

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DES MINES ET METALLURGIE

ENSM-annaba-



DÉPARTEMENT SCIENCE ET GÉNIE DES MATÉRIAUX

Mémoire de fin d'études

INGENIEUR

**THEME :**

*Analyse de l'adoucissement induit par restauration  
statique dans les microstructures d'alliages  
d'aluminium de nuance Al 2024*

**Présenté(e) par :** Melle.TIR Imane

**Encadré(e) par :** Dr. N. MATOUGUI & Dr. B. MEHDI

**Membres du jury :** Pr. M. RETIMA  
Dr. M. BELHANI

Septembre 2017

# Dédicaces

*Je dédie ce travail à:*

*A mes chers parents: Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.*

*A ma Grand-Mère, Qui m'a accompagné par ses prières, sa douceur, puisse Dieu lui prêter longue vie et bcp de santé et de bonheur dans les deux vies.*

*A ma très chère sœur Soumia, son mari Redha.*

*A mes très chers sœur: Ilhem et Rania.*

*A mes très chers frères Taher et khaled et leurs épouses.*

*À mes Chers petit neveux et nièces : Sirine ,Taha ,Khawla ,Rym ,Anes.*

*A mes cousines :Souha ,Safa ,Radja ,Nihal ,Norhane ,Romayssa.*

*A mes chères ami(e)s: Boutyy, Tikou ,Sara ,Meryem ,Imy, Imen Bassem, Oussama ,Ilyes ,Faouzi : En témoignage de l'amitié qui nous uni et des souvenirs de tous les moments que nous avons passé ensemble, je vous souhaite une vie pleine de santé et de bonheur.*

*A tous mes amis avec lesquels j'ai partagé mes moments de joie et de bonheur.*

*"Que toute personne m'ayant aidé de près ou de loin, trouve ici l'expression de ma reconnaissance."*

## **Remerciements**

*Tout d'abord, je remercie Dieu tout puissant qui m'avoir donné la patience et m'a guidé vers le bon chemin.*

*Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à mes encadreur de mémoire de fin d'étude d'ingénieur :*

***Dr. Matougui Nadjoua et Dr. MEHDI Brahim.***

*Je les remercie de m'avoir encadré, orienté, aidé et conseillé*

*J'ai apprécié leurs soutiens et patience tout au long de mon durée de mon stage. je vous s'exprime mes gratitude et ma grande estime.*

*Aux membres du jury*

***Pr. RETIMA Mohamed et Dr. Belhani Mehdi***

*Messieurs les jurys, vous ma fait un grand honneur en acceptant de juger ce travail.*

*Mes sincères remerciements vont aussi à :*

***KHARROUBA Nabil et RABAH Lyacine***

*chercheurs au CRTI pour l'encouragement, la gentillesse, et pour leurs précieuses aides et conseils.*

*Je tiens à remercier tous mes professeurs et enseignants qui ont participé à ma formation et m'ont donné les outils et les connaissances, tout au long de mes années d'étude.*

**Résumé:** L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence de l'adoucissement statique par restauration et /ou recristallisation sur les microstructures de déformation d'alliages d'Aluminium de type *Al 2024* largement utilisé dans l'industrie aéronautique. La Compréhension du phénomène d'adoucissement induit par la cinétique de restauration et recristallisation statiques après différents taux de déformation s'avère un outil majeur, afin d'optimiser les propriétés mécaniques et les microstructures de ces alliages au cours de leurs mise en forme. En plus, l'effet de l'adoucissement observé dans certaines conditions de traitement de recuit après déformation, mènera à mieux cerner le développement lent ou rapide des grains restaurés et/ou recristallisés. Cependant, les évolutions des propriétés mécaniques et microstructurales des échantillons déformés en laminage ( $\epsilon < 1$ ) avant, pendant et après le traitement de restauration seront réalisés en se servant par des caractérisations de micro dureté Vickers et une analyse microscopique.

**Mots-clés :** Aluminium, microstructure, adoucissement statique, restauration.

**Abstract:** This work aims to analyze the effect of static softening during recovery on Aluminum alloys; and therefore optimize the mechanical properties and microstructures of these alloys during their cold-working. To understand this phenomenon within the range of temperature [200300] degrees after a cold plastic deformation lower than  $\epsilon < 1$  to. It's interesting to deduct the *Avrami* kinetics in different states and at the microscopic scale the slow or rapid development of the softened grains. However, the control of all measurements after the static recovery will be carried out using Vickers microscopic and higher resolution microscopic analysis.

**Keywords:** Aluminum, microstructure, softening, recovery, recrystallization.

# Sommaire

## Introduction générale

### Chapitre I: Généralités et considérations théoriques

|  |    |
|--|----|
| I.1.Introduction.....  | 1  |
| I.2. L'aluminium et ses alliages.....  | 1  |
| I.2.1. Généralités sur l'aluminium.....  | 1  |
| I.2.2. Les familles d'alliages d'aluminium .....                                       | 2  |
| I.2.3. Durcissement structural.....  | 4  |
| I.2.4. Système aluminium-cuivre et l'alliage 2024.....                                 | 5  |
| I.2.5. Ségrégation, précipitation intermétallique et inclusions dans les alliages..... | 7  |
| I.3. Les concepts théoriques de la déformation plastique.....                          | 8  |
| I.3.1. Etape de déformation.....   | 8  |
| I.3.1.1. Généralités.....  | 8  |
| I.3.1.2. Mécanismes de la déformation plastique.....                                   | 8  |
| I.3.1.3. Evolution microstructurales lors de la déformation.....                       | 10 |
| I.3.2. Microbandes de déformation.....   | 11 |
| I.3.3. Théorie LEDS.....   | 11 |
| I.3.4. Energie stockée.....  | 12 |
| I.4. Concepts généraux de la restauration / recristallisation.....                     | 12 |
| I.4. 1. Historique.....  | 12 |
| I.4.2. Restauration et recristallisation statique.....                                 | 14 |
| I.4.3. Restauration statique.....  | 15 |
| I.4.3.1. Mécanisme.....  | 16 |
| I.4.3.2. Croissance par migration des sous-joints.....                                 | 17 |
| I.4.3.3. Stabilité topologique des sous-grains.....                                    | 17 |
| I.4.3.4. Paramètres expérimentaux de la restauration.....                              | 18 |
| I.4.4. Recristallisation.....  | 21 |
| I.4.4.1. Germination de la recristallisation.....                                      | 21 |
| I.4.4.2. Croissance.....   | 22 |
| I.4.6. Cinétique de restauration/ recristallisation.....                               | 23 |
| I.4.6.1. Modèle de Johnson-Mehl-Avrami- Kolmogorov (JMAK).....                         | 24 |
| I.4.7. Lois de la recristallisation.....   | 26 |

### Chapitre II: Procédure Expérimental

|   |    |
|---|----|
| II.1. Introduction.....                               | 27 |
| II.2.1.Composition chimique.....                      | 27 |
| II.3. Déformation plastique par laminage à froid..... | 28 |
| II.3.1. Essai de laminage.....                        | 28 |
| II.3.2. Simulation de l'essai de laminage.....        | 29 |
| II.4. Traitements thermiques.....                     | 30 |
| II.4.1. Traitement d'homogénéisation.....             | 30 |
| II.4.2. Traitement de recuit d'adoucissement.....     | 31 |

|   |    |
|---|----|
| II.5. Analyse métallographique.....                 | 32 |
| II.5.1. Préparation des échantillons.....           | 32 |
| II.5.1.1. Découpage.....                            | 32 |
| II.5.1.2. Polissage.....                            | 33 |
| II.5.1.3. Attaque chimique.....                     | 34 |
| II.5.1.4. Analyse microscopique.....                | 34 |
| II.6. Mesure de la microdureté.....                 | 35 |
| II.7. Analyse quantitative des microstructures..... | 37 |

### **Chapitre III: Résultats et interprétations**

|   |    |
|---|----|
| III.1. Caractérisation d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état initial et à l'état recuit.....            | 38 |
| III.2. Caractérisation d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état déformé.....                               | 39 |
| III.3. Caractérisation d'alliage d'Aluminium 2024 lors d'un traitement de recuit d'adoucissement..... | 41 |
| III.3.1.. Mesures de Micro dureté.....  | 41 |
| III.3.1.1. Effet de déformation sur l'évolution de la cinétique de l'adoucissement.....               | 41 |
| III.3.1.2. Effet de la température sur l'évolution de la cinétique d'adoucissement.....               | 44 |
| III.4. Modélisation empirique de la cinétique de l'adoucissement statique.....                        | 48 |
| III.4.1. Détermination de la fraction d'adoucissement.....  | 48 |
| III.4.2. Effet de température sur la cinétique de restauration/ recristallisation.....                | 49 |
| III.4.3 Détermination de l'exposant d'Avrami.....   | 53 |
| III.4.3.1 Détermination analytique des n et k.....  | 53 |
| III.4.3.2. Détermination d'énergie d'activation.....  | 55 |
| III.5. Analyse qualitative des microstructures d'Aluminium 2024.....                                  | 57 |
| III.5.1. Influence de la taille des grains sur la cinétique de l'adoucissement statique.....          | 58 |
| III.5.2. Influence de température sur la croissance des tailles des grains.....                       | 59 |
| III.5.3. Influence de taux de déformation sur la croissance des tailles des grains.....               | 60 |
| III.6. Discussion.....  | 64 |

### **Conclusion et perspective**

### **Références**

## Liste des figures

**Figure I.1:** Diagramme binaire aluminium-cuivre

**Figure I.2:** Diagramme TTT d'un alliage d'aluminium à 4% de Cu

**Figure I.3 :** Représentation schématique d'une macle mécanique

**Figure I.4:** Blocs de cellules denses de dislocations

**Figure I.5:** Corrélation entre la température de recristallisation et la température de fusion,  $T_f$ . La droite correspond à une température de recristallisation de  $0.4T_f$ .

**Figure I.6 :** Annihilation par paires de dislocations de vecteur de Burgers opposés, suivie d'une polygonisation éventuelle dans un léger gradient d'orientation

**Figure I.7 :** Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique

**Figure I. 8 :** Jonction entre trois grains

**Figure I. 9 :** Evolution de la fraction résiduelle  $R$  ( $\sigma$ ) au cours d'un recuit pour différentes températures (AA 1050 déformé à froid  $\epsilon=3$ ).

**Figure I.10:** Représentation schématique de : **a)** état déformé, **b)** état restauré, **c)** état partiellement recristallisé, **d)** état complètement recristallisé, **e)** croissance normale des grains et **f)** croissance anormale des grains

**Figure I. 11:** Cinétique de recristallisation typique au cours d'un recuit isotherme

**Figure I.12 :** Détermination du coefficient d'Avrami  $n$  dans le graphe  $\ln [1/(1-X_v)]$  en fonction de  $\ln(t)$ .

**Figure II.1. :** Schéma du procédé de mise en forme par laminage

**Figure II.2 :** Image réelle du Laminoir utilisé au niveau du laboratoire (USTHB).

**Figure II.3 :** Four de traitement thermique

**Figure II.4:** Four de traitement thermique.

**Figure II.5:** Tronçonneuse des échantillons.

**Figure II.6 :**Image de l'échantillon après la préparation métallographique

**Figure II.7 :** Microscope optique Nikon Eclipse LV 100 ND au niveau du laboratoire de Métallurgie, du CRTI.

**Figure II.8 :** Principe de la mesure par la méthode VICKERS.

**Figure II.9:** Microduromètre Wilson VH 3300.

**Figure III.1:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état initial.

**Figure III.2:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état homogénéisé à 550°C pendant une heure

**Figure III.3:** Micrographie optique d'alliage d'Aluminium 2024 déformé par laminage à froid 34%.

**Figure III.4:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 53%.

**Figure III.5:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 66%.

**Figure III.6 :**Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour différent taux de déformation à température 250°C

**Figure III. 7:**Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour différent taux de déformation à température 350°C

**Figure III.8:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 recuit à 250° pour t=10000s: a)laminé à 34%, b)laminé à 66%.

**Figure III.9.:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 53% et recuit à T=250° pour: a) t=10000s b) t=6h.

**Figure III. 10:**Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour un taux de déformation 34%, à différents température

**Figure III. 11:**Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour un taux de déformation 53% , à différents température.

**Figure III.12 :**Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour un taux de déformation 95%, à différents température

**Figure III.13:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à '0% et recuit à t=100s pour: **a)** T=250° **b)** T=350°C.

**Figure III.14:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à '0% et recuit à t=10000s pour: **a)** T=250°C **b)** T=350°C.

**Figure III.15:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 40% et recuit à T=250° pour: a) t=100s b) t=10000.

**Figure III. 16 :** Evolution de la fraction d'adoucissement en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34 %, à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III. 17:** Evolution de la fraction d'adoucissement en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53 %, à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III.18:** Evolution de la fraction d'adoucissement en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 66 %, à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III. 19:** Courbes de JMAK d'adoucissement statique isotherme d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III.20:** Courbes de JMAK d'adoucissement statique isotherme d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53%, à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III.21:** Courbes de JMAK d'adoucissement statique isotherme d'Aluminium 2024 laminé à froid à 66%, à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III.22:** Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34 %, à température de recuit 250°

**Figure III.23:** Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53 %, à température de recuit 250°

**Figure III.24:** Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34% , à température de recuit 350°

**Figure III.25 :** Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34% , à deux température de recuit 250° et 350°

**Figure III.26 :** Evolution de la microdureté Vickers en fonction de la taille moyenne des grains d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34 % et à 70% , à température de recuit 250°.

**Figure III.27:** Distributions des tailles de grains pour différent temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à température de recuit 250°C

**Figure III.28 :** Distributions des tailles de grains à différent temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à température de recuit 350°

**Figure III.29:** Distributions des tailles de grains à différent temps de maintien 10000 s d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53%, à température de recuit 250°

## Liste des tableaux

**Tableau I.1:** Production d'aluminium primaire en milliers de tonnes

**Tableau I.2:** Familles d'alliages d'aluminium.

**Tableau I. 3:**Revue bibliographique de mécanismes de restauration, en fonction des alliages d'aluminium et des conditions expérimentales. Le paramètre étudié et son évolution sont reportés

**Tableau II.1:** Composition chimique du métal de base (AU4G1)

**Tableau II.2:** Les déformations équivalentes de Von Mises

**Tableau II.3 :** Paramètres de cycles de traitement thermique utilisés dans le cadre de cette étude

**Tableau III.1:** Paramètres de l'équation de JMAK déterminés expérimentalement laminés à froid à 34%,53 %et 66% et recuits à 250 et 350 °C.

**Tableau III.2-3-4:** Détermination de l'énergie d'activation .

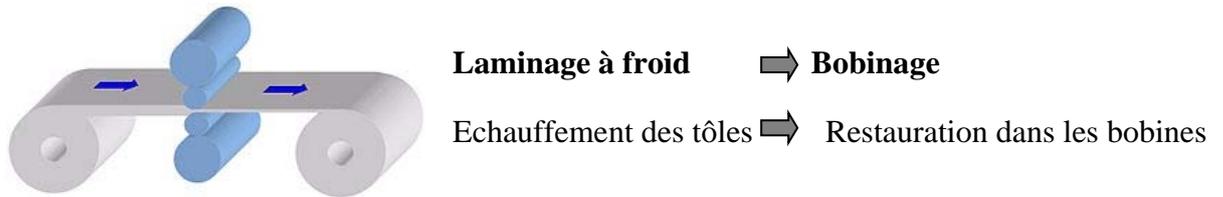
# **Introduction Générale**

# Introduction générale

---

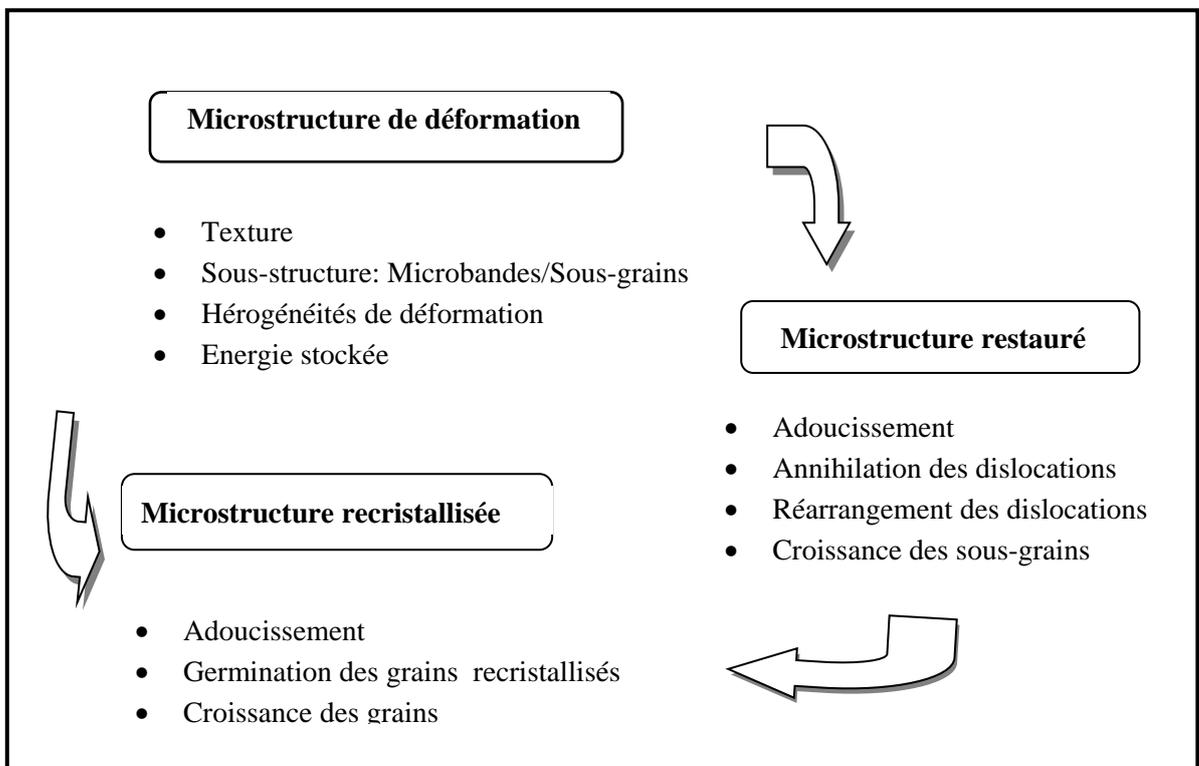
Depuis plus d'une soixantaine d'années les fabricants des alliages d'aluminium cherchent à prévoir la taille et les orientations des grains afin de les maîtriser pour des corrélations caractéristiques alliage/ gamme de transformation / produit. La caractérisation, la modélisation et la maîtrise des processus physiques et thermomécaniques, de la déformation plastique, de la restauration, recristallisation et croissance des grains sont indispensables dans les perspectives d'emploi de l'aluminium[1-2]. Des exemples récents concernent la mise au point de nouveaux produits en aluminium pour l'allègement des carrosseries d'automobiles ou dans les constructions aéronautiques. Un outil essentiel de cette démarche, permettant une mise au point plus rapide, est la modélisation de la restauration et /ou recristallisation et de la croissance des grains en fonction de paramètres physiques du matériau. Ceci nécessite des connaissances des mécanismes de l'adoucissement par restauration, germination et de la croissance des grains dans des situations réelles de la gamme de fabrication. Le projet actuel a été initié dans le cadre de ce mémoire d'ingénieur et master, en association avec le Centre de recherche et technologie industrielle (CRTI), ayant comme objectif primaire de développer une méthodologie de mesure des données et des lois cinétiques en vue de modéliser les mécanismes d'adoucissement des grains d'alliages d'aluminium de nuance Al 2024. Le développement de la croissance anormale de certaines populations des grains restaurés et/ ou recristallisés nous a menés à étudier ce phénomène particulier. Plusieurs aspects concernant les mécanismes de la restauration et de la croissance anormale des grains sont encore mal connus à ce jour. Citons plus particulièrement l'influence de la concentration de soluté relativement importantes sur la migration des joints de grains lors des mécanismes de restauration et recristallisation, ou encore l'influence des précipités sur la croissance anormale[2-3].

Le travail réalisé durant notre étude s'inscrit dans le cadre de la volonté d'améliorer les connaissances concernant le comportement du matériau au cours du laminage à froid, particulièrement nous nous intéresserons à la relation entre les microstructures des tôles laminées à froid et l'adoucissement post-déformation. L'adoucissement est caractérisé par les phénomènes de la restauration et/ou de la recristallisation dont la prédiction de l'adoucissement au niveau industriel est un enjeu majeur (*Cf. Figure I.1*).



**Figure I.1 :** Problématique de la restauration de tôles laminées à froid [4].

Les relations entre les microstructures déformées, restaurées et recristallisées sont schématisées sur la **Figure I-2** où la restauration est un processus thermiquement activé qui stabilise une microstructure hors équilibre et qui conduit à l'adoucissement du matériau. Elle se distingue de la recristallisation car elle ne génère pas de nouveaux grains et la texture est conservée.



**Figure I.2 :** Relation entre les microstructures de déformation et les mécanismes d'adoucissement [4].

L'ensemble de notre étude est donc centré sur la compréhension et l'estimation expérimentale et de modélisation empirique de l'adoucissement statique en post déformation plastique à froid lors des différents recuits et lors de la croissance anormale des grains induit par le phénomène d'adoucissement dans les alliages d'aluminium.

# Introduction générale

---

Pour ce faire, nous proposons le plan de travail suivant:

**Chapitre § I :** Nous allons présenter une synthèse bibliographique concernant des généralités sur les alliages d'aluminium, une évolution des microstructures de déformation, ainsi que les mécanismes d'adoucissement statique (restauration, migration des joints de grains, germination de recristallisation) ;

**Chapitre § II :** Cette partie présente les alliages étudiés et les techniques expérimentales mises en œuvre pour l'étude, nous détaillons la définition des matériaux, les cycles de déformations et recuits ainsi que les différents outils d'analyses ;

**Chapitre § III :** Nous cherchons à obtenir, analyser et interpréter les résultats obtenus en se basant sur des travaux antérieurs similaires et sur des aspects théoriques et pratiques propre à la présente étude, une conclusion générale du travail de mémoire sera présentée ainsi que quelques perspectives pour des travaux futurs.

# **Chapitre I:**

## **Généralités et considérations théoriques**



## I.1. Introduction

En 1884 quand un chapeau de 6 livres (3kg environ) fut déposé sur la statue de Washington, l'aluminium était si rare qu'on le considérait comme un métal précieux. Un siècle plus tard, l'aluminium est le deuxième métal le plus utilisé après l'acier. Cette évolution revient à la diversité et aux propriétés de l'aluminium et ses alliages [1].

Les alliages d'aluminium sont largement utilisés dans nos vies quotidiennes, du papier d'aluminium pour emballage, aux canettes de boissons facilement recyclables, en passant par des pièces plus importantes utilisées dans des industries comme le transport aéronautique, naval, automobile et ferroviaire et enfin dans la charpente [2].

L'Aluminium est entré dans sa phase industrielle : sa production a connu en 100 ans une croissance prodigieuse, le mettant en premier rang des métaux non ferreux et aux deuxièmes des tous les métaux derrière le fer. L'aluminium est incontestablement le plus important en tonnage des métaux non ferreux et cette importance industrielle est en progression.

**Tableau I.1:** Production d'aluminium primaire en milliers de tonnes [3].

| Année        | 1973   | 1980   | 1990   | 2000   | 2005   | 2010   | 2015   |
|--------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| <b>Total</b> | 12 017 | 15 390 | 19 514 | 24 657 | 31 905 | 42 353 | 57 890 |

## I.2. L'aluminium et ses alliages

### I.2.1. Généralités sur l'aluminium

L'aluminium est un métal blanc, ductile très malléable. C'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique  $Z$  égale à 13 et la masse atomique 26.98. L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance  $a = 4,0412 \text{ \AA}$ .

Sa caractéristique la plus importante est la faible densité :  $2,7 \text{ g/cm}^3$ , alors que la densité du fer est  $7,8 \text{ g/cm}^3$ , et celle du cuivre est de  $9 \text{ g/cm}^3$ .

L'aluminium est un bon conducteur de la chaleur et de l'électricité, car sa conductibilité électrique est 2,6548 ohm<sup>3</sup>, ce qui correspond à 65% de celle du cuivre. Sa résistivité est deux fois plus grande que celle du cuivre. Les températures de fusion et d'ébullition de l'aluminium sont respectivement 660 °C et 2056 °C.

L'aluminium comme les autres métaux techniquement purs, à 99,5 % et plus, a de faibles propriétés mécaniques. C'est la raison pour laquelle, dès la fin du XIX siècle, les métallurgistes ont cherché à améliorer plusieurs de ses propriétés en y ajoutant d'autres métaux. En fait, on peut considérer que la métallurgie de l'aluminium ne débute réellement qu'avec la découverte du durcissement structural des alliages d'aluminium au cuivre.

Seuls neuf éléments sont capables de s'allier à l'aluminium parce qu'ils ont une solubilité dans l'aluminium à l'état solide supérieur à 0,5 %. Ce sont : l'argent, le cuivre, le gallium, le germanium, le lithium, le manganèse, le magnésium, le silicium et le zinc. Pour diverses raisons de coût (l'argent), de disponibilité (le gallium, le germanium) et de difficultés de mise en œuvre (le lithium), la métallurgie de l'aluminium est fondée, depuis son début, sur uniquement cinq éléments d'alliage qui sont :

- Le cuivre ;
- Le manganèse;
- Le magnésium;
- Le silicium;
- Le zinc.

Ces cinq éléments sont à la base des huit familles d'alliages d'aluminium. L'action d'un élément sur les propriétés de l'aluminium dépend bien évidemment de sa nature et de la quantité ajoutée. Mais, pour certains d'entre eux, leur influence sur les propriétés de l'alliage peut aussi dépendre de la présence d'un, ou plusieurs autres éléments, parce qu'ils peuvent former des composés intermétalliques entre eux.

### **I.2.2. Les familles d'alliages d'aluminium**

Les huit familles d'alliages d'aluminium se divisent en deux groupes bien distincts en relation avec leur mode de durcissement c.

Le premier groupe est constitué des alliages à durcissement par écrouissage. Ce sont les familles 1000, 3000, 5000 et 8000. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont

déterminées par le durcissement plastique qui correspond à une modification structurale du métal.

**Tableau I.2:** Familles d'alliages d'aluminium.

**Durcissement par écrouissage**

| Famille | Elément d'alliage | % en masse            | Additions possibles |
|---------|-------------------|-----------------------|---------------------|
| 1000    | Aucun             |                       | Cuivre              |
| 3000    | Manganèse         | 0,5-1,5               | Magnésium-Cuivre    |
| 5000    | Magnésium         | 0,5-5                 | Manganèse-Chrome    |
| 8000    | Fer<br>Silicium   | Si: 0,3-1<br>Fe:0,6-2 | Nickel              |

**Durcissement structural**

| Famille | Elément d'alliage     | % en masse                 | Additions possibles             |
|---------|-----------------------|----------------------------|---------------------------------|
| 6000    | Magnésium<br>Silicium | Mg: 0,5-1,5<br>Si: 0,5-1,5 | Silicium-Magnésium<br>Manganèse |
| 2000    | Cuivre                | 2-6                        |                                 |
| 7000    | Zinc<br>Magnésium     | Zn:5-7<br>Mg:1-2           | Cuivre                          |
| 4000    | Silicium              | 0,8-1,7                    | -                               |

Le second groupe est constitué des alliages à durcissement structural. Ce sont les familles 2000, 4000, 6000 et 7000. Les propriétés mécaniques de ces alliages sont déterminées par le traitement thermique, généralement effectué à la fin de la gamme de transformation, en trois étapes : mise en solution, trempe et revenu (ou maturation).

Le phénomène de durcissement résulte de la précipitation provoquée et contrôlée de certaines phases à l'intérieur de la matrice d'aluminium qui vont produire une augmentation des propriétés mécaniques.

Dans cette étude, deux alliages à durcissement structural : l'alliage 2024 appartenant à la famille 2000 ont été étudiés.

### I.2.3. Durcissement structural

Le durcissement structural des alliages d'aluminium permet d'augmenter les propriétés mécaniques du matériau. Il est obtenu par un traitement se divisant en trois étapes [4].

- Dans un premier temps, l'alliage est porté à une température supérieure à la température de solvus pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique et donc obtenir une mise en solution totale des atomes de soluté.
- Ensuite, l'opération de trempe (refroidissement rapide de l'alliage) empêche la décomposition de la solution solide avec formation de précipités d'équilibre grossiers. On obtient une solution solide sursaturée en soluté où les atomes de soluté sont positionnés de manière aléatoire aux nœuds du réseau à faces cubiques centrées de l'aluminium (on parle alors de solution solide de substitution).
- Après la trempe, lorsqu'un maintien en température est réalisé, un important durcissement de l'alliage est observé. Cette étape est appelée étape de revenu. Le durcissement obtenu est fonction du temps et de la température de maintien.

C'est un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée au cours du maintien isotherme qui est à l'origine du durcissement de l'alliage [5]. Ce traitement permet la formation de précipités appelés précipités durcissant qui se forment soit pendant la trempe à l'eau, soit lors du traitement de revenu. Cependant, deux autres classes de particules intermétalliques peuvent être observées et distinguées en fonction de leur mode de formation, car les alliages contiennent un nombre important d'éléments d'alliages (ajoutés volontairement afin de modifier certaines propriétés du matériau) ou d'impuretés :

- les dispersoïdes qui se forment par précipitation à l'état solide. Une fois formées, ces particules ne peuvent pas être complètement dissoutes mais leur fraction volumique, leur taille ainsi que leur distribution peuvent être modifiées par des traitements thermomécaniques ;
- les particules intermétalliques grossières : les impuretés (comme le fer et le silicium) présentes dans tous les alliages commerciaux sont au départ dans la solution liquide mais elles vont se combiner avec d'autres éléments et se séparer lors de la solidification pour former des particules grossières intermétalliques. Elles peuvent être cassées lors des traitements thermiques mais ne peuvent pas être remises en solution.

### I.2.3. Série 2000 (Al-Cu et Al-Cu-Mg)

Les teneurs en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 6,3 %. Les teneurs en magnésium varient de 0,5 à 1,5 %. Le durcissement structural de ces alliages est dû à la précipitation de composés transitoires d' $\text{Al}_2\text{Cu}$  et  $\text{Al}_2\text{Cu Mg}$ . Ces phases leur confèrent d'excellentes propriétés mécaniques. L'addition de silicium et de manganèse, favorise la formation de composés quaternaires. Par dispersion, ces derniers améliorent les propriétés de la matrice [6].

Les éléments Mn, Fe et Si sont considérés comme des impuretés dans l'alliage. La présence de fer conduit à la formation de  $\text{Cu}_2\text{Fe}_7\text{Al}$ , contenant le fer, diminue la quantité de cuivre nécessaire au durcissement structural. Cependant, si, en plus du fer, on ajoute du nickel, il y a formation du composé  $\text{Al}_9\text{FeNi}$ , qui confère à l'alliage une bonne tenue mécanique jusqu'à 230°C.

### I.2.4. Système aluminium-cuivre et l'alliage 2024

Le système aluminium-cuivre a été l'un des premiers à être industriellement exploité sous l'appellation « duralumin » qui a été, pendant longtemps, la dénomination commerciale et usuelle des alliages d'aluminium à 4 % de cuivre de la famille 2000. La solubilité du cuivre dans l'aluminium à l'état solide décroît de 5,7 % depuis la température eutectique de 547 °C jusqu'à la température ambiante où elle n'est plus que de 0,5 % [7] (Cf. Figure I.1.).

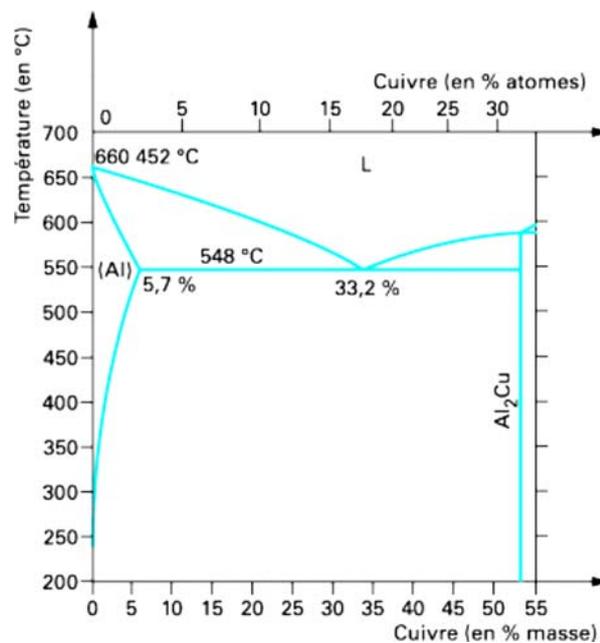


Figure I.1: Diagramme binaire aluminium-cuivre [7].

L'addition de cuivre a plusieurs effets :

- Il accroît les caractéristiques mécaniques de l'aluminium, (avec un plafonnement vers 6 %, raison pour laquelle la teneur en cuivre des alliages industriels de corroyage n'excède pas 6 %). L'augmentation des caractéristiques mécaniques est due à la phase durcissante  $Al_2Cu (\theta')$  qui précipite, lors du durcissement structural.
- Il retarde le seuil de recristallisation, soit en température si la durée du chauffage est fixée, soit en durée si la température est fixée.
- Il réduit l'aptitude au pliage des alliages aluminium-magnésium-silicium (famille 6000) si la teneur dépasse 0,4 %.
- Il diminue très sensiblement la conductivité thermique et la conductivité électrique des alliages d'aluminium [8-9]. Ainsi, pour le 2024 T4, elles sont moitié moindres que celles du 1050A.
- Il diminue très nettement la résistance à la corrosion parce que le cuivre affaiblit les propriétés de film d'oxyde naturel [10]. De plus, les conditions du traitement thermique de durcissement structural (durée de revenu) sont des paramètres importants dont dépend leur sensibilité à la corrosion car ils ont une influence sur le potentiel de corrosion de l'alliage [11].
- Il augmente fortement la sensibilité à la fissuration à chaud [12] au point que les alliages aluminium-cuivre ne sont pas soudables à l'arc, sauf si la teneur en cuivre atteint 6 %, ce qui est le cas du 2219.

Dans cette famille d'alliages, l'alliage 2024 est le plus couramment utilisé. Ce sont ses qualités de tolérance aux dommages qui en font l'alliage utilisé sur toutes les structures d'avions dimensionnés en fatigue. Il est toujours utilisé à l'état T3 ou T4 (trempé, vieilli). En effet, à l'état T6 ou T8 (revenu), ses caractéristiques de résistance à la propagation des fissures diminuent notablement. Cependant, il présente des caractéristiques mécaniques assez moyennes telles que la résistance à la traction ( $R_m = 320$  MPa). C'est pour pallier cet inconvénient que les alliages de la famille 7000 ont été développés.

L'alliage 2024 peut se présenter soit sous forme de tôle mince le plus souvent plaquée, soit sous forme épaisse (limitée à 80 mm), soit sous forme de profilé filé.

### **I.2.5. Ségrégation, précipitation intermétallique et inclusions dans les alliages d'aluminium**

Selon Cabane [13], la précipitation concerne l'apparition sous forme divisée d'une nouvelle phase de composition et structure différentes de celles de la matrice. La ségrégation (terme plus ambigu) est relative aux hétérogénéités de composition chimique ou aux variations locales de composition dans la matrice, liées à l'histoire du matériau. Les impuretés et éléments d'alliage peuvent intervenir de façon variée : localisations d'atomes étrangers sur des sites de la matrice (perturbation locale) solutions solides primaires et intermédiaires, arrangement d'atomes très localisé, phases bidimensionnelles, précipités liés de façon variable avec la matrice (interfaces cohérentes, semi-cohérentes, incohérentes), et composés définis de structure ordonnée.

Les phénomènes de ségrégation et de précipitation comportent des processus de déplacements d'atomes par diffusion, impliquant donc leur dépendance vis-à-vis du temps et de la température. Toutefois, si les lois de diffusion peuvent suffire à décrire de façon simple la ségrégation, la situation est plus complexe dans le cas de la précipitation où apparaissent des nouvelles phases, donc de nouvelles interfaces qui sont, de plus, mobiles lors de la croissance des précipités. Les paramètres de temps et température prennent toute leur importance dans le cas des traitements thermiques. Le cas de l'alliage 2024 dont la résistance mécanique est associée à la précipitation du composé  $Al_2Cu$ , est très dépendent de la température de maturation. Totalement solubilisé dans la matrice d'aluminium au-dessus de  $480\text{ }^{\circ}C$  (homogénéisation), le cuivre à une teneur de 4 % demeure en solution solide lors de la trempe car, pour des raisons de temps et d'activation thermique, sa migration ne peut pas se produire.

Les inclusions sont de nature diverse, elles se distinguent des précipités et des ségrégations sur deux points essentiels :

- Elles se forment directement dans le bain liquide et apparaissent avant la solidification partielle ou totale du matériau au contraire des précipités et ségrégations qui se forment au cours de la transformation à l'état solide associée aux traitements thermiques ;
- Leur origine-même justifie l'absence de relations cristallographiques entre la phase inclusionnaire et la matrice de l'alliage.

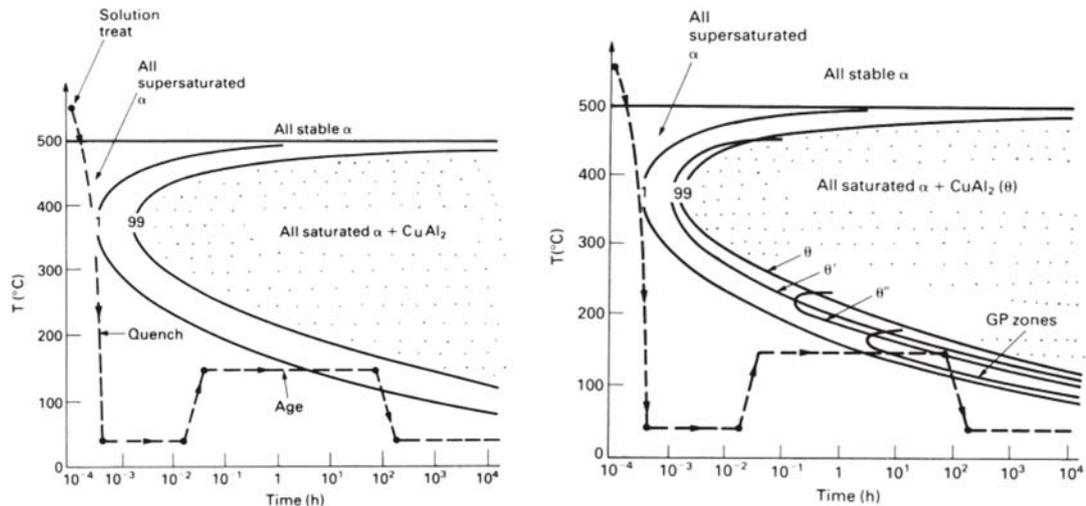


Figure I.2: Diagramme TTT d'un alliage d'aluminium à 4% de Cu [14].

### I.3. Les concepts théoriques de la déformation plastique

#### I.3.1. Etape de déformation

##### I.3.1.1. Généralités

Rappelons que la plasticité est la propriété que possède un matériau de pouvoir être déformé et de conserver la déformation acquise, après la suppression de l'effort qui l'a provoquée: la déformation est dite plastique.

La plasticité des alliages métalliques joue un rôle important dans leurs applications.

En effet, elle conditionne de nombreuses opérations de mise en forme des alliages à l'état solide. Dans cette contribution, on s'intéresse particulièrement aux procédés de mise en forme à froid par déformation plastique.

La déformation plastique entraîne en plus des changements visibles de forme, des changements plus de microstructure, de propriétés physiques et mécaniques.

##### I.3.1.2. Mécanismes de la déformation plastique

Lorsqu' un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maclage mécanique. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend du matériau et les conditions expérimentales de la déformation [15].

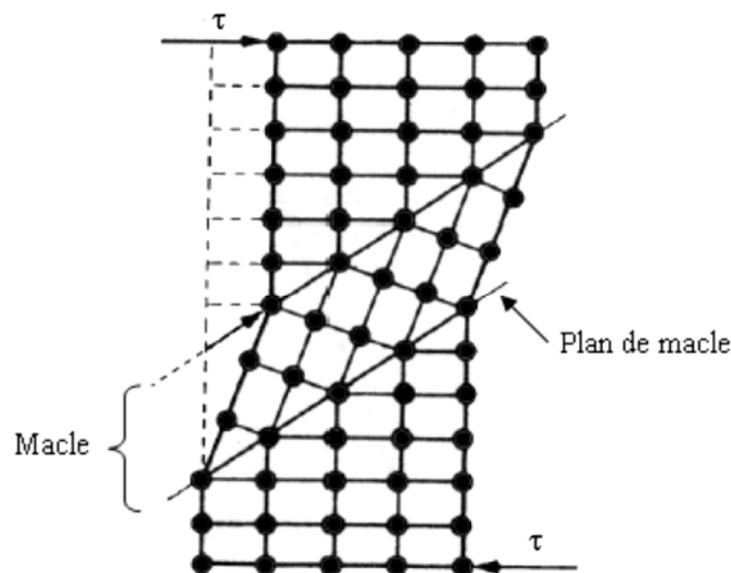
### I.3.1.2.a. Déformation par glissement

Le glissement des dislocations est en général caractérisé par un plan  $\{hkl\}$  et une direction  $[uvw]$  contenue dans ce plan donnant la direction du vecteur de Burgers (c'est-à-dire la plus petite période du réseau). Plusieurs systèmes de glissement sont généralement observés. Les systèmes activés traduisent la plupart du temps un glissement dans les plans cristallographiques simples pour lesquels le frottement du réseau est faible (ce qui correspond généralement aux plans de plus grande compacité) et dans les directions également simples (directions denses).

Plus le nombre de plans et directions de glissement d'un métal est grand, plus son aptitude à la déformation plastique est élevée. Les métaux à réseau cubique sont très plastiques, le glissement dans ces métaux pouvant s'effectuer suivant plusieurs directions. La plasticité des métaux à réseau hexagonal à empilement compacte est plus faible, ils se prêtent donc plus mal au laminage et à d'autres modes de déformation que les métaux à réseau cubique.

### I.3.1.2.b. Déformation par maclage

Un autre mécanisme, le maclage, peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique de certains matériaux : une partie du cristal est ainsi cisailée entre deux plans qui vont former les interfaces avec la partie non déformée (Cf. **Figure I.3**). Cette opération peut s'effectuer sous l'action d'une contrainte extérieure pourvu qu'elle ait une composante de cession adéquate.



**Figure I.3** : Représentation schématique d'une maclage mécanique [15].

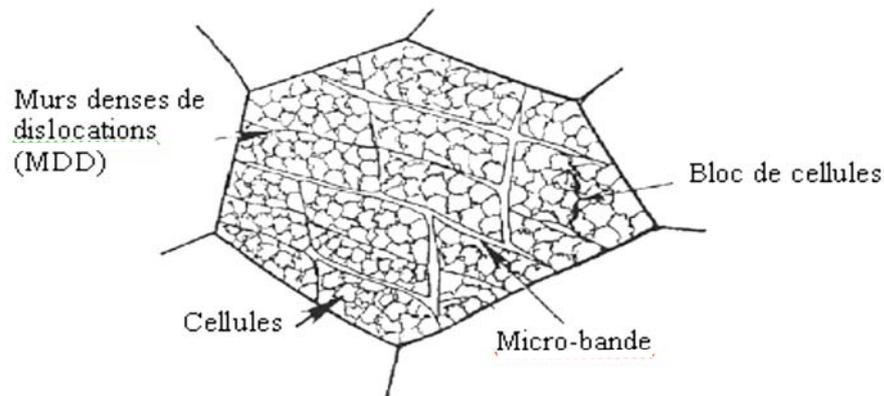
Lors de la déformation par maclage les atomes subissent donc une translation par cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon une direction dite de maclage telle que le réseau maclé soit symétrique du réseau primitif par rapport au plan de macle.

Le maclage est un mode de déformation très important dans les matériaux dont le nombre de systèmes de glissement est réduit, par exemple ceux de structure hexagonale compacte. Dans les cristaux cubiques, qui possèdent de nombreux systèmes de glissement pour répondre à la sollicitation mécanique, le maclage apparaît comme un mode de déformation complémentaire du glissement ; il est fréquent dans les métaux CC; dans les métaux CFC, il est favorisé par les basses températures ou de fortes vitesses de déformation, ainsi que par une faible énergie de défauts d'empilement.

### **I.3.1.3. Evolution microstructurales lors de la déformation**

La déformation plastique d'un matériau polycristallin entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations dans le matériau. Les observations au MET montrent que les dislocations issues de l'écroutissage ont tendance à se répartir de façon hétérogène et ainsi à former des sous-structures de dislocations à l'échelle du grain, spécifique de son orientation cristallographique [16]. La subdivision des grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituée de "parois" à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations (*Cf. Figure I.4.*). Lorsque le taux de déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints. Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [17].

Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations (MDD) pour lesquels la densité de dislocations est particulièrement élevée.



**Figure I.4:** Blocs de cellules denses de dislocations [18].

La déformation plastique crée également une quantité importante de défauts ponctuels (lacunes et interstitiels), mais qui s'éliminent en grande partie soit pendant la déformation (restauration dynamique si  $T \geq 0,2 T_f$ ), soit lors d'un recuit ultérieur même à basse température.

### I.3.2. Microbandes de déformation

Les microstructures de déformation de métaux cfc, comme l'aluminium et le cuivre, sont essentiellement composées de dislocations plus ou moins structurées, d'abord en enchevêtrements, puis en cellules et finalement en microbandes. Ces structures ont un effet significatif sur le durcissement, l'anisotropie et les mécanismes d'adoucissement ultérieur [19].

Aux très faibles déformations apparaissent très vite des enchevêtrements de dislocations, sans arrangement particulier. A des déformations plus importantes, la structure peut se subdiviser en cellules à l'intérieur des grains, arrangées en blocs ou en bandes. En général les parois sont allongées et quasiment périodiques, riches en dislocations et caractérisées par un espacement, une densité de dislocations, une inclinaison, une désorientation, etc.

### I.3.3. Théorie LEDES

La théorie LEDES (*Low Energy Dislocation Structure = structure basse énergie des dislocations*) développée par D. Kuhlmann-Wilsdorf [20] est présentée une synthèse résumant plus de trente années de travaux. La théorie est basée sur la théorie de la plasticité cristalline [21] et sur la seconde loi de la thermodynamique afin de comprendre la genèse des microstructures de déformation. Elle prévoit que la

microstructure est quasiment toujours celle qui minimise l'énergie stockée. Elle n'est valable que pour une structure possédant suffisamment de dislocations qui interagissent entre elles pour former une structure stable.

La réduction de l'espacement entre les dislocations par la formation d'agrégats denses en dislocation, séparés par des volumes quasiment sans dislocation, réduit l'énergie stockée et est favorable à l'hypothèse LEDS. De telles structures sont préférentiellement formées et peuvent accommoder l'augmentation de la densité des dislocations au cours de la déformation. Ainsi, avec une déformation et une contrainte croissante, une transformation d'une structure LEDS en une autre plus stable a lieu, afin de décroître l'énergie stockée. Ces transformations seraient en fait responsables des différents stades d'écrouissage.

### **I.3.4. Energie stockée**

L'énergie stockée représente la quantité d'énergie mécanique retenue dans le matériau après étape de déformation plastique (de l'ordre de 10 % de l'énergie totale produite, l'excès étant évacué sous forme de chaleur durant le processus) [22]. Cette quantité d'énergie emmagasinée au sein du matériau varie en fonction d'un certain nombre de facteurs tels que la pureté du matériau, la taille des grains, ainsi que le mode, le taux et la température de déformation. L'énergie stockée joue un rôle primordial dans les mécanismes de recristallisation ; en particulier, elle influe considérablement la mobilité des joints de grains lors de recuits thermiques.

## **I.4. Concepts généraux de la restauration / recristallisation**

### **I.4. 1. Historique**

La déformation plastique des matériaux métalliques a été pratiquée pendant des millénaires. Par exemple, les gens qui ont vécu depuis cinq mille ans dans les régions à côté du golfe persique, Irak de nos jours, ont déformé le cuivre, l'or et l'argent. Par conséquent, avec quelques connaissances sur l'écrouissage, l'adoucissement de ces matériaux par le recuit et par la déformation à chaud était déjà utilisé à cette époque.

En 1881, en Allemagne, Kalisher (1881) a déformé des lamelles en Zinc, il a suggéré que la déformation plastique "détruit la cristallinité", toutefois le recuit effectué par la

suite sur ce matériau conduit à la restauration de la structure. C'était alors là que le terme "recristallisation" a été utilisé pour la première fois.

En 19<sup>ème</sup> siècle, l'invention de la métallographie par Sorby et l'utilisation du microscope optique en métallurgie [23], a apporté des nouvelles perspectives pour les études de la recristallisation. Plus tard, Stead (1898) a affirmé que la recristallisation se produit par nucléation et croissance. Ainsi, il a proposé que la croissance des grains se produise par rotation et coalescence des grains, bien qu'Ewing et Rosenhain (1900) aient montré que le mécanisme se fait par migration des joints de grains.

Ces derniers auteurs ont contribué à une meilleure compréhension de la déformation à froid des métaux, ils ont contredit notamment l'idée qui persiste pendant plusieurs années disant que les métaux déformés à froids sont amorphes. Ils ont montré également que la déformation plastique s'effectue par glissement ou par maclage, et que les deux mécanismes préservent la structure cristalline du matériau.

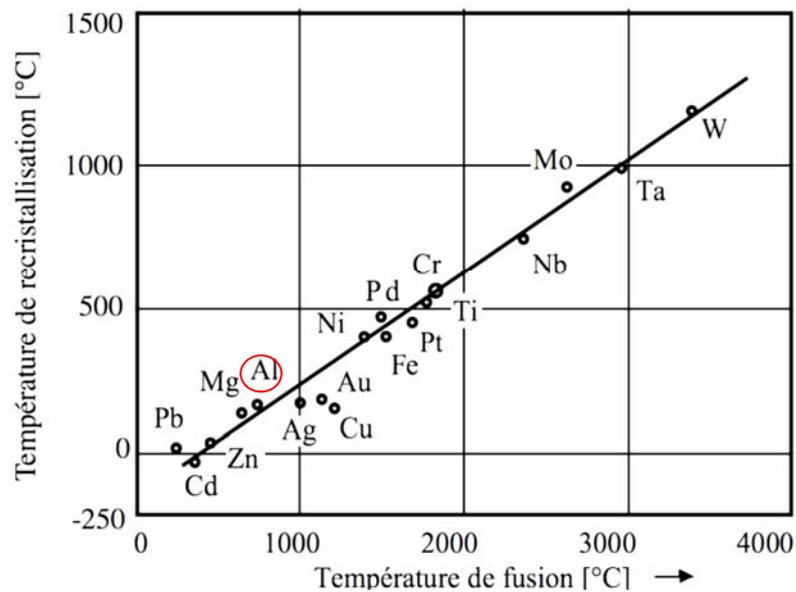
En outre, les premières investigations synthétisant le phénomène de la recristallisation ont commencé vers les années 1920 et les résultats obtenus ont été traités dans un chapitre entier dans un livre «The science of metals » [24].

En 1934, Orowan (1934), Taylor (1934) et Polanyi (1934) ont présenté, indépendamment, le concept de dislocation. Ces concepts ont facilité la compréhension de l'écroutissage et les phénomènes qui se produisent au cours de recuits thermiques des matériaux déformés. A noter qu'à cette époque, les outils expérimentaux pour obtenir des évidences microstructurales manquaient toujours.

Les études sur la cinétique de recristallisation ont été effectuées presque indépendamment de ceux réalisées sur les mécanismes de recristallisation. En 1940, il est déjà connu que la cinétique de recristallisation (fraction volumique recristallisée en fonction de temps, en conditions isothermes) obéit à la relation de *JMAK* Johnson-Mehl-Avrami- Kolmogonov [25]. Au début des années 60, Doherty et Martin (1962) ont étudié l'effet des précipités sur les cinétiques de recristallisation. Ils ont montré que les gros précipités accélèrent la recristallisation par contre les fins précipitées retardent cette réaction.

### I.4.2. Restauration et recristallisation statique

L'énergie emmagasinée dans un matériau augmente durant la déformation plastique à cause de l'introduction de dislocations. Le matériau se retrouve dans un état thermodynamiquement instable. Lors d'un recuit, il a tendance à retourner dans un état plus stable grâce à l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation. L'objectif est de rappeler les mécanismes généraux régissant la formation et l'évolution des microstructures d'un matériau métallique après un traitement thermomécanique au cours duquel la restauration /recristallisation joue un rôle très important. Le terme recristallisation est très général et regroupe plusieurs mécanismes plus précis en fonction du traitement thermomécanique appliqué. La température de recristallisation va de paire avec la température de fusion. Elle se trouve généralement entre un tiers et la moitié de la température de fusion exprimée en degrés Kelvin.



**Figure I.5:** Corrélation entre la température de recristallisation et la température de fusion,  $T_f$ . La droite correspond à une température de recristallisation de  $0.4T_f$ . [26].

Deux types de traitements thermomécaniques sont à distinguer :

- La déformation à froid suivie d'un traitement thermique au cours duquel peut se produire la restauration/ recristallisation statique (influence d'un traitement statique fait l'objet de notre travail).
- La déformation à chaud seule au cours laquelle peut se produire la restauration/ recristallisation dynamique (lorsqu'un métal est déformé à haute température, les mécanismes de déformation, de restauration et de recristallisation sont simultanés. A la différence de recristallisation statique, le retour à l'équilibre thermodynamique n'a pas lieu au cours d'un traitement thermique postérieur à la déformation mais en même temps que la déformation. La restauration et la recristallisation sont alors qualifiées de «dynamique».

Dans le cadre de notre étude, l'intérêt a porté sur le phénomène d'adoucissement induit par la restauration statique dans les alliages d'aluminium déformés à froid. De nuance A2024.

### **I.4.3. Restauration statique**

La restauration est un processus thermiquement activé qui vise à stabiliser une microstructure hors équilibre et qui aboutit à un adoucissement du matériau. Donc, la restauration est définie comme étant un processus thermique qui est effectué à une température inférieure à celle de la recristallisation (inférieure à  $0,2-0,3T_f$ ) et qui se produit dans le matériau déformé, sans migration des joints à angle d'orientation. Au cours de cette étape, on n'a pas de création de nouveaux grains, mais seulement une réduction du nombre de défauts atomique, lacunes et dislocations et réarrangements de ceux-ci en nouvelles configurations plus stables. La restauration permet un rétablissement partiel des propriétés physiques ou mécaniques du matériau écroui, cependant, la résistance de certains métaux (Al, Ti, Mo etc...) diminue sensiblement, alors que leur plasticité et leur résistance à chaud augmentent.

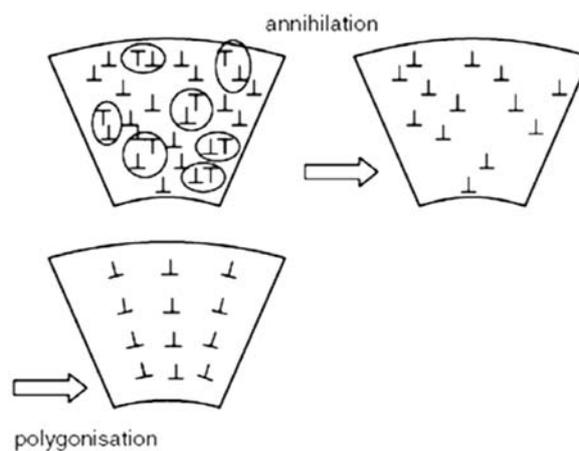
Cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de défauts d'empilement, éléments en solution solide et précipités) dont la cinétique de la restauration est très caractéristique et bien différentes de celle de la recristallisation ; la vitesse de restauration est d'autant

plus importante que la température est élevée, mais elle varie dans le sens inverse avec le temps de recuit.

### I.4.3.1. Mécanisme

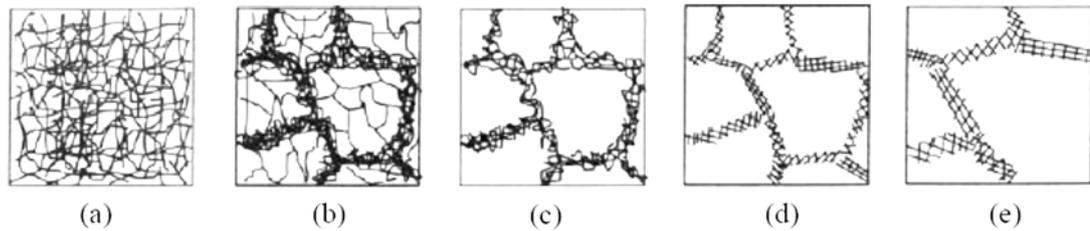
La restauration se déroule en plusieurs étapes (*Cf. Figure.I.6*):

- Dans un premier temps les dislocations se regroupent et se condensent dans les parois délimitant des cellules dans lesquelles la densité de dislocations est plus faible;
- Dans un second temps, il y a réduction du nombre de dislocations voisines de vecteur de Burgers de signes opposés dans les parois par annihilation, comme schématisé dans la **Figure. I.7(c)** et réorganisation de ces dislocations en réseaux bidimensionnels formant des sous joints, c'est l'étape de polygonisation [28].



**Figure I.6 :** Annihilation par paires de dislocations de vecteur de Burgers opposé, suivie d'une polygonisation éventuelle dans un léger gradient d'orientation. [29].

- Enfin certains de ces sous-grains évoluent par mouvements des sous-joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée. Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain.



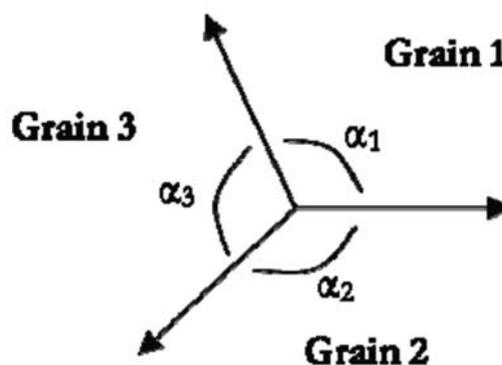
**Figure I.7 :** Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique : **a)** enchevêtrement de dislocations, **b)** formation de cellules, **c)** annihilation des dislocations dans les cellules, **d)** formation des sous-grains, **e)** croissance de sous-grain [30].

#### I.4.3.2. Croissance par migration des sous-joints

La migration des sous-joints se fait par un déplacement collectif des dislocations. La force motrice principale est la réduction des énergies de surface.

#### I.4.3.3. Stabilité topologique des sous-grains

La microstructure bien restaurée obéit à une stabilité topologique des sous-grains, qui dépend de l'équilibre local entre les énergies de surface au niveau des sous-joints. Si les énergies de joint sont proches, les angles formés par les parois seraient proches de  $120^\circ$  (Cf. Figure I.8.).



**Figure I. 8 :** Jonction entre trois grains [31].

#### I.4.3.4. Paramètres expérimentaux de la restauration

Le Tableau I.3 présente une revue bibliographique de quelques études sur la restauration, principalement orientées sur des alliages d'aluminium. Quelques-unes tiennent compte de données expérimentales publiées dans des articles antérieurs (dont les références sont indiquées dans les publications citées).

Les principaux paramètres étudiés sont :

- la dureté  $H_v$  (ou microdureté) et la contrainte d'écoulement  $\sigma$  qui renseignent sur l'évolution des propriétés mécaniques de manière globale.
- Les fractions résiduelles de la dureté  $R(H_v)$  et de la contrainte d'écoulement  $R(\sigma)$  sont très souvent utilisées car elles traduisent bien mieux le changement de propriétés.
- Elles sont définies comme suit :

$$R_{(H_v)} = \frac{H_v - H_{rex}}{H_{v_0} - H_{v_{rex}}} \quad (\text{I.1})$$

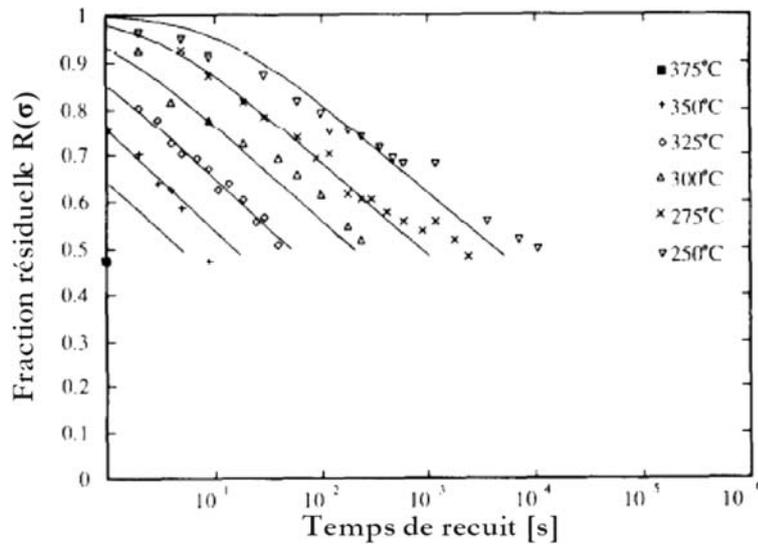
$$R_{(\sigma)} = \frac{\sigma - \sigma_{rex}}{\sigma_0 - \sigma_{rex}} \quad (\text{I.2})$$

$H_v$  et  $\sigma$  sont les valeurs au temps  $t$  de recuit.

$\sigma_{rex}$  : valeurs de l'état recristallisé (non déformé).

$\sigma_0$  : valeurs de l'état déformé initial.

D'après des résultats expérimentaux, les auteurs ont pu relativement bien les approcher avec un modèle. La Figure I.9 présente la modélisation de l'évolution de la fraction résiduelle  $R_{(\sigma)}$  au cours de la restauration d'un alliage AA1050 laminé à froid ( $\varepsilon = 3$ ).



**Figure I. 9** : Evolution de la fraction résiduelle  $R(\sigma)$  au cours d'un recuit pour différentes températures (AA 1050 déformé à froid  $\epsilon=3$ ). Les lignes correspondent à la modélisation [32].

- La cinétique de croissance des grains d'une microstructure restaurée et l'évolution de la taille moyenne des sous-grains  $d$  dépend à la fois de la taille moyenne des grains mais également de la distribution de ces tailles.

D'après quelques études et pour des températures de l'ordre de 250°C à 350°C, il a été observé des croissances en loi puissance « n » de type  $d^n - d_0^n = Kt$  (Cf. **Tableau I.3**). Quelques études l'attestent, par exemple pour des alliages Al-Mn laminés à froid ( $\sigma = 1,6$ ) et pour des alliages Al-Si laminés à froid ( $\sigma = 0,35$  et  $1,2$ ) et à chaud ( $\sigma = 1,2$ ) [40]. Les valeurs de l'exposant « n » varient entre 2 et 10. En augmentant la température de recuit, la croissance des sous-grains peut être assimilée à la croissance de grains recristallisés, l'exposant « n » est alors égal à 2. La cinétique parabolique  $d^2 - d_0^2 = Kt$  est observée dans quelques études sur la restauration, [33].

**Tableau I. 3:**Revue bibliographique de mécanismes de restauration, en fonction des alliages d'aluminium et des conditions expérimentales. Le paramètre étudié et son évolution sont reportés [34].

| Référence                     | Alliage                                    | $\epsilon$        | Recuit<br>T et t                    | Paramètre<br>étudié                      | Evolution<br>des<br>paramètres  | Mécanisme observé   |
|-------------------------------|--|-------------------|-------------------------------------|--|---|---|
| Sandström<br>et al.<br>1978   | Al-<br>1%Mn                                | 1,6               | 300-<br>400°C<br>quelque<br>minutes | $d$<br>( $\delta > 0,2^\circ$ )<br>(MET) | Croissance.<br>parabolique :<br>$d^2 = d_0^2 + Kt$<br>Parois<br>courbes<br>traduisant la<br>migration   | Croissance par<br>migration des sous<br>joints et migration<br>des dislocations dans<br>les sous-joints   |
|                               | Al-4N                                      | 1,6               | 100-<br>200°C<br>quelque<br>minutes |  | Croissance<br>asymptotique<br>Etat déformé<br>et peu<br>restauré :<br>emmêlement<br>de<br>dislocations<br>Etat recuit :<br>paroi de<br>cellules bien<br>définie | Coalescence<br>extraction des<br>dislocations<br>(mécanisme limitant<br>pour la restauration<br>des dislocations est<br>l'absorption aux<br>sous-joints)  |
|                               |  |                   | 300°C<br>in situ                    |  |   | Coalescence et<br>croissance par<br>migration des sous-<br>joints   |
| Hong Zhu<br>et Varma<br>1990  | Ni haute<br>pureté                         | Tré<br>fila<br>ge | 200-<br>350°C<br>quelque<br>heure   | $d$<br>(MET)                             | Croissance<br>parabolique :<br>$d^2 = d_0^2 + Kt$   | Le modèle de<br>Sandström ne<br>marche pas pour le<br>Cu et le Ni<br>Basse température :<br>dominé par la<br>dislocation pipe<br>diffusion<br>Haute température :<br>dominé par le<br>Vacancy mechanism |
| Ferry et<br>Humphreys<br>1996 | Al-<br>0,05%Si<br>Monocri<br>staux<br>Goss | 1,4               | 250-<br>350°C<br>quelque<br>heure   | $d$                                      | Croissance.<br>loi puissance<br>«n»:<br>- $t < 24h$ :<br>$d^2 = d_0^2 + Kt$<br>- $t > 24h$ :<br>$n > 2$   | Croissance continue<br>ou discontinue des<br>sous-grains  |

|                          |   |                |   |   |  |   |
|--------------------------|---|----------------|---|---|--|---|
| <b>Sæter et al. 1998</b> | AA<br>1050<br>(Furu,<br>Orsund<br>et Nes) | $\epsilon > 1$ | 250-<br>350°C<br>quelque<br>second<br>es à<br>quelque<br>heures | d | <b>T &lt; 300°C</b><br>Croissance<br>asymptotique<br>$d(d)/dt$<br>(traînage des<br>atomes de<br>soluté)<br><b>T &gt; 300°C</b><br>Croissance.<br>parabolique :<br>$d^2 = d_0^2 + Kt$ | <b>T &lt; 300°C</b><br>la restauration sera<br>limitée par le<br>traînage des atomes<br><b>T &gt; 300°C</b><br>le glissement pur des<br>dislocations est<br>possible<br>(autodiffusion de Al) |
|--------------------------|---|----------------|---|---|--|---|

#### I.4.4. Recristallisation

La recristallisation, nommée aussi recristallisation primaire, est une étape entre la restauration et la croissance normale de grains.

Dans le métal préalablement écroui et légèrement restauré, les cellules polygonales se transforment en sous-grains. Par rapport à la restauration. La recristallisation primaire est un mécanisme de germination de nouveaux grains qui vont grossir pour envahir progressivement l'ensemble du métal. La densité de germes est en fonction du taux d'écrouissage de la structure. En effet, le nombre de germes augmente avec le taux d'écrouissage initial.

A la fin de la recristallisation primaire, les dislocations ont presque totalement disparu et la texture est généralement modifiée à la différence de restauration qui conserve pratiquement l'orientation locale d'écrouissage. Il est à signaler que la recristallisation primaire se ne se produit qu'après un écrouissage minimal du matériau initial appelé « écrouissage critique ». La taille finale du grain est plus petite si l'écrouissage préalable a été plus important. L'énergie nécessaire à la recristallisation est fournie par les nombreuses dislocations que contient le métal restauré.

##### I.4.4.1. Germination de la recristallisation

La germination des grains recristallisés est encore aujourd'hui une grande source de débats et d'interrogations, qui durent depuis des décennies. Les mécanismes de la restauration sont également importants pour comprendre la germination de la recristallisation. Les mécanismes de la restauration sont difficilement analysables expérimentalement, la plus grande limitation étant l'amorçage de la recristallisation. Il est alors opportun de présenter succinctement la germination de la recristallisation qui peut apparaître très rapidement dans les polycristaux déformés. Comme il a été signalé

par Hutchinson (1992), la germination en recristallisation n'existe pas dans le sens classique de la formation d'une nouvelle entité lors d'une transformation. En recristallisation le problème est la formation de cristallites qui possèdent une cinétique de croissance rapide par rapport à cristallites voisines en raison d'un double avantage de taille et de désorientation ; la taille permet d'avoir un rayon de courbure de l'interface faible, donc un avantage énergétique, et la désorientation donne un avantage de mobilité de l'interface[35].

#### I.4.4.2. Croissance

Une fois la microstructure entièrement recristallisée, les germes étant formés ont continuent à grossir afin de minimiser la surface totale de joints de grains donc le processus de recristallisation se poursuit par une migration des joints de grains au travers de la matrice sous l'action de l'énergie de déformation stockée. Cette étape est appelée croissance de grains.

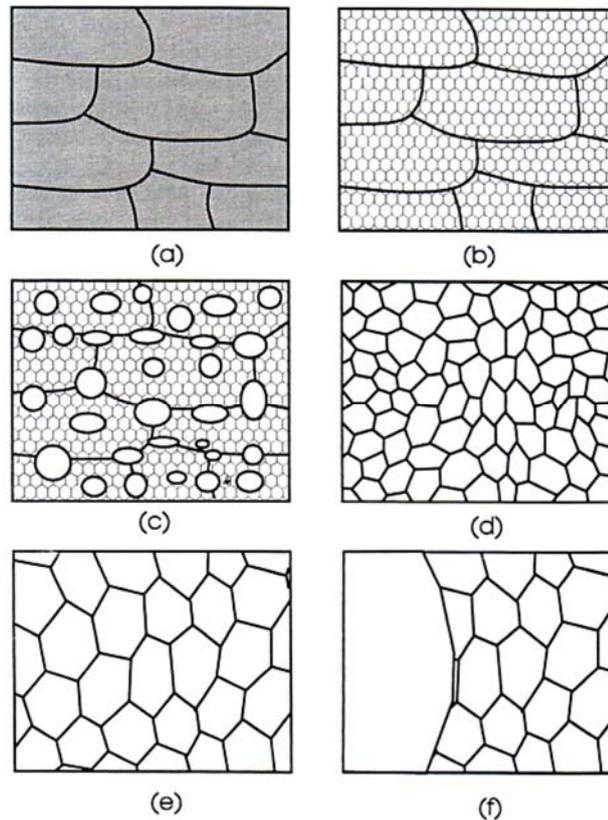
La vitesse  $V$  de migration d'un joint de grains lors de l'étape de croissance est donnée par l'équation :

$$v = F \cdot M \quad (\text{I.3})$$

Où  $M$  représente la mobilité du joint de grains et  $F$  une force par unité d'aire de joint.

On distingue encore :

- La croissance normale des grains, continuation du processus de recristallisation primaire lorsque tout le métal écroui a été consommé, conduisant à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains (*Cf. Figure I.10.e*).
- La croissance anormale, ou recristallisation secondaire, au cours de laquelle un petit nombre de grains croissent aux dépens des autres (déjà recristallisés) (*Cf. Figure I. 10.f*).



**Figure I.10:** Représentation schématique de : **a)** état déformé, **b)** état restauré, **c)** état partiellement recristallisé, **d)** état complètement recristallisé, **e)** croissance normale des grains et **f)** croissance anormale des grains [35].

#### I.4.6. Cinétique de restauration/ recristallisation

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres : les conditions de déformation (le mode de déformation, le taux de déformation, ...), les conditions du traitement thermique (la température, la vitesse de chauffage, ...) et le matériau (la taille de grains initiale avant les traitements thermomécaniques, la présence d'une seconde phase, ...) [36]. Dans ce cas, plusieurs théories ont été proposées pour décrire la cinétique de recristallisation. La théorie la plus couramment utilisée pour la recristallisation et d'autres réactions de germination et croissance est la théorie classique de *JMAK*.

L'objectif de cette partie est de présenter brièvement le modèle de (*JMAK*) et son application à l'étude de la restauration/ recristallisation en conditions isotherme des métaux et alliages métalliques.

**I.4.6.1. Modèle de Johnson-Mehl-Avrami- Kolmogorov (JMAK)**

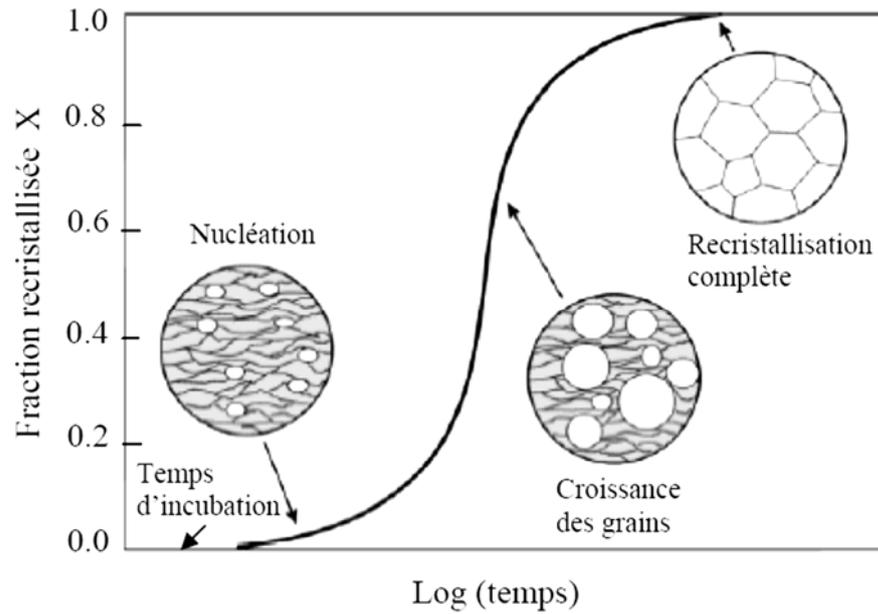
La cinétique de recristallisation peut être décrite simplement par l'équation (Equation.I.4) de *JMAK* (Johnson - Mehl - Avrami - Kolmogorov) [37].  $X_v$  est la fraction recristallisée (volumique ou surfacique).  $n$  est le coefficient d'Avrami ou de *JMAK* qui est constant et indépendant de la température de recuit [38],  $k$  est une constante qui dépend de la température du traitement thermique (Equation.I.5) [39].  $Q$  est l'énergie d'activation,  $R$  est la constante des gaz parfaits et  $T$  est la température de recuit.

$$X_v = 1 - e^{-k t^n} \quad (\text{I.4})$$

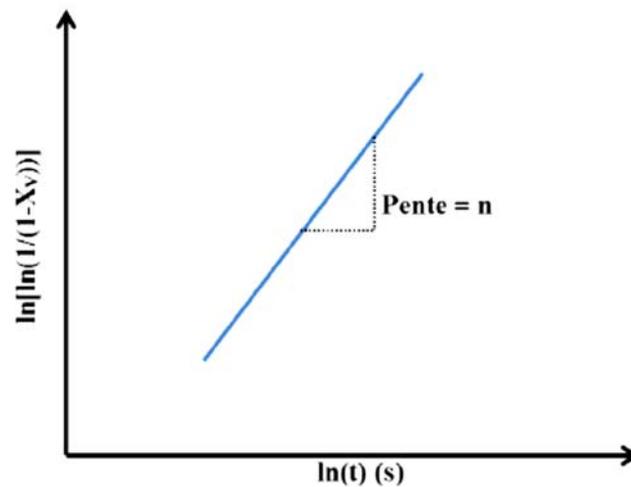
$$K = k_0 e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (\text{I.5})$$

La cinétique de recristallisation ou la fraction  $X_v$  est souvent tracée en fonction du temps en coordonnées logarithmiques  $\log(t)$  ou  $\ln(t)$  et varie entre 0 et 1. Cette courbe a typiquement la forme d'une sigmoïde (*Cf. Figure I. 11*). Elle est constituée de trois stades qui correspondent respectivement aux stades suivants :

- Le premier est appelé temps d'incubation. Son extension dépend bien évidemment de la sensibilité de la méthode d'observation ou de mesure. Sa durée diminue généralement quand la température augmente ;
- Le deuxième correspond à un régime en  $t^n$  caractéristique de la cinétique et des mécanismes contrôlant la transformation ;
- Le troisième est lié à un ralentissement dû à l'interférence des champs de diffusion autour des particules ainsi qu'à la coalescence de celles-ci.



**Figure I. 11:** Cinétique de recristallisation typique au cours d'un recuit isotherme [40].



**Figure I.12 :** Détermination du coefficient d'Avrami  $n$  dans le graphe  $\ln [\ln (1/ (1-X_v))]$  en fonction de  $\ln(t)$ .

Le paramètre  $n$  peut être calculé à partir de la pente de la droite décrite par  $\ln [\ln (1/ (1-X_v))]$  en fonction de  $\ln(t)$  (Cf. **Figure I.12**). Théoriquement,  $n$  est compris dans l'intervalle  $1 \leq n \leq 2$  pour la croissance unidimensionnelle,  $2 \leq n \leq 3$  pour la croissance à deux dimensions et  $3 \leq n \leq 4$  pour la croissance à trois dimensions. Cependant, les études expérimentales montrent que  $n$  est proche de 1 [41].

### **I.4.7. Lois de la recristallisation**

Les lois de recristallisation peuvent être résumées comme suit [42] :

- a)** La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique;
- 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 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'orientation voisine;
- g)** A 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";
- h)** La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

**Chapitre II:**  
**Procédure Expérimental**

## II.1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons d'abord présenter l'alliage que nous avons étudié et sa composition chimique, puis les techniques de préparation des échantillons, ensuite nous décrivons les différents traitements thermiques.

On a également décrit les techniques d'analyses utilisées pour la caractérisation des échantillons telle que la microscopie optique, la micro-dureté et la diffraction des rayons X.

## II.2. Matériau Utilisé

A travers notre travail, nous avons choisi comme matériau un alliage en Aluminium appelé 2024 ou Duralumin AU4G1 (AlCu4Mg1Mn).

Le choix a été porté sur cette nuance du fait de son utilisation pour la fabrication des ailes d'avion. Grâce à sa haute résistance mécanique et pour des raisons techniques tel que le rapport force-poids, l'alliage aluminium 2024 plaqué est fréquemment utilisé dans la construction des structures et les pièces détachées. Il est communément utilisé pour les pièces de l'industrie aérospatiale (usinées et fabriquées).

### II.2.1. Composition chimique

L'alliage étudié 2024 T3 a été fournis par le laboratoire de Mécanique-Métallurgie de CRTI, sous forme de plaquettes. C'est un alliage Al-Cu-Mg qui présente un durcissement structural après traitement thermique. L'état initial de l'alliage est dénommé T3. Cet état correspond à un traitement de trempe après mise en solution (550°C environ) suivi d'un laminage à froid et mûrissement (vieillessement naturel).

L'analyse chimique en pourcentage massique (% en poids) effectuée sur l'alliage est présentée sur le **Tableau II.1**.ci-dessous.

**Tableau II.1:** Composition chimique du métal de base (AU4G1)

| Composition Chimique de Métal (2024) | Cu   | Mg   | Mn    | Fe    | Si    | Zn     | Cr     | Al   |
|--------------------------------------|------|------|-------|-------|-------|--------|--------|------|
| Teneur (%)                           | 4.92 | 1.46 | 0.470 | 0.233 | 0.208 | 0.0378 | 0.0058 | 92.6 |

### II.3. Déformation plastique par laminage à froid

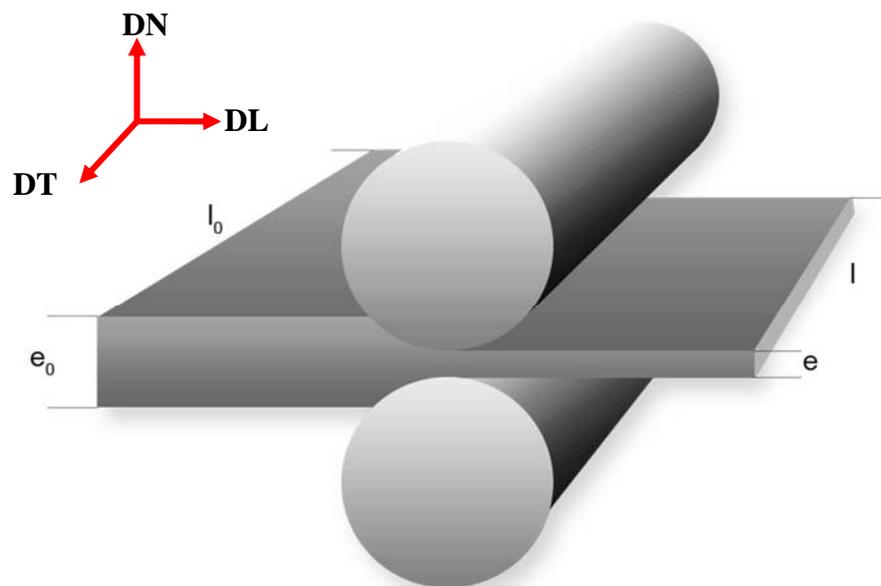
Les échantillons étudiés ont subi une déformation à froid par laminage longitudinale (Cf. Figure II.1).

#### II.3.1. Essai de laminage

Le laminage est un procédé de mise en forme couramment utilisé pour divers matériaux métalliques, en particulier les aciers, les alliages d'aluminium et de cuivre.

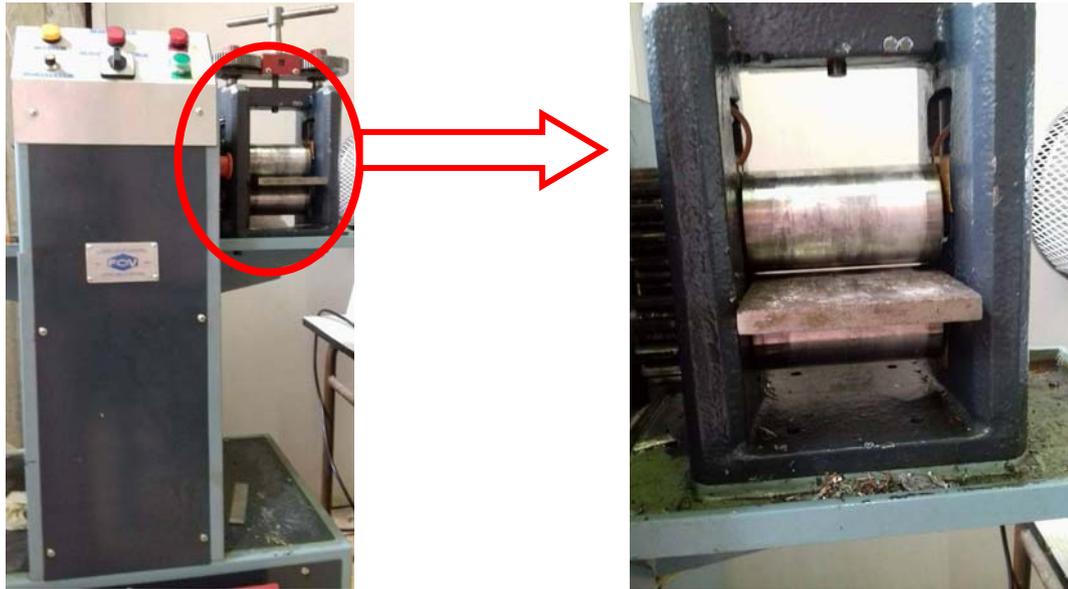
D'un point de vue métallurgique, le laminage apparaît comme une déformation qui va engendrer un écrouissage du métal.

Ce procédé est pratiqué sur un laminoir à deux cylindres parallèles où une tôle est engagée entre les deux cylindres tournant en sens inverse. La tôle est amincie dans son épaisseur, dans la direction normale DN. Elle est entraînée par frottement dans la direction de laminage, notée DL, où elle va s'allonger. L'élargissement dans la direction transverse DT est considéré comme négligeable et donc ce type de laminage est longitudinal.



**Figure II.1.** : Schéma du procédé de mise en forme par laminage [1].

Dans notre étude, l'essai est effectué dans un laminoir constitué de deux rouleaux tournant en sens inverse, dont l'écartement peut être réglé afin d'obtenir l'épaisseur de l'échantillon souhaitée. La vitesse du laminage est fixe dans notre cas. La **figure II.2** représente le laminoir qui se présente au niveau du laboratoire de l'Université des Sciences et de Technologies Houari Boumediene de Bab Ezzouar (USTHB).



**Figure II.2 :** Image réelle du Laminoir utilisé au niveau du laboratoire (USTHB).

### II.3.2. Simulation de l'essai de laminage

Le dispositif de compression plane est très souvent utilisé pour simuler un essai de laminage. Le repère de référence est celui typiquement utilisé en laminage (Cf. **Figure II.1**).

- **Rappel mécanique**

Si on note  $\dot{\epsilon}$  la vitesse de déformation, on a par définition (hypothèse d'homogénéité du matériau):  $\dot{\epsilon}_{ZZ} = \dot{H}/H$ . L'essai de compression uniaxiale étant axisymétrique (pour un échantillon isotrope),  $\dot{\epsilon}_{XX} = \dot{\epsilon}_{YY}$ . D'autre part, le matériau étant supposé incompressible,  $\text{tr}\dot{\epsilon} = 0$  et donc  $\dot{\epsilon}_{XX} = \dot{\epsilon}_{YY} = -\dot{H}/2H$ .

Par définition, la vitesse de déformation équivalente de Von Mises est donnée par la relation :

$$\dot{\epsilon}_{\text{eq}} = \left( \frac{2}{3} \sum_{i,j} \dot{\epsilon}_{ij}^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II.1})$$

On trouve pour cet essai (où il n'y a pas de cisaillement) :  $\dot{\epsilon}_{\text{eq}} = \dot{H}/H$ . On en déduit par intégration la déformation équivalente de Von Mises ( $H_0$  et  $H_f$ , hauteurs initiale et finale):

$$\dot{\epsilon}_{\text{eq}} = -\left( \ln \frac{H_f}{H_0} \right) \quad (\text{II.2})$$

Dans notre étude après une homogénéisation de la microstructure, les échantillons d'aluminium 2024 ont été laminés à différents taux de réduction (40%, 70% et 95%).

## Chapitre II: Méthodes expérimentales

---

Les déformations équivalentes de Von Mises correspondantes sont présentées dans le **Tableau II.2**.

**Tableau II.2:** Les déformations équivalentes de Von Mises

| <b>Taux de réduction</b>                 | <b>40%</b> | <b>70%</b> | <b>95%</b> |
|--|------------|------------|------------|
| <b>Déformation <math>\epsilon</math></b> | 0.34       | 0.53       | 0.66       |

### II.4. Traitements thermiques

La notion de traitements thermiques recouvre un ensemble d'opérations ayant pour but des transformations structurales effectuées sur les matériaux à l'état solide, sous l'influence de cycles de température convenablement choisis afin de leur conférer des propriétés particulières. Ces traitements associent, au niveau structural, une amélioration des propriétés mécaniques par un traitement thermique et un affinement de la structure micrographique par la déformation plastique

#### II.4.1. Traitement d'homogénéisation

Par suite de la solidification rapide durant le laminage industriel du métal, la structure se trouve dans un déséquilibre. Suite à l'usinage la structure aux bords de l'éprouvette se trouve également modifiée. Ceci conduit à un écrouissage initial du matériau. Pour éliminer cet effet indésirable, un traitement d'homogénéisation est effectué.

Ce traitement d'homogénéisation permet d'atteindre l'état d'équilibre du matériau par diffusion des atomes dans la structure et d'améliorer les propriétés des produits obtenus. Dans notre étude, le traitement de recuit d'homogénéisation a été effectuée à la température  $T=550^{\circ}\text{C}$  pendant une durée de maintien  $t=1$ heure dans un four (**Cf. Figure II.3**), puis un refroidissement à l'air.

L'objectif de cette opération est de faciliter la transformation à froid (laminage à froid) et d'améliorer les propriétés des produits obtenus.



**Figure II.3 :** Four de traitement thermique.

### **II.4. 2.Traitement de recuit d'adoucissement**

Dans la littérature, et pour des températures de recuit de 150°C-300°C, il a été montré que la cinétique de restauration est relativement lente dans ces alliages. C'est pourquoi on a choisi d'étudier des températures de recuit un peu plus élevées et qui sont de l'ordre de 0,55-0,65  $T_f$ .

Dans notre travail, Ce traitement est s'effectué à trois séries des échantillons ayant subi une déformation plastique et pour deux température de recuit (250°C,350°C) à différents temps de maintien (10, 100, 1000, 10000, 6h) puis un refroidissement à l'air.



**Figure II.4:** Four de traitement thermique.

Chaque échantillon a subi un cycle de traitement thermique, qui consiste en un chauffage puis un maintien pendant une durée à une température bien déterminée (*Cf. Tableau II.3*) et enfin un refroidissement à l'air calme.

**Tableau II.3 :** Paramètres de cycles de traitement thermique utilisés dans le cadre de cette étude

| Température(°C) | Durée(s) |
|-----------------|----------|
| 250             | 10       |
|                 | 100      |
|                 | 1000     |
|                 | 10000    |
|                 | 21600    |
| 350             | 10       |
|                 | 100      |
|                 | 1000     |
|                 | 10000    |
|                 | 21600    |

### II.5.Analyse métallographique

#### II.5.1.Préparation des échantillons

L'aluminium et ses alliages sont mous et ductiles. Ils sont facilement rayés ou tordus pendant la préparation. Il est important de spécifier la méthode utilisée pour préparer les échantillons pour l'observation microstructurale par microscopie optique .

##### II.5.1.1.Découpage

Dans une première étape, on a découpé la plaque en petites plaquettes de dimension 40mm sur 30mm à l'aide d'une tronçonneuses (Figure II.5) doté d'un système de lubrification-refroidissement (eau dans notre cas) avec une vitesse lente, afin d'éviter toute transformation de phase des échantillons .



**Figure II.5:** Tronçonneuse des échantillons.

### **II.5.1.2. Polissage**

Lors de cette opération, les échantillons passent par différentes étapes de polissage pour faciliter l'observation microstructurale.

Le polissage mécanique par abrasion s'effectue en deux étapes principales, dans des conditions métallographiques standards :

- Prépolissage ;
- Polissage de finition.

#### **II.5.1.2.a. Prépolissage**

Il se fait par frottement de l'échantillon sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine. Le polissage se fait sous eau pour éliminer tout risque d'échauffement de l'échantillon.

A titre indicatif, les conditions opératoires suivantes peuvent être appliquées dans la majeure partie des cas. La vitesse de rotation des disques abrasifs de l'ordre 150 à 300 tr/min.

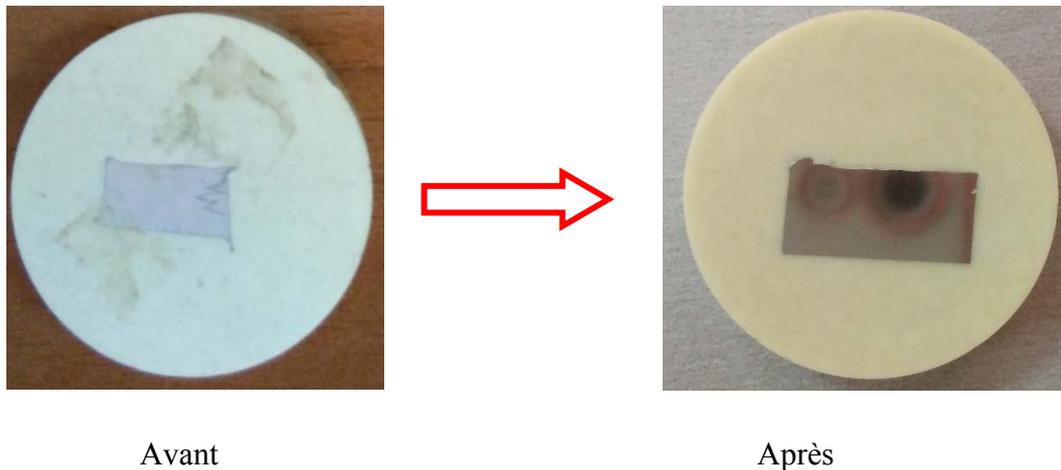
Pour notre cas, on a utilisé des papiers abrasifs de granulométrie de 800, 1000, 1200, 2400 et 4000 après le polissage les échantillons sont rincés à l'eau, puis séchés.

#### **II.5.1.2.b. Polissage de finition**

Le polissage de finition est effectué sur un papier feutre spécifique afin d'éviter toute contamination, et en utilisant comme agent de polissage une suspension 'OP-S' à la silice colloïdale particulièrement bien adaptée au polissage des métaux ductiles tels que l'aluminium, le titane. 'OP-S' est utilisée avec un rajout de lubrifiant utilisés pour

l'attaque du matériau. Ceci augmente l'activité chimique, raccourcissant ainsi le temps de polissage réel.

Après un polissage de finition, les échantillons subissent un nettoyage par l'ultrason, les échantillons sont mises dans un bécher avec de l'éthanol à l'appareil au bout de 10 min puis ils sont rincés à l'eau et séché.



**Figure II.6 :**Image de l'échantillon après la préparation métallographique.

### II.5.1.3. Attaque chimique

Les échantillons précédemment polis, sont attaqués chimiquement.

On utilise à cet effet, le réactif KELLER dont la composition est la suivante:

- Acide nitrique ( $\rho$  20: 1,40g/ml).....2,5ml ;
- Acide chlorhydrique( $\rho$  20: 1,19g/ml).....1,5ml;
- Acide fluorhydrique ( $\rho$  20: 1,13g/ml)dilué à 40%(V/V).....1ml;
- Eau distillé.....95ml.

Conditions d'attaque 10s à température ordinaire, suivi d'un rinçage à l'eau puis d'un séchage.

### II.5.1.4. Analyse microscopique

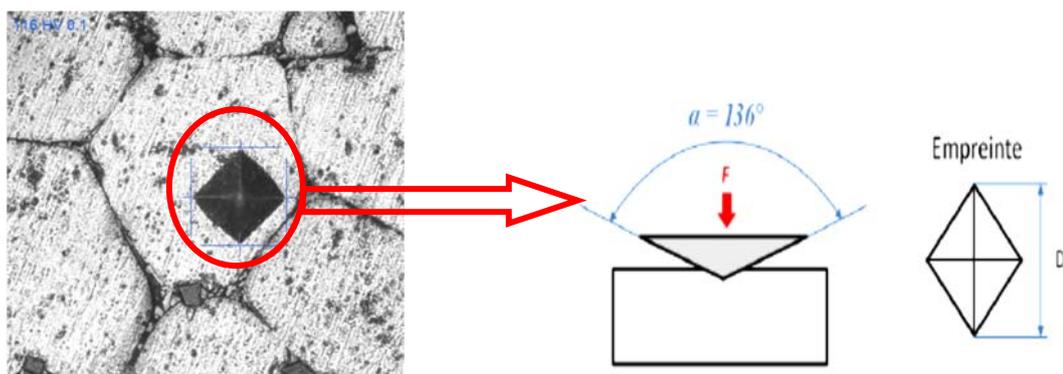
Pour les différentes observations microstructurales, nous avons utilisé un microscope métallographique optique de marque Nikon Eclipse LV 100 ND (Cf. **Figure III.6**) piloté par un micro-ordinateur et équipé d'un logiciel d'analyse d'images (ATLAS) qui permet l'observation des échantillons, avec un grandissement variant de X50 à X1500.



**Figure II.7 :** Microscope optique Nikon Eclipse LV 100 ND au niveau du laboratoire de Métallurgie, du CRTI.

### II.6.Mesure de la microdureté

La dureté est définie comme la résistance qui oppose un matériau à sa pénétration par un autre corps plus dur que lui. Elle est mesurée grâce à l'empreinte que laisse un pénétrateur dans un matériau sous une force donnée. Il existe différents essais selon la forme du pénétrateur et la nature de la mesure de l'empreinte (surface ou profondeur). L'essai de dureté de Vickers, qui est couramment utilisé, s'effectue avec un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée, d'angle au sommet  $136^\circ$ , sous une charge  $F$  présélectionnée et une durée d'action déterminée (*Cf. Figure .II.8*).



**Figure II.8 :** Principe de la mesure par la méthode VICKERS.

## Chapitre II: Méthodes expérimentales

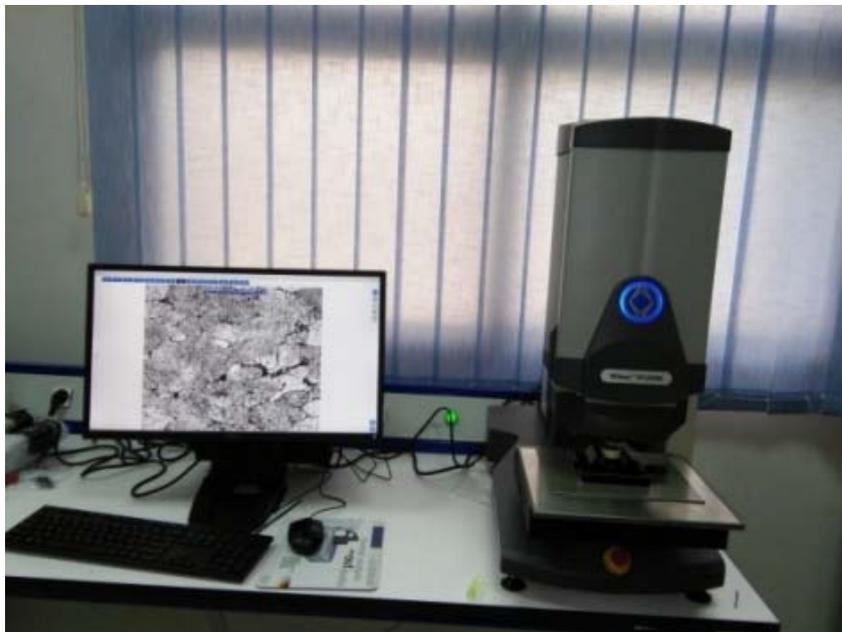
---

La dureté Vickers HV est liée à la charge appliquée (F) et la longueur de la diagonale de l'empreinte (d) par la relation :

$$HV=2.\sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right).\frac{F}{D^2} \quad (\text{II.3})$$

avec **F** en kgf et **D** en mm.

Dans notre étude, les mesures de microdureté de Vickers nous ont été extrêmement utiles afin de suivre les cinétiques de restauration et /ou recristallisation de nos matériaux en fonction du temps de recuit. Les échantillons prélevés pour la microdureté Vickers ont tout d'abord été polis jusqu'à un polissage de finition. Les mesures sont réalisées sous une charge de 100 g appliquée pendant 10 secondes, à l'aide d'un microduromètre Vickers de marque "Wilson VH 3300" contrôlé par le logiciel d'automatisation de dureté DiaMet™, incluant des configurations de paramètre de l'essai, et une analyse statistique, un export de données et un ensemble d'autre fonctions accélérant la procédure des essais et garantissant une acquisition et une analyse haute précision des données des essais. Pour chaque échantillon, la valeur de la microdureté correspondant représente la moyenne de dix mesures prises sur différents grains.



**Figure II.9:** Microduromètre Wilson VH 3300.

### **II.7. Analyse quantitative des microstructures**

Dans le cadre d'exploitation des microstructures, des analyses quantitatives des microstructures ont été faites à l'aide du logiciel Image J qui permet également de détecter et d'analyser automatiquement des particules .

Dans notre étude, on a pris une série des microstructures à différents taux de déformation dans le but d'analyser quantitativement et d'estimer une distribution de taille de grains. Pour toutes les microstructures, on a procédé à un traitement d'image, ce dernier permet d'avoir une image nette et prête à analyser par la suite.

**Chapitre III :**  
**Résultats et Interprétation**

Les résultats présentés dans cette partie servent de base afin de bien comprendre les aspects suivants :

- La cinétique d'Avrami décrivant ainsi l'évolution progressive de l'adoucissement statique sous différentes conditions tels que température, déformation et temps. Une mesure expérimentale de la micro dureté en relation avec des lois empiriques présentes dans la littérature révèle différentes caractéristiques du phénomène étudié.
- L'analyse des microstructures des différents états à l'échelle optique, et dans certains cas sélectionnés par MEB permet d'identifier qualitativement le phénomène d'adoucissement et / ou recristallisation et croissance des grains. Une analyse quantitative de la taille et distributions des grains s'avère utile suivie de la cinétique d'Avrami et croissance statique des grains.
- Dans les analyses précédentes, et à chaque mesure expérimentale, une modélisation empirique à été introduire afin de mieux comprendre certains phénomènes difficilement mesurables (ou observables) par l'expérience.

### III.1. Caractérisation d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état initial et à l'état recuit

A l'état initial, la microstructure est caractérisée par un ensemble des grains de morphologie plus ou moins dendritiques, avec quelques hétérogénéités locales produites au cours de la solidification et/ ou croissance des grains en post dynamique après la déformation à chaud. La dureté mesuré est de l'ordre de 113  $\mu\text{m}$ .

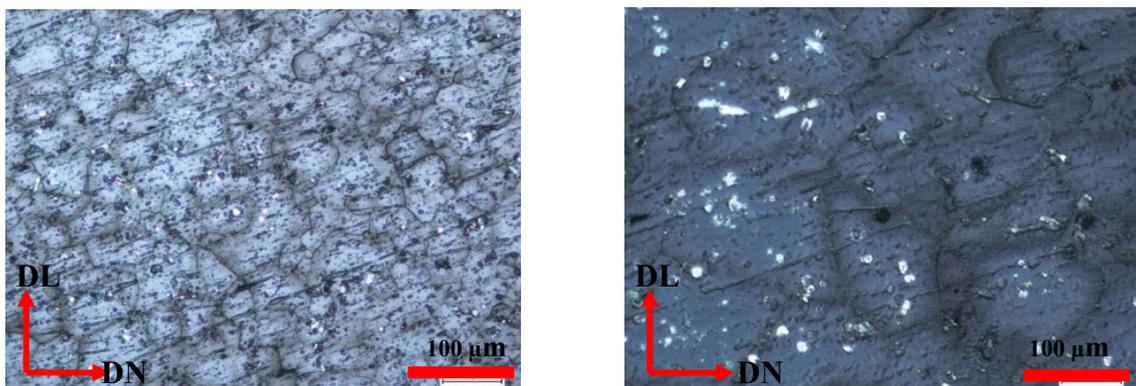
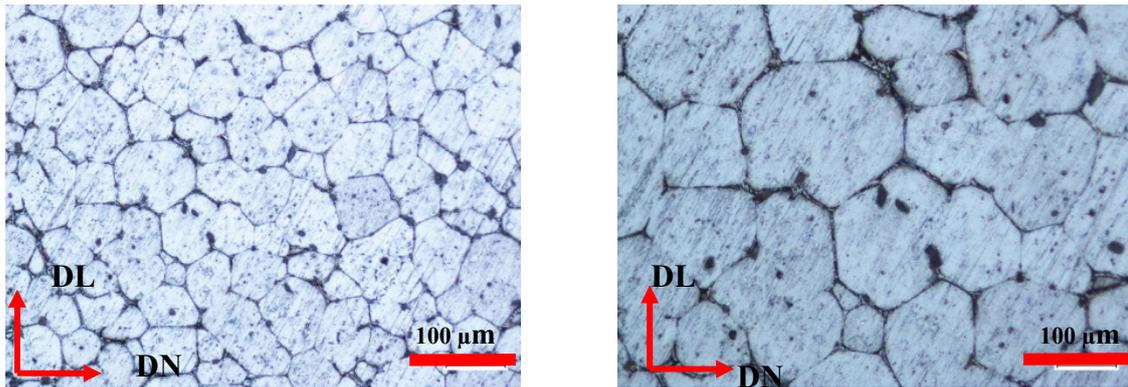


Figure III.1: Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état initial.

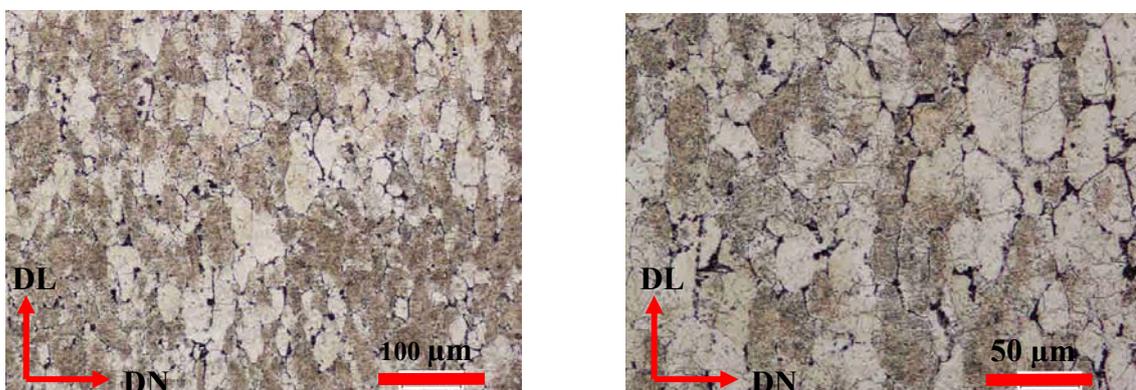


**Figure III.2:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état homogénéisé à 550°C pendant une heure

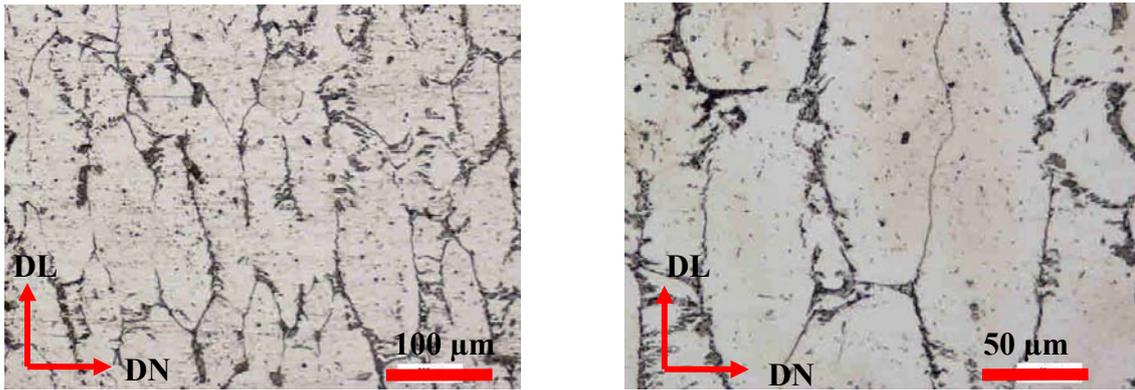
Les microstructures à l'état recuit révèlent un état thermodynamiquement stable avec la distribution bien homogène et isotrope des grains de forme équiaxe, ce type de recuit devrait réduire les hétérogénéités chimiques des alliages produites au cours de la solidification et s'applique en général aux tôles laminées à chaud. La dureté mesurée est de l'ordre de 113 Hv, et les grains sont relativement gros, la taille de la structure a été estimée par le logiciel Image J, elle vaut 103 µm.

### III.2. Caractérisation d'alliage d'Aluminium 2024 à l'état déformé

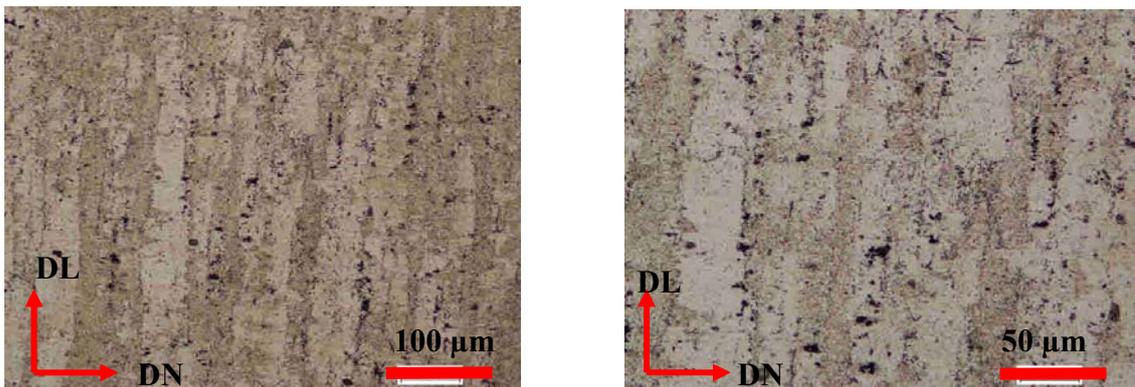
Des observations par microscopie optiques (Cf. Figure III. 3-5) ont été effectuées à différents taux de déformations équivalentes de von Mises, à savoir  $\epsilon = 34, 53$  et  $66\%$ . Il devient impossible de discerner les grains initiaux ou à l'état recuit, les grains sont bien allongés selon la direction de la sollicitation, et la structure s'est considérablement modifiée, par rapport à la microstructure initiale.



**Figure III.3:** Micrographie optique d'alliage d'Aluminium 2024 déformé par laminage à froid 34%.



**Figure III.4:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 53%.



**Figure III.5:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 66%.

Concernant les microstructures déformées plastiquement à froid, on observe de fortes hétérogénéités de déformation présentes par l'apparition des bandes de cisaillement. Nous focalisons notre attention sur le gradient de ces bandes qui demeure important au fur et à mesure qu'on augmente la déformation. Les mêmes observations ont été révélées antérieurement par les travaux de Grogan [1922] et de Adcock [1922], qui ont observé des bandes de cisaillement sur la section longitudinale d'une tôle de cuivre-nickel laminée à 88% et ont aussi étudié leurs conséquences sur la recristallisation. En laminage et compression plane, les mêmes observations ont été révélées dans la littérature, la plupart des études concernent des matériaux à structure c.f.c., et bien souvent se focalisent sur l'aluminium et ses alliages, par exemple l'alliage 3004 est fortement écroui en laminage, Yi-Lin [1987] : alliage 5182, Gingell et al. [1997] : ou encore Jasienski et al [1987], Inagaki et Kohara [1997].

Il faut signaler que l'apparition de ces bandes est fortement liée à quelques caractéristiques telle que l'énergie de défaut d'empilement (EDE), taille de grains et orientation cristalline, température etc. Nous revenons sur l'influence de ces paramètres sur l'adoucissement statique induit par migration des joints de grains ultérieurement.

### **III.3. Caractérisation d'alliage d'Aluminium 2024 lors d'un traitement de recuit d'adoucissement**

Dans certaines littératures, et pour des températures de recuit de restauration et / ou de recristallisation à deux températures 150 et 300°C, il a été montré que la cinétique de recristallisation est relativement lente dans ces alliages. C'est pourquoi nous avons choisi d'étudier des températures de recuit un peu plus élevées et qui sont de l'ordre de  $0,55-0,65 T_f$  [1], en l'occurrence 250 et 350 °C. Ces recuits nous ont révélé le phénomène de l'adoucissement induit par restauration et / ou recristallisation, et ce en fonction des conditions de déformations et de la cinétique de la restauration statique ultérieure.

#### **III.3 1.. Mesures de Micro dureté**

Pour déterminer les cinétiques de recristallisation, des échantillons d'aluminium 2024 homogénéisé et laminés à froid à 34%,53%, et 66%, recuits à différentes températures (250, 350 °C), ont été caractérisés par microdureté Vickers. Nous rappelons que les mesures ont été réalisées pour les différents temps de recuit, pour chaque échantillon, dix empreintes espacées ont été relevées.

Les courbes présentées dans la **Figure III.6-7** montrent l'évolution de la microdureté au cours de recuits à différentes températures.

#### **III.3.1.1. Effet de déformation sur l'évolution de la cinétique de l'adoucissement**

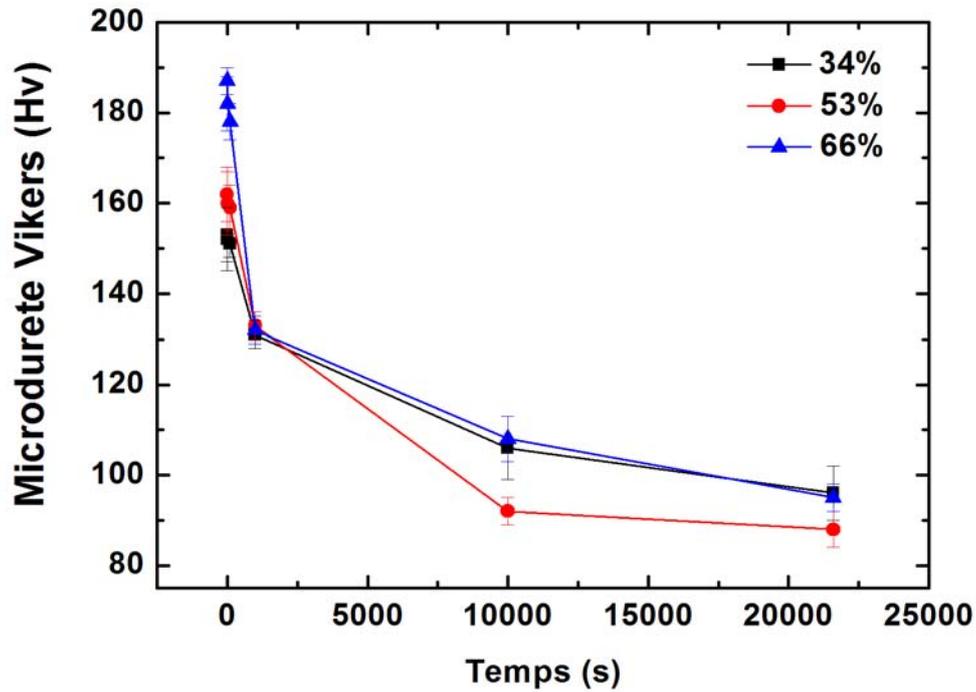


Figure III.6 :Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour différent taux de déformation à température 250°C

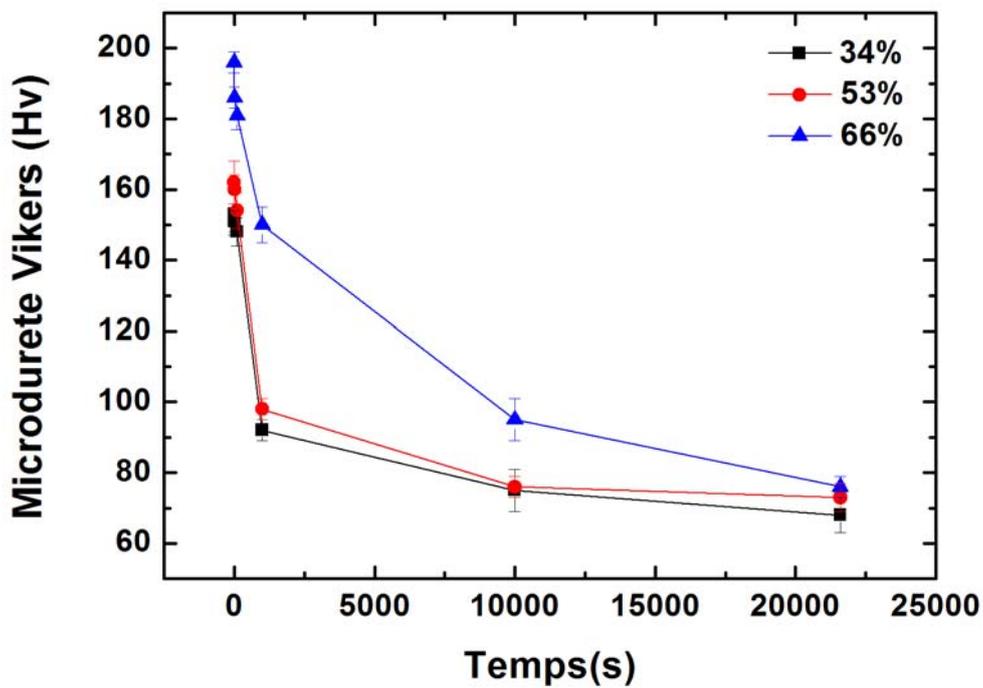
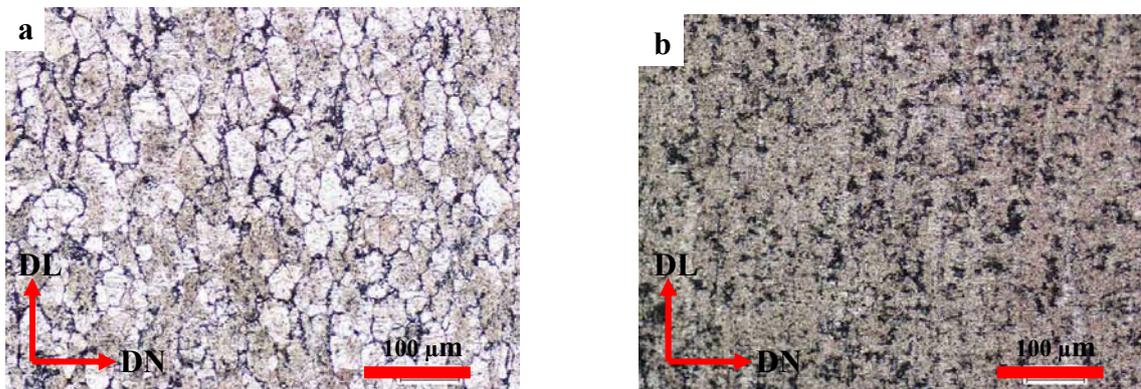


Figure III. 7:Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour différent taux de déformation à température 350°C

D'après les deux figures précédentes (Cf. Figure III.6-7), on remarque clairement l'effet de la déformation sur l'adoucissement statique des alliages d'aluminium. En effet, au fur et mesure qu'on augmente la déformation pour une même température, l'évolution de la cinétique de l'adoucissement est bien considérable notamment à  $T=250^{\circ}\text{C}$ . Ceci nous mène à soupçonner le rôle des microbandes de déformation présentes antérieurement dans la structure. Cette idée rejoindrait les notions de l'adoucissement mécanique fortement liée à celui géométrique.

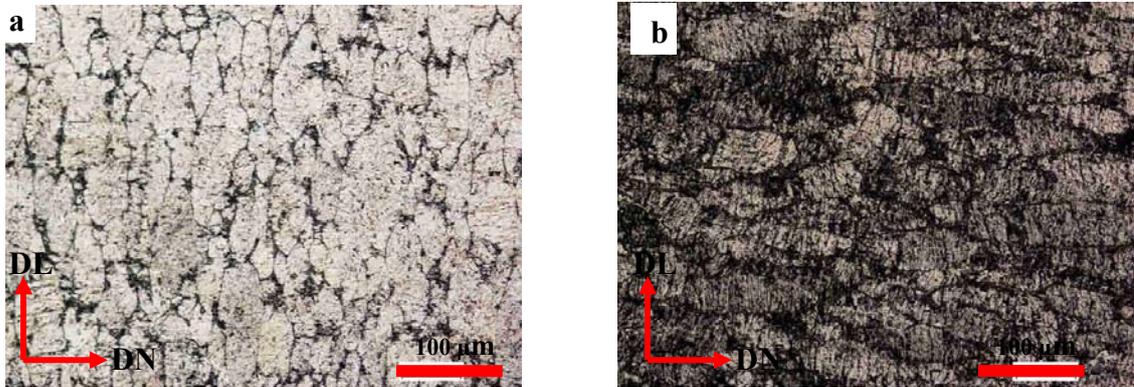
La Figures III.8 des microstructures expliquent le lien étroit entre les l'apparition des bandes de cisaillement et l'adoucissement structural :



**Figure III.8:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 recuit à  $250^{\circ}$  pour  $t=10000\text{s}$ :  
a) laminé à 34%, b) laminé à 66%.

Nous observons qu'à haute déformation, l'adoucissement géométrique est moins accentué par rapport à faible déformation, ce qui explique l'écart enregistré de dureté à ce stade (34 Hv), nous observons ainsi un ensemble de sous grains (cristallites) subdivisés très fins à l'intérieur des bandes de cisaillement. On suspecte un développement d'une sous-structure au sein des grains initiaux et / ou écrouis certainement avec la présence d'une forte population faiblement désorientés selon le sens de la sollicitation. Ceci coïncide avec les travaux de Hugues [1993] qui s'est intéressé à la subdivision des grains dans des alliages Al-Mg par formation de microbandes ainsi que Winther et al. [1997] qui ont développé une théorie sur la formation des murs à forte densité de dislocations et microbandes cristallographiques. En revanche, à faible déformation, on remarque que dans certaines zones, l'adoucissement par restauration statique est bien présent, alors que dans d'autres aux voisinages des grains fortement écrouis et restaurés, le mécanisme de recristallisation est bien présent avec l'apparition des nouveaux grains de tailles et désorientations différents.

Il est indispensable de bien remarquer que les deux types de microstructures présentes à 250°C pour les deux déformations extrêmes sont de type lamellaires mais des gradients différents. Aux très faibles déformations apparaissent très vite des enchevêtrements de dislocations, sans arrangement particuliers.



**Figure III.9.:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à 53% et recuit à  $T=250^{\circ}$  pour: a)  $t=10000s$  b)  $t=6h$ .

A des déformations plus importantes (Cf. Figure III.9.), la structure peut se subdiviser en cellules à l'intérieur des grains, arrangés en parois denses en dislocations, par le mécanisme de la restauration des dislocations dans les sous-grains et les sous-joints. La restauration des dislocations s'opèrent dans ce cas par l'annihilation par paires, réarrangement des dislocations dans les sous-joints, absorption aux sous-joints et coalescence des sous-grains. Une structure lamellaire alignée selon le plan de laminage, est très souvent observée dans les microstructures de grande déformation.

### III.3.1.2. Effet de la température sur l'évolution de la cinétique d'adoucissement

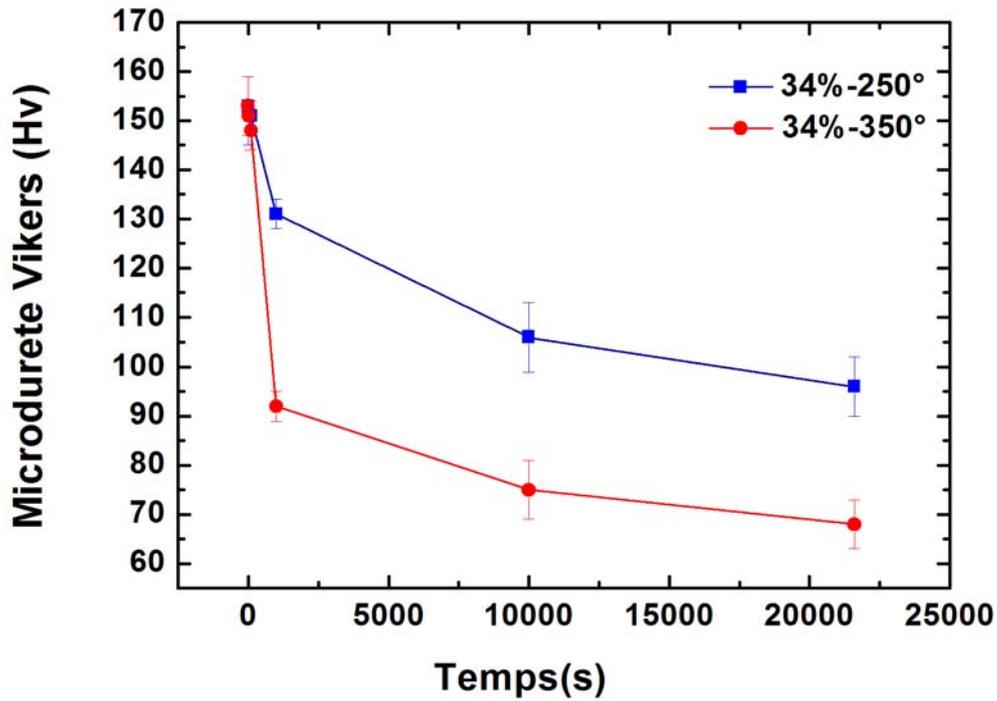


Figure III. 10: Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour un taux de déformation 34%, à différentes températures

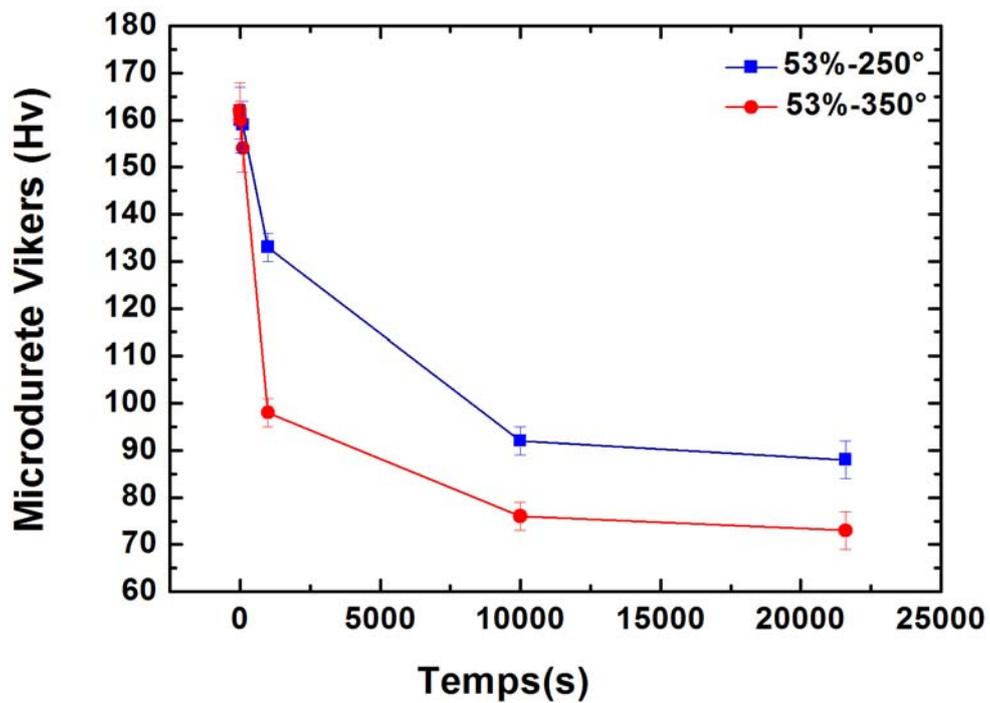
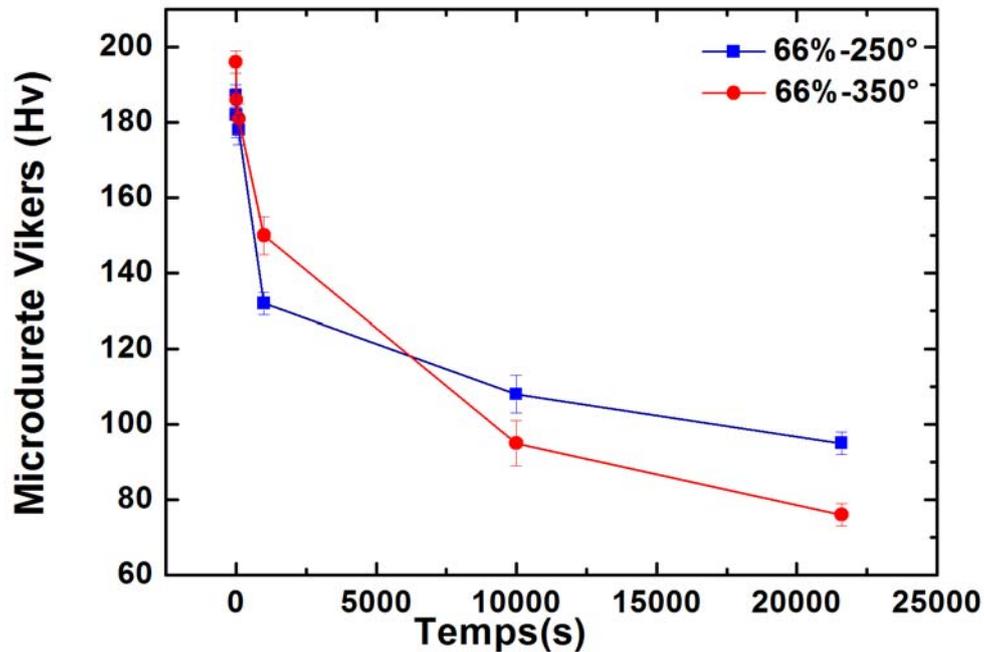


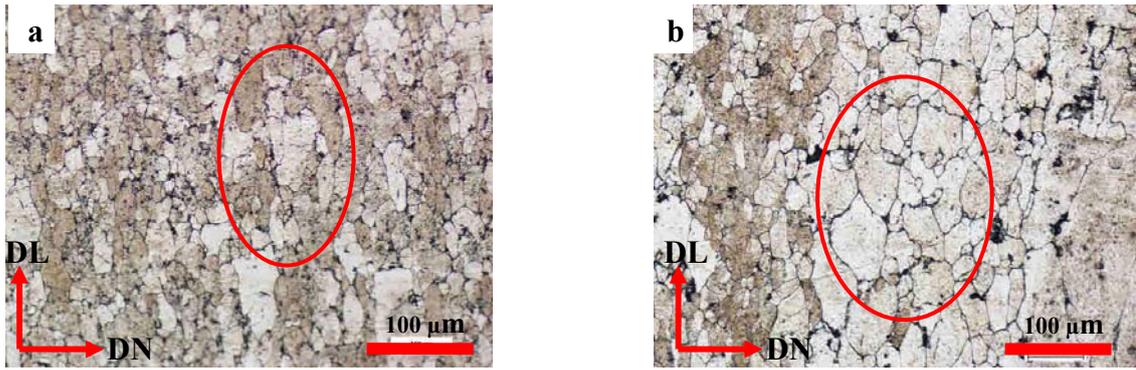
Figure III. 11: Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour un taux de déformation 53%, à différentes températures.



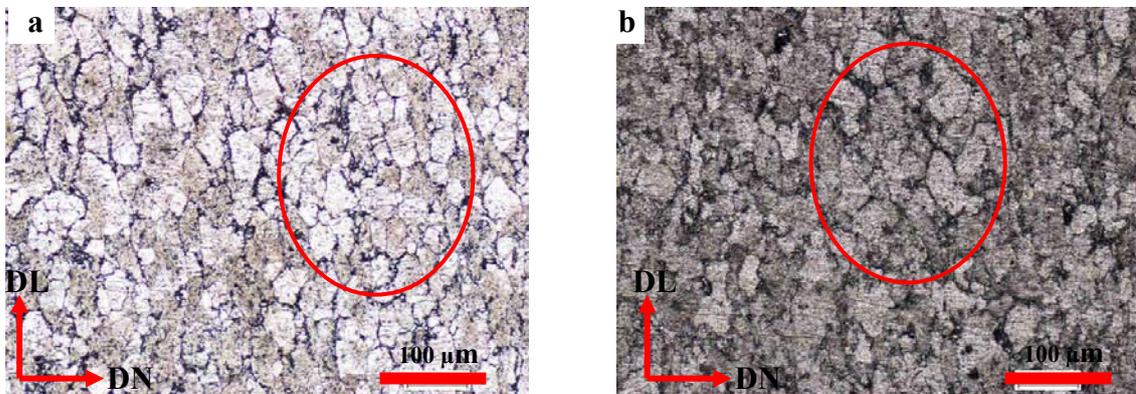
**Figure III.12** : Evolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour un taux de déformation 95%, à différentes températures

Les courbes d'évolution de la micro dureté Vickers des échantillons d'aluminium 2024 en fonction du temps de recuit à 250 et 300 °C sont représentées dans les **Figure III.8-9-10**, l'aspect des courbes reflète une diminution de la micro dureté pour les trois taux de déformation lors de recuits. La diminution de la dureté est plus importante pour un taux de déformation plus important.

Cette diminution est attribuée aux mécanismes de restauration. Ce processus se fait d'une manière plus rapide pour la température 350 °C par rapport à une température de 250 °C et ce pour les trois taux de déformation étudiés. Donc plus la température du recuit est élevée plus la restauration est accélérée.

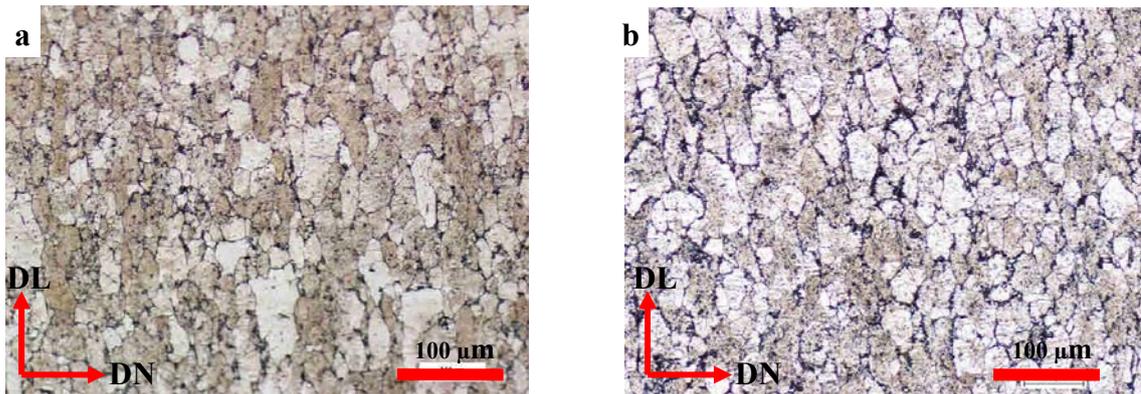


**Figure III.13:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à '0% et recuit à  $t=100s$  pour: **a)**  $T=250^{\circ}$  **b)**  $T=350^{\circ}C$ .



**Figure III.14:** Microstructure d'alliage d'Aluminium 2024 laminé à '0% et recuit à  $t=10000s$  pour: **a)**  $T=250^{\circ}C$  **b)**  $T=350^{\circ}C$ .

Les microstructures (Cf. Figure III.12-13) présentent l'effet bien marquant de la température sur la cinétique de l'adoucissement, plus particulièrement pour un temps  $t=10000s$ . l'écart est bien enregistré sur la courbe de dureté et peut être bien observé à l'échelle microstructurale. A ce stade, la restauration dans ces alliages est gérée à la fois par la restauration des dislocations dans les sous-grains et les sous-joints, ainsi que la croissance par migration des sous-joint particulièrement pour les grains fortement écrouis, ainsi on voit nettement la naissance d'un nombre limité des nouveaux grains et croissance au voisinage de ces derniers quand on augmente la température au détriment des grains fortement restaurés relativement à basse température. Ainsi au cours de la restauration, les parois de dislocations sont amenées à se réarranger pour satisfaire la condition de stabilité (Cf. Figure III.14).



**Figure III.15:** Microstructure d'alliage d'Alumininum 2024 laminé à 40% et recuit à  $T=250^{\circ}$  pour: a)  $t=100s$  b)  $t=10000$ .

### III.4. Modélisation empirique de la cinétique de l'adoucissement statique

Dans le but de mieux caractériser la cinétique de l'adoucissement statique de notre matériau, au cours d'un recuit isotherme à deux températures  $250^{\circ}$  et  $350^{\circ}C$ , d'Alumininum 2024 laminé à froid à différents taux de déformation de 34%, 53%, et 66%, nous avons entrepris la réalisation d'une étude cinétique, d'abord par le calcul des paramètres cinétiques de recristallisation tels que le facteur d'Avrami  $n$  et la constante de vitesse  $K$  en utilisant les écarts réactifs des mesures de micro dureté Vickers entre l'état déformé et restauré, puis par le calcul des énergies d'activation en appliquant le modèle *JMAK*.

L'influence de taux de déformation et la température de restauration sur les paramètres cinétiques de restauration/ recristallisation sera discutée.

#### III.4.1. Détermination de la fraction d'adoucissement

Dans un premier temps, une étude préliminaire a été réalisée par microdureté Vickers pour déterminer la fraction recristallisée en fonction du temps de recuit pour l'ensemble des échantillons déformés.

Un facteur d'avancement du phénomène étudié des précédents échantillons a été déduit des mesures de microdureté en fonction du temps de recuit par la formule suivante :

$$X(t) = \frac{Hv_{(initiale)} - Hv_{(t)}}{Hv_{(initiale)} - Hv_{(finale)}} \quad (III.1)$$

Où :  $Hv_{(finale)}$  est la valeur moyenne de la microdureté du matériau complètement

recristallisé,  $H_v$  (*initiale*) est la valeur moyenne de la microdureté du matériau déformé et  $H_v(t)$  correspond à la microdureté d'un état partiellement recristallisé à un temps de recuit ( $t$ ).

Les fractions d'adoucissement en fonction du temps de recuit sont tracées sur les figures III.15-16 pour les échantillons d'Aluminium 2024 laminé à différents taux de déformation et pour deux températures de recuit 250° et 350°. la majorité des courbes obéissent à une loi de type sigmoïdale..

### III.4.2. Effet de température sur la cinétique de restauration/ recristallisation

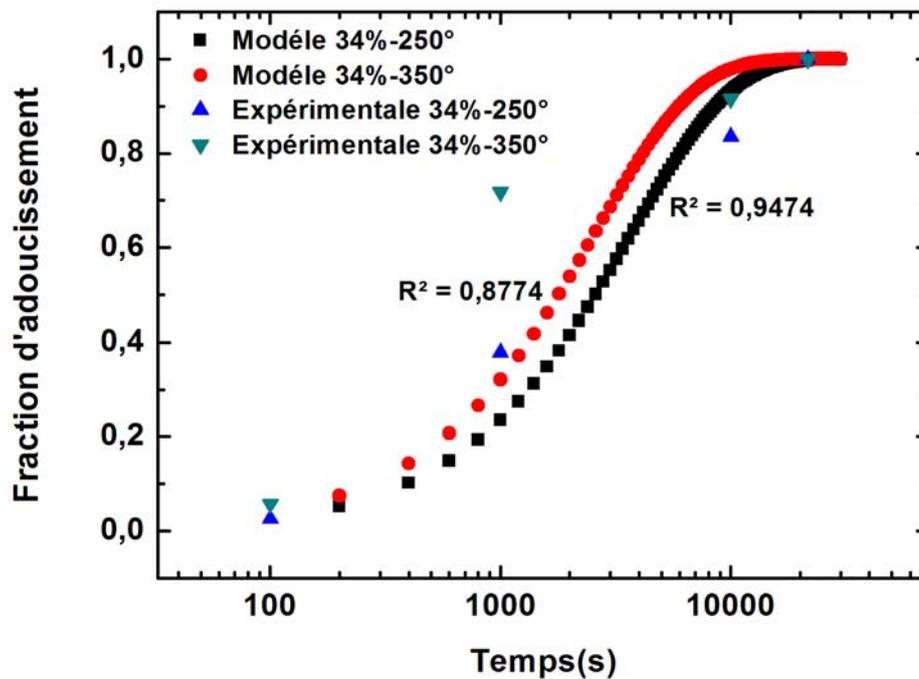
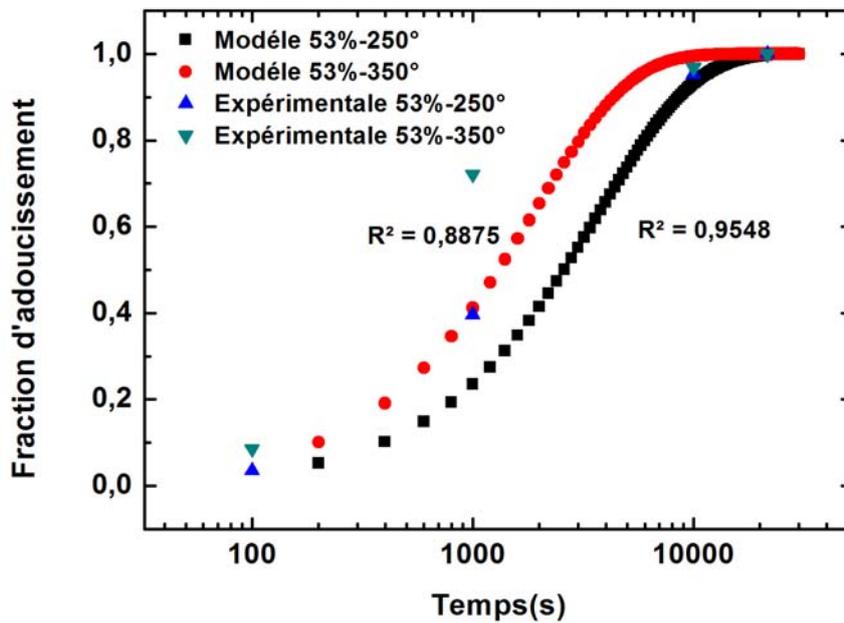
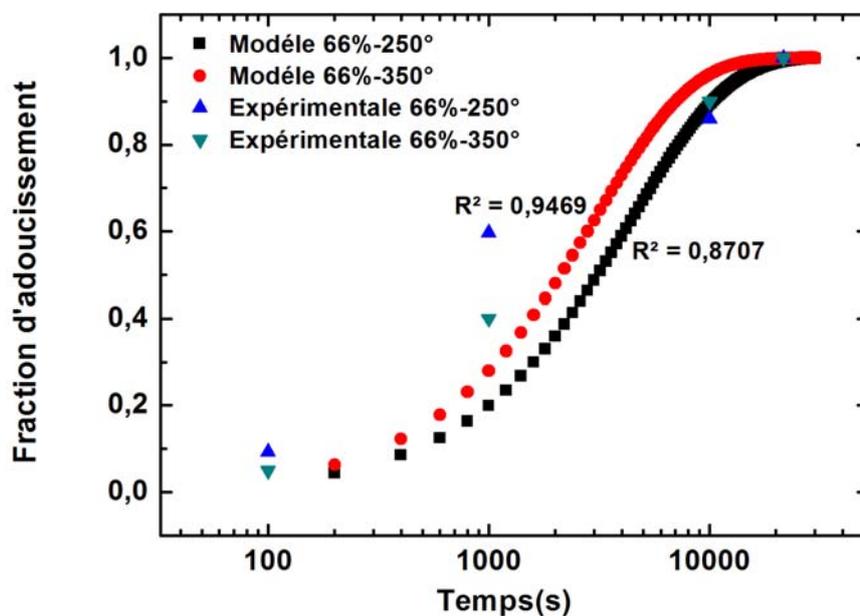


Figure III. 16 : Evolution de la fraction d'adoucissement en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34 %, à deux température de recuit 250° et 350°



**Figure III. 17:** Evolution de la fraction d'adoucissement en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53 %, à deux température de recuit 250° et 350°



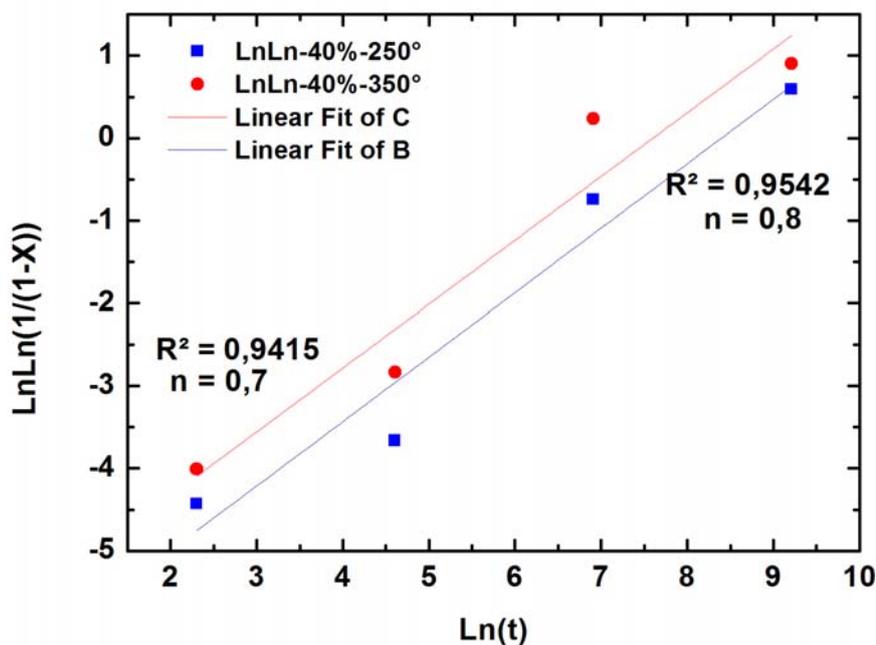
**Figure III.18:** Evolution de la fraction d'adoucissement en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 66 %, à deux température de recuit 250° et 350°

Nous présentons pour comparaison l'évolution de la fraction d'adoucissement d'après la formule (Equation III.1) décrite précédemment et un modèle analytique. En effet, on observe que les points expérimentaux obtenus par les mesures de microdureté sont proches à la courbe basée sur les données de modèle analytique. Les résultats les plus convaincants sont ceux obtenus par le modèle théorique car les mesures de microdureté sont associées à des mesures empiriques expérimentales approximatives.

### III.4.1.3. Calculs de cinétiques par le modèle JMAK

L'équation (III.1) obtenue de l'expression de JMAK, a permis de tracer les variations de  $\ln[-\ln(1-X)]$  en fonction de  $\ln(t)$  lors de recuit isotherme à 250°C (Cf. Figure III. ) et 350°C (Cf. Figure III. ) des échantillons d'aluminium 2024 laminés à froid à 34%, 53 % et 66%.

Nous avons calculé les paramètres cinétiques d'adoucissement statique de nos matériaux, recuits à 250 et 350 °C, à partir des droites tracées sur la Figure III.18-19 dont la pente de chaque droite est considérée comme étant le coefficient  $n$  et l'ordonnée à l'origine égale à  $n \cdot \ln K$ .



**Figure III. 19:** Courbes de JMAK d'adoucissement statique isotherme d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à deux température de recuit 250° et 350°

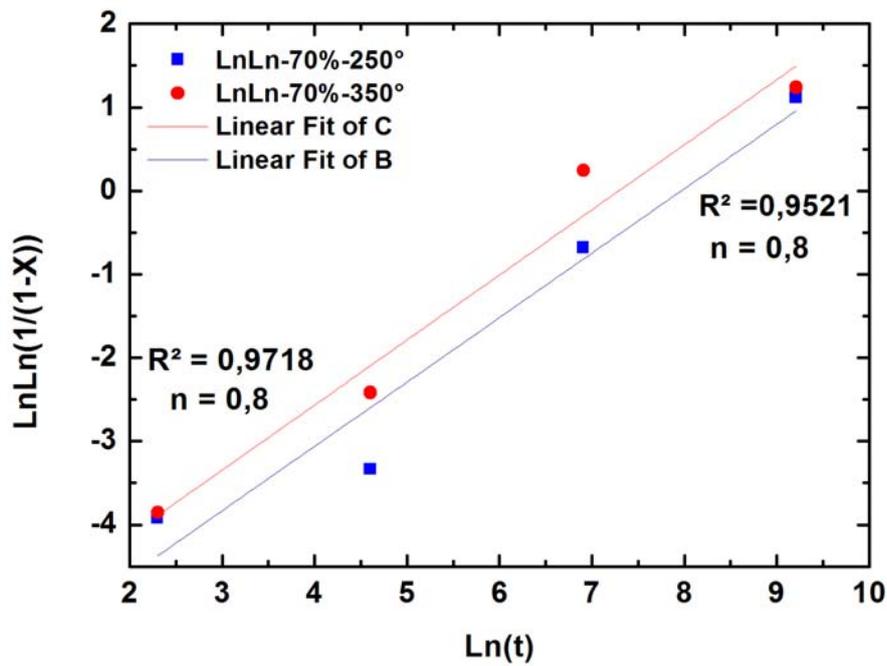


Figure III.20: Courbes de JMAK d'adoucissement statique isotherme d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53%, à deux température de recuit 250° et 350°

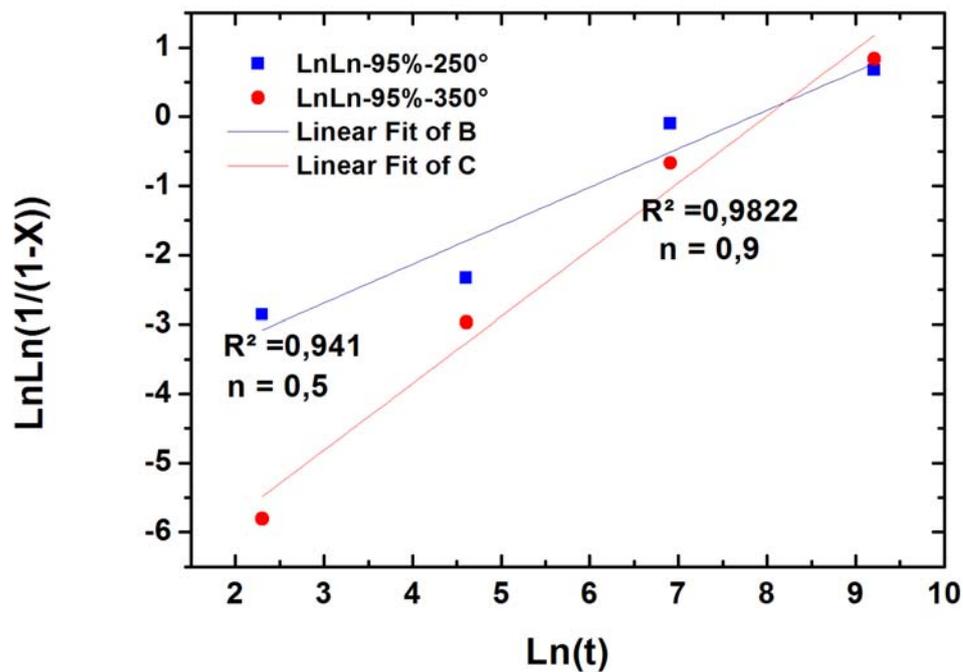


Figure III.21: Courbes de JMAK d'adoucissement statique isotherme d'Aluminium 2024 laminé à froid à 66%, à deux température de recuit 250° et 350°

Nous remarquons sur les Figures III.18-19-20 que les points expérimentaux peuvent être obéir d'une manière satisfaisante par la droite théorique de régression du modèle proposé. Ceci permet de conclure que la réaction obéit à une loi du type JMAK.

### III.4. 3 Détermination de l'exposant d'Avrami

Les données numériques pour les isothermes  $T=250^{\circ}$  et  $T=350^{\circ}$  du Aluminium 2024 sont reportées dans le tableau III.1.

#### III.4.3.1 Détermination analytique des n et k

**Tableau III.1:** Paramètres de l'équation de JMAK déterminés expérimentalement laminés à froid à 34%,53 %et 66% et recuits à 250 et 350 °C.

| <b>Echantillons laminées à 40%-épaisseur    <math>-\epsilon = 0.34</math></b> |            |  |
|---|------------|--|
| <b>T de recuit (°C)</b>   | <b>n</b>   | <b><math>K \cdot 10^{-4}</math> (s<sup>-1</sup>)</b> |
| <b>250</b>  | <b>0,8</b> | <b>2,26</b>  |
| <b>350</b>  | <b>0,7</b> | <b>5,01</b>  |

| <b>Echantillons laminées à 70%-épaisseur    <math>-\epsilon = 0.53</math></b> |            |  |
|---|------------|--|
| <b>T de recuit (°C)</b>   | <b>n</b>   | <b><math>K \cdot 10^{-4}</math> (s<sup>-1</sup>)</b> |
| <b>250</b>  | <b>0,8</b> | <b>3,47</b>  |
| <b>350</b>  | <b>0,8</b> | <b>6,81</b>  |

| <b>Echantillons laminées à 70%-épaisseur    <math>-\epsilon = 0.53</math></b> |            |  |
|---|------------|--|
| <b>T de recuit (°C)</b>   | <b>n</b>   | <b><math>K \cdot 10^{-4}</math> (s<sup>-1</sup>)</b> |
| <b>250</b>  | <b>0,5</b> | <b>3,99</b>  |
| <b>350</b>  | <b>0,9</b> | <b>3,39</b>  |

Les résultats de calcul numériques des coefficients  $n$  et  $k$  pour l'alliage Al 2024 sont enregistrés dans le tableau III.1. Il apparaît clairement que les valeurs de la constante de vitesse  $K$  augmentent avec la température pour des déformations modérées et que le comportement est inverse pour une déformation maximale de l'ordre de  $\varepsilon_{VM} = 66\%$ . Concernant le coefficient d'Avrami, il est constant pour de faibles déformations et ce pour toute température mais son pour une déformation maximale, l'écart enregistré entre les deux températures est significatif (presque le double), ceci marque l'effet prépondérant de l'écrouissage critique (par déformation plastique sur l'adoucissement induit par restauration de cette classe d'alliage).

Cette différence, entre les valeurs de  $n$  trouvées par la théorie et les résultats expérimentaux peut s'expliquer d'après Humphreys et Hatherly [2], l'influence de la restauration sur la valeur de  $n$  reste faible. Ils ont alors proposé de plutôt prendre en compte l'influence de l'hétérogénéité microstructurale créée pendant la déformation. En effet, cette hétérogénéité peut conduire à une distribution non-aléatoire des germes qui se rencontrent rapidement lors de leur croissance. Ce mécanisme tend alors à diminuer  $n$ . Au contraire, la théorie de *JMAK* prévoit une distribution aléatoire des germes et donc la croissance d'un germe n'est pas perturbée par les autres.

En effet, l'équation de *JMAK* ne fonctionne que pour la recristallisation primaire. Or, expérimentalement, il est souvent très difficile de séparer les étapes de restauration et de recristallisation primaire qui coexistent et sont en compétition. De fait, la diminution des valeurs expérimentales de  $n$  par rapport à celles données par la théorie peut être liée à l'influence de la restauration.

Selon des études antérieures [3], les coefficients d'Avrami dépendent des conditions de germination et croissance. Dans le cas idéal de la germination homogène et le taux de croissance isotopique dans les trois dimensions, le coefficient d'Avrami est d'environ 4, les coefficients d'Avrami trouvés pour les alliages au Molybdène sont bien inférieurs, dont la valeur de  $n$  est d'environ 2.5, elle diminue ensuite avec l'augmentation de la température pour atteindre une valeur de l'ordre de  $n=1.1$ , l'effet similaire a été observé dans plusieurs études antérieures, les auteurs ont expliqué que l'effet de la décroissance des coefficients d'Avrami peut être dû à la différence bien considérable de cette présente relativement aux conditions idéales décrites ci-dessous. Une autre interprétation est fortement corrélée à l'approche de *JMAK* est l'existence des sites de germination et leurs distributions (aléatoires ou non) dans la matrice adoucie. Rosen et al

[4], ont reporté une constance du taux de croissance des grains dans les alliages ferreux de hautes pureté, conduisant probablement à l'activation des sites de germination préexistants sous forme de populations des sous grains dans les matrices non recristallisées, par rapport aux cas des microstructures non restaurées, le coefficient d'Avrami a été trouvé égale à 2.5. Quand la température de restauration statique est suffisamment importante, et tous les germes existent pour déclencher la recristallisation primaire, la valeur limite de  $n$  est de l'ordre de 1.5.

### III.4.3.2. Détermination d'énergie d'activation

Pour calculer les énergies d'activation des alliages d'aluminium 2024, nous avons utilisé les mesures de la microdureté réalisée sur ces échantillons à différentes températures de recuit à 250, 350 °C. Il nous a paru judicieux de calculer l'énergie d'activation d'après des travaux antérieurs qui propose trois méthodes de calcul[5]

- **Méthode 01:**

On peut définir l'énergie d'activation  $Q$  à partir de la pente de la tangente à la courbe

$\ln(k)=f(1/T)$ , donc la pente nous fournis à un coefficient près de l'énergie d'activation  $Q$ .

Les résultats calculer par cette méthode sont présenter dans le tableau suivant:

**Tableau III.2:** Détermination de l'énergie d'activation par la méthode 01.

| Taux de déformation | Q(Joule)   |
|---------------------|------------|
| $\epsilon = 0.33$   | 21566,3986 |
| $\epsilon = 0.53$   | 18287,5603 |
| $\epsilon = 0.66$   | 4347,13609 |

- **Méthode 02:**

La deuxième méthode consiste en la détermination de la pente de la tangente à la courbe  $X=f(t)$  pour une valeur donnée de  $X$ , typiquement  $X=0.5$ .

On reporte alors :  $\ln\left(\frac{dx}{dt}\right) = f(t)$

La pente nous fournis à un coefficient près de l'énergie d'activation . Les résultats sont présentés dans le tableau suivant:

**Tableau III.3:** Détermination de l'énergie d'activation par la méthode 02.

| Taux de déformation | Q(Joule)   |
|---------------------|------------|
| $\epsilon = 0.33$   | 829,366998 |
| $\epsilon = 0.53$   | 1438,40671 |
| $\epsilon = 0.66$   | 2799,67886 |

- **Méthode 03 :**

La troisième méthode consiste à modéliser numériquement chaque point de temps de maintien pour la durée de 6h.

La méthode consiste à déterminer  $\ln(t)$  à X et pour une température T données, on effectue une moyenne de valeurs obtenues d'énergie d'activation à X=0.4,0.5, et 0.6. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant:

**Tableau III.4:** Détermination de l'énergie d'activation par la méthode 03.

| Taux de déformation | Q(Joule)   |
|---------------------|------------|
| $\epsilon = 0.33$   | 12090,7679 |
| $\epsilon = 0.53$   | 10844,2346 |
| $\epsilon = 0.66$   | 8492,24204 |

### Discussion:

Il nous a paru judicieux de comparer les valeurs obtenues expérimentalement avec les énergies d'activation des phénomènes de diffusion dans l'aluminium et ses alliages binaires. Les valeurs expérimentales couramment rencontrées dans la littérature [6] varient selon la pureté du matériau ainsi que le type du soluté. Si l'énergie d'activation

calculée est proche de l'énergie de diffusion des atomes de soluté dans la matrice aluminium, le traînage des atomes est alors considéré comme le mécanisme limitant. En revanche, si le mécanisme limitant est la montée des dislocations, l'énergie d'activation est alors proche de l'énergie d'auto-diffusion. D'après Frost et Ashby [7] l'énergie d'activation du mécanisme de l'auto-diffusion pour l'Al pur est de l'ordre de 142 KJ/mol comparativement à celle qui correspond au mécanisme de recristallisation et qui est de l'ordre de 63 KJ/mol, cette mesure a été effectuée par les auteurs Hassner et al [8].

A leur suite, les auteurs Lens et al. 2005, en faisant varier  $Q$  vis-à-vis de l'effet du soluté ont fourni des écarts significatifs pour le même intervalle de température, et ce pour des alliages modèles plus simples. En conséquence, il a été trouvé que l'énergie d'activation augmente fortement au cours de la recristallisation et croissance normale pour les deux alliages binaires Al-0.1%Mn et Al-0.3%Mn respectivement, elle varie d'une valeur moyenne de l'ordre de 150 à 325 kJ/mol respectivement. Tandis que pour les alliages binaires Al-Si, Al-Fe et Al-Mn, l'énergie d'activation du mécanisme de diffusion de ces solutés est de l'ordre de 135, 225, 215 kJ/mol respectivement[9-10-11].

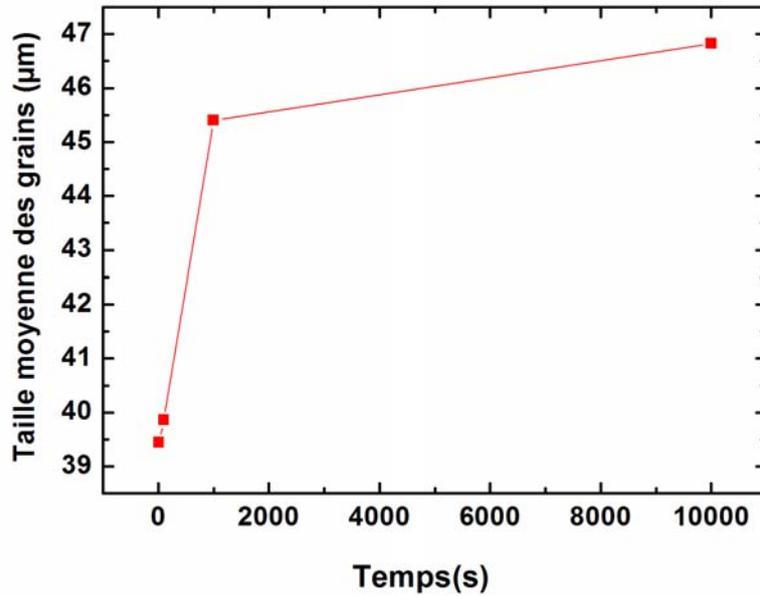
Les résultats rencontrés dans le cadre de notre étude sont loins de ceux décrits précédemment parce qu'il s'agit des alliages plus complexes, nous pensons par ailleurs que les mécanismes associés restauration et/ou début de recristallisation n'ont pas encore eu le stade critique d'activation thermique. Ainsi, les résultats rapportés ici (Cf. Tableau III.2-3-4) sont trop faibles pour pouvoir interpréter la cinétique de recuit comme un phénomène de diffusion ou même d'adoucissement.

### **III.5. Analyse qualitative des microstructures d'Aluminium 2024**

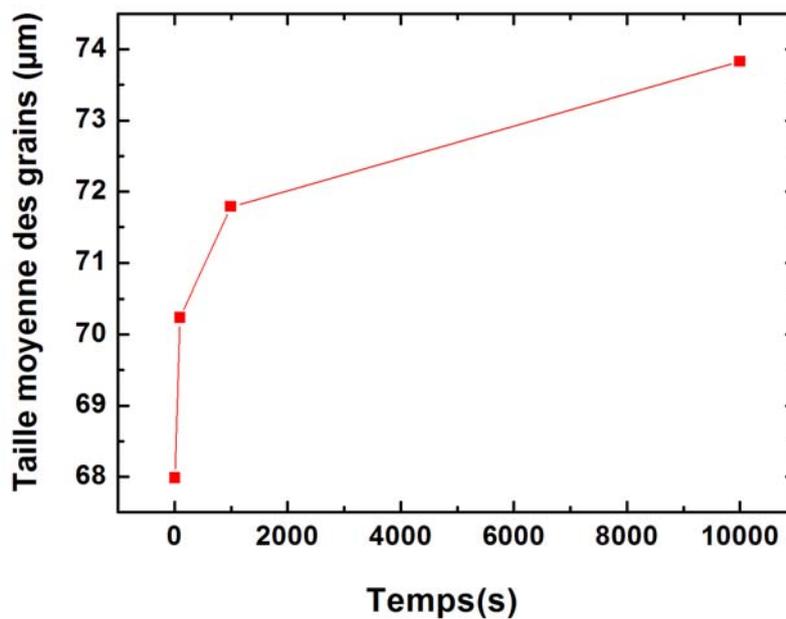
La distribution des tailles des grains dépend fortement de la microstructure développée lors de la déformation à froid et après un traitement de recuit.

Pour illustrer ce phénomène, des analyses qualitatives des microstructures ont été faites à l'aide du logiciel Image J, on a représenté la taille des grains moyenne d'une série des microstructures à différents états de déformation en fonction de la température de recuit pour différent temps de maintien.

### III.5.1. Influence de la taille des grains sur la cinétique de l'adoucissement statique



**Figure III.22:** Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34 %, à température de recuit 250°



**Figure III.23:** Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53 %, à température de recuit 250°

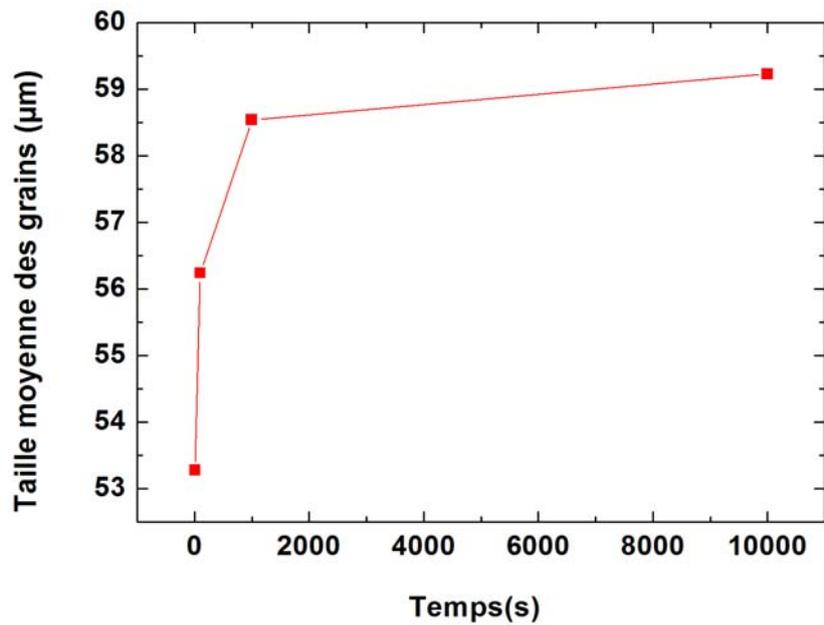


Figure III.24: Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34% , à température de recuit 350°

### III.5.2. Influence de température sur la croissance des tailles des grains

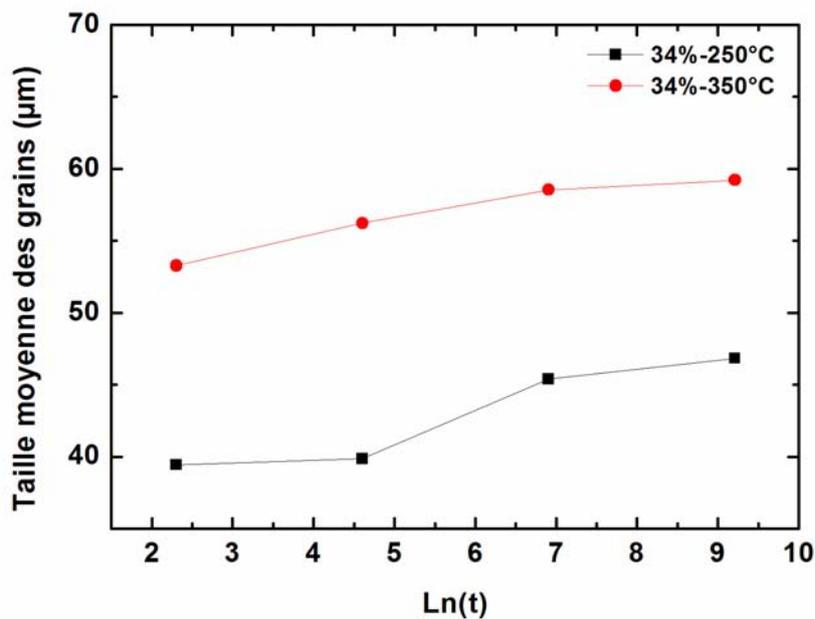
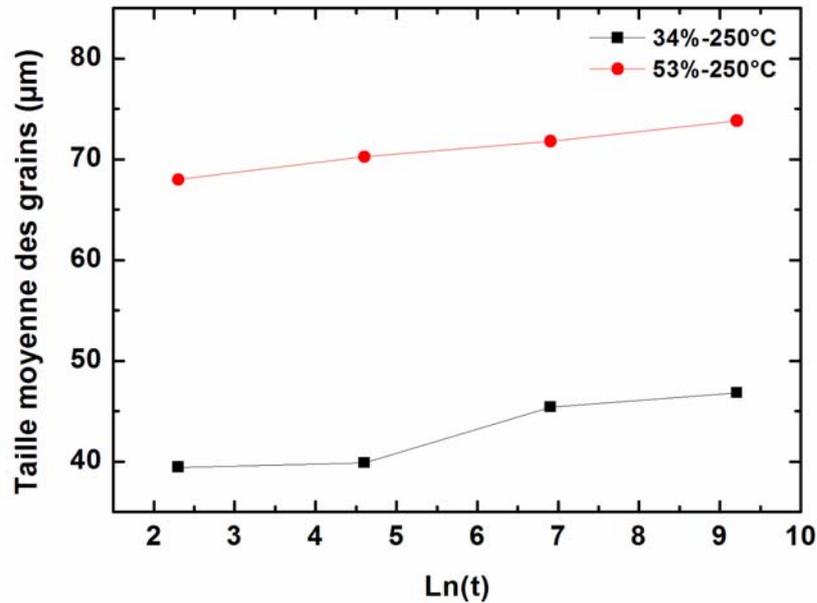


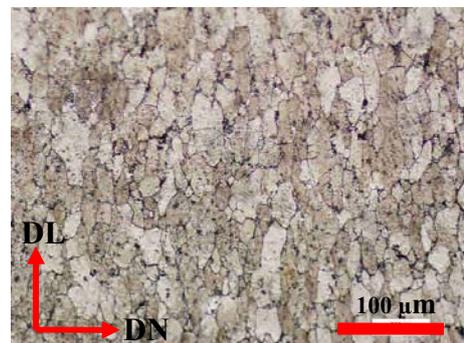
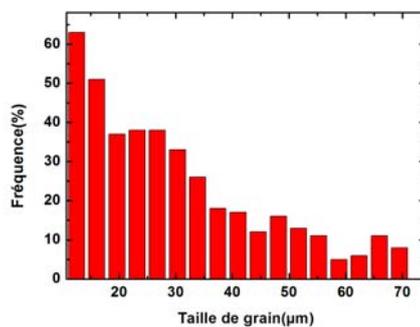
Figure III.25 : Evolution de la taille moyenne des grains en fonction de temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34% , à deux températures de recuit 250° et 350°

### III.5.3. Influence de taux de déformation sur la croissance des tailles des grains

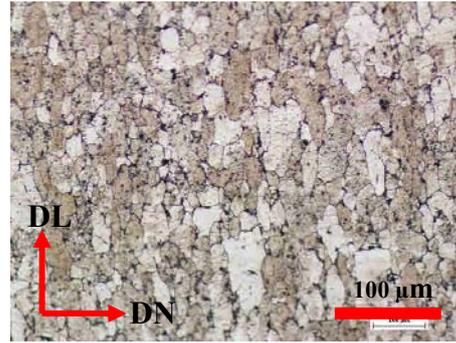
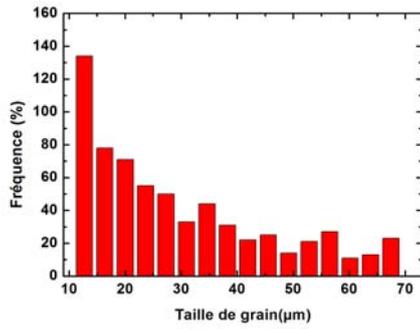


**Figure III.26 :** Evolution de la microdureté Vickers en fonction de la taille moyenne des grains d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34 % et à 70% , à température de recuit 250°.

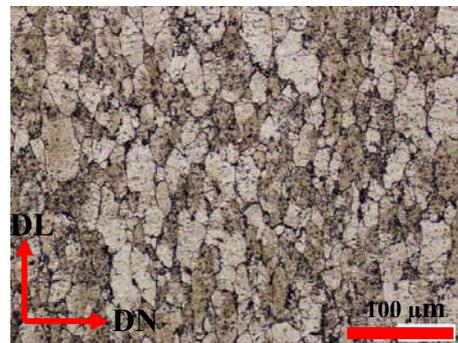
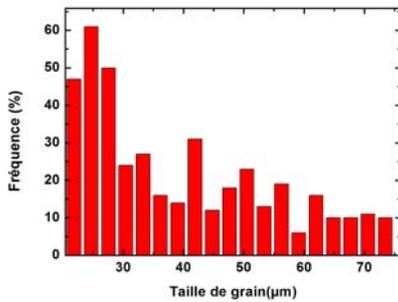
Les histogrammes de distribution de la taille des grains mesurés sur un ensemble fractionnel d'une population des grains par unité de surface est présenté pour chaque état déformé et traité ci-dessous :



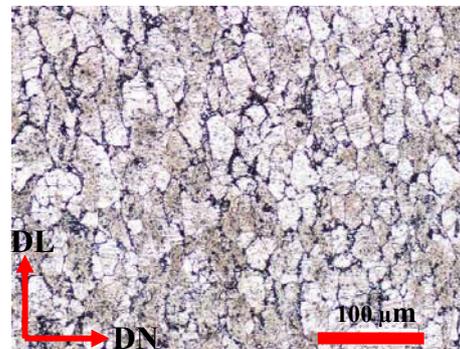
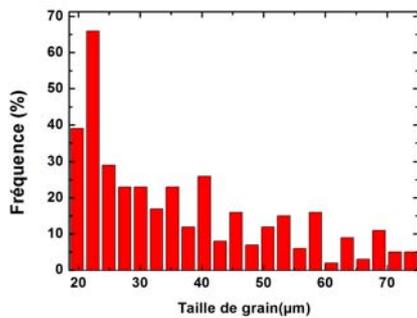
**(a) :** Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 10 s



(b): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 100 s

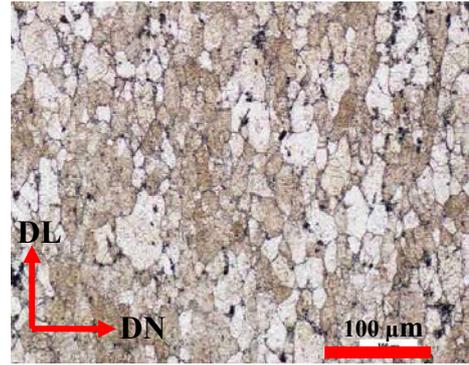
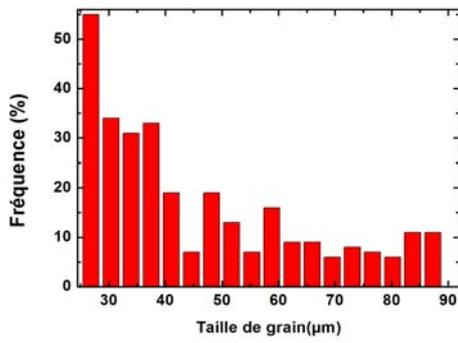


(c): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 1000 s

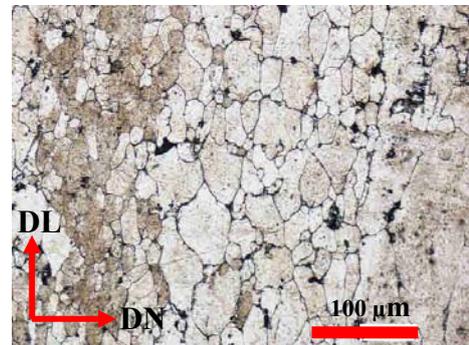
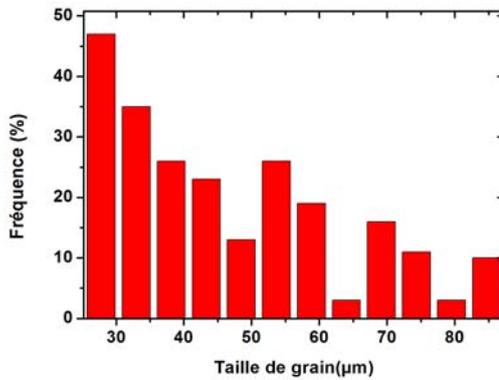


(d): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 10000 s

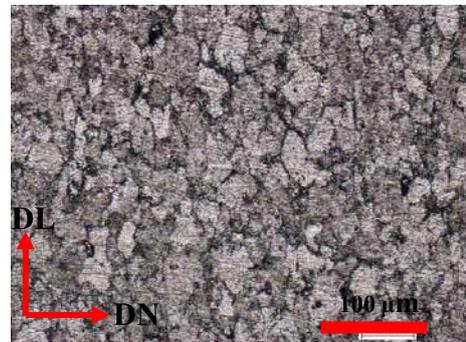
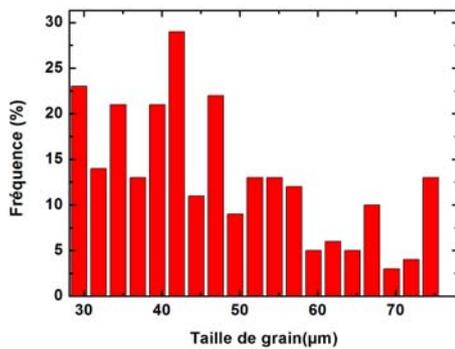
**Figure III.27:** Distributions des tailles de grains pour différent temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à température de recuit 250°C



(a): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 10 s

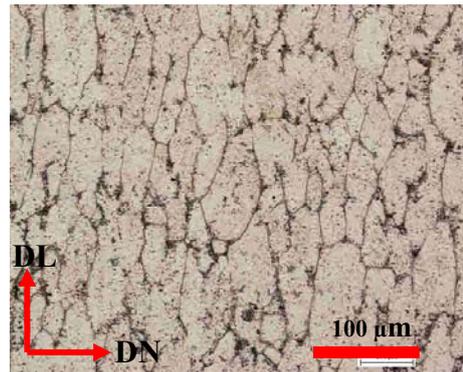
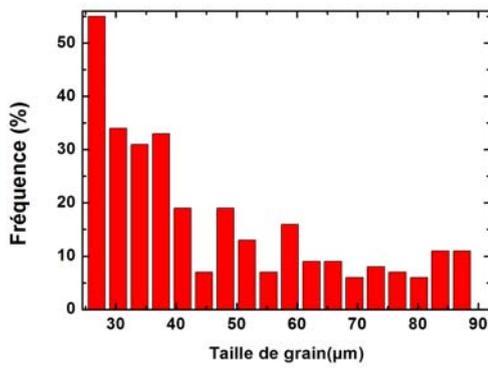


(b): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 100 s

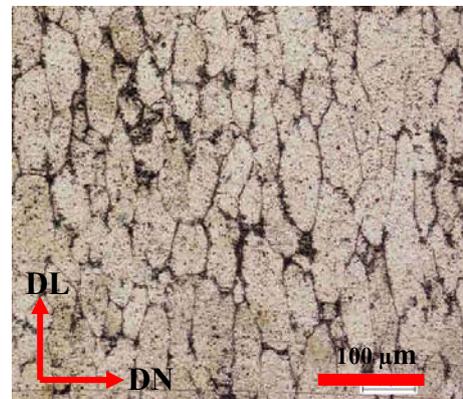
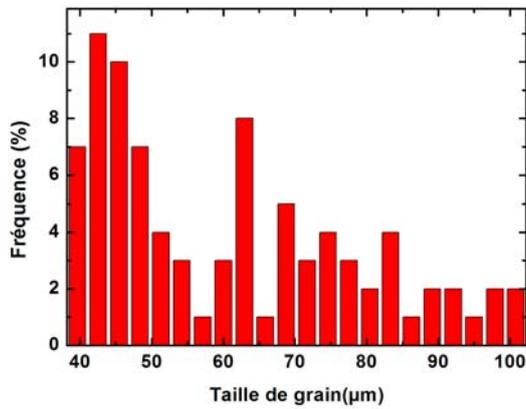


(c): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 10000 s

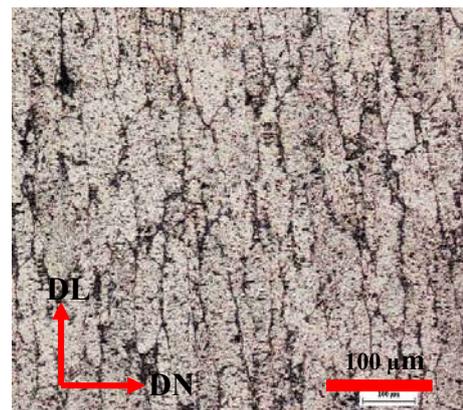
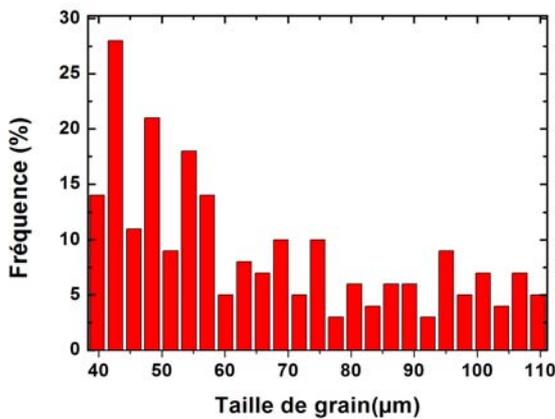
**Figure III.28** : Distributions des tailles de grains à différent temps de maintien d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à température de recuit 350°



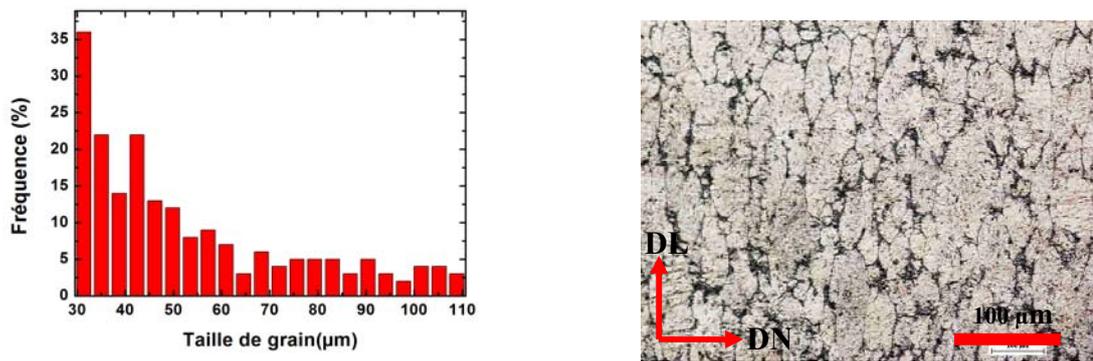
(a): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 10 s



(b): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 100 s



(c) : Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 1000 s



(d): Distributions des tailles de grains pour un temps de maintien 10000 s

**Figure III.29:** Distributions des tailles de grains à différent temps de maintien 10000 s d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53%, à température de recuit 250°

### III.6. Discussion

La cinétique de croissance des grains d'une microstructure dépend à la fois de la taille moyenne des grains mais également de la distribution de ces tailles, la taille de grains moyenne va augmenter au cours du traitement thermique donc la conséquence évidente du phénomène de croissance des grains est l'augmentation de leur taille moyenne au cours des recuits isothermes.

Par ailleurs, plusieurs modèles empiriques et physiques des mécanismes de recristallisation et d'adoucissement ont été proposés dans le cadre de prévoir les modifications microstructurales au cours des stades de l'extrusion des alliages d'aluminium Al 2024, ils indiquent que la nature, germination et croissance des grains restaurés et/ou recristallisés de ces alliages au cours de leurs recuits isothermes après extrusion à 350 et 450°C sont dues à l'ancrage des joints de grains par des particules de secondes phases (précipités). Signalant que le processus d'extrusion de ces alliages conduit à la recristallisation complète des grains déformés à chaud, et qu'au fait, les traitements thermiques en post-déformation provoquent le phénomène de croissance des grains, ce qui n'est pas bénéfique pour les propriétés de résistance exigées telles que la ténacité, tenue à la fatigue ou autres.

Des travaux antérieurs [12] ont démontré que plusieurs variables influencent les mécanismes de restauration et/ou recristallisation indépendamment de l'effet de la composition chimique. L'interaction entre ces variables permet d'activer plusieurs aspects à l'échelle microstructurale, et qui mènent par conséquent à avoir différentes propriétés combinées du produit fini à la fin des opérations de processus technologique.

Parmi ces variables, nous citons en particulier l'effet de la déformation, dont un des paramètres clés contrôlant les processus d'adoucissement est bien l'énergie stockée, cette dernière est affectée par le taux de restauration induit après déformation. En effet, plusieurs alliages d'Aluminium présentent une structure cellulaire de dislocations après déformation, le taux de restauration n'est pas uniquement affecté par la température, déformation ou mode de contrainte mais aussi par l'effet du soluté (type, taille et fraction volumique) et précipité (en particulier la taille et cohérence matrice-précipité). Pour les alliages d'Aluminium commerciaux, plusieurs études antérieures ont révélées que ces derniers dont le magnésium est le soluté principal, présentent un taux de restauration moindre par rapport aux autres alliages. La taille des grains mesurée aux niveaux des microstructures restaurées est dans l'intervalle 0.5–2  $\mu\text{m}$  après déformation à froid et de l'ordre de 3–8 après déformation à chaud. Une étude bien pertinente sur l'effet de ces paramètres a été bien structurée dans les travaux [13].

**Conclusion**

**et**

**Perspective**

## **Conclusion générale et perspectives :**

L'objectif principal de ce travail (à long terme) est de maîtriser l'art des processus technologiques de mise en forme. Grâce à leur savoir-faire acquis après de nombreuses années de pratique, les ingénieurs en procédés de mise en forme et/ou expertise du matériau, n'ont rien d'autre que le contrôle des propriétés mécaniques des métaux et de leurs alliages par des cycles de déformations plastiques, de recuits et de trempes successifs. En conséquence, ceci devrait mener à mieux comprendre les évolutions microstructurales afin de pouvoir les maîtriser et d'assurer les propriétés souhaitées.

Dans ce contexte, l'un des enjeux du 21<sup>ème</sup> siècle dans le domaine des matériaux et du transport est l'allègement et/ou l'amélioration des propriétés des matériaux de structure. Les raisons sont d'ordre écologique et économique. Ces deux buts étant atteints conjointement en diminuant la consommation de pétrole. L'industrie aéronautique est un acteur majeur dans cette problématique [1-2]. Les constructeurs d'avions vont utiliser dans leurs prochains modèles des matériaux composites. Mais ces derniers ne pourront jamais remplacer toutes les parties métalliques de structure actuellement en alliages d'aluminium. Afin de répondre à ces enjeux, les industriels de l'aluminium développent de nouveaux alliages, plus légers, et s'efforcent particulièrement de comprendre et discriminer la relation entre les microstructures de tôles laminées à froid et l'adoucissement post-déformation de ces alliages au cours de leurs mise en forme.

Cet adoucissement est caractérisé par les phénomènes de la restauration et/ou de la recristallisation, fréquemment rencontrés au niveau industriel, dans les tôles laminées à froid, entre les passes ou en post-déformation au cours des recuits isothermes en fin des opérations (parachèvement). La prédiction de ce phénomène est un enjeu majeur, par exemple, l'échauffement généré par la déformation plastique va favoriser les mécanismes de restauration et par conséquent une évolution des propriétés mécaniques de la tôle.

Dans le cadre de notre étude, nous avons présenté une revue bibliographique bien enrichissante pour nous permettre de présenter la compréhension des évolutions microstructurales. Cependant, la compréhension de la genèse des microstructures est primordiale pour pouvoir comprendre les phénomènes de la restauration produits après ces déformations. Nous avons pu noter ainsi le manque crucial de données expérimentales sur les

transformations microstructurales qui s'opèrent au cours de l'adoucissement des alliages. D'une part, et à travers la littérature, il est difficile de caractériser expérimentalement la restauration et d'autre part, l'origine des premiers germes de recristallisation reste encore un sujet de débat à l'étude systématique des microstructures de déformation. Néanmoins, la compréhension et la prédiction approximative de la genèse des microstructures nous a permis de caractériser quelques paramètres importants qui contrôlent la restauration. Sachant qu'il a été reporté dans la littérature que les évolutions microstructurales de la restauration sont difficilement quantifiables [3].

Pour un début de cette étude, et afin d'estimer le taux d'adoucissement dans ces alliages très complexes, nous avons alors réalisé une analyse bien profonde de la mesure de micro dureté Vickers sur différents états déformés et traités. Par la suite, et grâce à ces mesures, nous avons alors très clairement établi la cinétique de restauration, et nous avons conclu comme suit :

- Concernant la cinétique d'adoucissement, les points expérimentaux ont été corrélé d'une manière satisfaisante par le modèle sigmoïdal. Ceci permet de conclure que la réaction obéit à une loi du type JMAK. Il a été enregistré l'effet prépondérant de l'écrouissage critique sur l'adoucissement induit par restauration de cette classe d'alliage.
- Selon les méthodes de détermination de l'énergie apparente d'activation, il vient que l'on obtient des résultats très disparates. Néanmoins, nos valeurs ne sont pas en accord avec certaines de données répertoriées dans la littérature, ceci est dû probablement à la synergie de plus phénomènes et mécanismes très complexes qui se produisent au cours des recuits isothermes. En conséquence, le mécanisme d'adoucissement dans les alliages d'aluminium Al 2024 est très complexe, d'où la diversité des valeurs rencontrées. Ces dernières suggèrent plutôt que la cinétique de recuit ne peut être interprétée par un seul processus mais beaucoup plus probablement comme la combinaison de différentes étapes d'écrouissage, restauration, polygonisation, recristallisation, croissance de grains, précipitation, coalescence, ...etc.

En perspectives, d'une part et aux petites –moyennes déformations plastiques à froid, et en raison de l'insuffisance des techniques plus fines, il reste encore une discussion assez large sur la nature des microbandes de déformation rencontrés dans les alliages d'aluminium.

D'autre part, les modifications microstructurales importantes générées par la croissance anormale des grains dans ces alliages sont généralement préjudiciables, voire inadmissibles pour toutes transformations des matériaux. Il est donc important de pouvoir prédire leur développement, en se servant d'une part de la technique EBSD et d'autre part de la modélisation microstructurale.

Une étude sur l'orientation cristallographique des grains (micotexture) est indispensable dans le futur afin de bien cerner l'influence de ces paramètres sur la cinétique d'adoucissement de cette classe d'alliages.

## Références bibliographiques:

### Introduction générale :

[1] : Q. XING, X. HUANG et N. HANSEN : Microstructural Coarsening during annealing of cold rolled Aluminium, Materials Science Forum, Vol. 467-470, pp. 209-214 (2004).

[2]: H. Weiland, Industrial application of recrystallization control in Aluminium products

[3] : Q. LIU, W.Q. CAO et A. GODFREY: Microstructural parameter-based characterization of annealing behaviour in metals deformed to high strains Materials Science Forum, Vol. 467-470, pp. 387-392 (2004).

[4] : Thèse A. ALBOU : Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.

### Chapitre I:

[1] J. R. Kissell, Aluminum and Its Alloys, Handbook of Materials for Product Design, TGB Partnership, Hillsborough, North Carolina, Third Edition McGraw-Hill, Inc 2001 b, P 104.

[2] M. Kutz, Materials and Mechanical Design, Mechanical Engineers' Handbook Third Edition, John Wiley & Sons Inc. Ed. (2006) P 59.

[3] International Aluminium Institute (<http://www.world-aluminium.org/Statistics>)

[4] B. Dubost, P. Sainfort : Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Les Techniques de l'Ingénieur*. Editions T.I., (1991).

[5] C. Baret-Blanc : Etude comparative de la sensibilité à la germination et à la propagation des piqûres des alliages d'aluminium 2024 et 6056. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, (1997)

[6]Z. Peng, T.Sheppard :Prediction of static Recrystallisation after extrusion of shaped Aluminium sections, Bournemouth, Dorest,UK.

[7] ] Borchers H.: Confirmation of the solid solubility of copper in aluminium by dilatometry, *Z. Metallkunde*, 34, 90-93 (1942).

[8] E. H. Dix, J. Rand, J. Bowman, Metals Handbook ASM, p. 804 (1998).

[9] M. Asano, T. Minoda, Y. Ozeki H. Yoshida : Effect of copper on the bendability

of Al-Mg-Si alloy sheet, 10th ICAA, *Mater. Sci. Forum*, 771-776 (2006).

[10] Peter C. King, Ivan S. Cole, Penny A. Corrigan, Anthony E. Hughes, Tim H. Muster : FIB/SEM study of AA2024 corrosion under a seawater drop: Part I *Corros. Sci.*, 53, 1086-1096, (2011).

[11] Handbook ASM, E. H. Hollingsworth, H. Y. Hunsicker, Corrosion of aluminum and aluminum alloys vol 30, 1990, p.583-609 (1990)

[12] W. I. Pumphrey et J. V. Lyons : Cracking during the Casting and Welding of More Common Binary Aluminium Alloys. *J. Inst. Met.*, 74, 439 (1948).

[13] Cabrera N. : Sur l'oxydation de l'aluminium à basse température, *Rev. Metall. / Cah. Inf. Tech.*, 45, 86-92 (1988).

[14] M.F. Ashby, D.R.H. Jones, An introduction to microstructures, processing and design, *Engineering Materials*, 2 Second Edition (1998) PP 103-110

[15] Moussy F., P. Franciosi, *Physique et mécanique de la mise en forme des métaux*, Ed. Presses de CNRS, Paris (1990).

[16] Huang X., N. Hansen, *Grain orientation dependence of microstructure in aluminium deformed in tension*, *Scripta Mater.* 37, 1-7 (1997).

[17] Hatherly M., A.S. Malin, *Deformation of copper and low stacking-fault energy copper base alloys*, *Met. Technol.* 6, 308-319 (1979).

[18] Bay B., N. Hansen, D.A Hughes, D. Kuhlmann-Wilsdorf, Evolution of fcc deformation structures in polyslip, *Acta Metall. Mater.* 40, 205-219 (1992).

[19] Thèse A. ALBOU: Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.

[20] Kuhlmann-Wilsdorf, 1999, *The theory of dislocation-based crystal plasticity*, *Philosophical Magazine A*, Vol. 79, No. 4, pp 955-1008

[21] Taylor G.I., 1934, *The mechanism of plastic deformation of crystals*, *Proc. R. Soc. Lond.*, Vol. 145, pp 362-404

[22] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and related annealing phenomena*, Pergamon Press, Oxford (1995).

[23] Sorby H.C., *On the microscopical structure of iron and steel*, *Journal of the Iron and Steel Institute*. 31(1), 255-288 (1887).

- [24] Jeffries Z., R.S. Archer, *Grain growth and recrystallization*, In: *The science of metals*, London: McGraw-Hill Book Company, Inc, 86-114 (1924).
- [25] Johnson W.A., R.F. Mehl, *Reaction kinetics in processes of nucleation and growth*, Trans. Metall. Soc. AIME. 135, 416-441 (1939).
- Avrami M., *Kinetics of phase change. I. General theory*, J. Chem. Phys. 7(12), 1103-1112 (1939).
- [26] Article internete (PDF): Ecrouissage et recristallisation
- [27] Haessner F., editor, *Recrystallization of metallic materials*, Dr. Riederer Verlag, Stuttgart (1978).
- [28] Driver J.H., cours de DEA, Ecole des Mines de Saint-Etienne.
- [29] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).
- [30] Thèse A. ALBOU: Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- [31] Furu T., Ørsund R., Nes E., 1995, *Subgrain growth in heavily deformed Aluminium – Experimental investigation and modelling treatment*, Acta Metall. Mater., Vol. 43, No. 6, pp 2209-2232
- [32] Barou F., Maurice C., Feppon J.-M., Driver J.H., 2009, *Sub-grain boundary mobilities during recovery of binary Al-Mn alloys*, Int. J. Mat. Res., Vol. 100, pp 516-521
- [34] Thèse A. ALBOU: Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.
- [35] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).
- [36] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).
- [37] Stüwe, H.P ; Padiha, A.F ; Jr, F.S, Competition between recovery and recrystallization, Mat Sci Eng A, 333 (2002) 361-367.

[38] Kalu, P.N ; Waryoba, D.R,A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure, *Mat Sci Eng A*, 464 (2007) 68-75.

[39] Avrami M., *Kinetics of phase change. I. General theory*, *J. Chem. Phys.* 7(12), 1103-1112 (1939).

[40] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).

[41] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).

[42] Benard J., A. Michel, J. Philibert, J. Talbot, *Métallurgie générale*, Ed. Masson, 2<sup>ème</sup> édition, Paris (1991).

### **Chapitre III:**

[1] Thèse A. ALBOU: Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.

[2] Humphreys F.J., M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd ed.), New York: Elsevier (2004).

[3] Hünsche et al *Microstructure and texture development during recrystallization of rolled sheets*

[4] Rosen et al : *Trans.Met.Soc of AIME*, volume 230 (1964), p205

[5] Thèse de Nadine CHENEAU-SPÄTH : Comportement de monocristaux et de polycristaux des métaux hexagonaux en grandes déformations plastiques : compression plan du Magnésium et du Titane, soutenue le 20 Mars 1996, Ecole nationale supérieure des Mines Saint-Etienne, France.

[6] Thèse A. ALBOU: Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.

[7] Frost H.J., Ashby M.F, 1982, *Deformation-Mechanism Maps*, Pergamon Press.

[8] Haessner F., Hofmann S., 1978, *Recrystallization of Metallic Materials*, Dr Riederer Verlag, Stuttgart 63.

[9] Huang and Humphreys *Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase Aluminium alloy*, Acta Mater, Vol 47, No. 7, pp 2259-2268.

[10] Nes E: *Recovery revisited*, Acta Metall. Mater., Vol. 43, No. 6, pp 2189-2207.

[11] William G., Fricke W.G. *Correlation between frequency factor and activation energy for diffusion in aluminium*, Scripta Met., Vol 6, p 1139, 1972.

[12] H WILLAND. Industrial application of recrystallization control in aluminum products, MAT SCIEN Forum, Trans tech Publications, (2004).

[13] Z. Peng et al. Prediction of static recrystallization after extrusion of shaped Aluminium sections, MAT SCIEN Forum, Trans tech Publications, (2004).

### **Conclusion générale :**

[1] GUEDDOU.A et AHGULLIS encadré par Dr. MATOUGUI.N: Mémoire de fin d'étude des ingénieurs pilotes "Etude des mécanismes de durcissement structural dans l'alliage d'aluminium 2024 destiné à la construction des ailes d'avion" .

[2] Thèse Q. CONTREPOIDS : Texture et anisotropie du comportement mécanique après laminage à chaud des alliages d'Aluminium pour l'aéronautique, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.

[3] Thèse A. ALBOU: Influence de l'orientation cristalline sur les microstructures de déformation et l'adoucissement des alliages Al-Mn, soutenu en 2010, Ecole nationale supérieure des Mines de Saint-Etienne.

# ANNEXE

## **Annexe 01:Présentation du centre de Recherche en Technologie Industrielles (Chéraga-Alger):**

### **Présentation du CRTI :**



*Relevant du Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique, le **Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI)**, créé par le décret exécutif n° 15-109 du 3 mai 2015 modifiant le décret exécutif n° 92-280 du 6 juillet 1992 portant création du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Soudage et Contrôle (CSC).*

Le **CRTI, ex-CSC**, est un Établissement Public à caractère Scientifique et Technologique (EPST). LE **CRTI, ex-CSC**, compte un potentiel humain de 750 fonctionnaires dont 300 chercheurs permanents, 200 appartenant au personnel technique et 150 experts et ingénieurs relevant de la filiale CSC Expertise Spa.

Le **CRTI, ex-CSC**, a reçu pour mission générale de mettre en œuvre les programmes de recherche nécessaires au développement des technologies de soudage et de contrôle destructif et non destructif.

Le **CRTI** est chargé notamment :

- de réaliser les projets de recherche nécessaires au développement des technologies industrielles, notamment les techniques d'assemblage, le contrôle non destructif et la corrosion ;
- d'organiser, développer et promouvoir l'assurance qualité et le contrôle qualité des installations industrielles ;
- de développer et contribuer à la réalisation des recueils, normes et standards relatifs aux technologies d'assemblages, du contrôle non destructif des installations industrielles et de la corrosion des matériaux métalliques ;
- de perfectionner, vérifier et utiliser les équipements de soudage, de contrôle non destructif, d'analyse et de mesure ;
- de développer la recherche appliquée dans le domaine de la sidérurgie et métallurgie, telle que l'élaboration et la caractérisation des aciers et alliages spéciaux;

- de maîtriser et de développer la mécatronique et la maintenance appliquée aux installations industrielles ;
- de développer des programmes de recherche dans l'élaboration, la caractérisation et l'étude du comportement des matériaux non métalliques tels que les composites, les céramiques, etc. ;
- de développer des programmes de recherche dans la technologie du traitement de surface des matériaux et leurs applications.

Actuellement, le **CRTI**, dont le siège central est situé à Chéraga, Alger, compte six divisions de recherche et dispose de :

- l'Unité de Recherche en Sidérurgie Métallurgie (URASM) située dans l'enceinte du complexe sidérurgique Arcelor-Mittal d'El-Hadjar/Annaba, avec trois divisions de recherche;
- l'Unité de Recherche en Technologie Industrielle (URTI) située sur le campus de l'Université Badji Mokhtar à Sidi Amar/Annaba, avec deux divisions de recherche;
- l'Unité de Développement des Couches Minces et Applications située dans la zone industrielle de Sétif, avec deux divisions de recherche ;
- la plate-forme technologique mécatronique située dans la zone industrielle de Bou Ismail/Wilaya de Tipaza ;
- la filiale CSC-Expertise Spa située dans la zone industrielle de Bou Ismail/Wilaya de Tipaza.

## Annexe 02:

**Tableau 1:** Résultats moyens d'évolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour différent taux de déformation à température 250°C

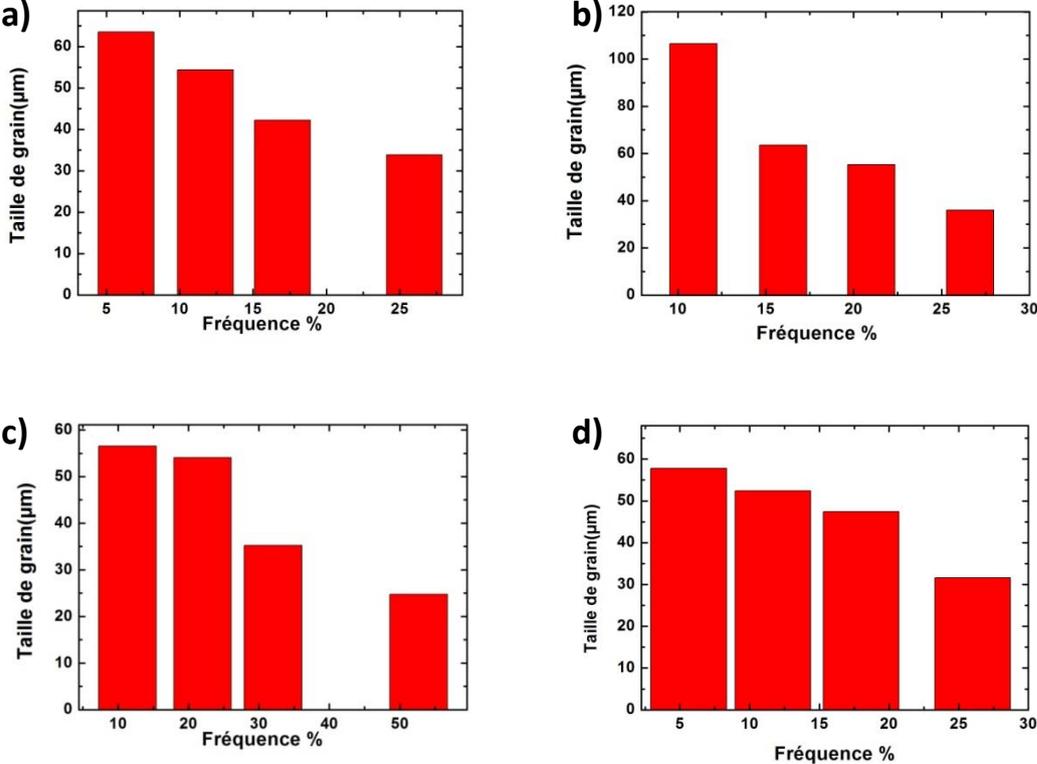
| <b>Temps(s)</b> | <b><math>\epsilon=34\%</math></b> | <b>Erreur</b> | <b><math>\epsilon=53\%</math></b> | <b>Erreur</b> | <b><math>\epsilon=66\%</math></b> | <b>Erreur</b> |
|-----------------|-----------------------------------|---------------|-----------------------------------|---------------|-----------------------------------|---------------|
| <b>0</b>        | 153                               | 6             | 162                               | 6             | 196                               | 3             |
| <b>10</b>       | 152                               | 7             | 160                               | 7             | 182                               | 6             |
| <b>100</b>      | 151                               | 3             | 159                               | 5             | 178                               | 4             |
| <b>1000</b>     | 131                               | 3             | 133                               | 3             | 132                               | 3             |
| <b>10000</b>    | 106                               | 7             | 92                                | 3             | 108                               | 5             |
| <b>21600</b>    | 96                                | 6             | 88                                | 4             | 95                                | 3             |

**Tableau 2:** Résultats moyens d'évolution de la microdureté en fonction du temps de maintien pour différent taux de déformation à température 350°C

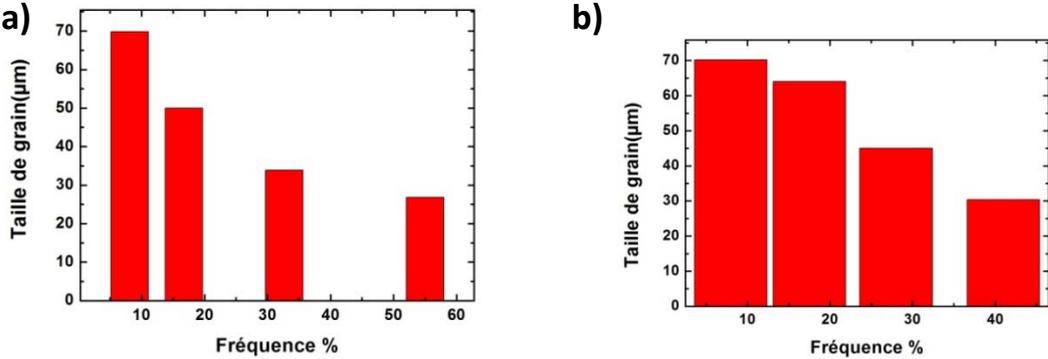
| <b>Temps(s)</b> | <b><math>\epsilon=34\%</math></b> | <b>Erreur</b> | <b><math>\epsilon=53\%</math></b> | <b>Erreur</b> | <b><math>\epsilon=66\%</math></b> | <b>Erreur</b> |
|-----------------|-----------------------------------|---------------|-----------------------------------|---------------|-----------------------------------|---------------|
| <b>0</b>        | 153                               | 6             | 162                               | 6             | 196                               | 3             |
| <b>10</b>       | 151                               | 3             | 160                               | 4             | 186                               | 3             |
| <b>100</b>      | 148                               | 4             | 154                               | 5             | 181                               | 4             |
| <b>1000</b>     | 92                                | 3             | 98                                | 3             | 150                               | 5             |
| <b>10000</b>    | 75                                | 6             | 76                                | 3             | 95                                | 6             |
| <b>21600</b>    | 68                                | 5             | 73                                | 4             | 76                                | 3             |

**Annexe 03:**

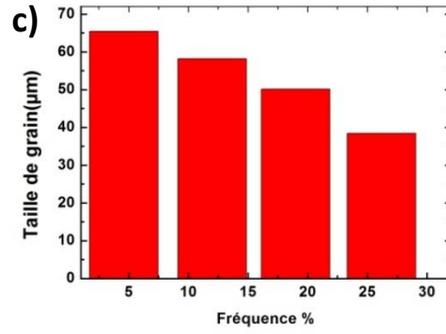
Les histogrammes normalisé de distribution de la taille des grains mesurés sur un ensemble fractionnel d'une population des grains par unité de surface est présenté pour chaque état déformé et traité ci-dessous :



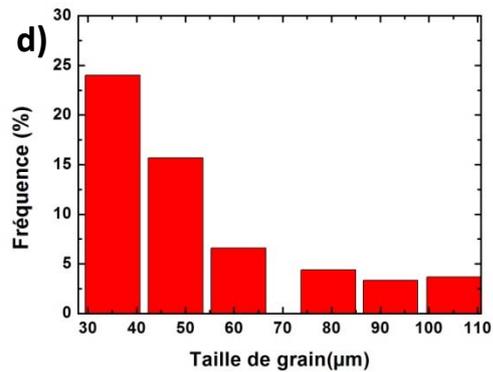
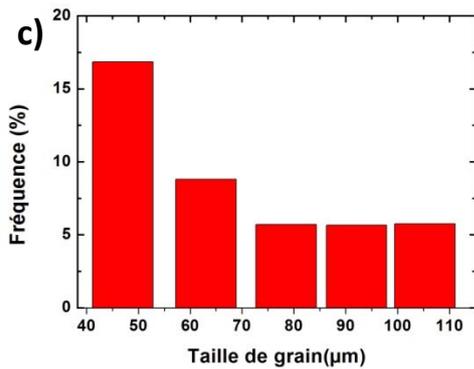
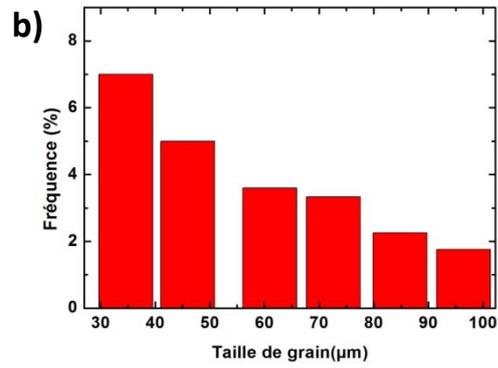
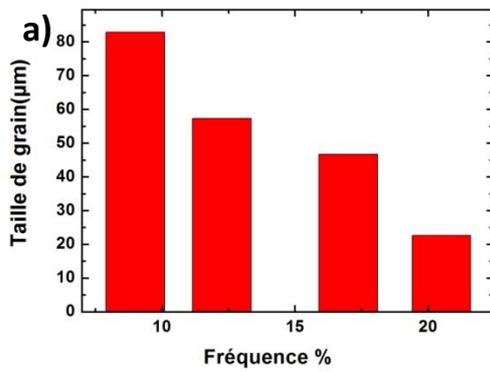
**Figure III.25:** Distributions des tailles de grains d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à température de recuit 250°C pour différent temps de maintien:  
a)10s b)100s c)1000s d) 10000



(



**Figure III.26** : Distributions des tailles de grains d'Aluminium 2024 laminé à froid à 34%, à température de recuit 350°C pour différent temps de maintien:  
a)10s b)100s c)10000s



**Figure III.27**: Distributions des tailles de grains d'Aluminium 2024 laminé à froid à 53%, à température de recuit 250°C pour différent temps de maintien:  
a)10s b)100s c)1000s d) 10000