis en évidence le fait que si la différence des diamètres atomiques solvant / soluté est  $\Delta r > 11 \%$ , la précipitation discontinue peut se produire. Cependant, cette règle n'est pas générale, puisque des exceptions ont été trouvées (cas des alliages Cu-Co étudiés par Philips [11]).

Meyrick [12] proposera un critère pour que la réaction se déclenche, sous la forme suivante :

$$\delta\gamma / \delta C_B \} 2XY / (C_1 - C_2)R_x^2 \dots\dots\dots(1)$$

où

$\delta\gamma / \delta C_B$  : est la vitesse de décroissance de l'énergie du joint de grains avec l'augmentation de la concentration  $C_B$  du soluté au niveau du joint de grain.

$C_1$  et  $C_2$  : les concentrations initiales et finales respectives du volume balayé à l'extérieur par le joint de grain.

$x$  : le déplacement du joint de grain.

$r$  : le joint de grain est considéré comme un segment cylindrique épinglé en des points équidistants de  $2r$ .

Mais cette forme n'est pas applicable pour tous les alliages puisque Plitcha et al [13] ont montré qu'elle n'était pas valable dans les alliages Ti - x et Cu - x.

#### I-4- Différents types de réactions discontinues :

Une classification suivant le nombre de phases mis en jeu et les éventuelles relations cristallographiques de ces dernières a été faite pour ce type de précipitation. Ces réactions sont classées d'après Thompson [14] en trois types:

##### - Type 1:



Ce type de réaction peut être décrit essentiellement comme une précipitation au joint de grain avec une migration concurrente du joint. Il représente la précipitation discontinue, s'il n'y a pas de changement dans la structure cristallographique de  $\alpha$  ;

cette caractéristique différencie la réaction de précipitation discontinue de la réaction eutectoïde.

**- Type 2:**



Où  $\gamma$  est un précipité cohérent de la matrice qui se transforme en une lamelle plus grossière.

**- Type 3:**



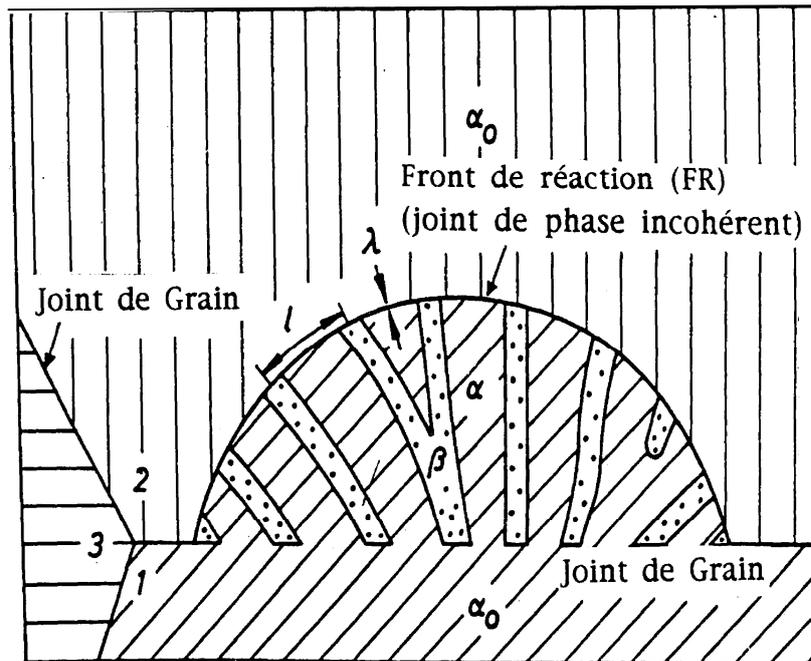
Où  $\gamma$  est une phase cohérente et métastable qui se transforme en une phase thermodynamiquement plus stable [10].

Si le mécanisme de la précipitation discontinue est encore imparfaitement compris, on sait cependant que celle-ci est toujours hétérogène et se produit exclusivement aux inclusions et aux joints de grains.

## **I-5- Les différents types de précipitation discontinue :**

### **I-5-1- Précipitation interfaciale :**

Le produit de la précipitation présente une structure cellulaire contenant des lamelles alternées derrière un front de réaction qui est identique à un joint de grains incohérent (Fig. 2). Pour un revenu isotherme, la distance interlamellaire est approximativement constante, mais dans leurs travaux Gust et al [15] ont montré que dans certaines zones, la distance interlamellaire de précipités formés isothermiquement n'a pas une valeur constante mais varie suivant une distribution gaussienne. Dans ce type de réaction, le transport de la matière est assuré par la diffusion interfaciale le long du front de réaction qui est un joint de grains de forte désorientation.

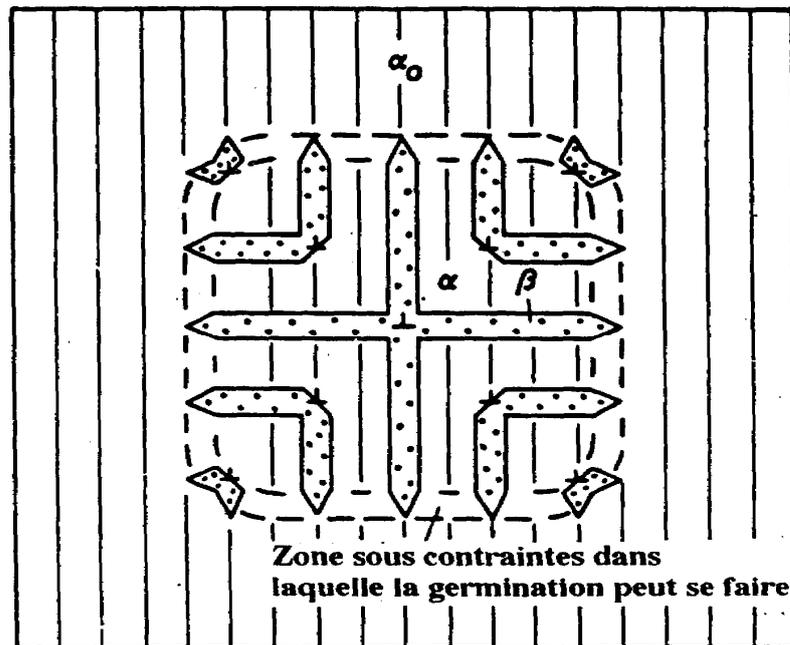


**Fig. 2 :** Représentation schématique d'une réaction de type interfaciale.

### I-5-2- Précipitation sur les dislocations :

Les dislocations sont introduites dans l'alliage lorsque celui-ci est trempé et soumis, avant le revenu, à un traitement mécanique (un des objectifs de notre travail). La présence de dislocations dans les réseaux favorise la précipitation ainsi que le processus de germination et de croissance du précipité.

Les dislocations introduites au cours d'un laminage contrôlé peuvent conduire à une précipitation abondante et très fine, favorable à l'amélioration de la résistance mécanique [16]. La figure 3 représente schématiquement la réaction se produisant sur des dislocations.



**Fig. 3 :** Représentation schématique d'une réaction se produisant sur des dislocations.

### **I-5-3- Précipitation aux joints d'interphases :**

Il s'agit d'un mécanisme de précipitation qui se produit à partir des joints d'interphases. Les joints d'interphases représentent des sites favorables pour la germination des particules d'une nouvelle phase à basse température [16]. La précipitation discontinue aux joints d'interphases est semblable à celle se produisant aux joints de grains.

Dans les alliages à base de cuivre seuls deux travaux ont été consacrés à l'étude de la précipitation discontinue à partir des joints d'interphases. Mana et al. [17] ont étudié pour la première fois, la possibilité de provoquer une précipitation discontinue à partir des joints d'interphases, comparable à celle se produisant aux joints de grains. Hamana et Boumerzoug [18], dans leur étude sur l'alliage Cu+15 % mass. In, ont montré qu'on peut obtenir la phase eutectoïde après fusion, si le traitement d'homogénéisation est insuffisant ; un recuit ultérieur à 400 °C peut conduire à une précipitation discontinue à partir des joints d'interphases eutectoïde / matrice, comparable à celle observée aux joints de grains.

## **I-6- Germination et croissance des précipités :**

### **I-6-1- Germination :**

#### **I-6-1-1- Mécanismes de germination (modèles de germination) :**

Plusieurs modèles de germination ont été proposés par différents chercheurs et reposent essentiellement sur les deux premiers et importants modèles :

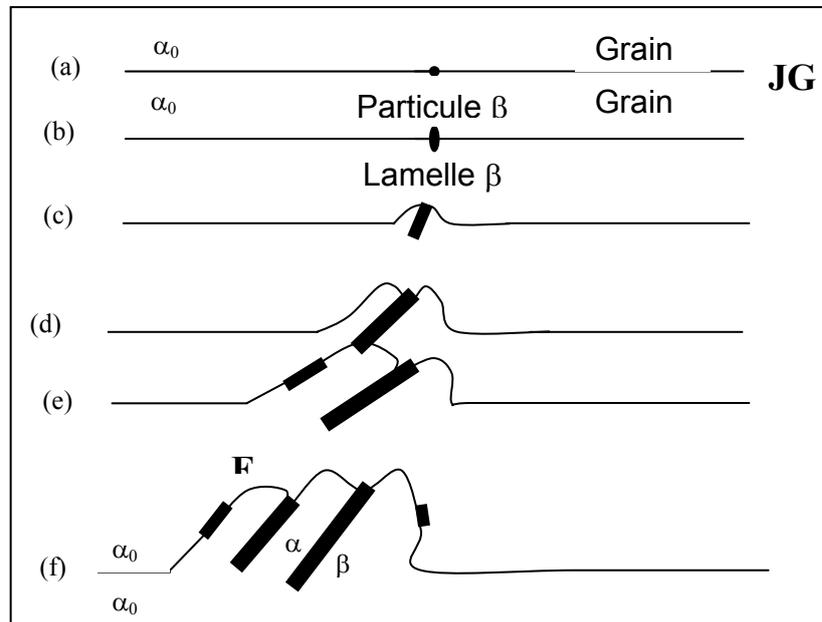
##### **a) Modèle de Tu et Turnbull ou « Pucker mechanism »**

Dans leur étude sur les bicristaux d'un alliage Pb-Sn, Tu et Turnbull [19, 20] ont mis en évidence un mécanisme de germination de la phase  $\beta$  sur un joint de grains statique (Fig. 4a). La figure 4b montre une particule  $\beta$  après une croissance considérable ; son orientation pouvant être déterminée par le plan de contact du grain 2, ils supposèrent que l'orientation choisit l'énergie interfaciale minimale. Les énergies spécifiques interfaciales de la phase  $\beta$  sont différentes dans les deux grains ( $\sigma_2 < \sigma_1$ ), ce qui pourvoit une force motrice qui va causer le mouvement du joint autour de la plaque  $\beta$  pour réduire l'énergie d'interface et la plaque  $\beta$  se retrouve dans le grain 2 (Fig. 4c et 4d). Une seconde plaque  $\beta$  se forme parallèlement à la première puis une troisième plaque et ainsi de suite, vont apparaître successivement plusieurs plaques ou lamelles (Fig. 4f) constituant une précipitation cellulaire. Tu et Turnbull [19, 20] proposèrent que le mouvement initial nécessaire du joint de grains est induit par la précipitation de la particule  $\beta$ . Des études expérimentales [21, 22] et théoriques [23, 24] ont montré que l'énergie libre de Gibbs d'activation du processus de germination  $\Delta G^*$  décroît considérablement si les facettes de germes sont formées aux joint de grains.

La position des précipités par rapport au joint de grains au cours des premiers stades de la précipitation discontinue, est très sensible au schéma de ce modèle qui est basé particulièrement sur la réduction de l'énergie d'interface  $\alpha/\beta$ .

Ce mécanisme a pu être observé par Bouzaher et Simon [25] et Solorzano [26] dans un même alliage (Al-22% Zn). Le type de mobilité du joint de grains est en accord avec le concept de Meyrick [12] qui trouve que l'augmentation de l'énergie du joint est associée à l'épuisement du joint en soluté ; le joint réduira alors son énergie par une migration dans le grain voisin, afin qu'il augmente sa concentration en soluté. Cette

réduction d'énergie provoque l'expansion de son aire et sa migration peut être favorisée énergétiquement, ce qui stimule la précipitation discontinue.



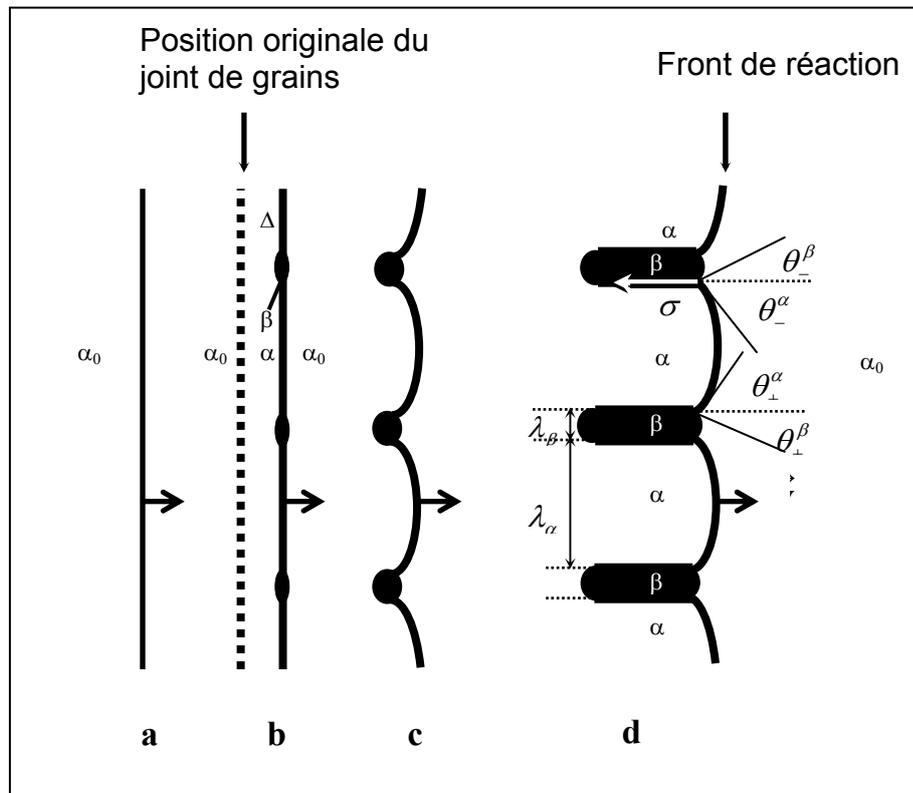
**Fig. 4 :** Développement d'une précipitation cellulaire d'après Tu et Turnbull [19, 20].

#### b) Modèle de Fournelle et Clark

Fournelle et Clark [27] ont considéré que la migration du joint de grains due à sa courbure et au déséquilibre à l'arête du grain, sont les premières étapes du développement de la précipitation cellulaire. Dans son mouvement le joint de grains appauvrit la surface derrière lui, en absorbant les atomes de soluté qui arrivent à former un germe de la phase d'équilibre sur le joint même (Fig. 5a et 5b). Ces germes, appelés allotriomorphes, agissent comme des centres de fixation forçant ainsi le joint de grains migrant à s'introduire entre eux (Fig. 5c). Les atomes diffusent le long de ce joint pour arriver aux germes. Ces derniers croissent parallèlement à la direction de déplacement du joint derrière lequel une structure lamellaire prend forme. La figure 5d montre l'allongement des allotriomorphes, suivant la courbure du front de réaction.

La distance interlamellaire reste pratiquement constante lors de la croissance des cellules et requiert la diffusion de l'atome soluté à travers la phase sursaturée vers les grains de la phase précipitée qui en est riche. Quand la distance interlamellaire est

fixée, les conditions de cette diffusion ne changent plus, car la distance que les atomes de soluté ont franchie et les compositions de phase restent les mêmes.



**Fig. 5** : Développement d'une précipitation cellulaire d'après Fournelle et Clark [27].

### I-6-1-2- Facteurs influençant la germination :

De façon générale, la germination d'un précipité dépend de plusieurs facteurs :

- 1- l'énergie interfaciale qui est fonction de la similitude plus ou moins marquée des systèmes cristallographiques de la matrice et du précipité, ou de leurs différences,
- 2- si le précipité a une structure cristalline différente de la matrice, il peut y avoir des différences de volume, de forme, etc., d'où les tensions à la fois dans la matrice et le précipité ; il faut alors tenir compte de l'énergie associée à ces tensions pour écrire l'équation d'équilibre qui donne la dimension critique des particules précipitées,

3- les zones de défauts de la matrice peuvent constituer des emplacements privilégiés pour la formation de germes car elles nécessitent, pour les précipités, un degré de sursaturation moindre qu'une zone parfaite,

4- les joints de grains constituent des zones privilégiées de précipitation [28].

### I-6-2- Croissance

La vitesse de croissance pour les deux cellules primaires et secondaires est déterminée en fonction de trois paramètres :  $D_B$ , le coefficient de diffusion des atomes dans la paroi de la cellule ;  $l$ , l'espacement des lamelles de précipité dans la cellule et  $N$ , le nombre de cellules apparaissant par unité de volume [29].

Parfois la vitesse de croissance est définie par la distance moyenne de croissance ; cette dernière a été mesurée comme la distance perpendiculaire de la position originale de joint de grains au bord principal de la cellule. On prend en moyenne toutes les orientations des cellules qui ont comme origine des joints de grains de désorientation différente. La vitesse de croissance des cellules est élevée pour l'alliage à haute teneur de soluté. C'est aussi valable pour les deux cellules primaires et secondaires [30].

Hillert [31] a proposé un modèle avec deux possibilités de croissance (Fig. 6) :

- 1) le joint rattaché aux extrémités du précipité est entraîné quand la particule croit (Fig. 6B),
- 2) le joint qui migre semble entraîner la particule (Fig. 6A).

Zener [32] trouva en 1946 que l'énergie libérée par la transformation est consommée pour créer l'interface entre les deux couches de ferrite et de cémentite. Quand l'espacement  $d$  est petit, l'énergie de surface consomme une grande partie du changement d'énergie libre et il en reste peu pour produire une force motrice ; d'autre part, quand  $d$  est grand, la distance sur laquelle la diffusion des atomes du carbone doit s'effectuer est très importante et cela entraîne une faible vitesse de croissance, il trouva la relation :

où :

$$d = \frac{4 \cdot \gamma \cdot T_E}{\Delta H (T_E - T)} \dots\dots\dots(5)$$

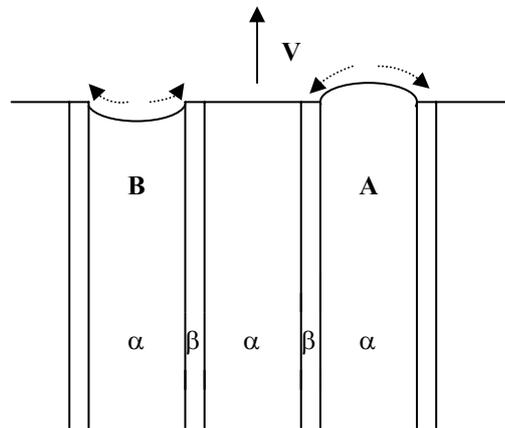
$\gamma$  : l'énergie interfaciale par unité de surface,

$T_E$  : la température d'équilibre de la transition,

$\Delta H$  : la chaleur de la transformation par unité de volume de perlite,

$T$  : la température de vieillissement.

Le graphe  $\log d, \log (T_E - T)$  est linéaire de pente  $-1$ . Les valeurs expérimentales sont souvent en accord avec les prévisions. Bien que l'accord soit satisfaisant, des considérations plus détaillées font penser que la condition de Zener sur  $d$  est très simplifiée [34].



**Fig. 6** : La morphologie de croissance des précipités d'après Hillert [32].

#### I-6-2-1- Modèles de croissance :

**Modèle de Zener** : ce modèle de Zener [7] repose sur le contrôle par la diffusion en volume. La vitesse de croissance est exprimée par :

$$V = (X_0 - X_c) / X_0 \cdot (2D_V - l) \dots\dots\dots(6)$$

Où :

$X_0$  : La concentration initiale de la matrice sursaturée.

$X_c$  : La concentration d'équilibre de la matrice appauvrie.

$D_V$  : Le coefficient de diffusion en volume.

$l$  : La distance interlamellaire.

Ce modèle est proposé pour la formation de la perlite dans les alliages Fe-C.

**Modèle de Turnbull** : dans ses travaux [19, 20], Turnbull suppose que la réaction est gouvernée par le coefficient de diffusion interfacial  $D_1$  le long du front de réaction. La vitesse de croissance est alors donnée par :

$$V = (X_0 - X_m) / X_0 \cdot (\lambda \cdot D_1 / l^2) \dots\dots\dots(7)$$

Où :

$\lambda$  : L'épaisseur du front de réaction,

$X_m$  : La concentration moyenne des lamelles appauvries  $\alpha$ .

**Modèle d'Aronson et Liu** : ce modèle [35] est aussi basé sur la théorie de Zener ; cependant, la dépendance entre les paramètres  $V$ ,  $l$  et  $D_1$  est plus exacte que dans le cas du modèle de Turnbull et la vitesse de croissance s'écrit sous cette forme :

$$V \cong 4 \cdot \lambda \cdot (D_1 / l^2) \dots\dots\dots(8)$$

**Modèle de Cahn** : en plus du facteur de diffusion, Cahn [10] suppose que le front de réaction se déplace avec une vitesse proportionnelle à la variation de l'énergie libre de Gibbs.

**Modèle de Shapiro et Kirkaldy** : Shapiro et Kirkaldy [35, 36] supposent que la réaction de précipitation discontinue des lamelles  $\alpha$  est similaire à la transformation eutectoïde des deux points de vue morphologique et cinétique ; ils proposent un modèle dans lequel la réaction de type interfaciale est considérée comme une réaction monotectoïde contrôlée par la diffusion interfaciale ; ils aboutissent à la relation suivante :

$$V = \left\{ 48 \cdot V_m \cdot (K - 1) \right\} / \left\{ q(0.5 - p^2) \right\} \cdot \lambda D_1 / l^3 \dots\dots\dots(9)$$

Où :

$V_m$  : Le volume molaire de la structure lamellaire précipitée,

$p$  et  $q$  : des paramètres thermodynamiques s'appliquant au cas d'eutectoïde symétrique et pouvant être utilisés dans le cas de la précipitation,

$K$  : considéré comme une constante donnée par l'équation suivante :

$$K = \left[ -\frac{\Delta G^l}{2\sigma V_m} \right] \dots\dots\dots(10)$$

où :

$\sigma$  : l'énergie interfaciale spécifique de l'interface  $\alpha/\beta$ ,

$\Delta G^l$  : la variation de l'énergie libre de Gibbs.

**Modèle de Peterman et Honbogen** : Peterman et Hornbogen [37] se basèrent dans le développement de leur modèle sur la théorie de la recristallisation présentée par Lucke [36]. Ils trouvèrent que l'équation donnant la vitesse de migration du front de réaction, contient explicitement  $\Delta G$  (la force de la réaction) :

$$V = -8(\Delta G / RT).(\lambda D_1 / l^2) \dots\dots\dots(11)$$

$$\Delta G = \Delta G_c + \Delta G_\sigma + \Delta G_\varepsilon \dots\dots\dots(12)$$

Où :

$\Delta G_c$  : le terme chimique de la force motrice

$\Delta G_\sigma$  : le terme chimique interfaciale

$\Delta G_\varepsilon$  : le terme chimique de tension

**I-7- Etude de la précipitation discontinue dans le laboratoire transformation de phases :**

L'étude des phénomènes de précipitation discontinue a été introduite dans ce laboratoire en 1984 par Hamana [38], qui a étudié l'influence des contraintes statiques et dynamiques sur la cinétique de précipitation des solutions solide sursaturées. Pour cela il a choisi, entre autres, les alliages Cu-15% mass. In et Ag-8% mass. Cu. Il a montré que :

- l'influence des contraintes externes statiques est la même pour les deux types de précipitation continue et discontinue, elle ne dépend pas du signe de la contrainte appliquée (traction ou compression),

- dans le cas de la précipitation discontinue, un rôle déterminant dans l'évolution de cette transformation est joué par la migration des joints de grains ; l'influence de la déformation plastique précédant le vieillissement dépend du processus de recristallisation ; pour de faibles déformations, la vitesse de précipitation soit ne change pratiquement pas (Cu-In) soit diminue (Ag-Cu) ; après de grandes déformations elle augmente,

Choutri [39] a étudié en 1989 l'interaction joint de grain - précipité au cours de la précipitation cellulaire dans les alliages Cu-12 % mass. In, Cu-6,5 % mass. Ag et Cu-4,5 % mass. Sb et a montré :

- la confirmation du ralentissement de la précipitation cellulaire après déformation plastique inférieure à la déformation critique, et de son accélération si la déformation est supérieure,

- la révélation de différentes courbures des joints de grains et la disposition des cellules précipitées permettant d'affirmer que seul le mécanisme de Fournelle et Clark, peut se produire dans le cas des alliages étudiés.

Saheb [40] a étudié en 1994 l'étude des mécanismes de précipitation cellulaire dans les alliages Cu+9% mass. Sb et Cu+ 15% mass. In, il a montré que :

- la décomposition de la solution solide sursaturée Cu+15 % mass. In peut se faire par les deux types de précipitation : interfaciale et sur les dislocations,

- un nouveau mécanisme de germination et de croissance des précipités a pu être proposé pour l'alliage Cu+9% mass. Sb.

Hachouf [41] a étudié en 2001 l'effet de l'addition du bismuth sur les deux réactions de précipitation discontinue dans l'alliage Cu-9% mass.Sb et a montré que :

- la microscopie optique n'a révélé aucun changement morphologique des précipités lamellaires des deux réactions, à part une nouvelle forme de déformation du joint de grain,

- la dissolution des précipités est accompagnée d'un affinement des grains, et l'addition du Bi n'a pas une influence considérable sur le mécanisme de la dissolution.

Ayadi [42] a étudié en 2006 l'influence de la vitesse de chauffage sur les transformations anisothermes dans les alliages Cu-15% mass. In, Cu-7% mass. Ag et Ag-8% mass. Cu. Elle a montré que :

- l'apparition des phases intermédiaires dans l'alliage Ag-8% masse. Cu a été confirmée par le calcul de l'énergie d'activation ; elle trouve que l'énergie d'activation du premier état est plus petite que celle du deuxième, ce qui confirme l'existence de deux phases différentes,

- l'augmentation de la vitesse de chauffage provoque un décalage des effets et anomalies observées vers les hautes températures, à cause du retard dans le déclenchement des processus de transformation des phases.

Biskri [43] a étudié en 2009 l'influence des deux solutions solides Ag-8% mass. Cu et Cu-7% mass. Ag sur leur propre dilatation thermique et a montré que :

- l'étude par analyse dilatométrique a permis d'observer des anomalies identiques à celles d'une transformation allotropique, au chauffage comme au refroidissement, correspondant au début de formation de la phase,

- la précipitation est bien discontinue et cellulaire

- le modèle de germination et croissance est proche de celui de Tu et Turnbull [19,20].

## **Influence de la déformation plastique sur les solutions solides sursaturées**

Lorsque le métal a subi une modification plastique de sa forme à froid (changement de ses dimensions), il est dit écroui. Sa structure est altérée ; ses propriétés physiques et mécaniques sont modifiées ; il n'est plus dans un état d'équilibre. Mais pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, il faut généralement le réchauffer, sauf, bien sur si la déformation a été appliquée à température assez élevée, cas du fluage par exemple. L'agitation thermique permet alors à certains processus de se produire à vitesse assez grande pour qu'une restauration de la structure et des propriétés mécaniques ou physiques soit observée.

Il nous semble pourtant souhaitable de distinguer la recristallisation d'une part et la croissance du grain d'autre part, car elles tirent leur force motrice (dérivée de l'énergie de l'alliage par rapport à la situation du joint) de sources de nature et d'intensité différentes : forte énergie volumique due aux dislocations et aux défauts ponctuels d'écrouissage pour l'une, énergie libre des joints de grains et des surfaces extérieures pour les autres. Les cinétiques sont différentes, mais c'est surtout la morphologie qui oppose les deux types de phénomènes puisque le joint de grains s'éloigne dans un cas de son centre de courbure, et s'en rapproche dans l'autre.

### **II.2. Etat écroui et restauration :**

L'alliage qui vient d'être déformé plastiquement contient de très nombreux défauts réticulaires : lacunes et interstitiels isolés ou en amas, dislocations et fautes d'empilement ; il est ainsi très éloigné de l'équilibre thermodynamique.

Lorsqu'on élève progressivement la température de l'échantillon on constate un premier dégagement de chaleur pendant le revenu où la structure micrographique ne change guère, puis un second en général plus important, lorsqu'on atteint la température de recristallisation (Fig. 7) [44]. L'énergie dégagée, alors que de nouveaux grains se développent et que les dislocations disparaissent, est d'autant plus grande que l'énergie des effets d'empilement intrinsèques d'alliage est plus faible. Si l'on veut

avoir une vue moins globale de la restauration et de la recristallisation, on doit mesurer en fonction du temps et de la température des quantités physiques, comme le frottement intérieur qui donne des indications sur les défauts présents dans l'alliage et surtout la résistivité qui permet de suivre les divers stades de leur élimination.

### **II-3- Recristallisation (primaire et secondaire) :**

#### **II-3-1- Recristallisation primaire :**

La recristallisation primaire est caractérisée par le développement de nouveaux grains aux dépens d'une matrice qui est dans un état structural moins parfait, et aussi par la migration des joints de grains de grand angle. Au cours du recuit, des "germes" apparaissent ; ce sont de nouveaux cristaux d'orientations différentes par rapport à la matrice où ils sont nés. Ces germes ne sont visibles au microscope optique qu'à un stade assez avancé de leur développement. La figure 8 [45] illustre un schéma de deux grains de différentes densités de dislocations ; la densité de dislocations dans la région A est supérieure à celle de la région B. Les germes croissent en "mangeant" la matrice écrouie qui les entoure et, se faisant, affectent des formes plus ou moins régulières dues à des anisotropies de leur vitesse de croissance, jusqu'à ce qu'ils arrivent au contact les uns des autres ; à ce moment, le stade dit de recristallisation primaire est achevé et l'on entre dans le stade appelé "croissance des grains".

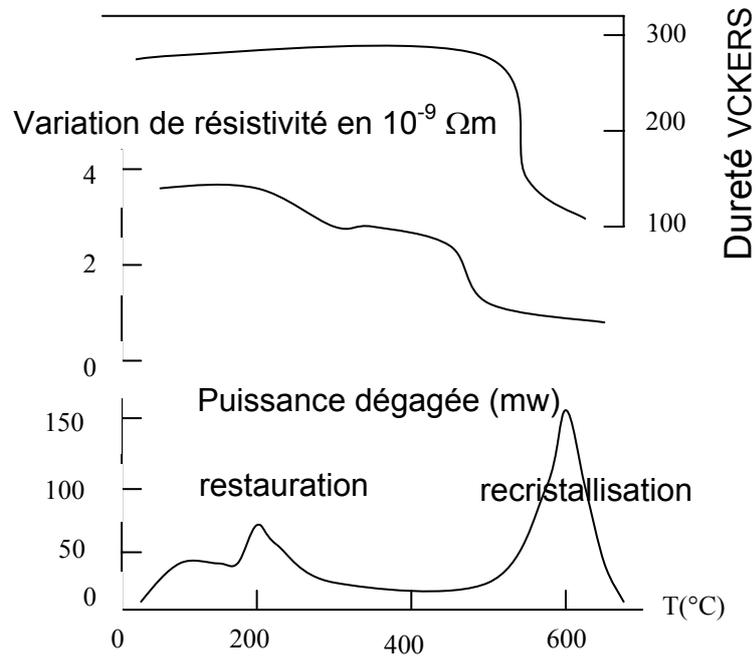
L'énergie nécessaire à la recristallisation est fournie par les nombreux défauts réticulaires, surtout les dislocations que contient l'alliage restauré. La cinétique du phénomène peut être représentée par la formule d'Avrami :

$$\text{Où : } x = \exp \left( - B t^k \right) \dots\dots\dots(13)$$

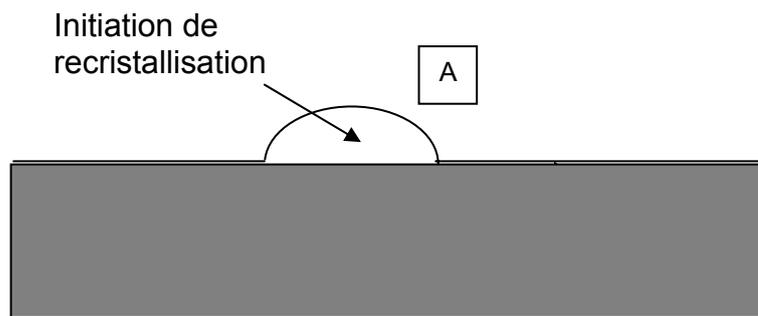
$x$  : proportion de l'alliage recri

$t$  : durée du recuit isotherme.

Cette formule a souvent été analysée comme une vitesse de germination et une vitesse de croissance, fonctions toutes deux du taux d'écrouissage préalable et surtout de la température, en supposant que la vitesse de la germination et la vitesse de croissance sont isotropes et ne changent pas au cours de la recristallisation.



**Fig. 7** : Evolution de la dureté, de la résistivité et de la chaleur dégagée lorsqu'on chauffe à 6°C/min un échantillon déformé en tension [44].



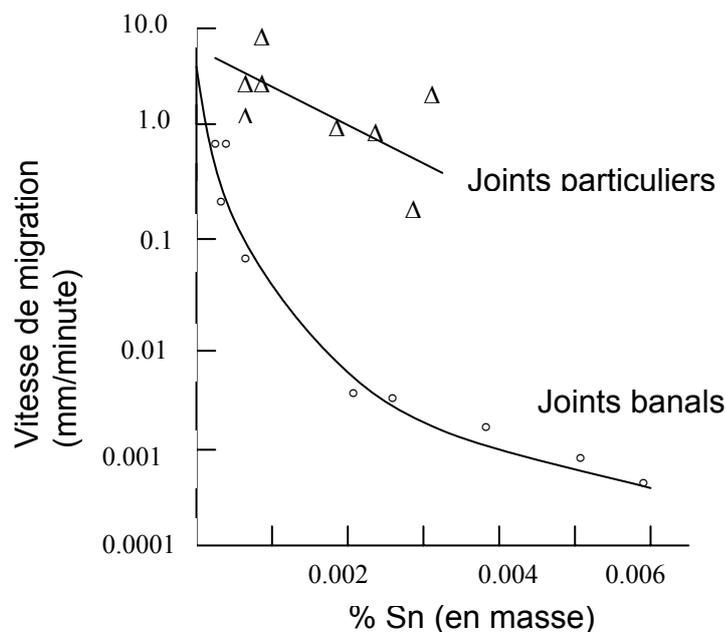
**Fig. 8** : Schéma illustrant un modèle d'initiation de la recristallisation [45].

La relation entre la vitesse  $v$  d'un joint de grains et la force motrice  $P$  peut s'écrire sous la forme :

$$V = M \cdot P^n \dots\dots\dots(14)$$

où le facteur  $M$  est la mobilité du joint. On n'observe des valeurs de l'exposant  $n = 1$  que pour des joints propres. La ségrégation des atomes du soluté au joint a pour effet de donner à  $n$  des valeurs supérieures à l'unité.

La mobilité  $M$  dépend très sensiblement de la structure du joint. Dans le cas de la recristallisation primaire où  $P$  est très élevée, les effets des solutés sont relativement mineurs. Au contraire, pour le stade de croissance des grains où  $P$  est le plus faible, les impuretés ségréguées peuvent ralentir très sensiblement la migration du joint ; ce ralentissement dépend fortement de la structure des joints (Fig. 9) [44].



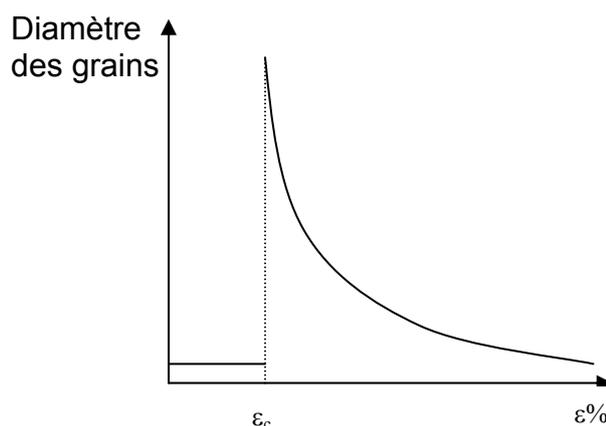
**Fig. 9 :** Vitesse de migration à 300 °C des joints particuliers et des joints banals dans l'alliage plomb-étain [44].

**II-3-1-1- Loi de la recristallisation primaire :**

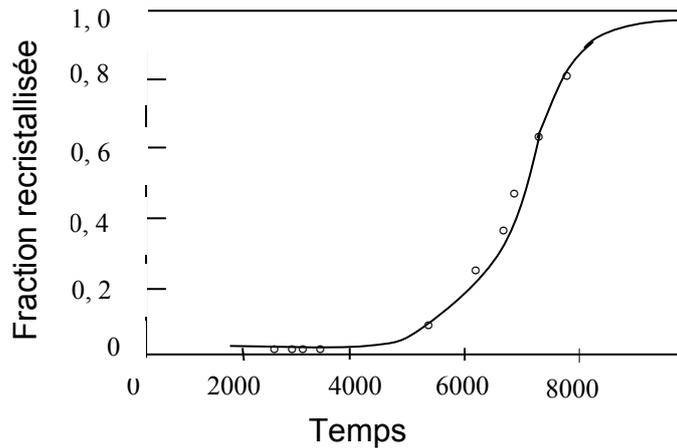
Les lois de la recristallisation primaire peuvent être résumées comme suit :

- a. la recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique (Fig. 10),

- b. plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée : la température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné,
- c. la température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation),
- d. la taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente (Fig. 10) ou lorsque la température de recuit décroît,
- e. plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée,
- f. les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientations voisines,
- g. à une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croit et passe par un maximum : d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation qui commencent par une période d'incubation (Fig. 11),
- h. la température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.



**Fig.10** : Ecrouissage critique : diamètre des grains en fonction du taux de déformation  $\epsilon$  [29].



**Fig. 11** : Cinétique de recristallisation de l'aluminium à 350°C, après une déformation par traction de 5% [29].

### II-3-1-2- Influence des impuretés sur la migration des joints :

Dans un alliage faiblement déformé, le joint limitant un grain parfait se déplace pour agrandir celui ci ; on peut distinguer deux types de mouvement suivant la température de recuit, la nature des impuretés et leur teneur. A température élevée, le joint abandonne derrière lui ses impuretés et migre rapidement. Sa vitesse est sensiblement proportionnelle à  $(-\Delta H / RT)$ ,  $\Delta H$  étant l'énergie d'activation de l'auto - diffusion intergranulaire. Le phénomène essentiel de la migration est dans ce cas le saut d'un atome du joint passant du réseau d'un grain au réseau du grain contigu. A température relativement basse, le joint entraîne avec lui les impuretés, mais il n'avance qu'à leur vitesse de diffusion. Les modèles d'interaction élastiques des impuretés avec le joint mobile, dont le plus récent est celui de Lucke et Stuwe [46], montrent que dans certaines conditions de nature et de concentration des impuretés ainsi que de température de recuit, le déplacement d'un joint peut se faire à deux vitesses bien distinctes, et qu'un joint peut dans certains cas, se libérer de ses impuretés et progresser plus vite.

A une température moyenne, les deux mécanismes de migration peuvent s'appliquer chacun à une catégorie de joint distincte par la nature cristallographique et donc par la teneur en impuretés. Quand de nouveaux grains envahissent un cristal de plomb très imparfait et contenant un peu d'étain (entre 0.0005 et 0.004%), les joints particuliers se déplacent beaucoup plus vite (Fig. 9) [44], du moins, à température assez basse et avec une teneur assez faible en soluté ; ils sont très voisins des joints

de coïncidence de Kronberg et Wilson [47], c'est à dire de joints où une proportion notable appartient aux réseaux des deux grains contigus.

Aux teneurs plus élevées que l'on trouve dans tous les alliages commerciaux, les impuretés ou les additions volontaires jouent un rôle important sur la cinétique macroscopique de la recristallisation : ils la retardent en bloquant les dislocations et les joints de grains.

### **II-3-2- Croissance des grains et recristallisation secondaire :**

Contrairement à ce que nous venons de voir pour la recristallisation primaire, au cours des processus de croissance des grains et de recristallisation secondaire, les grains qui se développent croissent aux dépens d'un entourage qui est apparemment dans le même état de perfection.

#### **II-3-2-1- Croissance des grains :**

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

La vitesse de migration des parois est mesurable par microscopie optique, il est même possible de produire des germes dans une région déterminée afin de suivre plus commodément leur croissance. La vitesse de migration semble dépendre fortement de :

- la désorientation du grain recristallisé par rapport à la matrice,
- et de la pureté du métal.

Dans l'aluminium par exemple, on observe la croissance préférentielle de germe présentant une désorientation de  $38^\circ$  autour de l'axe commun au germe et à la matrice  $\langle 111 \rangle$  ; de plus, la vitesse de croissance n'est pas isotrope.

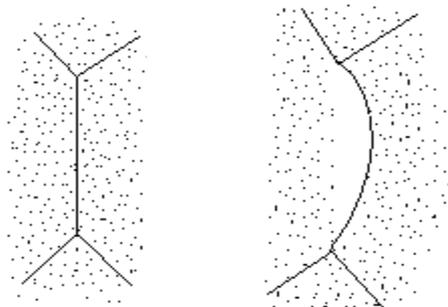
Dans le métal ultra pur, il semble que la vitesse de migration de joint soit contrôlée par l'autodiffusion intergranulaire des atomes. Au contraire, en présence d'impuretés, la migration serait contrôlée par la diffusion en volume des atomes d'impuretés, puisque le joint doit drainer ceux-ci derrière lui, à moins que le joint ne soit arraché de cette atmosphère d'atomes étrangers.

Dans les métaux faiblement écrouis (<20%) il y a une migration du joint en l'absence de la germination de nouveaux grains. A nouveau, la force motrice est fournie par l'énergie de distorsion élastique (Fig. 12), la partie formée par l'avancée d'un grain

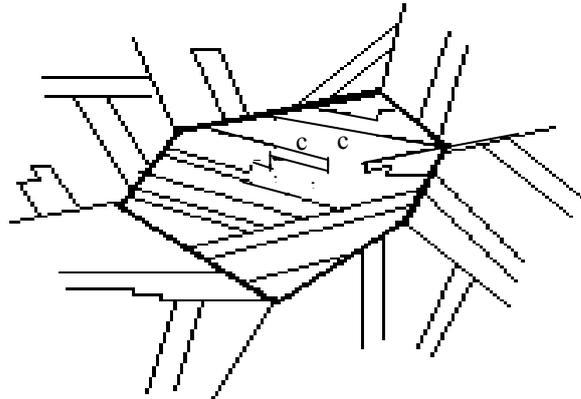
dans son voisin ne renferme que très peu de dislocations. Mais la migration induite ne constitue pas un mécanisme général de recristallisation, elle peut cependant contribuer, à plus fine échelle, à la formation des germes de recristallisation.

Notons que dans les métaux de structure CFC, dont l'énergie de défaut d'empilement n'est pas trop forte (cuivre et ses alliages par exemple), il se forme au cours de la recristallisation et surtout de la croissance, de nombreuses macles de recuit. Celles-ci apparaissent sous forme de lamelles qui peuvent traverser les grains et dont les limites avec la matrice sont des interfaces cohérentes (111) qui coïncident avec le plan de macle ; mais les petites interfaces (décrochements par les précédentes) sont incohérentes (Fig. 13).

La théorie de Hillert [48] permet de rendre compte de l'existence d'une croissance du grain, et de lier ses conditions d'apparition à la répartition des tailles de grains dans l'échantillon et à la présence d'une seconde phase. Pour une taille de grains suffisamment faible, on observe qu'une croissance normale (la taille du grain reste homogène dans l'ensemble de l'échantillon) où le diamètre maximal du grain n'excède pas le double du diamètre moyen. Pour une taille moyenne suffisamment grande, aucune croissance n'a lieu en présence de la seconde phase. Entre les deux limites précédentes, on peut observer une croissance exagérée, pourvu qu'il existe au moins un grain bien plus grand que la moyenne. L'évolution de ces limites lors de la coalescence ou surtout de la dissolution de la phase dispersée, explique les conditions dans lesquelles la croissance exagérée est observée le plus aisément.



**Fig.12** : Migration induite d'un joint ; les points symbolisent les dislocations[29].



**Fig.13** : Macles de recuit. Interfaces cohérentes (c) et incohérentes (i) [29].

L'ensemble des phénomènes structuraux de recristallisation et de croissance que les modèles de Luck et Stuwe [45] ou de Hillert [48] n'expliquent encore que qualitativement et partiellement, sont résumés par un diagramme, comme celui de la figure 14 [47], qui indique la taille du grain en fonction de l'écroutissage et de la température (pour une durée donnée de recuit isotherme) : un grand plateau correspond à la restauration ; deux grands pics marquent souvent l'écroutissage critique (aux faibles déformations) et la croissance exagérée (aux fortes déformations).

#### Contrôle de la taille et de la forme du grain

La taille du grain après recuit joue un rôle dans les propriétés des alliages :

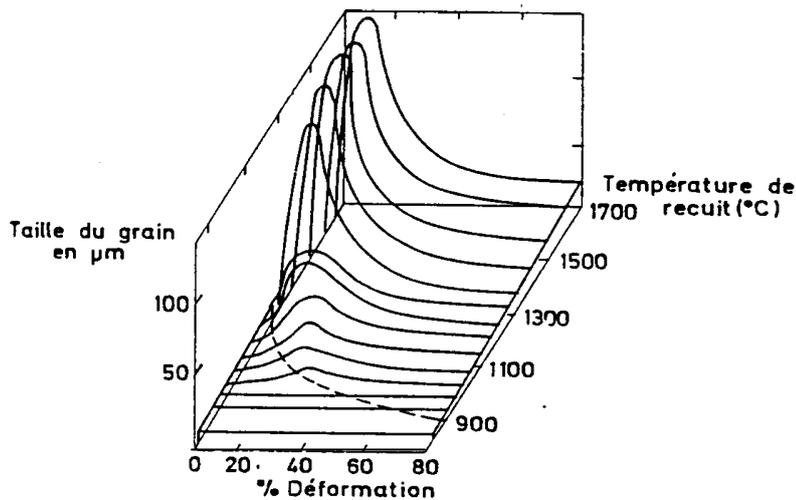
- ◆ les échantillons à grains fins ont ainsi une limite élastique plus élevée et s'écroutissent plus fortement,
- ◆ ils présentent une rupture plus ductile ; dans les aciers la température de transition de la fragilité peut être nettement abaissée,
- ◆ ils ont une moins bonne résistance au fluage,
- ◆ l'aire totale des joints influe sur les conditions de précipitation comme sur l'attaque chimique.

### II-3-2-2- Recristallisation secondaire:

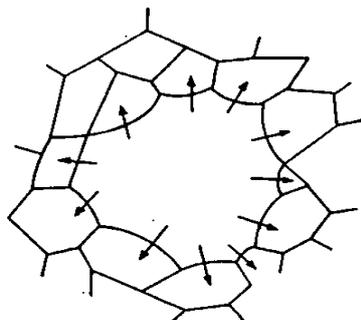
Lorsqu'un métal écroui est recuit à une température bien supérieure à sa température de recristallisation primaire, on observe parfois, au lieu d'une croissance régulière de grains de dimensions voisins, la soudaine apparition d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse recristallisée.

La recristallisation secondaire n'exige pas de nouvelle germination. On vérifie facilement, par un raisonnement analogue à celui du paragraphe précédent, en considérant que la force motrice est l'énergie interfaciale, que dès qu'un grain atteint une certaine taille critique, il croît catastrophiquement en dévorant tous les grains plus petits qui l'entourent (Fig. 15).

La recristallisation secondaire se produit donc si un petit nombre de grains a pu atteindre cette taille critique. Ceci est possible si la croissance des grains est difficile pour la majorité de ceux-ci, par exemple s'il existe une texture (joints de faible désorientation peu mobiles) ou des précipités fins et dispersés qui bloquent les joints.

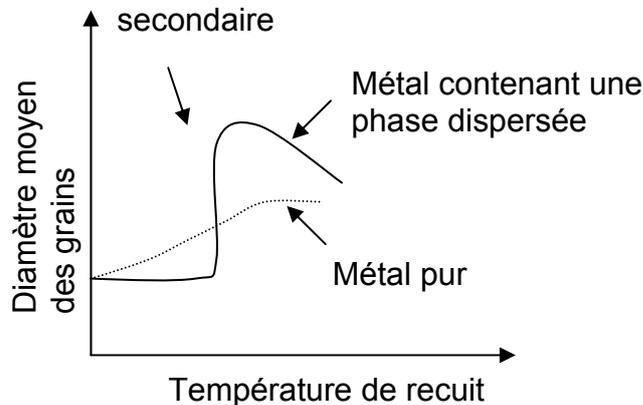


**Fig. 14 :** Diagramme de recristallisation du molybdène tréfilé recuit sous hydrogène [44].



**Fig. 15 :** Recristallisation secondaire [29].

La recristallisation secondaire ne se produit qu'au dessus d'une température critique bien définie. Le grain est d'autant plus gros que la température de recuit est plus voisine de ce point critique (Fig. 16).



**Fig. 16** : Variation de la taille des grains avec la température [29].

#### **II-4- Compétition recristallisation – précipitation :**

##### **II-4-1- Influence de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation :**

D'après Gobran et al [49] la déformation plastique provoque une variation de la répartition des dislocations et peut même donner naissance à des défauts supplémentaires, et la concentration des lacunes peut augmenter. Cette augmentation de lacunes facilite la diffusion le long des noyaux de dislocation, donc l'énergie d'activation de la réaction de précipitation des échantillons déformés à froid sera beaucoup plus faible que celle des échantillons non déformés, ce qui favorise l'intensification des processus de germination et de croissance de la nouvelle phase d'équilibre. Hamana [50] a montré dans son étude de l'influence de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation pour les systèmes d'alliage Cu-In et Ag-Cu, que pour les faibles déformations, la vitesse de précipitation soit ne change pratiquement pas (Cu-In), soit diminue (Ag-Cu), alors que pour les grandes déformations la vitesse augmente, il pense que ce résultat est très important parce qu'il permet de répondre à l'interaction joint de grains- précipités.

Dans leur étude Hamana et Choutri [54] ont confirmé les résultats ci-dessus sur le système d'alliage Cu-15%mass. In. Ils les ont expliqués par l'influence de la migration des joints de grains sur la formation des cellules précipitées.

L'élévation de la vitesse de précipitation dans le cas de grandes déformations est due à l'augmentation de la densité du front de réaction (les nouveaux joints de grains formés au cours de vieillissement par réarrangement des dislocations) ; ces nouveaux fronts de réaction constituent des sites supplémentaires pour la précipitation. Mais pour les taux de déformations inférieurs au taux critique, la précipitation s'amorce seulement sur les joints de grains originaux dont la croissance est stimulée, ce qui accélère le mouvement du joint de grains et retarde le développement des cellules précipitées. Donc généralement la vitesse de migration des joints de grains dépend fortement du taux de déformation, et aussi on peut dire que les deux processus - migration des joints de grains et précipitation discontinue - ne peuvent pas se développer indépendamment.

Dans son étude sur le système d'alliage Pb-Sn, Turnbull [51] a montré que le laminage à froid de la solution solide sursaturée  $\alpha$  augmente rapidement la cinétique de précipitation.

#### **II-4-2- Interaction entre la précipitation et la recristallisation :**

La structure recristallisée (taille des nouveaux grains) des alliages d'aluminium résulte des phénomènes d'interaction entre la précipitation et la recristallisation. Une étude de la recristallisation d'alliages Al-Mn a été entreprise afin de déterminer les conditions optimales pour l'obtention d'une structure recristallisée à grains fins. L'évolution du spectre de frottement intérieur au cours de divers traitements thermomécaniques a permis de préciser le rôle des facteurs suivants sur la recristallisation :

- les précipités préexistant avant la déformation,
- la précipitation qui précède la recristallisation,
- le soluté (manganèse) en solution solide.

La précipitation et la recristallisation ont lieu lors de la première montée en température. Deux paramètres agissent sur la température de recristallisation :

- ◆ la présence de gros précipités dans l'alliage, avant la déformation plastique, qui favorisent la germination de la recristallisation,

◆ le soluté en solution solide qui retarde la restauration ; plus la température d'homogénéisation est élevée, plus la température de recristallisation est haute. Les échantillons recuits à basse température contiennent des précipités, alors que dans ceux recuits à haute température, il y a remise du soluté (manganèse) en solution solide.

La précipitation conditionne la recristallisation sous deux aspects :

- Autour des précipités, la déformation a un caractère turbulent ; il a été proposé [52, 53] que précisément, les régions sur-déformées sont des sites préférentiels pour la germination de la recristallisation. Les régions sur-déformées, au voisinage des précipités, sont appauvries en atomes de soluté et sont, pour cette raison supplémentaire, des sites favorables pour la germination de la recristallisation, cette dernière se déclenche alors à basse température.
- L'effet du soluté en solution solide est de diminuer la mobilité des dislocations (retardant ainsi la restauration) et de bloquer la croissance des grains.

Pour obtenir une structure recristallisée à grains fins, il faut avoir d'une part, avant la déformation plastique, des précipités susceptibles d'induire suffisamment tôt la germination, d'autre part assez de soluté en solution solide pour bloquer la croissance des grains. Ainsi, des échantillons précipités, puis déformés et chauffés rapidement, de façon à réduire la précipitation précédant la recristallisation présentent une taille de grains de l'ordre de 30 $\mu$ m.

L'étude de l'alliage Al-5%mass. Cu trempé et / ou déformé, surtout par diffraction des rayons X (chambre de Debye – Scherrer en retour) [58], à différentes températures de recuit (15°C-520°C), a permis de suivre de près le phénomène de recristallisation et d'étudier l'influence réciproque entre les deux processus de précipitation et de recristallisation. Il a été montré que la recristallisation est avantageuse aux hautes températures et la précipitation aux basses températures.

Une densité importante de dislocations peut être introduite dans l'alliage par déformation plastique, dans le but de stimuler les processus de germination et de croissance des précipités. Cependant, l'alliage déformé étant en déséquilibre thermodynamique, il réorganise les atomes des défauts, dès que les conditions suffisantes lui sont accordées. Durant cette réorganisation qui se fait dans la plus part des cas dans les mêmes conditions thermiques où se produit la précipitation, une

interaction entre les défauts présents entraîne la diminution de la densité de dislocations.

Le processus de précipitation est accéléré par la présence d'une forte concentration de défauts introduits par déformation plastique après trempe, mais si la recristallisation se produit, elle élimine considérablement ces défauts et la déformation n'a ainsi plus d'effet important sur la précipitation.

Nefti [54] dans son étude montre que dans le cas de l'alliage Al-8% mass. Mg, la recristallisation se produit toujours avant la précipitation et donne un bon aperçu sur la complexité des phénomènes de recristallisation lors de la décomposition des solutions solides sursaturées.

## **Chapitre III**

### **Précipitation dans les alliages du système Cu-Ag**

#### **III-1- Introduction sur le cuivre et l'argent:**

##### **III-1-1- Le cuivre:**

Le cuivre a joué un rôle des plus importants dans le développement des civilisations. Étymologiquement ce métal tire son nom de l'île de Chypre. Les romains le nommaient « aes cyprum », ce qui peut être traduit par « bronze de Chypre ».

C'est un métal rouge plus ou moins foncé, d'un aspect, d'où ses applications artistiques; c'est, après l'argent, le meilleur conducteur de la chaleur et de l'électricité et ses remarquables propriétés anti-corrosion lui confèrent des débouchés très importantes dans l'industrie et le bâtiment.

##### **III-1-1- b- Usages actuels:**

Les applications électriques du cuivre restent son débouché fondamental et représentent environ la moitié de la consommation. Sa grande aptitude à la constitution d'alliages dont les laitons et les bronzes, est la plus répandue, Ses domaines d'application couvrent l'éventail complet de l'activité économique, depuis les pièces et matériels les plus traditionnels jusqu'aux systèmes de haute technologie les plus évolués. On trouve souvent du cuivre dans les chaudières, les tuyaux, les soupapes et les lignes électriques. Le cuivre présente de nombreux inconvénients : nécessité de recuits répétés et moulage médiocre; il n'est guère employé seul que dans les applications nécessitant sa bonne conductibilité électrique (99,9% au moins).

### III-1-1- a- Caractéristiques générales du cuivre :

Les propriétés générales du cuivre sont données dans le tableau ci-dessous :

$^{29}\text{Cu}$		Propriétés	Propriétés physiques	
		<b>Electroniques</b>	Dureté	
<i>cuivre</i>		Conductivité thermique [Wm <sup>-1</sup> k <sup>-1</sup> ]                      400	Brinell [MNm <sup>-1</sup> ]                      874	
Masse [uma]	63.546	Coefficient de dilatation [10 <sup>6</sup> k <sup>-1</sup> ]                      16.4	Vickers [MNm <sup>-1</sup> ]                      216	
C.A.S.	7440-50-8	Affinité électrique	<b>Cristallisation</b>	
Etat	solide	[kJ/mol <sup>-1</sup> ]                      118.4	Groupe	Fm-3m
Classe	métallique	Résistivité électrique	Structure	CFC
Groupe	11	[μ Ω cm]                      1.7	Cellule	
Période	4	Réfectivité [%]                      90	(a, b, c) [pm]	
Couleur	métallique	<b>Thermodynamique</b>	(361.49, 361.49, 361.49)	
Densité de masse [kg m <sup>-3</sup> ]	8920	Θ fusion [k]                      1357.6	(α, β,γ)[°]	(90, 90,90)
		Θ vaporisation [k]                      2840		
		ΔH fusion [kJ/mol]                      13.1		
		ΔH vaporisation [kJ/mol]                      300		
		ΔH atomisation [kJ/mol]                      338		

### III-1-2- L'argent:

L'argent est un métal précieux dont le nom désigne aussi les billets et pièces de monnaie. C'est un métal relativement ductile et très malléable, apprécié pour son éclat blanc particulier. Son principal défaut provient de son oxydation spontanée à l'air libre et surtout de sa sulfuration, qui forme une couche sombre à la surface du métal.

### III-1-2- a- Caractéristiques générales de l'argent:

Les propriétés générales de l'argent sont données dans le tableau ci-dessous :

$^{47}\text{Ag}$		Propriétés	Propriétés physiques	
		<b>Electroniques</b>	Dureté	
<b>Argent</b>		Conductivité thermique [Wm <sup>-1</sup> k <sup>-1</sup> ] 429	Brinell [MNm <sup>-1</sup> ] 2450	
Masse		Coefficient de dilatation	Vickers [MNm <sup>-1</sup> ] 216	
[uma]	107,8682	[10 <sup>6</sup> k <sup>-1</sup> ] 14.2		
C.A.S.	7440-57-5	Affinité électrique	<b>Cristallisation</b>	
Etat	solide	[kJ/mol <sup>-1</sup> ] 222.8	Groupe	Fm-3m
Classe	métallique	Résistivité électrique	Structure	CFC
Groupe	11	[μ Ω cm] 2.2	Cellule	
Période	5	Réfectivité [%] 95	(a, b, c) [pm]	
Couleur	Blanc argenté métallique	<b>Thermodynamique</b>	(407.82, 407.82, 407.82)	
Densité de masse		⊖ fusion [k]	(α, β,γ)[°]	(90, 90,90)
[kg m <sup>-3</sup> ]	10490	1234.93		
		⊖ vaporisation		
		[k]		
		2435		
		ΔH fusion		
		[kJ/mol]		
		11.3		
		ΔH vaporisation		
		[kJ/mol]		
		250.58		
		ΔH atomisation		
		[kJ/mol]		
		368		

### **II-1-2- b- Usages actuels:**

On peut distinguer quatre domaines principaux d'utilisation de l'argent.

Le plus important est le secteur industriel. En raison de son excellente conductivité électrique, l'argent est utilisé dans de nombreuses applications électriques (en particulier pour fabriquer des conducteurs, des interrupteurs, des contacts) et électroniques (pâtes et encres conductrices). Il est également présent dans des formules de brasure et de soudure employées dans les industries automobiles, aéronautiques et de réfrigération. Il entre dans la composition de piles et est utilisé pour la fabrication de miroirs, en tant que catalyseur dans de nombreux procédés chimiques et comme bactéricide ou algicide. Les chimistes utilisent le nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  afin d'identifier dans une solution les ions chlorure, bromure et iode.

Le deuxième domaine est la bijouterie et l'argenterie. L'argent est utilisé pour fabriquer des bijoux (pendentifs, bracelets, colliers,...) car il possède une propriété (la malléabilité) qui lui permet de concevoir ces œuvres.

Le troisième domaine est la photographie. Des cristaux d'halogénures d'argent sensibles à la lumière étaient l'élément essentiel des films et papiers photographiques. Ce secteur est en décroissance constante depuis plusieurs années en raison du développement de la photographie numérique. Le marché de la radiographie est devenu plus important que le marché de la consommation de masse.

L'argent est également utilisé en confiserie principalement en Extrême-Orient. Enfin, le dernier secteur consommateur est celui des pièces et médailles.

### **III-2- Généralités sur le cuivre et ses alliages:**

Le cuivre est l'un des rares métaux qui existe à l'état natif. Ce fait d'ailleurs explique probablement qu'il fut le premier métal utilisé par les hommes. L'éventualité du cuivre natif est cependant assez faible. D'un point de vue économique, en 2004, la production mondiale de cuivre était de 16,015 millions de tonnes. Les principaux producteurs sont le Chili (37,3 %), les États-Unis (8 %), le Pérou (7,1 %) et l'Indonésie (5,7 %). En Europe, le principal producteur est la Pologne avec 585 000 tonnes/an.

La production mondiale de cuivre secondaire à partir du recyclage s'est élevée à 2 Mt en 2005, soit 13 % de la production totale de ce métal [55].

### **III-2- 1- Les alliages de cuivre:**

Les alliages cuivreux regroupés sous cette désignation contiennent des éléments d'addition en faible quantité, c'est-à-dire aux environs de 2% maximum. Ces éléments d'addition permettent d'améliorer les caractéristiques mécaniques du cuivre pur, sans pour autant altérer trop fortement ses propriétés fondamentales de conductibilité électrique et thermique, et de résistance à la corrosion.

Ainsi, l'addition d'un faible pourcentage d'argent améliore la tenue à chaud du cuivre pur. Le cuivre à l'argent trouve ainsi des applications pour des pièces qui doivent être utilisées dans des atmosphères à température élevée (moteurs électriques, contacteurs par exemple).

L'aptitude à l'usinage, comparable à celle du laiton de décolletage, caractérise en premier lieu le cuivre au tellure. Cet alliage est utilisé pour la fabrication par usinage ou découpage rapide et précis de pièces qui nécessitent une bonne conductibilité électrique et thermique.

Une faible addition de chrome dans le cuivre est pratiquée lorsqu'une conductibilité électrique ou thermique élevée doit être associée à une résistance aux déformations, en particulier à chaud : électrodes de soudure par résistance, éléments de frein, panneaux de lingotières pour la coulée continue de l'acier.

Le cuivre au béryllium est l'alliage le plus performant, et peut atteindre des caractéristiques mécaniques analogues à celles de certains aciers, sur lesquels il présente en outre de nombreux avantages : limite d'élasticité élevée, meilleure résistance à la corrosion, excellente aptitude au moulage... Les applications de cet alliage remarquable sont très nombreuses : contacts, ressorts, pièces complexes, diaphragmes... [56].

Il existe de nombreux autres alliages cuivreux dans cette catégorie des cuivres faiblement alliés : cuivre à l'étain, cuivre au zirconium, cuivre au fer, cuivre au soufre, cuivre au plomb, cuivre au cadmium, cuivre au manganèse, etc.

### **III-2-2 - Cas des alliages du système Cu-Ag:**

#### **III-2-2- 1- Description du diagramme de phases:**

La connaissance des diagrammes est un outil de base pour le métallurgiste. Les

diagrammes de phase renseignent sur :

- les types de transformations qui doivent se produire pendant la solidification et le refroidissement du solide (ou inversement au chauffage),
  - les températures de début et de fin de transformation,
  - la nature des phases en présence,
  - la composition de ces phases à l'équilibre,
  - la proportion des phases présentes à une température donnée (règle des segments inverses appliquée aux concentrations exprimées en % massique).

Les diagrammes binaires ne peuvent comporter que des domaines étendus (surface) à une ou deux phases. La coexistence de trois phases n'est possible que lors d'une réaction de type eutectique, péritectique, eutectoïde ou péritectoïde [57].

La figure 17 représente le diagramme d'équilibre du système Cu-Ag, qui montre un type classique d'eutectique du diagramme de phase. Il montre une solubilité complète dans la phase liquide et limitée dans deux solutions solides avec un maximum de solubilité à 14,1 at.% pour la phase riche en argent et à 4,9 at.% pour la phase riche en cuivre. Le système Cu-Ag est caractérisé par une énergie d'interaction positive, indiquant la formation de structures biphasées: une phase riche en Ag et l'autre riche en Cu [58,59] comme l'indique son simple diagramme de phase [60]. Les éléments constitutifs l'Ag et le Cu ont la même structure cristalline CFC [61], les mêmes valeurs de valence (= 1;2) [61], la même valeur d'électronégativité d'après Pauling (= 1,9) [62], mais leurs volumes molaires sont différents.

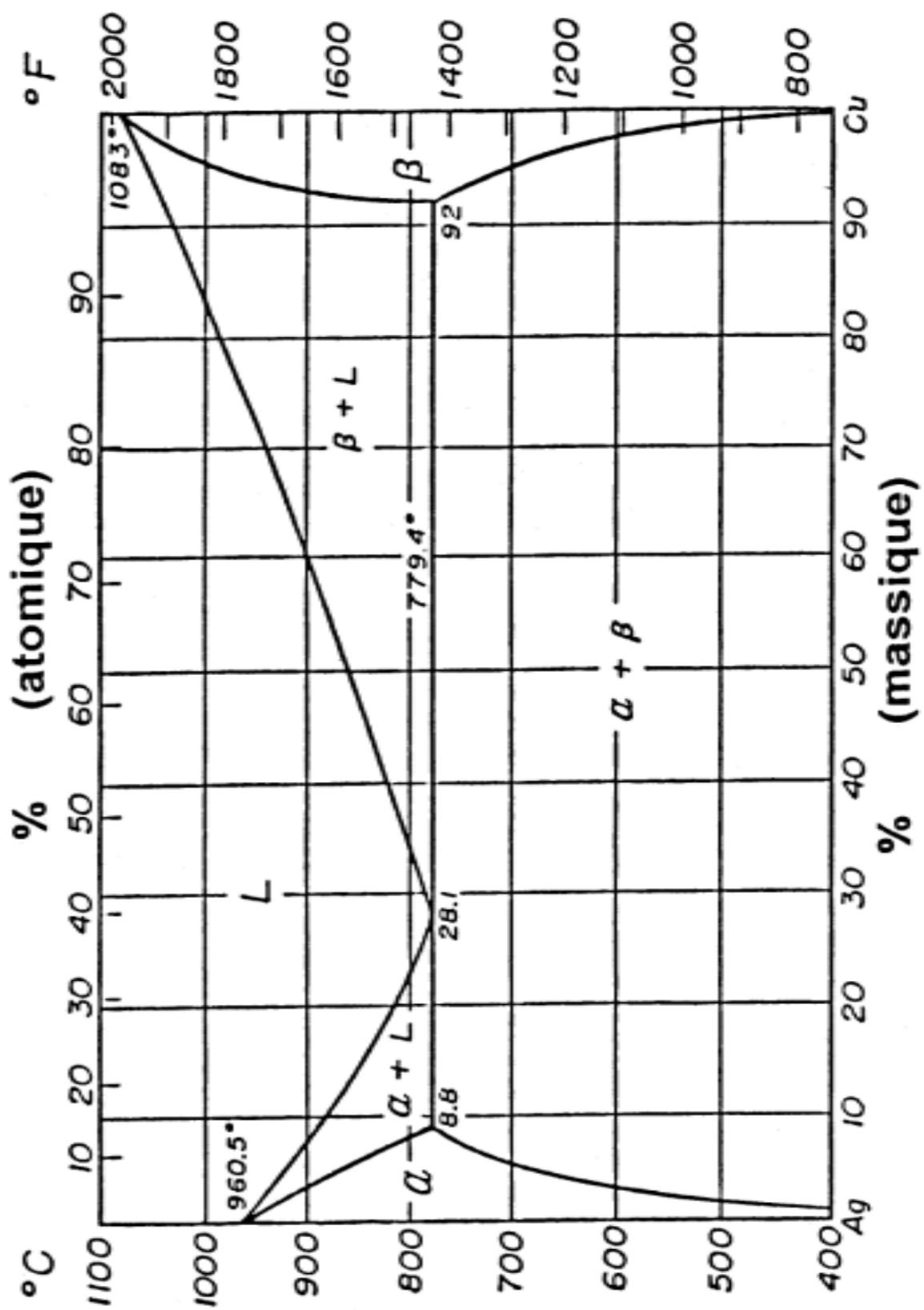


Fig. 17. Diagramme d'équilibre du système Ag-Cu [60].

### III-2-2-1- Domaine d'application:

Les alliages du système Cu-Ag sont utilisés dans les tubes magnétiques qui sont caractérisés par une haute résistance mécanique, une conductivité électrique élevée et une ductilité suffisante [63].

### III-2-2-2- Travaux réalisés sur le système Cu-Ag:

Les travaux réalisés sur le système Cu-Ag sont surtout consacrés aux phénomènes de précipitation discontinue.

Wirth et Gleiter [64], dans leurs travaux sur l'alliage Cu-5 % mass. Ag, ont observé que la précipitation discontinue ne se produit que sur les joints statiques. Ceci peut être compris si on suppose que les joints de grains statiques ne deviennent des fronts de réaction discontinue que s'ils subissent une transition structurale :

Structure du joint de grains → front de réaction, qui est une structure à grande mobilité.

Gust *et al.* [16] ont étudié, au cours de la précipitation discontinue dans un bicristal de Cu-3.8 % at. Ag, la diffusion le long d'un joint de grain quelconque en cours de migration. Ils ont effectué des mesures dans un large intervalle de températures et ont trouvé que la vitesse du front de réaction varie entre  $1,8 \cdot 10^{-10}$  et  $2,7 \cdot 10^{-6}$  m/s.

Choutri [39] a montré que dans l'alliage Cu-6,5 % mass. Ag deux cellules voisines peuvent se développer soit dans le même grain (c'est à dire dans la même direction), soit de façon alternée (l'une dans la direction du premier grain et l'autre dans celle du grain adjacent).

Boumerzoug [65] a suivi l'évolution microstructurale d'une plage dans l'alliage Cu-6,5 % mass. Ag homogénéisé 4 h à 620°C, trempé et vieilli à 300°C ; il a constaté que le développement des cellules de précipités peut se faire selon le mécanisme « S ». Il constate l'apparition d'une nouvelle cellule à partir de la position originale du joint de grains qui était déjà le siège d'une précipitation cellulaire primaire. Enfin, il confirme que la précipitation discontinue peut se produire sur les joints de grains, à l'intérieur et sur les joints de macle.

Liu *et al.* [63] ont étudié l'effet du traitement de vieillissement sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages du système Cu - Ag. Ils ont

constaté que la réaction de précipitation discontinue se produit dans les joints de grains de forte désorientation des dendrites de cuivre; par contre, la réaction continue apparaît sur les bras des dendrites. Pendant le traitement de vieillissement, la réaction de précipitation discontinue est dominante dans l'alliage Cu-6 % mass. Ag, alors que c'est la réaction continue qui l'est dans l'alliage Cu-24 % mass. Ag. Par contre, dans l'alliage Cu-12% mass. Ag, la précipitation continue dans les dendrites de cuivre coexiste avec la précipitation discontinue.

Dans les alliages à faibles teneurs en argent, la réaction de précipitation durant le traitement de vieillissement a un avantage: le durcissement est plus significatif.

Ayadi [42] a étudié l'effet de la vitesse de chauffage sur les transformations anisothermes (précipitation discontinue) dans les alliages Cu-7% mass. Ag et a montré qu'il y a déplacement des effets vers les hautes températures et une augmentation de la quantité de phases précipitées.

Les alliages à faible teneur en argent ont surtout été étudiés du point de vue mécanisme de vieillissement et une précipitation discontinue a été mise en évidence. La résistance à la traction diminue alors que les valeurs de la dureté et de la limite élastique passent par des maximums pour des durées de vieillissement différentes.

Plusieurs phénomènes de précipitation ont été observés et étudiés ; la première fois par Fraenkel [66], puis beaucoup d'études ont suivi, par exemple Norbury [67], Ageew et al. [3], Barrett et al [68], Cohen [69], Jones et al. [70], Gayler et Carrington [71], Rose [72], Leo [73], Predel et Ruge [74], Scharfenberger et al. [75], Gust et al. [16] et Pawlowski [76,77]. Toutes ces études concernent des vieillissements à des températures élevées, habituellement au-dessus de 200 °C.

Räty et Miek [78] ont étudié l'alliage Cu-5% mass. Ag vieilli à une température inférieure à 375 °C et ont montré que le mouvement des dislocations commence dès que le processus de précipitation discontinue démarre en produisant une structure en colonnes. Cependant, dans l'intervalle de températures 350-500 °C, la précipitation peut avoir lieu par un processus discontinu associé à la croissance des défauts d'empilement extrinsèques du plan (111). En augmentant la température ( $T > 500^{\circ}\text{C}$ ), le mode de précipitation change encore, la précipitation discontinue devient prédominante dans le plan (100) et la croissance des défauts d'empilement extrinsèque ne lui est plus associée.

## Chapitre IV

### Alliages étudiés et méthodes expérimentales utilisées

#### IV-1- Alliages étudiés:

##### IV-1-1- Elaboration des alliages:

Dans ce travail notre choix s'est porté sur alliage Cu-7% mass. Ag dans lequel la précipitation discontinue a déjà été observée mais plusieurs questions sur son mécanisme et ses différentes étapes restent encore sans réponse et sans explications convaincantes.

Cet alliage a été préparé dans notre laboratoire par la méthode de fusion, sous vide secondaire ( $\sim 10^{-6}$  Torr) et par fusion au chalumeau (méthode des bijoutiers), à partir de l'argent et du cuivre très purs (99,999 %), ce qui nous a permis de maîtriser la technique d'élaboration.

Après un maintien à 1150 °C pendant 4 heures pour permettre la fusion totale du mélange constituant les alliages, les lingots obtenus sous forme cylindrique, sont refroidis dans le four.

Pour une meilleure étude, il faut d'abord arriver à une microstructure homogène au début pour contrôler la précipitation ultérieure. Les échantillons découpés des lingots sont suffisamment recuits à des températures d'homogénéisation convenables, afin d'obtenir des alliages homogènes (une semaine à 770 °C), ce qui a été vérifié par diffraction des rayons X et microscopie optique.

##### IV-1- 2- Traitements thermiques appliqués :

###### a- L'homogénéisation :

Le matériau se présente à l'état brut de fusion, sous la forme d'un lingot cylindrique de 8 mm de diamètre et de 50 mm de longueur. Il est ensuite soumis à un traitement à très haute température (770°C) dans le but d'homogénéiser la composition des éléments.

#### **b- La trempe :**

L'objectif de la trempe à l'eau est de conserver le matériau dans l'état obtenu après le traitement de mise en solution, c'est à dire un système monophasé avec les éléments d'addition en solution solide et une forte densité de lacunes donnant une solution solide sursaturée hors d'équilibre.

#### **c- Le vieillissement :**

A ce stade hors d'équilibre le matériau se caractérise par une forte concentration d'élément d'addition (Ag) en solution solide et par une forte densité de lacunes. Cet état, très instable, va tendre à se décomposer en de nouvelles phases, par revenu anisotherme dans un dilatomètre et un calorimètre, ou isotherme (dans un four sous vide) menant à la précipitation de la seconde solution solide.

#### **d- La déformation plastique :**

Juste après homogénéisation et trempe, trois échantillons de cet alliage ont été déformés plastiquement par compression de 10, 15 et 60 %. Ces différents écrouissages (faible, moyen et fort) vont permettre de suivre l'évolution de la microstructure au cours des mêmes revenus anisothermes et de mettre en évidence l'effet des différents taux de déformation plastique sur les anomalies dilatométriques et les effets calorimétriques.

Afin que les échantillons ne subissent pas d'oxydation lors des traitements thermiques (traitements d'homogénéisation et de vieillissement) un ensemble de recuit sous vide a été conçu à cet égard.

### **IV-1- 3- Préparation des échantillons :**

Pour les observations aux microscopes optiques, on est passé par plusieurs étapes :

#### **a- Prélèvement de l'échantillon :**

La découpe des échantillons se fait, à l'aide d'une micro tronçonneuse ; on obtient généralement un cube de 10 à 15 mm d'arête pour les observations au microscope optique et la diffraction des rayons X.

### **b- Polissage et attaque :**

Le polissage consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen ultérieur, en utilisant du papier émeris et de la pâte diamant.

L'attaque a pour but de révéler les joints des cristaux et de différencier les constituants de l'alliage. La méthode la plus répandue consiste à tremper la face à attaquer dans le réactif choisi pendant un temps convenable.

Le réactif pour cet alliage est donné dans le tableau suivant :

Alliage	Réactif et composition	Durée d'attaque
Cu -7% mass. Ag	- Acide nitrique (HNO <sub>3</sub> ) dilué à 2%	Quelques secondes

Pour arrêter l'attaque, on lave soigneusement dans un courant d'eau, et on sèche dans un jet d'air sous pression, ou par un lavage à l'alcool suivi d'un séchage.

Pour les déformations plastiques par compression on a utilisé une presse hydraulique de 1 tonne de marque Perkin Elmer.

### **IV-2- Méthodes expérimentales utilisées :**

Les méthodes d'investigation grâce auxquelles nous avons pu suivre les évolutions structurales suite aux différents traitements thermiques, sont :

- l'analyse dilatométrique,
- l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC),
- la microscopie optique,
- la microdureté Vickers (HV),
- la diffraction des rayons X.

#### IV-2-1- Analyse dilatométrique :

Les essais dilatométriques ont été réalisés à l'aide d'un dilatomètre ADAMEL LHOMARGY de type DT1000 (Fig. 18), pour déterminer avec une bonne précision les différents phénomènes qui surviennent au cours d'un cycle thermique. Ce type de dilatomètre étant surtout destiné aux grandes vitesses de chauffe et surtout de trempe (d'où l'appellation dilatomètre de trempe), on s'est juste contenté des segments de chauffage, surtout que les segments de refroidissement ne donnaient pas beaucoup d'informations. Grâce à la forme et à la taille très réduite de l'échantillon cylindre de 2 mm de diamètre et 12 mm de longueur), ainsi qu'au mécanisme de chauffage rapide, il permet d'atteindre des vitesses très élevées de chauffage (de 1°C/h à 200 °C/h) pour aller jusqu'à 1350 °C. Il permet, en plus, d'obtenir des vitesses de refroidissement très grandes qui peuvent aller jusqu'à 500 °C/s pour descendre jusqu'à -150 °C. Cependant on a limité notre étude aux vitesses suivantes : 1, 2, 5, 10, 15, 20 et 30 °C/min. Le pilotage du dilatomètre est assuré automatiquement par un système informatique, ce qui permet l'acquisition directe des résultats de mesure ( $\Delta l$ , T, t) avec une grande précision. L'exploitation des courbes obtenues se fait à l'aide d'un logiciel particulier (DT1000). On peut ainsi obtenir les courbes de dilatation en fonction du temps ou de la température pour chaque segment du cycle thermique imposé, ainsi que la dérivée de chaque courbe pour bien mettre en évidence et situer les moindres anomalies qui apparaissent.



**Fig. 18** : Dilatomètre de trempe ADAMEL LHOMARGY de type DT 1000.

#### IV-2-2- Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) :

L'analyse calorimétrique différentielle à balayage (ou differential scanning calorimetry : DSC) est une technique permettant d'étudier les transformations internes des échantillons. Elle consiste à maintenir une différence de température nulle entre la substance étudiée et une substance inerte de référence, lorsque les deux échantillons sont soumis à la même température et au même environnement, et à mesurer ainsi l'énergie nécessaire fournie soit à l'échantillon soit à la référence. On en déduit des enthalpies, des entropies et des chaleurs spécifiques.

Le principe de cette technique est la mesure de la différence de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence, en fonction de la température ou du temps. Les différences de flux de chaleur résultent des quantités de chaleur absorbées et libérées par l'échantillon en raison d'effets thermiques tels que la fusion, la cristallisation, les réactions chimiques, les transformations polymorphiques, l'évaporation, pour n'en citer que quelques unes.

Pour notre étude nous avons utilisé un analyseur SETARAM DSC 131 équipé d'un processeur et d'une cellule de mesure reliés à un microordinateur (Fig. 19) qui permet :



**Fig. 19** : L'appareil d'analyse calorimétrique différentielle à balayage utilisée (DSC 131 SETARAM)

- la détermination des températures de transformations de phases, de la température ambiante jusqu'à 700 °C,
- la détermination du caractère exothermique ou endothermique de ces transformations, au cours du chauffage comme au refroidissement.

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

$$\Delta C_p = f(T), \text{ soit } \Delta H = \int C_p \cdot dT$$

Les échantillons analysés sont de forme cylindrique (environ 3 x 2 x 2 mm<sup>3</sup>) et de masse environ 250 mg.

Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de 25 °C à 650 °C avec une vitesse donnée (1, 2, 5, 10, 15, 20 et 30°C/min), un maintien d'une minute et un refroidissement avec la même vitesse; pour éviter l'oxydation les essais sont réalisés sous gaz inerte (Argon).

#### **IV-2-3- Microscope optique :**

L'observation au microscope optique permet une connaissance précise de la structure du métal : on peut se rendre compte de la grosseur et de la forme des constituants et de leur répartition. La micrographie décèle des défauts invisibles à l'oeil (craquelures, fissures), ainsi que les inclusions solides (oxydes, silicates...) et les phases. La structure peut être modifiée par tous les traitements mécaniques, thermiques et chimiques que subit le métal indépendamment des transformations physico-chimiques qui peuvent résulter de ces traitements.

D'autre part, les modifications de structure sont irréversibles, c'est-à-dire qu'elles ne sont pas annulées lorsque le facteur d'action (température ou déformation) revient à son point de départ; la structure peut garder la trace des états antérieurs par lesquels elle est passée.

On a utilisé un microscope métallographique à grand champ LEITZ de type MM6 (Fig. 20). C'est un appareil optique muni de lentilles qui permettent l'agrandissement de l'image et par conséquent, l'observation de près les petits détails. La microscopie

optique sert à déterminer ou à observer la microstructure de l'échantillon (taille des grains, forme des grains ainsi que celles des précipités,.....etc.), ainsi que les évolutions microstructurales des alliages ayant subi des traitements thermiques (isothermes et anisothermes).



**Fig. 20** : Microscope optique LEITZ de type MM6.

#### **IV-2- 4- La microdureté Vickers ( $H_V$ ) :**

La dureté est la pression maximum exercée par le matériau pour s'opposer à la pénétration d'un objet chargé par un poids  $P$ . Pour les essais de microdureté, on a utilisé un pénétrateur beaucoup plus petit et des charges plus faibles, car ces essais sont habituellement utilisés pour évaluer une dureté très localisée.

Le principe de cette méthode est basé sur la mesure des dimensions de l'empreinte laissée par un pénétrateur dur sous charge, et mesurées par un microscope. On utilise la relation suivante pour déterminer  $H_V$  :  $H_V = F / S$  où  $F$  est la force exercée en N et  $S$  la surface indentée en  $\text{mm}^2$  avec :

$$S = \frac{1}{2} \times \frac{d^2}{\sin \frac{136^\circ}{2}} \quad \text{d'où :} \quad H_V = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

Où :  $P$  : la charge utilisée (300g) et  $d$  : la diagonale obtenue.

Les mesures de microdureté ont été faites à l'aide d'un microduromètre semi-automatisé Zwick de type B3212002 (Fig. 21) à la fin de chaque traitement thermique. Cet appareil est relié à un micro-ordinateur qui facilite la mesure de l'empreinte à l'aide d'un logiciel adéquat. Dix mesures sont à chaque fois prises avant de déterminer la moyenne correspondante à chaque état thermique.



**Fig. 21 :** Microduromètre semi automatique Zwick de type B3212002

#### **IV-2-5- Diffraction des rayons X :**

La cinétique de précipitation peut être aussi déterminée par diffraction des rayons x car au cours du traitement de vieillissement on observe non seulement un changement du nombre de raies de diffraction dû à la décomposition, mais aussi une nouvelle répartition des intensités : celle des raies de la solution solide sursaturée (phase mère) diminue et celle des raies correspondant aux phases d'équilibre augmente avec le temps de maintien.

On a utilisé un diffractomètre à poudre automatisé Bruker Siemens D8 Advance (Fig. 23) pour enregistrer les spectres de diffraction des rayons X avec une anticathode de cuivre et un monochromateur ( $I = 30 \text{ mA}$  et  $V = 40 \text{ Kv}$ ), le balayage a été fait par un pas de  $0,02^\circ$  entre  $10$  et  $148^\circ$ .

On enregistre en plus, à chaque fois, le spectre de diffraction du cuivre pur (99,999 %), pour détecter d'éventuels décalages des angles de diffraction.



**Fig. 22:** Diffractomètre Bruker Siemens D8

# Chapitre V

## Résultats expérimentaux et interprétations

### V-1- Introduction

Il est bien établi que l'homogénéisation des solutions solides est considérée comme une partie importante des transformations de phases dans les systèmes métalliques, puisqu'elle détermine la cinétique et les mécanismes de leurs transformations dans la majorité des cas [65].

Le but de la déformation plastique est d'introduire un nombre élevé de défauts (dislocations et lacunes) qui modifient les propriétés physiques et mécaniques du matériau et permettent une recristallisation lors d'un recuit ultérieur. La température d'homogénéisation étant suffisamment élevée, elle s'avérera supérieure à la température de recristallisation, et le taux d'écrouissage utilisé permettra une réorganisation complète du matériau ; on peut alors parler d'une nouvelle cristallisation par développement de germes aux dépens de la matrice écrouie et leur croissance en nouveaux grains [79] et d'une éventuelle interaction précipitation - recristallisation.

Avant d'entamer l'étude de l'effet de la déformation plastique, nous allons faire une étude systématique de l'effet de la vitesse de chauffage sur la cinétique de précipitation et, par conséquent, sur l'allure des courbes dilatométriques et calorimétriques. Plusieurs vitesses ont été choisies : 1, 2, 5, 10, 15, 20 et 30 °C/min.

### V-2-Analyse dilatométrique:

On a utilisé plusieurs vitesses de chauffage pour suivre la cinétique de précipitation discontinue dans l'alliage Cu-7 % mass. Ag au cours d'un cycle thermique durant lequel l'échantillon subit un chauffage jusqu'à 760-780 °C.

La courbe de chauffage obtenue avec une vitesse de 1°C/min (Fig. 23 a) d'un échantillon homogénéisé et trempé présente deux importantes anomalies:

- une contraction dans l'intervalle de température [307-408 °C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 401 °C, toujours due à la précipitation,

- une expansion dans l'intervalle de température [408-745 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 720 °C, comme dans le cas précédent, liée à la dissolution.

La courbe dérivée du segment de chauffage avec  $v=2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (Fig. 23 b) indique aussi deux importantes anomalies:

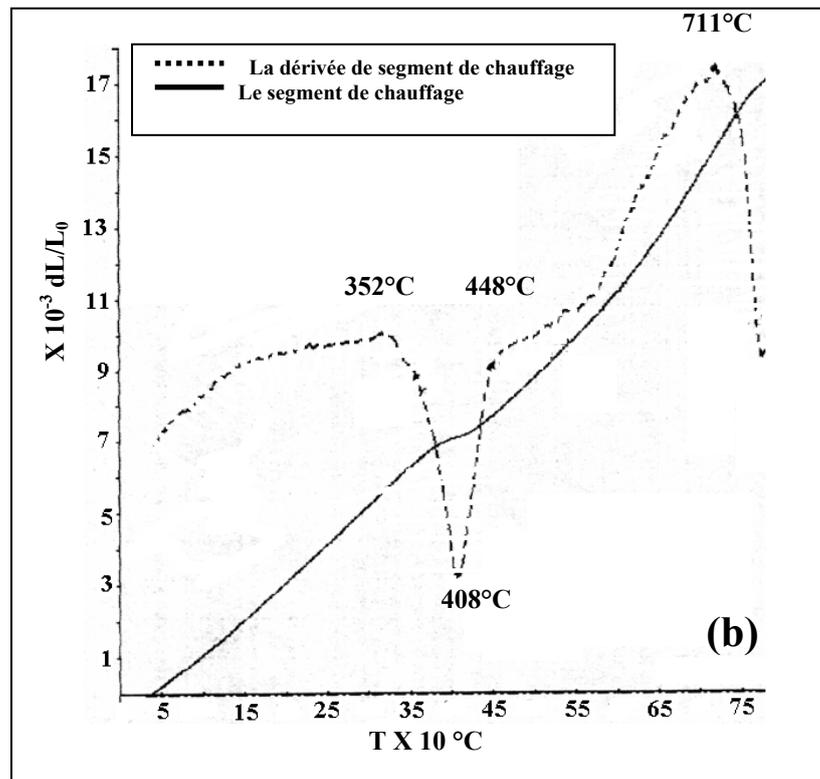
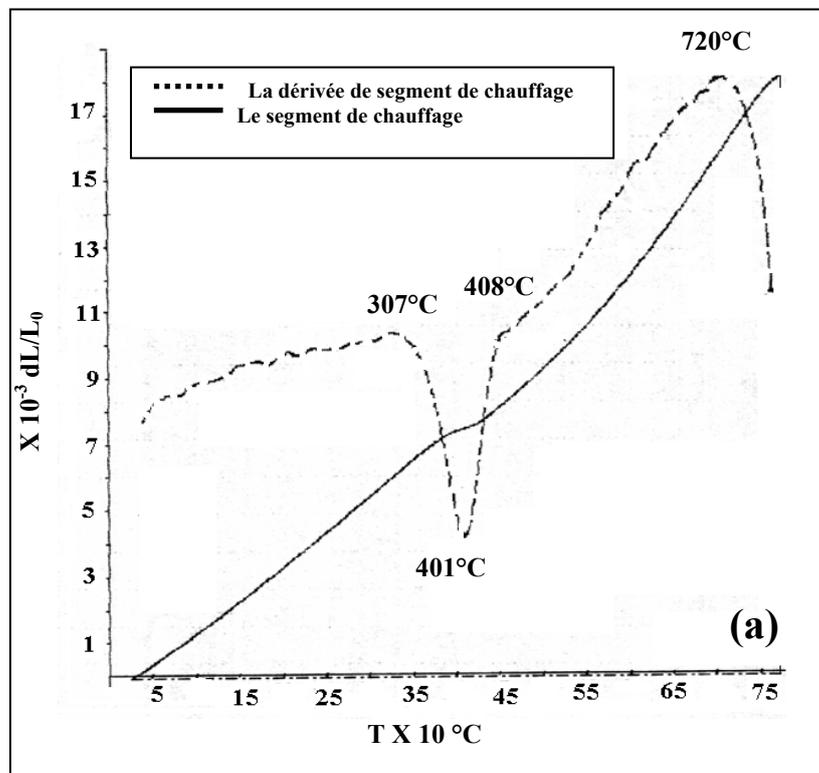
- une contraction dans l'intervalle de température [352- 448 °C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 408 °C, liée à la précipitation,
- une expansion dans l'intervalle de température [448-745 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 711 °C, due aussi à la dissolution.

La contraction observée au cours du chauffage est due à la précipitation de la phase  $\alpha$  riche en argent. Nous pouvons affirmer d'une part, qu'au cours du chauffage la décomposition de la solution solide sursaturée doit mener à l'appauvrissement de la solution solide sursaturée, à cause de la sortie des atomes d'argent de la matrice de cuivre; en effet, quand il en ressort, il réduit le paramètre du réseau (le rayon atomique de l'argent ( $1,44 \text{ \AA}$ ) étant supérieur à celui du cuivre ( $1,28 \text{ \AA}$ )) et provoque ainsi une contraction. Cependant, la formation de la seconde phase  $\alpha$  (solution solide à base d'argent) dont le volume spécifique est supérieur à celui de la solution solide à base de cuivre  $\beta$  ( $V_s$  (phase riche en Ag) =  $17,041 \text{ \AA}^3 > V_s$  (phase riche en Cu) =  $11,761 \text{ \AA}^3$ ) pour une concentration de 1% mass), mène en principe à une expansion. Si le résultat obtenu est une contraction, l'effet du volume spécifique n'est donc pas prédominant.

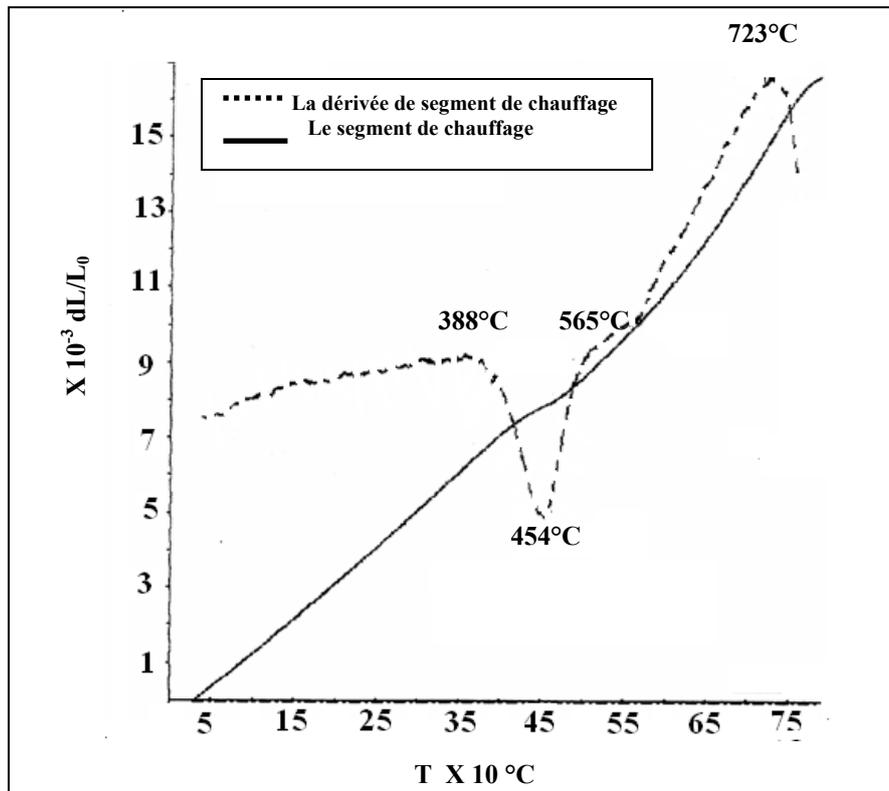
En ce qui concerne l'expansion vers 720 °C (même explication pour le pic à 711°C), elle est due à la dissolution de la seconde phase  $\alpha$  qui fait augmenter la quantité de phase  $\beta$  (solution solide à base de cuivre); dans ce cas la variation du volume spécifique mène à une contraction et l'entrée des atomes d'argent dans la phase  $\beta$  provoque une expansion (car  $r_{\text{Ag}} > r_{\text{Cu}}$ ). Apparemment c'est ce dernier effet qui est prédominant maintenant.

Les mêmes observations sont faites sur les courbes avec différentes vitesses ( $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (Fig. 24)),  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,  $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (Fig. 25)),  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et  $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (Fig. 26)),

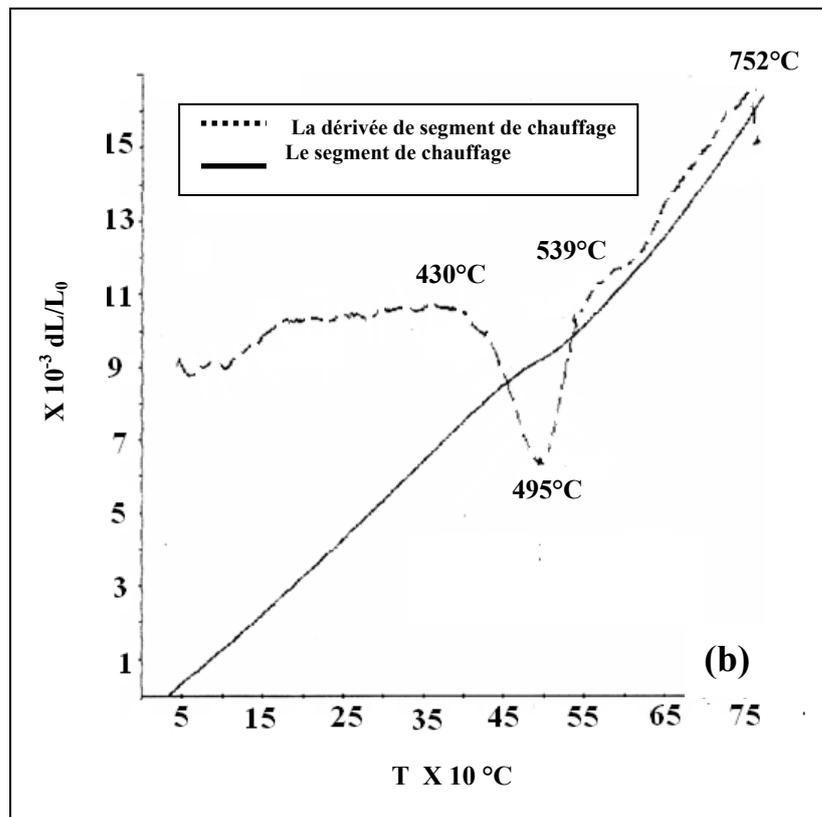
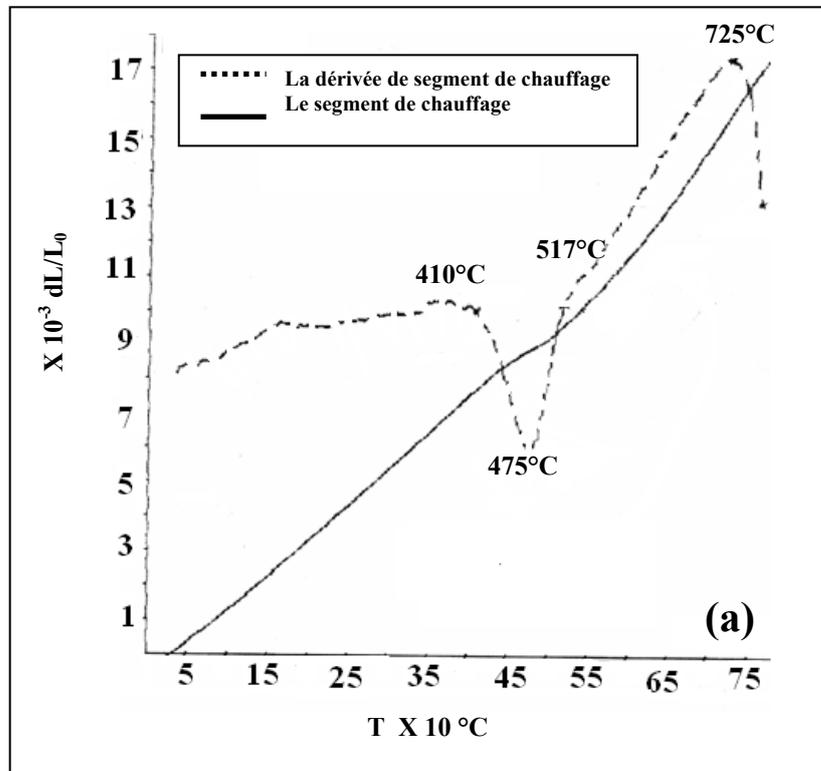
On remarque aussi que l'élévation de la vitesse de chauffage mène à un décalage des pics des courbes dérivées vers les hautes températures.



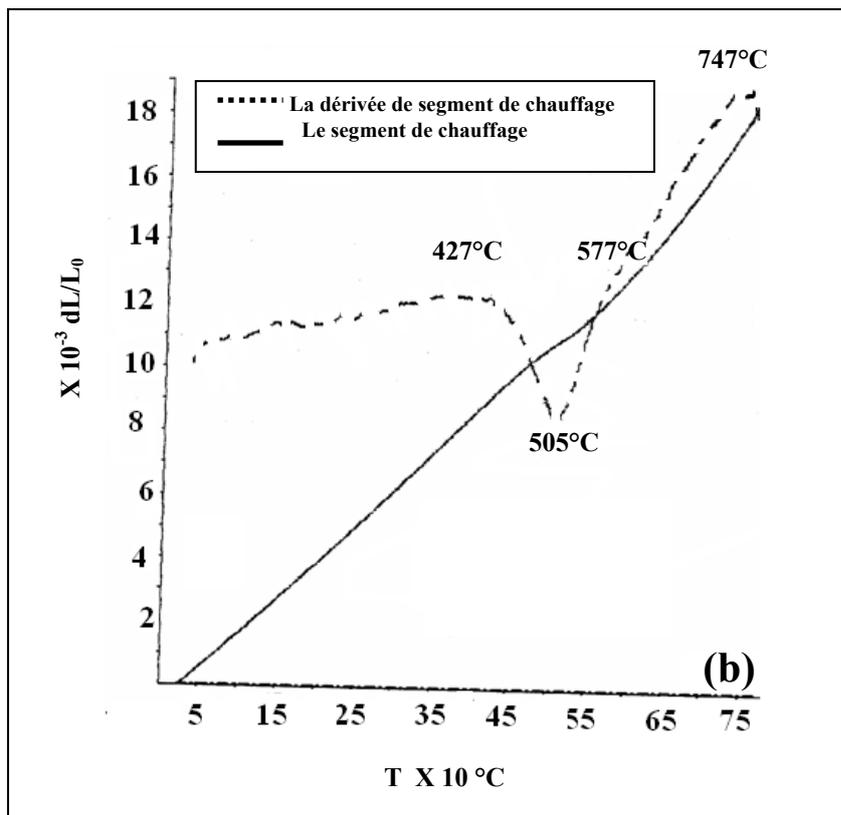
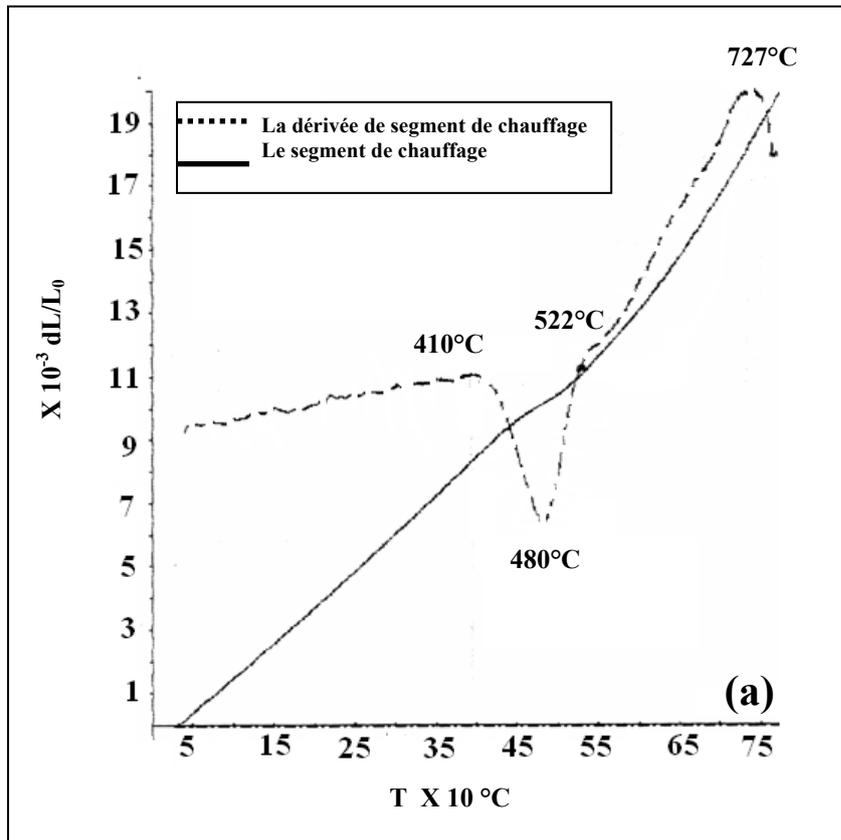
**Fig. 23:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2h à  $760^\circ\text{C}$  et trempé :  $V_c = 1^\circ\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V_c = 2^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig. 24:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à  $760^\circ\text{C}$  et trempé:  $V = 5^\circ\text{C}/\text{min}$ .



**Fig. 25:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760°C et trempé :  $V = 10^\circ\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V = 15^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig. 26:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu -7% mass. Ag homogénéisé 2 h à  $760^\circ\text{C}$  et trempé :  $V = 20^\circ\text{C}/\text{min}$  (a) et  $V = 30^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).

En ce qui concerne les déformations plastiques on a choisi un faible (10%), un moyen (15%) et un fort (60%) taux et on a limité les vitesses de chauffage à 1 et 5 °C/min, qui montrent bien les effets dilatométriques.

La courbe dilatométrique de l'échantillon trempé et déformé 10% avec  $v=1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  montre toujours la présence d'une expansion et une contraction (Fig. 27a):

- une contraction dans l'intervalle de température [352- 486 °C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 432 °C, toujours dû à la précipitation.

- une expansion dans l'intervalle de température [486-745 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 723 °C, due à la dissolution.

La courbe dérivée du segment de chauffage (Fig. 27b) avec  $v=5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  indique encore les deux importantes anomalies : la contraction dans l'intervalle de température [374- 520 °C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 456 °C et l'expansion dans l'intervalle de température [520-745 °C] avec un maximum de la courbe dérivée situé vers 720°C.

Ces anomalies sont identiques à celles observées dans le cas de l'échantillon non déformé, donc sans aucun effet de cette faible déformation.

L'échantillon trempé et déformé 15% présente aussi deux anomalies une contraction et une expansion successivement :

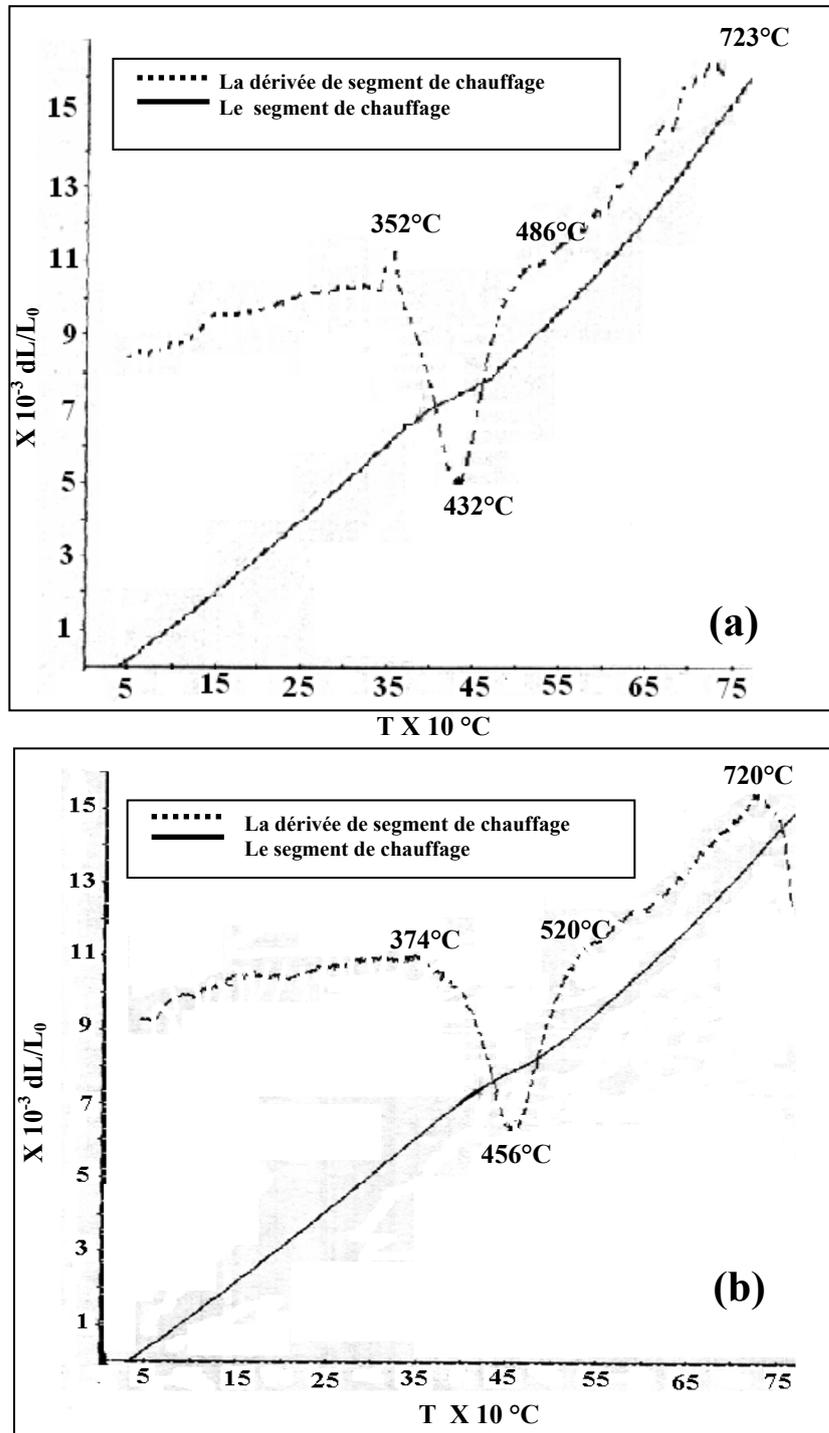
- pour  $v= 1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , dans l'intervalle [271- 494°C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 424°C et [494-745°C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 722°C (Fig. 28 a) respectivement,

- pour  $v= 5^{\circ}\text{C}$ , dans l'intervalle [376-529°C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 462°C et [529-754°C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 730°C (Fig.28 b) respectivement.

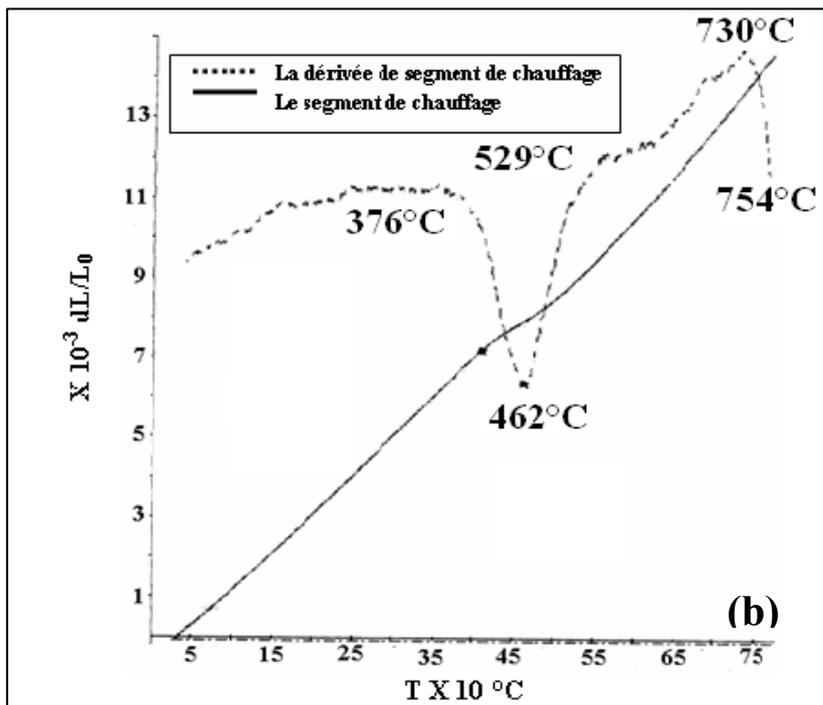
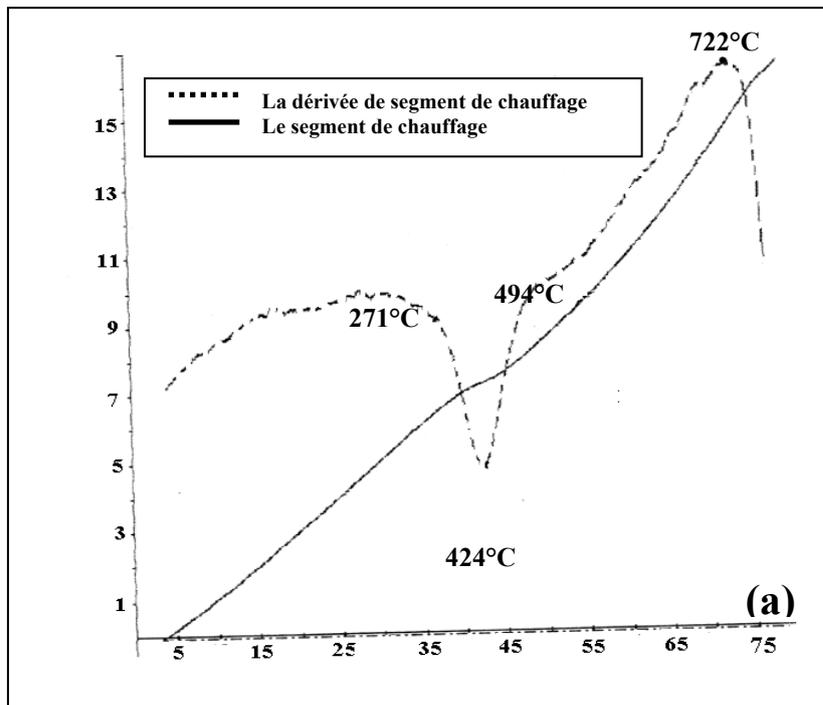
Apparemment cette déformation moyenne n'a pas aussi d'effet sur les anomalies dilatométriques et les transformations qui se produisent.

Par contre pour l'échantillon trempé et déformé 60% l'allure des courbes dilatométriques est complètement différente des précédentes et présente maintenant deux contractions, l'une dans l'intervalle de température [296-440°C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 386°C et l'autre dans l'intervalle [550-750°C] avec un

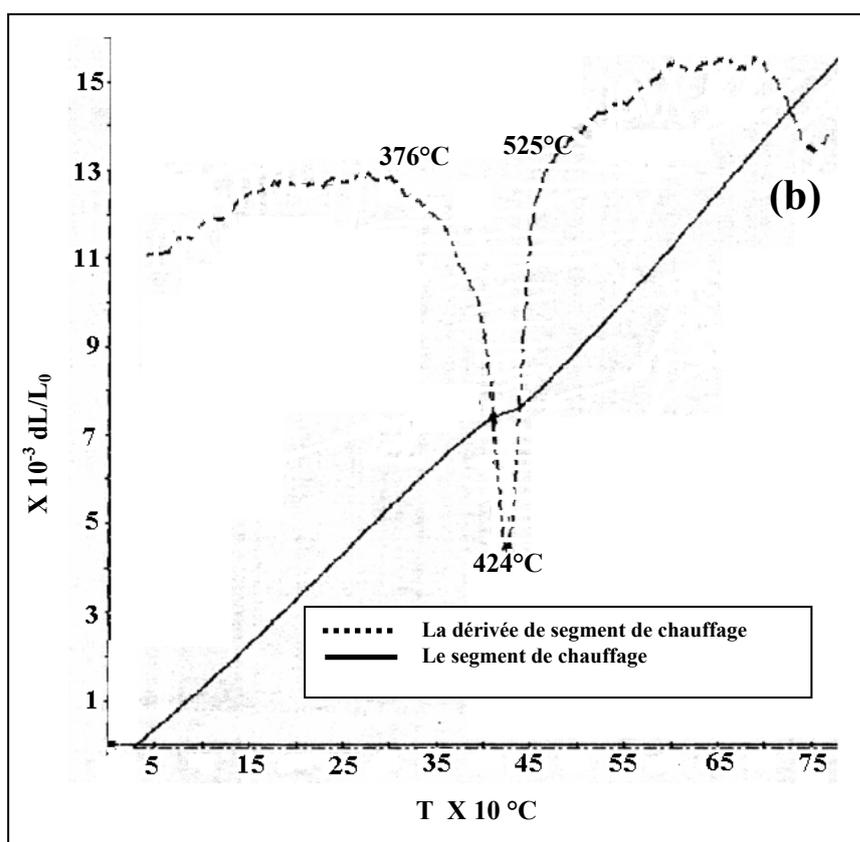
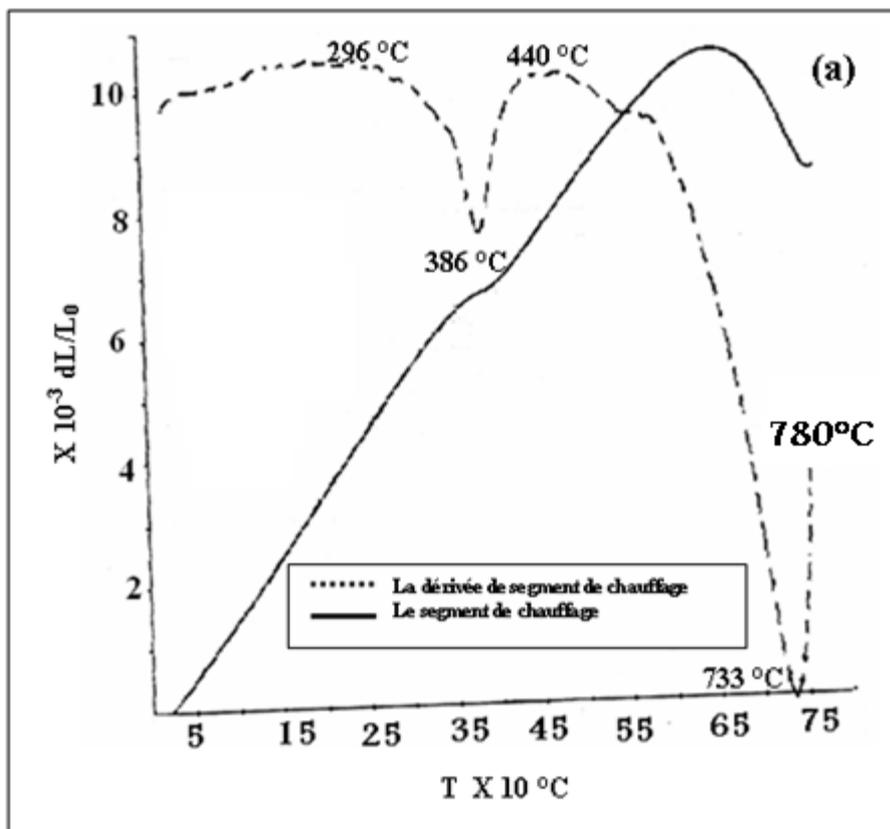
minimum vers 733°C (Fig. 29 a) (pour  $v=1^\circ\text{C}/\text{min}$ ) et une contraction dans l'intervalle [376-525°C] avec un minimum de la courbe dérivée situé vers 424°C et une autre dans l'intervalle [680-780°C] avec un pic situé vers 650°C (pour  $v=5^\circ\text{C}/\text{min}$ ) (Fig. 29 b).



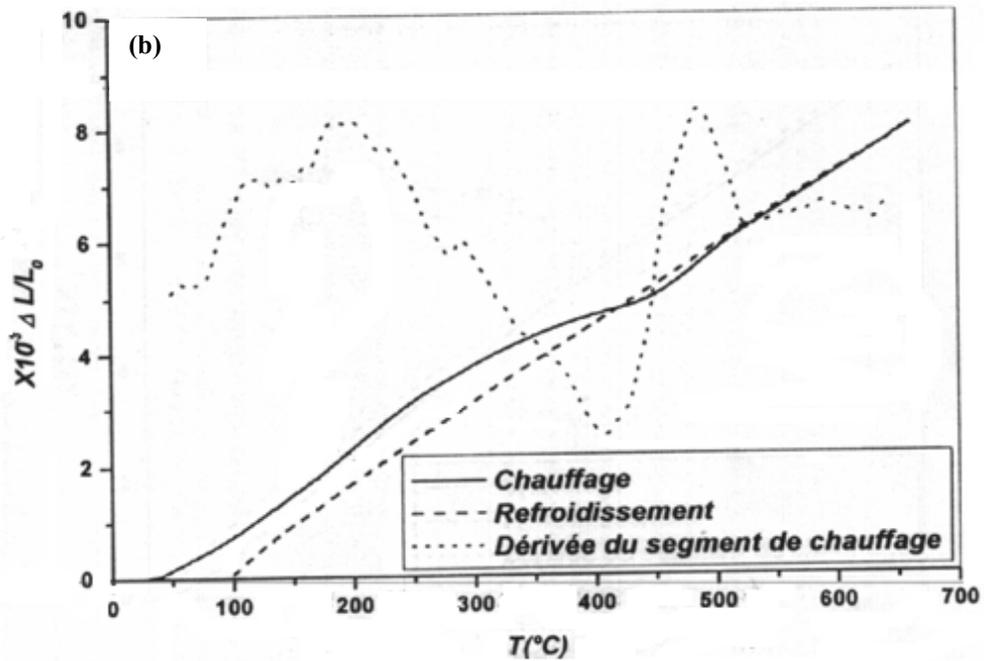
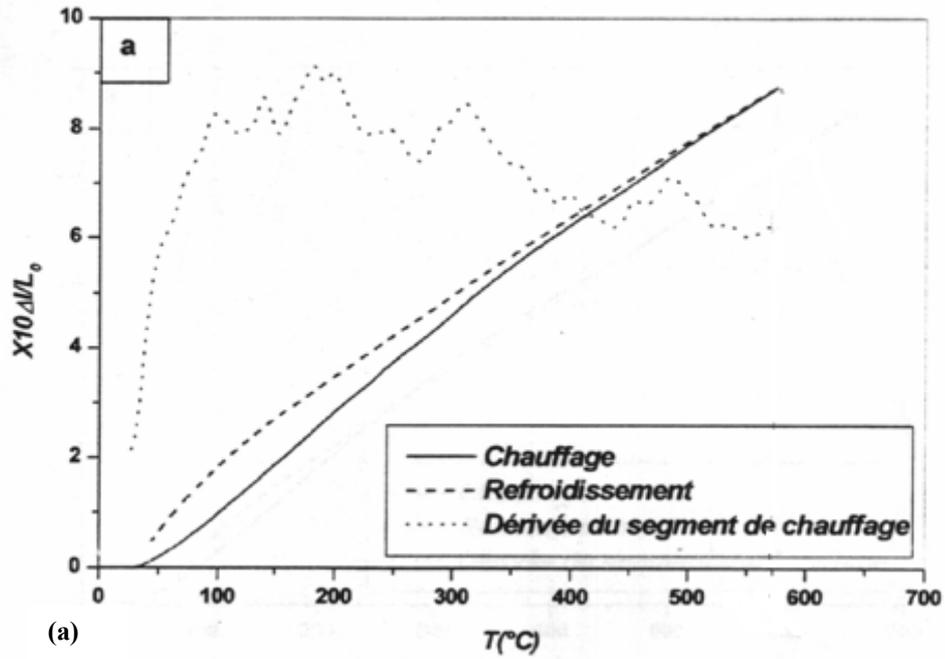
**Fig.27:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à  $780^\circ\text{C}$  et trempé, déformé 10% :  $V=1^\circ\text{C}/\text{min}$  (a),  $V=5^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig.28:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 780°C et trempé, déformé 15 %:  $V = 1^\circ\text{C}/\text{min}$  (a),  $V = 5^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig.29:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 780°C et trempé, déformé 60% :  $V = 1^\circ\text{C}/\text{min}$  (a),  $V = 5^\circ\text{C}/\text{min}$  (b).



**Fig. 30:** Courbe dilatométrique et dérivée du segment de chauffage de l'alliage Cu-15% mass. In homogénéisé et trempé (a) et déformé 50% (b) ( $V = 2^{\circ}C \text{ min}^{-1}$ ) [79].

La synthèse de tous ces résultats permet d'affirmer que le comportement dilatométrique de l'échantillon déformé fortement (60%) change complètement puisqu'une contraction remplace une expansion habituellement observée dans les échantillons homogénéisé et trempé, faiblement (10%) et moyennement (15%) déformés. Cependant la première contraction est identique aux précédentes et reste liée à la précipitation. Une analyse calorimétrique pourra-t-elle confirmer cet effet ?

Juste pour comparaison nous avons présenté dans la figure 30 précédente les courbes dilatométriques d'un échantillon homogénéisé et trempé de l'alliage Cu-15% mass. In (Fig. 30a) et d'un autre homogénéisé, trempé et déformé fortement de 50 % (Fig. 30b) ; on remarque que celle de l'échantillon déformé est complètement différente de celle du non déformé. Il faut souligner que dans ce cas la phase  $\delta$  précipitée est un composé intermétallique  $\text{Cu}_9\text{In}_4$  et non une solution solide.

### **V-3- Analyse calorimétrique différentielle (DSC):**

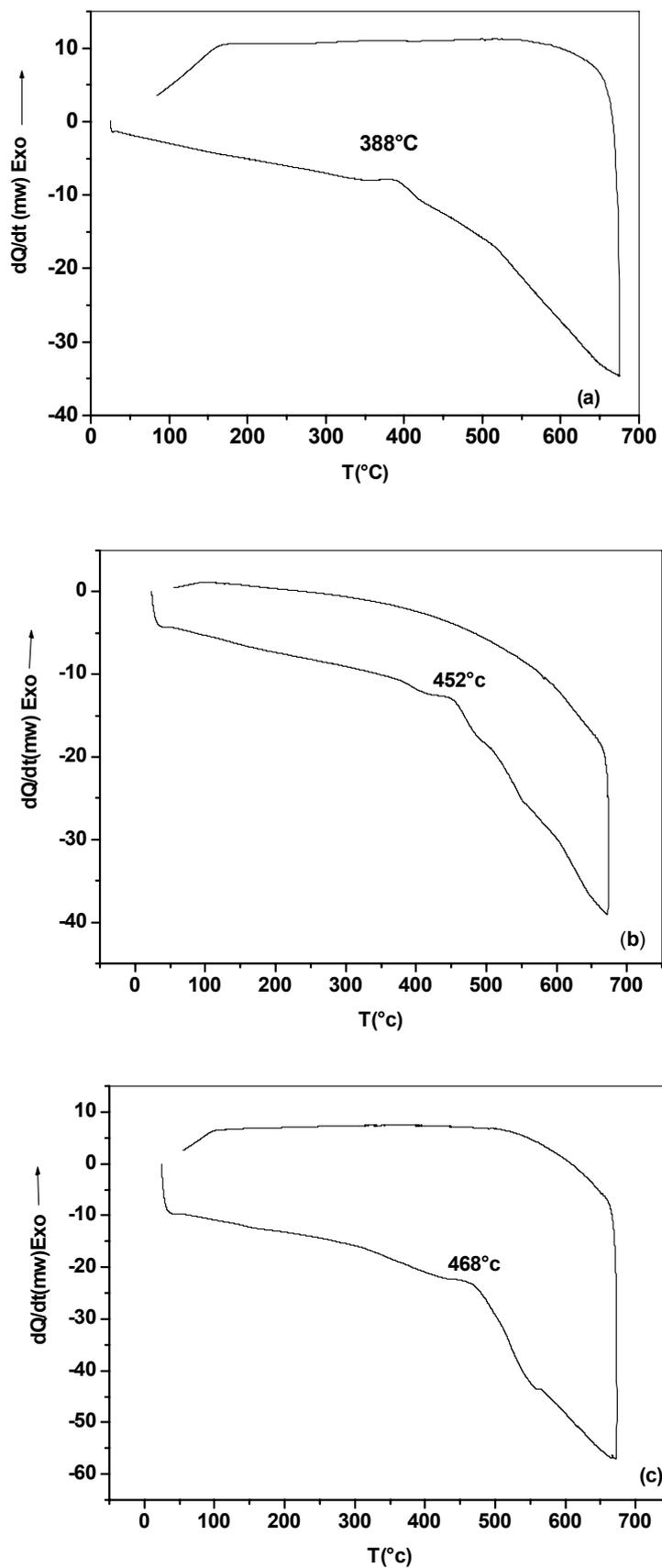
On a utilisé les mêmes vitesses de chauffage que celles utilisées en dilatométrie pour suivre la cinétique de précipitation au cours d'un cycle thermique complet dont la température limite est  $690^\circ\text{C}$ , celle du DSC utilisé. On ne pourra malheureusement pas atteindre la température d'homogénéisation ( $760^\circ\text{C}$ ) et peut être les effets vers  $700^\circ\text{C}$  et plus.

Les résultats obtenus pour trois vitesses 1, 2 et  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  sont présentés respectivement sur les figures 31a, b et c.

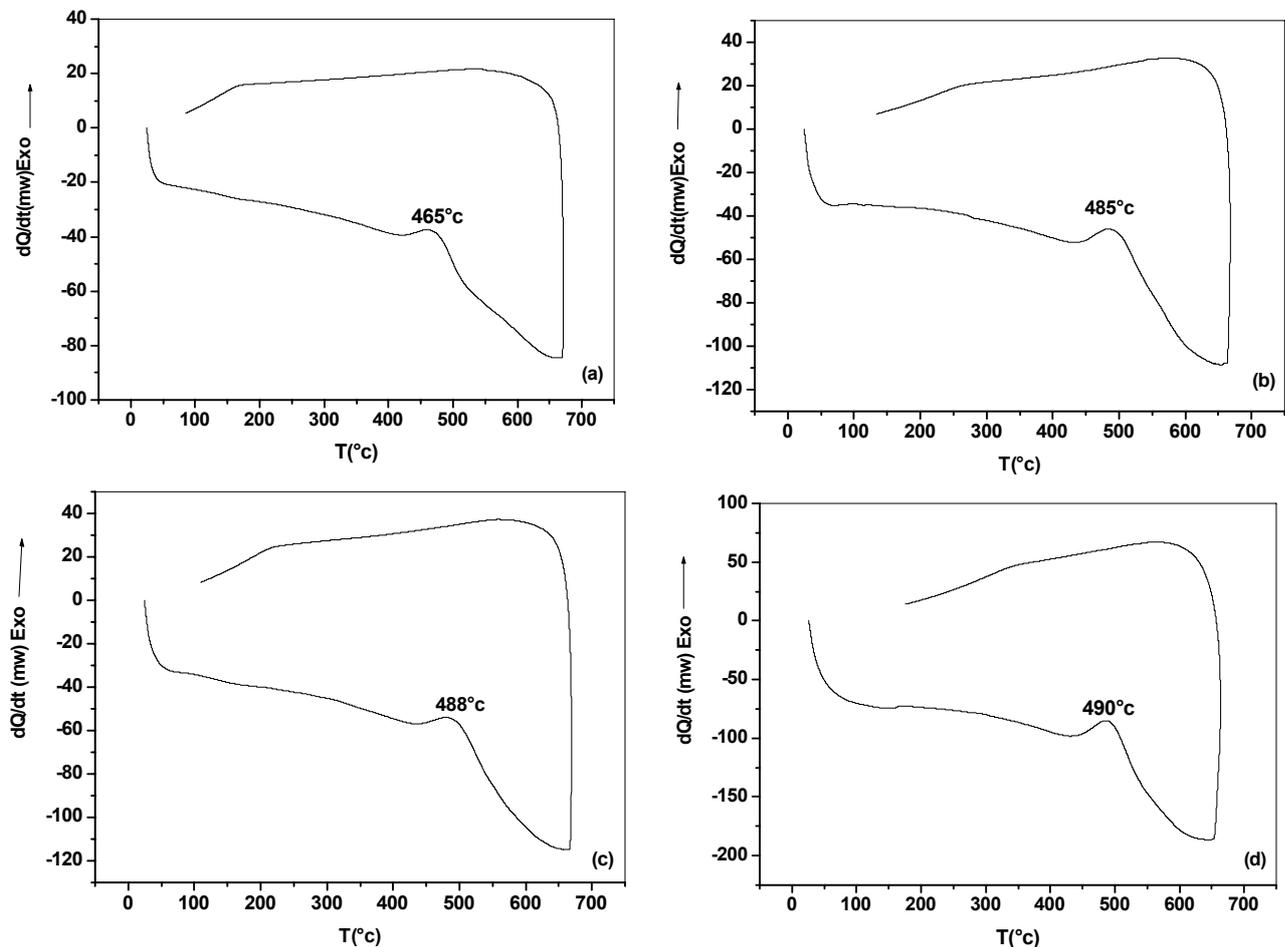
Au cours du chauffage de  $25^\circ\text{C}$  à  $650\text{-}690^\circ\text{C}$  avec une vitesse de  $1^\circ\text{C}/\text{min}$ , la courbe présente un seul pic situé vers  $388^\circ\text{C}$ , due à la précipitation.

Pour  $v=2^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $v=5^\circ\text{C}/\text{min}$  les courbes DSC présentent aussi un seul pic situé vers  $452^\circ\text{C}$  et  $468^\circ\text{C}$  respectivement, toujours dû à la précipitation.

Les mêmes observations sont faites pour les autres vitesses ( $10^\circ\text{C}/\text{min}$  (Fig. 32a),  $15^\circ\text{C}/\text{min}$  (Fig. 32b),  $20^\circ\text{C}/\text{min}$  (Fig. 32c) et  $30^\circ\text{C}/\text{min}$  (Fig. 32d)) ; on remarque aussi que l'élévation de la vitesse de chauffage mène à un décalage des pics vers les hautes températures.



**Fig. 31:** Courbes DSC de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760°C et trempé :  $V_c = 1^\circ\text{C}/\text{min}$  (a),  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  (b) et  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  (c).

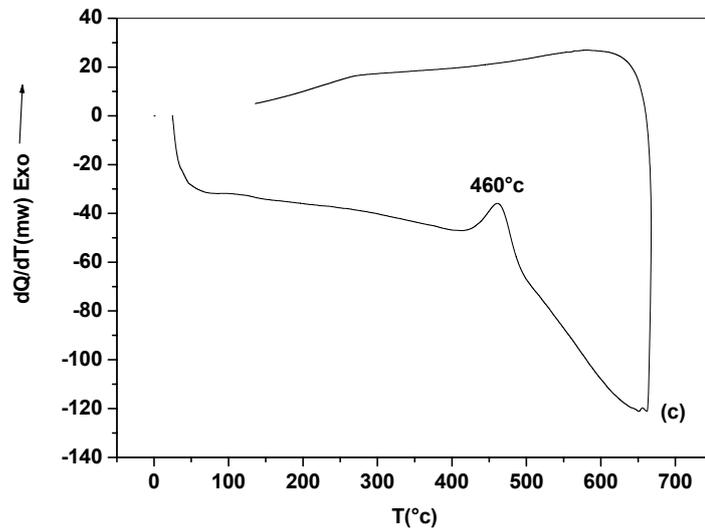
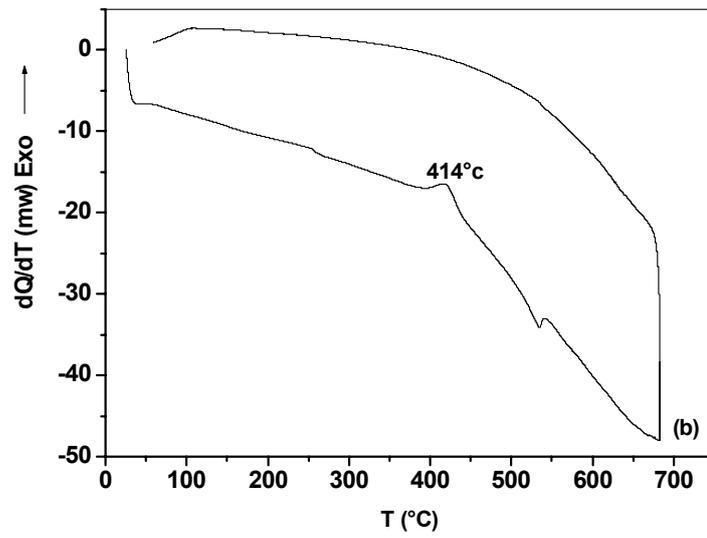
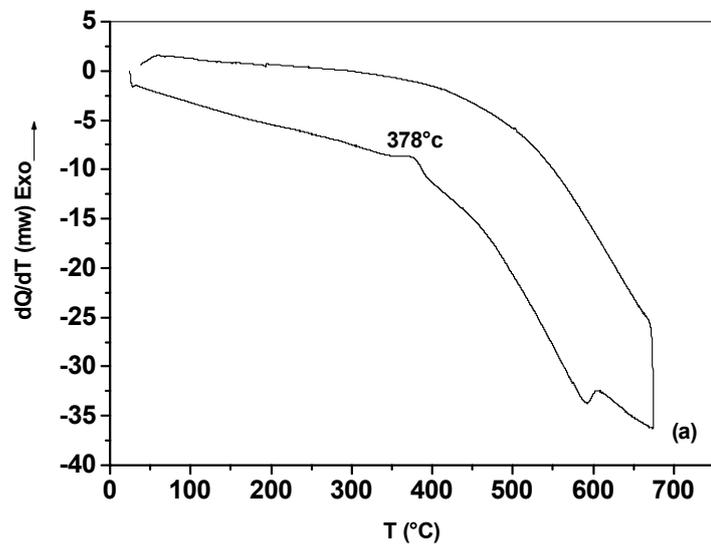


**Fig. 32:** Courbes DSC de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760°C et trempé : V = 10°C/min (a), 15°C/min (b), 20°C/min(c) et 30°C/min (d).

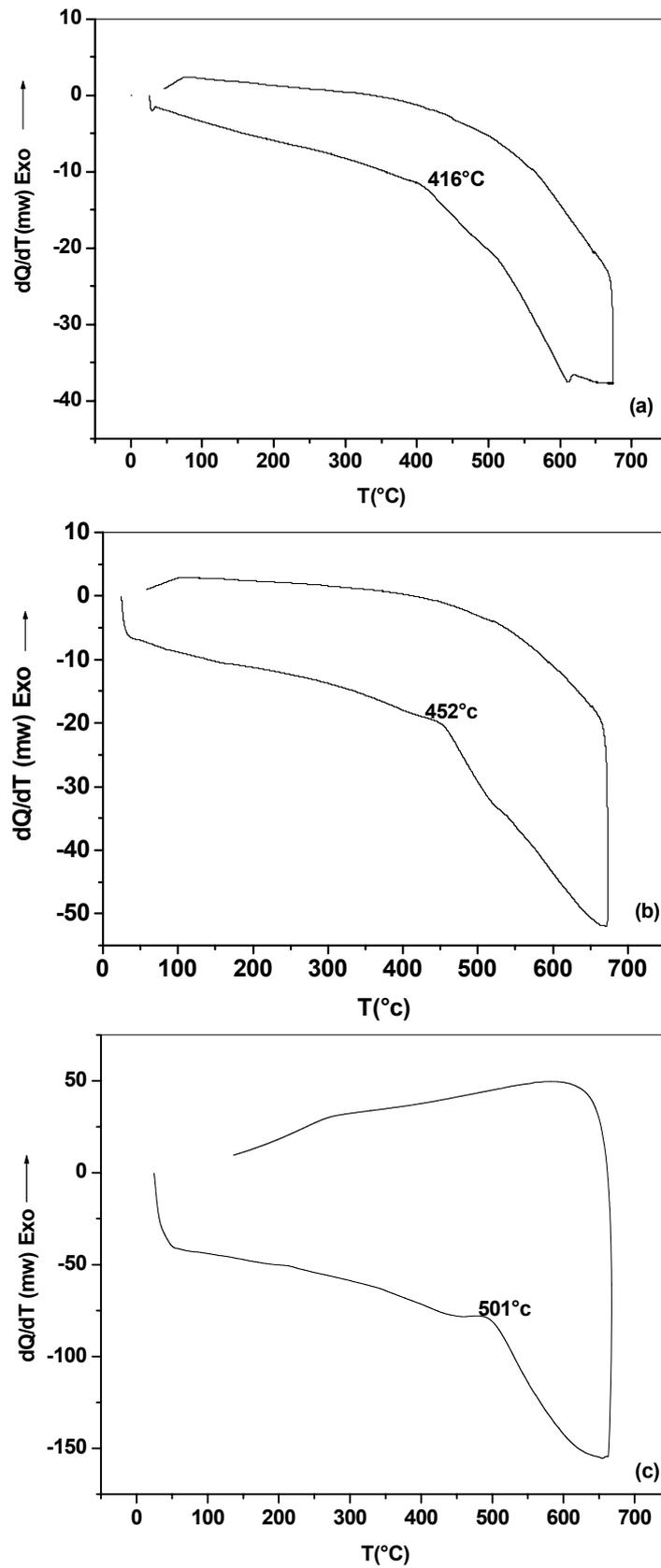
Pour l'échantillon homogénéisé 2h à 760°C, trempé et déformé 60% les courbes DSC avec 1, 5 et 20 °C/min sont présentées sur les figures 33 a, b et c respectivement ; elles présentent au cours du chauffage un pic, dû à la précipitation, situé vers 378, 414 et 460 °C respectivement.

Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et déformé 15% les courbes DSC sont présentées sur les figures 34 a et b, c pour les vitesses 1, 5 et 20°C et leurs pics sont situés 416 °C, 452°C et 501 °C respectivement.

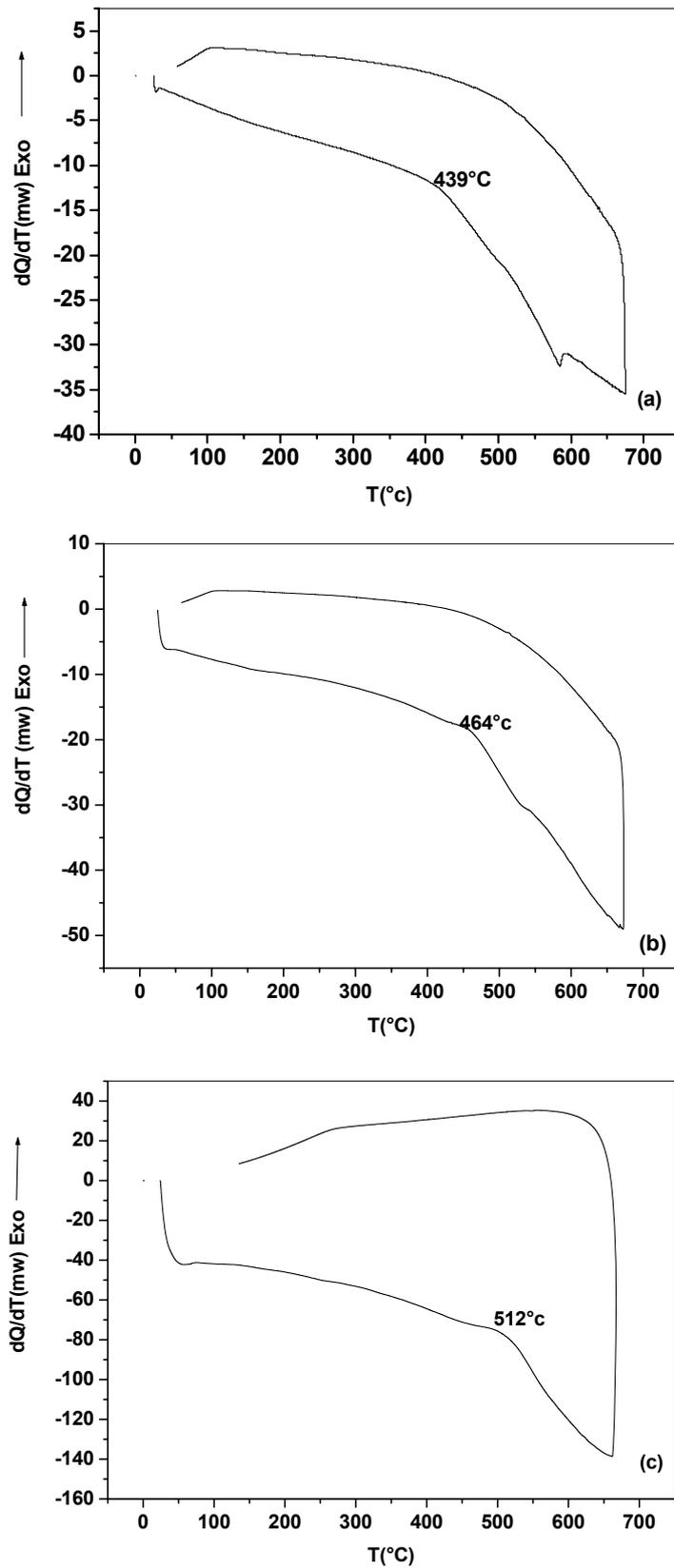
Pour l'échantillon homogénéisé 2h à 760°C, trempé et déformé 10% les courbes DSC sont présentées sur les figures 35 a et b, c pour les vitesses 1, 5 et 20°C/min, avec un pic de précipitation situé vers 439 °C, 464°C et 512 °C respectivement.



**Fig. 33:** Courbes DSC de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760°C, trempé déformé 60%  $V=1^\circ\text{C}/\text{min}$  (a),  $5^\circ\text{C}/\text{min}$ (b) et  $20^\circ\text{C}/\text{min}$ (c).



**Fig. 34:** Courbes DSC de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760 $^{\circ}\text{C}$ , trempé déformé 15% :  $V=1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a),  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (b) et  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (c)



**Fig. 35:** Courbes DSC de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760°C, trempé et déformé 10% :  $V=1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (a),  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (b) et  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (c).

Il faut aussi souligner que le segment de refroidissement de tous les échantillons étudiés ne présente aucune anomalie, conséquence du fait qu'on n'atteint pas 760°C et qu'on ne dépasse pas la limite de solubilité comme dans le cas du cycle thermique appliqué en dilatométrie.

La synthèse de tous ces résultats nous permet d'affirmer que l'effet important de la forte déformation n'est pas observée, à cause certainement du fait qu'on n'atteint pas la température de 711°C au-delà de laquelle il apparaît. Cependant le pic de précipitation est bien présent comme sur les courbes dilatométriques. Donc les résultats de cette étude ne nous aideront pas à comprendre la seconde contraction dilatométrique due à la forte déformation.

Il nous reste l'étude métallographique pour élucider cette énigme.

#### **V-4- Analyse métallographique:**

L'évolution microstructurale et la décomposition de la solution solide sursaturée Cu-7%mass. Ag homogénéisée et trempée a été suivie au cours du vieillissement et du chauffage, et après déformation plastique, par microscopie optique.

Il ne faut pas oublier que l'initiation de la réaction de précipitation discontinue dépend de la structure et de la propriété du joint de grain et de son habilité pour la germination des précipités. Le début de la précipitation discontinue est encore imparfaitement compris, car le mouvement du joint de grain est en relation étroite avec la naissance des premiers germes de précipités.

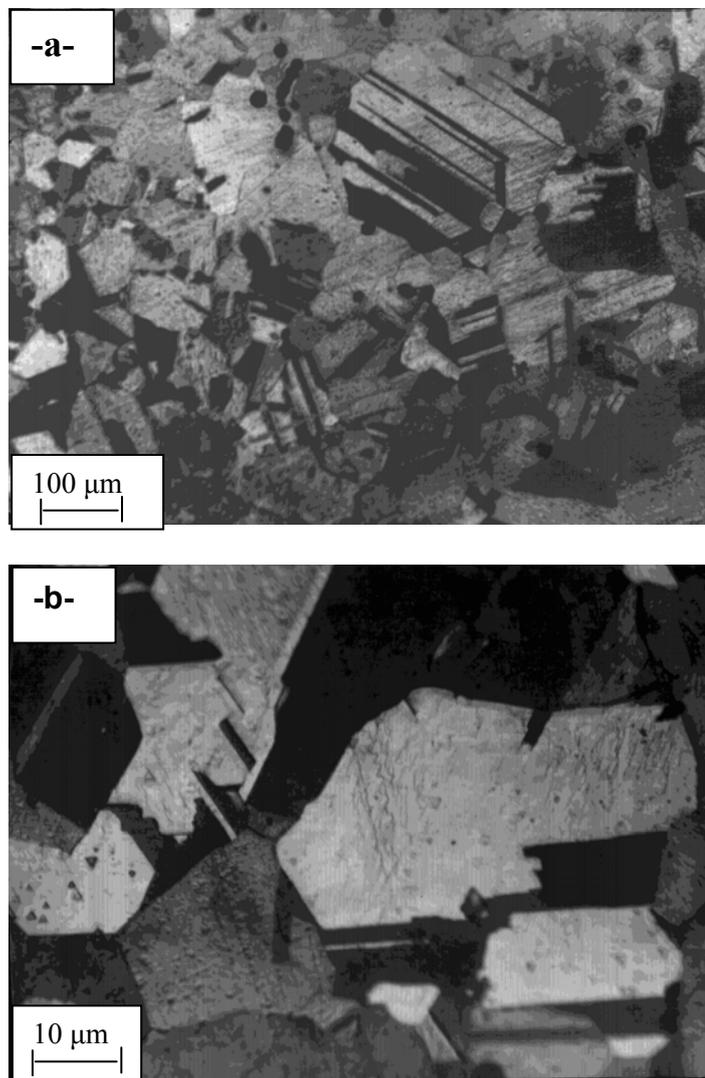
##### **a- Microstructure obtenue à l'état de trempé:**

La microstructure d'un échantillon de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2h à 760-780°C et trempé, est caractéristique d'un système monophasé, formé de grains de tailles différentes et de macles (Fig.36 (a) et (b)).

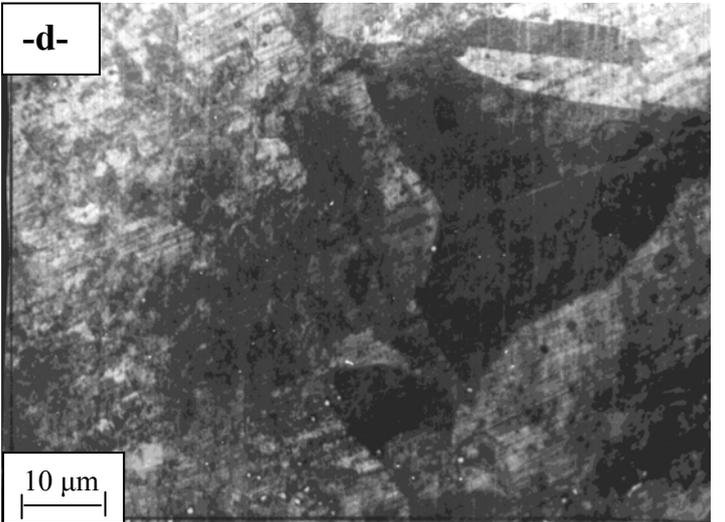
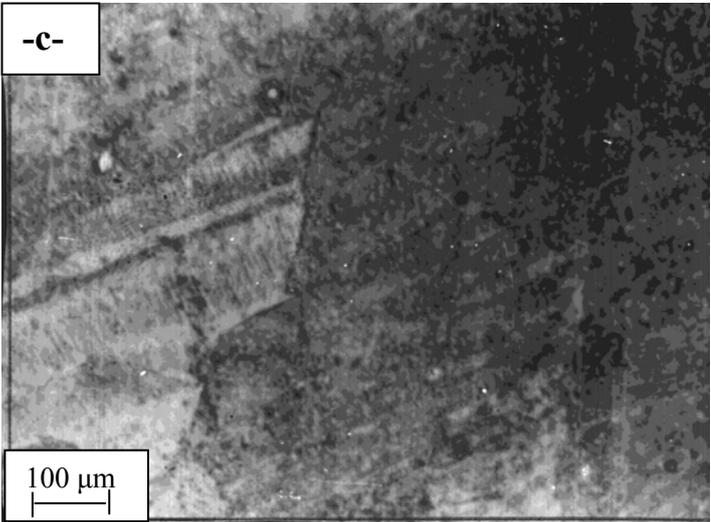
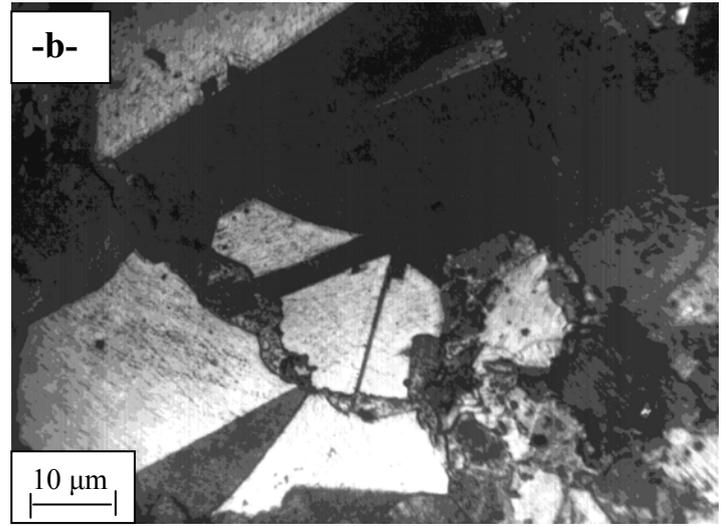
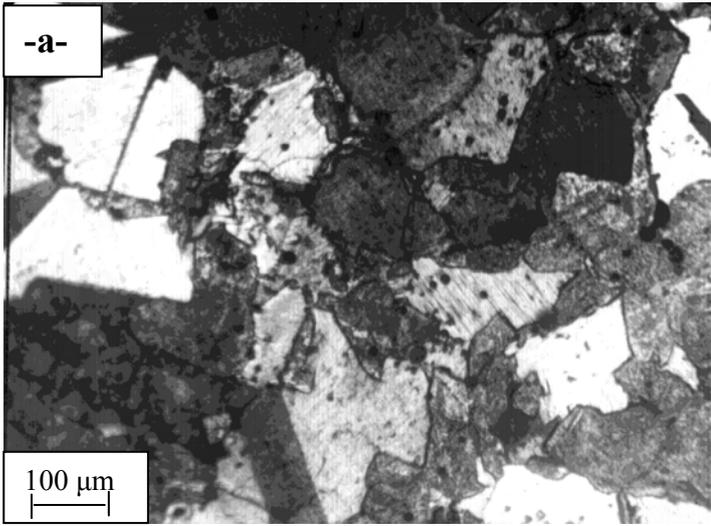
Pour essayer de comprendre l'origine des pics et anomalies observées précédemment, nous avons appliqué le même traitement thermique que celui des analyses dilatométriques et calorimétriques, jusqu'à la température du pic ou de l'anomalie, suivi d'une trempé pour figer la structure obtenue afin de l'observer au microscope optique.

La microstructure l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2h à 780°C, trempé et chauffé de 1 °C/min jusqu'a 401°C (correspondant à la contraction dilatométrique de l'état de trempé) est présentée sur la figure 37 (a-b) ; nous constatons une précipitation abondante de cellules aux joints de grains, ce qui confirme les explications données précédemment.

La microstructure de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2h à 780°C, trempé et chauffé jusqu'a 720°C, est présentée sur la figure 37 (c-d) où il est facile de constater la réduction importante des précipités formés à 401°C (Fig. 37a et b). La deuxième contraction dilatométrique est bien due à la dissolution de la phase précipitée.



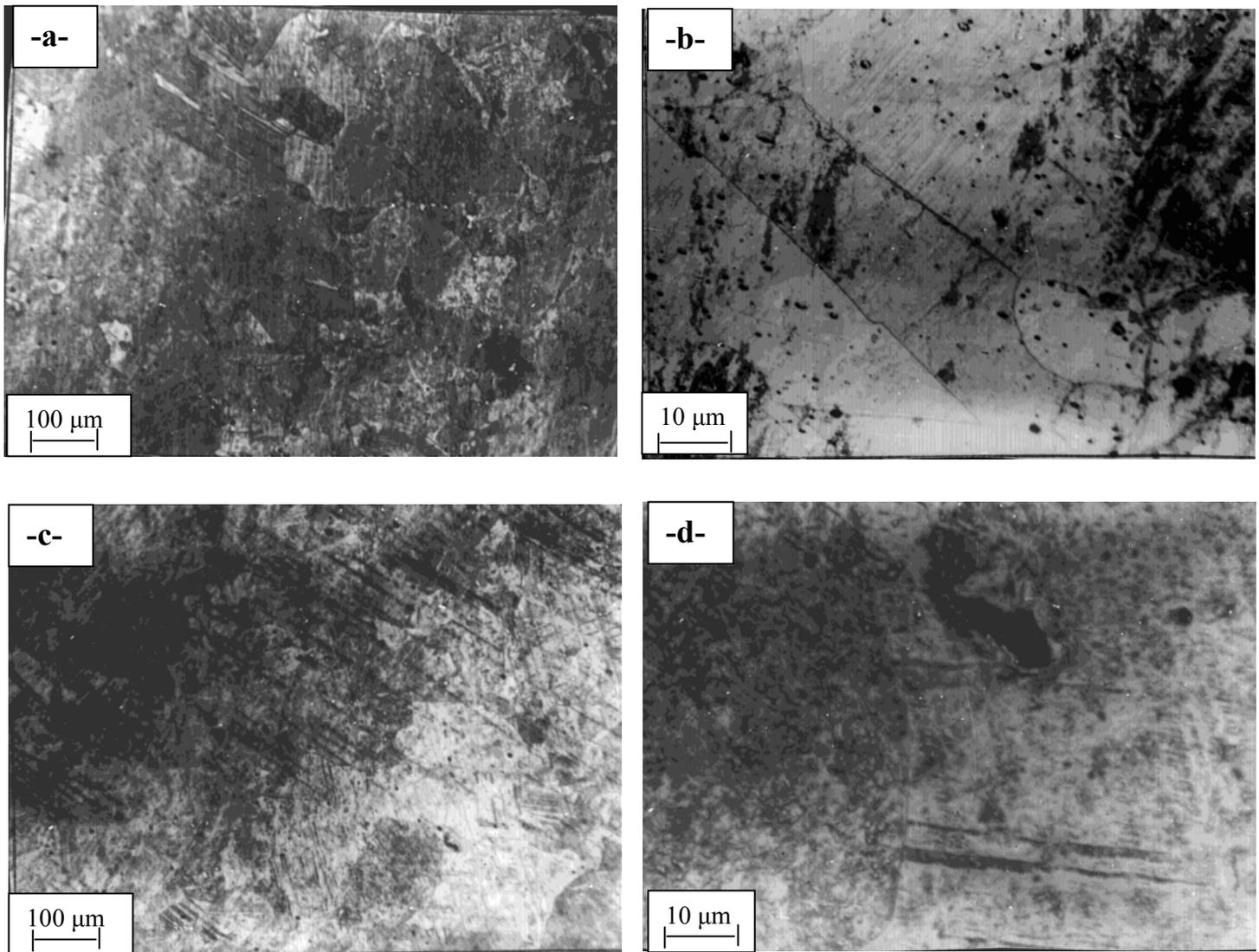
**Fig. 36:** Microstructure de l'échantillon Cu - 7% mass. Ag homogénéisé 2 h à 760 °C et trempé (a et b).



**Fig. 37:** Microstructure des échantillons Cu- 7% mass. Ag homogénéisés 2 h à 780 °C, trempés, chauffés jusqu' à 401°C (a et b) et jusqu'à 720 °C (c et d) avec  $V=1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et trempé.

**b- Microstructure correspondant aux anomalies dilatométriques pour les échantillons déformés 10% et 60%:**

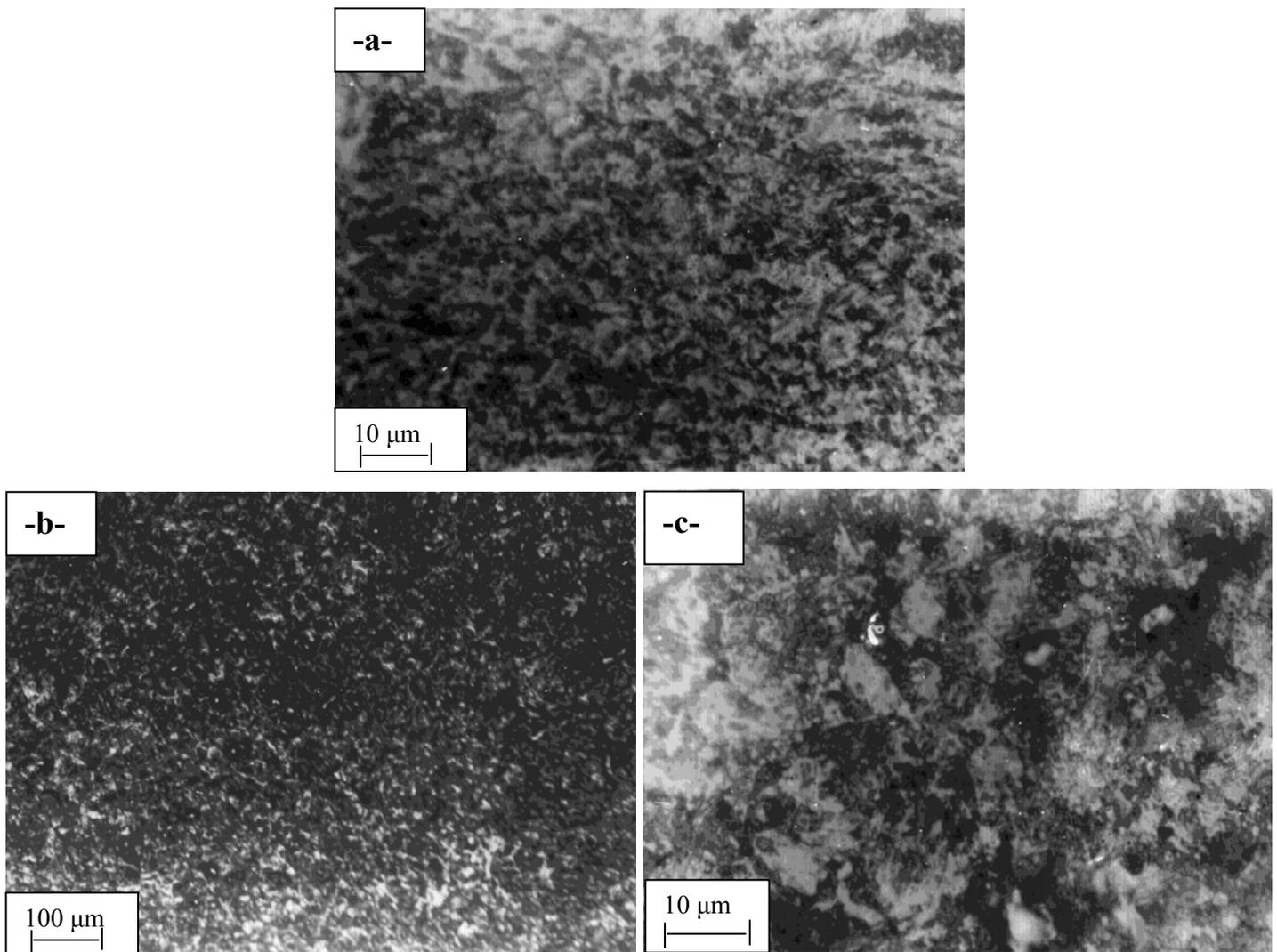
Afin d'essayer de comprendre l'origine et la nature des anomalies observées sur les courbes dilatométriques lors du chauffage continu après déformation, un échantillon a été d'abord homogénéisé 2h à 760 °C, trempé et déformé 10% ; il a ensuite subi le même traitement thermique que ceux des essais dilatométriques, un chauffage jusqu'à  $T=432\text{ °C}$  et  $723\text{ °C}$  avec  $v = 1\text{ °C/min}$  suivi chaque fois d'une nouvelle trempe (Fig. 38 a , b, c et d).



**Fig. 38 :** Microstructure des échantillons Cu- 7% mass. Ag homogénéisés 2 h à 780 °C, trempés, déformés 10%, chauffés jusqu' à 432 °C (a et b) et jusqu' à 723°C (c et d), ensuite trempés.

La microstructure de cet échantillon révèle une structure où on n'observe que des macles et peu de précipités pour les deux températures (Fig. 38 a e t b).

Pour l'échantillon homogénéisé, trempé et déformé 60%, présenté sur la figure (39 a, b et c), le chauffage jusqu'à 386°C montre un affinement de grains où il est difficile d'apprécier la précipitation (Fig. 39 c). En poursuivant le chauffage jusqu'à 733°C, nous remarquons la même chose que dans le cas précédent (Fig. 39 a, b).



**Fig. 39** : Microstructure des échantillons Cu - 7% mass. Ag homogénéisés 2 h à 760 °C, trempés, déformés 60 % et chauffés jusqu'à : 386 °C (a) et 733°C (b e tc)

## **V-5-Etude par diffraction des rayons X :**

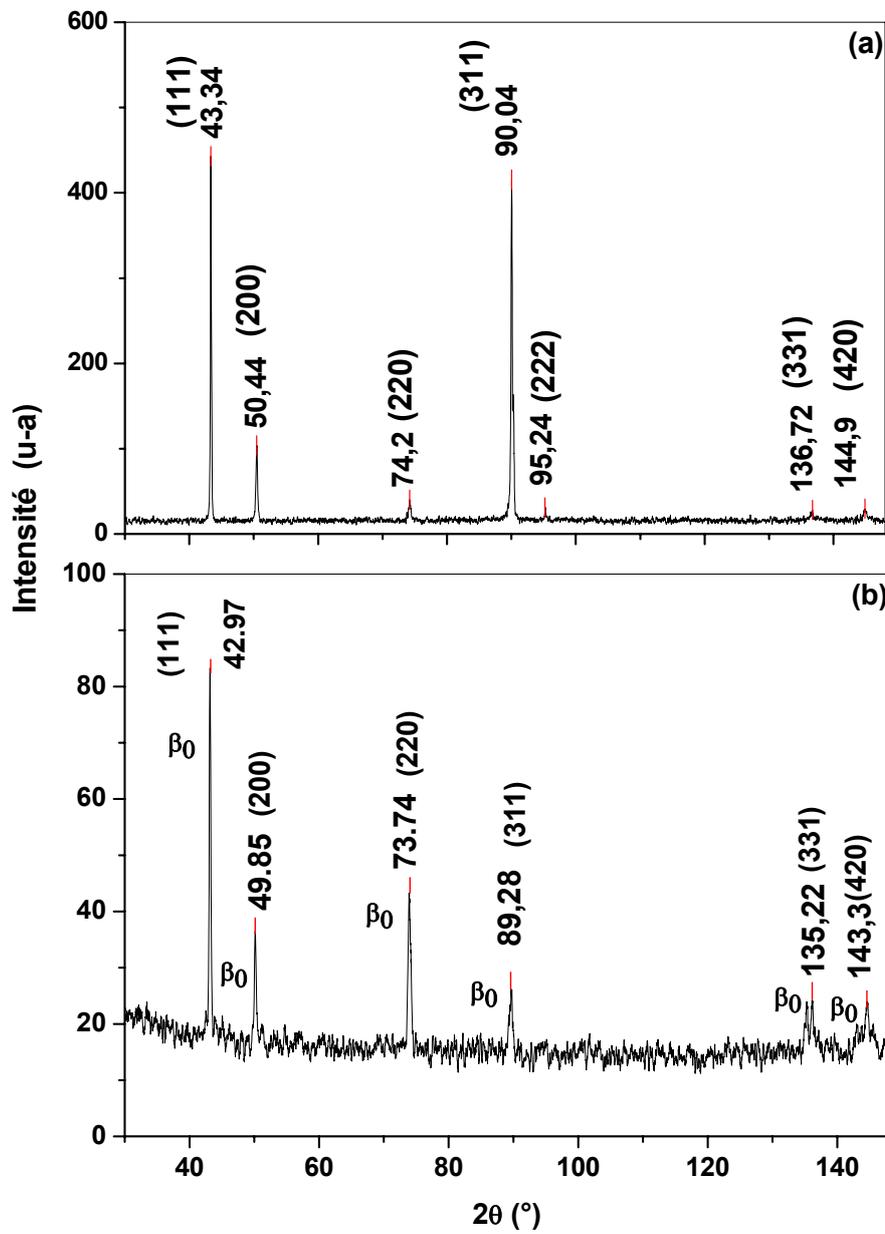
### **a- Cas de l'échantillon trempé :**

Les spectres de diffraction des rayons X du cuivre pur et de l'échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2h à 760 °C et trempé, sont présentés sur la figure 40. Ils sont pratiquement identiques, du point de vue nombre et position des pics de diffraction. Cependant, on constate que les pics de la solution solide sursaturée  $\beta_0$  (à base de cuivre) ont un décalage vers les petits angles par rapport à celui du cuivre pur, ceci traduit l'augmentation de la maille de la solution solide qui provoque une expansion de l'échantillon. Cette expansion provient de l'entrée de tous les atomes d'argent dans les réseaux cristallins du cuivre lors de l'homogénéisation ; le rayon atomique de l'argent (1,44 Å) étant supérieur à celui de cuivre (1,28 Å).

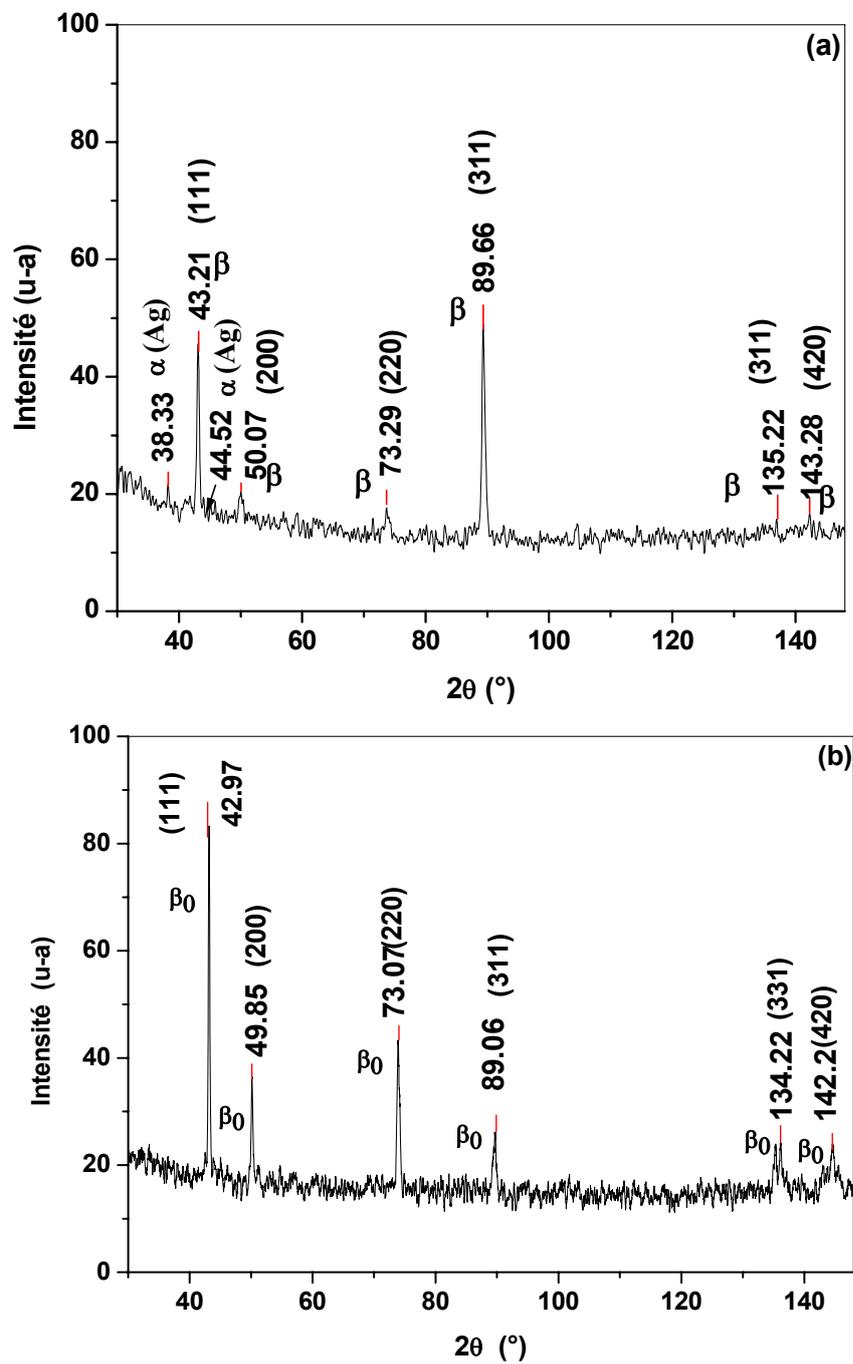
### **a- Cas des échantillons trempés et déformés 10% et 60% :**

L'analyse par DRX d'un échantillon homogénéisé, trempé et déformé de 10%, chauffé jusqu'à  $T=432^\circ\text{C}$  et jusqu'à  $723^\circ\text{C}$  (correspondant à la contraction et à l'expansion observées sur la courbe dilatométrique respectivement) et trempé donne les spectres de diffraction de la figure 41. On y voit les pics de la solution riche en cuivre et les deux premiers pics de la phase précipitée riche en argent ; c'est pour cette raison qu'on a observé une contraction sur la courbe dilatométrique due à la précipitation.

Par contre le paramètre cristallin à  $723^\circ\text{C}$  est aussi difficile à calculer. Cependant, le décalage des pics indique une augmentation du paramètre cristallin donnant une expansion à l'échantillon, constatée sur la courbe dilatométrique à  $723^\circ\text{C}$  et confirme donc la dissolution.

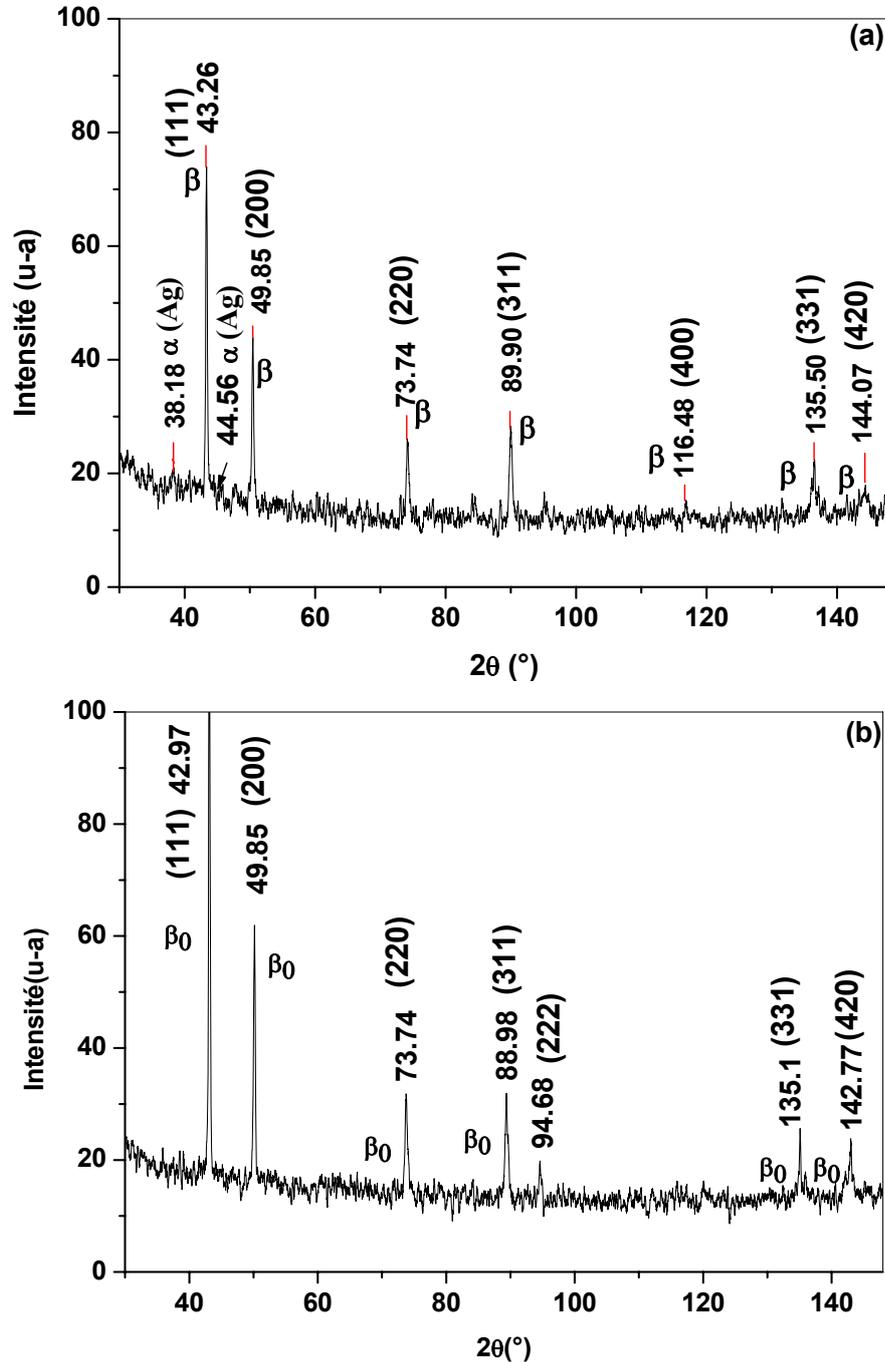


**Fig. 40** : Spectres de diffraction des rayons X du cuivre pur (a) et d'un échantillon Cu-7% mass. Ag homogénéisé 2h à 760 °C et trempé (b).



**Fig. 41** : Spectres de diffraction des rayons X d'un échantillon de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé, trempé, déformé 10%, ensuite chauffé jusqu'à  $T = 432^\circ\text{C}$  (a) et jusqu'à  $T = 723^\circ\text{C}$  (b) et trempés de nouveau.

Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons homogénéisés, trempés et déformés 60%, ensuite chauffés jusqu'à  $T = 386\text{ °C}$  (a) et jusqu'à  $T = 733\text{ °C}$  (b) et trempés de nouveau, sont pratiquement identiques aux précédents (cas des échantillons déformés 10%) (Fig. 42 (a, b)).



**Fig. 42 :** Spectres de diffraction des rayons X d'un échantillon de l'alliage Cu-7% mass. Ag homogénéisé, trempé, déformé 60%, ensuite chauffé jusqu'à  $T = 386\text{ °C}$  (a) et jusqu'à  $T = 733\text{ °C}$  (b) et trempés de nouveau.

#### V-6- Mesures de la microdureté (Hv):

La microdureté mesurée à l'état de trempe est égale à 54 Hv.

Les évolutions de la microdureté de plusieurs états, avant et après attaque chimique respectivement, sont présentées dans le tableau suivant:

Etat de l'échantillon	Hv (N/mm <sup>2</sup> ) avant l'attaque chimique	Hv (N/mm <sup>2</sup> ) après l'attaque chimique
déformé 10%, ensuite chauffé jusqu'à 415°C avec Vc=1°C/min et trempé	134,85 + 4,94	120,24 + 1,52
déformé 10% chauffé jusqu'à 700°C avec Vc=1°C/min et trempé	80,83 + 2,19	80,85 + 2,66
déformé 60% ensuite chauffé jusqu'à 389°C avec Vc=1°C/min et trempé	116,12 + 2,02	127,03 + 1,14
déformé 60% ensuite chauffé jusqu'à 720°C avec Vc=1°C/min	93,15 + 3,03	86,79 + 3,42
trempé ensuite chauffé jusqu'à 410°C avec Vc=1°C/min	99,14 + 5,26	103,36 + 3,31
trempé ensuite chauffé jusqu'à 715°C avec Vc=1°C/min	85,62 + 1,32	84,33 + 0,43

Ce tableau nous permet de tirer les conclusions suivantes:

- une petite différence des valeurs de la microdureté a été constatée avant et après attaque chimique, ce qui est normal à cause de l'effet d'attaque,

-la microdureté est plus élevée dans l'état des échantillons déformés que pour le cas des échantillons à l'état de trempe.

## **V-7- discussion et synthèse des résultats:**

L'évolution de la microstructure au cours du vieillissement « anisotherme » (au cours des essais dilatométriques et calorimétriques) était difficile à expliquer, à cause des nombreuses et diverses anomalies et effets observés. Cependant, l'étude métallographique et plus précisément les observations au microscope optique ont permis de mettre en évidence le développement des phénomènes de précipitation et de recristallisation, surtout pour les forts taux de déformation (60%).

L'élévation de la vitesse de chauffage lors des revenus anisothermes (essais calorimétriques et dilatométriques) a provoqué un déplacement des anomalies et effets observés vers les hautes températures. Ce déplacement s'explique par une addition des temps d'incubation si on considère le revenu anisotherme comme une infinité de revenus isothermes avec des temps de maintiens très petits.

Par ailleurs ; Il faut souligner que les autres taux de déformations (10, 15%) n'ont pas une grande influence sur le comportement dilatométrique, apparemment le phénomène de recristallisation ne s'est pas déclenché. Ce qui est certainement dû à ces taux pas assez élevés. Par contre pour la forte déformation (60%) on a remarqué l'apparition d'une contraction au lieu d'une expansion vers 733 °C. Si on avait expliqué l'expansion par le phénomène de dissolution (cas de l'échantillon de trempe), cette nouvelle contraction est difficile à expliquer. Seule la microscopie optique a révélé un affinement de la structure dû sans aucun doute à une recristallisation primaire.

L'étude par analyse dilatométrique a donc permis d'observer des anomalies identiques à celles d'une transformation allotropique, qui correspondent au début de formation de la phase précipitée qui est en fait une deuxième solution solide. La présence des précipités a été confirmée par observation de la microstructure de l'état correspondant à cette anomalie. Il faut rappeler que lors d'une transformation allotropique la seconde phase est de structure différente.

L'étude par analyse calorimétrique différentielle a confirmé la précipitation et non la dissolution, à cause de la limitation en température.

## Conclusion

Cette étude a été consacrée à l'effet de différents traitements thermiques sur les courbes dilatométriques et calorimétriques ainsi qu'à celui de la déformation plastique sur la précipitation discontinue et la recristallisation de l'alliage Cu-7% mass. Ag.

Dans un précédent travail on a pu mettre en évidence une anomalie dilatométrique identique à celle d'une transformation allotropique due à la formation d'une nouvelle solution solide, pourtant de même structure cristallographique (CFC).

On a donc essayé de confirmer ce résultat en variant la vitesse de chauffage de la plus petite (1°C/min) à la plus grande (30°C/min); on a ensuite déformé trois échantillons homogénéisés, trempés et déformés de 10, 15 et 60 % (par réduction d'épaisseur), auxquels on a appliqué les mêmes cycles thermiques.

Les nombreux résultats expérimentaux obtenus ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- 1 - la réaction de précipitation dans cet alliage reste discontinue,
- 2 - l'étude par analyse dilatométrique a permis d'observer des anomalies identiques à celles d'une transformation allotropique, qui correspondent au début de formation de la phase précipitée, quelque soit la vitesse de chauffage utilisée,
- 3 - l'étude par analyse calorimétrique différentielle a confirmé la présence de la phase précipitée qui est observée par l'analyse métallographique,
- 4 - l'illustration de l'effet de la déformation plastique sur les courbes dilatométriques dans le cas des fortes déformations ( $\varepsilon = 60\%$ ), par l'apparition d'une contraction au lieu d'une expansion, sans altérer la précipitation,
- 5 - les résultats de la microdureté obtenue montrent que plus la déformation augmente plus la dureté augmente.

Cependant, l'effet de la déformation plastique reste difficile à expliquer et nécessite de nouvelles techniques et des investigations complémentaires.

## Références

- [1] D. Hamana, L. Boumaza, "Precipitation mechanism in Ag-8 wt. % Cu alloy" .(2009) 217-223
- [2] N. Agreew, G. Sachs, Z. Phys, 66, (1930) 293.
- [3] N. Agreew, M. Hansen, G. Sachs, Z. Phys, 66, (1930) 350.
- [4] W. Gust, Phase transformation, Series 3, n°11, Vol 1, The Institute of Metallurgists (Eds), the chamelon press, London (1979) 1127.
- [5] E.Hornbogen, Met.Trans., 3, (1972) 2717.
- [6] C. Zener, Trans. AIME, 167, (1946) 550.
- [7] M. Hillert, Jernkont. Ann., 141 (1957) 757.
- [8] M.P. Puls, J.S. Kirkaldy, Met. Trans., 3, (1972) 2777.
- [9] J.W. Cahn, Acta. Met., 7, (1959) 18.
- [10]H.Bohm,Z.Metallk., 52, (1961) 564.
- [11] V.A. Philips, Trans. AIME, (1964) 230,967.
- [12] G. Meyrick, Scripta Met., 10 (1976) 646.
- [13] M.R. Plitcha, H.I. Aronson, J.C. Williams, G.W. Franti, Scripta. Met., 13, (1979) 407.
- [14] M.N. Thomson: PhD thesis, University of Cambridge (1971).
- [15] W. Gust,B.Predel,U.Roll,Z.Metalluknd,68, (1977) 117.
- [16] W. Gust, Phase Transformation, series3, N.11, 1, The Institute of Metallurgists(eds),The Chamelon Press (1979) 1127.
- [17] I. Mana, S.K. Pabi, W. Gust, Acta Metall. Mater, 39, (1991) 1489.
- [18] D. Hamana, Z. Boumerzoug, A. Metallkd., 85, (1994) 476.
- [19] K. N.Tu, D. Turnbull, Acta Met., 15, (1967) 369.
- [20] K. N. Tu, D. Turnbull, Acta Met., 15, (1967) 1317.
- [21] K. N. Tu, Met.Trans., 4, (1972) 1919.
- [22] B. Forest, M. Biscondi, Met. Sci., 12, (1978) 202.
- [23] J. K. lee, H. I. Aaronson, Acta, Met, 23, (1975) 799.
- [24] W. C Johnson, C. L. White, P. E. Math, P. K.Ref, S. M. Tuominen, K. C. Russel, H. I. Aarnason, Met. Trans., 6A, (1975) 911.
- [25] A. Bouzaher, J. P. Simon, scripta. Metall, 16, (1982) 687.
- [26] L. G. Solorzano, G. R. Purdy, G. C. Weathery. Acta. Met, 32,10, (1984) 1709.

- [27] R. A. Fournelle, J. B. Clark, *Met. Trans.*,3, , (1972) 2757.
- [28] A. Roos et B. Milet, *Précis de métallurgie appliquée, techniques et documentation Lavoisier*, (1982) 137.
- [29] G. Benard, A. Michel, J. Talbop, *Métallurgie générale*, Masson, (1969) 258.
- [30] V. V. Balasubrahmanyam and S. P. GUPTA *acta metall.* 37, 1, (1989) 291.
- [31] M. Hillert, "The mecanisme of phase transformations incristalline solids", *The Institute of Metals*, (1969) 231.
- [32] C. Zener, *Trans. AIME.* 167, (1946) 550.
- [33] J. Burke, *La cinétique de changement des phases dans les métaux*, Masson (1968) 112.
- [34] H. I. Aaranson and Y. C. Liu, *Scr. Met*, 2, 1 (1968).
- [35] J. S. Kirkaldy. " Decomposition of Austenite by diffusional process", New York. (1962) 39.
- [36] K. Lucke, *Z. Metalkd*, , 1, (1961) 52.
- [37] J. Peterman, E. Hornbbogen, *Z. Metalkd*, 59, (1968) 814.
- [38] D.Hamana,"Influene des contraintes et dynamiques sur la cinétique de précipitation des solutions solides sursaturées". Thèse de doctorat, Université de Kharkov(Urss), (1983).
- [39] S.Choutri."Interaction joint de grain-précipité au cours de la précipitation cellulaire", mémoire de magister, Université de Constantine, (1989).
- [40] B.Saheb,"Etude des mecanismes de précipitation cellulaire dans les alliages Cu-9% mass.Sb et Cu-15%mass.In", mémoire de magister, Université de constantine,(1994).
- [41] M.Hachoufe."Effet de l'addition du bismuth sur les deux réaction de précipitation discontinue dans l'alliage Cu-9% mass. Sb", mémoire de magister, Université de Constantine,(2001).
- [42] A. Ayadi."Influence de la vitesse de chauffage sur les transformation dans les alliages Cu-15% mass.In, Cu-7% mass. Ag et Ag-8% mass. Cu", mémoire de magister, Université de Constantine,(2006).
- [43] Z.Beskri."Infleunce réciproque des deux solutions solides Ag-8% mass .Cu et Cu-7% mass. Ag sur leur propre dilatation thermique", mémoire de magister, Université de Constantine,(2009).

- [44] Y. adda, J. M. Dubouy, J. philiber, Y. Qyre, Elément de métallurgie physique, tome 5 : Déformation physique, INSTN. CEA, (1991) 5.
- [45] J. E. Bailey and P. B. Hirsch, Proc Roy Soc, (1962) 267.
- [46] K. Lucke. H. O. Stuwe, Acta Metall, 19, (1971) 1087.
- [47] M. L. Kromberg, F. H. Wilson, Trans Aime, 185, (1949) 501.
- [48] M. Hillert, Acta. Metall, 13, (1977) 227.
- [49] N . K. Gobran, F. M. Mansy, S. S. Hanza, Phys.Status Solidi, A6 ,2(1), (1983) 81.
- [50] D. Hamana, H. Choutri, scripta Met., 25, (1991) 859.
- [51] D. Turnbull, Acta Met., 3, (1955) 55.
- [52] R. D Doherty et R. Cahn ; J. Less Common Metals., 28, (1972) 279.
- [53] F. J. Humphreys ; Acta Metallurgica., 25, (1972) 1323.
- [54] S. Nebti, Thèse de Magistère, Université de Constantine (1995).
- [55] Le Centre d'information du Cuivre, Laitons et Alliages (<http://fr.wikipedia.org/wiki/Cuivre>).
- [56] New-Metall développement et distribution de produits semi-finis pour l'industrie, [www.cuivre.org](http://www.cuivre.org)
- [57] [http://www.cnam.fr/cacemi/Demonstration/fichiers\\_site/diagramme/poly5/m5.pdf](http://www.cnam.fr/cacemi/Demonstration/fichiers_site/diagramme/poly5/m5.pdf)
- [58] C. Wagner, Thermodynamic of Alloys, Addison-Wesley Press Inc., Cambridge, (1952).
- [59] R. Hultgren, P.D. Desai, D.T. Hawkins, M. Gleiser, K.K. Kelly, Selected Values of Thermodynamics.
- [60] T.B. Massalski (Ed.), Binary Alloy Phase Diagrams, vol. 1, Am. Soc. for Metals, (1986) 19.
- [61] T. Iida, R.I.L. Guthrie, The Physical Properties of Liquid Metals, Clarendon Press, Oxford,( 1993).
- [62] L. Pauling, Nature of the Chemical Bonding, Cornell University Press, Ithaca, NY, (1960).
- [63] J.B. Liu a, L. Menga, Y.W. Zeng ,College of Materials Science and Chemical Engineering, Zhejiang University (2006).
- [64] R. Wirth, H. Gleiter, Acta Metall, 29, (1981) 1825.
- [65] Z. Boumerzoug, Thèse de Doctorat d'état, Université de Constantine, (1998).
- [66] W. Fraenkel, Zur Kenntnis der Vorgänge bei der Entmischung übersättigter Mischkristalle, Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie, 154, (1926) 386-394.

- [67] A.L. Norbury, The effect of quenching and tempering on the mechanical properties of standard silver, *Journal of the Institute of Metals*, 39, (1928) 145-172.
- [68] C.S. Barrett, H.F. Kaiser, R.F. Mehl, Studies upon the Widmanstätten structure, VII The copper-silver system, *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 117, (1935) 39-60.
- [69] M. Cohen, Aging phenomena in a silver-rich copper alloy, *Transactions of the American Institute of Mining and Metallurgical Engineers*, 124, (1937) 138-157.
- [70] F.W. Jones, P. Leech, C. Sykes, Precipitation in single crystals of silver-rich and copper-rich alloys of the silver-copper system, *Proceedings of the Royal Society of London, Series A*, 181, (1942) 154-168.
- [71] M.L.V. Gayler, W.E. Carrington, Metallographic study of the precipitation of copper from a silver-rich silver-copper alloy, *Journal of the Institute of Metals*, 73, (1947) 625-639.
- [72] R.G. Rose, The precipitation of copper from a silver-5.5% copper solid solution at 220 °C, *Acta Metallurgica*, 5, (1957) 404-405.
- [73] W.Leo, Elektronenmikroskopische Untersuchungen zur Ausscheidung in aushärtbaren Silber-Kupfer-Legierungen, *Zeitschrift für Metallkunde*, 58, (1967) 456-461.
- [74] B. Predel, H. Ruge, Untersuchung der Kinetik der diskontinuierlichen Entmischung übersättigter Silber-Mischkristalle, *Zeitschrift für Metallkunde*, 59, (1968) 777-781.
- [75] W. Scharfenberger, G. Schmitt, H. Borchers, Über die Kinetik der diskontinuierlichen Ausscheidung der Silberlegierung mit 7,5 Gew.-%Cu, *Zeitschrift für Metallkunde*, 63, (1972) 553-560.
- [76] A. Pawlowski, Discontinuous precipitation in deformed FCC solid solution, *Scripta Metallurgica*, 13, (1979a) 785-790.
- [77] A. Pawlowski, Changes of free energy in the process of discontinuous precipitation in deformed FCC solid solution, *Scripta Metallurgica*, 13, (1979b) 791-794
- [78] R. Raty Miek, H. M. Oja, "Sources of Physics Teaching Part 1 and 2" September (1968)
- [79] A.Feriel, " Influence de la déformation plastique sur la dilatation thermique des alliages a base de cuivre", mémoire de magister, Université de Constantine, (2002).

# Detailed study of dilatometric anomalies and calorimetric effects of Cu-7% mass.Ag alloy

## Abstract

This study examined the effect of different treatments on dilatometric and calorimetric curves, as well as that of plastic deformation on discontinuous precipitation and recrystallization of Cu-7 wt. %. Ag.

In a previous work we have shown a dilatometric anomaly identical to that of an allotropic transformation due to the formation of a new solid solution, with the same crystal structure (CFC).

We therefore tried to confirm this result by varying the heating rate from the lowest (1 ° C / min) at the highest (30 ° C / min). Moreover we deformed (10, 15 and 60 % by reduction in thickness), and applied the same thermal cycles.

Obtained experimental results have confirmed the presence of the anomaly identical to that of an allotropic transformation, which corresponds to the beginning of formation of the precipitated phase, whatever the used heating rate and the change of the dilatometric behaviour curve in the case of a strong deformation ( $\epsilon = 60\%$ ) by the appearance of a contraction instead of expansion, without altering the effect of precipitation.

**Keywords:** discontinues precipitation, dilatometric analysis, DSC, plastic deformation, recrystallization.

## دراسة مفصلة لتشوهات التمدد الحراري و التأثيرات الحريري للسيكة

### Cu-7% mass. Ag

#### الملخص

تناولت هذه الدراسة تأثير مختلف المعالجات الحرارية على منحنيات التمدد الحراري الطولي و التحليل الحريري و كذاك تأثير التشوه اللدن على الترسبات غير المستمرة و إعادة البلورة للسيكة Cu-7% mass. Ag.

لقد اثبت مسبقا وجود انحراف حراري طولي مشابه للتحويل التاصلي الناتج عن ظهور طور جديد بالرغم من ان لها نفس البنية البلورية (CFC).

وبالتالي حاولنا إثبات هذه النتيجة بالتغيير في سرعة التسخين من 1°C/min إلى 30°C/min

و بعد ذلك شوهدنا ثلاث عينات بعد تجنيبها و سقايتها من 10, 15, 60 %

أثبتت النتائج التجريبية الجديدة المحصل عليها ظهور تشوهات مشابهة للتحويل التاصلي المتعلقة في البداية بظهور الطور المترسب مهما كانت سرعة التسخين المستعملة و التغييرات الحاصلة في منحنيات التمدد الحراري الطولي في حالة التشوهات الكبيرة (ε=60%) بظهور تقلص عوضا عن ظهور تمدد دون تجاهل التأثير في عملية الترسب.

**الكلمات المفتاحية:** الترسب غير المستمر, التمدد الحراري الطولي, التمدد الحراري التفاضلي, التشوه اللدن, إعادة البلورة.

## Résumé

Cette étude a été consacrée à l'effet de différents traitements thermiques sur les courbes dilatométriques et calorimétriques ainsi qu'à celui de la déformation plastique sur la précipitation discontinue et la recristallisation de l'alliage Cu-7% mass. Ag.

Dans un précédent travail on a pu mettre en évidence une anomalie dilatométrique identique à celle d'une transformation allotropique due à la formation d'une nouvelle solution solide, pourtant de même structure cristallographique (CFC).

On a donc essayé de confirmer ce résultat en variant la vitesse de chauffage la plus petite (1°C/min) à la plus grande (30°C/min); en suite on a déformé trois échantillons homogénéisés et trempé de 10, 15 et 60% (par réduction d'épaisseur), auxquels on a appliqué les mêmes cycles thermiques.

Les nombreux résultats expérimentaux obtenus ont permis de confirmer l'apparition des anomalies identiques à celle d'une transformation allotropique, qui correspondent au début de formation de la phase précipitée, quelque soit la vitesse de chauffage utilisée et le changement du comportement dilatométrique dans le cas des fortes déformation ( $\epsilon = 60\%$ ), par l'apparition d'une contraction au lieu d'une expansion, sans altérer l'effet de la précipitation.

**Mots clés :** précipitation discontinue, analyse dilatométrique, DSC, déformation plastique, recristallisation.