



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire  
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
المدرسة الوطنية العليا للمناجم و التعدين

Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie – Annaba  
عمار العسكري

Département Science et Génie des Matériaux

# THESE DE DOCTORAT

Présentée par  
**Manel HOURIA**

Pour l'obtention du grade de Docteur

Domaine : Sciences et Techniques  
Filière : Métallurgie  
Spécialité : Science et génie des matériaux

**Intitulée:**

**Etude expérimentale et modélisation de l'adoucissement induit par restauration et/ou recristallisation dans les alliages d'aluminium**

**Soutenue Publiquement le 27/09/2022 devant le jury composé de :**

---

Mr. RETIMA Mohamed	Prof. ENSMM Annaba, Algérie	President
Mr. CHEMAM Rafik	Prof. UBM Annaba, Algérie	Examinateur
Mr. OULD OUALI Mohand	Prof. UMM Tizi-Ouzou, Algérie	Examinateur
Mme. MATOUGUI Nedjoud	MCA. ENSMM Annaba, Algérie	Directrice de thèse
Mr. MEHDI Brahim	MCA. USTHB Alger, Algérie	Co-Directeur de thèse
Mr. JAHAZI Mohammad	Prof. ÉTS Montréal, Canada	Invité
Mr. KHERROUBA Nabil	MRA. CRTI Alger, Algérie	Invité
Mr. BELHANI Mehdi	MCA. ENSMM Annaba, Algérie	Invité



## Remerciement

Ce travail de recherche a été réalisé entre les laboratoires de l'école nationale supérieure des mines et métallurgie (ENSMM-Annaba), du Laboratoire de Physique des Matériaux, Faculté de Physique, à l'Université Des Sciences et de la Technologie-Houari Boumediene (USTHB), du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI-Chéraga) et de l'équipe CM2P à l'École de technologie supérieure (ÉTS-Montréal). Le travail n'aurait pas donné son fruit sans la contribution, le soutien, le conseil et l'aide de plusieurs personnes.

Tout d'abord, je voudrais adresser mes remerciements les plus chaleureux et vifs à ma directrice de thèse le Docteur MATOUGUI Nedjoua qui m'a permis et m'a donné la chance d'entamer des études de doctorat au sein de son groupe de recherche et de m'avoir proposé ce sujet de recherche très passionnant. Ainsi, elle a veillé à ce que ce travail soit rigoureux et transparent par ses conseils judicieux et son encadrement.

Mes remerciements les plus sincères vont aussi à mon co-encadrant le Docteur MEHDI Brahim pour ses conseils et son suivi méticuleux des travaux de recherche afin d'accomplir le présent travail. Sans oublier de remercier mon co-encadrant au CRTI le Docteur KHERROUBA Nabil pour sa disponibilité, ses conseils et surtout sa contribution dans la réalisation des travaux expérimentaux de ma thèse de recherche au niveau du Centre de Recherche CRTI-Chéraga.

Mon spécial remerciement et ma grande reconnaissance vont au Professeur JHAZI Mohammad pour l'intérêt qu'il a apporté à ce sujet, pour ses compétences scientifiques et qualités humaines qui m'ont permis de compléter mes travaux dans de très bonnes circonstances. Sans oublier, ses précieux conseils et son co-encadrement pendant mon stage au sein de son équipe CM2P à l'ÉTS-Montréal.

Je transmets mes plus vifs remerciements et mon profond respect à Monsieur RETIMA Mohamed Professeur à l'ENSMM d'avoir accepté de présider le jury de ma thèse. Ainsi mes remerciements et mes reconnaissances à l'ensemble des membres du jury, Professeur CHEMAM Rafik, Professeur OULD OUALI Mohand et Docteur BELHANI Mehdi de l'honneur qu'ils m'ont fait, en acceptant de juger ce travail et d'avoir pris le temps de l'évaluer.

De nombreuses personnes sont à complimenter pour leurs conseils, investissements, connaissances durant les étapes de la réalisation de la recherche bibliographique ainsi que de la partie expérimentale. Dans l'ordre chronologique des différentes étapes, un grand merci aux

Dr. Idir HADJI, Dr. Lyacine RABAHI, et Dr. Ahcene MOKHTARI du CRTI-Chéraga. Mes sincères remerciements aux Pr. Djamal BRADAI et Pr. Baya ALILI de l'USTHB pour leurs conseils, aides et encouragements et tous les chercheurs de l'équipe TPMT- USTHB Alger. En outre, toute l'équipe de CM2P- ÉTS-Montréal, en particulier, Dr. Mounir BAITECHE, Dr. Mohammad SAADATI, Prof. Alireza KHODABANDEH et Prof. Henri CHAMPLAUD, sans oublier Dr. Jean-Philippe MASSE de polytechnique-Montréal. Je remercie également tous les ingénieurs et les techniciens des laboratoires L3M-ENSMM, CRTI-Chéraga, USTHB et CM2P-ÉTS pour leurs efforts et leur aide technique.

Je remercie également tous mes collègues pour les moments partagés ensemble au sein des laboratoires dans lesquels j'ai travaillé. Le personnel de l'Entreprise des Tracteurs Agricoles (ETRAG-Constantine) trouvera ici mes remerciements pour leur aide et implication pour le découpage des éprouvettes de traction par la machine OMADA.

Je tiens à remercier le Ministère de l'Enseignement Supérieur et de La Recherche Scientifique d'Algérie pour la bourse 'Programme Nationale Exceptionnel' (PNE) ainsi que Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie de Canada (CRSNG) pour leur soutien financier à ce projet.

J'exprime toute ma reconnaissance envers ma mère pour tous ses sacrifices qui ont fait de moi ce que je suis devenue aujourd'hui. Je remercie également ma grand-mère, mon frère Mohamed Housseem Edine pour leur soutien et encouragement durant toute la passionnante période. Sans oublier mes tantes, mes cousins et cousines surtout Yousra et Meriem Nour El Houda.

Enfin, les dernières lignes sont pour mes amis Rania (les deux), Kaouther, Nasra, Wafa, Selma, Khaoula, Aboutheina, Sihem, Aziza, Dounia et Hamza pour l'accompagnement au quotidien, et m'avoir donné le soutien moral.

Merci à tous

## Résumé

L'objectif principal de la présente thèse est d'approfondir les connaissances actuelles concernant la cinétique d'adoucissement statique induit par restauration et/ou recristallisation dans l'alliage d'aluminium AA2024-T3 en mettant l'accent sur les facteurs qui l'influent. Les objectifs secondaires consistent en ; (i) L'étude et la compréhension du comportement mécanique du AA2024-T3 ainsi que l'étude de l'influence de l'anisotropie plastique sur le comportement mécanique à l'échelle macrostructurale et microstructurale. (ii) L'étude et la modélisation de la cinétique d'adoucissement statique sous l'influence de différentes conditions de déformation, température, précipitation, anisotropie plastique. Pour ce faire, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés à température ambiante aux niveaux de déformation de 4%, 8 % et 10% selon les trois directions : 0°, 45° et 90° par rapport à la DL. Les échantillons ont ensuite été recuits à 350 °C et 400 °C pendant différentes durées de maintien. Les déformations plastiques sont utilisées pour caractériser l'anisotropie plastique et mesurer les valeurs du coefficient Lankford R. Le critère de Hill 1948 a été utilisé pour valider la méthodologie expérimentale de mesure des valeurs R. Ensuite, la relation  $\sigma - \varepsilon$  a été bien décrite par l'équation de Ludwick à faible niveau de déformation, tandis que la loi de Voce est valable pour les déformations moyennes et élevées. Afin d'affiner la partie modélisation, la courbe de Kocks est identifiée à l'échelle macroscopique en lissant les courbes de durcissement expérimentales à différentes déformations et directions. Une bonne analyse d'écrouissage affectée par le comportement anisotrope plastique est obtenue en utilisant les déformations limites calculées et identifiées dans lesquelles les points d'instabilité ont été déduits sur l'intersection des courbes  $\sigma - \varepsilon$  et  $\theta - \varepsilon$ . Pour corrélérer avec l'échelle microstructurale, l'évolution des paramètres microstructuraux a été analysée par le raffinement de Rietveld. Ce qui a montré que la taille des cristallites, la micro-déformation et la densité des dislocations dépendent du niveau de déformation et d'anisotropie plastique. Ensuite, la cinétique d'adoucissement statique a été décrite par l'équation modifiée de JMAK. Cette étude a montré que la cinétique d'adoucissement statique d'AA2024-T3 est influencée par les paramètres du processus de la mise en forme ainsi que l'anisotropie plastique. Pour valider l'influence de la déformation, la température et de l'anisotropie plastique sur le l'adoucissement statique, la caractérisation de la microstructure et de la microtexture a été effectuée en utilisant une combinaison de tests de microdureté Vickers, microscopie optique, calorimétrie différentielle à balayage, microscopie électronique à balayage et en transmission et diffraction par rétrodiffusion d'électrons avant et après le recuit d'adoucissement.

**Mots clés :** Alliage d'aluminium AA2024-T3, adoucissement statique, restauration statique, recristallisation statique, écrouissage, précipités, anisotropie plastique, modèle de JMAK, microstructure, microtexture.

## Abstract

The primary objective of this thesis is to further the current knowledge regarding the kinetics of static softening induced by recovery and/or recrystallization in the aluminum alloy AA2024-T3 with emphasis on the factors that influence it. The secondary objectives consist in; (i) The study and understanding of the mechanical behavior of AA2024-T3 as well as the study of the influence of plastic anisotropy on the mechanical behavior at the macrostructural and microstructural scale. (ii) the study and modeling of the static softening kinetics under the influence of different conditions of deformation, temperature, precipitation, plastic anisotropy. For this purpose, uniaxial tensile tests were performed at room temperature at strain levels of 4%, 8% and 10% along the three directions:  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  and  $90^\circ$  with respect to the LD. The samples were then annealed at  $350^\circ\text{C}$  and  $400^\circ\text{C}$  for different holding times. The plastic strains are used to characterize the plastic anisotropy and measure the values of the LANKFORD coefficient R. The Hill 1948 criterion was used to validate the experimental methodology for measuring the R values. Then, the  $\sigma - \epsilon$  relationship was well described by Ludwick's equation at low strains, while Voce's law is valid for medium and high strains. In order to refine the modeling part, the Kocks curve is identified at the macroscopic scale by smoothing the experimental hardening curves at different strains and directions. A good strain hardening analysis affected by the plastic anisotropic behavior is obtained by using the calculated and identified boundary strains in which the instability points were deduced on the intersection of  $\sigma - \epsilon$  and  $\theta - \epsilon$  curves. To correlate with the microstructural scale, the evolution of the microstructural parameters was analyzed by the Rietveld refinement. This showed that the crystallite size the microstrain and dislocation density depend on of the strain level and the plastic anisotropy. Then, the static softening kinetics was described by the modified JMAK equation. This study showed that the static softening kinetics of AA2024-T3 is influenced by the forming process parameters as well as the plastic anisotropy. To validate the influence of strain level, temperature, and plastic anisotropy on static softening, microstructure and microtexture characterization were performed using a combination of Vickers microhardness, optical microscopy, differential scanning calorimetry, scanning and transmission electron microscopy, and electron backscatter diffraction tests before and after softening annealing.

**Keys words:** AA2024-T3 aluminum alloy, static softening, static recovery, static recrystallisation, work hardening, precipitates, plastic anisotropy, JMAK model, microstructure, microtexture.

## ملخص

الهدف الرئيسي من الأطروحة الحالية هو تعميق المعرفة المتعلقة بحركية التليين الساكن الناجم عن الترميم و/أو إعادة التبلور في خليط الألومنيوم AA2024-T3 من خلال دراسة على العوامل التي تؤثر عليه. تتكون الأهداف الثانوية من؛ (i) دراسة وفهم السلوك الميكانيكي لـ AA2024-T3 وكذلك دراسة تأثير التباين البلاستيكي على السلوك الميكانيكي على المقياس البنيوي الكلي والميكروسكوبي. (ii) دراسة ونمذجة حركات التليين الساكنة لـ AA2024-T3 تحت تأثير ظروف التشوه المختلفة، درجة الحرارة، الترسيب والتباين البلاستيكي. للقيام بذلك، تم إجراء اختبارات الشد أحادي المحور عند درجة حرارة الغرفة عند مستويات تشوه تبلغ 4%، 8% و 10% في الاتجاهات الثلاثة: 0°، 45° و 90° بالنسبة لاتجاه التمديد DL. ثم تم تليين العينات عند 350 °C و 400 °C لفترات مختلفة. تستخدم التشوهات لدراسة تباين الخواص البلاستيكية وقياس قيم معاملات Lankford (R). تم استخدام معيار Hill 1948 للتحقق من صحة المنهجية التجريبية لقياس قيم R. ثم تم وصف العلاقة  $\sigma - \epsilon$  جيدًا بواسطة معادلة Ludwick عند مستوى منخفض من التشوهات، بينما معادلة Voce صالحة للتشوهات المتوسطة والعالية. من أجل تحسين قسم النمذجة، يتم تحديد منحنى Kocks على النطاق العياني من خلال تنعيم منحنيات التصلب التجريبية عند التشوهات والاتجاهات المختلفة. التحليل الجيد للتصلب تحت تأثير سلوك التباين البلاستيكي تم باستخدام تشوهات الحد المحسوبة والمحددة التي تم فيها استنتاج نقاط عدم الاستقرار عند تقاطع المنحنيات  $\sigma - \epsilon$  و  $\theta$ . للربط مع مقياس البنية المجهرية، تم تحليل تطور معلمات البنية المجهرية بواسطة Raffinement de Rietveld. أظهر هذا أن حجم البلورات والتشوه المجهرية وكثافة الخلع تعتمد على مستوى التشوه والتباين البلاستيكي. تم وصف حركية التليين الثابتة بواسطة معادلة JMAK المعدلة. أوضحت هذه الدراسة أن حركية التليين الثابت AA2024-T3 تتأثر بمعلمات عملية التشكيل والتباين البلاستيكي. للتحقق من تأثير مستوى التشوه، درجة الحرارة وتباين البلاستيك على التليين الساكن، تم إجراء توصيف البنية المجهرية والبنية نسيجية باستخدام مجموعة من الاختبارات؛ الاختبار المجهرية للصلابة Vickers، الفحص المجهرية الضوئي، المسح التفاضلي المسعر (DSC)، الفحص المجهرية للإلكترونات الماسح (MEB) والنافذ (MET)، و مبعثر إلكترونات المنحرف (EBSD) قبل وبعد التليين.

**الكلمات المفتاحية :** خليط الألومنيوم AA2024-T3، التليين الثابت، الترميم الثابت، إعادة البلورة الثابتة، التصلب، الرواسب، التباين البلاستيكي، نموذج JMAK، البنية مجهرية، البنية نسيجية.

# **TABLE DES MATIERES**

# Table des matières

<b>Remerciement</b> .....	<b>i</b>
<b>Résumé</b> .....	<b>iii</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>iv</b>
<b>Annotations</b> .....	<b>viii</b>
<b>Liste des figures</b> .....	<b>xi</b>
<b>Liste des tableaux</b> .....	<b>xvi</b>
<b>Introduction générale</b> .....	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	<b>8</b>
I.1 Introduction .....	8
I.2 Généralités sur l'alliage d'aluminium AA2024-T3 .....	8
I.2.1. Historique .....	8
I.2.2. Rôles des éléments d'addition .....	11
I.2.3. Propriétés mécaniques de l'alliage AA2024-T3 .....	11
I.2.4. Diagramme d'équilibre Al-Cu et Al-Cu-Mg.....	12
I.2.5. Durcissement structural .....	14
I.3 Comportement mécanique des matériaux à froid .....	17
I.3.1. Critère de plasticité.....	18
I.3.2. Mécanisme de déformation plastique.....	22
I.3.3. Énergie stockée .....	23
I.3.4. Théorie LEDS .....	24
I.3.5. Évolution de la microstructure lors de la déformation .....	25
I.4 Phénomènes d'adoucissement statique.....	27
I.4.1. Restauration statique .....	27
I.4.2. Recristallisation statique .....	30
I.4.3. Modélisation de la cinétique d'adoucissement statique .....	34
I.4.4. Modélisation empirique de la cinétique de croissance des grains.....	36
I.4.5. Facteurs influant l'adoucissement statique .....	37

I.5	Conclusions .....	43
I.6	Références du Chapitre I .....	44
<b>CHAPITRE II : MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES.....</b>		<b>49</b>
II.1	Originalité de la démarche.....	49
II.1.1.	Protocole de l'Analyse Expérimentale et Modélisation.....	49
II.2	Présentation du matériau .....	50
II.3	Protocole expérimental.....	52
II.3.1.	Déformation plastique à froid par essai de traction uniaxiale .....	52
II.3.2.	Détermination des coefficients de Lankford .....	55
II.3.3.	Modélisation et prédiction de l'écroutissage .....	56
II.3.4.	Traitements d'adoucissement statique .....	57
II.4	Méthode de caractérisation des microstructures et microtexture .....	60
II.4.1.	Préparation métallographique des échantillons.....	60
II.4.2.	Analyse empirique de l'adoucissement statique .....	61
II.4.3.	Diffraction des rayons X .....	63
II.4.4.	Microscopie confocale/optique à balayage laser.....	67
II.4.5.	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	68
II.4.6.	Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) .....	69
II.4.7.	Diffraction de Kikuchi par transmission (TKD) .....	71
II.4.8.	Microscopie électronique en transmission (MET).....	73
II.5	Références du Chapitre II.....	75
<b>CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS.....</b>		<b>77</b>
<b>PARTIE 1 : Identification expérimentale et validation de l'anisotropie plastique... 77</b>		
III.1.1.	Introduction .....	77
III.1.2.	Caractérisation mécanique de l'AA2024-T3.....	77
III.1.3.	Calcul des coefficients de Lankford.....	80
III.1.4.	Détermination expérimentale des paramètres du critère de plasticité anisotrope « critère de Hill48 » .....	84
III.1.5.	Simulation et validation de l'anisotropie plastique .....	84
III.1.6.	Conclusion.....	88
<b>PARTIE 2 : Analyse expérimentale et prédiction de l'écroutissage isotrope .....</b>		<b>89</b>

III.2.1.	Introduction .....	89
III.2.2.	Identification des paramètres des lois d'écroutissage isotrope .....	89
III.2.3.	Localisation de la contrainte et instabilité dans les essais de traction uniaxiale	96
III.2.4.	Relation entre contrainte d'écoulement et écroutissage .....	99
III.2.5.	Conclusions .....	103
	<b>PARTIE 3 : Évolution des paramètres microstructuraux de l'alliage d'aluminium AA2024-T3 après des essais de traction uniaxiale .....</b>	<b>105</b>
III.3.1.	Introduction .....	105
III.3.2.	Caractérisation microstructurale de l'AA2024-T3 à l'état écroui.....	105
III.3.3.	Caractérisation des échantillons par diffraction des rayons X .....	108
III.3.4.	Détermination des paramètres microstructuraux.....	110
III.3.5.	Conclusions .....	115
	<b>PARTIE 4 : Étude expérimentale et modélisation de la cinétique d'adoucissement statique et la croissance des grains .....</b>	<b>116</b>
III.4.1.	Introduction .....	116
III.4.2.	Cinétique de la recristallisation en conditions anisothermes et détermination des paramètres cinétiques .....	116
III.4.3.	Effet de pré-déformation et la température de recuit sur la cinétique d'adoucissement statique .....	120
III.4.4.	Effet de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique.....	136
III.4.5.	Conclusions .....	152
III.5	Références du Chapitre III.....	153
	<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>161</b>
1.	Conclusion générale .....	161
2.	Perspectives .....	162

## Annotations

AA2024	Alliage d'aluminium 2024
$A\%$	Allongement
CCD	Capteur photographique dit dispositif à transfert de charges (charge coupled device)
C.F.C	Structure cristalline cubique à faces centrées
$D$	Taille de grain
DL	Direction de laminage
DRX	Diffraction de Rayons X
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry)
DT	Direction transverse
$D_v$	Taille des cristallites
$E$	Modules de Young
EBSD	Diffraction électronique rétrodiffusée (Electron Back Scattering Diffraction)
ECA	Entreprise de Construction Aéronautique
EDS ou EDXS	Spectroscopie à rayons X à dispersion d'énergie (Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy)
$F_m$	Force maximale
$F_z$	Force de Zener
GOF	Paramètre de Goodness of Fit, noté Sig
$HV$	Microdureté vickers
IPF	Figure de pôles inverse (Inverse pole figure)
JMAK	Modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Komolgorov
$k$	Constante de vitesse
KAM	Désorientation Moyenne de Kernel (Kernel average misorientation)
$l_0$	Allongement initial
$l_f$	Allongement final

LEDS	Théorie de structure basse énergie des dislocations LEDS (Low Energy Dislocation Structure).
MAUD	Logiciel Material Analysis Using Diffraction
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique en transmission
$n$	Coefficient d'Avrami
$n_g$	Exposant de croissance de grain
OG	Croissance orientée
ON	Germination orientée
PSN	Germination assistée par des particules (Particle Stimulated Nucleation)
$Q$	Energie d'activation
R	Coefficient d'anisotropie
$\bar{R}$	Coefficient moyen d'anisotropie ou anisotropie normale
$R_{0.2}$	Limites d'élasticité
$R_m$	Résistance maximale
S-Al <sub>2</sub> CuMg	Phase stable de Al <sub>2</sub> CuMg
S'' et S'	Phases intermédiaires métastables de S-Al <sub>2</sub> CuMg
SIBM	Mécanisme par migration des joints de grain (Strain Induced Boundary Migration)
SSS	Solution solide sursaturée
t	Temps de recuit
T	Température
TKD ou t-EBSD	Diffraction de Kikuchi par transmission (Transmission Kikuchi Diffraction)
$V_f$	Fraction volumique de précipités
$X_{JMAK}$	Fraction volumique transformée calculée
XRDLPA	Analyse des profils des raies de diffraction des rayons X
$X_v$	Fraction transformée expérimentale
Zone GP	Zones de Guinier-Preston
Zone GPB	Zones de Guinier-Preston-Bagaryatsky

$\gamma$	Coefficient de Poisson
$\gamma_{SFE}$	Energie de faute d'empilement (Stacking Fault Energy)
$\Delta R$	Différences d'anisotropie ou anisotropie plane
$\varepsilon$	Déformation
$\langle \varepsilon_1^2 \rangle^{\frac{1}{2}}$	Microdéformations
$\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu	Phase stable de Al <sub>2</sub> Cu
$\theta''$ et $\theta'$	Phases intermédiaires métastables de $\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu
$\rho$	Densité de dislocations
$\sigma$	Contrainte
$\sigma_{eq}^H$	Contrainte équivalente de Hill
$\sigma_{eq}^{VM}$	Contrainte équivalente de Von Mises

# Liste des figures

## Chapitre I

<b>Figure I.1</b> (a) Diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Cu (b) Zoom de la partie Al-10%Cu du diagramme Al-Cu [21] .....	13
<b>Figure I.2</b> Partie du diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg, après un vieillissement à 190 °C [20]. Où, $\alpha$ est la matrice en Al, les secondes phases $\theta$ , S et T sont $\theta$ -Al <sub>2</sub> Cu, S-Al <sub>2</sub> CuMg et T-Al <sub>20.67</sub> Cu <sub>2</sub> Mn <sub>3.33</sub> , respectivement.....	14
<b>Figure I.3</b> Schéma des différentes étapes du traitement T3 .....	16
<b>Figure I.4</b> Schéma de la formation de bandes de glissement [44].....	23
<b>Figure I.5</b> Microstructure de déformation ; Blocs de cellules, Microbandes et Murs denses de dislocations [49-50].....	27
<b>Figure I.6</b> Différents stades d'un matériau déformé et restauré statiquement [41] .....	28
<b>Figure I.7</b> Annihilation par paires de dislocations de vecteur de Burgers opposé, suivie d'une polygonisation éventuelle dans un léger gradient d'orientation [45,52].....	29
<b>Figure I.8</b> Coalescence de deux sous-grains par rotation de l'un d'eux. (a) la structure originale de sous-grains avant la coalescence, (b) le sous-grain subit une rotation, (c) structure du sous-grain juste après la coalescence et (d) la structure finale du sous-grain après une certaine migration sous-joint de grain [52].....	29
<b>Figure I.9</b> Schématisation du phénomène de recristallisation statique [41].....	30
<b>Figure I.10</b> Mécanismes de germination [46] .....	33
<b>Figure I.11</b> Courbe de la cinétique de recristallisation typique au cours d'un recuit isotherme [48] .....	36
<b>Figure I.12</b> Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation statique de l'aluminium recuit à 300 °C (Anderson and Mehl, 1945) [67].....	39
<b>Figure I.13</b> Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe-3.5%Si déformé à 60% [41] .....	40

## Chapitre II

<b>Figure II.1</b> Microstructure de AA2024-T3 à l'état reçu .....	51
<b>Figure II.2</b> Micrographie MEB à l'état reçu et la carte EDS correspondante .....	52
<b>Figure II.3</b> (a) Géométrie des éprouvettes de traction (b) Direction de découpage 0°, 45° et 90° /DL .....	53
<b>Figure II.4</b> Machine de traction MTS 100 KN .....	54

<b>Figure II.5</b> Courbe de contrainte-déformation vraies de l'essai de traction jusqu'à la rupture des éprouvettes découpées selon les trois directions .....	54
<b>Figure II.6</b> Photographie des éprouvettes de traction en AA2024-T3 avant et après la traction jusqu'à la rupture .....	55
<b>Figure II.7</b> Photographie des éprouvettes de traction en AA2024-T3 avant et après la déformation à 4%, 8% et 10% selon la direction 0°/DL .....	55
<b>Figure II.II.8</b> Schéma du principe de la calorimétrie différentielle à balayage .....	58
<b>Figure II.II.9</b> Appareil de test DSC/ATG de type Q600 – traitement thermique anisotherme .....	59
<b>Figure II.10</b> Four à chambre de marque Nabertherm - traitement thermique isotherme .....	60
<b>Figure II.11</b> Schéma du principe de la mesure de la microdureté Vickers .....	62
<b>Figure II.12</b> Microduromètre Wilson VH3300 - Microdureté Vickers .....	63
<b>Figure II.13</b> Principe de la loi de Bragg sur un réseau cristallin.....	64
<b>Figure II. 14</b> Diffractomètre BRUKERS D2 Phaser - Diffractomètre des rayons X.....	65
<b>Figure II.15</b> Schéma de montage d'un diffractomètre à rayons X pour une géométrie $\theta$ -2 $\theta$ ..	66
<b>Figure II.16</b> Microscope confocal laser LEXT OLS4100 .....	68
<b>Figure II. 17</b> Microscope électronique à balayage HITACHI TM3000 .....	69
<b>Figure II.18</b> Principe de formation des lignes de Kikuchi [31] .....	70
<b>Figure II.19</b> Microscope électronique à balayage HITACHI SU8230 et une vue de l'intérieur de la chambre du microscope électronique .....	71
<b>Figure II. 20</b> Configuration du principe de (a) EBSD et (b) TKD [35] .....	72
<b>Figure II.21</b> Mise de l'échantillon sur le porte échantillon de TKD .....	72
<b>Figure II.22</b> Microscope électronique en transmission JEOL JEM-2100F .....	74
<b>Chapitre III</b>	
<b>Figure III.1</b> Courbe de traction conventionnelle de AA2024-T3 selon les directions 0°, 45° et 90°/DL.....	79
<b>Figure III.2</b> Courbe de traction rationnelle de AA2024-T3 selon les directions 0°, 45° et 90°/DL.....	80
<b>Figure III.3</b> Variation de $R$ en fonction du niveau de déformation pour les trois directions..	82
<b>Figure III.4</b> Coefficients de Lankford en fonction de 0°, 45° et 90°/DL.....	83
<b>Figure III.5</b> Courbes de traction expérimentales et simulée après l'implémentation du potentiel de Hill selon les directions 0°, 45° et 90°/DL .....	86

<b>Figure III.6</b> Eprouvette de traction en AA2024-T3 simulée à une déformation de 4% selon la DL.....	87
<b>Figure III.7</b> Eprouvette de traction en AA2024-T3 simulée à une déformation de 4% selon la direction 45°/DL.....	87
<b>Figure III.8</b> Eprouvette de traction en AA2024-T3 simulée à une déformation de 4% selon la direction 90°/DL.....	87
<b>Figure III.9</b> Comparaison représentative de l'ajustement entre un ensemble de données de contrainte-déformation en traction et les lois d'érouissage de l'alliage d'AA2024-T3 à (a-b-c) faibles déformations selon les trois directions et (d-e-f) à fortes déformations selon les trois directions. ....	93
<b>Figure III.10</b> Courbe d'érouissage isotrope de Voce jusqu'à 100% de déformation équivalente selon les directions 0°, 45° et 90°/DL .....	96
<b>Figure III.11</b> Taux de durcissement par déformation en fonction de la déformation dans les différentes directions 0°, 45°, et 90°/DL .....	99
<b>Figure III.12</b> Courbes [ $\theta - \sigma$ ] en fonction des les trois directions 0°, 45° et 90°/DL des trois niveaux de déformation .....	102
<b>Figure III.13</b> Courbes [ $\theta - \sigma$ ] en fonction des trois niveaux de déformation des trois directions 0°, 45° et 90°/DL.....	103
<b>Figure III.14</b> Microstructures optiques de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la DL .....	106
<b>Figure III.15</b> Taille des grains de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la DL.....	106
<b>Figure III.16</b> Micrographie MEB et les cartes EDS correspondantes de l'AA2024-T3 déformé 8% selon la DL.....	107
<b>Figure III.17</b> Micrographie TKD et les cartes EDS correspondantes de l'AA2024-T3 déformé à 8% selon la DL .....	107
<b>Figure III.18</b> Micrographie TEM de l'AA2024-T3 déformé à 8% selon la DL.....	108
<b>Figure III.19</b> Diffractogrammes de l'AA2024-T3 déformé 4% selon les directions 0°, 45° et 90° /DL.....	109
<b>Figure III.20</b> Diffractogrammes de l'AA2024-T3 déformé à 4, 8 et 10% selon la DL.....	110
<b>Figure III.21</b> Diffractogramme XRD ajusté par la méthode de Rietveld implémentée dans le programme MAUD .....	111
<b>Figure III.22</b> Évolution des paramètres microstructuraux en fonction du niveau de déformation .....	113

<b>Figure III.23</b> Évolution des paramètres microstructuraux en fonction de l'anisotropie plastique .....	114
<b>Figure III.24</b> Energie stockée des états reçus et des états déformés selon les directions 0°, 45° et 90°/DL .....	115
<b>Figure III.25</b> Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 non déformé selon la direction de laminage en chauffage continu à une vitesse de 10°C/min .....	118
<b>Figure III.26</b> Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 8% selon la direction de laminage en chauffage à une vitesse de 30 °C/min .....	118
<b>Figure III.27</b> Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 10% selon la direction de laminage en chauffage continu à une vitesse de 10°C/min .....	119
<b>Figure III.28</b> Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 10% selon la direction de laminage en chauffage continu à une vitesse de 20 °C/min .....	119
<b>Figure III.29</b> Microdureté Vickers en fonction du temps de recuit de AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la direction de laminage puis traité à 350 °C et 400 °C .....	123
<b>Figure III.30</b> Tracés de $\ln(\ln(1/(1-X_{Hv})))$ en fonction de $\ln(t)$ de l'état déformé à 4% puis traité thermiquement à 350 °C .....	125
<b>Figure III.31</b> Évolution de la fraction d'adoucissement expérimentale en fonction du temps de maintien modélisée par le modèle JMAK conventionnel et le modèle modifié des états (a) déformé à 4% et traité à 350 °C, (b) déformé à 4% et traité à 400 °C, (c) déformé à 8% et traité à 350 °C, (d) déformé à 8% et traité à 400 °C, (e) déformé à 10% et traité à 350 °C, (f) déformé à 10% et traité à 400 °C.....	129
<b>Figure III.32</b> Microstructure MEB de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 8% selon la direction de laminage et puis traité pendant (a) 300 s à 350 °C (a') 300 s à 400 °C (b) 900 s à 350 °C (b') 900 s à 400 °C (c) 1800 s à 350 °C (c') 1800 s à 400 °C (d) 21600 s à 350 °C (d') 21600 s à 400 °C.....	132
<b>Figure III.33</b> Évolution de la taille des grains en fonction du niveau de la pré-déformation selon la DL après le recuit à 350 °C et 400 °C pendant 300 secondes, 900 et 21600 secondes.....	133
<b>Figure III.34</b> Micrographies MEB et les cartes EDS correspondantes de AA2024-T3 pré-déformé à 8% selon la DL après le recuit à 350 °C pendant 300 et 21600 secondes .....	134
<b>Figure III.35</b> Micrographies MEB et les cartes EDS correspondantes de AA2024-T3 pré-déformé à 8% selon la DL après le recuit à 400 °C pendant 300 et 21600 secondes .....	135
<b>Figure III.36</b> Microdureté Vickers en fonction du temps de recuit de AA2024-T3 déformé à 8% selon 45° /RD puis traité thermiquement à 350°C.....	137

<b>Figure III.37</b> Les tracés de $\ln(\ln(1/(1 - XHv)))$ en fonction de $\ln(t)$ de l'état pré-déformé à 8% selon la direction 45°/DL puis traité à 350 °C .....	137
<b>Figure III.38</b> Évolution des fractions transformées expérimentales, de la JMAK modifiée selon (a) 0°, (b) 45° et (c) 90°/DL .....	140
<b>Figure III.39</b> Évolution des fractions transformées JMAK modifiées en fonction de 0°, 45° et 90°/DL.....	141
<b>Figure III.40</b> Microstructure MEB de AA2024-T3 pré-déformé à 8%, selon 45°/DL puis recuit à 350 °C pendant (a) 300 s (b) 900 s (c) 3600 s et (d) 21600 s.....	142
<b>Figure III.41</b> Carte EDS d'une micrographie de AA2024-T3 pré-déformé à 8%, selon 45°/DL puis traité à 350 °C pendant 21600 s.....	143
<b>Figure III.42</b> Taille des grains moyenne en fonction du temps de l'état pré-déformé à 8% selon 45°/DL et recuit à 350 °C.....	143
<b>Figure III.43</b> Courbe de $\ln(D)$ en fonction de $\ln(t)$ de l'échantillon pré-déformé à 8% selon 45°/DL.....	145
<b>Figure III.44</b> Évolution de la microdureté en fonction de la taille des grains selon 0°, 45° et 90°/DL.....	147
<b>Figure III.45</b> Cartographie IPF de l'état traité à 350 °C pendant 1800 secondes après une pré-déformation de 8% selon (a) 0°, (b) 45°, (c) 90°/DL.....	149
<b>Figure III.46</b> Figure de pole de l'état pré-déformé à 8% selon la DL (a) de l'état traité à 350 °C pendant 1800 secondes après une pré-déformation de 8% selon (a) 0°, (b) 45°, (c) 90°/DL .....	150
<b>Figure III.47</b> Cartographie de désorientation moyenne de Kernel (KAM) de l'état traité à 350 °C pendant 1800 secondes après une pré-déformation de 8% selon (a) 0°, (b) 45°, (c) 90°/DL et (d) fraction de KAM des conditions examinées .....	151

# Liste des tableaux

## Chapitre I

<b>Tableau I.1</b> Différentes séries d'alliage d'aluminium et domaine de composition [5].....	9
<b>Tableau I.2</b> Composition chimique en % massique d'un alliage AA2024 [6].....	10
<b>Tableau I.3</b> Propriétés mécaniques de l'alliage d'AA2024-T3 .....	12
<b>Tableau I.4</b> Nomenclature et description des principaux traitements thermiques et mécaniques des alliages d'aluminium [22].....	15

## Chapitre II

<b>Tableau II.1</b> Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2024-T3 (% en poids).....	50
<b>Tableau II.2</b> Schéma explicatif des cycles thermiques du recuit d'adoucissement statique ...	60

## Chapitre III

<b>Tableau III.1</b> Propriétés mécaniques de l'alliage AA2024-T3 selon les directions 0°, 45° et 90°/DL.....	80
<b>Tableau III.2</b> Coefficients de Lankford $R$ en fonction des trois directions .....	82
<b>Tableau III.3</b> Identification des paramètres de Hill à partir des coefficients de Lankford dans les trois directions .....	84
<b>Tableau III.4</b> Limites élastiques du potentiel de Hill .....	85
<b>Tableau III.5</b> Identification des paramètres de Hill48 à partir des limites élastiques du potentiel de Hill.....	88
<b>Tableau III.6</b> Paramètres d'écroutissage isotrope selon les trois directions 0°, 45° et 90°/DL	94
<b>Tableau III.7</b> Moyennes des paramètres des lois d'écroutissage isotrope .....	94
<b>Tableau III.8</b> Températures de début, de fin et de la température du pic de la transformation d'adoucissement induit par restauration et/ou recristallisation. ....	120
<b>Tableau III.9</b> Paramètres de JMAK modifiés en fonction du niveau de déformation selon la DL et de la température .....	127
<b>Tableau III.10</b> Paramètres de JMAK modifiés en fonction de la direction 0°, 45° et 90°/DL .....	139
<b>Tableau III.11</b> Les constantes de Hall-Petch en fonction de 0°, 45°, et 90°/DL.....	146

# **INTRODUCTION GENERALE**

### Introduction générale

Les alliages à base d'aluminium sont connus pour leur utilisation dans les applications aérospatiales. En particulier, les tôles en alliage d'aluminium AA2024-T3 sont utilisées dans les structures du fuselage et des ailes d'avions [1], en raison de leur résistance spécifique élevée, de leur bonne tolérance aux dommages et de leur résistance à la corrosion [2-1]. Le processus de mise en forme consiste en un laminage à chaud ensuite un laminage à froid des brames, suivi d'un processus de formage de la tôle au cours duquel le métal est déformé plastiquement pour produire la forme requise [3]. La structure déformée est généralement considérée comme un état hors d'équilibre avec des contraintes internes élevées en raison de la présence importante des défauts du réseau, tels que les dislocations. Par conséquent, un recuit d'adoucissement statique intermédiaire est effectué afin d'obtenir une microstructure stable et des propriétés mécaniques appropriées [3].

Pendant l'adoucissement statique, une restauration statique (SRV) et une recristallisation (SRX) peuvent avoir lieu. Il en résulte une réduction significative de la densité et de la distribution des dislocations par le SRV [3] et la formation et la migration des joints de grains à angle élevé qui deviennent finalement les grains nouvellement recristallisés (SRX) [4-6]. En plus de SRV et SRX, la croissance des grains (GG) peut également se produire et apporter des changements additionnels à la microstructure. Dans les métaux à haute énergie de défaut d'empilement comme l'aluminium, la restauration joue un rôle important dans la réduction progressive de l'énergie stockée, tandis que la recristallisation peut avoir lieu au même temps. Ainsi, ces phénomènes peuvent se produire simultanément et doivent être pris en considération en tant que phénomène non divisé [7]. Il est important aussi de noter qu'une précipitation peut se produire pendant la recristallisation statique dans toute la microstructure, spécialement, dans les alliages d'aluminium de la série 2000 [8].

L'adoucissement statique de l'aluminium fait l'objet de plusieurs études vu son intérêt. Les chercheurs ont investigué l'effet de différents paramètres du processus tels que la température, le taux de la déformation ainsi que les éléments d'alliage sur le traitement d'adoucissement statique de divers alliages d'aluminium. On peut citer en titre d'exemple ; Salehi *et al.* [7] qui ont étudié l'effet de la température après le laminage à froid d'un alliage d'aluminium A5052 et ont conclu qu'à basse température, en dessous de 300 °C, la restauration est le principal processus d'adoucissement, alors qu'à des températures supérieures à 300 °C, les mécanismes de restauration et de recristallisation sont en compétition pendant le processus d'adoucissement

statique. Tsvoulas et Prangnell [9] ont fait une recherche sur l'influence des additions de Mn et de Zr sur la résistance à la recristallisation dans l'AA2198, les résultats ont indiqué que la résistance à la recristallisation diminue avec l'augmentation des additions de Mn, lorsque le niveau de Zr est constant, et lorsque cette dernière quantité diminue à mesure que le Mn est ajouté, la résistance à la recristallisation devient progressivement plus mauvaise. Bo *et al.* [10] ont étudié le comportement d'adoucissement statique dans l'alliage Al-Cu-Mg-Zr après des essais de compression à chaud en deux étapes et ont confirmé que la fraction d'adoucissement statique augmentait avec la température de déformation, le taux de déformation et le temps de maintien. Une approche similaire a été utilisée par Huang *et al.* [11] en AA574 et Jiang *et al.* [12] en AA7150. Les deux études ont également conclu que la fraction d'adoucissement statique augmentait avec la température de déformation. Cependant, dans aucune des études ci-dessus, l'influence de l'anisotropie plastique sur l'évolution de la microstructure pendant le recuit n'a été prise en compte.

Dans ce contexte, et depuis plus d'une soixantaine d'années, les fabricants des alliages d'aluminium cherchent à maîtriser et à prévoir la microstructure et la microtexture afin d'optimiser les propriétés des matériaux et corréler les caractéristiques alliages / gamme de transformation / produit. La caractérisation, la compréhension et la modélisation des processus physiques, de la déformation plastique, la restauration, recristallisation et croissance des grains sont indispensables dans les perspectives d'application des alliages d'aluminium. 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 des paramètres de l'alliage ainsi que ceux du traitement d'adoucissement utilisés.

L'avantage des modèles est qu'ils peuvent être utilisés afin d'éviter les essais et les erreurs longs et coûteux. Également, ils sont bénéfiques pour réduire le nombre d'étapes de recuit intermédiaires coûteuses. En optimisant le nombre et la durée de recuit intermédiaire et donc de l'ensemble du processus.

Diverses recherches ont été menées sur la modélisation de la cinétique d'adoucissement statique qui a été décrite par l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [11-17].

Néanmoins, de nombreux chercheurs ont déclaré que le modèle JMAK conventionnel peut être modifié pour être plus adapté à la description de la cinétique d'adoucissement, dans différents alliages. Par exemple, Shen *et al.* [15] ont proposé une équation JMAK modifiée qui pourrait décrire avec précision le comportement de recristallisation statique de l'acier microallié Nb-V.

De plus, il a été souligné que les paramètres JMAK mesurés n'étaient pas cohérents avec les paramètres prédits. Matsui *et al.* [17] ont étudié le comportement théorique et expérimental de la recristallisation pendant le recuit du fer pur. Les résultats ont montré que les valeurs de l'exposant d'Avrami étaient comprises entre 1.86 et 0.37. Selon la théorie JMAK, la direction de croissance des grains de ferrite recristallisés était supposée être unidimensionnelle. En revanche, une analyse tridimensionnelle a montré que les grains de ferrite recristallisés suivent une croissance tridimensionnelle et/ou bidimensionnelle. Cependant, la valeur de l'exposant  $n$  n'était pas cohérente avec la théorie. Lee et Kim [18] ont modifié le modèle JMAK en introduisant un nouveau paramètre 'c' qui caractérise le phénomène d'impact. Sur la base des recherches ci-dessus, il existe très peu d'informations dans la littérature sur l'influence des paramètres physiques tels que la présence de la précipitation ainsi que l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique.

Les propriétés mécaniques des tôles d'AA2024-T3 dépendent fortement de la microstructure et microtextures qui se développent tout au long de leur processus de mise en forme. Par conséquent, l'optimisation des performances (propriétés mécaniques) des métaux et alliages nécessite le contrôle étroit de leurs microstructures, par exemple la taille moyenne des grains (mais aussi la distribution des tailles), la sous-structure, l'état d'écrouissage, la densité des parois et microtexture.

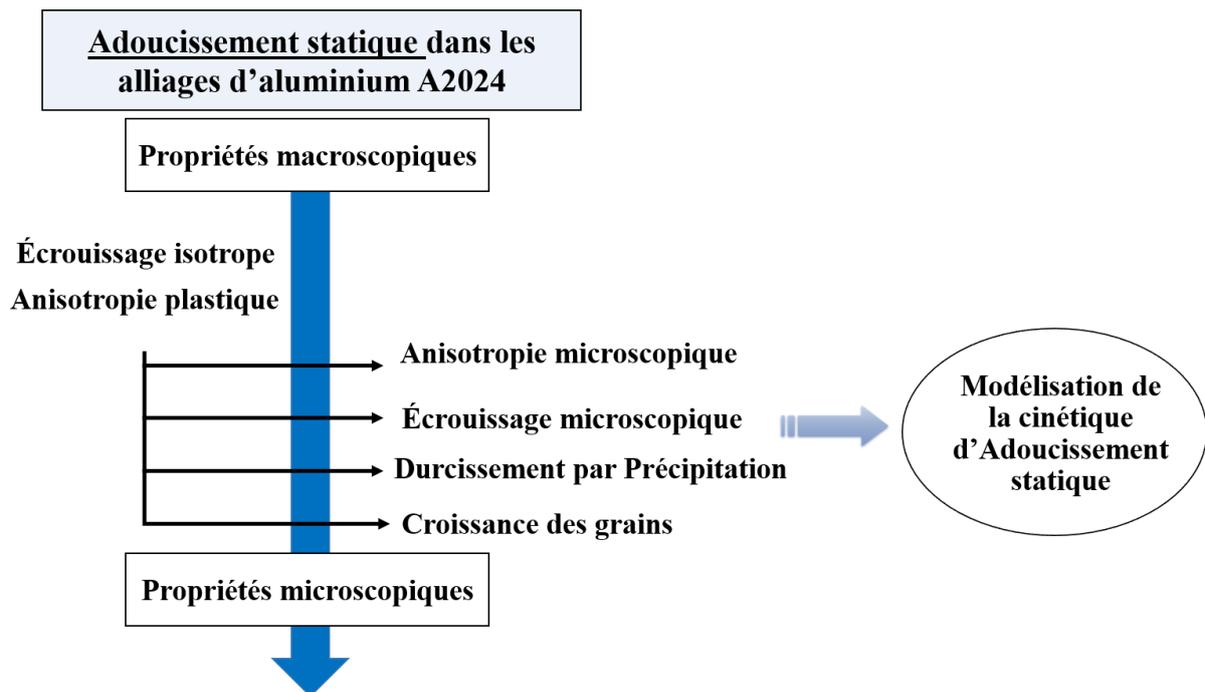
Les paramètres de traitement d'adoucissement ainsi que d'autres phénomènes physiques induisent des changements microstructuraux et microtexturaux, ces derniers interviennent tout au long des mécanismes de l'adoucissement statique qui précède l'étape de l'étirement par déformation plastique des tôles minces d'alliage d'aluminium, affectent la microstructure transformée (adoucit) ainsi que la microtexture.

La prédiction de l'adoucissement au niveau industriel est un enjeu majeur. Donc, il est essentiel de bien contrôler la microstructure finale ou encore le comportement de l'alliage lors de son application. En effet, il est indispensable de connaître, maîtriser et modéliser les phénomènes qui interviennent lors des traitements d'adoucissement statique induit par restauration et/ou recristallisation qui sont encore mal connus à ce jour.

Notre étude s'inscrit dans le cadre de la volonté d'améliorer les connaissances concernant le comportement mécanique de l'alliage d'aluminium AA2024, particulièrement nous nous intéresserons à la relation entre les microstructures, l'écrouissage, l'anisotropie plastique, la

présence des précipités, le phénomène d'adoucissement statique et la croissance des grains qui déterminent les propriétés finales du produit.

L'ensemble de notre travail a été proposé suite à de multiples activités d'encadrement des ingénieurs et de master au sein de l'équipe « *Mécanique et Physique de Mise en forme* » tel que [19]. Il est centré sur la compréhension, l'estimation expérimentale et la modélisation empirique du comportement mécanique à froid d'AA2024-T3, ainsi que l'adoucissement statique en post déformation lors des maintiens isothermes dans la gamme de température, temps et les conditions de déformation choisies, en mettant l'accent sur l'influence du phénomène de précipitation et la concentration de soluté relativement importantes sur la migration des joints de grains lors des mécanismes d'adoucissement statique, l'impact de la présence de l'anisotropie plastique et cristalline sur les cinétiques de restauration et/ou recristallisation statiques, la croissance des grains induit par l'adoucissement dans les alliages d'aluminium A2024-T3.



Le contenu de cette thèse est énoncé sur l'actuelle introduction, trois chapitres et une conclusion générale et les recommandations :

**Le premier chapitre** présente une vue générale sur les alliages d'aluminium ainsi que les notions fondamentales et une vaste étude bibliographique sur le comportement mécanique des matériaux, les microstructures de déformation, les phénomènes d'adoucissement statique induit par restauration et/ou recristallisation statique incluant les mécanismes qui se déroulent

durant ces phénomènes. Ensuite, le modèle semi-empirique qui décrit la cinétique d'adoucissement statique est détaillé. Finalement, un état de l'art est présenté sur l'influence des différents paramètres sur l'adoucissement statique.

**Le deuxième chapitre** est consacré au protocole de l'analyse expérimentale utilisé lors du déroulement du travail de cette recherche. Par la suite, nous présentons les principes de fonctionnement et les conditions expérimentaux des diverses techniques de caractérisation des microstructures et microtextures effectuées (microscopie confocal/optique à balayage laser, essais de microdureté et électronique (MEB-EBSD) etc.).

**Le troisième chapitre** présente les résultats expérimentaux et la modélisation de la cinétique d'adoucissement statique par restauration et/ou recristallisation. Les résultats sont présentés en trois parties ; la première partie est consacrée à l'identification expérimentale et validation de l'anisotropie plastique. La deuxième partie correspond à l'analyse expérimentale et prédiction de l'écroutissage isotrope. La troisième partie traite l'évolution des paramètres microstructuraux. Finalement, la quatrième partie est concrétisée à l'étude expérimentale et la modélisation de la cinétique d'adoucissement statique et la croissance des grains en mettant l'accent sur l'influence de (i) la pré-déformation et la température de recuit sur l'évolution et le comportement du précipité  $S-Al_2CuMg$  et la cinétique d'adoucissement statique (ii) l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique.

Pour clôturer notre travail de recherche, une conclusion générale et quelques perspectives sont présentées.

### Références de l'introduction générale

- [1] Xu X, Zhao Y, Ma B, Zhang M; Rapid precipitation of T-phase in the 2024 aluminum alloy via cyclic electropulsing treatment; *J Alloys Compd*; 2014;610:506–10. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.05.063>.
- [2] Li JF, Ziqiao Z, Na J, Chengyu T; Localized corrosion mechanism of 2xxx-series Al alloy containing S(Al<sub>2</sub>CuMg) and  $\theta'$ (Al<sub>2</sub>Cu) precipitates in 4.0% NaCl solution at pH 6.1; *Mater Chem Phys*; 2005;91:325–9. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2004.11.034>.
- [3] Qian X, Parson N, Chen XG; Effects of Mn content on recrystallization resistance of AA6082 aluminum alloys during post-deformation annealing; *J Mater Sci Technol*; 2020;52:189–97. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.015>.
- [4] Doherty RD, Hughes DA, Humphreys FJ, Jonas JJ, Juul Jensen D, Kassner ME; Current issues in recrystallization: A review; *Mater Sci Eng A*; 1997;238:219–74. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00424-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00424-3).
- [5] Hallberg H; Approaches to modeling of recrystallization; *Metals (Basel)*; 2011;1:16–48. <https://doi.org/10.3390/met1010016>.
- [6] Huang Y, Humphreys FJ; Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase aluminium alloy; *Acta Mater*; 1999;47:2259–68. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00062-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00062-2).
- [7] Salehi MS, Serajzadeh S; Simulation of static softening behavior of an aluminum alloy after cold strip rolling; *Comput Mater Sci*; 2013;69:53–61. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.11.028>.
- [8] Somerday M, Humphreys FJ; Recrystallisation behaviour of supersaturated Al-Mn alloys. Part 1 - Al-1.3 wt-%Mn; *Mater Sci Technol*; 2003;19:20–9. <https://doi.org/10.1179/026708303225008590>.
- [9] Tsivoulas D, Prangnell PB; The effect of Mn and Zr dispersoid-forming additions on recrystallization resistance in Al-Cu-Li AA2198 sheet; *Acta Mater*; 2014;77:1–16. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.05.028>.
- [10] Bo G, Jiang F, Su H, Wu L, Teng J, Fu D, Zhang H; Static softening behavior and modeling of an Al-Cu-Mg-Zr alloy with various pre-precipitation microstructures during multistage hot deformation; *Mater Sci Eng A*; 2020;778:139094. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139094>.
- [11] Huang C, Jia X, Zhang Z; Modeling and simulation of the static recrystallization of 5754 aluminium alloy by cellular automaton; *Metals (Basel)*; 2018;8:585. <https://doi.org/10.3390/met8080585>.
- [12] Jiang F, Zhang H, Li L, Chen J; The kinetics of dynamic and static softening during multistage hot deformation of 7150 aluminum alloy; *Mater Sci Eng A*; 2012;552:269–75. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.039>.
- [13] Farzadi A; Modeling of isothermal recovery and recrystallization kinetics by means of hardness measurements; *Materwiss Werksttech*; 2015;46:1218–25. <https://doi.org/10.1002/mawe.201500445>.
- [14] Tang J, Zhang H, Teng J, Fu D, Jiang F; Effect of Zn content on the static softening behavior and kinetics of Al-Zn-Mg-Cu alloys during double-stage hot deformation; *J Alloys Compd*; 2019;806:1081–96. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.07.332>.
- [15] Shen W, Zhang C, Zhang L, Xu Q, Cui Y, Xu Y; A modified Avrami equation for kinetics of static

- recrystallization of Nb-V microalloyed steel: Experiments and numerical simulation; *Vacuum*; 2018;150:116–23. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.01.022>.
- [16] Luo H; Effect of concurrent recovery on Avrami exponent of the softening kinetics after hot deformation; *Mater Sci Eng A*; 2012;532:44–9. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.060>.
- [17] Matsui T, Ogawa T, Adachi Y; Relationship between three-dimensional microstructure and Avrami exponent for recrystallization in pure iron; *Results Mater*; 2019;1:100002. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2019.100002>.
- [18] Lee E, Kim YG; A transformation kinetic model and its application to Cu-Zn-Al shape memory alloys--I. isothermal conditions; *Acta Met. et Mat*; 1990;38:1669–1676.
- [19] Tir I; Analyse de l'adoucissement induit par restauration statique dans les microstructures d'alliages d'aluminium de nuance Al 2024; mémoire d'ingénieur en Science et génie des matériaux, ENSMM-annaba; 2017.

**CHAPITRE I :**  
**SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

### I.1 Introduction

Les alliages à base d'aluminium sont largement utilisés dans les applications aérospatiales, en raison de leur résistance spécifique élevée, de leur bonne tolérance aux dommages et de leur résistance à la corrosion [1-2]. En particulier, les tôles en alliage d'aluminium AA2024-T3 sont largement utilisées dans les structures des ailes et du fuselage des avions [2]. Le processus de mise en forme de ces alliages affecte leurs propriétés microscopiques par conséquent leurs propriétés macroscopiques. Différents travaux de recherche ont été réalisés pour comprendre la physique de la mise en forme (à l'échelle microscopique et mésoscopique), ce qui mène à des nouvelles approches et pratiques de mise en forme des tôles d'aluminium avec une qualité acceptable voire supérieure.

Ce chapitre présente des notions de base et l'état de l'art englobant en premier lieu la problématique de notre présent travail suivi d'un aperçu général sur les alliages d'aluminium et les notions fondamentales en relation avec les microstructures de déformation à froid des matériaux métalliques. Ensuite, les phénomènes d'adoucissement statique par restauration et recristallisation statiques seront abordés, en mettant l'accent sur les paramètres microstructuraux (densité de dislocations, taille des grains et sous grains, désorientations des parois...) et les facteurs influant ces phénomènes physiques. Ces parties seront enrichies dans le cadre de cette étude, par un ensemble de travaux de recherches antérieures.

### I.2 Généralités sur l'alliage d'aluminium AA2024-T3

#### I.2.1. Historique

Au début du XIX<sup>ème</sup> siècle, un nouvel élément a été découvert par Sir Humphrey Davy. Le premier nom donné à cet élément fut « Alumem » [3]. Le métal a été isolé en 1825 par Hans Christian Oersted, cependant, dans un état impur vu qu'il s'agit d'un élément très réactif [3]. Après plusieurs années de recherches aux laboratoires, en 1886, Paul Héroult en France et Charles M. Hall aux États-Unis ont réussi à découvrir la méthode d'extraction l'aluminium de son minerai (La bauxite) [3]. Le procédé de Héroult a été utilisé pour la première fois en 1887 par la société suisse de métallurgie - Neuheusen [4]. Le procédé Hall-Héroult est excessivement énergivore et nécessite une source d'énergie fiable pour être implémenté à l'échelle industrielle. La première usine hydroélectrique pour une usine d'aluminium a été ouverte par la British

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Aluminium Company en 1896 à Foyers, sur la rive orientale du Loch Ness. Elle utilisait les chutes de la rivière Foyers comme source d'énergie afin de fournir l'électricité à faible coût [4].

De nos jours, l'aluminium est utilisé dans plusieurs domaines industriels, on cite : la construction aéronautique, automobile, l'industrie ferroviaire et électrique (Conducteurs électriques et appareillages), la fabrication d'appareils ménagers et les emballages. Pour augmenter sa résistance mécanique, l'aluminium pur est généralement allié à des métaux tels que le cuivre (Cu), le manganèse (Mn), le magnésium (Mg), le silicium (Si) et le zinc (Zn). Les alliages d'aluminium peuvent alors être utilisés dans différents secteurs tout en offrant l'avantage d'être un matériau léger et durable.

Les alliages d'aluminium sont donc des systèmes composés d'un métal de base qui est l'aluminium et d'autres éléments de faibles quantités qui permettent de modifier ses propriétés physiques et surtout mécaniques. Les alliages d'aluminium de corroyage sont désignés par deux manières ; selon la nuance et selon la trempabilité [5]. Les différentes nuances des alliages d'aluminium sont réparties en huit séries ou familles. Chaque série est représentée par 4 chiffres. Le premier chiffre de la nomenclature indique l'élément d'addition principale. Le deuxième chiffre est réservé aux modifications successives de la composition chimique de l'alliage. Et enfin, les deux derniers chiffres permettent d'identifier l'alliage au sein de la série. Le **Tableau I.1** représente les huit séries des alliages en question.

Les alliages d'aluminium corroyés sont aussi catégorisés selon deux types d'alliages : les alliages à durcissement par écrouissage (non trempant, sans durcissement structural) et les alliages trempant à durcissement structural, comme le présente le **Tableau I.1**. On note que ce n'est pas tous les alliages de la série 8XXX qui sont classés comme des alliages à durcissement structural.

**Tableau I.1** Différentes séries d'alliage d'aluminium et domaine de composition [5]

Séries des alliages à durcissement par écrouissage (non trempant)	Eléments d'alliage principaux	Domaine de composition (% massique)
1XXX	----	Al > 99%
3XXX	Manganèse	0.5 – 1.5
4XXX	Silicium	0.8 – 1.7
5XXX	Magnésium	0.5 - 5

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Séries des alliages à durcissement structural (Trem pant)	Eléments d'alliage principaux	Domaine de composition (% massique)
2XXX	Cuivre	2 - 6
6XXX	Magnésium + Silicium	Mg : 0.2 – 1.5 Si : 0.2 – 1.5
7XXX	Zinc + Magnésium	Zn : 5 – 7 Mg : 1 - 2
8XXX	Silicium + Fer	Si : 0.3 – 1 Fe : 0.6 - 2

L'une des premières séries produites était la série 2XXX (l'aluminium-cuivre) vers 1910 [3]. Cette série présente un bon compromis entre la résistance mécanique, la tenue à la fatigue et la légèreté. Ce qui la rend intéressante pour les applications aéronautiques. L'aluminium représente aujourd'hui environ 80% du poids d'un avion civil typique et 40% du poids de certaines voitures particulières [3].

En particulier, l'alliage d'aluminium 2024 (AA2024) est souvent utilisé dans les structures du fuselage et des ailes d'avions [2]. Il est l'un des alliages de la série 2000 dont les principaux éléments d'alliages sont le cuivre, le magnésium et le manganèse [6] (sa composition chimique est représenté sur le **Tableau I.2**). Ces éléments forment des précipités d'une taille nanométrique qui fournissent la plus grande partie de la résistance mécanique à ces alliages.

**Tableau I.2** Composition chimique en % massique d'un alliage AA2024 [6]

Elément	Cu	Mg	Mn	Fe	Cr	Si	Ti	Zn	Al
<b>Min</b>	3.8	1.2	0.3						90.7
<b>Max</b>	4.9	1.8	0.9	0.5	0.1	0.5	0.5	0.25	93.7

Chaque élément d'addition possède un rôle très spécifique pour élaborer l'alliage selon les propriétés désirées du produit. Les principaux éléments ajoutés dans AA2024 sont le cuivre, le magnésium et le manganèse. Chaque élément a un rôle précis dans l'amélioration des propriétés du produit final. En outre, leur combinaison contribue dans l'amélioration des propriétés mécaniques pour répondre aux besoins relatifs à l'application où l'alliage est utilisé.

### I.2.2. Rôles des éléments d'addition

#### a. Le cuivre :

Le cuivre améliore considérablement les caractéristiques mécaniques des alliages et en même temps l'usinabilité [7-8]. Il augmente la résistance au fur et à mesure que la teneur en cuivre augmente. En outre il augmente la dureté, mais la résistance et surtout la ductilité dépendent de la façon dont le cuivre est réparti [9]. En revanche, il retarde le déclenchement de la recristallisation et il augmente fortement la sensibilité à la fissuration à chaud. Par conséquent, les alliages aluminium-cuivre ne sont pas soudables à l'arc, sauf si la teneur en cuivre atteint 6%, comme par exemple les alliages de la famille 2219 [3]. Le cuivre dans les alliages d'aluminium est souvent défavorable à la résistance à la corrosion [10]. Par conséquent, une protection de surface par peinture ou anodisation est souvent nécessaire selon l'application où ce genre d'alliage est utilisé.

#### b. Le magnésium :

Le magnésium augmente les caractéristiques mécaniques [7-8] et la résistance à la corrosion des alliages d'aluminium. Il facilite aussi le soudage des alliages aluminium [8].

#### c. Le manganèse :

Le manganèse est ajouté aux alliages pour augmenter la résistance mécanique à haute température et la résistance au fluage par la formation (i) de composés à point de fusion élevé par exemple le précipité  $T-Al_{20,67}Cu_2Mn_{3,33}$ , et (ii) de composés plus complexes contenant du chrome et du nickel [11]. Le manganèse sert à corriger l'effet de la fragilisation du fer dans les alliages d'aluminium [11].

### I.2.3. Propriétés mécaniques de l'alliage AA2024-T3

Les composantes des structures aéronautiques doivent posséder une forme aérodynamique, une résistance à la charge appliquée et une protection des passagers [12]. Chaque composante est soumise à différentes contraintes imposées. Par conséquent des propriétés précises sont exigées pour chaque composante aéronautique. Les ailes supérieures d'avion doivent résister à des charges de flexions durant le vol vu que leur surface supérieure est en compression. En revanche, la surface inférieure des ailes est en tension (endos – extrados). En outre, le fuselage est soumis à des contraintes de compression, tension, torsion, flexion, et la pressurisation [12].

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

L'alliage d'AA2024-T3 est généralement sélectionné pour la construction du fuselage et des ailes d'avion. L'alliage d'AA2024-T3 a un faible coefficient de dilatation linéaire. Donc, il peut être forgé aux formes souhaitées à des températures élevées, puis traité en solution et durci par vieillissement pour obtenir les microstructures souhaitées et d'excellentes propriétés mécaniques.

En sciences des matériaux, on peut distinguer plusieurs types de propriétés mécaniques des alliages métalliques selon leurs utilisations. Dans le cas du développement des structures aéronautiques, ce sont ; le modules de Young ( $E$ ), la limites d'élasticité ( $R_{0,2}$ ), la résistance maximale ( $R_m$ ), l'allongement ( $A$ ), et la ténacité, Resistance à la fatigue et au fluage. Le **Tableau I.3** représente quelques propriétés mécaniques obtenues par un essai de traction à froid de l'AA2024-T3.

**Tableau I.3** Propriétés mécaniques de l'alliage d'AA2024-T3

$E$ (GPa)	$R_{0,2}$ (MPa)	$R_m$ (MPa)	$A$ (%)	Référence
73	300	440	9	[13]
69	368	489	24	[14]
70	391	494	19	[15]

Les propriétés mécaniques spécifiées dans le **Tableau I.3** donne un ordre de grandeur. En revanche ces valeurs dépendent de la microstructure (par exemple la quantité, la morphologie et la dispersion des précipités) et ainsi que la microtexture de l'alliage.

### I.2.4. Diagramme d'équilibre Al-Cu et Al-Cu-Mg

Dans les alliages d'aluminium de la série 2XXX, les principaux éléments d'alliage sont le cuivre et le magnésium dont le pourcentage massique du cuivre est compris entre 3 et 5% de la masse. Selon le diagramme d'équilibre Al-Cu illustré dans la **Figure I.1**, la mise en solution se produit aux alentours de 500 °C. Cela permet de dissoudre le cuivre dans l'aluminium pour former une solution solide désordonnée où les atomes de cuivre viennent substituer localement ceux de l'élément d'aluminium (phase  $\alpha$ ). Le refroidissement rapide de l'alliage jusqu'à température ambiante permet d'obtenir une solution solide sursaturée. Au cours du vieillissement ou revenu, une succession de précipités est développée à partir de la solution solide sursaturée (SSS) rapidement refroidie jusqu'à l'apparition de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu selon la séquence de précipitation suivante [16-17] :

SSS  $\rightarrow$  Zone GP  $\rightarrow$   $\theta''$   $\rightarrow$   $\theta'$   $\rightarrow$   $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu

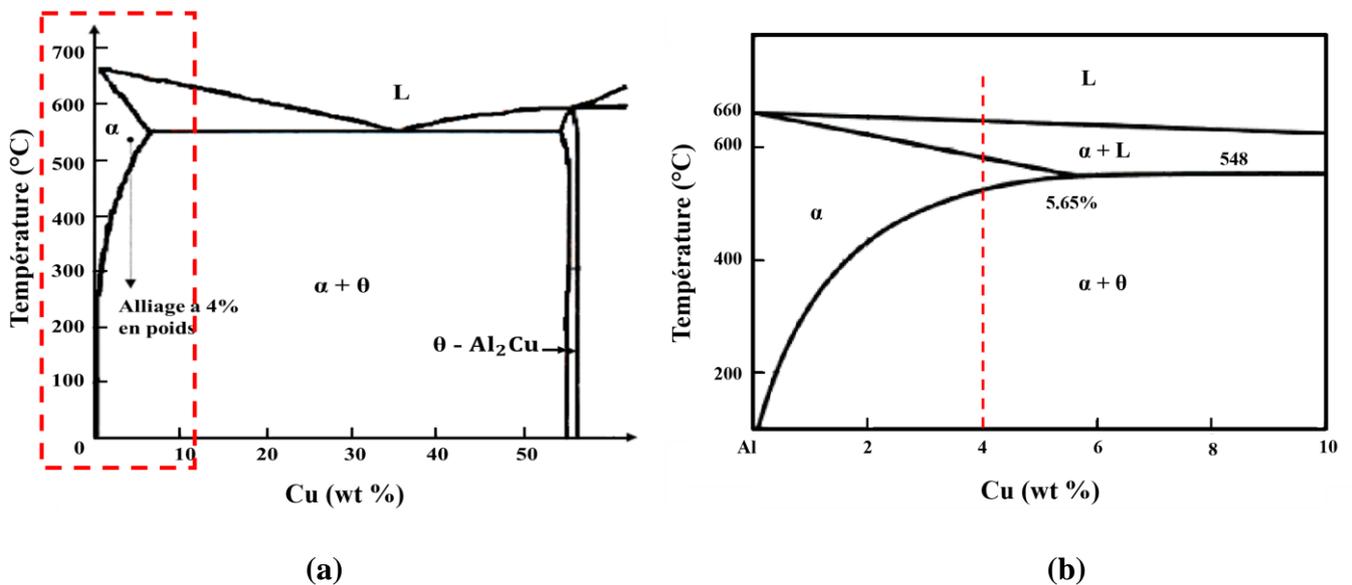
Où :  $\theta''$  et  $\theta'$  sont les phases intermédiaires métastables par rapport à l'équilibre  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Guinier et Preston sont les premiers à avoir observé les précipités  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu connus sous le nom de zones Guinier-Preston (zones GP) dans les alliages Al-Cu [18-19].

Dans le cas des alliages Al-Cu-Mg dont l'alliage 2024 fait partie, une autre seconde phase est remarquée. Lorsque le magnésium entre dans la composition de l'alliage à des teneurs supérieures à 1% en masse, comme le montre la **Figure I.2**, une séquence de précipitation sera ajoutée [16-17] :

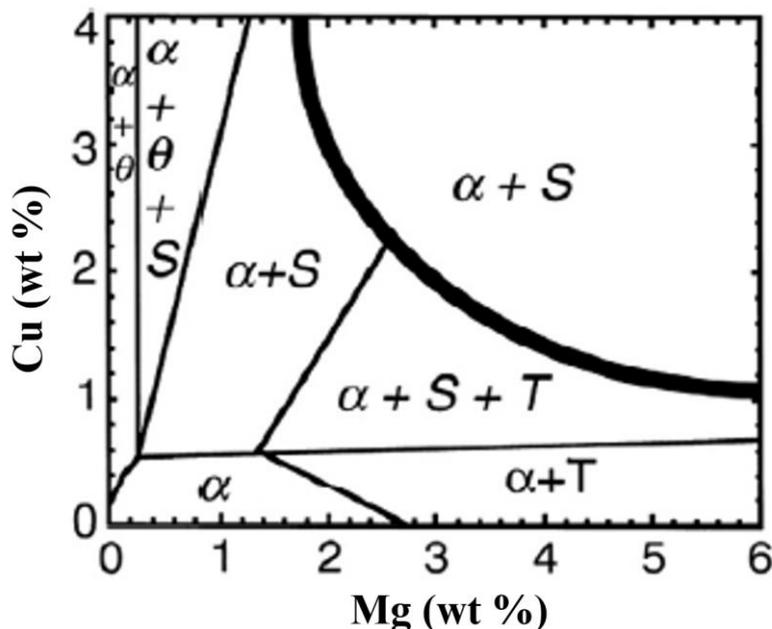
SSS  $\rightarrow$  Zone GPB  $\rightarrow$  S''  $\rightarrow$  S'  $\rightarrow$  S-Al<sub>2</sub>CuMg

Avec S'' et S' sont des phases intermédiaires les moins stables par rapport à celle S-Al<sub>2</sub>CuMg (phase à l'équilibre) [17]. A partir des années 1950, Les précipités dans l'alliage Al-Cu-Mg, sont connus sous le nom de zones Guinier-Preston-Bagaryatsky (zones GPB) [16].

Dans les alliages Al-Cu-Mg, la nature et la proportion de précipités formés dépend fortement du rapport pondéral Cu/Mg [20]. En outre, la présence du manganèse dans les alliages Al-Cu-Mg mène à la formation des particules de seconde phase T-Al<sub>20,67</sub>Cu<sub>2</sub>Mn<sub>3,33</sub> comme il est présenté dans la **Figure I.2**.



**Figure I.1** (a) Diagramme d'équilibre du système d'alliages Al-Cu (b) Zoom de la partie Al-10%Cu du diagramme Al-Cu [21]



**Figure I.2** Partie du diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg, après un vieillissement à 190 °C [20]. Où,  $\alpha$  est la matrice en Al, les secondes phases  $\theta$ , S et T sont  $\theta$ - $Al_2Cu$ , S- $Al_2CuMg$  et T- $Al_{20,67}Cu_2Mn_{3,33}$ , respectivement.

### I.2.5. Durcissement structural

L'alliage d'aluminium 2024 fait partie des alliages à durcissement structural. Après les étapes de mise en forme, les tôles produites subissent des traitements de durcissement structural permettant la précipitation des éléments d'alliage majoritaires (le cuivre et le magnésium), afin d'augmenter les propriétés mécaniques de l'alliage. Cette précipitation est possible grâce à différents traitements thermiques et/ou mécaniques.

Pour qualifier l'histoire thermomécanique de l'alliage, une nomenclature est approuvée. La désignation débute par la lettre « T » suivie d'un chiffre correspondant aux traitements effectués. Le **Tableau I.4** présente les principaux traitements thermomécaniques utilisés pour le durcissement structural des alliages d'aluminium en fonction des traitements effectués et de l'ordre dans lequel ils ont été réalisés.

Le traitement T3 est l'un des traitements thermomécaniques les plus utilisés pour renforcer l'alliage d'aluminium 2024. Il est réalisé en quatre étapes comme le présente le **Tableau I.4** et la **Figure I.3**. Les étapes sont expliquées dans ce qui suit [22] :

**Etape 1 :** Mise en solution totale des atomes de soluté à une température supérieure à la température de solvus (à environ de 500 °C) pendant une durée suffisante pour atteindre l'équilibre thermodynamique.

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

**Etape 2 :** Trempe pour obtenir une solution solide sursaturée. Cette étape permet d'empêcher la décomposition de la solution solide avec formation de précipités d'équilibre grossiers.

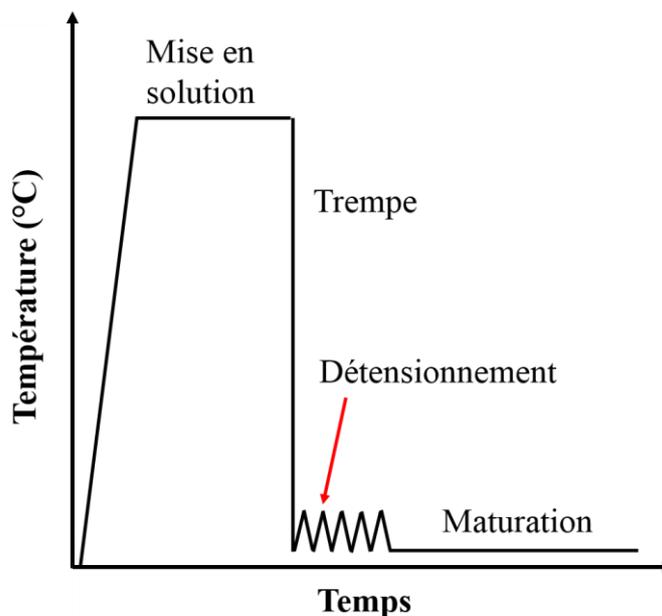
**Etape 3 :** Un écrouissage (un détensionnement) qui est une déformation permanente de 1% à 3%. Cette étape est réalisée avant la maturation à température ambiante. Elle permet la relaxation des contraintes internes accumulées lors de l'étape de trempe à l'eau.

**Etape 4 :** Une maturation naturelle à température ambiante pendant une longue période (de l'ordre de plusieurs jours).

Ces différentes désignations peuvent être suivies par d'autres chiffres dans le but de qualifier plus précisément l'histoire thermomécanique. Par exemple pour le cas du traitement T3, ce détensionnement peut être effectué par traction (T351), par compression (T352) ou encore par un traitement thermique (T353).

**Tableau I.4** Nomenclature et description des principaux traitements thermiques et mécaniques des alliages d'aluminium [22]

Désignation	Série de Traitements thermiques et mécaniques
T3	Mise en solution – Trempe – Ecrouissage – Maturation
T4	Mise en solution – Trempe – Maturation
T6	Mise en solution – Trempe – Revenu
T7	Mise en solution – Trempe – Sur-revenu
T8	Mise en solution – Trempe – Ecrouissage – Revenu
T9	Mise en solution – Trempe – Revenu – Ecrouissage



**Figure I.3** Schéma des différentes étapes du traitement T3

Le traitement du durcissement structural permet la formation de précipités qui se forment soit pendant la trempe à l'eau, soit lors du traitement de maturation. En revanche, la microstructure des AA2024 consiste en d'autres classes de particules. Elles sont distinguées en fonction de leur taille ou de leur moment d'apparition au cours de l'élaboration des alliages [23-24] :

**Particules intermétalliques dites « grossières » :** Ces particules sont d'une forme irrégulière et d'une taille importante entre 1 et 20  $\mu\text{m}$  [24]. Elles apparaissent en réponse aux interactions entre les éléments d'alliages et les impuretés présentes comme le silicium et le fer au cours de la fusion, dans l'état liquide ou lors de la solidification [24]. Les particules intermétalliques ne seront pas affectées par les différents traitements thermiques vu que le fer et le silicium ont une faible solubilité dans l'aluminium [24-25]. Cependant, elles peuvent être fragmentées et produisent un alignement des particules constitutives en bandes dans l'alliage lors des déformations ultérieures tels que le laminage ou l'extrusion [23].

**Dispersoïdes :** Ils sont formés lors des traitements d'homogénéisation. Ils se forment suite aux interactions entre les éléments d'addition avec l'aluminium [23-24]. Ces particules sont de taille variable comprise entre 0.05 et 0.5  $\mu\text{m}$  distribués d'une manière hétérogène [23]. Lorsque le manganèse est présent dans l'alliage, il est possible de former le dispersoïde  $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$  [26]. En raison de leurs températures de fusion élevées, ces particules ne sont généralement pas complètement solubles. Une fois qu'elles sont formées, elles ne peuvent plus être dissoutes. Cependant, leur fraction volumique, leur taille et leur distribution peuvent être modifiées par des traitements thermomécaniques.

Les particules de seconde phase dans les alliages AA2024-T3 influencent les propriétés mécaniques du matériau et jouent un rôle important pendant le processus de mise en forme. La compréhension de la microstructure avant de passer au processus de mise en forme est importante pour prédire les propriétés mécaniques de cette série d'aluminium et pour être capable de les contrôler. Plusieurs recherches ont étudié le comportement des précipités dans les alliages d'aluminium, plus particulièrement la phase d'équilibre S-Al<sub>2</sub>CuMg [27-28]. Styles *et al.* [27] ont révélé l'existence de deux types distincts de la phase d'équilibre S dans l'alliage Al-2.5Cu-1.5Mg. Ils ont investigué l'identification de ces deux phases, en se basant sur les paramètres du réseau, S1 est en forme de latte et S2 est en forme de tige. L'étude a été réalisée dans une gamme de température entre 200 °C et 400 °C pour différentes durées. Leurs résultats ont montré qu'avec l'augmentation du temps de vieillissement, la phase S2 se forme au détriment de S1, qui est métastable par rapport à S2. En revanche, les auteurs [27] n'ont pas mis l'accent sur la différence de l'influence des deux précipités sur les phénomènes physiques à l'échelle microstructurale, par exemple le phénomène d'adoucissement. En outre, Ze-Yi *et al.* [28] ont effectué une déformation rapide par poinçonnage à froid « Punching deformation » sur un alliage Al-Cu-Mg à grains fins formé par pulvérisation, suivie d'un vieillissement, dans le but d'étudier l'évolution de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg. Ils ont trouvé que pendant la déformation rapide par poinçonnage à froid, la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg en forme de plaque longue se transforme en tige courte ou même subit une re-dissolution. De plus, après le traitement de vieillissement, la re-précipitation des phases se produit, en forme de plaque longue et granulaire. Ze-Yi *et al.* [28] l'ont expliqué par la diffusion ascendante des atomes de soluté voisins favorisant ainsi la dissolution partielle de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg, qu'elle est considérée comme étant un site de germination. Ensuite, la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg reprécipitée croît progressivement avec l'augmentation du temps de vieillissement. Néanmoins, l'influence du comportement de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg dans les alliages AA2024 sur la déformation plastique à froid et les traitements d'adoucissement qui induisent la restauration et la recristallisation, est rarement trouvée dans la littérature, ce qui nous a conduit à analyser ces phénomènes dans ce contexte de recherche.

### **I.3 Comportement mécanique des matériaux à froid**

La compréhension du comportement mécanique des alliages métalliques en déformation plastique est essentielle pour contrôler les propriétés mécaniques pendant le processus de mise en forme et en post-déformation ainsi que les traitements thermiques ultérieurs.

La présente thèse cible à étudier l'adoucissement statique après la déformation plastique par essai de traction uniaxiale à froid, dans les tôles d'AA2024-T3. Le comportement mécanique des matériaux à froid est un domaine très vaste. L'attention de cette partie consiste à définir brièvement ; en premier lieu, l'aspect mécanique macroscopique i.e. les critères plastiques isotropes et anisotropes ainsi que l'anisotropie plastique. Et en deuxième lieu, l'aspect physique microscopique i.e. les mécanismes de déformation plastique et l'évolution de la microstructure lors de la déformation.

### **I.3.1. Critère de plasticité**

La déformation est le résultat de l'application d'une contrainte sur un solide constitué d'un matériau comme l'alliage d'aluminium. La déformation est dite élastique ou réversible lorsque la contrainte appliquée est faible et l'interaction entre la contrainte et la déformation est gouvernée par la loi de Hooke [29]. Alors qu'elle est plastique, irréversible dès que la contrainte appliquée dépasse un seuil nommé limite élastique où la relation contrainte-déformation n'est plus linéaire. À ce stade, il y a le phénomène d'écrouissage qui apparaît, et à l'échelle microscopique plusieurs phénomènes irréversibles naissent. Ces phénomènes seront discutés dans les sections ultérieures de la thèse.

A l'échelle macroscopique, il est possible de savoir si le matériau est entré dans le domaine des déformations plastiques. Pour ce faire, il suffit de comparer la limite élastique à la contrainte équivalente appliquée au matériau. Le critère de plasticité, ou le critère d'écoulement est une fonction qui permet à l'aide de simples essais, de définir la contrainte équivalente pour des chargements unidirectionnels ou multidirectionnels. La contrainte équivalente est un scalaire donné par une fonction de charge dépendante du tenseur des contraintes. Le régime est dit élastique si la fonction est négative. Cependant, il est plastique si la fonction est nulle. En représentation graphique, pour un cas de chargement en deux dimensions par exemple, la limite d'écoulement est représentée par la frontière d'une surface. Si la contrainte se trouve à l'intérieur de la surface, la déformation est élastique alors que si elle est à l'extérieur, le critère n'est pas défini.

Au niveau de la littérature, les critères de plasticité sont regroupés en deux types : les critères du comportement unidimensionnel et ceux du comportement tridimensionnel. Ces derniers doivent être sélectionnés et utilisés selon le type du matériau : matériau anisotrope, et matériau isotrope.

### a. Comportement tridimensionnel

Les critères de plasticité du comportement tridimensionnel les plus connus sont les critères de Von Mises, Tresca ou Drucker-Prager pour les matériaux isotropes et le critère de Hill et Tsai pour les matériaux anisotropes. Parmi les critères de plasticité cités, le critère d'isotropie de Von Mises et le critère d'anisotropie de Hill sont détaillés dans ce qui va suivre.

#### i. Critère d'isotropie de Von Mises :

Un matériau est isotrope lorsqu'il a les mêmes propriétés physiques, mécaniques ou chimiques dans toutes les directions. Par conséquent, Il a le même comportement mécanique dans toutes les directions.

Le critère de plasticité isotrope de Von Mises (1913) [30] est le plus connu et le plus utilisé. Car il constitue une excellente approximation et il est beaucoup plus simple pour nous faciliter les calculs. Il est basé sur une hypothèse qui est l'écoulement plastique des matériaux plastiquement incompressibles. Par conséquent, ce critère est généralement considéré pour les métaux vu qu'ils sont plastiquement incompressibles et leur déformation est isochore.

La fonction de charge  $f(\sigma)$  suivante nous permet de définir le critère d'écoulement isotrope de Von Mises :

$$f(\sigma) = \sigma_{eq}^{VM} - \sigma_e \quad (I. 1)$$

Avec  $\sigma_{eq}^{VM}$  est la contrainte équivalente de Von Mises et  $\sigma_e$  est la limite élastique initiale du matériau.

La  $\sigma_{eq}^{VM}$  est calculée comme suit dans l'espace de contrainte à 6 dimensions :

$$\sigma_{eq}^{VM} = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{13}^2)]} \quad (I. 2)$$

Et dans l'espace des contraintes principales, la même equation s'écrit :

$$\sigma_{eq}^{VM} = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2]} \quad (I. 3)$$

#### ii. Critère d'anisotropie de Hill48 :

Le comportement des matériaux est généralement anisotrope, c'est-à-dire que les propriétés changent en variant la direction. Le critère quadratique de Hill (1948) [31] a généralisé le critère

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

de von Mises en prenant en compte l'anisotropie des matériaux. Il est souvent utilisé pour décrire le comportement des matériaux anisotropes. La contrainte équivalente de Hill est calculée comme suit dans l'espace de contrainte à 6 dimensions :

$$\sigma_{eq}^H = \sqrt{H(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + F(\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + G(\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 2N\sigma_{12}^2 + 2L\sigma_{23}^2 + 2M\sigma_{13}^2} \quad (I.4)$$

Les paramètres H, F, G, N, L et M sont les coefficients du critère de Hill.

Si  $F = G = H = 1/2$  et  $N = L = M = 3/2$ , on trouve la contrainte de Von Mises reliée à un matériau incompressible isotrope.

La fonction de charge est :

$$f(\sigma) = \sigma_{eq}^H - \sigma_e \quad (I.5)$$

Avec  $\sigma_{eq}^H$  est la contrainte équivalente de Hill.

### b. Définition et mesure de l'anisotropie plastique

L'anisotropie plastique se manifeste par la variation des propriétés mécaniques du matériau avec la variation de la direction de sollicitation [32]. Elle est caractérisée par le coefficient d'anisotropie  $R$  [32]. Ce dernier est très utile pour étudier la résistance de la tôle d'amincissement et le degré d'emboutissabilité du matériau i.e. l'aptitude à l'emboutissage des tôles minces.

Le coefficient d'anisotropie  $R$  est le rapport entre la déformation en largeur ( $\varepsilon_2$ ) et la déformation en épaisseur ( $\varepsilon_3$ ) d'une éprouvette de tôle dans une direction par rapport à la direction de laminage [32]. Il est défini par la formule suivante :

$$R = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_3} \quad (I.6)$$

En calculant le coefficient de Lankford  $R$ , une hypothèse de la conservation du volume au cours de la déformation plastique ( $V = V_0$ ) est prise en considération.

Les valeurs calculées de  $R$  varient. Donc, la valeur d'anisotropie moyenne peut être définie par deux coefficients  $\bar{R}$  et  $\Delta R$  :

### iii. Coefficient moyen d'anisotropie ou anisotropie normale $\bar{R}$ :

On définit la valeur moyenne du coefficient d'anisotropie en faisant intervenir plusieurs directions, la formule la plus courante est donnée comme suit :

$$\bar{R} = \frac{R_{0^\circ} + 2R_{45^\circ} + R_{90^\circ}}{4} \quad (\text{I. 7})$$

✓ Différences d'anisotropie ou anisotropie plane  $\Delta R$  :

La formule la plus courante pour définir la différence du coefficient d'anisotropie est présentée comme suit :

$$\Delta R = \frac{R_{0^\circ} - 2R_{45^\circ} + R_{90^\circ}}{2} \quad (\text{I. 8})$$

Avec  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  sont les coefficients de Lankford calculés dans les trois directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ .

Des défauts d'emboutissage dis les cornes apparaissent lorsque le coefficient de Lankford  $R$  n'est pas optimisé. Les conditions d'emboutissage sont optimales pour une valeur de  $R$  élevée et une variation  $\Delta R$  faible, voire proche de zéro, c'est-à-dire une valeur de  $R$  toujours élevée, quelques soit la direction de sollicitation dans le plan de la tôle [33]. Cela signifie que la déformation en largeur l'emporte sur la déformation en épaisseur.

Les valeurs expérimentales des coefficients d'anisotropie de Lankford  $R$  permettent de déterminer les coefficients du critère de Hill, comme suit [34] :

$$F = \frac{R_0}{R_{90}(1 + R_0)} \quad (\text{I. 9})$$

$$H = \frac{R_0}{1 + R_0} \quad (\text{I. 10})$$

$$G = \frac{1}{1 + R_0} \quad (\text{I. 11})$$

$$N = \frac{(1 + 2R_{45})(R_0 + R_{90})}{2R_{90}(1 + R_0)} \quad (\text{I. 12})$$

L'anisotropie du comportement mécanique d'un matériau est étroitement liée à une anisotropie microscopique, comme l'hétérogénéité de la microstructure (ségrégation, précipitation, inclusions, taille et forme des grains et leur répartition...etc.), Les défauts internes et leur répartition comme les fissurations, les contraintes internes après une déformation mécanique du matériau et la densité des dislocations et leur répartition, la microtexture (l'orientation cristallographique des grains).

### c. Comportement unidimensionnel

Les déformations plastiques (écrouissage) provoquent une dissipation d'énergie mécanique ce qui modifie la structure interne du matériau en augmentant les défauts cristallins, principalement les dislocations, ce qui conduit à une évolution des propriétés mécaniques. Dans certains cas l'écrouissage est bénéfique pour augmenter les caractéristiques mécaniques du matériau (durcissement par écrouissage). Le coefficient d'écrouissage est l'un des coefficients qui caractérisent le matériau, il est mesuré à partir de la courbe de traction unidimensionnelle, qui permet de prédire le comportement plastique de grandes déformations, allant jusqu'à 100% ainsi que le comportement bidimensionnel. En posant l'hypothèse de la dilatation homothétique de la surface de charge par rapport à l'origine, et selon la réponse du matériau à la déformation appliquée, on distingue plusieurs types d'écrouissage isotrope.

Les lois du comportement unidimensionnel de Hollomon, Swift, Ludwik et Voce, sont résumées ci-dessous :

$$\text{Loi de Hollomon [35] :} \quad \sigma = k \varepsilon^{n_H} \quad (\text{I. 13})$$

$$\text{Loi de Swift (ou de Krupkowsky) [36] :} \quad \sigma = k (\varepsilon_0 + \varepsilon)^{n_S} \quad (\text{I. 14})$$

$$\text{Loi de Ludwik [37] :} \quad \sigma = \sigma_e + k \varepsilon^{n_L} \quad (\text{I. 15})$$

$$\text{Loi de Voce [38-39] :} \quad \sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_e) \exp(-n_V \varepsilon) \quad (\text{I. 16})$$

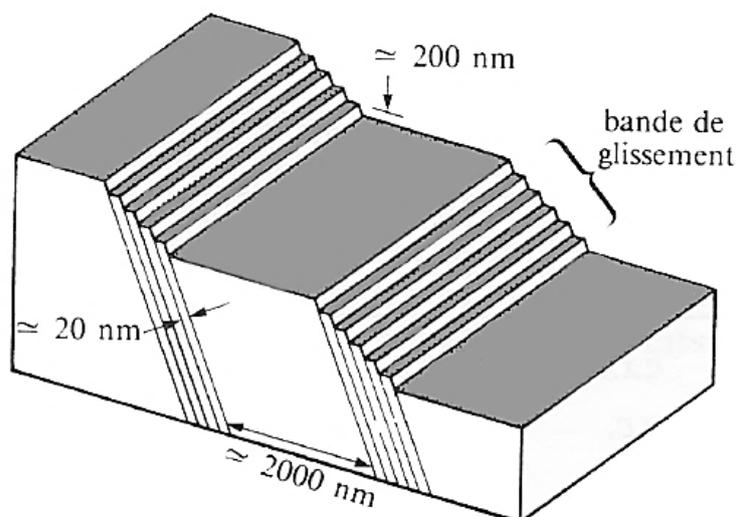
Où ;  $n_H$ ,  $n_S$ ,  $n_L$  et  $n_V$  sont les coefficients d'écrouissage selon les quatre lois d'écrouissage.  $k$  est une constante du matériau.  $\sigma_s$  est la contrainte de saturation et  $\sigma_e$  est la limite élastique.

### I.3.2. Mécanisme de déformation plastique

La déformation plastique entraîne des modifications de la forme, des propriétés physiques et des propriétés mécaniques, qui sont expliquées par des changements de microstructure. La déformation plastique est produite 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 est déterminé par la valeur de l'énergie de faute d'empilement (en anglais Stacking Fault Energy  $\gamma_{SFE}$ ) du matériau [40-41]. Cette dernière est définie comme étant une énergie par unité de surface associée à un défaut plan ou faute d'empilement des atomes dans un cristal

[42]. Ce défaut est créé entre deux partielles, dites dislocation partielle glissile de Shockley, résultantes de la dissociation des dislocations parfaites [42-43].

Dans les matériaux à forte et moyenne énergie de faute d'empilement comme l'aluminium ( $\gamma_{SFE} \sim 170 \text{ mJ m}^{-2}$ ), et la cuivre ( $\gamma_{SFE} \sim 80 \text{ mJ m}^{-2}$ ) [40], le mécanisme majoritaire pendant la déformation plastique est le glissement des dislocations (Cf. **Figure I.4**). Dans les matériaux à structure cubique à faces centrées (C.F.C), comme le cas des alliages d'aluminium, le glissement des dislocations s'effectue sur les plans denses  $\{111\}$ , où, le nombre d'atomes par unité de surface est le plus élevé et dans les directions denses  $\langle 110 \rangle$ , où, la distance interatomique est la plus courte [40]. Cependant, pour les matériaux à faible énergie de faute d'empilement, le maillage mécanique sur des plans  $\{111\}$  juxtaposés est le mécanisme le plus répandu. On cite à titre d'exemple l'argent ( $\gamma_{SFE} \sim 27 \text{ mJ m}^{-2}$ ) [40]. L'énergie de faute d'empilement est fonction du type du matériau. En revanche, les solutés ajoutés dans une solution solide peuvent causer une diminution de  $\gamma_{SFE}$  [43].



**Figure I.4** Schéma de la formation de bandes de glissement [44]

### I.3.3. Énergie stockée

L'énergie stockée est définie comme la quantité d'énergie emmagasinée dans le matériau après sa déformation plastique. Elle provient de l'accumulation des dislocations [41,45]. Généralement, l'énergie emmagasinée est de l'ordre de 10 % de l'énergie totale produite sous forme d'énergie élastique [46] et le surplus étant évacué sous forme de chaleur durant le processus [41]. Cette énergie élastique est stockée sous forme (i) de la déformation élastique autour des lacunes (ii) de la déformation élastique autour des dislocations et (iii) de la

déformation élastique des grains qui correspond aux contraintes résiduelles créées par les différences de déformation des grains [46].

Un alliage métallique écroui est considéré comme un matériau instable. Il retrouve son état stable après un traitement d'adoucissement à une température modérément élevée qui permet de relâcher l'énergie stockée par le phénomène de la restauration et/ou de la recristallisation. Les mécanismes de ce dernier sont influencés par cette énergie stockée, considérée comme étant une force motrice pour activer la mobilité des joints de grains, ce qui induit des transformations microstructurales et / ou texturales lors des traitements ultérieurs [41].

En outre, il est important de noter que l'énergie stockée est influencée par plusieurs paramètres, parmi eux ; la pureté du matériau, la taille des grains, l'orientation des grains ainsi que les conditions de déformation, i.e. le mode, le taux et la température.

### I.3.4. Théorie LEDES

La synthèse faite par D. Kuhlmann-Wilsdorf (1999) [47] résume plus de trente années de recherches et facilite la compréhension de la genèse des microstructures de déformation par la théorie de structure à basse énergie des dislocations LEDES (en anglais Low Energy Dislocation Structure). Cette dernière est basée sur la théorie de la plasticité cristalline et sur la seconde loi de la thermodynamique. D'après la théorie de LEDES, la microstructure résultante de la déformation plastique, possède suffisamment de dislocations où la minimisation de l'énergie stockée se fait principalement par l'interaction entre les dislocations dans le but de former une structure stable avec une réduction des espacements entre les dislocations par la création d'agrégats denses en dislocation, entre eux des volumes quasiment sans dislocation apparaissent [45].

Selon la théorie de LEDES, la structure stable de l'aluminium et ses alliages passe par plusieurs stades [45,47] :

**Stade I :** observation des dipôles (paires de dislocations parallèles avec des vecteurs de Burgers opposés) et des tapis dipolaires qui se transforment graduellement en simples réseaux de Taylor (une organisation homogène de dipôles de dislocations) plus quelques parois d'inclinaison et/ou parois dipolaires.

**Stade II :** observation d'une structure dite tapis avec des arrangements plans des dislocations préférentiellement alignés sur les systèmes de glissement activés. Les tapis sont des joints de flexion dont les axes de rotation sont normaux à la direction de glissement.

**Stade III** : observation d'une structure mosaïque de cellules quasiment équiaxes. Mais, elle ne réduit pas l'énergie stockée. En laminage, la structure est composée de longues parois, approximativement parallèles aux plans de cisssion maximale et est déterminée par la déformation imposée, indépendamment de l'orientation du cristal.

**Stade IV** : observation d'une structure en cellule sous forme de lamelle (en laminage), cette structure réduit les contraintes internes.

Une microstructure complexe est remarquée si une transition entre les stades III et IV se produit. Par exemple, pour un aluminium pur laminé, la microstructure possède un arrangement lamellaire, parallèle à la direction de laminage (DL). De plus, une bande contenant des sous-grains allongés est inclinée d'un angle par rapport à la DL [45].

### I.3.5. Évolution de la microstructure lors de la déformation

En plus de la théorie LEDS, il existe une explication de l'évolution de la microstructure de déformation d'alliages d'une structure C.F.C avec une forte énergie de faute d'empilement  $\gamma_{SFE}$ . En appliquant une déformation à froid, l'un des paramètres qui influent la microstructure est le taux de déformation. Au début, les grains se subdivisent, changent de forme et s'allongent selon la direction de sollicitation. Ensuite, à l'intérieur des grains, une sous-structure de dislocations apparaît [40-41]. En résumant, 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 [40].

Pour des taux de déformation élevés, les parois des cellules s'affinent et forment des sous-joints. Cela engendre une diminution de la taille des cellules et une augmentation progressive de leur désorientation (de  $1^\circ$  à environ  $5^\circ$ ) comme préconisé dans [41]. Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations.

Lors de l'application de fortes déformations, d'autres formes d'hétérogénéités de microstructure sont observées :

- Des microbandes de déformation ;
- Des bandes de transition ;
- Des bandes de cisaillement.

### **Microbandes de déformation :**

Il a été observé que des enchevêtrements des dislocations, sans arrangement particulier, apparaissent rapidement lors de très faibles déformations. Tandis qu'en appliquant de fortes déformations, la formation des microbandes est le résultat de la subdivision des grains. Les microbandes sont constituées par des cellules à l'intérieur des grains, arrangées en blocs ou en bandes (*Cf. Figure I.5*) [40]. En général, les parois sont allongées et quasiment périodiques, riches en dislocations et caractérisées par un espacement, une densité de dislocations, une inclinaison et une désorientation.

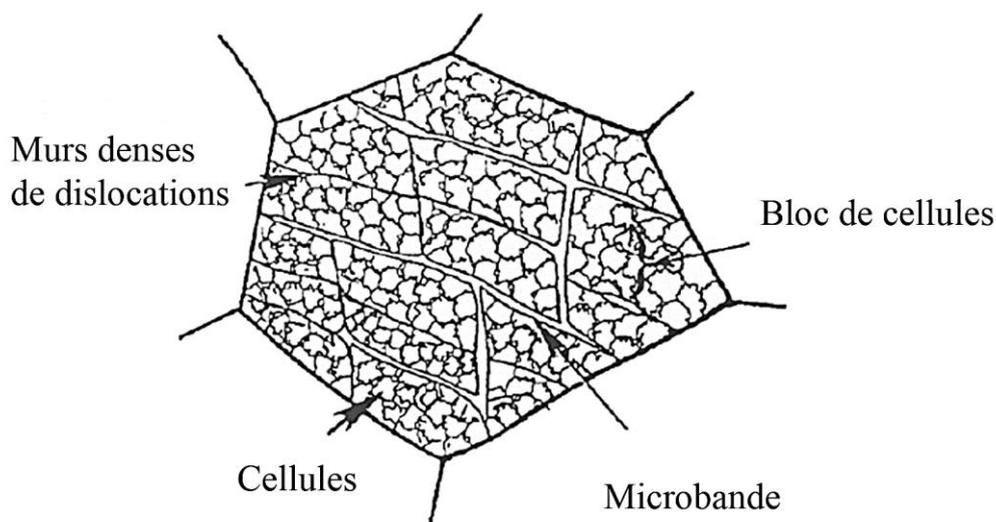
Les microstructures de déformation dans les métaux de structure C.F.C, comme l'aluminium et le cuivre, sont essentiellement composées de dislocations plus ou moins structurées, d'abord en enchevêtrements, puis en cellules et finalement en microbandes [45]. Ces structures ont un effet significatif sur le durcissement, l'anisotropie et les mécanismes d'adoucissement ultérieur [45].

### **Bande de transition :**

Des bandes de transition subdivisent des zones voisines fortement désorientées dans un même grain. Elles sont généralement parallèles à la direction de déformation principale et accommodent des désorientations supérieures à 20° sur des épaisseurs de 1 à 2 µm [40,48].

### **Bandes de cisaillement :**

Les bandes de cisaillement sont de petites régions d'une grande contrainte de cisaillement qui est indépendante de la structure du grain et de la cristallographie [41]. Par conséquent, elles sont composées d'énergies stockées locales importantes. La localisation de la déformation dans ces bandes est plus importante où la température et l'énergie de faute d'empilement sont faibles [40]. Au niveau des métaux déformés par laminage, des bandes de cisaillement apparaissent, typiquement à 30° ou à 40° de la direction de sollicitation, sous forme de longues bandes d'épaisseur de 0.1 à 2 µm et de longueur de 10 à 100 µm [48-49].



**Figure I.5** Microstructure de déformation ; Blocs de cellules, Microbandes et Murs denses de dislocations [49-50]

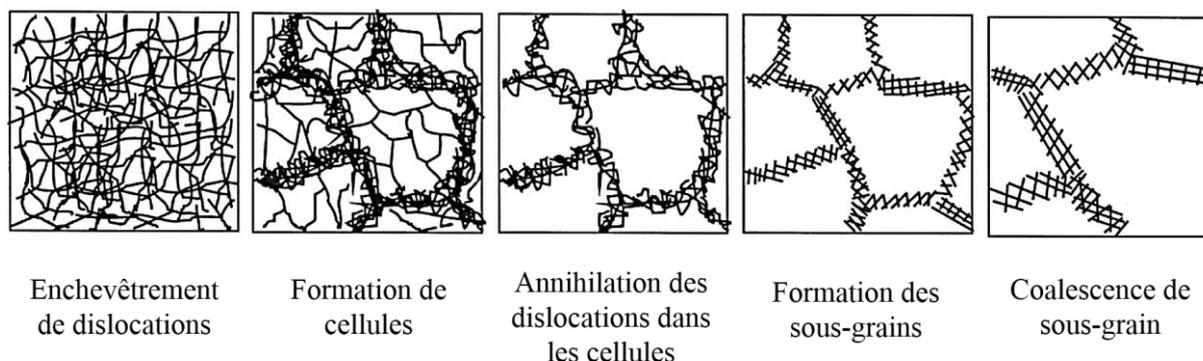
### I.4 Phénomènes d'adoucissement statique

Au cours de la mise en forme, la déformation plastique introduit dans le réseau du métal une surconcentration de défauts. Par conséquent, le métal emmagasine une quantité d'énergie interne (une énergie stockée supérieure à celle du métal non déformé) qui ne cesse d'augmenter avec le niveau et/ou le taux de déformation. Cela conduit à l'augmentation de l'énergie interne et l'instabilité du matériau (matériau hors d'équilibre). Généralement, des recuits d'adoucissement ont tendance à le faire retourner dans un état plus stable par l'activation de phénomènes tels que la restauration et la recristallisation [51]. Il existe deux catégories d'adoucissement ; l'adoucissement dynamique et l'adoucissement statique. Les phénomènes de restauration et de recristallisation sont dynamiques lorsqu'ils se produisent simultanément à la déformation à une température suffisamment élevée. Si les processus de restauration et de recristallisation s'opèrent durant le recuit d'un matériau préalablement déformé, ils sont appelés restauration statique et recristallisation statique. Dans la présente étude, l'accent est mis sur le deuxième type d'adoucissement.

#### I.4.1. Restauration statique

La restauration statique est un processus d'adoucissement activé thermiquement. Il se produit au niveau d'un matériau écroui avec une densité de dislocations élevée, pour la création de nouvelles configurations plus stables à travers l'élimination partielle ou complète des défauts cristallins (*Cf. Figure I.6*). La restauration statique consiste en une libération d'une partie de l'énergie emmagasinée par une annihilation et un réarrangement partiel ou complet des

dislocations dans une structure en cellules [41]. Cette structure minimise l'énergie d'interaction entre les dislocations ce qui la rend plus favorable énergétiquement. La restauration statique est réalisée sans migration des joints à grand angle et sans création de nouveaux grains. Généralement, elle est utilisée pour le rétablissement partiel des propriétés physiques ou mécaniques d'un matériau écroui.



**Figure I.6** Différents stades d'un matériau déformé et restauré statiquement [41]

### a. Mécanismes de restauration

Les mécanismes de restauration s'opèrent à l'échelle des dislocations libres. Ils consistent en une annihilation mutuelle des dislocations de signe opposé, une polygonisation et une coalescence des sous-grains.

#### Annihilation mutuelle des dislocations :

Les dislocations se regroupent et se condensent dans les parois des cellules de telle sorte qu'une minimisation de la densité de dislocations se produit. Ensuite, les dislocations voisines de signes opposés (de vecteur de Burgers opposé) s'annihilent [45]. La **Figure I.7** résume ce mécanisme.

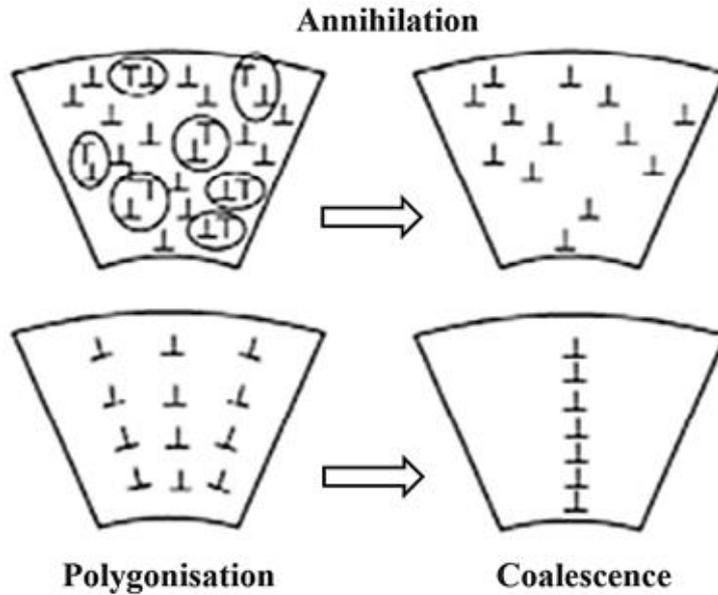
#### Polygonisation :

Une certaine quantité de dislocation reste sans annihilation avec un excès local de dislocation de même signe. Elle sera soit absorbée par les sous-joints de grain, soit réarrangée en réseaux bidimensionnels formant des sous joints, c'est l'étape de polygonisation comme il est montré sur la **Figure I.7** [45-46,48].

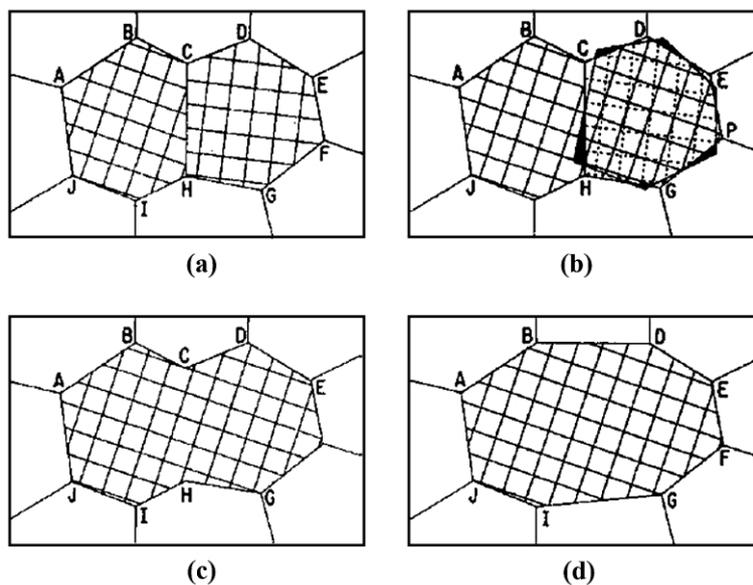
#### Coalescence des sous grains :

Enfin certains de ces sous-grains évoluent par mouvements des sous-joints pour atteindre une structure qui minimise 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 [48]. Cela se réalise par montée coopérative des dislocations et de la rotation du réseau cristallin. La désintégration d'une paroi peut avoir lieu soit par montée coopérative de dislocations coins (cas de petites cellules), ou par la diffusion coopérative de lacunes [46,52] comme montré dans les **Figures I.7 et I.8**.



**Figure I.7** Annihilation par paires de dislocations de vecteur de Burgers opposé, suivie d'une polygonisation éventuelle dans un léger gradient d'orientation [45,52]

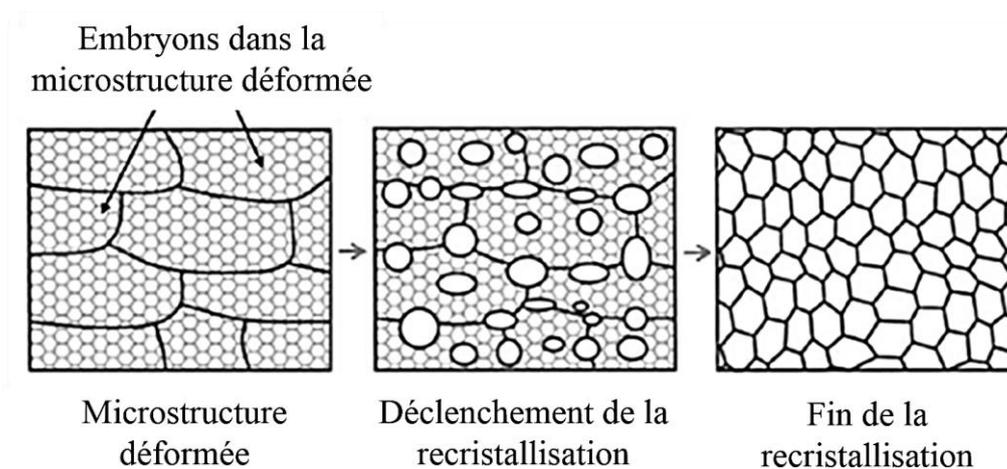


**Figure I.8** Coalescence de deux sous-grains par rotation de l'un d'eux. (a) la structure originale de sous-grains avant la coalescence, (b) le sous-grain subit une rotation, (c) structure du sous-grain juste après la coalescence et (d) la structure finale du sous-grain après une certaine migration sous-joint de grain [52]

## I.4.2. Recristallisation statique

La recristallisation statique s'opère lors du recuit du matériau en post-déformation. Elle est le résultat de la création d'un nouvel ensemble de grains non déformés et équiaxes, possédant une faible densité de dislocations [46,51]. Elle est définie comme le processus impliqué dans la migration de joints de grains à forte désorientation et la croissance de nouveaux grains non déformés dans la structure. Ce processus se produit sous l'influence de la force motrice dérivée de l'énergie stockée de déformation [49,53-54]. Ce qui résulte une nouvelle microstructure (*Cf. Figure I.9*). La force motrice produisant la nouvelle structure des grains est définie par la différence entre l'énergie interne du matériau déformé et celle du matériau non déformé.

La recristallisation est décrite par une température et une vitesse de recristallisation. La température à laquelle la recristallisation s'achève est entre 1/3 et 1/2 de la température de fusion [46]. En outre, la température de recristallisation statique dépend de plusieurs facteurs comme l'ampleur de l'écroutissage antérieure et la pureté de l'alliage.



**Figure I.9** Schématisation du phénomène de recristallisation statique [41]

### a. Germination et croissance des grains

La recristallisation s'effectue en deux principaux stades : la germination et la croissance des grains dans la matrice déformée.

La germination est la formation de petits germes par la création d'un joint de grain de désorientation suffisante ( $> 10$  à  $15^\circ$ ) entre le nouveau et l'ancien grain pour permettre la migration du joint [46]. Les germes ont des formes irrégulières dues à l'anisotropie de leur vitesse de croissance jusqu'à ce qu'ils arrivent au contact les uns avec les autres. La croissance

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

de ces germes a pour but que ces derniers remplacent complètement le matériau parent selon le processus de diffusion à courte distance [41]. Humphreys et Hatherly [41] affirment qu'à l'échelle locale, l'énergie stockée hétérogène affecte la germination de la recristallisation et, à une plus grande échelle, l'hétérogénéité influence la grosseur des nouveaux grains. Fréquemment, les sites de germination sont les zones d'hétérogénéités de déformation [41,46,48], on note que les interfaces des particules de seconde phase (mécanisme PSN, Particle Simulated Nucleation), entre deux sous grains (mécanisme par coalescence des sous-grains), les anciens sous joints de grains (mécanisme par croissance des sous-joints), les anciens joints de grain (mécanisme par migration des joints de grain en anglais, SIBM, Strain Induced Boundary Migration), les bandes de transition et les bandes de cisaillement.

Le mécanisme PSN s'exécute aux interfaces des particules de seconde phase, lors de la déformation, des zones d'une forte densité de dislocations et de désorientations se développent autour des particules de seconde phase de diamètre supérieur à 1  $\mu\text{m}$  afin d'accommoder la différence de comportement plastique [41,48].

La coalescence des sous-grains schématisée sur la **Figure I.10 (a)**, est reliée aux métaux à forte énergie de faute d'empilement, déformés à un grand niveau de déformation. Le sous-grain transforme en un germe de recristallisation par l'augmentation progressive de la désorientation entre les sous-grains et ses voisins [46].

La croissance des sous-joints simplifiée sur la **Figure I.10 (b)** concerne les métaux à faible énergie de faute d'empilement après une forte déformation. La densité des dislocations est élevée de sorte qu'une des parois des cellules possède une forte désorientation provoquant la migration [46].

Aux interfaces des joints de grains déformés déjà existants, de nouveaux germes se forment. Cela s'effectue par un "gonflement" d'une partie du joint sous l'influence de la pression qui résulte de la différence d'énergie stockée de part et d'autre d'un joint de grains, créant ainsi des zones de faible densité de dislocations, un segment du joint migre (le segment étant ancré entre 2 points A et B, comme montré dans la **Figure I.10 (c)**), c'est-à-dire du joint de grain lors de la recristallisation. Ce mécanisme appelé SIBM (migration des joint de grain, en anglais Strain Induced Boundary Migration) est observé dans les métaux faiblement déformés avec un niveau relativement faible ( $\epsilon < 0.4$ ), par exemple ; Cu, Ni, Au, Ag et Al [41,46,48].

La germination se poursuit par une croissance des grains formés, qui se produit par la migration des joints de grains. En général, elle est due à l'hétérogénéité de la distribution de l'énergie

## CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

---

stockée, un groupe de germe croît avec une vitesse plus rapide par rapport aux germes voisins 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 [41,48].

Le stade de germination et la croissance des grains recristallisés dépend du métal écroui jusqu'au contact des nouveaux grains entre eux dans les régions recristallisées « croissance normale », cela est défini par « recristallisation primaire ». Dès que la totalité du métal écroui est consommée, la dimension moyenne des grains augmente. Ensuite, on distingue la croissance anormale des grains, ou « recristallisation secondaire », au cours de laquelle un petit nombre de grains recristallisés peut continuer à croître aux dépens des autres pour atteindre une grande taille par rapport à la taille d'autres grains déjà recristallisés. Cela s'opère par un processus de migration de leurs joints de grains à grands angles de désorientation.

La force motrice de la recristallisation primaire consiste en la consommation de l'énergie stockée. La force motrice de la recristallisation secondaire est due à la diminution de l'énergie libre des joints de grains.

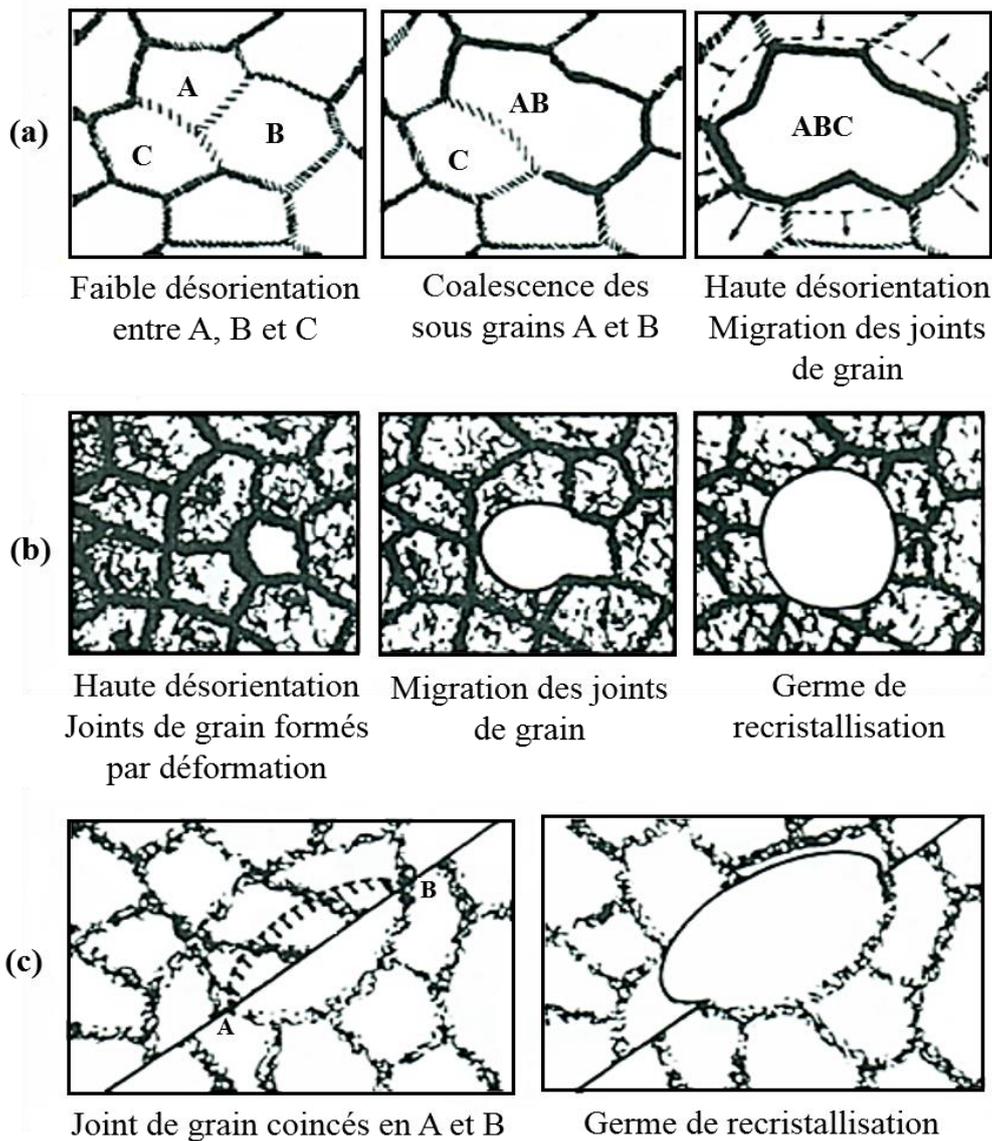


Figure I.10 Mécanismes de germination [46]

En raison de l'énergie élevée des défauts d'empilement de l'aluminium ( $\gamma_{SFE} \sim 170 \text{ mJ m}^{-2}$ ) [40], la restauration statique joue un rôle important dans la réduction progressive de l'énergie stockée. Néanmoins, la restauration statique et la recristallisation statique se produisent simultanément et, bien que les deux processus soient en compétition, ils doivent être considérés comme un phénomène indivisible [55]. La restauration conduit à la diminution de la densité de dislocation et par conséquent, la diminution de l'énergie stockée au sein du matériau ce qui affecte la phase de recristallisation et notamment le processus de germination des grains.

### I.4.3. Modélisation de la cinétique d'adoucissement statique

Afin de faciliter la compréhension et la prédiction de l'évolution de la cinétique de transformation de phase, il est nécessaire d'établir des modèles pour faire le lien entre les paramètres cinétiques et thermodynamiques et les mécanismes de la transformation.

Le modèle semi-empirique le plus couramment utilisé pour décrire la cinétique des réactions de germination homogène et de croissance isotrope (croissance uniforme de sphères) en conditions isothermes, est le modèle classique JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Komolgorov) qui doit son nom aux travaux de ces quatre chercheurs Johnson et Mehl (1939) [56], et Avrami (1939, 1940, 1941) [57-59]. Les travaux ont été proposés initialement par Kolmogorov (1937) [60].

En posant les hypothèses de germination homogène et croissance isotrope, le modèle peut être employé pour décrire la cinétique d'adoucissement statique (recristallisation et restauration statique) [61-64]. Il donne l'évolution sigmoïdale de la fraction recristallisée  $X$  en fonction du temps et à une température constante  $T$ , suivant l'équation (I.17) bien connue dans laquelle  $k$  et  $n$  sont des constantes.

$$X_{JMAK}(t) = 1 - \exp[-(k t)^n] \quad (\text{I. 17})$$

Avec  $k$ , constante de la vitesse exprimée par l'équation d'Arrhenius en fonction de la température par :

$$k = \sqrt[n]{k'} = \sqrt[n]{k_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \quad (\text{I. 18})$$

Avec  $X_{JMAK}$  est la fraction volumique transformée,  $n$  est le coefficient d'Avrami,  $k$  est la constante de vitesse ( $s^{-1}$ ),  $t$  est le temps de recuit (s),  $k_0$  est une constante,  $Q$  est l'énergie d'activation (kJ/mol),  $T$  est la température absolue (K) et  $R$  la constante des gaz parfaits.

Les constantes  $n$  et  $k$  dépendent du comportement de germination et de croissance des grains transformés [65]. L'équation générale de  $n$  sur la base de modèles physiques est  $n = qd + B$ , où,  $q$  vaut 1 pour une croissance contrôlée par l'interface, 1/2 pour une croissance contrôlée par la diffusion,  $d$  est la dimensionnalité de la croissance, et  $B$  vaut 0 et 1 dans des conditions de germination par saturation de site et de germination continue à une vitesse constante, respectivement [66]. Selon la théorie d'Avrami [67], ' $n$ ' est égal à 3, 2 et 1 dans des conditions

de saturation du site pour une croissance à 3, 2 et 1-dimensions, respectivement. De même, dans des conditions de germination continue, 'n' est égal à 4, 3 et 2, respectivement, pour les trois mêmes classes de dimensionnalité. Selon la théorie d'Avrami, le coefficient 'n' indique la morphologie du grain recristallisé avec l'hypothèse d'une vitesse de germination et de croissance constante. Pourtant, la plupart des valeurs expérimentales de 'n' sont comprises entre 1 et 2 [67].

En revanche, Humphreys et al. [67] ont signalé que la théorie d'Avrami ne pouvait pas décrire entièrement des processus complexes tels que la recristallisation. Par conséquent, de nouvelles interprétations de la signification physique de 'n' ont été fournies pour rendre compte du processus d'adoucissement [41,68-72]. Plus précisément, il a été signalé que le coefficient d'Avrami est également influencé par la vitesse d'adoucissement qui est une fonction du temps. Par conséquent, comme la vitesse de croissance (c'est-à-dire la mobilité du joint de grains) diminue avec l'augmentation de la fraction recristallisée, le coefficient d'Avrami à la fin de la transformation devrait être plus faible qu'au stade initial [67]. En outre, il faut noter que la constante de vitesse  $k$  dépend de la vitesse de germination et de croissance, donc de la température [67], et varie en fonction de la déformation inhomogène ou de la microstructure inhomogène [71,73-74].

En développant l'équation de JMAK (I.17), on aura :

$$\ln \left[ \ln \left( \frac{1}{1 - X_{JMAK}} \right) \right] = n \ln(t) + \ln(k) \quad (I.19)$$

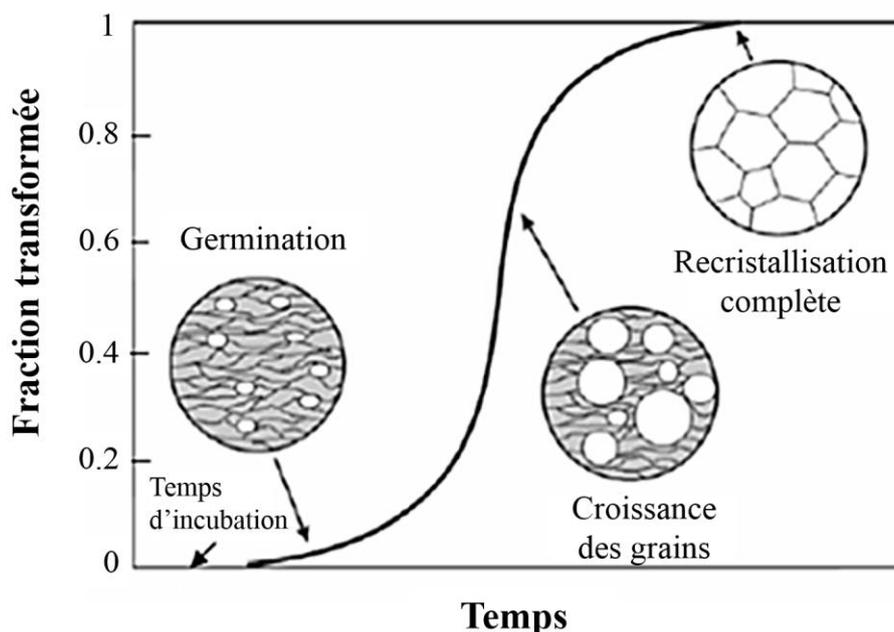
Les mesures expérimentales des cinétiques de recristallisation sont généralement examinées par le modèle d'Avrami (JMAK) en traçant  $\ln [\ln (1/(1 - X_v))]$  en fonction de  $\ln(t)$ , avec  $X_v$  ; la fraction transformée expérimentale. Le graphe résultant est une droite de pente égale à  $n$  et d'ordonnée à l'origine  $\ln(k)$ , selon l'équation (I.19).

D'après la courbe de la cinétique de recristallisation décrite par le modèle de JMAK, représentée par la **Figure I.11**, trois stades sont remarqués :

**Premier stade :** correspond au temps d'incubation. Il diminue généralement avec l'augmentation de la température.

**Deuxième stade :** caractérise la cinétique et les mécanismes qui contrôlent la transformation telle que la germination et la croissance des grains recristallisés.

**Troisième stade :** caractérise un adoucissement secondaire dû au grossissement anormal des grains recristallisés.



**Figure I.11** Courbe de la cinétique de recristallisation typique au cours d'un recuit isotherme [48]

#### I.4.4. Modélisation empirique de la cinétique de croissance des grains

Il a été rapporté que la taille des grains dépend principalement du processus de recristallisation pendant l'adoucissement statique [75-76]. Cette dépendance est généralement décrite par une loi de puissance qui relie le taux de croissance et l'inverse de la taille du grain par un exposant [75-76]. Huda et Zaharinie [75] ont étudié l'influence de l'effet de l'épinglage exercé par les particules de seconde phase sur la cinétique de croissance du grain dans l'AA2024-T3 après un recuit thermique dans la plage de température de 250 °C et 350 °C.

La cinétique de l'évolution de la croissance des grains est prédite en analysant la taille des grains en fonction du temps, selon l'équation classique ci-dessous [75-77] :

$$D - D_0 = Ct^{n_g} \tag{I.20}$$

Avec  $D$  et  $D_0$  sont les tailles de grain instantanée et initiale, respectivement.  $n_g$  est un exposant de croissance de grain et  $C$  est une constante dépendant de la composition du métal et de la température de recuit. La taille de grain initiale  $D_0$  peut-être supposée égale à zéro lors de l'analyse de  $n_g$  lorsque le recuit a été réalisé pendant une longue période sur un alliage déformé

[76,78-79]. Donc, l'équation classique de croissance du grain peut être simplifiée comme suit [76,78] :

$$D = G t^{n_g} \quad (I.21)$$

L'équation (I.20) peut être exprimée comme elle est décrite dans l'équation (I.22) [75], et l'équation (I.21) peut être modifiée comme elle est exprimée dans l'équation (I.23).

$$\ln D = \ln C + n_g \ln t \quad (I.22)$$

$$\frac{1}{D^{n_g}} = Gt \quad (I.23)$$

Le paramètre  $n_g$  peut-être noté ;  $m$  ( $m = 1/n_g$ ) qui détermine le mécanisme et  $G$  détermine la vitesse de croissance, il dépend de la température et de l'énergie de la frontière de grain, qui est exprimée comme ci-dessous [75-76] :

$$G = G_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (I.24)$$

Avec  $G_0$  est une constante,  $Q_g$  est l'énergie d'activation,  $R$  est la constante des gaz et  $T$  est la température absolue.

### I.4.5. Facteurs influant l'adoucissement statique

La description de l'adoucissement statique induit par restauration et recristallisation statique dans les alliages d'aluminium par l'équation de JMAK a été étudiée par de nombreux chercheurs [61-64]. Plus précisément, Farzadi *et al.* [63] ont étudié la cinétique de restauration et recristallisation isotherme d'un alliage d'aluminium A1050 dans la plage de température de 285 °C à 400 °C et ils l'ont corrélée avec l'évolution de la dureté. Leurs résultats ont montré que la cinétique de restauration et de recristallisation statique pouvait être décrite et quantifiée par l'équation JMAK. Les constantes du modèle et les énergies d'activation ont été calculées dans différentes conditions et il a été constaté que les énergies d'activation de la restauration et de la recristallisation augmentaient au fur et à mesure que l'adoucissement statique avait lieu [63].

L'adoucissement statique des alliages métalliques peut être influencé par plusieurs paramètres parmi eux ; le niveau, la vitesse et le mode de déformation, la température et la durée de recuit ainsi que les caractéristiques du matériau (l'élément en solution solide et précipité, l'énergie stockée, l'orientation des grains développée pendant la déformation, et l'énergie de défauts d'empilement).

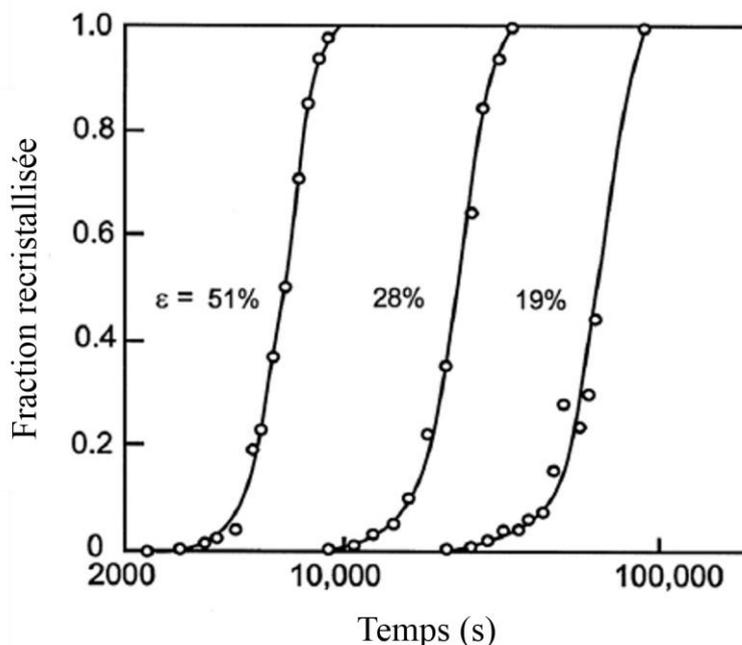
Ces paramètres peuvent engendrer d'autres phénomènes physiques qui se déroulent en parallèle avec l'adoucissement des métaux. Cela constitue un sujet peu exploré en raison de la complexité de l'approche théorique qui combine les aspects et les paramètres de ces facteurs et celle du retour à l'équilibre d'un métal écroui.

### a. Mode, niveau et vitesse de déformation :

Le niveau, et dans certains cas le mode de déformation, affectent la cinétique d'adoucissement. L'augmentation du niveau de déformation plastique augmente l'énergie stockée dans le matériau écroui, par conséquent, la taille des germes recristallisés diminue et leur nombre augmente. En outre, Selon Humphreys et Hatherly [41], les sites de germination peuvent dépendre du niveau de déformation. Au-dessous d'une quantité de déformation minimale de 1~3%, la recristallisation n'aura pas lieu [41].

D'après Humphreys *et al.* [67] l'effet du mode de déformation sur la recristallisation est complexe. Ils ont donné l'exemple du fer et du cuivre étudiés par (Michalak et Hibbard, 1957) (Michalak et Hibbard, 1961), respectivement. En plus, ils ont constaté que le laminage droit induit une recristallisation plus rapide que le laminage croisé pour une même réduction d'épaisseur. Humphreys *et al.* [67] ont renforcé leur étude par le travail effectué par Barto et Ebert (1971), qui ont déformé du molybdène à une déformation réelle de 0.3 par traction, par tréfilage, par laminage et par compression et ont remarqué que le taux de recristallisation ultérieur était le plus élevé pour le matériau déformé par traction par rapport aux autres échantillons.

La **Figure I.12** présente l'effet du niveau de la pré-déformation par traction sur la cinétique de recristallisation statique d'aluminium après un recuit à 300 °C. Il est clair qu'en augmentant le niveau de la pré-déformation, la vitesse d'adoucissement statique augmente.



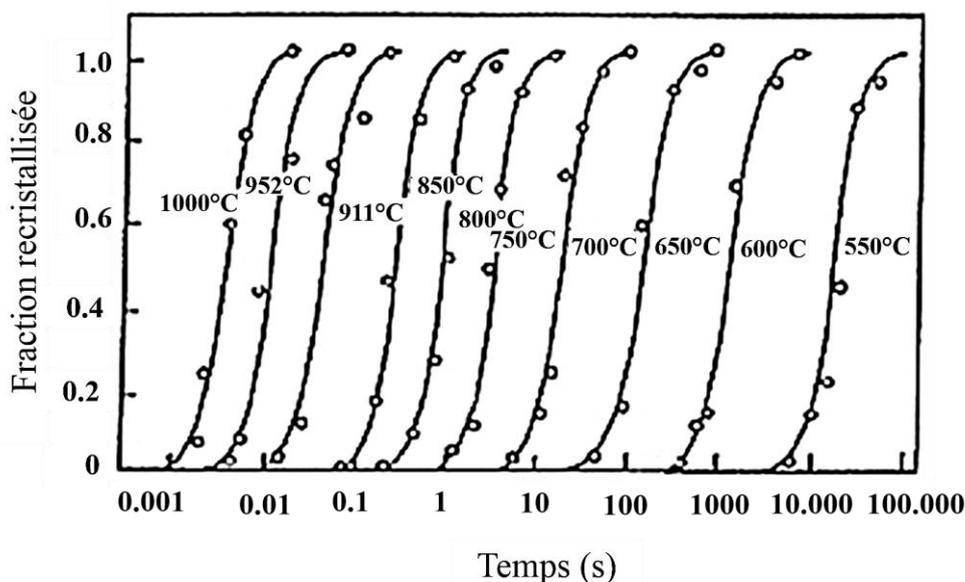
**Figure I.12** Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation statique de l'aluminium recuit à 300 °C (Anderson and Mehl, 1945) [67]

### b. Température et durée de recuit :

La taille des grains recristallisés augmente en augmentant le temps du maintien jusqu'à une taille limite. De même, la vitesse de chauffage élevée, augmente le taux de recristallisation et réduit la taille des nouveaux grains. Plusieurs recherches ont été menées pour mettre en valeur l'effet de la température et de la durée de recuit sur la cinétique d'adoucissement (*Cf. Figure I.13*). Tire *et al.* [80] ont mentionné l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction de la durée du recuit d'adoucissement statique de l'AA2024 laminé à froid à différents niveaux de pré-déformation. Ils ont constaté que pour les différents niveaux de pré-déformation étudiés, la taille moyenne des grains recristallisés augmente avec l'augmentation de la durée du maintien. Salehi *et al.* [55] ont étudié l'effet de la température après le laminage à froid de l'AA5052 et ont conclu qu'à basse température, en dessous de 300 °C, la restauration est le principal processus d'adoucissement, alors qu'à des températures supérieures à 300 °C, les mécanismes de restauration et de recristallisation sont en compétition pendant le processus d'adoucissement. Dans ces conditions, le processus d'annihilation des dislocations, dû à la restauration, interagit avec la germination et la croissance de nouveaux grains et la progression de l'un réduit la vitesse de l'autre [55]. Attallah *et al.* [81] ont étudié l'effet de la vitesse de chauffage sur l'initiation de la recristallisation primaire dans un alliage Al-Mg déformé, contenant des particules de phase secondaire, en utilisant un simulateur thermomécanique de Gleeble. Les auteurs ont conclu qu'à l'existence de deux gammes de taux de chauffage, séparées par un taux de chauffage critique,

la température de début de recristallisation augmente avec l'augmentation de la vitesse de chauffage et elle diminue dans la gamme de taux de chauffage inférieure, en raison de la suppression de la restauration au-delà du taux de chauffage critique [81]. On cite également les travaux de Bo *et al.* [82], Huang *et al.* [61] et Jiang *et al.* [62]. Bo *et al.* [82] ont étudié le comportement d'adoucissement statique dans l'alliage Al-Cu-Mg-Zr après des essais de compression à chaud en deux étapes et ils ont confirmé que la fraction d'adoucissement statique augmentait avec la température de déformation, le taux de déformation et le temps de maintien. Une méthodologie similaire a été utilisée par Huang *et al.* [61] et Jiang *et al.* [62] en investiguant les alliages AA5740 et AA7150, respectivement. Ces deux études ont également conclu que la fraction d'adoucissement statique augmentait avec la température de déformation.

En outre, l'augmentation de la température provoque la diminution de la durée d'incubation représentée schématiquement dans la **Figure I.13** [41].



**Figure I.13** Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe-3.5%Si déformé à 60% [41]

### c. Solutés et précipités :

Les solutés et les faibles modifications de la pureté du matériau affectent la restauration qui contribue à la germination. Par conséquent, la force motrice de la recristallisation est modifiée. Généralement, les solutés ralentissent la vitesse de grossissement des grains pendant le processus de recristallisation. Cela se fait par la diminution de la mobilité des joints de grains [83-84]. Ce mécanisme est connu sous le nom de phénomène de trainage de soluté « solute drag effect ». Beaucoup de travaux ont été réalisés pour comprendre ce phénomène. On cite, Tang

*et al.* [64] qui ont étudié l'influence de la teneur en Zn sur l'adoucissement statique dans l'alliage Al-Zn-Mg-Cu. Ils ont rapporté que l'énergie d'activation augmentait avec la teneur en Zn.

La précipitation se produit en accompagnant l'adoucissement statique dans les alliages métalliques tel que les alliages aluminium-cuivre [85]. Elle influence les cinétiques de restauration et recristallisation. À l'interaction entre un joint de grain et un précipité, la zone du joint en contact avec le précipité est supprimée avec une réduction d'énergie  $\gamma$ . Afin de poursuivre la migration de ce joint de grain, il est indispensable de recréer la zone du joint annulée, par une augmentation de l'énergie du système. Donc, les particules exercent une force de Zener  $F_z$  opposée à la force motrice. Cette force est proportionnelle à la fraction volumique de précipités  $V_f$  et inversement proportionnelle à la taille  $R$  de ceux-ci [41,67,86]. La relation de Zener exprimée dans l'Equation (I.25) [86] résume ce phénomène connu par l'effet de l'épinglage « Zener pinning » qui est associé à la diminution de la vitesse de migration des joints de grains due à la présence de précipités de petite taille et l'inverse (accélération de la cinétique de recristallisation) dans le cas de la présence de gros précipité.

$$F_z = \frac{3\gamma V_f}{2R} \quad (\text{I. 25})$$

#### **d. Orientation des grains développée pendant la déformation :**

L'adoucissement statique (restauration et/ou recristallisation statique) est influencé par l'orientation cristallographique des grains [41]. La principale composante de texture de recristallisation dans les métaux C.F.C et leurs alliages comme l'aluminium ou le cuivre, est largement dominée par la composante Cube  $\{100\}\langle 001\rangle$  [45]. Humphreys et Hatherly [41] dans leur travail de revue présentent la théorie de la germination orientée qui postule l'existence de grains Cube dans l'état déformé qui pourraient, par un mécanisme de restauration très rapide, croître dans les matrices voisines de plus haute énergie stockée. En outre, l'évolution de la composante Cube pendant la recristallisation des grains est générée par la germination orientée (ON) et/ou la croissance orientée (OG) [87-89]. Alors que l'ON est liée à la haute densité de germination Cube orientée, l'OG est caractérisée par la croissance rapide de la composante Cube par rapport aux autres composantes de recristallisation.

Samajdar *et al.* [90] ont déclaré que l'origine de la texture Cube de recristallisation est la présence de grains Cube dans la matrice déformée. Ainsi que Ridha et Hutchinson [91] ont émis une hypothèse selon laquelle les grains d'orientation Cube dans l'état déformé sont favorisés à restaurer plus rapidement en comparaison aux autres orientations. Ce qui leur facilite de devenir

des germes potentiels de grains recristallisés. Néanmoins, jusqu'à nos jours, l'origine de la texture Cube de recristallisation n'est pas bien comprise [45].

**e. Empiètement :**

L'occurrence de l'empiètement pendant le processus d'adoucissement se manifeste par la consommation de certains grains à croissance plus lente au dépend d'autres grains recristallisés dominants [41,92]. L'empiètement entraîne le blocage des grains en croissance et réduit ainsi l'intervalle de temps pendant lequel les grains peuvent croître [41]. Au cours de la transformation d'adoucissement statique, un impact doux ou dur peut se produire. L'empiètement doux considère un changement de composition (ou une redistribution de soluté) et l'empiètement dur traite d'un facteur géométrique de la taille du grain [93]. SHAH *et al.* [92] ont observé la présence du phénomène d'empiètement dans la cinétique de recristallisation de la ferrite. En outre, La présence de certains phénomènes physiques pendant les processus d'adoucissement, tel que l'empiètement, constitue des sources de déviation de la fraction transformée expérimentale par rapport à la courbe JMAK conventionnelle. Par conséquent, il est nécessaire de le considérer/inclure dans le modèle de JMAK, pour une prédiction précise de l'évolution de la microstructure. Lee et Kim [94] ont modifié le modèle de JMAK tel qu'il est présenté dans l'équation (I.27), pour prendre en compte le phénomène d'empiètement en ajoutant l'exposant d'empiètement  $c$  de la fraction non transformée  $(1 - X)$ .

$$\frac{dX}{dt} = n k^n t^{(n-1)} (1 - X)^{(1+c)} \quad (I. 26)$$

Où,  $c$  est le paramètre d'empiètement. L'intégration de l'équation ci-dessus donne :

$$X_{JMAK\ mod}(t) = 1 - \left[ \frac{1}{1 + c (k t)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad (I. 27)$$

Avec  $c \neq 0$

Une transformation linéaire de cette équation est donnée comme suit [95] :

$$(kt)^n = \frac{(1 - X_{JMAK\ mod})^{-c} - 1}{c} \quad (I. 28)$$

$$n \ln k + n \ln t = \ln \left[ \frac{(1 - X_{JMAK\ mod})^{-c} - 1}{c} \right] \quad (I. 29)$$

Les paramètres cinétiques  $n$ ,  $k$  et  $c$  peuvent être déterminés à partir de l'équation (I.29). La courbe de la fonction  $\ln[(1 - X_v)^{-c} - 1]/c$  en fonction de  $\ln(t)$ , avec  $X_v$  la fraction expérimentale, présente une forme linéaire de pente  $n$ .

### I.5 Conclusions

Les tôles d'alliage AA2024 utilisées dans la construction des structures aéronautiques, passent par plusieurs étapes de mise en forme (laminage à chaud, laminage à froid et les recuits d'adoucissement intermédiaires). Ce qui résulte en une microstructure et microtexture optimisées finales qui peuvent être obtenues à la suite de ; niveau et mode de déformation ainsi que les paramètres de traitement d'adoucissement (température et temps de recuit). Le contrôle des microstructures d'adoucissement passe tout d'abord par la compréhension de ses mécanismes et l'impact des paramètres opératoires. Les microstructures de déformation ainsi que les mécanismes et cinétiques d'adoucissement statiques ont fait l'objet de plusieurs travaux. Certains chercheurs ont étudié les microstructures de déformation et les ont modélisées par des modèles d'écrouissage isotropes et anisotropes. La déformation génère une énergie stockée dans l'alliage qui est définie comme une force motrice des phénomènes d'adoucissement. En outre, les hétérogénéités de déformation sont les points critiques de déclenchement d'adoucissement statique dans un alliage. De plus, on trouve dans la littérature certains auteurs citent plusieurs facteurs physiques (comme la précipitation et la concentration des solutés) influant la cinétique d'adoucissement par restauration et/ou recristallisation dans les alliages d'aluminium. D'autres auteurs ont modélisé le phénomène d'adoucissement dans plusieurs alliages parmi eux les alliages d'aluminium. Cependant, l'influence des précipités (spécialement la phase  $Al_2CuMg$ ) sur la cinétique d'adoucissement statique ainsi que leur évolution n'a pas été bien maîtrisée antérieurement. Ainsi que, dans peu à presque aucune des études présentées ci-dessus, l'influence de l'anisotropie plastique sur l'évolution de la microstructure pendant le recuit n'a été prise en compte dans l'analyse des résultats. Nous essayerons donc, dans ce travail, d'investiguer le comportement mécanique à froid de l'alliage d'aluminium A2024-T3. Et d'apporter une contribution pour mieux comprendre les mécanismes d'adoucissement statiques dans les AA2024-T3 et de les modéliser afin d'étudier l'effet de la pré-déformation par essai de traction uniaxial à froid, de la température et de la durée de recuit d'adoucissement ainsi que la présence préalable de l'anisotropie plastique dans la tôle de l'AA2024-T3.

### I.6 Références du Chapitre I

- [1] Li JF, Ziqiao Z, Na J, Chengyu T; Localized corrosion mechanism of 2xxx-series Al alloy containing S(Al<sub>2</sub>CuMg) and  $\theta'$ (Al<sub>2</sub>Cu) precipitates in 4.0% NaCl solution at pH 6.1; Mater Chem Phys; 2005;91:325–9. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2004.11.034>.
- [2] Xu X, Zhao Y, Ma B, Zhang M; Rapid precipitation of T-phase in the 2024 aluminum alloy via cyclic electropulsing treatment; J Alloys Compd; 2014;610:506–10. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.05.063>.
- [3] Mathers G; The welding of aluminium and its alloys; Elsevier; 2002.
- [4] Williams TI; Aluminium: latecomer to the metal industry; Endeavour; 1993;17:89–93. [https://doi.org/10.1016/0160-9327\(93\)90202-E](https://doi.org/10.1016/0160-9327(93)90202-E).
- [5] Azarniya A, Taheri AK, Taheri KK; Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective; J Alloys Compd; 2019;781:945–83. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.286>.
- [6] Alloys WA; International alloy designations and chemical composition limits for wrought aluminum and wrought aluminum alloys; Alum Assoc Arlington, Virginia; 2018;ISSN: 2377:34.
- [7] Kaçar HU, Atik E, Meriç C; The effect of precipitation-hardening conditions on wear behaviours at 2024 aluminium wrought alloy; J Mater Process Technol; 2003;142:762–6. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00642-3](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00642-3).
- [8] Zeren M; Effect of copper and silicon content on mechanical properties in Al-Cu-Si-Mg alloys; J Mater Process Technol; 2005;169:292–8. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2005.03.009>.
- [9] Shehadeh LM, Jalham IS; The effect of adding different percentages of manganese (Mn) and copper (Cu) on the mechanical behavior of aluminum; Jordan J Mech Ind Eng; 2016;10:19–26.
- [10] Reboul MC, Baroux B; Metallurgical aspects of corrosion resistance of aluminium alloys; Mater Corros; 2011;62:215–33. <https://doi.org/10.1002/maco.201005650>.
- [11] Mohamed A; Effect of additives on the microstructure and mechanical properties of aluminium-silicon alloys; Univ. DU QUÉBEC À CHICOUTIMI; 2008.
- [12] Jahazi M; Matériaux à haute résistance mécaniques et leurs procédés de fabrication : Matériaux à haute résistance mécaniques dans un avion; Cours SYS813, École Technol. supérieure; 2021.
- [13] Mohamed A Ben, Znaidi A, Baganna M, Nasri R; The Study of the Hardening Precipitates and the Kinetic Precipitation. Its Influence on the Mechanical Behavior of 2024 and 7075 Aluminum Alloys Used in Aeronautics; Conf Multiphysics Model Simul Syst Des Springer ,Cham; 2015;2:219–28. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-14532-7>.
- [14] Lipski A, Mroziński S; The effects of temperature on the strength properties of aluminium alloy 2024-T3; Acta Mech Autom; 2012;6:62–6.
- [15] Alexopoulos ND, Papanikos P; Experimental and theoretical studies of corrosion-induced mechanical properties degradation of aircraft 2024 aluminum alloy; Mater Sci Eng A; 2008;498:248–57. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.08.024>.
- [16] Wang SC, Starink MJ; Two types of S phase precipitates in Al-Cu-Mg alloys; Acta Mater; 2007;55:933–41. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.015>.
- [17] Zhang J, Huang YN, Mao C, Peng P; Structural, elastic and electronic properties of  $\theta$  (Al<sub>2</sub>Cu) and S (Al<sub>2</sub>CuMg) strengthening precipitates in Al-Cu-Mg series alloys: First-principles calculations;

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

- Solid State Commun; 2012;152:2100–4. <https://doi.org/10.1016/j.ssc.2012.09.003>.
- [18] Guinier A; Structure of age-hardened aluminium-copper alloys; Nature; 1938;142:569–70. <https://doi.org/10.1038/142569b0>.
- [19] Preston G; The diffraction of X-rays by an age-hardening alloy of aluminium and copper; The structure of an intermediate phase; Philos Mag Ser 1 1938;26:855–71.
- [20] Macchi C, Tolley A, Giovachini R, Polmear IJ, Somoza A; Influence of a microalloying addition of Ag on the precipitation kinetics of an Al-Cu-Mg alloy with high Mg:Cu ratio; Acta Mater; 2015;98:275–87. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.032>.
- [21] Murray JL; The aluminium-copper system; Int Met Rev; 1985;30:211–33.
- [22] Raymond L, Desgagnés R; Guide d'auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique; 2015:169.
- [23] Birbilis N, Buchheit RG; Electrochemical Characteristics of Intermetallic Phases in Aluminum Alloys; J Electrochem Soc; 2005;152:B140–51. <https://doi.org/10.1149/1.1869984>.
- [24] Tardelli J; Etude du comportement électrochimique des phases intermétalliques des alliages d'aluminium 2214-T6 et 7050-T74: Approche multi-échelle de matériaux polyphasés; Chimie de la Matière et des Matériaux, Université de Lorraine; 2012.
- [25] Kamguo Kamga H, Larouche D, Bournane M, Rahem A; Solidification of aluminum-copper B206 alloys with iron and silicon additions; Metall Mater Trans A; 2010;41:2844–55. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0293-4>.
- [26] Chen Y, Tang Y, Zhang H, Hu N, Gao N, Starink MJ; Microstructures and Hardness Prediction of an Ultrafine-Grained Al-2024 Alloy; Metals (Basel); 2019;9:1182.
- [27] Styles MJ, Hutchinson CR, Chen Y, Deschamps A, Bastow TJ; The coexistence of two S (Al<sub>2</sub>CuMg) phases in Al-Cu-Mg alloys; Acta Mater; 2012;60:6940–51. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.08.044>.
- [28] Hu Z yi, Fan C he, Shen T, Ou L, Dai N S, Wang L; Effect of aging treatment on evolution of S' phase in rapid cold punched Al–Cu–Mg alloy; Trans Nonferrous Met Soc China (English Ed); 2021;31:1930–8. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(21\)65627-3](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65627-3).
- [29] Barralis J, Maeder G; Précie de métallurgie - élaboration, structures-propriétés et normalisation; 2005.
- [30] Von Mises R; Mechanik der festen Körper im plastisch deformablen Zustand. Nachrichten von Der Gesellshacft Der Wissenschaften Zu Göttingen; Math Klasse; 1913;1:582–92.
- [31] Hill R; A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals; Proc R Soc London Ser A Math Phys Sci; 1948;193:281–97. <https://doi.org/10.1098/rspa.1948.0045>.
- [32] Lankford WT, Snyder SC, Bauscher JA; New criteria for predicting the press performance of deepdrwaing sheets; Trans Am Soc Met; 1950;42:1197–1232.
- [33] Mehdi B; Contribution à l'étude de la texture, l'anisotropie et le comportement mécanique des soudures de l'alliage de Titane Ti-6Al-4V; Faculté de physique, USTHB-Alger; 2016.
- [34] Kawka M, Mpakinouchi A; Plastic anisotropy in FEM analysis using degenerated solid element; J Mater Process Technol; 1996;60:239–42. [https://doi.org/10.1016/0924-0136\(96\)02336-9](https://doi.org/10.1016/0924-0136(96)02336-9).
- [35] Hollomon J; Tensile Deformation; Trans AIME; 1945:268–90.

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

- [36] Swift HW; Plastic instability under plane stress; *J Mech Phys Solids*; 1952;1:1–18.
- [37] Ludwik P; *Elemente der technologischen Mechanik*; Springer; 1909:32.
- [38] Voce E; The relationship between stress and strain for homogeneous deformations; *J Inst Met*; 1948;74:537 – 562.
- [39] Voce E; A practical strain hardening function; *Metallurgia*; 1955;51:219–26.
- [40] Jakani S; Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé; *Chimie des matériaux, Université paris sud – ORSAY*; 2004.
- [41] Humphreys FJ, Hatherly M; *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*; Elsevier, Oxford, Second Ed; 2004:448.
- [42] Dumay A; Amélioration des propriétés physiques et mécaniques d’aciers TWIP FeMnXC : influence de la solution solide , durcissement par précipitation et effet composite; *Lab. Phys. des Matériaux - Ec. des mines Nancy*; 2008.
- [43] Smallman RE, Green D; The dependence of rolling texture on stacking fault energy; *Acta Metall*; 1964;12:145–54. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(64\)90182-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(64)90182-8).
- [44] Thiriet T; Traitement mécaniques et thermochimiques couplés sur acier inoxydable et alliage base nickel austénitiques; *Univ. nancy - l’institut Natl. Polytech. lorraine*; 2010.
- [45] Albou A; Influence de l’orientation cristalline sur les microstructure de déformation et l’adoucissement d’alliages Al-Mn; *École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne*; 2010.
- [46] Driver J; Genèse et contrôle des microstructures; *Cours modélisation, C*; 2009, p. 1–28.
- [47] Kuhlmann-Wilsdorf D; The theory of dislocation-based crystal plasticity; *Philos Mag A*; 1999;79:955–1008. <https://doi.org/10.1080/01418619908210342>.
- [48] Benchabane G; Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers; *Physique des Matériaux, Université mohamed khider-Biskra*; 2009.
- [49] Doherty RD, Hughes DA, Humphreys FJ, Jonas JJ, Juul Jensen D, Kassner ME, Rollet AD; Current issues in recrystallization: A review; *Mater Sci Eng A*; 1997;238:219–74. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00424-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00424-3).
- [50] Bay B, Hansen N, Hughes DA, Kuhlmann-Wilsdorf D; Evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip; *Acta Metall Mater*; 1992;40:205–19. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90296-Q](https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90296-Q).
- [51] Qian X, Parson N, Chen XG; Effects of Mn content on recrystallization resistance of AA6082 aluminum alloys during post-deformation annealing; *J Mater Sci Technol*; 2020;52:189–97. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.015>.
- [52] Li JCM; Possibility of subgrain rotation during recrystallization; *J Appl Phys*; 1962;33:2958–65. <https://doi.org/10.1063/1.1728543>.
- [53] Hallberg H; Approaches to modeling of recrystallization; *Metals (Basel)*; 2011;1:16–48. <https://doi.org/10.3390/met1010016>.
- [54] Huang Y, Humphreys FJ; Measurements of grain boundary mobility during recrystallization of a single-phase aluminium alloy; *Acta Mater*; 1999;47:2259–68. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00062-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00062-2).

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

- [55] Salehi MS, Serajzadeh S; Simulation of static softening behavior of an aluminum alloy after cold strip rolling; *Comput Mater Sci*; 2013;69:53–61. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.11.028>.
- [56] Johnson willian A, Mehl RF; Reaction kinetics in processes of nucleation and growth; *Am Inst Min Met Petro Eng*; 1939;135:416–58.
- [57] Avrami M; Kinetics of phase change. I: General theory; *J Chem Phys*; 1939;7:1103–12. <https://doi.org/10.1063/1.1750380>.
- [58] Avrami M; Kinetics of phase change. II Transformation-time relations for random distribution of nuclei; *J Chem Phys*; 1940;8:212–24. <https://doi.org/10.1063/1.1750631>.
- [59] Avrami M; Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III; *J Chem Phys*; 1941;9:177–84. <https://doi.org/10.1063/1.1750872>.
- [60] Kolmogorov AN; On the statistical theory of metal crystallization; *Izv Akad Nauk SSSR Ser Matemat*; 1937;1:355–9.
- [61] Huang C, Jia X, Zhang Z; Modeling and simulation of the static recrystallization of 5754 aluminium alloy by cellular automaton; *Metals (Basel)*; 2018;8:585. <https://doi.org/10.3390/met8080585>.
- [62] Jiang F, Zhang H, Li L, Chen J; The kinetics of dynamic and static softening during multistage hot deformation of 7150 aluminum alloy; *Mater Sci Eng A*; 2012;552:269–75. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.039>.
- [63] Farzadi A; Modeling of isothermal recovery and recrystallization kinetics by means of hardness measurements; *Materwiss Werksttech*; 2015;46:1218–25. <https://doi.org/10.1002/mawe.201500445>.
- [64] Tang J, Zhang H, Teng J, Fu D, Jiang F; Effect of Zn content on the static softening behavior and kinetics of Al–Zn–Mg–Cu alloys during double-stage hot deformation; *J Alloys Compd*; 2019;806:1081–96. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.07.332>.
- [65] Frazier WE, Hu S, Overman N, Prabhakaran R, Lavender C, Joshi V V; Recrystallization kinetics of cold-rolled U-10 wt % Mo; *J Nucl Mater*; 2019;513:56–61. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.10.046>.
- [66] Li JJ, Wang JC, Xu Q, Yang GC; Comparison of Johnson-Mehl-Avrami-Kologoromov (JMAK) kinetics with a phase field simulation for polycrystalline solidification; *Acta Mater*; 2007;55:825–32. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.044>.
- [67] Rollet A, Humphreys FJ, Rohrer G, Hatherly M; *Recrystallization and related annealing phenomena*; Elsevier, Oxford, Third Ed; 2004:264.
- [68] Lü Y, Molodov DA, Gottstein G; Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe-Mn-C alloy; *Acta Mater*; 2011;59:3229–43. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.01.063>.
- [69] Murphy AD, Allison JE; The Recrystallization Behavior of Unalloyed Mg and a Mg-Al Alloy; *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*; 2018;49:1492–508. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4494-6>.
- [70] Oyarzábal M, Martínez-de-Guerenu A, Gutiérrez I; Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel; *Mater Sci Eng A*; 2008;485:200–9. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.07.077>.

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

- [71] Luo H, An L, Ni H; A New Approach to Model Heterogeneous Recrystallization Kinetics Based on the Natural Inhomogeneity of Deformation; *Mater Sci Forum*; 2007;558–559:1139–44. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.558-559.1139>.
- [72] Sun NX, Liu XD, Lu K; An explanation the anomalous Avrami exponent; *Acta Metall Mater*; 1996;34:1201–7. <https://doi.org/10.1080/07362994.2014.961088>.
- [73] Luo H; Effect of concurrent recovery on Avrami exponent of the softening kinetics after hot deformation; *Mater Sci Eng A*; 2012;532:44–9. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.060>.
- [74] Luo H, Sietsma J, van der Zwaag S; A metallurgical interpretation of the static recrystallization kinetics of an intercritically deformed C-Mn steel; *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*; 2004;35 A:1889–98. <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0097-5>.
- [75] Huda Z, Zaharinie T; Kinetics of grain growth in 2024-T3: An aerospace aluminum alloy; *J Alloys Compd*; 2009;478:128–32. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.11.071>.
- [76] Annasamy M, Haghdadi N, Taylor A, Hodgson P, Fabijanic D; Static recrystallization and grain growth behaviour of Al<sub>0.3</sub>CoCrFeNi high entropy alloy; *Mater Sci Eng A*; 2019;754:282–94. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.088>.
- [77] Hillert M; On the theory of normal and abnormal grain growth; *Acta Metall*; 1965;13:227–38. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(65\)90200-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(65)90200-2).
- [78] Wu Z, Bei H, Otto F, Pharr GM, George EP; Recovery, recrystallization, grain growth and phase stability of a family of FCC-structured multi-component equiatomic solid solution alloys; *Intermetallics*; 2014;46:131–40. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2013.10.024>.
- [79] Liu WH, Wu Y, He JY, Nieh TG, Lu ZP; Grain growth and the Hall-Petch relationship in a high-entropy FeCrNiCoMn alloy; *Scr Mater*; 2013;68:526–9. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.12.002>.
- [80] Tir I; Analyse de l'adoucissement induit par restauration statique dans les microstructures d'alliages d'aluminium de nuance Al 2024; mémoire d'ingénieur en Science et génie des matériaux, ENSMM-annaba; 2017.
- [81] Attallah MM, Strangwood M, Davis CL; Influence of the heating rate on the initiation of primary recrystallization in a deformed Al-Mg alloy; *Scr Mater*; 2010;63:371–4. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.04.016>.
- [82] Bo G, Jiang F, Su H, Wu L, Teng J, Fu D, et al; Static softening behavior and modeling of an Al-Cu-Mg-Zr alloy with various pre-precipitation microstructures during multistage hot deformation; *Mater Sci Eng A*; 2020;778:139094. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139094>.
- [83] Lucke K, Detert K; A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities; *Acta Metall*; 1957;5:628–37.
- [84] Cahn JW; The impurity-drag effect in grain boundary motion; *Acta Metall*; 1962;10:789–98.
- [85] Somerday M, Humphreys FJ; Recrystallisation behaviour of supersaturated Al-Mn alloys. Part 1 - Al-1.3 wt-%Mn; *Mater Sci Technol*; 2003;19:20–9. <https://doi.org/10.1179/026708303225008590>.
- [86] Huang K, Logé RE; Zener Pinning; *Ref Modul Mater Sci Mater Eng*; Elsevier; 2016:1–8. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-803581-8.03211-2>.
- [87] Alvi MH, Cheong SW, Suni JP, Weiland H, Rollett AD; Cube texture in hot-rolled aluminum alloy 1050 (AA1050)-nucleation and growth behavior; *Acta Mater*; 2008;56:3098–108.

## CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

- <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.02.037>.
- [88] Doherty RD; Recrystallization and texture; Prog Mater Sci; 1997;42:39–58. [https://doi.org/10.1016/s0079-6425\(97\)00007-8](https://doi.org/10.1016/s0079-6425(97)00007-8).
- [89] Doherty RD, Kashyap K, Panchanadeeswaran S; Direct observation of the development of recrystallization texture in commercial purity aluminum; Acta Metall Mater; 1993;41:3029–53. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90117-B](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90117-B).
- [90] Samajdar I, Verlinden B, Rabet L, Van Houtte P; Recrystallization texture in a cold rolled commercial purity aluminum: On the plausible macro- and micro-mechanisms; Mater Sci Eng A; 1999;266:146–54. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(99\)00022-2](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(99)00022-2).
- [91] Ridha AA, Hutchinson WB; Recrystallisation mechanisms and the origin of cube texture in copper; Acta Metall; 1982;30:1929–39. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90033-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90033-5).
- [92] Shah V, Krugla M, Offerman SE, Sietsma J, Hanlon DN; Effect of silicon, manganese and heating rate on the ferrite recrystallization kinetics; ISIJ Int; 2020;60:1312–23. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2019-475>.
- [93] Fan K, Liu F, Ma YZ, Yang GC, Zhou YH; Modeling of  $\sigma$ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel using an analytical soft impingement treatment; Mater Sci Eng A; 2010;527:4550–3. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.04.074>.
- [94] Lee E, Kim YG; A transformation kinetic model and its application to Cu-Zn-Al shape memory alloys–I . isothermal conditions; Acta Met. et Mat; 1990;38:1669–1676.
- [95] Badji R, Kherrouba N, Mehdi B, Cheniti B, Bouabdallah M, Kahloun C, et al; Precipitation kinetics and mechanical behavior in a solution treated and aged dual phase stainless steel; Mater Chem Phys; 2014;148:664–72. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2014.08.032>.

## **CHAPITRE II**

### **MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES**

**CHAPITRE II : MATERIAU ET METHODES EXPERIMENTALES**

**II.1 Originalité de la démarche**

**II.1.1. Protocole de l'Analyse Expérimentale et Modélisation**

Ce projet de thèse a été proposé suite à plusieurs travaux de recherche au sein de l'équipe « *Mécanique et Physique de Mise en forme* », à titre d'exemple, la contribution de Tir [1], dont son intitulé a porté sur « Analyse de l'adoucissement induit par restauration statique dans les microstructures des alliages de nuance Al 2024 ». Le présent travail de thèse a pour but de mettre le lien entre la cinétique d'adoucissement statique et plusieurs phénomènes physique tels que l'écroutissage et l'anisotropie plastique. Afin d'attendre les objectifs suivants :

- Compréhension de l'état adouci par restauration et/ou recristallisation statiques des tôles minces en alliage d'aluminium A2024 ;
- Prévoir le comportement mécanique du matériau dans des stades de déformation plus avancés (au-delà du domaine homogène de déformation expérimental estimé à 20%), à l'aide des lois d'écroutissage isotropes tels que Hollomon, Ludwick ou autre ;
- Rôle de l'écroutissage sur la taille des grains et sur la précipitation dans les alliages d'aluminium A2024-T3 ;
- Influence de l'anisotropie plastique sur le comportement mécanique (lois de comportement mécanique) et microstructural (densité des dislocations) des alliages d'aluminium ;
  - Effet de l'anisotropie mécanique sur les propriétés mécaniques et les microstructures (L'apparition des hétérogénéités de déformation, influence de différentes orientations...);
  - Évolution et modélisation de la cinétique d'adoucissement statique sous l'influence de différentes conditions de déformation, température, précipitation, anisotropie plastique et microtexture ; (Analyse de la cinétique d'adoucissement par JMAK, description détaillée des microstructures telles que la migration des joints /sous joints par mesure EBSD), comparaison avec les modèles analytiques présents dans la littérature ;
  - Évolution et modélisation du mécanisme de recristallisation statique et ou croissance des grains sous différentes conditions de déformation, températures, et d'anisotropie plastique.

À ce titre, nous proposons la démarche suivante :

Pour étudier les phénomènes d'adoucissement statique induits par restauration et/ou recristallisation dans AA2024-T3. Le protocole de notre analyse expérimentale s'articule autour de quelques points essentiels, afin de répondre à certaines questions posées par les industriels, concernant les opérations de mise en forme, en particulier, le procédé de cintrage, ou on applique de très faibles niveaux de déformation. L'essai de traction uniaxiale est l'outil le plus important dans notre étude. Donc, pour atteindre nos objectifs, nous avons réalisé des tests de traction interrompus dans le domaine de déformation plastique. Ce choix nous a permis d'avoir de faibles niveaux de déformation dans notre étude suggérée dans le cas des alliages d'aluminium aéronautiques. Par conséquent, nous avons effectué des déformations par des essais de traction uniaxiale avec trois niveaux de déformation afin de varier l'énergie stockée et selon trois directions par rapport à la direction de laminage (DL) pour mettre en évidence l'influence de l'anisotropie plastique. Ensuite, différents paramètres de recuit (température et durée de maintien) ont été adoptés, pour investiguer et modéliser la cinétique d'adoucissement statique de l'alliage d'aluminium AA2024-T3 pré-déformé par essai de traction uniaxiale, cette démarche est peu à presque non utilisée dans la littérature. Enfin, dans le but d'étudier les divers phénomènes physiques à l'échelle microstructurale et à l'échelle macrostructurale, et corrélérer la cinétique d'adoucissement statique aux différents facteurs déjà cités, nous avons réalisé des analyses de la microstructure et de la microtexture.

Ce chapitre est consacré aux méthodes expérimentales utilisées afin de répondre à la problématique de la thèse et d'atteindre nos objectifs. Nous exposons en détail le matériau étudié, le protocole expérimental ainsi que les techniques de caractérisation, en définissant brièvement l'appareillage ainsi que leur principe de fonctionnement.

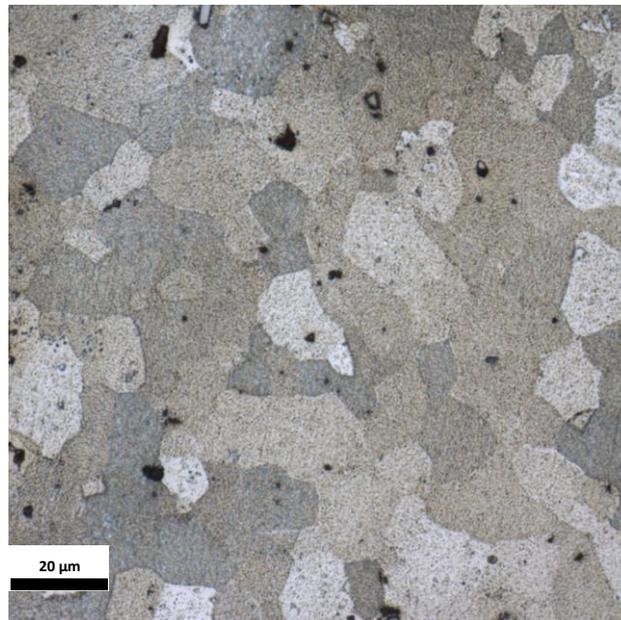
### II.2 Présentation du matériau

La tôle d'alliage d'aluminium AA2024-T3 considérée dans cette étude est fournie par Aircraft Manufacturing Industry - Algérie pour la construction des ailes de l'avion Zlin-142 (ECA). Le matériau est sous forme de plaques d'environ 0.6 mm d'épaisseur dans l'état brut de laminage à froid. La composition chimique nominale de l'alliage est indiquée dans le **Tableau II.1**.

**Tableau II.1** Composition chimique de l'alliage d'aluminium 2024-T3 (% en poids)

Elément	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Cr	Al
Wt. (%)	3.98	1.23	0.283	0.318	0.224	0.0340	0.0025	Balance

La **Figure II.1** représente la microstructure optique de l'AA2024-T3 à l'état reçu dans le plan DL-DT. Les grains ont une morphologie équiaxe avec une taille de grain moyenne de  $13,48 \pm 2,97 \mu\text{m}$ , déterminée par la méthode de l'interception linéaire, à l'aide du logiciel ImageJ. La microstructure de l'alliage d'aluminium AA2024-T3 à l'état reçu est composée de la matrice d'aluminium et d'un grand nombre de différentes phases de durcissement, tels que  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{S-Al}_2\text{CuMg}$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$  et  $\text{Al}(\text{CuFeMn})$  sous forme de particules ovales ou des blocs gris clair, des blocs gris, des blocs de couleur noire et des blocs blancs de forme polygonale, respectivement, comme le montre la micrographie MEB et la carte EDS correspondante d'AA2024-T3 à l'état reçu (*Cf. Figure II.2*). Les particules de seconde phase renforcent le comportement mécanique de l'alliage AA2024-T3 via le durcissement structural.



**Figure II.1** Microstructure de AA2024-T3 à l'état reçu

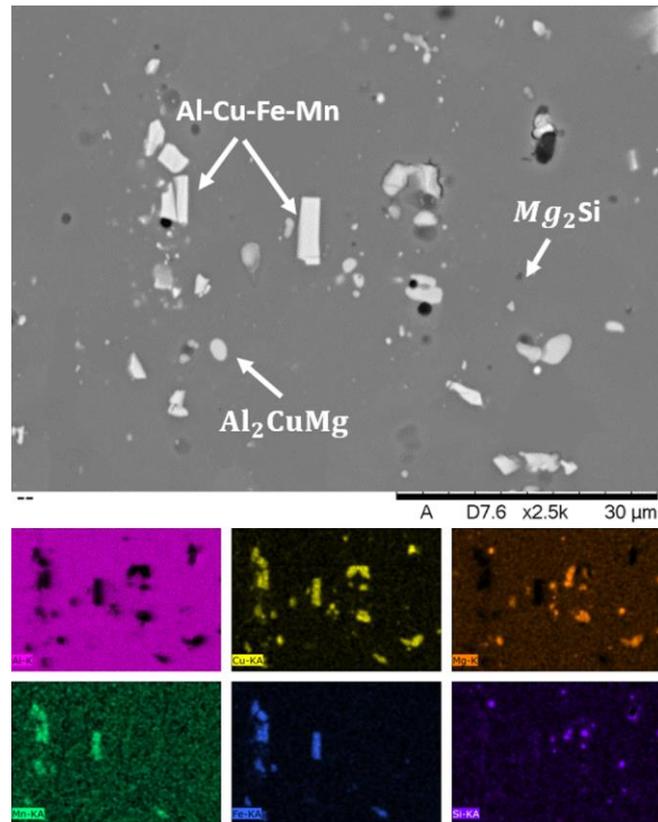


Figure II.2 Micrographie MEB à l'état reçu et la carte EDS correspondante

## II.3 Protocole expérimental

### II.3.1. Déformation plastique à froid par essai de traction uniaxial

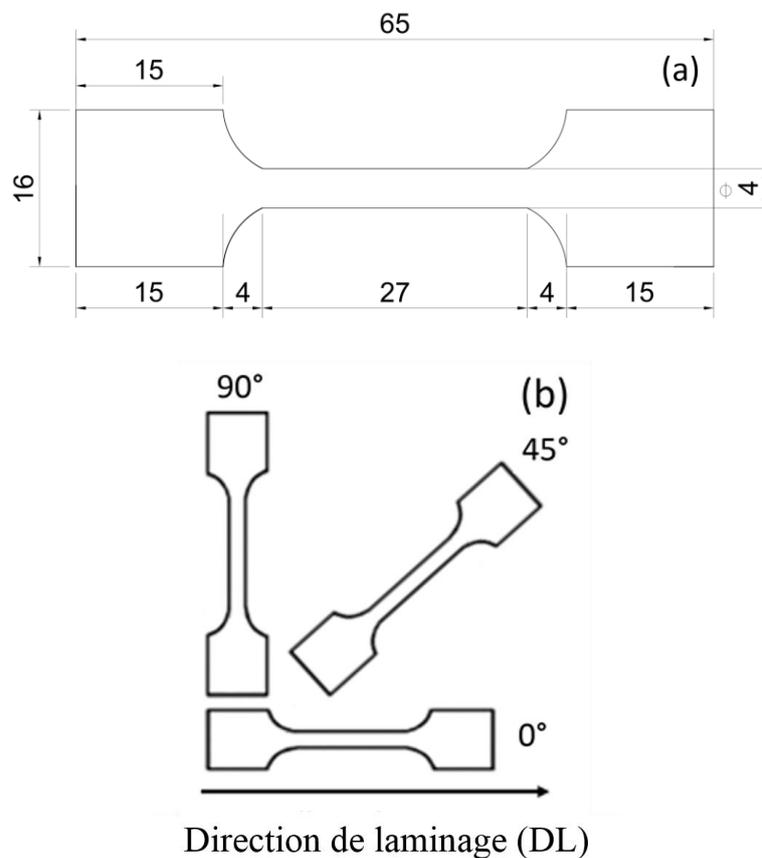
Afin de présimuler le processus de l'étirement des tôles d'alliage d'aluminium AA2024-T3, les échantillons ont subi une déformation à froid par des essais de traction uniaxiale.

Les éprouvettes de traction d'une forme plate, ont été découpées par la machine de découpage-laser « OMADA LCG 3015AJ » au niveau de « l'entreprise des Tracteurs Agricoles ETRAG-Algérie ». La découpe a été réalisée à température ambiante à l'aide d'un système de refroidissement à l'azote. Les éprouvettes de traction ont été découpées, [selon la norme EN 10002-1 [2], tel qu'elle est représentée sur la **Figure II.3 (a)**, les dimensions sont en mm], le long de 0°, 45° et 90° par rapport à la direction du laminage (DL) (*Cf. Figure II.3 (b)*).

Les déformations par essais de traction uniaxiale ont été effectuées à température ambiante et à une vitesse de déformation de  $5.10^{-4} \text{ s}^{-1}$  en utilisant une machine d'essai de traction MTS® de 100 KN (*Cf. Figure II.4*). Les trois niveaux de déformation sont choisis dans le domaine de la plasticité homogène : 4%, 8% et 10 % (0.039, 0.077, 0.095 de déformation réelle), ce qui nous a permis de générer trois niveaux de déformation, donc, trois niveaux d'énergie stockée selon

les trois directions. Les trois niveaux de déformation par traction ont été tranchés à partir de trois courbes de contrainte-déformation après un essai de traction jusqu'à la rupture (voir la **Figure II.6**), comme le montre la **Figure II.5**. Pour chaque condition de déformation, trois essais de traction ont été réalisés pour assurer la reproductibilité des résultats. D'après la **Figure II.6**, la forme des éprouvettes confirme la forte ductilité du matériau de l'étude (section droite, uniforme et homogène pendant tous les essais effectués à différents taux et angles).

Les essais de traction uniaxiale ont été réalisés au centre de recherche des technologies industrielles (CRTI). Ils sont assistés par ordinateur, gérant automatiquement les paramètres du moteur. Les résultats des grandeurs mécaniques sont enregistrés dans des fichiers contenant le nombre de points, le temps, le déplacement de l'extensomètre et l'effort axial.



**Figure II.3** (a) Géométrie des éprouvettes de traction (b) Direction de découpage 0°, 45° et 90° /DL



Figure II.4 Machine de traction MTS 100 KN

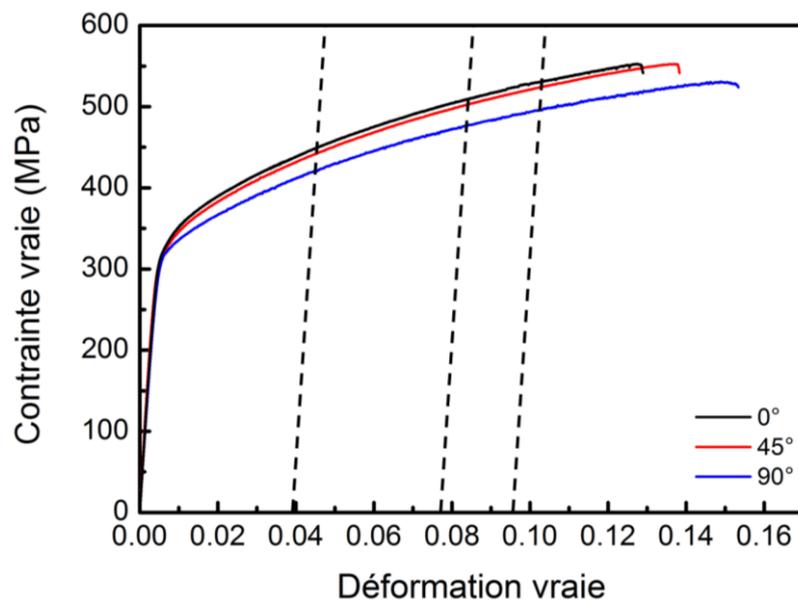
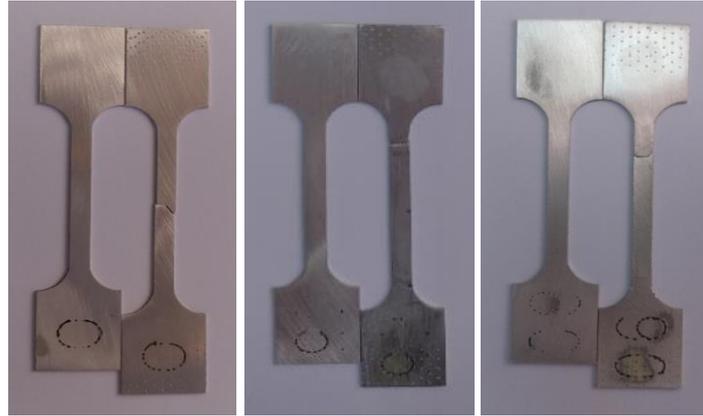
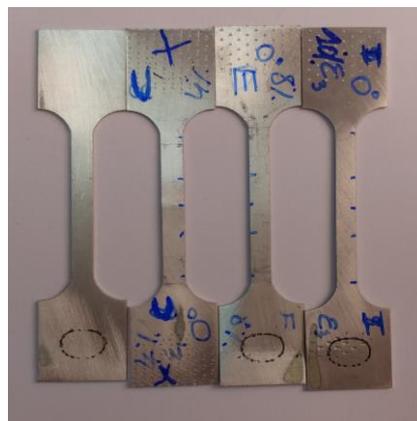


Figure II.5 Courbe de contrainte-déformation vraies de l'essai de traction jusqu'à la rupture des éprouvettes découpées selon les trois directions



**Figure II.6** Photographie des éprouvettes de traction en AA2024-T3 avant et après la traction jusqu'à la rupture



**Figure II.7** Photographie des éprouvettes de traction en AA2024-T3 avant et après la déformation à 4%, 8% et 10% selon la direction 0°/DL

### II.3.2. Détermination des coefficients de Lankford

La formabilité de la tôle a été exprimée le plus souvent par les valeurs du coefficient d'écroutissage et coefficient de Lankford  $R$  déterminées à partir d'essais de traction uniaxiale.

La valeur  $R$  ou coefficient de Lankford est un paramètre déterminé expérimentalement qui indique la sévérité de l'anisotropie présente dans une tôle laminée [3]. Il est défini comme le rapport entre la déformation plastique dans la largeur et la déformation plastique dans l'épaisseur [3]. Dans le présent travail, pour évaluer l'anisotropie du matériau de départ, trois niveaux de déformation - 4 %, 8 % et 10 % - ont été appliqués par des essais de traction uniaxiale dans les directions de 0°, 45° et 90° par rapport à la DL. Pour chaque condition, trois essais de traction ont été réalisés dans le but d'assurer la reproductibilité et pour calculer la valeur moyenne.

Avant de commencer la déformation par l'essai de traction, trois points ont été marqués sur la surface de l'éprouvette au milieu et à 5 mm des deux extrémités et puis on a calibré la machine de traction telle que la position des lames de l'extensomètre soit symétrique par rapport au milieu des éprouvettes. À l'aide d'un palmer électronique de précision de 1  $\mu\text{m}$ , la largeur et l'épaisseur ont été mesurées à chaque point avant et après la déformation. La valeur  $R$  de chaque direction est déterminée à partir du rapport entre les déformations réelles de la largeur ( $\varepsilon_2$ ) et de l'épaisseur ( $\varepsilon_3$ ). Ainsi que pour calculer la valeur moyenne et la variation de la valeur calculée  $R$ , deux coefficients sont utilisés : le coefficient moyen d'anisotropie ou anisotropie normale  $\bar{R}$ , et le coefficient de différences d'anisotropie ou anisotropie planne  $\Delta R$ . Les équations qui définissent  $R$ ,  $\bar{R}$  et  $\Delta R$  sont indiquées par les équations (I.6), (I.7) et (I.8), respectivement, déjà présentées au niveau du chapitre I section I.3.1 (b).

### II.3.3. Modélisation et prédiction de l'écrouissage

Dans le but d'étudier l'écrouissage dans l'alliage AA2024-T3, un programme a été écrit sur le logiciel Matlab<sup>TM</sup>. Il a permis d'analyser les données expérimentales obtenues lors des essais de traction uniaxiale. En premier lieu, une méthode de déplacement a été utilisée pour déterminer la limite d'élasticité et éliminer la partie linéaire initiale qui correspond au domaine élastique. Ensuite, toutes les courbes numériques de contrainte-déformation ont été réajustées à l'aide du logiciel Matlab<sup>TM</sup>, avec un ordre polynomial ( $n = 7$ ).

L'identification des coefficients des lois d'écrouissage isotrope a été réalisée par une approche optimale. Cette dernière consiste à minimiser l'erreur quadratique moyenne entre la courbe expérimentale de traction et une des fonctions qui décrivent les lois du comportement d'écrouissage isotrope (Hollomon [4], Swift (ou Krupkowsky) [5], Ludwik [6] et Voce [7-8]) à l'aide d'une méthode d'optimisation. Chaque courbe a été ajustée en utilisant une méthode d'optimisation par la méthode des moindres carrés implémentée dans le logiciel Solver-Excel, dans le but de réduire l'écart entre l'expérimental et le modèle de prévision et de déterminer les constantes des lois d'écrouissage isotrope représentées par les équations (I.13), (I.14), (I.15) et (I.16), déjà mentionnées au niveau du chapitre I, section I.3.1 (c). Un tel réajustement a éliminé les fluctuations dans les courbes et a ainsi permis les différenciations du comportement d'écrouissage sous l'effet de l'anisotropie plastique.

Dans le but d'analyser et prédire la localisation et l'instabilité de la déformation, des courbes de  $[\sigma - \varepsilon]$  et  $[\theta = d\sigma/d\varepsilon - \varepsilon]$  ainsi que les courbes de Kocks  $[\theta = d\sigma/d\varepsilon - \sigma]$  [9-10] ont été calculées à partir des lois d'écrouissage isotrope qui ont pour but de quantifier le taux

d'écroissage « Strain Hardening Rate ». Les données numériques de la dérivée des points de  $\sigma$  pour tracer les courbes  $[d\sigma/d\varepsilon - \varepsilon]$  et  $[d\sigma/d\varepsilon - \sigma]$ , ont été calculées à l'aide d'un code écrit sur le logiciel Matlab<sup>TM</sup>.

On note que la relation entre la vitesse d'écroissage  $\theta$  et la contrainte  $\sigma$  est définie par l'équation (II.1) selon la loi de Kocks [9-10].

$$\theta = \theta_0 \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_s}\right) \quad (\text{II. 1})$$

Avec ;  $\theta_0$  est la vitesse d'écroissage initial et  $\sigma_s$  est la contrainte qui correspond à la condition où la vitesse d'écroissage instantanée est égale à zéro (régime supposé stationnaire).

### II.3.4. Traitements d'adoucissement statique

#### a. Traitement thermique anisotherme par la Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage (DSC en anglais 'Differential Scanning Calorimetry') est une technique d'analyse thermique permettant de mesurer au cours d'un cycle thermique la quantité de chaleur dégagée ou absorbée par un matériau en fonction de la température, permettant ainsi le suivi de certaines réactions en observant les phénomènes endothermiques ou exothermiques représentatives des modifications microstructurales telles que la transformation de phase, la fusion, la vaporisation, la recristallisation et la restauration ... etc.

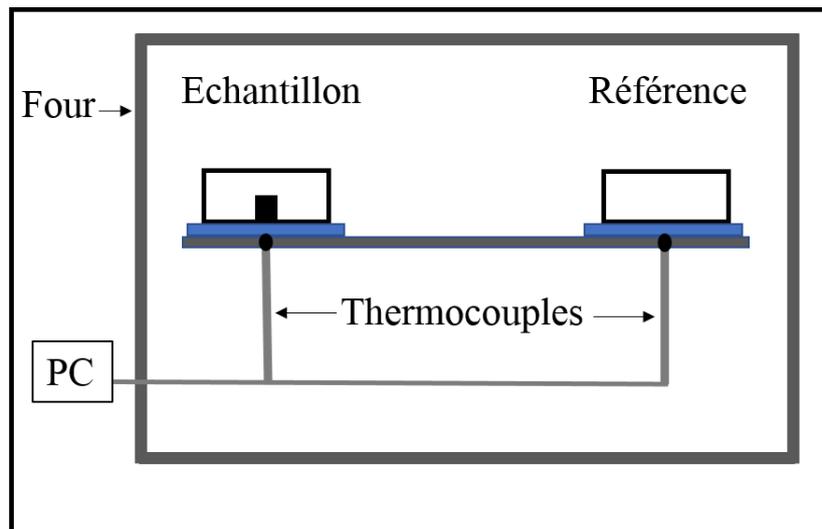
Dans un four, au niveau de la zone où la température est la plus homogène possible, deux creusets sont placés d'une manière symétrique, l'un contient l'échantillon et un autre creuset de référence vide ou contient un corps inerte thermiquement dans le domaine de température étudié. La partie inférieure des deux creusets est dotée des thermocouples (Cf. **Figure II.8**). Au cours de l'analyse par DSC, l'enceinte est chauffée et les thermocouples permettent à chaque instant d'enregistrer les températures de l'échantillon et de la référence (ou leur différence) en fonction du temps ou de la température.

Au cours de notre étude, la DSC a été réalisée au laboratoire du CRTI avec une DSC/ATG Q600 (Cf. **Figure II.9**). Les échantillons déformés à 8% et 10% selon la direction de laminage ont été découpés à la micro-tronçonneuse sous lubrifiant pour éviter les surchauffes. Ils sont sous forme des cubes d'une dimension de  $(3 \times 3 \times 0.6) \text{ mm}^3$  et d'une masse d'environ 12 mg. Ensuite, ils sont placés dans des creusets en alumine, après les avoir légèrement polis pour

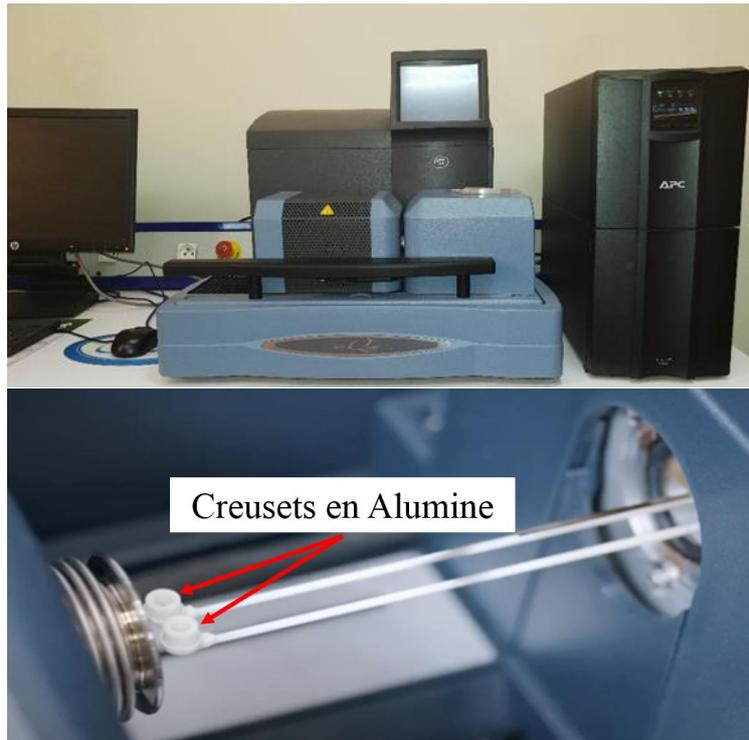
obtenir une surface plane et assurer un meilleur contact avec les capteurs pendant les mesures DSC. Ces essais ont permis de prédire la plage de température de la cinétique de la restauration et/ou la recristallisation en chauffage continu jusqu'à 500 °C avec des vitesses de chauffages de 10 °C/min, 20 °C/min et 30 °C/min. Ils ont été réalisés pour un échantillon d'AA2024-T3 déformé et un autre non déformé. La comparaison entre les deux résultats permet de préciser les températures de recuit d'adoucissement statique par restauration et/ou recristallisation dans l'alliage AA2024-T3.

La DSC est reliée à un ordinateur mené d'un logiciel, permettant l'affichage des courbes des résultats obtenus. Lors d'une réaction exothermique, la DSC enregistre un pic au-dessus de la ligne de base et pour une réaction endothermique, elle enregistre un pic au-dessous de la ligne de base.

Dans le but de faciliter le traitement et la comparaison des signaux du flux de chaleur en fonction de la température, la soustraction de la ligne de base a été effectuée en se servant du module « baseline and peaks » disponible sur le logiciel OriginLab 8.0.



**Figure II.8** Schéma du principe de la calorimétrie différentielle à balayage



**Figure II.9** Appareil de test DSC/ATG de type Q600 – traitement thermique anisotherme

### b. Traitement thermique isotherme

Généralement, pendant la mise en forme, les alliages sont écrouis (génération d'une multiplication d'une forte densité des dislocations dans le réseau du métal. Par conséquent, le métal emmagasine une quantité d'énergie interne). En effet, ces alliages sont dans un état hors d'équilibre. Par conséquent, des traitements thermiques doivent être effectués dans le but d'adoucir l'alliage et le faire retourner à son état d'équilibre. Ce traitement thermique est connu par le traitement d'adoucissement statique induit par restauration statique et/ou recristallisation statique [11].

Dans cette étude, des traitements d'adoucissement isotherme, selon les cycles thermiques présentés sur le **Tableau II.2**, ont été menés sur des échantillons déformés plastiquement par essai de traction uniaxiale avec les trois niveaux de déformation et selon les trois directions, aux températures de recuit de 350 °C et 400 °C, pendant différents temps de maintien ; 300, 600, 900, 1200, 1800, 3600, 10800 et 21600 secondes, suivis d'une trempe à l'eau pour figer la microstructure. Le choix de la température et de la durée de maintien est basé sur les résultats de la DSC ainsi que la littérature [12-13]. L'expérience a été réalisée dans un four à chambre Nabertherm au laboratoire de l'École nationale supérieure des mines et métallurgie (ENSMM), (Cf. *Figure II.10*).

**Tableau II.2** Schéma explicatif des cycles thermiques du recuit d'adoucissement statique

Température (°C)	Durée (s)	Température (°C)	Durée (s)
350	300	400	300
	600		600
	900		900
	1200		1200
	1800		1800
	3600		3600
	10800		10800
	21600		21600



**Figure II.10** Four à chambre de marque Nabertherm - traitement thermique isotherme

## **II.4 Méthode de caractérisation des microstructures et microtexture**

### **II.4.1. Préparation métallographique des échantillons**

Les propriétés mécaniques à l'échelle macroscopique sont liées à l'aspect microstructural. Donc, les investigations de la microstructure ont été réalisées. Pour une bonne caractérisation microscopique, une préparation de surface des échantillons est indispensable. La méthode conventionnelle utilisée est le polissage mécanique. Elle a été effectuée par deux étapes; le pré-polissage et le polissage de finition. Dans certaines caractérisations une attaque chimique est exigée.

**(i) Pré-polissage** : est réalisé par frottement de l'échantillon sur des tapis abrasifs en carbure de silicium SiC sous eau afin de garder le refroidissement et d'éliminer les résidus de pré-

polissage. Les tapis de polissage sont utilisés avec une granulométrie de plus en plus fine. Généralement, ils sont de granulométrie de 800 à 4000. La vitesse de rotation du disque de polissage est ajustée à environ 100 tr/min. Pour éliminer les rayures, un croisement de l'échantillon à 90° est recommandé à chaque changement de granulométrie.

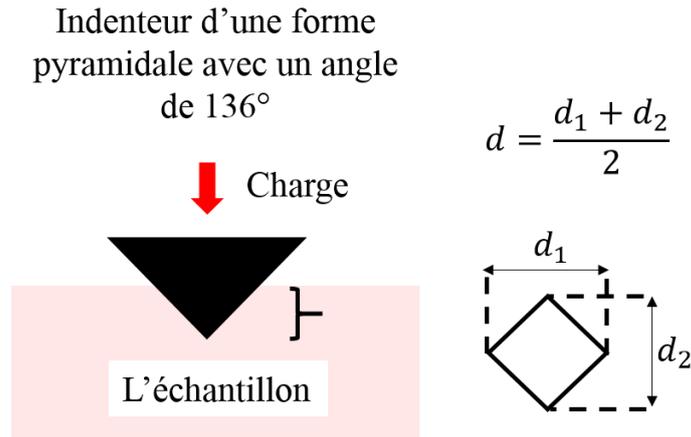
**(ii) Polissage de finition** : cette étape facilite la production de l'état miroir nommé « poli-spéculaire » de la surface de l'échantillon. Le polissage de finition se fait sur un papier feutre avec une suspension diamantée de 3 µm et 1 µm. La vitesse de rotation du disque a été ajustée à une vitesse plus faible (environ à 80 tr/min). Puisque l'alliage d'aluminium est ductile, d'autres méthodes de polissage de finition ont été utilisées. Un polissage par vibration qui a été réalisé par l'appareil Buehler Vibromet 2. Ceci est accompli en utilisant des composés de polissage nommés 'silice colloïdale' d'une granulométrie de 0.05 µm, pendant 24 heures. Ensuite, afin de parfaire l'état de surface et d'enlever la couche sub-surfacique déformée et sans appliquer de contraintes mécaniques à l'échantillon, un polissage ionique avec Ion Milling Hitachi IMP4000-plus a été réalisé. Son principe de fonctionnement est basé sur un bombardement de 2x2 mm de la surface de l'échantillon par un faisceau d'ions Ar<sup>+</sup> large et à faible énergie.

Après chaque étape de polissage, nous avons réalisé un rinçage à l'eau distillée. Ensuite, un nettoyage à ultrasons en mettant les échantillons préparés dans un bécher rempli de l'éthanol. Cette dernière étape sert au retrait des particules restantes du polissage > 0.15 microns.

**(iii) Attaque chimique** : est réalisée afin de révéler la microstructure des échantillons AA2024-T3 à l'état reçu, les états déformés et les états traités. Elle a été effectuée pour la microscopie optique/ confocale laser et la microdureté Vickers. L'attaque chimique a été faite par la solution Keller (190 ml d'eau distillée, 5 ml de HNO<sub>3</sub>, 3 ml de HCl et 2 ml de HF), d'une durée de 1 minute à la température ambiante (25°C).

### II.4.2. Analyse empirique de l'adoucissement statique

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la pénétration. Une force est appliquée sur la surface du matériau à tester avec pendant un temps donné. A l'échelle microstructurale, on parle de la microdureté. L'essai de microdureté de Vickers HV est le plus utilisé aux travaux de recherche. Il s'effectue avec un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée, d'angle au sommet 136°, sous une charge F présélectionnée et une durée d'action déterminée. Le principe est schématisé sur la **Figure II.11**.



**Figure II.11** Schéma du principe de la mesure de la microdureté Vickers

La microdureté Vickers HV est calculée via la relation :

$$HV = \frac{2F \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2} \approx 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad (\text{II. 2})$$

Avec F la force appliquée en N, d la moyenne en mm des deux diamètres  $d_1$  et  $d_2$  de l'empreinte et g l'accélération terrestre en  $\text{m s}^{-2}$  ( $\approx 9.80665$ ).

Afin d'étudier la fraction transformée (restaurée et/ou recristallisée) en fonction de la durée de recuit, les mesures de microdureté Vickers ( $HV_{0.1}$ ) ont été effectuées avec une charge de 100 g et un temps de maintien de 10 secondes dans le plan DL-DT. La charge a été choisie afin d'obtenir des empreintes relativement faibles au vu de la taille des grains. Les essais ont été réalisés selon la norme NF A03-253 [14] (les empreintes de micro-dureté doivent être espacées de plus de six diagonales de l'empreinte et de trois diagonales de l'extrémité de l'échantillon). Ces caractérisations ont été effectuées avec un microduremètre BUEHLER WILSON VH3300 (**Figure II.12**) au niveau du CRTI.

Pour obtenir une valeur moyenne, 10 mesures ont été prises sur différents grains pour chaque échantillon. L'évolution de la microdureté a été corrélée à la fraction adoucie par l'équation suivante [15-17] :

$$X_{Hv} = \frac{Hv_0 - Hv}{Hv_0 - Hv_{rex}} \quad (\text{II. 3})$$

Où  $Hv$  est la valeur de microdureté au temps de recuit t,  $Hv_{rex}$  est la microdureté de la zone transformée, où aucune variation de microdureté n'est observée, et  $Hv_0$  est la valeur de microdureté de l'état déformé initial.



Figure II.12 Microduromètre Wilson VH3300 - Microdureté Vickers

### II.4.3. Diffraction des rayons X

#### a. Principe de fonctionnement

La Diffraction de Rayons X (DRX) est une technique de caractérisation utilisée pour distinguer et identifier les structures cristallines, dans un matériau, ayant la même composition chimique mais dont les arrangements atomiques diffèrent. Le premier cliché de diffraction d'un petit cristal de Blende a été découvert par Laue en 1912 [18]. W.L.Bragg [19] utilisa et développa la diffraction des rayons X pour identifier les structures cristallines des matériaux, et réussit à exprimer la condition nécessaire de diffraction, dans une forme mathématique 'dite la loi de Bragg' (l'équation II. 4) considérablement simplifiée par rapport à celle utilisée par Laue.

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (\text{II. 4})$$

$d_{hkl}$  : la distance inter réticulaire des plans diffractant d'un réseau cristallin

$\theta$  : l'angle de Bragg entre le faisceau incident et le réseau de plan

$\lambda$  : la longueur d'onde de la source

$n$  : ordre de diffraction

En pratique, les rayons X sont produits par l'application d'une tension de plusieurs kilovolts entre un filament de tungstène chauffé et une anode (ou anticathode) en cuivre ou en molybdène. Les électrons sont électriquement accélérés sous l'effet du champ électrique. Le ralentissement de ces particules dans l'anticathode va produire un spectre de rayonnement X. Un monochromateur permet ensuite de sélectionner une plage d'énergie [20]. Les faisceaux de

rayons X produits par le tube sont envoyés sur l'échantillon dans lequel ils sont déviés par les atomes. Ces faisceaux diffractés interfèrent entre eux (Cf. *Figure II.13* *Figure II.15*), conduisant à la production d'un signal intense dans certaines zones précises de l'espace qui présente des pics à des angles bien spécifiques de diffraction. Le signal collecté par le détecteur forme le diagramme de diffraction ou « diffractogramme ». Les raies de diffraction sont la signature de l'arrangement des atomes. Ils sont observés dans des angles précis selon la condition de Bragg. L'analyse du diffractogramme permet de caractériser les éléments suivants :

**Position des pics** : analyse qualitative, identification de phases cristallines et paramètre cristallin d'une solution solide.

**Largeur des pics** : taille et forme des cristallites, contraintes internes.

**Intensité des pics** : estimation de composition chimique, analyse quantitative, orientation préférentielle.

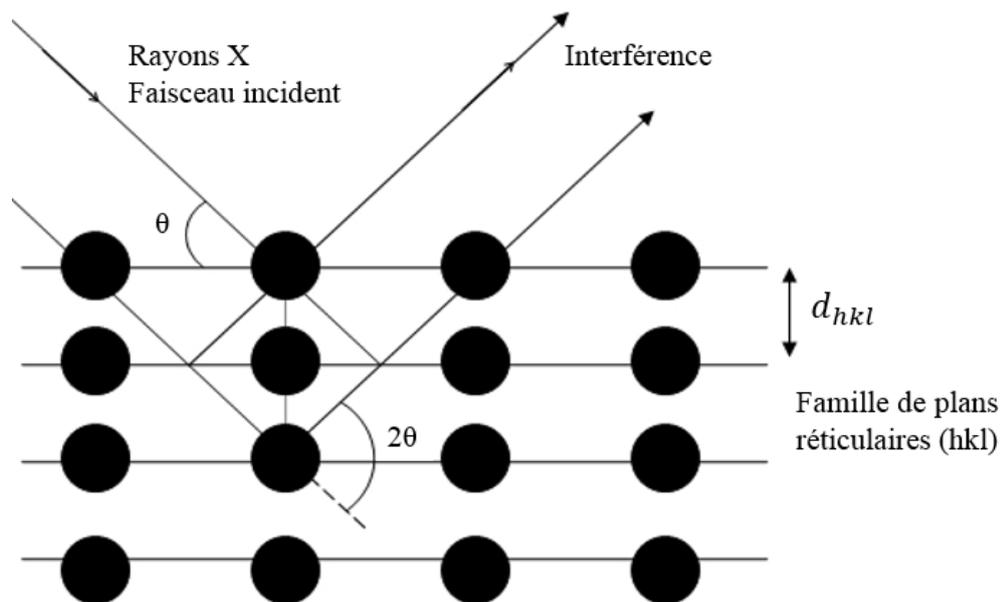
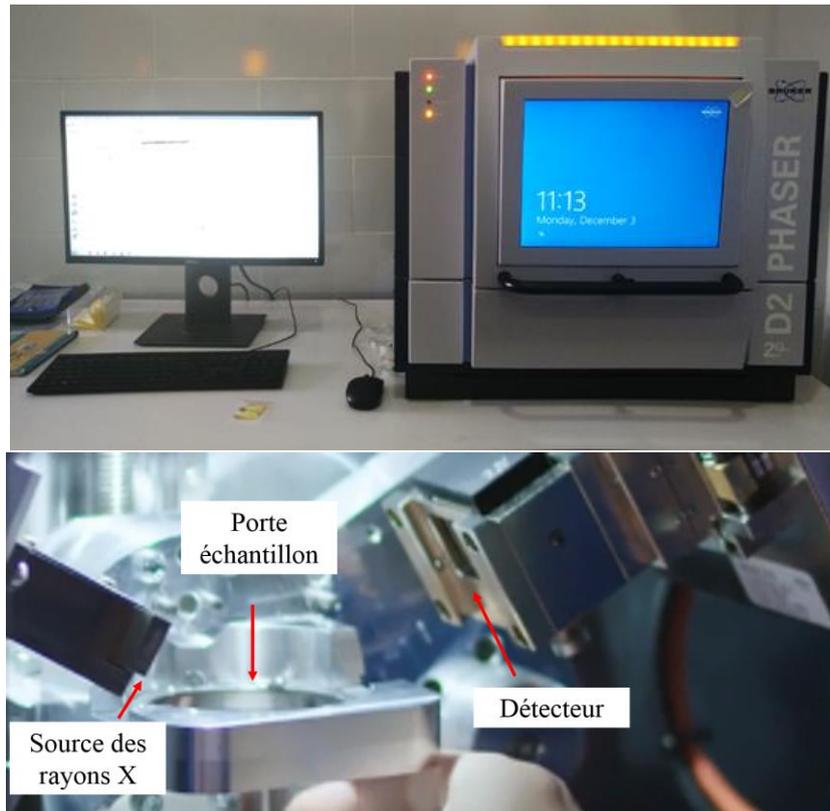


Figure II.13 Principe de la loi de Bragg sur un réseau cristallin

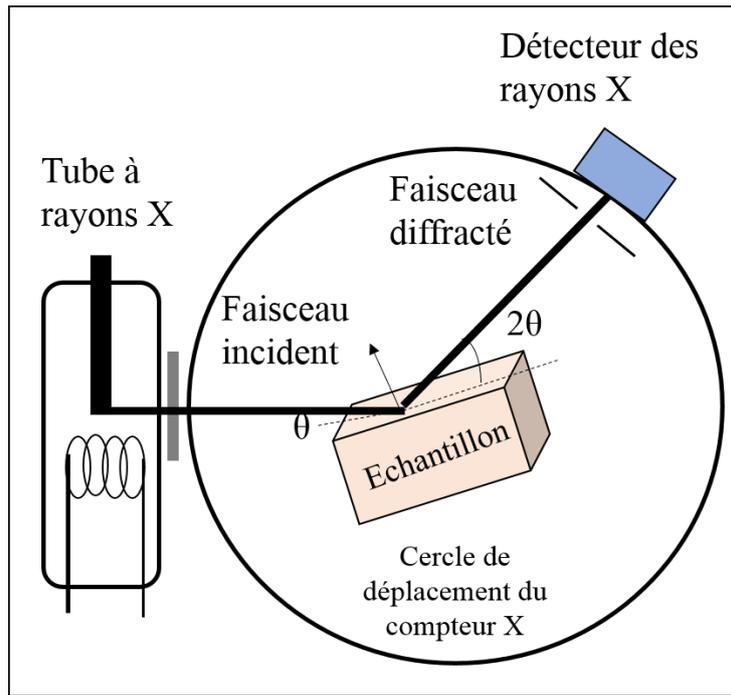
### b. Conditions expérimentales

La diffraction des rayons X nous a aidé à identifier les phases présentes dans l'alliage AA2024 T3. Elle a été effectuée sur des échantillons à l'état reçu et l'état déformée à 4% 8% et 10% selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  /DL avec un diffractomètre des rayons X (XRD) de banc de deuxième génération de type BRUKERS D2 Phaser au CRTI (montré sur la *Figure II. 14*) à partir des 09 échantillons déformés à trois niveaux de déformation, selon les trois directions  $0^\circ$ ,

45° et 90° /DL. L'angle 2théta ( $2\theta$ ) a été varié de 20° à 120° avec un pas de 0.02° à 0.5 s/pas, sous une tension de 30 KV et un courant de 10 mA en utilisant une anode de Co-K $\alpha$  d'une longueur d'onde 1,78897 Å. Une géométrie de type Bragg Brentano et une configuration  $\theta$ -2 $\theta$  ont été utilisées (le faisceau incident fait un angle  $\theta$  avec la surface de l'échantillon et le détecteur est en position 2 $\theta$  par rapport au faisceau incident), comme indiqué sur la **Figure II.15**.



**Figure II. 14** Diffractomètre BRUKERS D2 Phaser - Diffractomètre des rayons X



**Figure II.15** Schéma de montage d'un diffractomètre à rayons X pour une géométrie  $\theta$ - $2\theta$

L'identification des phases a été réalisée par les fiches ASTM 2016, à l'aide du logiciel High Score plus mené du PDF 4+ 2020.

Également, le logiciel Material Analysis Using Diffraction (MAUD) a été utilisé pour ajuster les diagrammes XRD afin d'analyser les paramètres microstructuraux ; la fraction volumique des précipités, la taille des cristallites et la micro-déformation. MAUD est un programme d'analyse basé sur le raffinement de Rietveld [21], utilisant les données de diffraction des rayons X, du synchrotron, des neutrons et des électrons [22]. Cette méthode consiste à modéliser le diffractogramme expérimental avec une fonction analytique pour chaque pic de phase afin d'affiner le paramètre microstructural. Au niveau de plusieurs recherches, elle a été appliquée avec succès pour caractériser quantitativement les phases de matériaux composites contenant plusieurs phases cristallographiques [23-24]. En outre, le raffinement de Rietveld est souvent utilisé pour déterminer les paramètres microstructuraux des phases même à faible pourcentage [25-26]. Le paramètre Goodness of Fit (GOF), noté Sig sur le logiciel, indique la précision de l'ajustement et la fiabilité des paramètres raffinés. Le critère de raffinement doit tendre vers la valeur de '1' pour avoir un ajustement acceptable. Le GOF est donné par l'équation (II. 5).

$$GOF = \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \quad (II. 5)$$

Où,  $R_{wp}$  est un facteur qui caractérise la qualité de la collecte et  $R_{exp}$  est une estimation de la valeur minimale basée sur la statistique de comptage.

Au cours de cette étude, le logiciel Material Analysis Using Diffraction (MAUD), basé sur une le raffinement de Rietveld [21], a été utilisé afin de déterminer les paramètres microstructuraux ; les tailles des cristallites  $D_v$  et les microdéformations  $\langle \varepsilon_1^2 \rangle^{\frac{1}{2}}$ . Ensuite, la densité de dislocations  $\rho$ , qui est liée à la taille des grains et aux microcontraintes [27], a été calculée par l'équation (II. 6) [28-30].

$$\rho = \sqrt{\rho_D \rho_\varepsilon} = \frac{3\sqrt{2\pi} \langle \varepsilon_1^2 \rangle^{\frac{1}{2}}}{D_v b} \quad (\text{II. 6})$$

Avec ;

$$\rho_D = \frac{3}{D_v^2} \quad (\text{II. 7})$$

$$\rho_\varepsilon = \frac{2K \varepsilon_1^2}{b^2} \quad (\text{II. 8})$$

Avec,  $\rho_D$  et  $\rho_\varepsilon$  sont les densités de dislocations dues essentiellement à la taille des grains et aux contraintes.  $b$  est le vecteur de Burgers. Il a été calculé par la formule  $b = a/\sqrt{2}$ , pour la structure C.F.C ( $a$  est le paramètre du réseau), et  $K$  est une constante égale à 10 pour une distribution Gaussienne des déformations.

#### II.4.4. Microscopie confocale/optique à balayage laser

La microscopie optique est généralement la technique la plus utilisée pour caractériser la microstructure et suivre leurs évolutions lors des transformations de phase, vu qu'elle est facile à manipuler et la moins couteuse.

Les microstructures de l'AA2024-T3 à l'état reçu, aux états déformés et aux états traités ont été observées à l'aide d'un microscope confocal à balayage laser LEXT OLS4100, du laboratoire de l'École de technologie supérieure (ÉTS), piloté par un micro-ordinateur et équipé d'un logiciel de traitement d'image « OLYMPUS Stream » (Cf. *Figure II.16*). Le microscope confocal à balayage laser permet d'obtenir des micrographies avec une haute résolution. L'image est obtenue par le déplacement de la source d'excitation (laser) dans les trois dimensions de l'échantillon XYZ. La source laser est choisie, parce qu'elle est facile à focaliser (Les photons composant le laser sont identiques et se propagent tous dans la même direction et avec la même fréquence et la même direction).

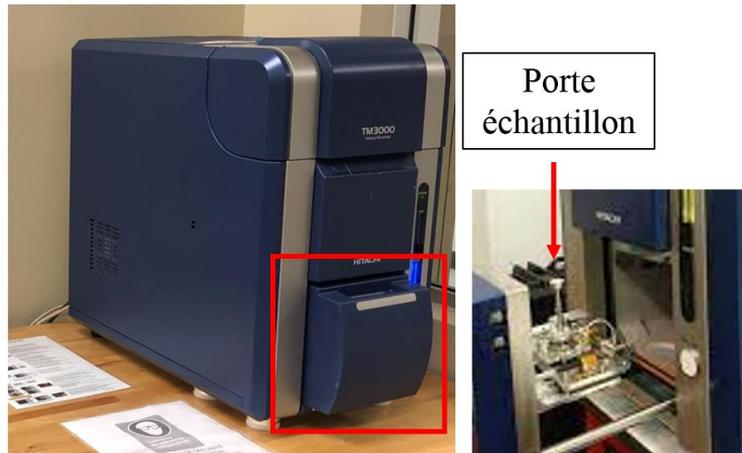


**Figure II.16** Microscope confocal laser LEXT OLS4100

### II.4.5. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le pouvoir de résolution d'un microscope confocal/optique laser à balayage est limité par la longueur d'onde du laser utilisé. Le microscope électronique à balayage (MEB) est souvent utilisé pour contourner cette limite par l'utilisation d'un faisceau d'électrons dont les longueurs d'ondes associées sont plus petites. Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur les interactions entre le faisceau d'électrons dits primaires et le matériau, provoquant différents types d'émissions électroniques et électromagnétiques donnant chacun une information sur l'échantillon. Le détecteur du MEB polarisé positivement attire les électrons secondaires (de faible énergie). L'image obtenue après le traitement du signal donne des informations sur la topographie de l'échantillon. Un autre capteur est utilisé pour capter les photons X, afin de réaliser l'analyse chimique. Cette technique est dite la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS ou EDXS, en anglais, Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy).

La microstructure de l'AA2024-T3 a été observée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) Hitachi TM3000 du laboratoire de ÉTS, (Cf. **Figure II. 17**). Le détecteur de spectroscopie à dispersion d'énergie (EDS) combiné au MEB, a été utilisé pour analyser la composition chimique des précipités de seconde phase.



**Figure II. 17** Microscope électronique à balayage HITACHI TM3000

### II.4.6. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

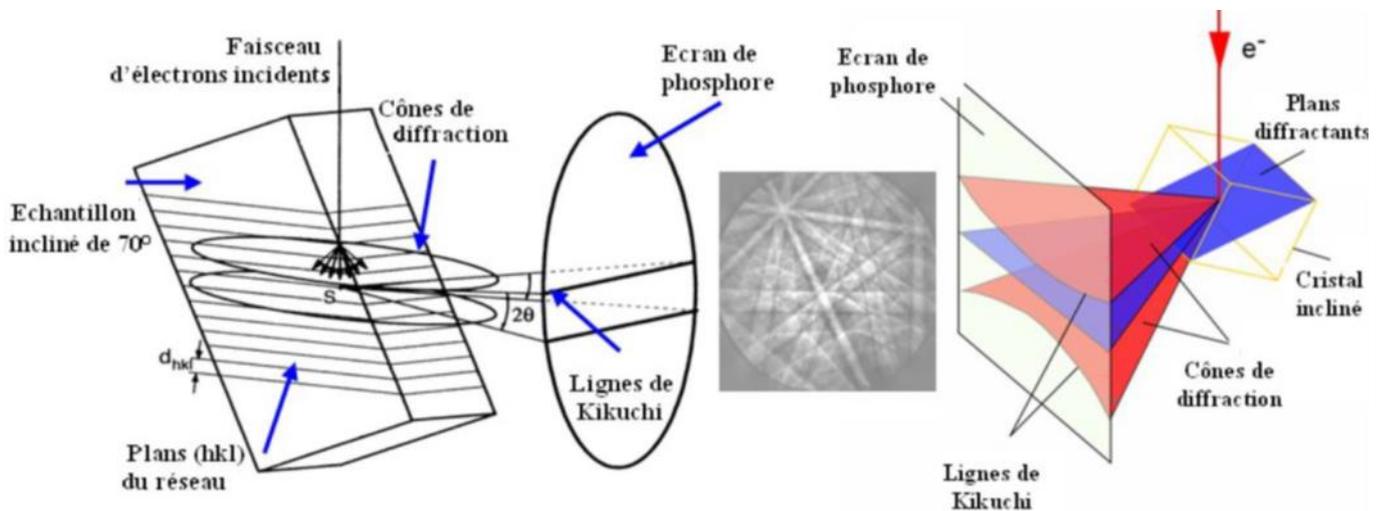
#### a. Principe de fonctionnement

La diffraction électronique rétrodiffusée (EBSD en anglais Electron Back Scattering Diffraction) est une technique d'analyse cristallographique locale, couplée à un microscope électronique à balayage. Elle est basée sur l'exploitation des diagrammes de diffraction des électrons rétrodiffusés. Ces derniers sont des émissions électroniques résultantes de l'interaction entre les électrons primaires et un matériau incliné. Ils peuvent provenir d'une plus grande profondeur que celle des électrons secondaires. L'EBSD permet de fournir des informations cristallographiques locales reliées à la microstructure de l'échantillon. Les résultats de l'EBSD sont des diagrammes de Kikuchi caractéristiques de l'orientation cristalline de l'échantillon où il a été généré. L'analyse du cliché permet de déterminer des résultats qualitatifs et quantitatifs ; par exemple ; l'orientation des cristaux, distinction entre des phases cristallographiquement différentes, révélation des structures de joints et sous joints de grains ...etc.

Le faisceau électronique généré par le MEB percute la surface de l'échantillon incliné à  $70^\circ$ , (l'inclinaison permet d'obtenir le meilleur compromis entre une émission maximale des électrons rétrodiffusés et la limitation des effets néfastes de la rugosité éventuelle de l'échantillon). L'interaction électron-matière va provoquer la diffusion inélastique d'une fraction des électrons pour former une source divergente d'électrons dans l'échantillon. Une proportion minoritaire de ces électrons rétrodiffusés va diffracter sur les plans cristallins selon un angle  $\theta$  qui satisfait la loi de Bragg.

Un détecteur EBSD est principalement composé d'un écran phosphorescent, sur lequel vont se former les diagrammes de diffraction et d'une caméra à bas niveau de lumière qui va permettre de récupérer l'image des diagrammes.

Les électrons rétrodiffusés sortent de l'échantillon selon des directions contenues sur la surface d'un cône dont l'axe est normal aux plans diffractant et le demi-angle au sommet est égal à  $90^\circ - \theta$ . La projection de ces cônes sur un plan d'enregistrement conduit à la formation de deux hyperboles. Comme l'angle de Bragg est faible, les lignes de réflexion apparaissent rectilignes et proches l'une de l'autre, formant ainsi un diagramme de bandes de Kikuchi dont la largeur représente un angle de  $2\theta$  et dont le plan médian correspond à la trace du plan diffractant (Cf. *Figure II.18*).



**Figure II.18** Principe de formation des lignes de Kikuchi [31]

Indexation d'un diagramme de diffraction se réalise à partir du diagramme de bandes de Kikuchi. La détermination de la position d'une série de bandes de Kikuchi se fait par analyse d'image en passant par une transformée de Hough et son indexation par les indices de Miller du plan cristallin diffractant, ayant formé cette bande. Généralement, un système d'indexation est intégré dans un logiciel accompagnant l'appareil de l'EBSA facilite la tâche. Cependant, le défi pour obtenir une bonne qualité d'indexation est la bonne préparation de la surface de l'échantillon, sans engendrer l'érouissage superficiel ou la rugosité. Puisque la profondeur d'échappement des électrons est très faible, de l'ordre de 10 à 20 nm, la structure cristalline de l'échantillon au voisinage de la surface analysée doit être préservée.

### b. Conditions expérimentales

L'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) sous MEB a été utilisée afin d'étudier l'évolution de la microstructure et de la microtexture des échantillons déformés à 8% selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL avant et après traitement pendant 1800 minutes à la température de recuit de  $350^\circ\text{C}$ . Les caractérisations de l'EBSD ont été réalisées au laboratoire de l'ÉTS, à l'aide d'un canon à émission de champ (FEG)-SEM Hitachi SU8230 équipé d'un détecteur e<sup>-</sup>FlashHR plus (Cf. *Figure II.19*). Le pas de l'analyse EBSD a été fixé à  $0.54\ \mu\text{m}$  et  $0.27\ \mu\text{m}$  à une tension d'accélération de 20 Kv. Les échantillons, inclinés à  $70^\circ$  par rapport au détecteur d'électrons rétrodiffusés, ont été polis pendant 24h avec une suspension de silice colloïdale dans une polisseuse vibrante, puis préparés avec un polisseur ionique Hitachi IMP4000plus pour éliminer la couche déformée sous la surface. Les données EBSD ont été analysées à l'aide du logiciel Bruker-Esprit 2.2.



**Figure II.19** Microscope électronique à balayage HITACHI SU8230 et une vue de l'intérieur de la chambre du microscope électronique

### II.4.7. Diffraction de Kikuchi par transmission (TKD)

#### a. Principe de fonctionnement

La résolution spatiale de la technique de l'EBSD est limitée à environ 20 - 15 nm pour les matériaux denses et jusqu'à 50 nm pour les matériaux les plus légers tels que l'aluminium [32]. De ce fait, elle empêche de caractériser les nanoparticules. La méthode de diffraction de Kikuchi par transmission (TKD en anglais Transmission Kikuchi Diffraction) également connue sous le nom de EBSD par transmission (t-EBSD) a été proposée dans le but de combattre cette limitation [33-34]. La configuration expérimentale de la TKD est bien similaire à celle de l'EBSD classique (Cf. *Figure II. 20*); les principales différences sont ; la transparence de l'échantillon aux électrons (l'échantillon massif par une lame mince de 50 à 150 nm

d'épaisseur) et l'angle de l'inclinaison de l'échantillon vers le détecteur [32]. L'échantillon est observé en transmission ce qui aide à améliorer significativement la résolution spatiale [32] jusqu'à 2 - 10 nm d'environ [35]. De ce fait, la technique TKD est appliquée pour caractériser les matériaux nanocristallins et à grains ultrafins, les nanostructures [32], les super-conducteurs et les matériaux métalliques avec des précipités nanométriques [36].

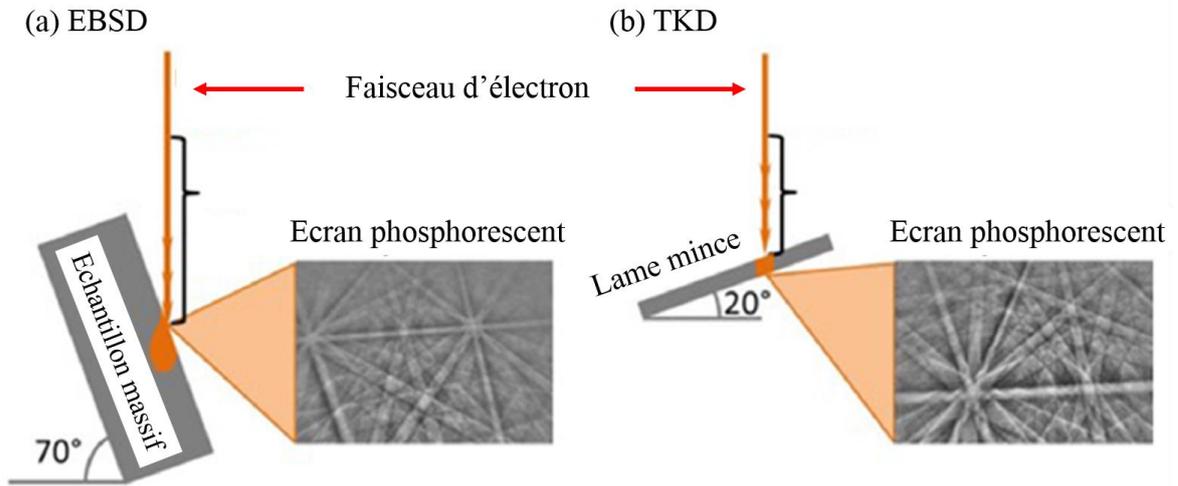


Figure II. 20 Configuration du principe de (a) EBSD et (b) TKD [35]

**b. Conditions expérimentales**

La diffraction de Kikuchi par transmission acquise simultanément avec l'EDS (TKD-EDS) dans un (FEG)-SEM Hitachi SU8230 de l'ÉTS a été utilisée pour la première fois au laboratoire du groupe CM2P à l'ÉTS. Elle a été réalisée sur des échantillons déformés à 8% selon les directions 0°/D. La tension d'accélération utilisée est de 12 kV, à une distance de travail de 14 mm sous un angle d'inclinaison de -10°.



Figure II.21 Mise de l'échantillon sur le porte échantillon de TKD

### II.4.8. Microscopie électronique en transmission (MET)

#### a. Principe de fonctionnement

Le microscope électronique en transmission (MET) est utilisé pour la caractérisation des matériaux à l'échelle nanométrique. Il utilise le même type de canon à électron que le MEB. Le faisceau est focalisé par un système de lentilles magnétiques sur un échantillon très fin. Le faisceau électronique traversant l'échantillon interagit avec les atomes constituant ce dernier, et produit différents types de rayonnements. Les observations sont effectuées essentiellement sur le faisceau transmis, l'image (ou cliché de diffraction) obtenue est observée sur un écran fluorescent, enregistrée sur un film photographique ou bien détecté par un capteur photographique dit dispositif à transfert de charges CCD (en anglais, charge coupled device).

La préparation des échantillons en lames minces est une étape cruciale dans la microscopie électronique en transmission. Afin d'assurer la transparence du matériau aux électrons.

#### b. Conditions expérimentales

La microstructure d'un échantillon déformé à 8% selon la direction 0°/DL a été observée au microscope électronique à transmission (MET) à canon à émission de champ dans le JEOL JEM-2100F au laboratoire de polytechnique-Montréal (*Cf. Figure II.22*), fonctionnant à une tension de 200 kV. La composition chimique des précipités a été analysée à l'aide du détecteur EDS-STEM.

Afin de préparer les échantillons pour la TKD et la MET, les échantillons ont été amincis jusqu'à 150  $\mu\text{m}$  d'épaisseur. Ensuite, des disques de 3 mm de diamètre ont été découpés (*Cf. Figure II.21*). Enfin, ils ont été amincis encore plus, à l'aide d'un polissage électrochimique à double jet dans une solution d'acide nitrique (1/3) et de méthanol (2/3), sous une tension de 15 V à 25 °C, jusqu'à ce qu'un trou central apparaisse.



**Figure II.22** Microscope électronique en transmission JEOL JEM-2100F

## **II.5 Références du Chapitre II**

- [1] Tir I; Analyse de l'adoucissement induit par restauration statique dans les microstructures d'alliages d'aluminium de nuance Al 2024; mémoire d'ingénieur en Science et génie des matériaux, ENSMM-annaba; 2017.
- [2] CEN. EN 10002-1 Metallic materials - tensile testing Part 1: Method of test at ambient temperature 2001.
- [3] Lankford WT, Snyder SC, Bauscher JA; New criteria for predicting the press performance of deepdrawn sheets; *Trans Am Soc Met*; 1950;42:1197–1232.
- [4] Hollomon J; Tensile Deformation; *Trans AIME*; 1945:268–90.
- [5] Swift HW; Plastic instability under plane stress; *J Mech Phys Solids*; 1952;1:1–18.
- [6] Ludwik P; *Elemente der technologischen Mechanik*; Springer; 1909:32.
- [7] Voce E; The relationship between stress and strain for homogeneous deformations; *J Inst Met*; 1948;74:537 – 562.
- [8] Voce E; A practical strain hardening function; *Metallurgia*; 1955;51:219–26.
- [9] Kocks UF; Laws for Work-Hardening and low-Temperature Creep; *J Eng Mater Technol Trans ASME*; 1976;98:76–85.
- [10] Kocks UF, Mecking H; Physics and phenomenology of strain hardening: The FCC case; *Prog Mater Sci*; 2003;48:171–273. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8).
- [11] Qian X, Parson N, Chen XG; Effects of Mn content on recrystallization resistance of AA6082 aluminum alloys during post-deformation annealing; *J Mater Sci Technol*; 2020;52:189–97. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.015>.
- [12] Farzadi A; Modeling of isothermal recovery and recrystallization kinetics by means of hardness measurements; *Materwiss Werksttech*; 2015;46:1218–25. <https://doi.org/10.1002/mawe.201500445>.
- [13] Kurukuri S, Miroux A, Wisselink H, van den Boogaard T; Simulation of stretch forming with intermediate heat treatments of aircraft skins: A physically based modeling approach; *Int J Mater Form*; 2011;4:129–40. <https://doi.org/10.1007/s12289-010-1013-8>.
- [14] Albou A; Influence de l'orientation cristalline sur les microstructure de déformation et l'adoucissement d'alliages Al-Mn; École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne; 2010.
- [15] Vandermeer RA, Juul Jensen D; Migration of high angle grain boundaries during recrystallization; *Interface Sci*; 1998;6:95–104. <https://doi.org/10.1023/a:1008668604733>.
- [16] Chen SP, Hanlon DN, Van Der Zwaag S, Pei YT, Dehosson JTM; Quantification of the recrystallization behaviour in Al-alloy AA1050; *J Mater Sci*; 2002;37:989–95. <https://doi.org/10.1023/A:1014356116058>.
- [17] Winning M, Schäfer C; Influencing recrystallization behaviour by mechanical loads; *Mater Sci Eng A*; 2006;419:18–24. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.053>.

- [18] Guinier A; X-ray crystallographic technology; Hilger and Watts; 1952.
- [19] Elton LRB, Jackson DF; X-Ray Diffraction and the Bragg Law; Am J Phys; 1966;34:1036–8. <https://doi.org/10.1119/1.1972439>.
- [20] Dubus M; Diffraction des rayons X appliquée au patrimoine; Trav l’Institut Français d’Études Andin 978-612- 4358-02-9; 2018;hal-019084:1–11.
- [21] Rietveld HM; Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement; Acta Crystallogr; 1967;22:151–2. <https://doi.org/10.1107/s0365110x67000234>.
- [22] <http://maud.radiographema.eu/> n.d.
- [23] Dutta H, Sahu P, Pradhan SK, De M; Microstructure characterization of polymorphic transformed ball-milled anatase TiO<sub>2</sub> by Rietveld method; Mater Chem Phys; 2002;77:153–64. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(01\)00600-9](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(01)00600-9).
- [24] Manik SK, Bose P, Pradhan SK; Microstructure characterization and phase transformation kinetics of ball-milled prepared nanocrystalline Zn<sub>2</sub>TiO<sub>4</sub> by Rietveld method; Mater Chem Phys; 2003;82:837–47. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2003.07.012>.
- [25] El-Shater RE, El Shimy H, Assar ST; Investigation of physical properties of synthesized Zr doped Ni–Zn ferrites; Mater Chem Phys; 2020;247:122758. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.122758>.
- [26] Manik SK, Pradhan SK; Microstructure characterization of ball milled prepared nanocrystalline perovskite CaTiO<sub>3</sub> by Rietveld method; Mater Chem Phys; 2004;86:284–92. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2004.03.010>.
- [27] Alili B; Contribution à l’étude des transformations de phases dans les alliages à base de cuivre (Cu-15%Ni-8%Sn en poids); effets de la texture et de la géométrie des joints de grains; Faculté de physique USTHB-Alger; 2007.
- [28] Williamson GK, Smallman RE; III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer spectrum; Philos Mag; 1956;1:34–46. <https://doi.org/10.1080/14786435608238074>.
- [29] Chen Y, Gao N, Sha G, Ringer SP, Starink MJ; Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy; Acta Mater; 2016;109:202–12. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.050>.
- [30] Dini G, Ueji R, Najafizadeh A, Monir-Vaghefi SM; Flow stress analysis of TWIP steel via the XRD measurement of dislocation density; Mater Sci Eng A; 2010;527:2759–63. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.01.033>.
- [31] Baudin T, Chateigner D, Esling C, Lutterotti L, Morales M; Analyse des textures cristallographiques et des microstructures; Reflets La Phys; 2015:80–5. <https://doi.org/10.1051/refdp/20154445080>.
- [32] Sneddon GC, Trimby PW, Cairney JM; Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope: A review; Mater Sci Eng R Reports; 2016;110:1–12. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2016.10.001>.
- [33] Trimby PW; Orientation mapping of nanostructured materials using transmission Kikuchi diffraction in the scanning electron microscope; Ultramicroscopy; 2012;120:16–24. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2012.06.004>.

- [34] Keller RR, Geiss RH; Transmission EBSD from 10 nm domains in a scanning electron microscope; *J Microsc*; 2012;245:245–51. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2011.03566.x>.
- [35] Liang XZ, Dodge MF, Jiang J, Dong HB; Using transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope to quantify geometrically necessary dislocation density at the nanoscale; *Ultramicroscopy*; 2019;197:39–45. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2018.11.011>.
- [36] Liu J, Lozano-Perez S, Wilkinson AJ, Grovenor CRM; On the depth resolution of transmission Kikuchi diffraction (TKD) analysis; *Ultramicroscopy*; 2019;205:5–12. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2019.06.003>.

**CHAPITRE III :**  
**RESULTATS ET DISCUSSIONS**

**PARTIE 1 :**  
**Identification expérimentale et validation de l'anisotropie  
plastique**

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

### III.1 PARTIE 1 : Identification expérimentale et validation de l'anisotropie plastique

#### III.1.1. Introduction

Les propriétés physiques, chimiques et mécaniques présentent généralement un comportement anisotrope. Les alliages métalliques qui ont subi une mise en forme, l'anisotropie plastique est principalement due soit à l'allongement des grains dans une direction préférentielle ou au fait que le matériau soit beaucoup plus écroui dans une certaine direction par rapport aux autres directions. Ce qui signifie que l'une des principales causes de l'anisotropie plastique est la non-homogénéité de la déformation. Dans le cas des tôles d'alliage d'AA2024-T3 destinées à la construction du fuselage et des ailes d'avion, en plus du laminage à chaud et à froid des tôles, celles-ci subissent une mise forme plastique par l'étirement pour en faire des formes précises qui correspondent à leur application. À l'échelle microstructurale, les grains sont allongés suivant une direction privilégiée, procurant ainsi une anisotropie plastique. En outre, le phénomène d'adoucissement statique est lié au comportement plastique du matériau. En effet, la compréhension de la plasticité des matériaux est la clé pour optimiser la cinétique d'adoucissement de ces matériaux. L'objectif de cette partie est donc la caractérisation expérimentale et la modélisation du comportement anisotrope de l'alliage AA2024-T3 au cours de la mise en forme à froid. La caractérisation de l'anisotropie plastique se fait à partir de plusieurs essais mécaniques simples comme l'essai de traction uniaxiale, afin d'identifier les coefficients d'anisotropie du matériau, le plus utilisé est dit coefficient de Lankford.

#### III.1.2. Caractérisation mécanique de l'AA2024-T3

La caractérisation expérimentale de l'anisotropie plastique et la détermination de coefficients de Lankford s'effectue par le biais des essais de traction uniaxiale suivant trois niveaux de déformation et plusieurs directions par rapport à la direction de laminage. Dans le cadre de cette étude, nous avons choisi la direction de laminage (DL), la direction transverse (DT) et la direction qui fait un angle de  $45^\circ$  par rapport à la DL.

Afin d'étudier le comportement mécanique et de préciser les trois niveaux de déformation utilisés pour caractériser l'anisotropie plastique et par la suite, continuer l'investigation de la cinétique d'adoucissement statique, des essais de traction uniaxiale ont été réalisés sur des éprouvettes de traction normalisées d'alliage d'AA2024-T3 prélevées dans les trois angles par rapport à la DL.

Les courbes de contrainte-déformation  $[\sigma - \varepsilon]$  tirées à partir des essais de tractions réalisés sur des éprouvettes de traction en AA2024-T3, sont représentées dans la courbe de traction conventionnelle (Cf. **Figure III.1**) et la courbe de traction rationnelle (Cf. **Figure III.2**). Elles nous ont permis de déterminer ;

- **Le module de Young ou module d'élasticité longitudinal ( $E$ )** : est défini par la pente de la partie linéaire qui correspond au domaine élastique de la courbe  $[\sigma - \varepsilon]$ . C'est une constante propre à chaque matériau. Elle s'exprime par la loi de Hooke [1].

$$E = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (\text{III. 1})$$

- **La limite élastique ( $R_{e0.2\%}$ )** : C'est la contrainte maximale supportée par un matériau avant de passer du domaine élastique qui correspond aux déformations réversibles au domaine plastique caractérisé par les déformations permanentes irréversibles. Par convention, la contrainte de la limite élastique est celle qui correspond à une déformation du matériau égale à 0.2% [1].

$$R_e = \frac{F_e}{S_0} \quad (\text{III. 2})$$

- **La résistance maximale ( $R_m$ )** : Au-delà du domaine élastique et pendant l'écroutissage dans le domaine plastique. La contrainte maximale est la contrainte qui peut être supportée par un matériau. Au-delà de la  $R_m$  la déformation plastique n'est plus homogène et le phénomène de striction peut être observé [1].

$$R_m = \frac{F_m}{S_0} \quad (\text{III. 3})$$

- **L'allongement ( $A$ )** : C'est la capacité d'un matériau à s'allonger sous une force exercée avant sa rupture [1].

$$A\% = 100. \left( \frac{l_f - l_0}{l_0} \right) \quad (\text{III. 4})$$

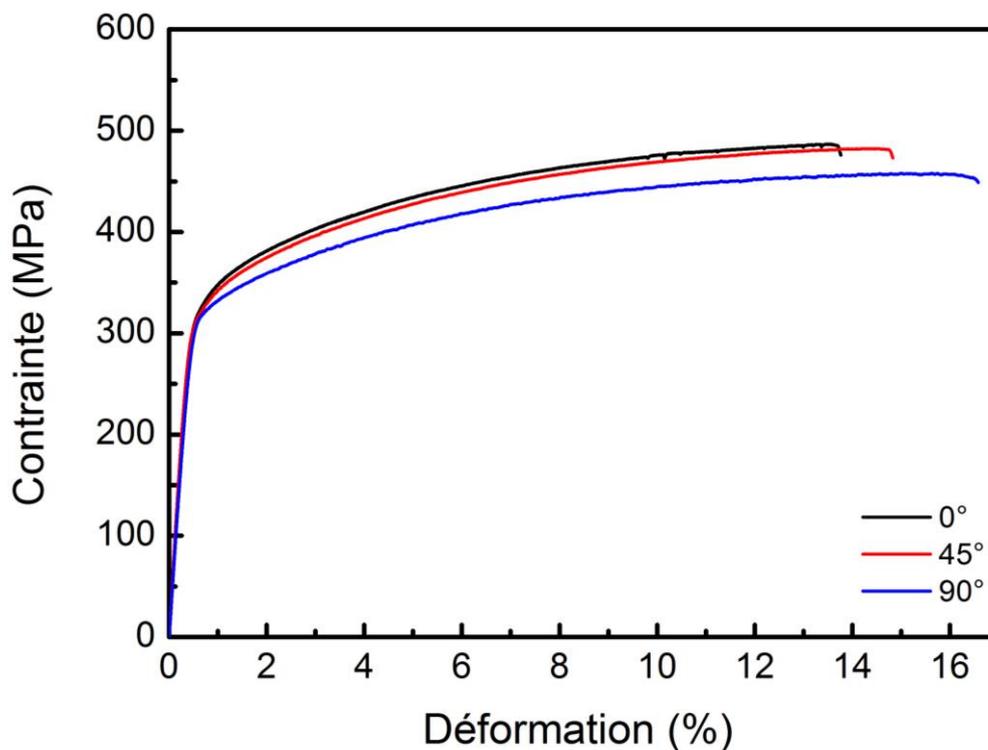
Avec,  $l_0$  et  $l_f$  sont l'allongement initial et final, respectivement.

Au niveau des courbes  $[\sigma - \varepsilon]$  représentées dans les **Figures III.1 et III.2**, nous remarquons bien l'existence de deux paliers ; le palier élastique et le palier plastique. Les paramètres mécaniques de chaque essai de traction réalisé sur les éprouvettes prélevées selon les trois

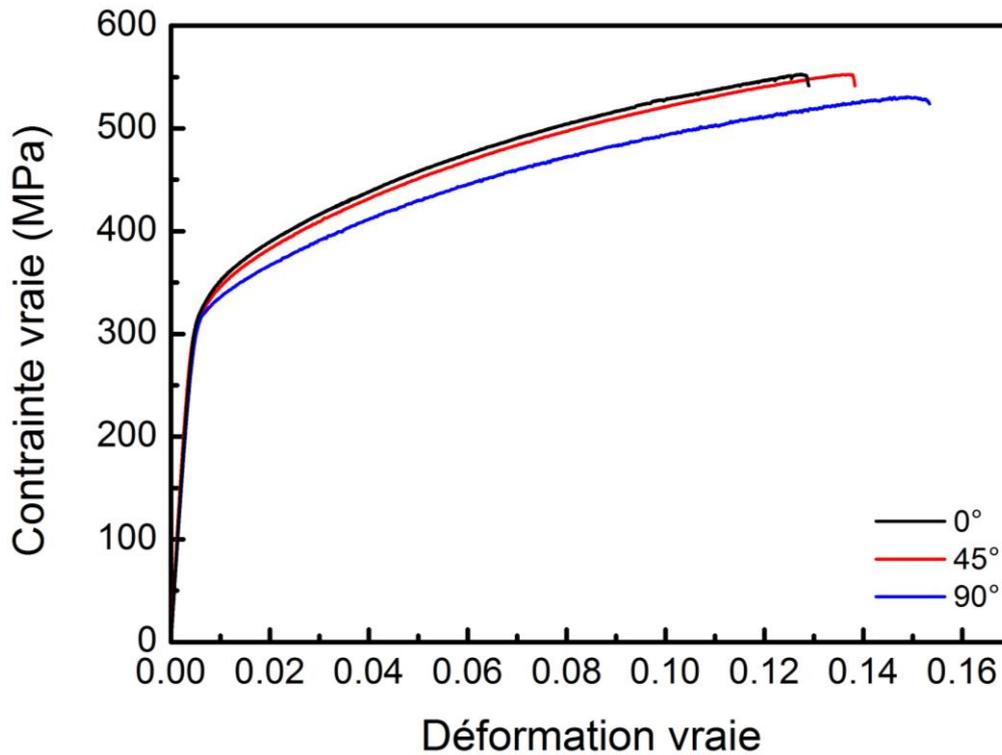
directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$  sont regroupés dans le **Tableau III.1**. Les résultats sont comparables à ceux trouvés dans la littérature [2-4].

D'après les résultats présentés sur le **Tableau III.1**. Le module de Young montre une très faible variation en fonction des trois angles de prélèvement des éprouvettes dans le plan de la tôle. Cette variation est due à l'incertitude expérimentale causée par exemple par le glissement des éprouvettes durant l'essai de traction. Donc, nous pouvons dire que le module de Young est constant, même observation est faite pour la limite élastique. Par conséquent, le module de Young et la limite élastique sont indépendants de la direction, donc, le comportement élastique de l'AA2024-T3 est isotrope [5]. En revanche, la courbe de traction qui correspond à l'éprouvette prélevée selon la direction de laminage présente un allongement à la rupture plus faible que celui de la direction  $45^\circ/\text{DL}$  et DT ( $90^\circ/\text{DL}$ ). Cela est dû aux propriétés microstructurales, tel que la présence des précipités, de l'hétérogénéité de l'écroutissage et de la microtexture. Le palier plastique des trois courbes de traction évolue par ordre décroissant comme suit ;  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  ensuite  $90^\circ/\text{DL}$ . Ces résultats confèrent au matériau un caractère anisotrope dans le sens où le seuil de la plasticité dépend de la direction de sollicitation.

Une autre méthode expérimentale basée sur le calcul des coefficients de Lankford  $R$ , nous permet de caractériser l'anisotropie plastique de la tôle.



**Figure III.1** Courbe de traction conventionnelle de AA2024-T3 selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$



**Figure III.2** Courbe de traction rationnelle de AA2024-T3 selon les directions 0°, 45° et 90°/DL

**Tableau III.1** Propriétés mécaniques de l'alliage AA2024-T3 selon les directions 0°, 45° et 90°/DL

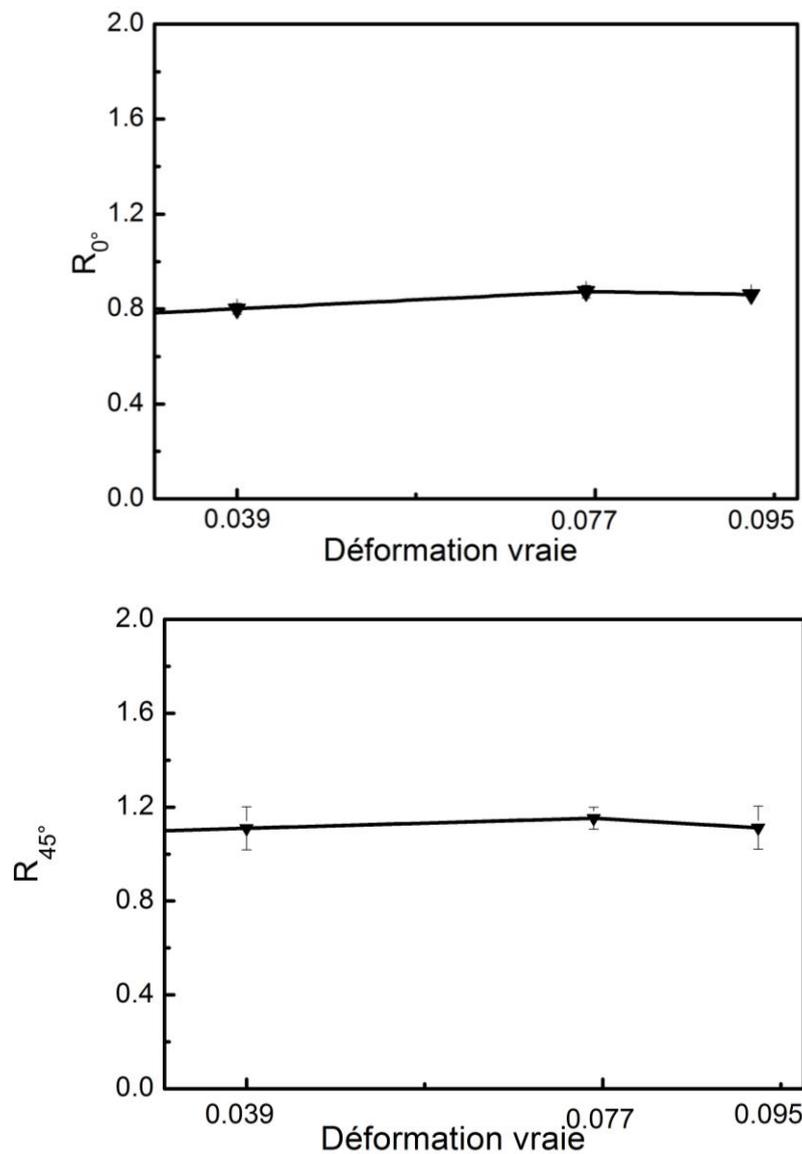
Direction (°/DL)	Module de Young $E$ (GPa)	Limite élastique $R_{e0.2\%}$ (MPa)	Résistance maximale $R_m$ (MPa)	Déformation à la rupture $A\%$
<b>0</b>	74	324	487	13.4
<b>45</b>	79	321	483	14.3
<b>90</b>	75	315	493	15.8

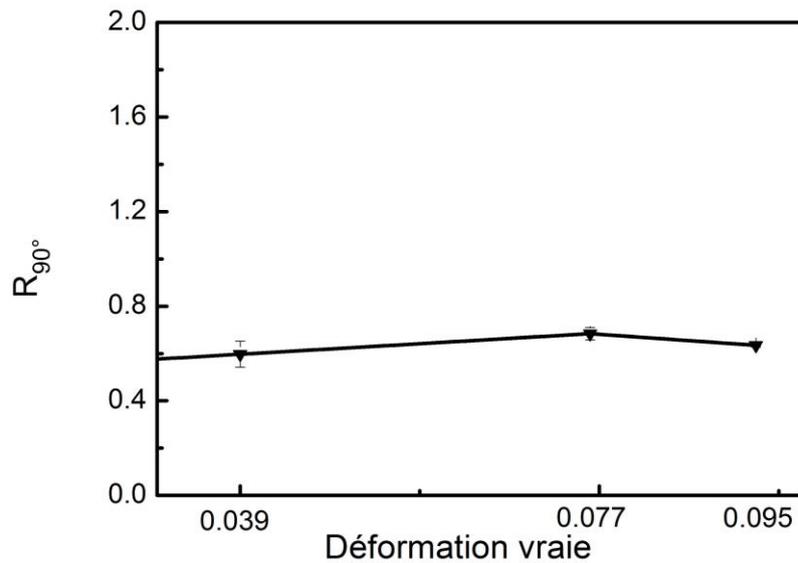
### III.1.3. Calcul des coefficients de Lankford

L'anisotropie est caractérisée par le biais d'un coefficient, dit, le coefficient de Lankford  $R$  qui permet de mesurer le degré d'emboutissabilité d'un matériau. Lors d'un essai de traction, ce coefficient est le rapport entre l'incrément de la déformation dans la direction transverse  $\varepsilon_2$  (déformation en largeur) et l'incrément de la déformation dans la direction normale  $\varepsilon_3$  (déformation en épaisseur) d'une éprouvette de tôle dans une direction par rapport à la DL. Nous

rappelons que les équations qui définissent  $R$ ,  $\bar{R}$  et  $\Delta R$  sont indiquées par les équations (I.6), (I.7) et (I.8), respectivement, déjà présentées au niveau du chapitre I section I.3.1 (b). La présente section (III.1.3) qui présente le calcul des coefficients de Lankford de l'alliage d'AA2024-T3 a fait l'objet d'une partie de notre article scientifique déjà publié [6].

Les coefficients de Lankford ont été calculés pour chaque déformation selon les trois directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ . La **Figure III.3** présente la variation des valeurs du coefficient de Lankford en fonction de la déformation. Les courbes ne montrent pas des variations significatives de  $R$  en fonction de la déformation. Par conséquent, dans le but d'obtenir les valeurs de  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$ , une réalisation d'une interpolation linéaire est faisable.



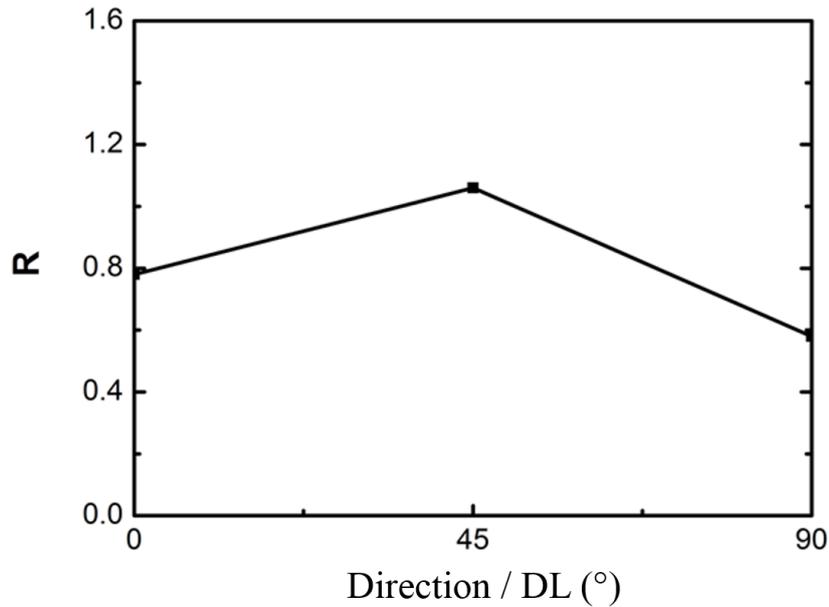


**Figure III.3** Variation de  $R$  en fonction du niveau de déformation pour les trois directions

La **Figure III.4** montre la variation des coefficients de Lankford dans les trois directions. Les résultats montrent que la valeur maximale du coefficient de Lankford est à la direction de  $45^\circ/\text{DL}$  et son minimum est à la direction de  $90^\circ/\text{DL}$ . Selon les directions  $0^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ , les valeurs de  $R$  sont inférieures à 1. Ce qui signifie que dans l'AA2024-T3, la déformation en largeur est plus faible que dans l'épaisseur. Cependant, à  $45^\circ/\text{DL}$ , la valeur  $R$  est supérieure à 1. Donc, la déformation en largeur est plus importante que dans l'épaisseur. De plus, le  $\bar{R}$  donné dans le **Tableau III.2**, est inférieur à l'unité indique que le matériau a subi une déformation hétérogène plus importante dans l'épaisseur que dans le plan de déformation. La valeur du coefficient d'anisotropie plane  $\Delta R$  (Cf. **Tableau III.2**) indique que l'alliage d'AA2024-T3 a une faible aptitude à la mise en forme [7]. Les résultats précédents confirment que la tôle AA2024-T3 telle que reçue est clairement plastiquement anisotrope dans le plan de la tôle.

**Tableau III.2** Coefficients de Lankford  $R$  en fonction des trois directions

	Direction ( $^\circ/\text{DL}$ )			$\bar{R}$	$\Delta R$
	0	45	90		
$R$	0.78	1.06	0.58	0.87	0.38



**Figure III.4** Coefficients de Lankford en fonction de 0°, 45° et 90°/DL

Chastel *et al.* [8] ont caractérisé l'anisotropie plastique d'une tôle d'alliage d'aluminium-magnésium à température ambiante et ont obtenu des valeurs  $R$  de 0.82, 0.70 et 0.58 dans les directions 0°, 45° et 90°/DL, respectivement. De plus, Ji *et al.* [9] ont déclaré que la valeur  $R$  de l'alliage AA6061-T5 était de 0.47, 0.45 et 0.56 dans les directions de 0°, 45° et 90°/DL, respectivement. On cite aussi, Abd El-Aty *et al.* [10] qui ont calculé les coefficients de Lankford dans une tôle de AA2060-T8 laminée en utilisant des essais de traction pour différentes vitesses de déformation. Ils ont trouvé des coefficients de Lankford compris entre 1.09 et 1.18 pour des vitesses de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  -  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  et entre 1.36 et 1.46 pour des vitesses de déformation comprises entre  $10^3 \text{ s}^{-1}$  et  $4.10^3 \text{ s}^{-1}$ . Les coefficients de Lankford obtenus dans la présente étude pour l'alliage d'AA2024-T3 sont cohérents avec ceux obtenus par les références trouvées dans cette étude.

Dans l'AA2024-T3, la valeur  $\bar{R}$ , qui représente la sévérité de l'anisotropie, augmente de 28 % entre DL et 45°/DL et diminue d'environ 48 % entre 45° et 90°/DL. Beausir *et al.* [11] ont étudié l'anisotropie plastique de l'alliage d'AA6016 à grain ultrafin produit après 8 cycles de déformation plastique sévère - laminage accumulés (ARB en anglais Accumulated Roll Bonding). Ils ont utilisé des essais de traction pour estimer le paramètre de Lankford  $R$ . Les auteurs ont constaté que la variation de la valeur  $\bar{R}$  entre DL et 45°/DL était d'environ 89 % et d'environ 60 % entre 90° et 45°/DL.

### III.1.4. Détermination expérimentale des paramètres du critère de plasticité anisotrope « critère de Hill48 »

Comme il est déjà détaillé dans le chapitre I - section (I.3.1 (a)), le critère quadratique de Hill [12] s'exprime par les équations (I.4) et (I.5). En contrainte principale,  $\sigma_{eq}^H$  s'écrit par l'équation (III.5) et les quatre paramètres de Hill à déterminer sont  $H$ ,  $F$ ,  $G$  et  $N$ , et  $L = M = N$ . Les valeurs des coefficients de Lankford  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$  et  $R_{90^\circ}$  permettent de calculer rapidement les coefficients du critère anisotrope de Hill, par les équations (I.9), (I.10), (I.11) et (I.12) déjà présentées au niveau du chapitre I, section (I.3.1 (b)). Les coefficients de Hill sont calculés et présentés dans le **Tableau III.3**.

$$\sigma_{eq}^H = \sqrt{(G + H)\sigma_{11} - 2H\sigma_{11}\sigma_{22} + (H + F)\sigma_{22}^2 + 2N\sigma_{12}^2} \quad (\text{III.5})$$

**Tableau III.3** Identisation des paramètres de Hill à partir des coefficients de Lankford dans les trois directions

<b>F</b>	<b>G</b>	<b>H</b>	<b>L</b>	<b>M</b>	<b>N</b>
0.7555	0.5618	0.4382	2.3151	2.3151	2.3151

### III.1.5. Simulation et validation de l'anisotropie plastique

Le critère de plasticité le plus adapté à l'anisotropie plastique des matériaux est le critère de Hill [12]. Une dissociation de chaque direction principale est réalisée par les coefficients  $F$ ,  $G$ ,  $H$ ,  $L$ ,  $M$  et  $N$  définies par la fonction seuil. Le logiciel Abaqus<sup>TM</sup> utilise la technique des éléments finis pour simuler des essais et étudier le comportement mécanique des matériaux. Le modèle de Hill implémenté dans Abaqus<sup>TM</sup> a été utilisé afin de valider les résultats de l'étude expérimentale d'anisotropie de l'alliage d'aluminium AA2024-T3.

Les essais de traction effectués sur les éprouvettes en aluminium AA2024-T3 ont été modélisés par le modèle d'anisotropie à l'aide du code Abaqus<sup>TM</sup>. Une simulation 3D des éprouvettes de traction a été réalisée selon les étapes suivantes ; le maillage a été effectué avec l'élément hexahedral linéaire de type C3D8. Ensuite, les conditions aux limites ont été introduites.

La partie élastique de l'AA2024-T3 a été simulée en faisant entrer le module de Young estimé expérimentalement et le coefficient de poisson  $\nu = 0.33$  [13]. Ultérieurement, la partie plastique est réalisée par les résultats expérimentaux de  $[\sigma - \varepsilon]$ . Finalement, l'anisotropie est

simulée en appliquant le potentiel de Hill implémenté dans le code Abaqus<sup>TM</sup>. Nous avons introduit au niveau de la matrice du potentiel, les limites élastiques  $R_{11}$ ,  $R_{22}$ ,  $R_{33}$ ,  $R_{12}$ ,  $R_{13}$ ,  $R_{23}$  calculées par le biais des coefficients de Lankford  $R_{0^\circ}$ ,  $R_{45^\circ}$ ,  $R_{90^\circ}$  [14], selon les équations (III.6), (III.7), (III.8) et (III.9), respectivement. Le **Tableau III.4** résume les limites élastiques calculées à partir des coefficients de Lankford.

$$R_{11} = R_{13} = R_{23} = 1 \quad (\text{III. 6})$$

$$R_{22} = \sqrt{\frac{R_{90^\circ}(R_{0^\circ} + 1)}{R_{0^\circ}(R_{90^\circ} + 1)}} \quad (\text{III. 7})$$

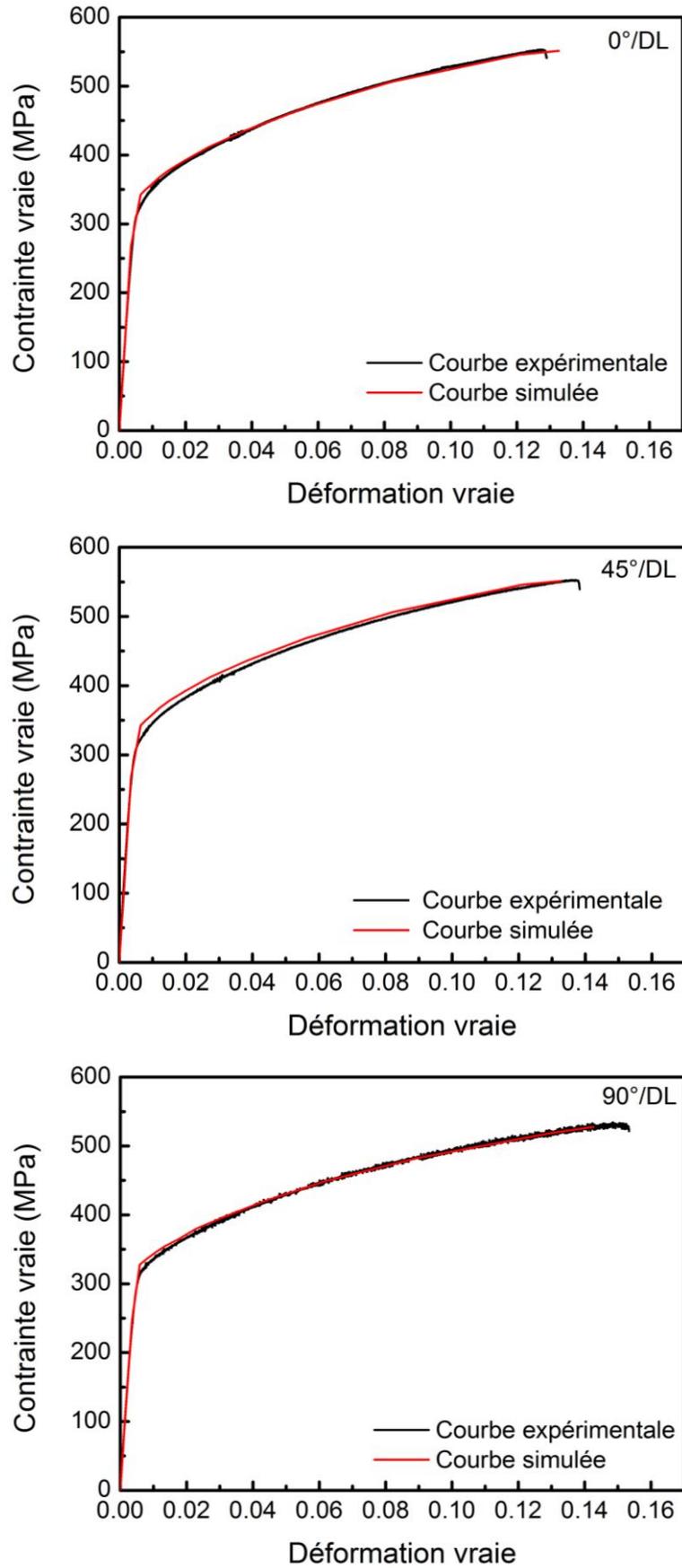
$$R_{33} = \sqrt{\frac{R_{90^\circ}(R_{0^\circ} + 1)}{R_{0^\circ} + R_{90^\circ}}} \quad (\text{III. 8})$$

$$R_{12} = \sqrt{\frac{3R_{90^\circ}(R_{0^\circ} + 1)}{(2R_{45^\circ} + 1)(R_{0^\circ} + R_{90^\circ})}} \quad (\text{III. 9})$$

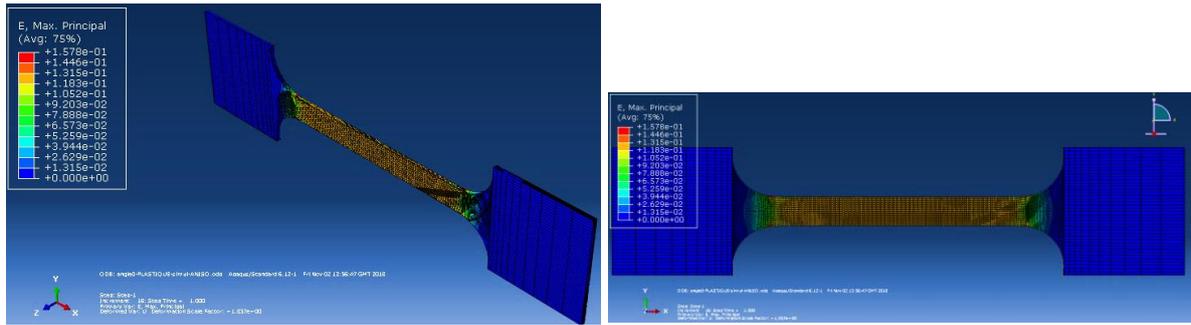
**Tableau III.4** Limites élastiques du potentiel de Hill

$R_{11}$	$R_{22}$	$R_{33}$	$R_{12}$	$R_{13}$	$R_{23}$
1	1.098	1.024	0.927	1	1

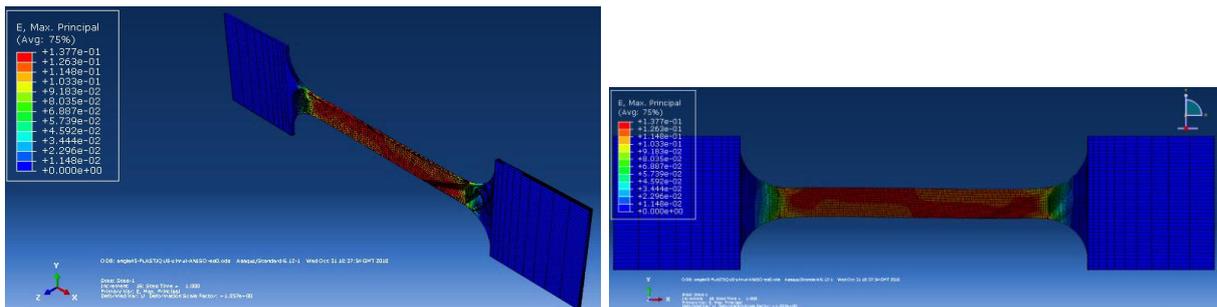
Les limites élastiques du potentiel du Hill aident à ajouter l'effet de l'anisotropie plastique à la simulation de l'essai de traction selon les trois directions. Les résultats de la simulation sont représentés sur les **Figures III.5 – III.8**. La partie plastique et élastique de la courbe expérimentale et simulée selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL sont bien superposées. Donc, le model basé sur les limites élastiques du potentiel de Hill déjà calculées ( $R_{11}$ ,  $R_{22}$ ,  $R_{33}$ ,  $R_{12}$ ,  $R_{13}$  et  $R_{23}$ ) décrit bien le comportement anisotrope de AA2024-T3.



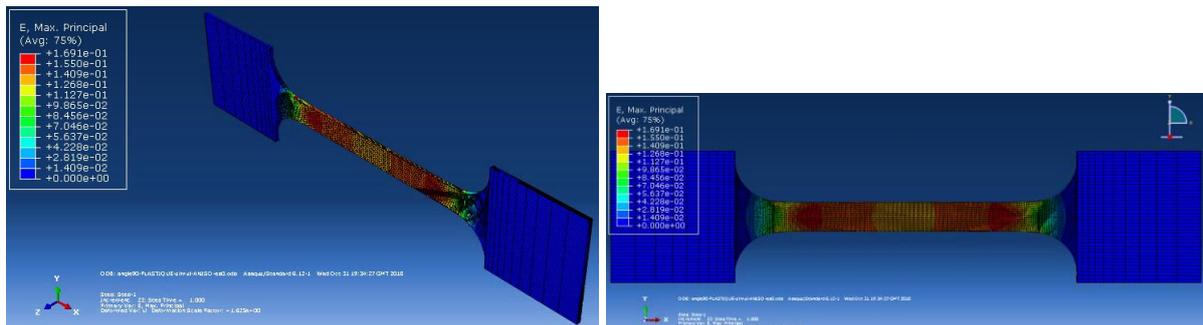
**Figure III.5** Courbes de traction expérimentales et simulée après l'implémentation du potentiel de Hill selon les directions 0°, 45° et 90°/DL



**Figure III.6** Epreuve de traction en AA2024-T3 simulée à une déformation de 4% selon la DL



**Figure III.7** Epreuve de traction en AA2024-T3 simulée à une déformation de 4% selon la direction 45°/DL



**Figure III.8** Epreuve de traction en AA2024-T3 simulée à une déformation de 4% selon la direction 90°/DL

Les coefficients du critère de Hill peuvent être calculés à partir des limites élastiques du potentiel de Hill selon les équations suivantes [14] :

$$F = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{R_{22}^2} + \frac{1}{R_{33}^2} - \frac{1}{R_{11}^2} \right) \quad (\text{III. 10})$$

$$G = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{R_{33}^2} + \frac{1}{R_{11}^2} - \frac{1}{R_{22}^2} \right) \quad (\text{III. 11})$$

$$H = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{R_{11}^2} + \frac{1}{R_{22}^2} - \frac{1}{R_{33}^2} \right) \quad (\text{III. 12})$$

$$F = \frac{3}{2R_{23}^2} \quad (\text{III. 13})$$

$$M = \frac{3}{2R_{13}^2} \quad (\text{III. 14})$$

$$N = \frac{3}{2R_{12}^2} \quad (\text{III. 15})$$

En rappelant qu'en contrainte principale, les quatre paramètres de Hill sont  $H$ ,  $F$ ,  $G$  et  $N$ , et  $L = M = N$ . Les coefficients de Hill calculés expérimentalement par le critère de Hill à partir des coefficients de Lankford (Cf. *Tableau III.3*) et ceux tirés à partir des limites élastiques du potentiel de Hill (Cf. *Tableau III.5*) sont relativement identiques. Ce qui permet de valider les résultats obtenus.

**Tableau III.5** Identification des paramètres de Hill48 à partir des limites élastiques du potentiel de Hill

<b>F</b>	<b>G</b>	<b>H</b>	<b>L</b>	<b>M</b>	<b>N</b>
0.7555	0.5618	0.4382	2.0550	2.0550	2.0550

### III.1.6. Conclusion

- ✓ D'après la variation des courbes de traction ainsi que les propriétés mécaniques dans le plan de la tôle, une anisotropie du comportement plastique a été démontrée.
- ✓ L'anisotropie plastique a été caractérisée par les coefficients de Lankford. La variation des coefficients de Lankford  $R$  selon les directions de sollicitation indique que le comportement de l'AA2024-T3 est anisotrope dans le domaine plastique.
- ✓ Les paramètres et les résultats expérimentaux de l'AA2024-T3 ont permis de valider le critère anisotrope de l'alliage en utilisant un modèle mathématique implémenté dans le logiciel de calcul par éléments finis [14]. Les résultats de la simulation numérique sont en bon accord avec les résultats expérimentaux.
- ✓ Les coefficients  $R$  indiquent que pour toutes les conditions de déformation, le matériau présente un changement significatif de texture décrite par le paramètre Lankford par rapport à la direction de l'essai.

**PARTIE 2 :**  
**Analyse expérimentale et prédiction de l'écrouissage**  
**isotrope**

## III.2 PARTIE 2 : Analyse expérimentale et prédiction de l'érouissage isotrope

### III.2.1. Introduction

Lors des opérations de mise en forme, la déformation plastique induit l'érouissage de la tôle. Cet érouissage, qualifié d'isotrope peut être modélisé par plusieurs équations. Nous citons à titre d'exemple les modèles d'Hollomon [15], de Swift (ou de Krupkowsky) [16], de Ludwik [17] et de Voce [18-19]. Le modèle de comportement à adapter doit reproduire au mieux le comportement réel du matériau étudié. En effet, il doit modéliser avec précision l'ensemble des mécanismes physiques observés lors de la mise en forme des tôles minces c'est à dire l'anisotropie et la variation des paramètres d'érouissage en changeant la direction de sollicitation.

L'objectif de cette partie de thèse est de comprendre, d'examiner et de prédire le comportement d'érouissage de l'alliage AA2024-T3 sous l'effet de l'anisotropie et cela pour des déformations supérieures à 20%. Donc, à partir des résultats des courbes de  $[\sigma - \varepsilon]$  utilisés dans la partie 1, des modélisations ont été effectuées à partir des lois d'érouissage  $\sigma = f(\varepsilon)$  isotrope simples reliant la contrainte équivalente et la déformation plastique équivalente. Ensuite, une analyse de l'instabilité plastique affectée par le comportement anisotrope est obtenue (i) en effectuant la prédiction en se basant sur la loi d'érouissage isotrope appropriée et expérimentalement (ii) en traçant les intersections des courbes  $[\sigma - \varepsilon]$  et  $[\theta - \varepsilon]$ . Finalement, afin d'affiner la partie modélisation, la courbe de Kocks est bien identifiée à différents niveaux de déformations et directions.

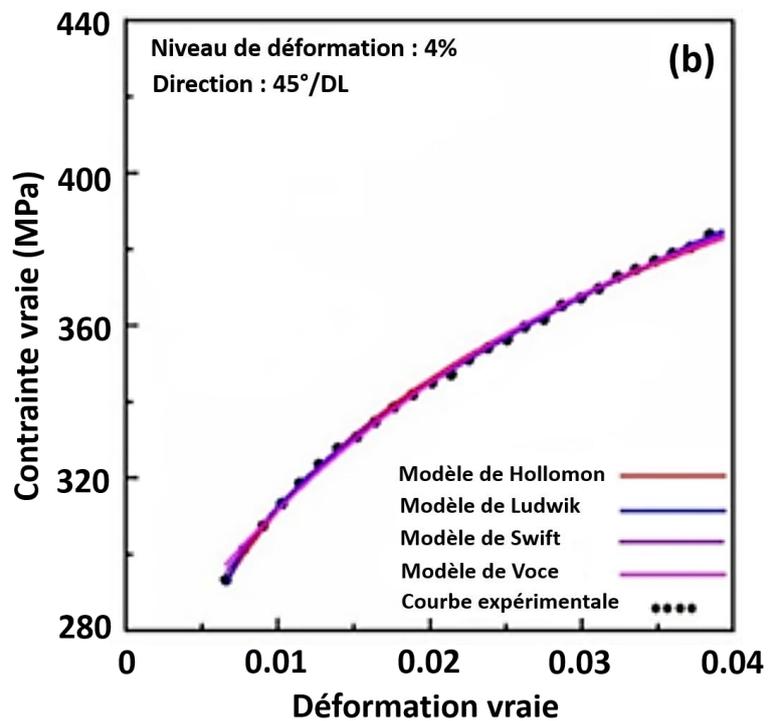
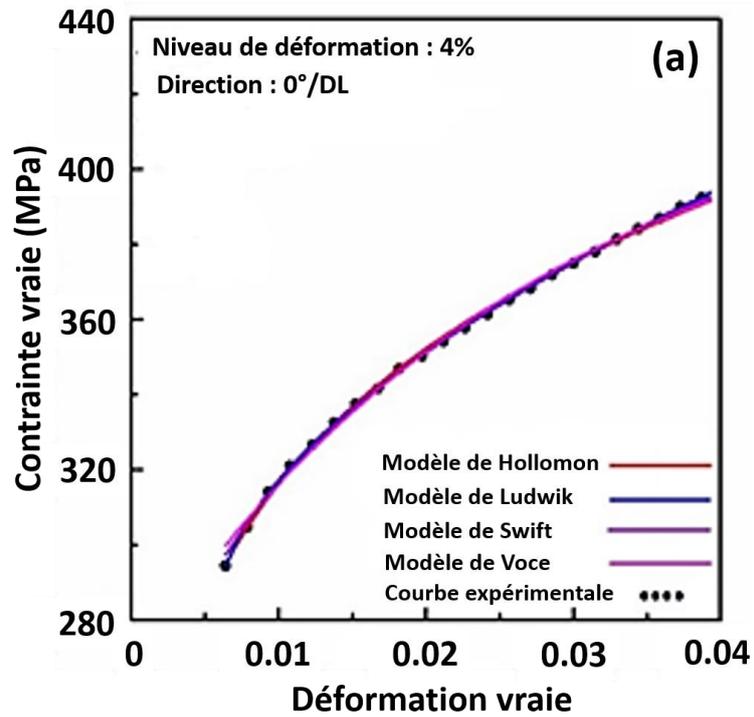
### III.2.2. Identification des paramètres des lois d'érouissage isotrope

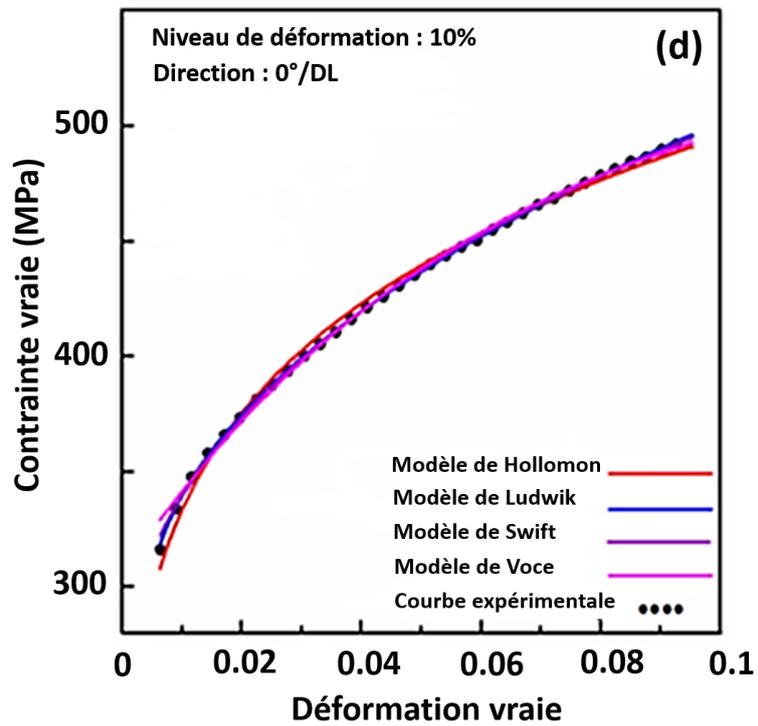
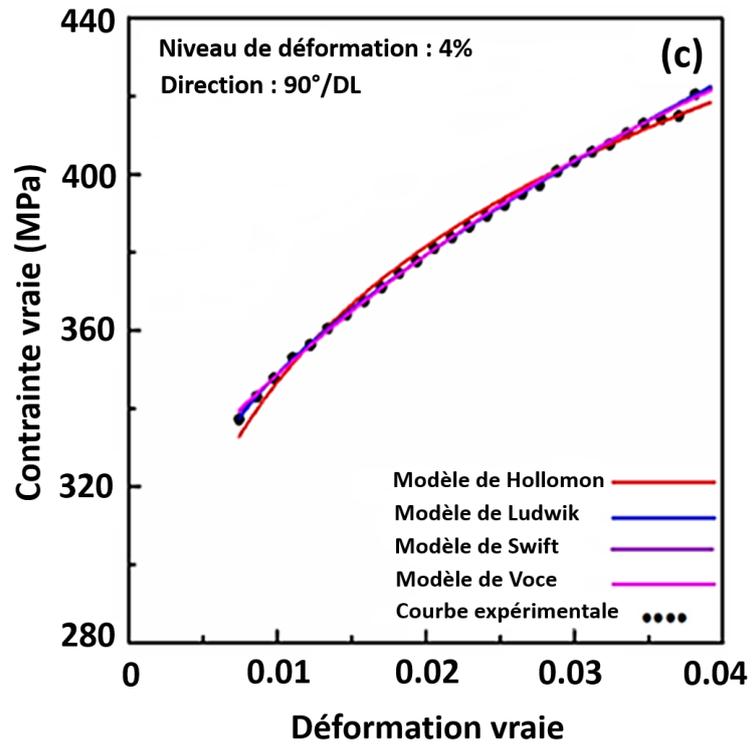
Les lois d'érouissage relient la contrainte équivalente et la déformation plastique équivalente. Les lois d'érouissage isotrope empiriques usuelles sont récapitulées dans le chapitre I, section (I.3.1 (c)). Les données expérimentales des essais de traction ont été fournies par les niveaux de déformation de 4%, 8% et 10% selon les différentes directions. La **Figure III.9** illustre les courbes de  $[\sigma - \varepsilon]$  typiques pour l'alliage d'AA2024-T3. Le programme d'ajustement des courbes est basé sur la méthode des moindres carrés. Il utilise en entrée, des données numériques de contrainte-déformation et une série de plages de déformation à analyser. Dans chacune des plages de déformation spécifiées, des ajustement de courbe sont effectués par les quatre modèle d'érouissage isotrope : la loi de Hollomon [15], la loi de Ludwick [20], la loi de Swift [16] et la loi de Voce [18-19]. Dans tous les cas examinés, la modélisation montre que

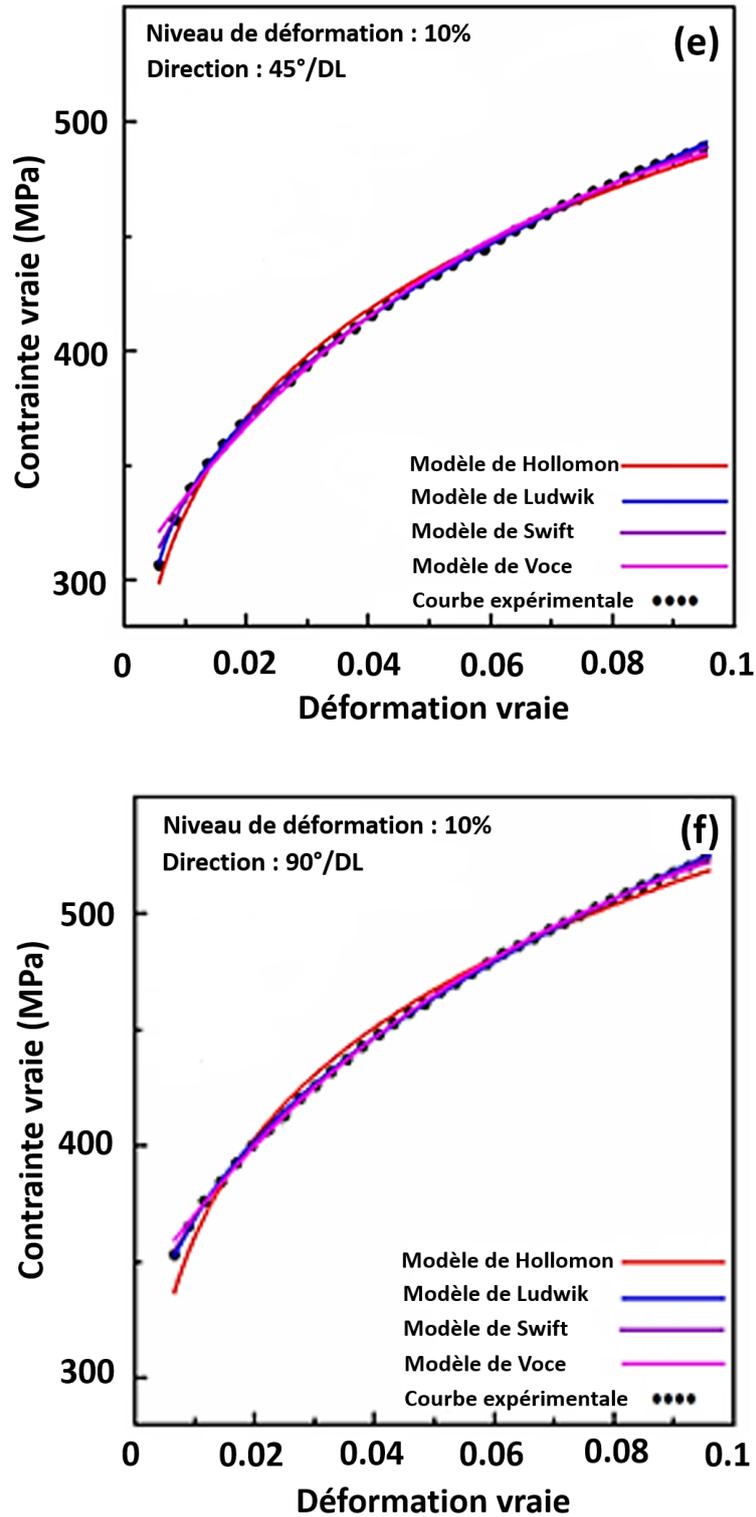
le comportement d'érouissage de la tôle d'alliage d'AA2024-T3 est bien décrit par les lois de Voce et de Ludwick, comme il est montré dans la **Figure III.9**. Pour plus de précision, la loi de Ludwick est valable aux faibles niveaux de déformation tandis que la loi de Voce décrit bien le comportement d'érouissage à des déformations moyennes et élevées.

Comme l'indiquent les courbes de la **Figure III.9**, aux faibles déformations, les courbes modélisées selon la loi de Ludwick ont tendance à se rapprocher des données expérimentales, mais aux déformations intermédiaires et supérieures, une loi d'érouissage empirique de type Voce décrit bien les données, ce qu'était le cas selon les différentes directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL. Ce résultat est similaire à celui du travail de R.H. Wagoner *et al* [21], dans lequel les auteurs ont utilisé l'équation de Swift et de Voce pour décrire les courbes de  $[\sigma - \varepsilon]$  d'un alliage d'AA2036-T4.

En outre, la réduction de la vitesse d'érouissage avec l'augmentation de la déformation est en accord qualitatif avec le travail de Laukonis et Ghosh [22] dans l'alliage d'AA2036-T4. Aghaie-Khafri [23] a trouvé le même comportement pour les alliages d'AA8011 et d'AA3105 en utilisant les lois de puissance et de Voce. Ceci est opposé à l'ajustement de Voce, qui a un meilleur accord avec les points expérimentaux en montrant un comportement de saturation à des niveaux de déformation élevés. Ceci est dû au fait que l'équation de Voce est physiquement plus réaliste car elle peut être dérivée de la prise en compte de la dynamique des dislocations [23-25].







**Figure III.9** Comparaison représentative de l'ajustement entre un ensemble de données de contrainte-déformation en traction et les lois d'érouissage de l'alliage d'AA2024-T3 à (a-b-c) faibles déformations selon les trois directions et (d-e-f) à fortes déformations selon les trois directions.

Le **Tableau III.6** donne les paramètres des modèles d'érouissage isotrope pour les trois directions de sollicitation. Les lois d'érouissage isotropes ont permis de prédire avec une précision les contraintes et de modéliser le comportement mécanique de l'AA2024-T3 dans les différentes directions. En outre, le **Tableau III.7** montre la moyenne des paramètres des lois d'érouissage résultant de la modélisation. La loi d'érouissage isotrope de Ludwick est la plus adaptée pour les faibles déformations. En revanche, la loi de Voce décrit le comportement aux moyennes et supérieures déformations et cela pour les trois niveaux de déformation plastique selon les trois directions.

**Tableau III.6** Paramètres d'érouissage isotrope selon les trois directions 0°, 45° et 90°/DL

		Hollomon	Ludwick	Swift	Voce	
0°/DL	$k$	703	691	757	$\sigma_s$	499
	$\sigma_I$	-	284	-	$\sigma_I$	299
	$n$	0.16	0.5	0.19	$n_v$	25.10
$\varepsilon$	-	-	0.0173			
45°/DL	$k$	672	677	738	$\sigma_s$	486
	$\sigma_I$	-	275	-	$\sigma_I$	295
	$n$	0.16	0.51	0.20	$n_v$	23.23
$\varepsilon$	-	-	0.0084			
90°/DL	$k$	726	796	843	$\sigma_s$	557
	$\sigma_I$	-	310	-	$\sigma_I$	347
	$n$	0.15	0.53	0.21	$n_v$	19.45
$\varepsilon$	-	-	0.0132			

**Tableau III.7** Moyennes des paramètres des lois d'érouissage isotrope

		Hollomon	Ludwick	Swift	Voce	
$k$		701	721	779	$\sigma_s$	514
$\sigma_I$		-	290	-	$\sigma_I$	314
$n$		0.16	0.51	0.2	$n_v$	22.59
$\varepsilon$		-	-	0.0130		

En se basant sur les paramètres d'érouissage, nous pouvons écrire les lois d'érouissage isotrope de Ludwick et de Voce qui caractérisent le comportement mécanique de l'alliage d'AA2024-T3.

La loi de Voce peut être écrite par les équations (III. 16), (III.17) et (III.18) pour les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL, respectivement. De même la loi de Ludwick est écrite par les équations (III. 19), (III.20) et (III.21).

$$\sigma = \sigma_s - (\sigma_s - \sigma_e) \exp(-n_v \varepsilon)$$

$$\sigma_{0^\circ}(\varepsilon) = 499 - (499 - 299) \exp(-25.10 \varepsilon) \quad (\text{III.16})$$

$$\sigma_{45^\circ}(\varepsilon) = 486 - (486 - 295) \exp(-23.23 \varepsilon) \quad (\text{III.17})$$

$$\sigma_{90^\circ}(\varepsilon) = 557 - (557 - 347) \exp(-19.45 \varepsilon) \quad (\text{III.18})$$

$$\sigma = \sigma_e + k \varepsilon^{n_L}$$

$$\sigma_{0^\circ}(\varepsilon) = 284 + 691 \varepsilon^{0.5} \quad (\text{III.19})$$

$$\sigma_{45^\circ}(\varepsilon) = 275 + 677 \varepsilon^{0.51} \quad (\text{III.20})$$

$$\sigma_{90^\circ}(\varepsilon) = 310 + 796 \varepsilon^{0.53} \quad (\text{III.21})$$

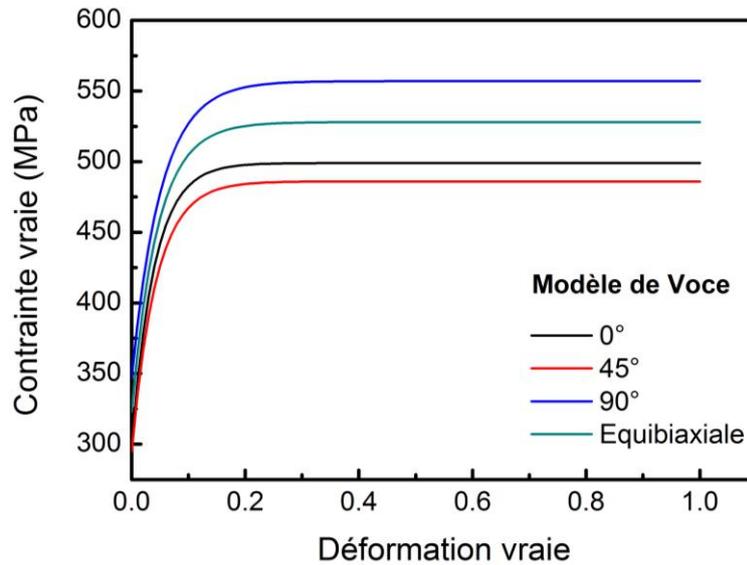
On note que  $\sigma_s$ ,  $\sigma_e$  et  $k$  sont en MPa.

La dispersion entre les résultats et les paramètres de la modélisation de Ludwick et de Voce des courbes de  $[\sigma - \varepsilon]$  dans les trois directions de chargement indique que le comportement de l'alliage d'AA2024-T3 est anisotrope dans le plan de la tôle. En outre, le travail cité dans la partie 1 de ce chapitre qui montre que l'alliage d'AA2024-T3 est anisotrope, par le biais de la non-uniformité des coefficients de Lankford  $R$ . Ce qui est confirmé par la variation des paramètres de la loi de Voce selon les différentes directions.

La loi d'érouissage isotrope de Voce nous a permis de prédire le comportement général d'érouissage de l'AA2024-T3 pour une déformation homogène très avancés supérieure à 20%. En plus, la modélisation du comportement nous a permis de prédire le comportement de l'alliage dans la direction équi-biaxiale. Dans le but de prédire et modéliser le comportement mécanique de l'alliage d'AA2024-T3 dans la direction équi-biaxiale, nous proposons d'estimer la contrainte équi-biaxiale  $\sigma_b(\varepsilon)$  en prenant la moyenne des résultats de la modélisation dans les deux autres directions  $0^\circ$  et  $90^\circ$ /DL selon l'équation (III.22), et ce à cause de l'absence des données expérimentales de la direction équi-biaxiale. Les résultats de la modélisation des

courbes d'érouissage isotrope de Voce jusqu'à 100% de déformations équivalentes selon les directions 0°, 45° et 90°/DL ainsi que la direction équi-biaxiale sont donnés par la **Figure III.10**.

$$\sigma_b(\varepsilon) = \frac{\sigma_{0^\circ}(\varepsilon) + \sigma_{90^\circ}(\varepsilon)}{2} \quad (\text{III.22})$$



**Figure III.10** Courbe d'érouissage isotrope de Voce jusqu'à 100% de déformation équivalente selon les directions 0°, 45° et 90°/DL

### III.2.3. Localisation de la contrainte et instabilité dans les essais de traction uniaxiale

L'instabilité plastique se manifeste par un écoulement plastique instable lors des essais mécaniques de matériaux tels que l'acier, les alliages à base d'aluminium, de cuivre et de magnésium [26]. Une instabilité plastique donnant lieu à un rétrécissement local peut se produire de manière similaire dans un matériau soumis à une contrainte biaxiale ou plane. Cette instabilité est importante dans les opérations d'emboutissage parce qu'elle détermine le degré d'amincissement que la tôle peut subir dans le processus du pressage, et elle a une importance similaire dans le processus de formage par étirage [16] comme le cas de notre étude. Ainsi qu'il est important de noter que les hétérogénéités de déformation sont les points critiques de la germination des grains recristallisés durant l'étape d'adoucissement [27-29].

La formabilité de la tôle a le plus souvent été exprimée par les valeurs du coefficient d'érouissage et le coefficient de Lankford déterminées à partir des essais de traction uniaxiale. Les résultats du comportement mécanique anisotrope peuvent être validés à l'aide de la

contrainte effective  $\sigma_e$  et de la déformation effective  $\varepsilon_e$ , en supposant une isotropie planaire. La condition générale d'instabilité est donnée par l'équation (III.23) [16].

$$\frac{d\sigma_e}{d\varepsilon_e} = \frac{\sigma_e}{Z} \quad (\text{III.23})$$

Avec  $Z$ , est une sous-tangente critique dépendant du rapport de contrainte, du paramètre d'anisotropie,  $R$ , et de l'instabilité [16,21-23,30-31].

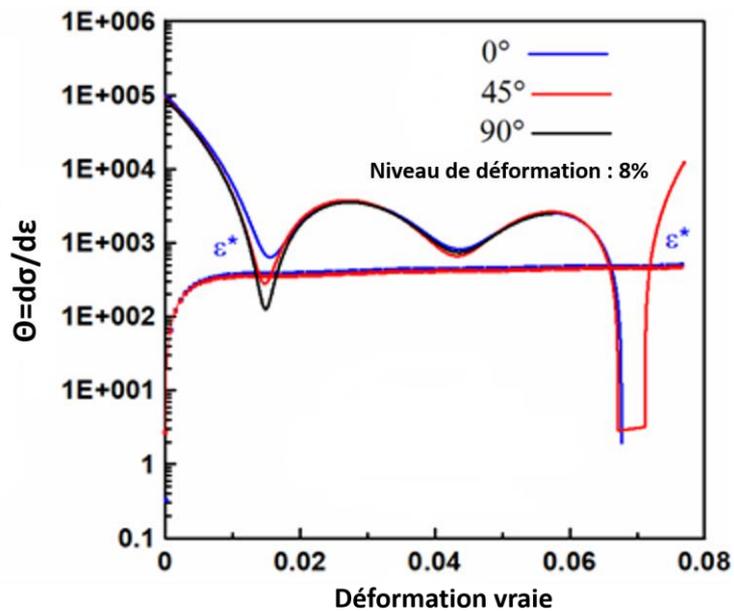
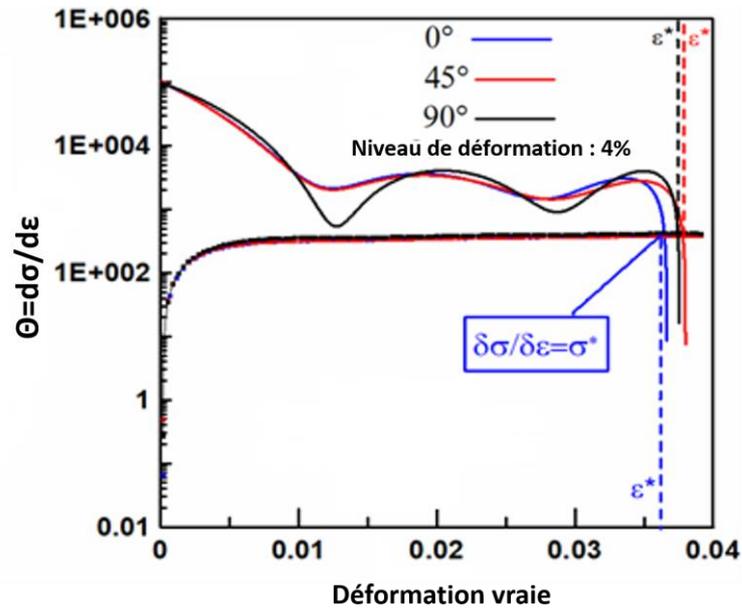
En appliquant la condition d'instabilité présentée par l'équation (III.23) à l'équation d'écroutissage isotrope de Voce (I.16), la déformation effective à l'instabilité  $\varepsilon_e^*$  sera donnée par l'équation (III.24).

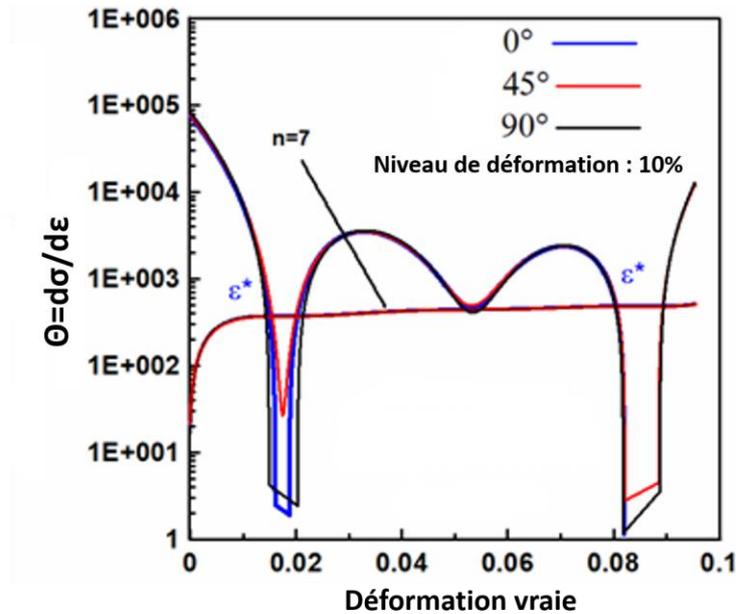
$$\varepsilon_e^* = \left(\frac{-1}{n_V}\right) Ln \left[ \frac{(\sigma_s - \sigma_e)(Z + 1)}{\sigma_s} \right] \quad (\text{III.24})$$

La **Figure III.11** montre que la localisation et l'instabilité de la déformation sont bien affectées par l'effet de la déformation appliquée selon une direction /DL. Plusieurs fluctuations d'écroutissage sont présentées à différentes déformations critiques et ce selon les trois directions. Tandis que les valeurs  $\varepsilon_e^*$  sont prédites à l'aide de l'équation (III.24) et déduites à partir des courbes  $[\sigma - \varepsilon]$  et  $[d\sigma/d\varepsilon = \theta - \varepsilon]$ , calculées des données Voce de la **Figure III.9**. La déformation à l'intersection de ces courbes est la déformation d'instabilité qui est montrée sur la **Figure III.11**.

À partir de l'intersection des courbes  $[\sigma - \varepsilon]$  et  $[\theta - \varepsilon]$ , la **Figure III.11** montre également que la capacité d'écroutissage de l'alliage AA2024-T3 augmente avec le niveau de la déformation. On observe plusieurs localisations de la déformation, considérées comme des points d'instabilité à la contrainte critique de  $\sigma^*$ . Avant que la contrainte n'atteigne une valeur de contrainte d'écoulement, des régions importantes sont soumises à des fluctuations de la contrainte totale. Elles sont appelées « cellules intérieures » dans la littérature [32]. Lorsque l'écroutissage passe à des valeurs plus faibles, la région dans laquelle la contrainte totale est plus faible s'agrandit avec l'effet de la direction. Dans toute la région où les contraintes totales sont plus faibles, toutes les dislocations qui sont présentes et libres doivent se déplacer vers l'arrière, provoquant un flux inverse, bien avant que la contrainte de flux soit atteinte dans la direction inverse (*Cf. Figure III.11*). Selon des résultats similaires et analysés dans le travail de Kocks-Mecking [33], on peut déduire de ces résultats que les fluctuations de l'écroutissage en fonction de la déformation sont élevées et avancées dans les régions dures, et plus faibles dans les régions ductiles, dans lesquelles les effets de boucles précipités-dislocations sont fortement interdépendants. On peut également observer que ces fluctuations sont influencées par l'effet

de l'anisotropie. En utilisant cette méthode numérique modifiée, il est possible de prédire les régions d'instabilité dans lesquelles la déformation est de plus en plus hétérogène pendant le mécanisme d'écroutissage de l'AA2024-T3 déformé à froid.





**Figure III.11** Taux de durcissement par déformation en fonction de la déformation dans les différentes directions 0°, 45°, et 90°/DL

#### III.2.4. Relation entre contrainte d'écoulement et écrouissage

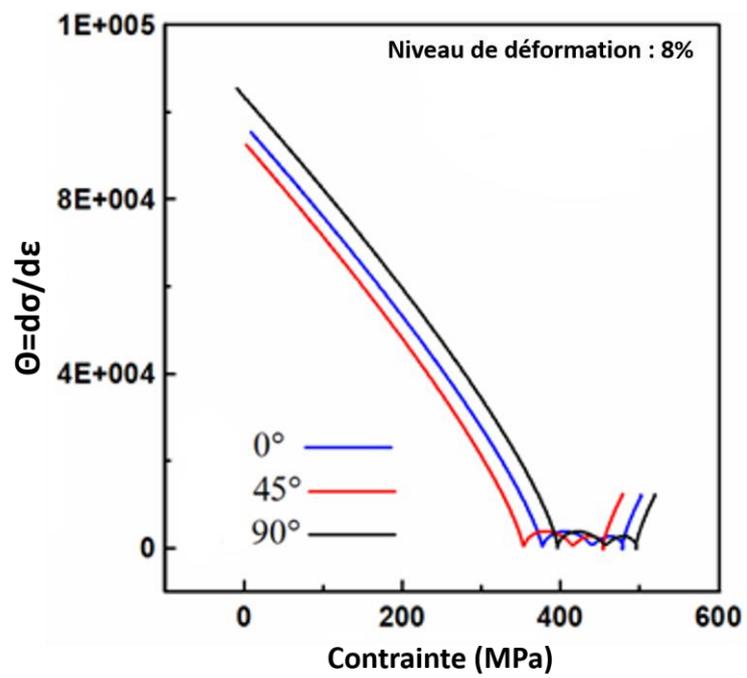
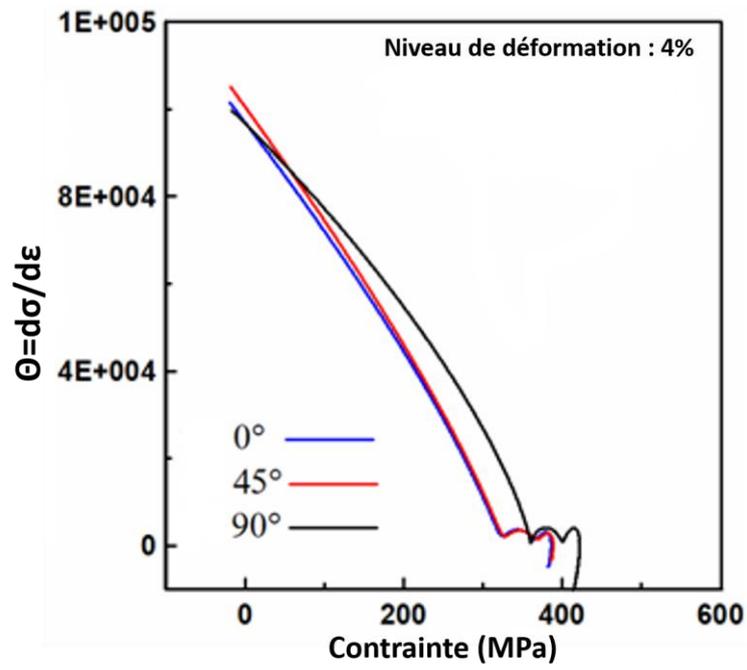
La relation de Voce [18-19] a attiré davantage l'attention en raison de l'interprétation fournie par Kocks-Mecking [33-34]. Les **Figures III.12** et **III.13** présentent l'évolution des courbes  $[\theta - \sigma]$  obtenues à partir des courbes de  $[\sigma - \varepsilon]$  données dans la **Figure III.9** après lissage numérique des données par la loi d'écrouissage isotrope de Voce. Ces courbes sont présentées en fonction des directions pour une déformation constante (*Cf. Figure III.12*) et en fonction des déformations pour une direction constante (*Cf. Figure III.13*).

Selon l'équation de Kocks [l'équation (II.1)] [33-34], une procédure alternative consiste à approximer chaque courbe  $[\theta - \sigma]$  par une tangente à la partie médiane et rectiligne. L'interception de la tangente avec l'axe des ordonnées donne une valeur fixe de  $\theta_0$ . L'interception sur l'axe  $\sigma$  est alors utilisée comme contrainte d'échelle. Dans le cas où la droite se vérifie pour tout le régime, la contrainte d'écoulement correspondrait à la loi de Voce. En rappelant que l'équation de Kocks est :

$$\theta = \theta_0 \left(1 - \frac{\sigma}{\sigma_s}\right) \quad (\text{II.1})$$

Cette mise à l'échelle particulière a été identifiée comme  $\sigma_s$ , telle qu'elle est indiquée dans la **Figure III.12**, pour le niveau de déformation de 10%, comme un exemple selon le travail de Kocks et Mecking [33].

Les courbes  $[\theta - \sigma]$  devraient être identiques à celles obtenues dans des directions différentes si l'état de contrainte n'influence pas l'écroutissage. Contrairement à ces analyses, les caractéristiques essentielles de l'écroutissage sont présentées pour différentes conditions de déformation. Dans la plupart des cas, le comportement évolue très différemment et il est influencé par les déformations et les directions de sollicitation. Ils commencent par un durcissement très dispersé avec la direction au stade III de manière similaire à celle des déformations, la diminution continue du durcissement au stade III suit un comportement de type Voce, dans le sens où dans ce régime, chaque courbe développe une partie approximativement droite pour chaque direction, cela suggère une limite d'état d'équilibre de la contrainte d'écoulement  $\sigma_s$  caractérisée par  $\theta = 0$  comme il est tracé dans la **Figure III.12** pour le niveau de déformation de 10%. Les **Figures III.12 et III.13** montrent quelques différences dans le niveau général de  $\sigma_s$  avec l'augmentation de la déformation, donc, il s'agit d'un effet transitoire. A partir de ces observations, il est important de noter que dans les polycristaux, les variations de la microstructure (distribution des orientations des grains, la taille des grains, la fraction et les orientations des précipités) peuvent affecter la  $\sigma_s$  ainsi que le taux de durcissement beaucoup plus à faible contrainte qu'à forte contrainte. Puisqu'elles influencent les processus du stade II beaucoup plus que les processus du stade III. Les déviations de la linéarité de  $\theta$  en fonction de  $\sigma$  à une plus grande contrainte sont suivies par l'apparition d'un coude plus ou moins net pour toutes les différentes directions, à partir duquel nous définissons le début d'une domination par les processus du stade IV, comme cela a été trouvé précédemment dans certains polycristaux [35].



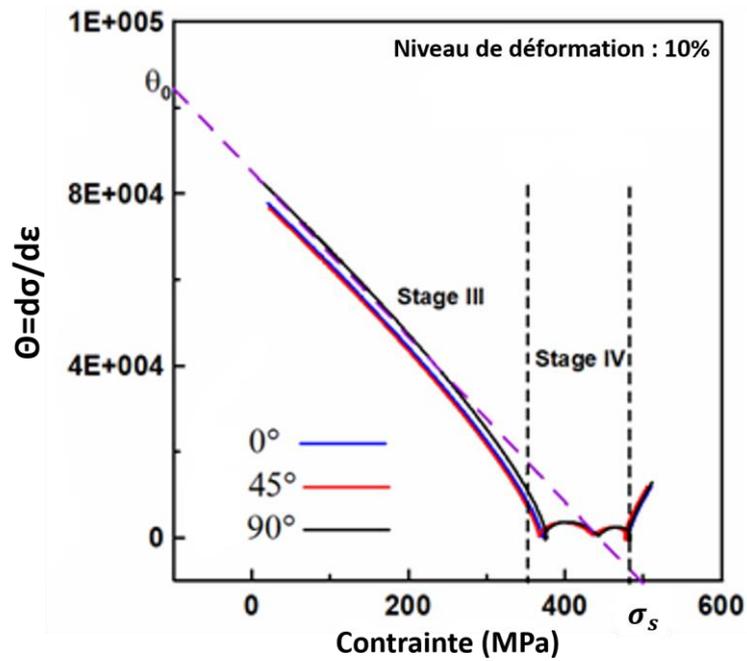
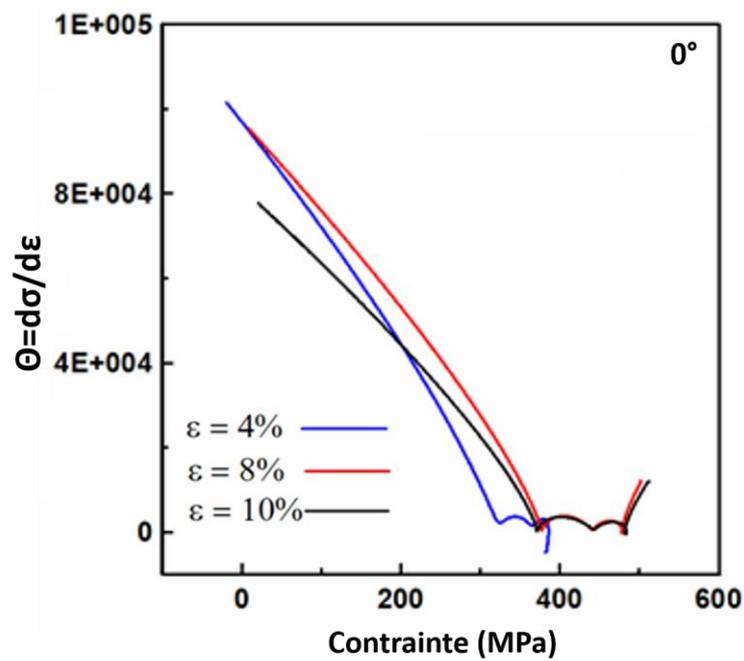
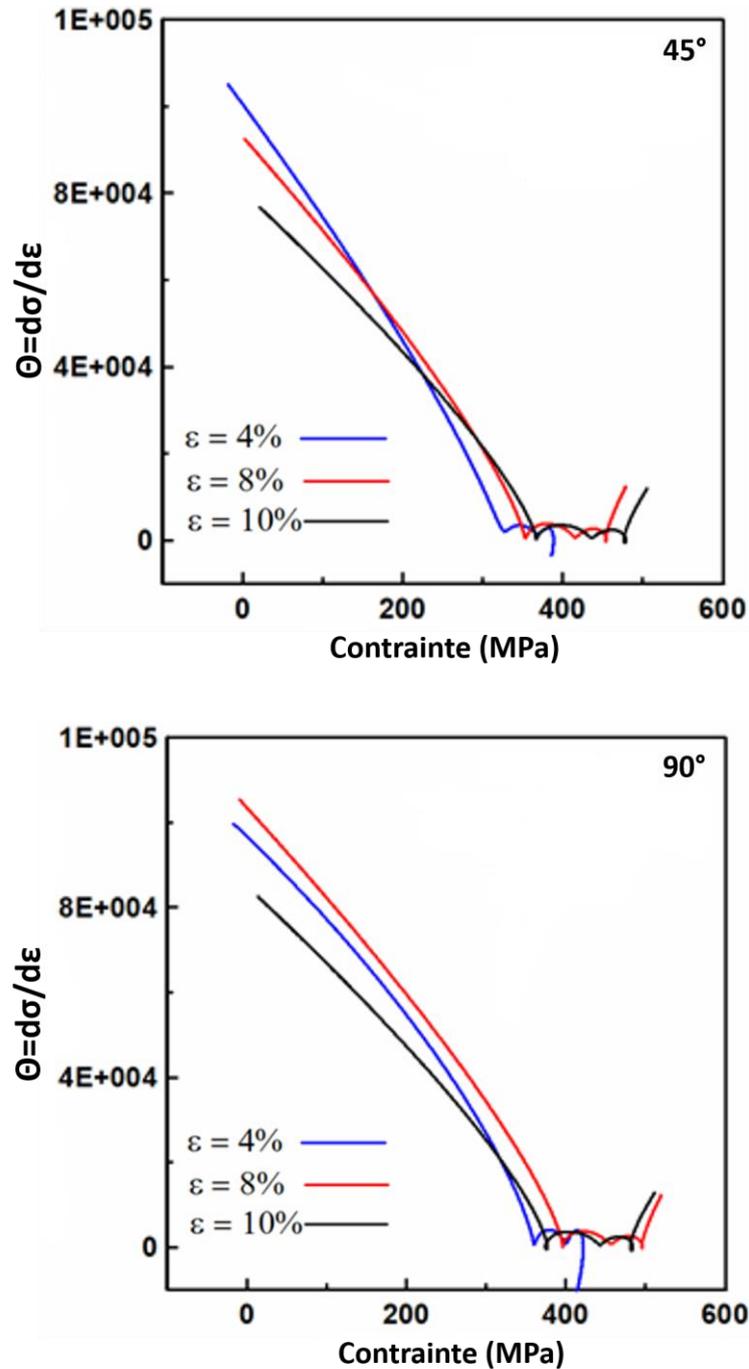


Figure III.12 Courbes  $[\theta - \sigma]$  en fonction des les trois directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL des trois niveaux de déformation





**Figure III.13** Courbes  $[\theta - \sigma]$  en fonction des trois niveaux de déformation des trois directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL

### III.2.5. Conclusions

- ✓ La modélisation de l'écrouissage de l'AA2024-T3 montre que la loi la plus adéquate est bien la loi de Ludwick à faible niveau de déformation, quant aux déformations moyennes et élevées, la loi la plus adéquate est bien celle de Voce. Les résultats montrent que les paramètres d'écrouissage isotrope varient en fonction de la direction de sollicitation. La

modélisation nous a permis de prédire le comportement d'écrouissage du matériau à des états de déformation homogène très avancée estimée supérieure à 20%.

- ✓ Les résultats indiquent que pour toutes les conditions de déformation, l'AA2024-T3 présente un changement significatif de texture tel que décrit par les valeurs R indiquées dans plusieurs directions par rapport à la DL et pour tous les niveaux de déformation, signifiant une forte anisotropie. En outre, le degré d'anisotropie normale corrélé aux niveaux d'écrouissage est identifié dans plusieurs localisations d'instabilité et de déformations hétérogènes.
- ✓ La variation du taux d'écrouissage de l'AA2024-T3 déformé avec différentes déformations et sous plusieurs directions à l'échelle macroscopique confirme les variations de texture dans ce matériau qui peuvent interagir de manière compliquée avec les paramètres de microstructure tels que la distribution et la nature des précipités, les joints de grains, la taille des grains et leurs distributions.

**PARTIE 3 :**  
**Evolution des paramètres microstructuraux de l'alliage  
d'aluminium AA2024-T3 après des essais de traction  
uniaxiale**

### III.3 PARTIE 3 : Évolution des paramètres microstructuraux de l'alliage d'aluminium AA2024-T3 après des essais de traction uniaxiale

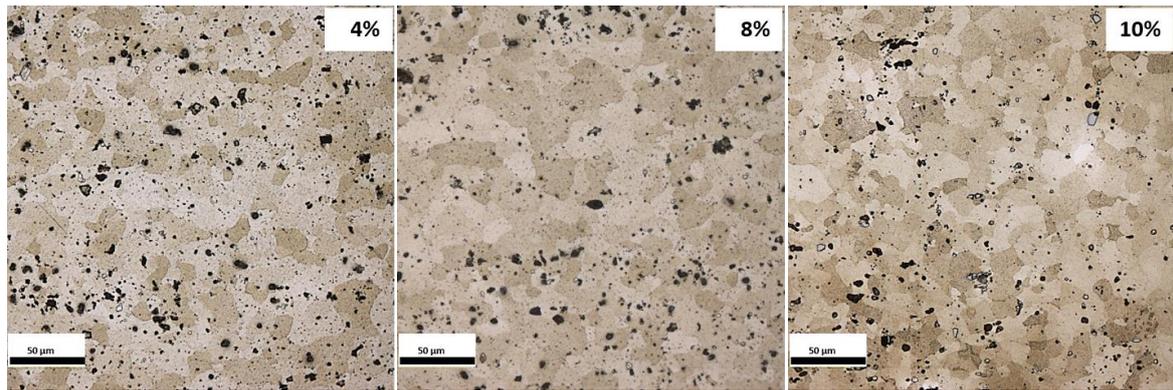
#### III.3.1. Introduction

Au cours de la mise en forme, les tôles d'alliage d'AA2024-T3 subissent un écrouissage. À l'échelle microstructurale plusieurs phénomènes peuvent se produire lors de l'écrouissage. On cite (i) le glissement des dislocations dans les plans jusqu'à la rencontre d'un obstacle, (ii) l'accumulation de contraintes causées par l'empilement de dislocations à un défaut ce qui amène à l'enchevêtrement des dislocations qui freine considérablement le déplacement des dislocations. En outre, la taille des cristallites, la microdéformation et la densité des dislocations sont des paramètres microstructuraux très importants, qui contrôlent l'évolution de la microstructure pendant la déformation plastique. Différentes techniques d'analyse des profils des raies de diffraction des rayons X (XRDLPA en anglais : X Ray Diffraction Line Profile Analysis) ont été largement appliquées avec succès pour l'évaluation des paramètres microstructuraux dans les métaux et les alliages déformés [36-38]. Cependant, l'influence de l'anisotropie plastique et le niveau de déformation par essai de traction sur l'évolution des paramètres microstructuraux est peu considérée dans la littérature.

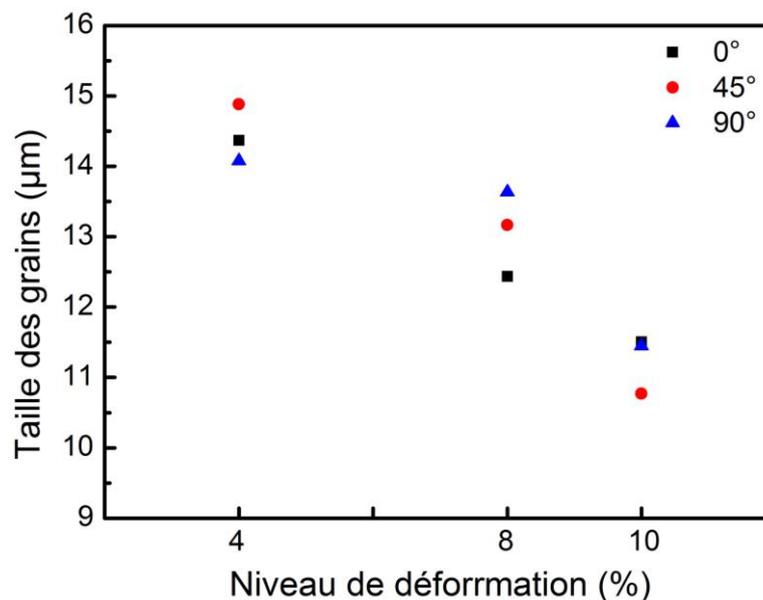
L'objectif de cette partie est l'analyse et la détermination de l'effet du niveau de déformation et l'anisotropie plastique sur l'évolution des paramètres microstructuraux par la caractérisation XRDLPA et la méthode d'affinement de Rietveld [39].

#### III.3.2. Caractérisation microstructurale de l'AA2024-T3 à l'état écroui

La **Figure III.14** montre les microstructures optiques de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la direction de laminage. On observe la présence des taches noires avec une distribution non-uniforme. Ces taches peuvent représenter des porosités ou des particules de seconde phase. Les particules peuvent être des précipités intermétalliques au Cuivre, Magnésium, Manganèse ou le Silicium. On cite comme un exemple  $Al_2Cu$ ,  $Al_2CuMg$ , et  $Mg_2Si$ , ces mêmes particules de seconde phase ont déjà été observées par Qi *et al.* [40] et Lin *et al.* par des analyses de diffraction des rayons X [41]. La taille des grains des états déformés à 4%, 8% et 10% selon les trois directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/DL$  est donnée sur la **Figure III.15**. La taille des grains diminue en augmentant le niveau de déformation quel que soit la direction de chargement. Tandis que la taille des grains est légèrement variable en changeant la direction pour le même niveau de déformation.



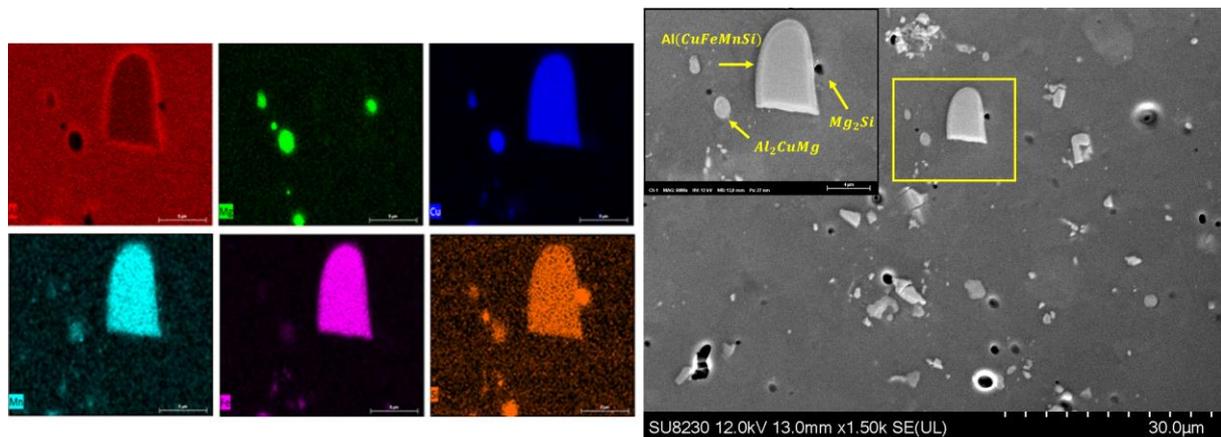
**Figure III.14** Microstructures optiques de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la DL



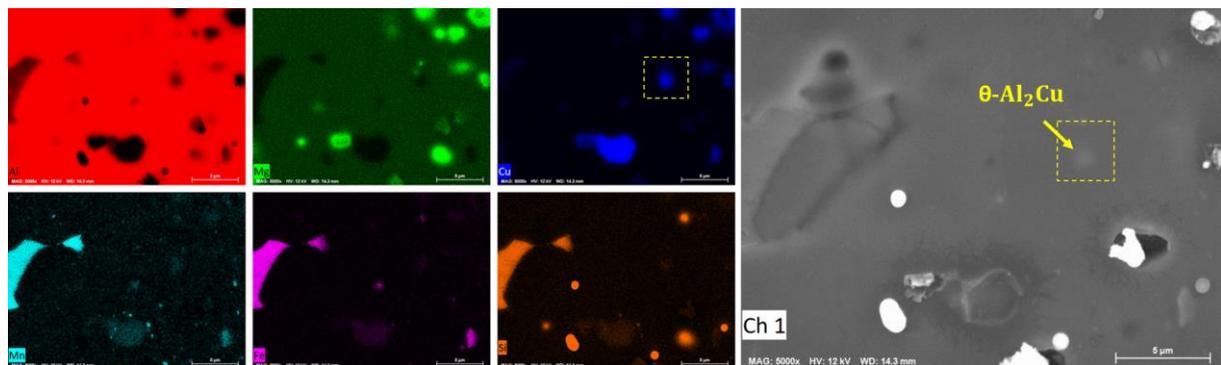
**Figure III.15** Taille des grains de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la DL

Afin d'identifier les particules observées ci-dessus, le microscope électronique à balayage a été utilisé. La micrographie MEB et les cartes EDS correspondantes de l'AA2024-T3 déformé 8% selon la direction de laminage sont représentées dans la **Figure III.16**. Les particules de seconde phase identifiées par cette investigation sont  $S-Al_2CuMg$ ,  $Mg_2Si$  et  $Al(CuFeMn)$  sous forme de particules ovales grises, des blocs de couleur noire et des blocs blancs de forme polygonale, respectivement. L'ensemble des particules sont d'une dimension micrométrique. Ils sont appelés « des particules intermétalliques » qui sont stables à haute température [42-43]. L'alliage d'AA2024-T3 est constitué aussi des particules de seconde phase d'une dimension nanométrique. Donc, dans le but de les observer, il est nécessaire d'effectuer des caractérisations très avancées. Au niveau de notre travail de thèse, on a utilisé la TKD qui a été utilisée pour la première fois au sein du laboratoire CM2P-ÉTS. La **Figure III.17** représente la

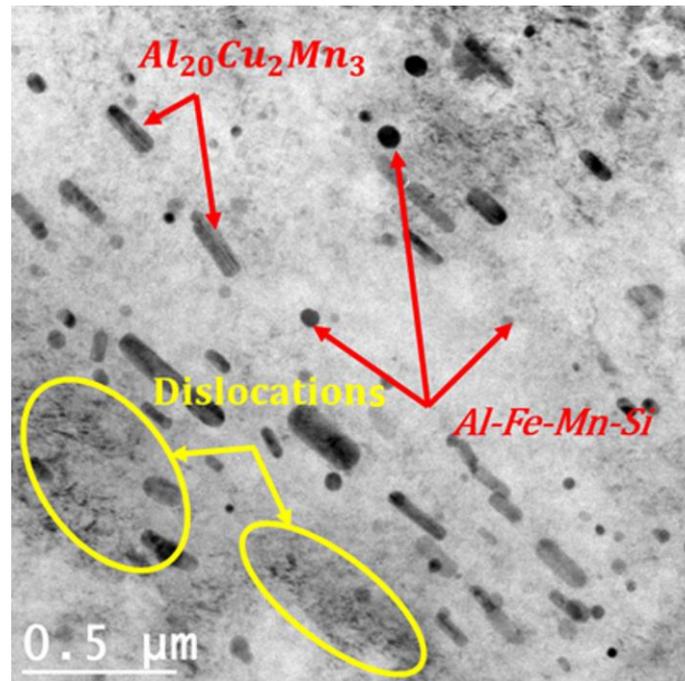
micrographie TKD et les cartes EDS correspondantes de AA2024-T3 déformé à 8% selon la direction de laminage. Des particules de  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  d'une dimension nanométrique sont observées au niveau de la micrographie TKD. Les particules de  $\theta$  sont montrées par des flèches jaunes sur la **Figure III.17**. Afin de parfaire l'analyse microscopique et d'investiguer les particules nanoscopiques, la MET couplée à l'EDS a été effectuée. La **Figure III.18** montre la micrographie MET de l'alliage d'AA2024-T3 du même état déjà caractérisé par la TKD. La micrographie MET révèle des nanoparticules de  $\text{T-Al}_{20.67}\text{Cu}_2\text{Mn}_{3.33}$  sous forme de bâtonnet et d'autres particules d'une forme ovale composées de  $\text{Al} - \text{Fe} - \text{Mn} - \text{Si}$ . Également, la microscopie MET révèle des zones avec des concentrations élevées de dislocations réparties d'une manière hétérogène. Elles sont montrées avec des cercles jaunes sur la **Figure III.18**. La concentration de dislocation est due à la déformation plastique exercée sur la tôle d'alliage AA2024-T3.



**Figure III.16** Micrographie MEB et les cartes EDS correspondantes de l'AA2024-T3 déformé 8% selon la DL



**Figure III.17** Micrographie TKD et les cartes EDS correspondantes de l'AA2024-T3 déformé à 8% selon la DL



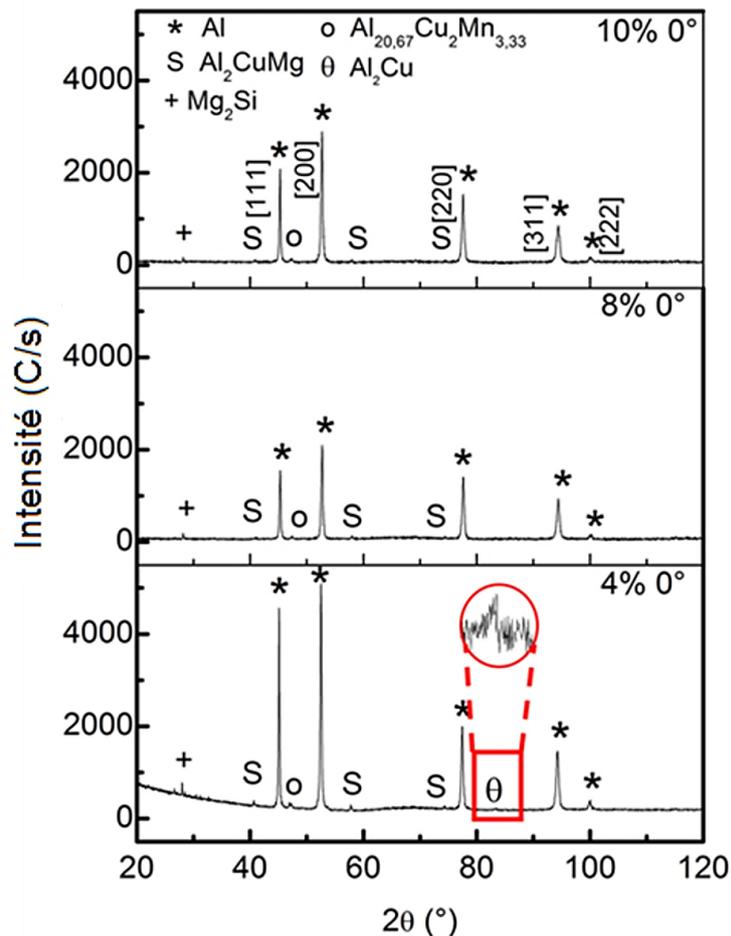
**Figure III.18** Micrographie TEM de l'AA2024-T3 déformé à 8% selon la DL

### III.3.3. Caractérisation des échantillons par diffraction des rayons X

Les **Figures III.19 et III.20** présentent les diffractogrammes obtenus de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  /DL. Après l'identification avec le logiciel High Score plus à l'aide des fiches ASTM, nous remarquons clairement la présence des cinq premières raies caractéristiques  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{311\}$  et  $\{222\}$  d'une structure CFC qui correspond à la matrice (Al). Nous avons observé d'autres raies de diffraction d'autres structures, ce qui prouve l'existence et la présence des phases précipitées suivantes ;  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ ,  $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$ ,  $\text{Al}_{20.67}\text{Cu}_2\text{Mn}_{3.33}$  et  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Selon Qi *et al.* [40] les phases  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  et  $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$  sont présentes dans les alliages AA2024. Cependant, Lin *et al.* [41] ont trouvé uniquement la phase  $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$  par identification XRD. L'indexation des phases par les caractérisations XRD confirme les résultats des investigations faites par la microscopie optique, la MEB, la TKD et la MET.

Les diffractogrammes donnés par la **Figure III.19** montrent que l'intensité des raies caractéristiques varie selon la direction. Tandis que la **Figure III.20** montre que pour une seule direction fixe par exemple la direction de laminage, l'intensité des raies caractéristiques diminue en augmentant le niveau de déformation exercée par essai de traction uniaxiale. En outre, les **Figures III.19 et III.20** notent clairement la présence des pics associés à la phase  $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$  et l'absence de tous les pics associés à la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  sauf pour l'état déformé à 4% selon la direction de laminage. Ceci peut être expliqué par la faible fraction volumique de

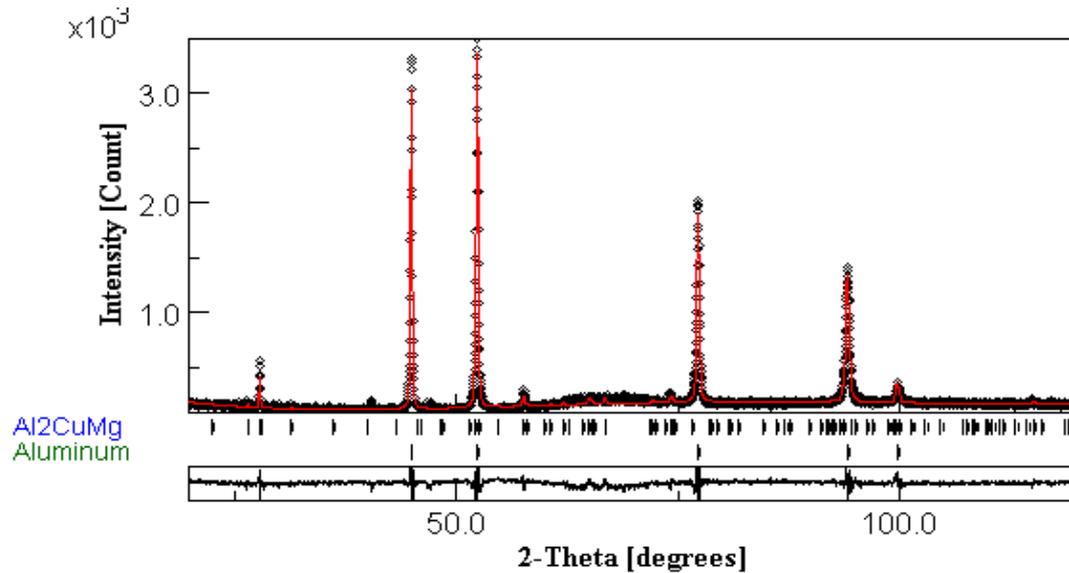




**Figure III.20** Diffractogrammes de l'AA2024-T3 déformé à 4, 8 et 10% selon la DL

### III.3.4. Détermination des paramètres microstructuraux

Les diffractogrammes sont discontinus. L'espace entre chaque point correspond au pas de mesure. L'interprétation de ces mesures est généralement réalisée en modélisant le signal mesuré par une fonction analytique. L'affinement des paramètres de la fonction est effectué de telle manière que profil calculé correspond au profil expérimental. Le programme MAUD basé sur l'affinement de Rietveld [39] permet de donner une moyenne des paramètres microstructuraux comme la taille des cristallites et les microcontraintes. La **Figure III.21** donne le diffractogramme XRD obtenu par l'ajustement du profil Rietveld. Il est représenté par la ligne rouge. La ligne noire qui se trouve au-dessous est la différence entre la courbe expérimentale et théorique. Elle donne une information visuelle sur la qualité de l'ajustement.



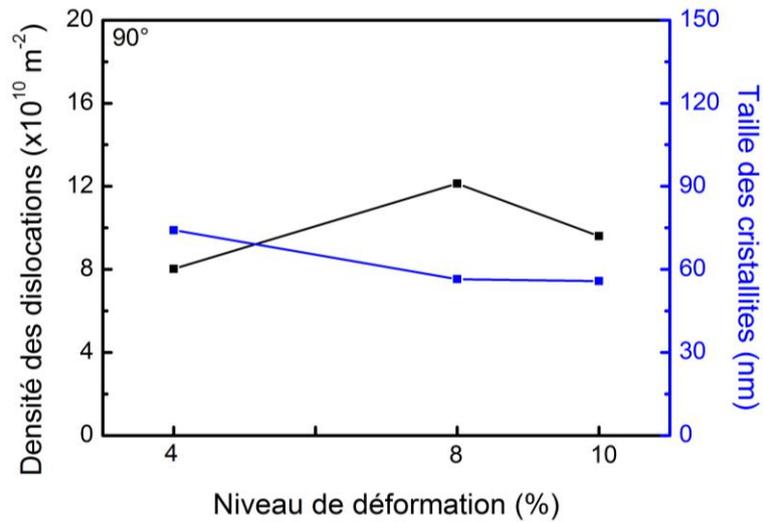
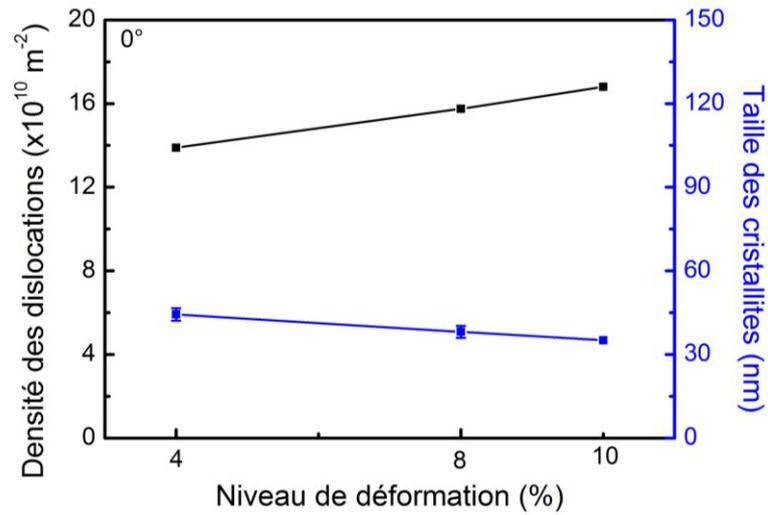
**Figure III.21** Diffractogramme XRD ajusté par la méthode de Rietveld implémentée dans le programme MAUD

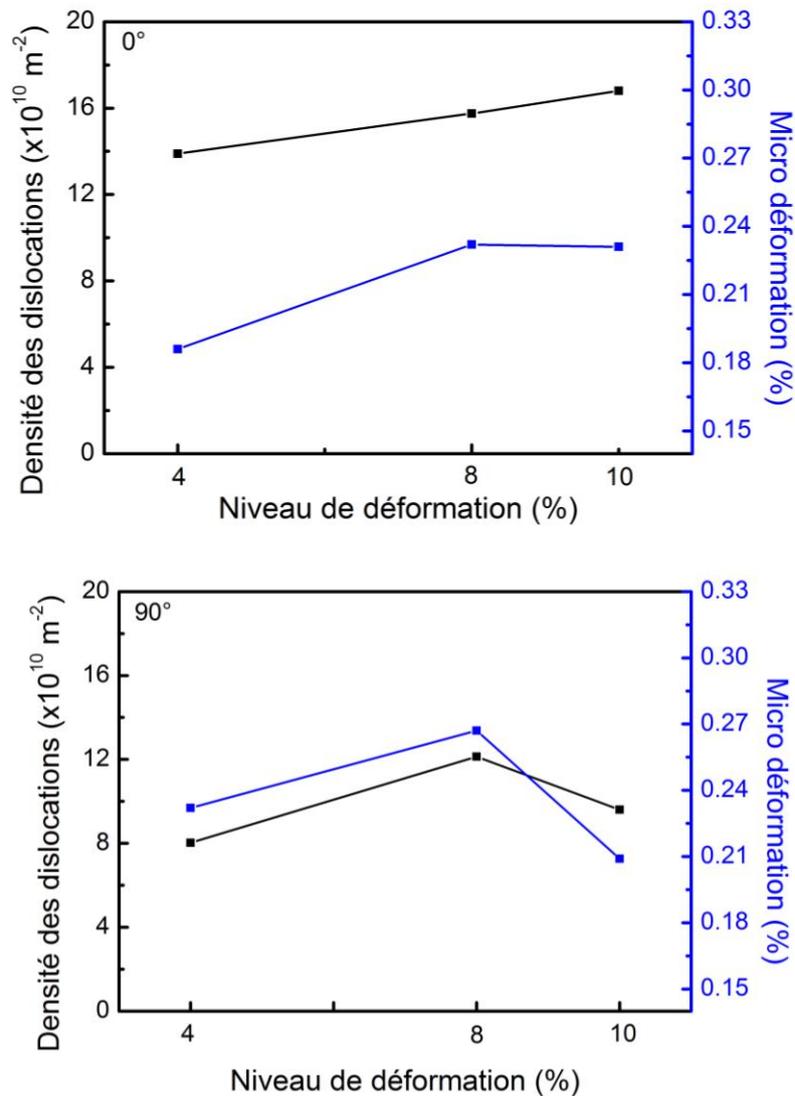
Les valeurs des paramètres microstructuraux sont obtenues par le raffinement de Rietveld [39]. Ensuite, la densité de dislocation est calculée par l'équation (II.6) [38,44] (donnée dans le chapitre 2, section II.3.3 (b)).

L'évolution des paramètres microstructuraux en fonction du niveau de déformation est dressée sur la **Figure III.22**. Au cours de la déformation plastique, le niveau de déformation a une influence sur l'évolution des paramètres microstructuraux. La quantité de déformation a provoqué une diminution de la taille des cristallites, accompagnée par une augmentation des valeurs de la microdéformation et de la densité de dislocations. La même tendance a également été observée dans la littérature [36,45]. Ceci est expliqué par le fait que le niveau de déformation augmente, l'activité des systèmes de glissement augmente dans l'alliage d'aluminium. Par conséquent, la densité de dislocation augmente. D'après les résultats donnés dans la **Figure III.22**, un point critique est apparu. Il correspond à l'état déformé à 10% selon la direction 90°/DL, où plus la déformation est importante, plus la taille des cristallites est grande, plus les valeurs de la microdéformation et la densité des dislocations sont petites.

On sait que plus la quantité de déformation est importante, plus la taille des domaines cohérents est petite [36]. Par conséquent, les microdéformations et la densité de dislocation dans le matériau augmentent en fonction du niveau de déformation. Ce phénomène est expliqué par le mécanisme de durcissement par écrouissage qui est défini par le regroupement des dislocations dans les parois et les forêts [36]. Lors d'une déformation à froid, la microstructure évolue en fonction de la quantité de déformation. Au cours du premier stade de déformation, les grains se

subdivisent, changent de forme et s'allongent selon la direction de sollicitation. Une sous-structure de dislocation apparaît à l'intérieur des grains, dépendant de leur orientation cristallographique [46]. La subdivision des grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) [47] constituée de parois à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations.

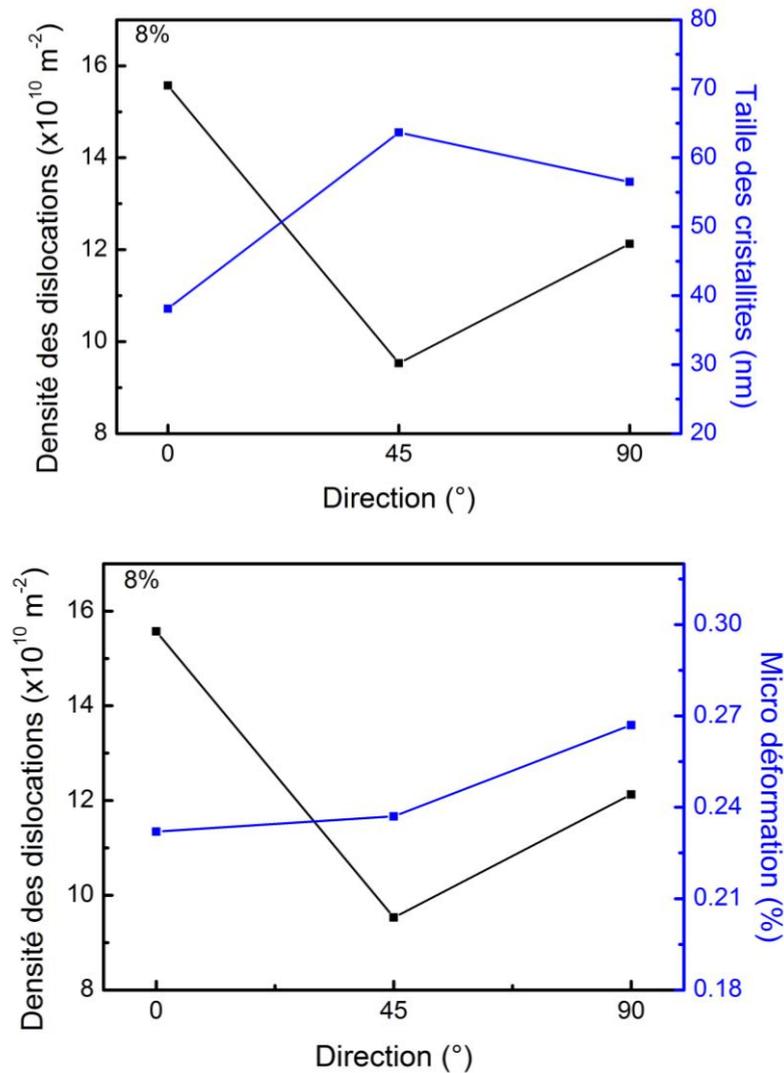




**Figure III.22** Évolution des paramètres microstructuraux en fonction du niveau de déformation

Au point critique qui correspond à l'état déformé à 10% selon la direction 90°/DL, le niveau de déformation élevé fait augmenter la taille des cristallites et diminuer les valeurs de la microdéformation et la densité de dislocation. Ce qui est l'inverse des résultats précédents. Cela peut être expliqué par le phénomène de relâchement des contraintes qui est défini par la diminution de la densité des dislocations situées proche de la zone de la striction d'après la courbe de traction de l'alliage d'AA2024-T3 étudié (Cf. **Figure III.1** et **Figure III.2**).

La **Figure III.23** représente l'évolution des paramètres microstructuraux en fonction de la direction de sollicitation. La taille des cristallites, les valeurs de la microdéformation et la densité de dislocation varient en changeant la direction. Par conséquent, l'anisotropie plastique influence l'évolution des paramètres microstructuraux.



**Figure III.23** Évolution des paramètres microstructuraux en fonction de l'anisotropie plastique

L'énergie stockée est le résultat de la déformation plastique d'un matériau. Elle a une relation de corrélation directe avec le niveau de déformation. L'énergie stockée  $E_{e,x}$  est reliée à la microdéformation par la relation suivante [48-49] :

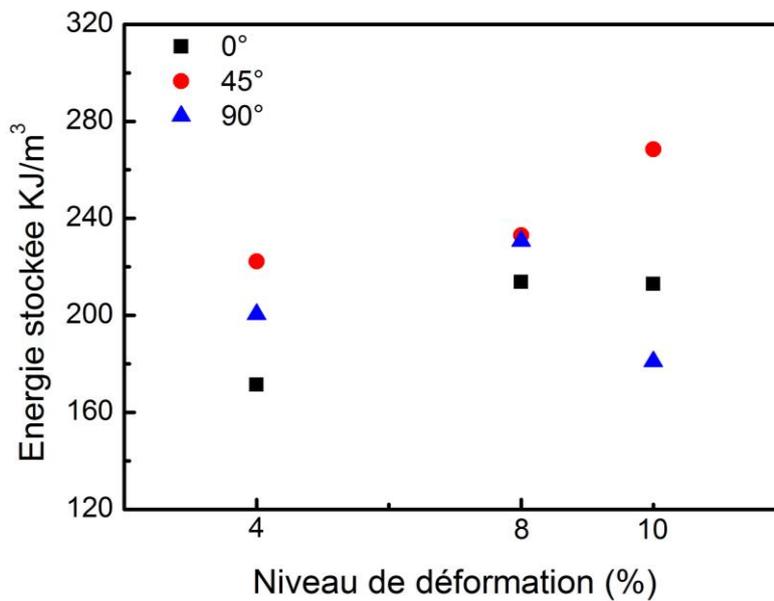
$$E_{e,x} = \frac{3}{2} \frac{E_x}{(1 + 2\gamma_x^2)} < \varepsilon_{1,x}^2 >^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III. 25})$$

Avec  $E_x$  et  $\gamma_x$  sont les coefficients élastiques, le module d'Young et le coefficient de Poisson, dans la direction x.

La **Figure III.24** montre l'évolution de l'énergie stockée des états reçus et des états déformés selon les directions 0°, 45° et 90°/DL. L'énergie stockée augmente en augmentant le niveau de déformation et ce pour les trois directions de chargement. Sauf pour le point critique qui correspond à l'état déformé à 10% selon la direction 90°/DL. L'énergie stockée diminue en

augmentant le niveau de déformation ce qui est homogène avec les résultats trouvés de l'évolution des paramètres microstructuraux et la densité des dislocations en fonction du niveau de déformation et l'anisotropie plastique. En récapitulant, l'énergie stockée est fonction du niveau de déformation et l'anisotropie plastique donc de l'état de la microstructure et la densité de dislocation.

L'estimation de l'énergie stockée a une relation étroite avec le phénomène d'adoucissement statique qui sera développée dans la partie 4 de ce chapitre de la thèse.



**Figure III.24** Energie stockée des états reçus et des états déformés selon les directions 0°, 45° et 90°/DL

### III.3.5. Conclusions

- ✓ La caractérisation microscopique de l'alliage d'AA2024-T3 déformé plastiquement a révélé la présence des particules précipitées de type  $\theta$ - $Al_2Cu$ ,  $S$ - $Al_2CuMg$ ,  $Al(CuFeMn)$ ,  $Mg_2Si$ ,  $Al_{20.67}Cu_2Mn_{3.33}$  et  $Al - Fe - Mn - Si$ .
- ✓ La détermination des paramètres microstructuraux par l'analyse XRDLPA implémentés dans le code MAUD, basés sur l'affinement du type Rietveld a donné des résultats très satisfaisants.
- ✓ L'évolution des paramètres microstructuraux dépend du niveau de la déformation appliquée. Plus précisément, la taille des cristallites diminue tandis que la microdéformation et la densité des dislocations augmentent avec la quantité de déformation.
- ✓ L'anisotropie plastique influe l'évolution des paramètres microstructuraux.

**PARTIE 4 :**  
**Étude expérimentale et modélisation de la cinétique**  
**d'adoucissement**

### III.4 PARTIE 4 : Étude expérimentale et modélisation de la cinétique d'adoucissement statique et la croissance des grains

#### III.4.1. Introduction

La présente partie regroupe les résultats de l'étude expérimentale et de la modélisation de la cinétique d'adoucissement statique de l'alliage AA2024-T3 pré-déformé par des essais de traction uniaxiale sur des éprouvettes prélevées selon plusieurs directions dans le plan de la tôle. En premier lieu, on a fait une étude de la cinétique d'adoucissement statique en conditions anisothermes, afin de déterminer la température d'adoucissement statique. Ensuite, l'étude expérimentale et la modélisation de la cinétique d'adoucissement statique en conditions isothermes a été effectuée, en mettant l'accent sur l'effet de la température, temps, pré-déformation, l'anisotropie plastique sur les cinétiques d'adoucissement induit par restauration et/ou recristallisation. Notamment, l'évolution de la croissance des grains a été investiguée et modélisée. Le suivi expérimental de l'évolution microstructurale et microtexturale, par les techniques de caractérisation microscopiques (MEB, EBSD, MET...) permet d'avoir un suivi de la microstructure et microtexture, localement et globalement, ce qui aide à valider l'étude. Les paragraphes suivants donnent les résultats obtenus. Nous discutons leur accord avec les données de la littérature.

#### III.4.2. Cinétique de la recristallisation en conditions anisothermes et détermination des paramètres cinétiques

Dans le but de déterminer la température d'adoucissement de l'alliage AA2024-T3, un traitement thermique anisotherme a été réalisé par la calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC) sur des échantillons de l'alliage d'AA2024-T3, l'un à l'état reçu et les autres à différents états déformés (la déformation à 8% et 10% selon la direction de laminage ont été choisie). La méthodologie a été expliquée dans le chapitre II au niveau de la section (II.3.4).

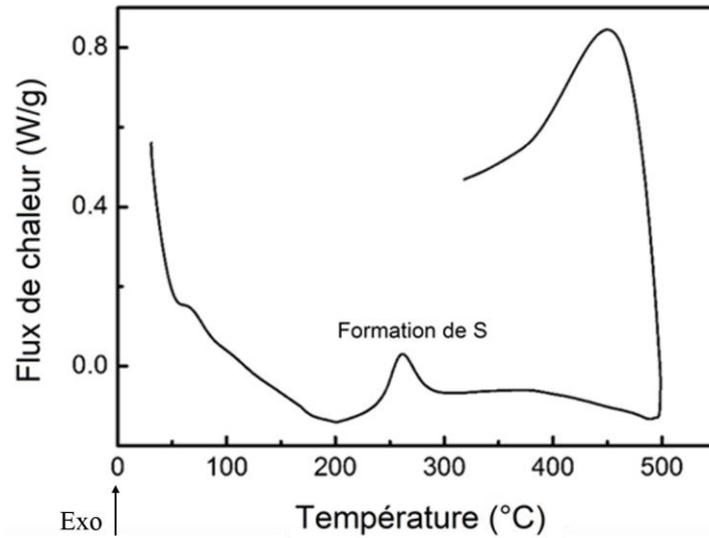
Les résultats des tests DSC montrent l'évolution du flux de chaleur en fonction de la température comme il est indiqué dans les **Figures III.25 – III.28**, ainsi que le **Tableau III.8**. A partir de ces courbes, il sera possible d'identifier le processus de transformations de phases en fonction des pics du diagramme DSC.

Les **Figures III.26 – III.28** présentent les thermogrammes de DSC obtenus par chauffage continu de l'échantillon à l'état reçu et des échantillons pré-déformés à 8% et 10% selon la direction de laminage, à plusieurs vitesses de chauffage 10, 20 et 30 °C/min. Chaque

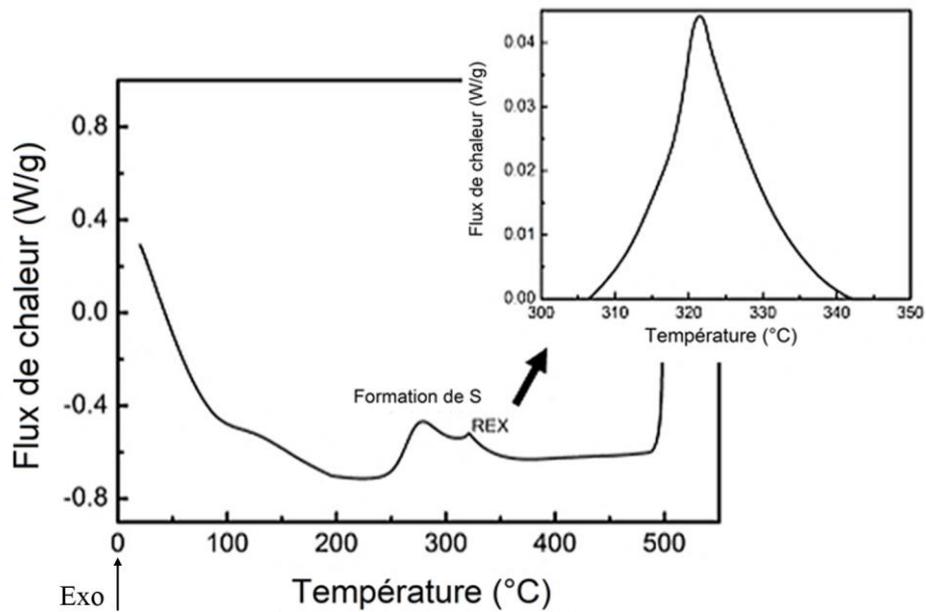
thermogramme affiche des pics exothermiques et endothermiques. Ils révèlent trois réactions lors d'un chauffage jusqu'à 500 °C. Le premier pic consiste en une réaction exothermique se produisant entre 60 et 100 °C (*Cf. Figure III.25*) qui est attribuée à la formation de zones GP [50]. La deuxième est une réaction endothermique entre 200 °C et 250 °C. Elle est attribuée à la dissolution des zones de GP [50-51]. À environ 260 °C, une troisième réaction exothermique a lieu en raison de la précipitation de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg [52]. En comparant les thermogrammes DSC, on remarque la présence d'un quatrième pic exothermique entre 296 °C et 466 °C au niveau de la courbe DSC des échantillons déformés, comme il est montré dans les **Figures III.26 – III.28**. Ce pic est attribué à la transformation d'adoucissement induite par restauration et/ou recristallisation [53]. Cela nous a permis de mentionner que la température d'adoucissement d'AA2024-T3 est entre 296 °C et 466 °C dans les paramètres de déformation appliqués ainsi que les vitesses choisies. Cet intervalle de température d'adoucissement déterminé dans le cadre de cette étude est en bon accord avec celui proposé dans la littérature [54-55].

La transformation d'adoucissement dans l'alliage d'AA2024-T3 varie en fonction de la vitesse du chauffage et du niveau de déformation appliqué sur l'échantillon. Pour l'état déformé à 10%, la transformation commence à une basse température de 296 °C pour une faible vitesse de chauffage (10 °C/min) avec un pic DSC faible en intensité, contrairement à la vitesse 20 °C/min appliquée au même état, où le phénomène d'adoucissement commence à une température de 343 °C avec pic DSC plus important et plus significatif. Ceci est probablement dû au fait que les échantillons déformés avec les mêmes conditions et que la germination de nouveaux grains nécessite un temps plus important, donc une vitesse de transformation plus faible pour avoir un maximum de nouveaux germes, par conséquent, en faisant la comparaison des deux échantillons dans les mêmes conditions de déformation, la température de début d'adoucissement est prolongée en augmentant la vitesse de chauffage. L'annulation ou le réarrangement des dislocations est géré par le temps, la température et les vitesses de chauffage. Ces résultats sont comparables avec ceux trouvés par le travail antérieur de Imen Tir [56].

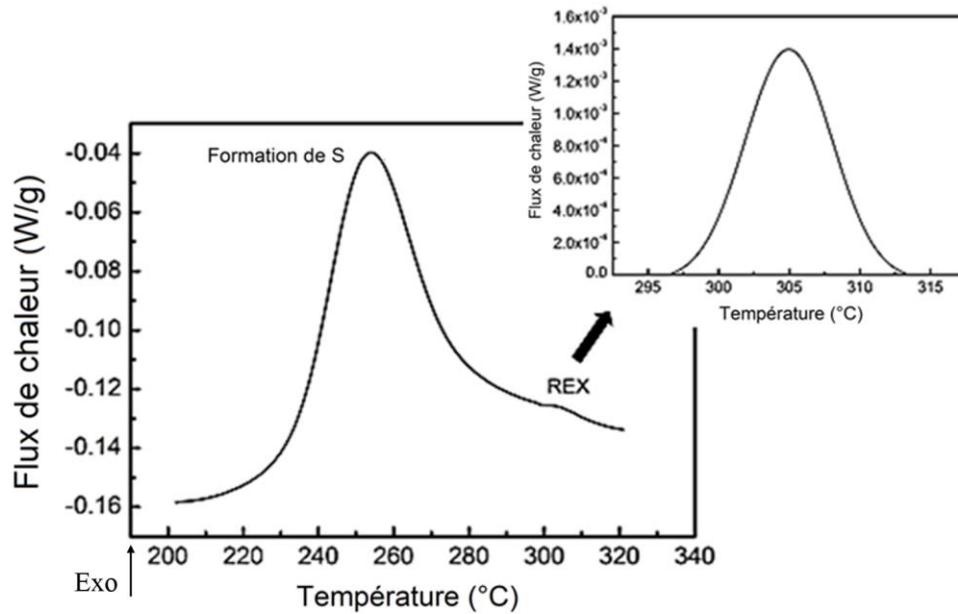
Le thermogramme de l'état déformé à 8% selon la direction de laminage révèle que la transformation commence à la température de 306 °C en appliquant la vitesse de chauffage de 30 °C/min. Cette température de début de transformation est inférieure à celle de l'état déformé à 10% avec la vitesse de 20 °C/min malgré le fait qu'on ait augmenté la vitesse de chauffage. Cela peut être expliqué par l'influence de la quantité de déformation donc de l'énergie stockée sur la cinétique d'adoucissement statique induit par restauration et/ou recristallisation.



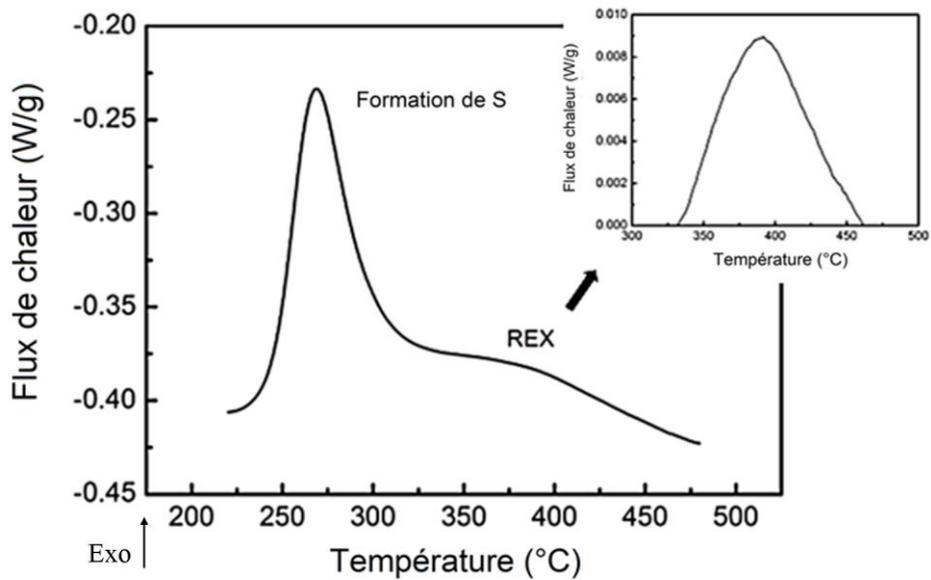
**Figure III.25** Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 non déformé selon la direction de laminage en chauffage continu à une vitesse de 10°C/min



**Figure III.26** Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 8% selon la direction de laminage en chauffage à une vitesse de 30 °C/min



**Figure III.27** Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 10% selon la direction de laminage en chauffage continu à une vitesse de 10°C/min



**Figure III.28** Courbe de DSC de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 10% selon la direction de laminage en chauffage continu à une vitesse de 20 °C/min

**Tableau III.8** Températures de début, de fin et de la température du pic de la transformation d'adoucissement induit par restauration et/ou recristallisation.

Etat	Vitesse de chauffage (°C/min)	$T_d$ (°C)	$T_p$ (°C)	$T_f$ (°C)
Etat reçu selon 0°/DL	10	-	-	-
Déformé à 8% selon 0°/DL	30	306	321	341
Déformé à 10% selon 0°/DL	10	296	305	313
Déformé à 10% selon 0°/DL	20	343	390	466

Avec,  $T_d$  et  $T_f$  sont la température de début et fin de transformation (restauration/recristallisation) respectivement,  $T_p$  est la température du pic.

### III.4.3. Effet de pré-déformation et la température de recuit sur la cinétique

#### d'adoucissement statique

##### a. Modélisation de la cinétique d'adoucissement statique par le modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Komolgorov (JMAK)

Dans le but d'enquêter sur l'influence de la température et de la pré-déformation exercée par essai de traction et par conséquent l'effet du phénomène de précipitation sur les cinétiques d'adoucissement statique dans l'alliage d'AA2024-T3, des traitements de recuit d'adoucissement ont été réalisés à 350 °C et à 400 °C sur des échantillons pré-déformés avec trois niveaux de déformation 4%, 8% et 10%, selon la direction de laminage afin d'éliminer l'étude de l'influence de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique dans cette partie.

Des mesures de la microdureté Vickers ont été effectuées sur le plan DL-DT des échantillons pour chaque temps de recuit d'adoucissement, dans le but de poursuivre l'évolution de la cinétique d'adoucissement statique ainsi de déterminer la fraction d'adoucissement. La **Figure III.29** montre l'évolution de la microdureté Vickers en fonction de la durée de recuit de l'alliage d'AA2024-T3 pré-déformé à 4%, 8% et 10% selon la direction de laminage aux températures de recuit d'adoucissement de 350 °C et 400 °C. La valeur de microdureté Vickers la plus élevée a été obtenue pour les échantillons déformés avant le traitement de recuit d'adoucissement.

Les résultats rapportés dans la **Figure III.29** montrent que la microdureté diminue de  $140 \text{ HV} \pm 5 \text{ HV}$  à  $74 \text{ HV} \pm 1 \text{ HV}$  et à  $84 \text{ HV} \pm 3 \text{ HV}$  pour l'état déformé à 4%, traité à  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivement. En outre, la microdureté diminue de  $143 \text{ HV} \pm 5 \text{ HV}$  à  $72 \text{ HV} \pm 2 \text{ HV}$  et à  $88 \text{ HV} \pm 3 \text{ HV}$  pour l'état déformé à 8%, traité à  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ , respectivement. Pour l'état déformé à 10%, traité à  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ , la microdureté diminue de  $153 \text{ HV} \pm 3 \text{ HV}$  à  $72 \text{ HV} \pm 1 \text{ HV}$  et à  $89 \text{ HV} \pm 3 \text{ HV}$ , respectivement. La diminution de la microdureté est liée à l'adoucissement statique. Chen *et al.* [57] ont mesuré la microdureté d'un échantillon d'AA3003 après un traitement de mise en solution à  $630 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 15 heures et une trempe et un recuit isotherme à  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  après 50% de laminage à froid, la microdureté a diminué de  $49 \text{ HV}$  à  $35 \pm 2 \text{ HV}$  pendant 96 heures. Les auteurs ont indiqué que la microdureté est sensible au comportement d'adoucissement.

L'évolution de la microdureté en fonction du temps de recuit à  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  a pu être divisée en trois zones ; la première zone représente une diminution de 45%, 51% et 55% des valeurs de microdureté au cours des premières 600 secondes de recuit pour les niveaux de pré-déformation de 4%, 8% et 10%, respectivement. Dans la deuxième zone, entre 600 et 3600 secondes de recuit, la dureté diminue beaucoup moins (environ 43%, 37% et 33%) pour les niveaux de pré-déformation de 4%, 8% et 10%, respectivement. Finalement, elle devient presque stable après 3600 secondes de recuit.

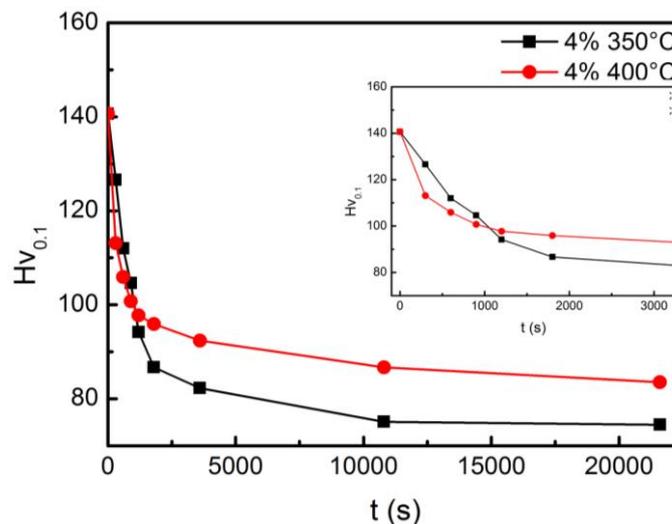
Pour la température de recuit de  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ , l'évolution de la microdureté en fonction du temps de recuit est également divisée en trois zones ; la première zone représente une diminution de 65%, 62% et 72% des valeurs de dureté au cours des 600 premières secondes de recuit pour les niveaux de pré-déformation de 4%, 8% et 10%, respectivement. Dans la deuxième zone, entre 600 et 3600 secondes de recuit, la dureté diminue beaucoup moins (environ 30%, 29% et 22%) pour les niveaux de pré-déformation de 4%, 8% et 10%, respectivement. Après 3600 secondes de recuit, l'évolution devient presque stable.

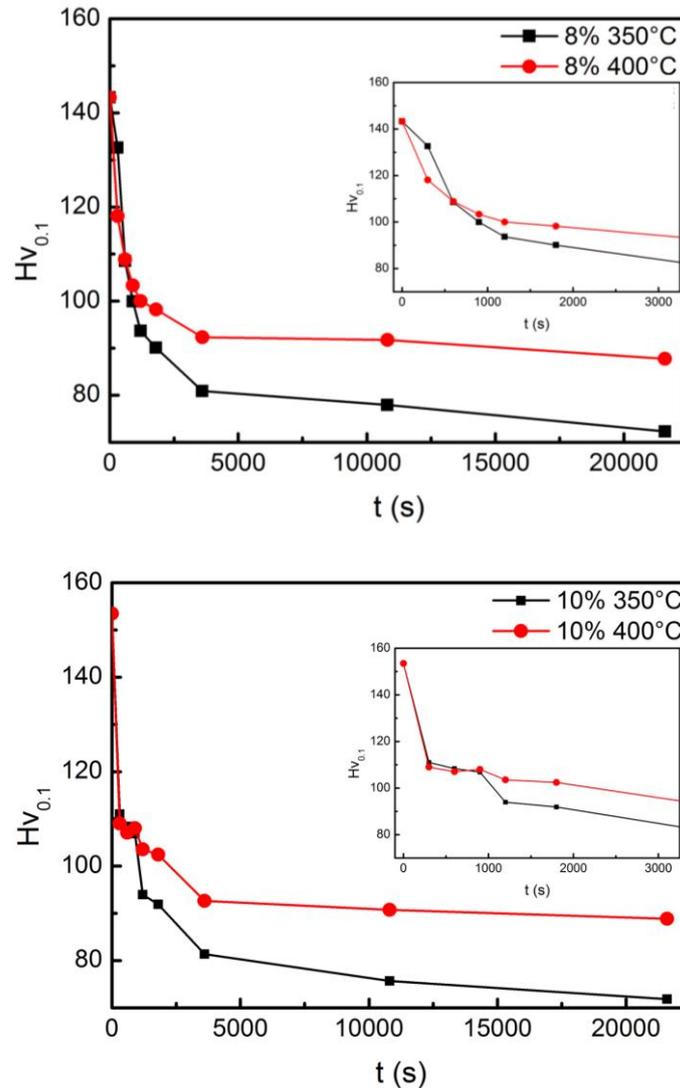
On observe qu'en augmentant le niveau de la pré-déformation, le taux de diminution de la microdureté augmente. Cela est dû au fait que l'augmentation du niveau de déformation contribue à l'augmentation de l'énergie stockée qui représente la force motrice de l'adoucissement statique [58].

De plus, on remarque que pour la première zone de l'évolution de la microdureté présentée dans la **Figure III.29**, les taux de diminution après le recuit à  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  sont supérieurs à ceux après le recuit à  $350 \text{ }^\circ\text{C}$  pour la première zone. Cela est dû au fait que la température joue un rôle

d'accélérateur de l'adoucissement statique [27]. Cependant, les taux de diminution après le recuit à 400 °C sont inférieurs à ceux après le recuit à 350 °C pour la deuxième zone. Cela peut être lié au fait que les grains déformés soient consommés et transformés par les phénomènes de restauration et/ou de recristallisation.

D'après la **Figure III.29**, on constate que jusqu'à 900 secondes pour l'état pré-déformé à 4% et 600 secondes pour l'état pré-déformé à 8% et 10%, plus la température de recuit augmente, plus la microdureté diminue. Le processus d'adoucissement est donc accéléré par l'augmentation de la température. La température élevée permet un mouvement supplémentaire des dislocations. Cependant, au-delà de 900 secondes pour l'état pré-déformé à 4% et 600 secondes pour l'état pré-déformé à 8% et 10%, on remarque que plus la température de recuit augmente, plus la microdureté augmente. Cependant, ces résultats ne sont pas homogènes avec le processus d'accélération d'adoucissement statique, c'est-à-dire, la diminution de la microdureté avec l'augmentation de la température [27]. Cette observation est peut-être expliquée par le fait que l'adoucissement statique d'AA2024-T3 dépend de la taille et de la fraction des précipités et qu'il ne soit pas seulement en fonction de la fraction transformée.





**Figure III.29** Microdureté Vickers en fonction du temps de recuit de AA2024-T3 déformé à 4%, 8% et 10% selon la direction de laminage puis traité à 350 °C et 400 °C

L'évolution de la microdureté a été corrélée à la fraction recristallisée par Eliseev *et al.* [59] dans un alliage d'aluminium AA2024. D'autres chercheurs ont également utilisé cette approche pour prédire la cinétique d'adoucissement dans d'autres alliages d'aluminium, AA1050 [60] et Al-2%Mg [61], en utilisant l'équation (II.3) présentée dans le chapitre II au niveau de la section II.3.2. En rappelant que la fraction transformée est estimée par l'équation suivante :

$$X_{Hv} = \frac{H_{v0} - H_v}{H_{v0} - H_{v\text{rex}}} \quad (\text{II.3})$$

Avec,  $X_{Hv}$  est la valeur de microdureté au temps de recuit  $t$ ,  $H_{v\text{rex}}$  est la microdureté pour la zone trois, où aucune variation n'est observée (ce temps est 21600 secondes dans la présente étude), et  $H_{v0}$  est la valeur de microdureté de l'état initial déformé. Il faut noter que la fraction

transformée calculée ci-dessus inclut à la fois l'adoucissement dû au SRV et au SRX car, ces phénomènes sont difficiles à distinguer [62-63].

L'équation JMAK a été largement utilisée pour quantifier la cinétique d'adoucissement statique dans différents alliages, notamment les alliages d'aluminium [54,64-66]. L'application du modèle JMAK pour décrire la cinétique d'adoucissement a été décrite par l'équation (I.17) présentée dans le chapitre I, section I.4.3. En rappelant que par l'équation du modèle de JMAK conventionnel, la fraction transformée  $X_{JMAK}$ , est donnée comme suit ;

$$X_{JMAK}(t) = 1 - \exp[-(k t)^n] \quad (I.17)$$

Cependant, la présence d'autres phénomènes physiques pendant les processus d'adoucissement, tels que l'empiètement, constitue des sources de déviation de la fraction transformée expérimentale par rapport à la courbe JMAK conventionnelle. L'occurrence du phénomène d'empiètement pendant le processus d'adoucissement se manifeste par la consommation de certains grains à croissance plus lente au détriment d'autres grains recristallisés dominants [67]. Ainsi, pour une prédiction précise de l'évolution de la microstructure, il est nécessaire de considérer/inclure le phénomène d'empiètement dans le modèle JMAK. La microstructure, qui illustre ce phénomène dans l'alliage d'AA2024-T3 étudié, sera investiguée ultérieurement. Lee et Kim [68] ont modifié le modèle de JMAK tel qu'il est présenté dans le chapitre I - section I.4.5 (e), par l'équation (I.27) pour prendre en compte le phénomène d'empiètement. En rappelant que l'équation (I.27) est donnée comme suit :

$$X_{JMAK \text{ mod}}(t) = 1 - \left[ \frac{1}{1 + c (k t)^n} \right]^{\frac{1}{c}} \quad (I.27)$$

Avec,  $c$  est l'exposant d'empiètement. En présence de l'empiètement, l'exposant  $c$  est différent de 0.

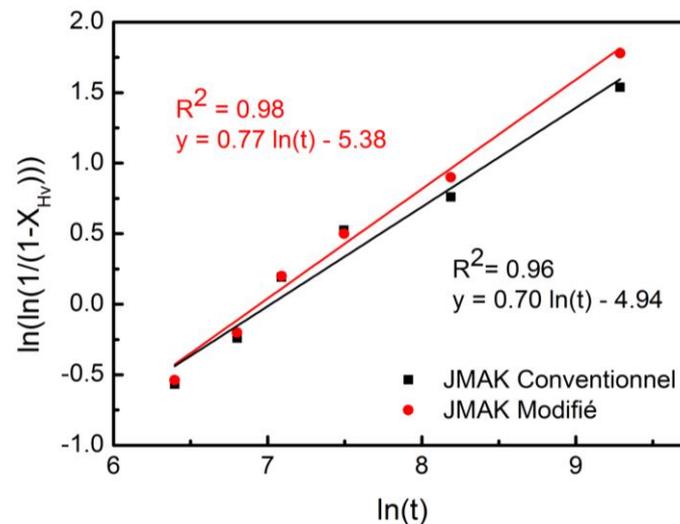
Afin de faciliter l'extraction des paramètres  $n$  et  $k$ , une transformation linéaire de cette équation est donnée par l'équation (I.29) déjà présentée dans le chapitre I.

$$n \ln k + n \ln t = \ln \left[ \frac{(1 - X_{JMAK \text{ mod}})^{-c} - 1}{c} \right] \quad (I.29)$$

La **Figure III.30** montre le tracé de la courbe de  $\ln[\ln(1/(1 - X_{Hv}))]$  en fonction de  $\ln(t)$ . A la fin de la transformation, on observe une déviation de données expérimentales par rapport à la droite du modèle JMAK conventionnel. Par conséquent, le modèle JMAK conventionnel

n'est pas adapté pour décrire la cinétique d'adoucissement statique de l'alliage AA2024-T3. En outre, l'équation de JMAK modifiée, inclut un paramètre d'empiètement noté  $c$  a été utilisée pour une analyse plus précise des résultats expérimentaux.

L'exposant d'Avrami  $n$  et la constante de vitesse  $k$  ont été déterminés en utilisant la fraction transformée obtenue à partir de l'équation (I.29) et l'ajustement linéaire de la  $\ln[\ln((1 - X_{Hv})^{-c} - 1)/c)]$  en fonction de  $\ln(t)$ . Un exemple illustratif est présenté à la **Figure III.30** où le paramètre d'empiètement  $c$  est ajusté à 0.1 pour obtenir un ajustement linéaire entre les résultats expérimentaux et le modèle de JMAK des états déformés et traités dans les températures 350 °C et 400 °C. L'exposant d'Avrami a été calculé à partir de la pente de la ligne ajustée et la constante de vitesse  $k$  a été déterminée à partir de l'intersection de la ligne ajustée et de l'axe des ordonnées.



**Figure III.30** Tracés de  $\ln(\ln(1/(1-X_{Hv})))$  en fonction de  $\ln(t)$  de l'état déformé à 4% puis traité thermiquement à 350 °C

La cinétique d'adoucissement statique de l'AA2024-T3 est décrite par l'équation de JMAK modifié par Lee et Kim [68] possédant le paramètre d'empiètement de  $c = 0.1$ . Les valeurs de l'exposant d'Avrami  $n$  et de la constante de vitesse  $k$  sont présentées dans le **Tableau III.9**. Les valeurs déterminées de  $n$  sont entre 0.43 et 0.77. Les résultats du **Tableau III.9** montrent que la valeur de  $n$  diminue en augmentant le niveau de la pré-déformation pour la même température de recuit d'adoucissement. Entre les niveaux de pré-déformation de 4% et 10%, les valeurs de  $n$  diminuent de 0.77 à 0.45 et de 0.61 à 0.43 et ce pour les températures 350 °C et 400 °C, respectivement. En outre, d'après le **Tableau III.9**, pour le même niveau de pré-déformation, les valeurs de  $n$  diminuent, en augmentant la température de 350 °C à 400 °C.

Contrairement à Akbari *et al.* [69], ils ont montré qu'en augmentant le niveau de la pré-déformation et de la température, les valeurs de  $n$  augmentent dans la cinétique de recristallisation statique d'un acier à faible teneur en carbone. Ainsi, Farzadi [54] a trouvé les mêmes résultats en estimant la fraction recristallisée par des mesures de dureté dans un alliage d'AA1050. En outre, Jiang *et al.* [65] ont montré que les conditions thermomécaniques varient la cinétique d'adoucissement statique dans un alliage d'AA7150.

On note que l'exposant d'Avrami  $n$  représente la fraction transformée pendant la cinétique d'adoucissement statique [70]. Au niveau de notre étude, la diminution des valeurs du paramètre  $n$  avec l'augmentation du niveau de pré-déformation est interprétée par le fait qu'en augmentant le niveau de la pré-déformation, le nombre des grains déformés ainsi que leur taux de déformation augmentent, donc pour une température et temps de recuit constant, le nombre des grains transformés diminue. Donc, dans ce cas, afin d'augmenter le pourcentage des grains transformés, il est indispensable d'augmenter la température et/ou le temps de recuit [27,70].

Au niveau de notre étude, la diminution des valeurs du paramètre  $n$  avec l'augmentation de la température est liée à la présence des précipitations et leur grossissement au cours de l'adoucissement statique de l'alliage d'AA2024-T3. Cela sera bien détaillé dans la prochaine section.

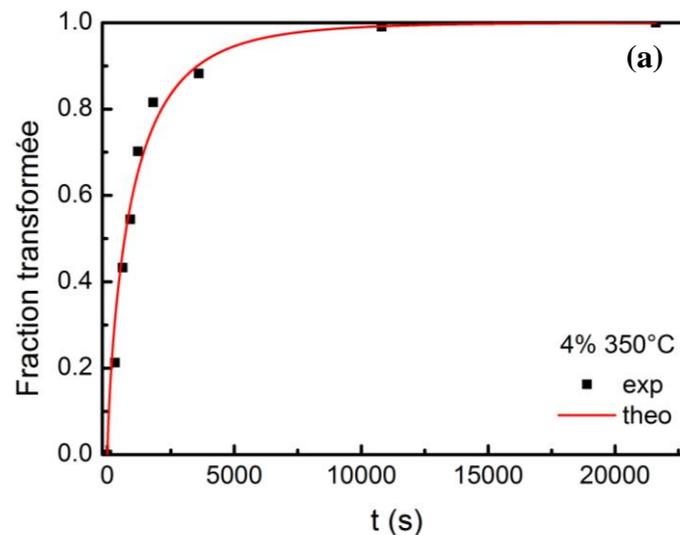
Les résultats montrent que le niveau de la pré-déformation et la température influent l'évolution de l'exposant d'Avrami  $n$  et donc la cinétique d'adoucissement statique. Plus précisément, comme nous le verrons dans la section suivante, les conditions de déformation et de température influencent la précipitation ainsi que le comportement de la phase  $S-Al_2CuMg$  dans l'alliage d'AA2024-T3 donc la cinétique d'adoucissement statique ultérieure.

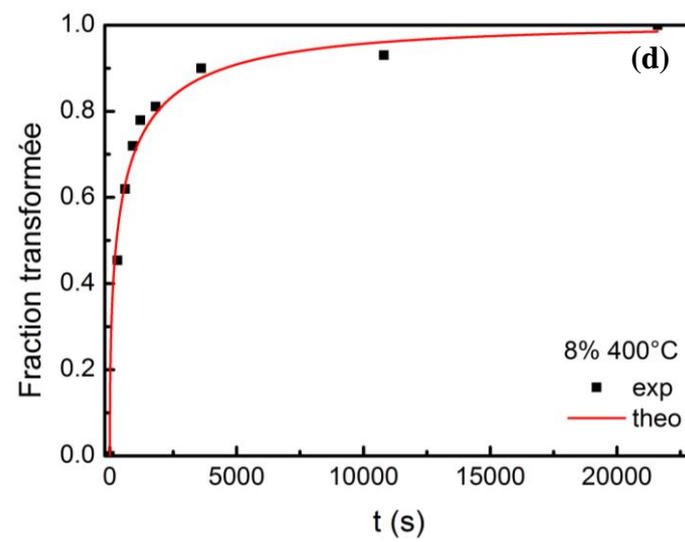
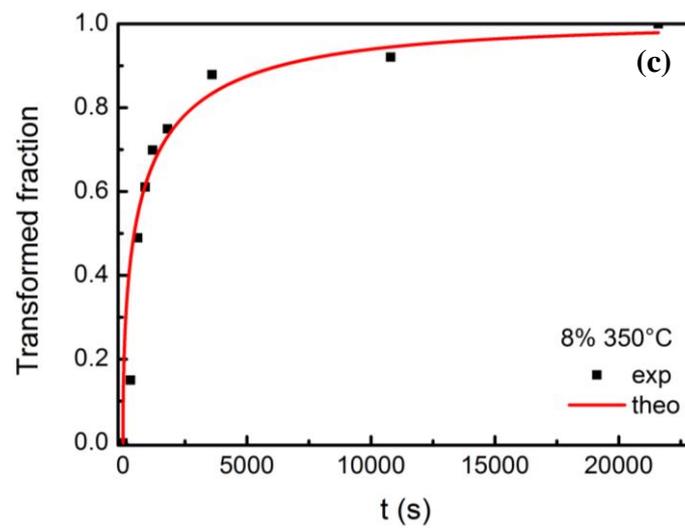
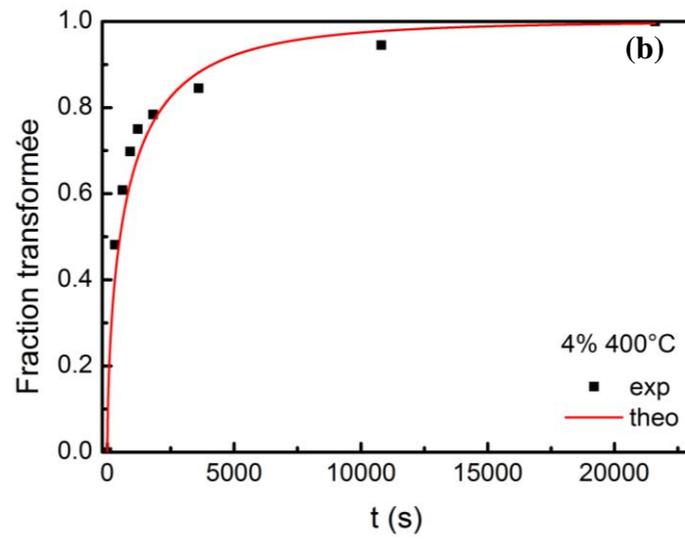
Les valeurs de la constante de vitesse  $k$  sont également indiquées dans le **Tableau III.9**. Les valeurs du paramètre  $k$  varient avec le niveau de la pré-déformation et la température de recuit d'adoucissement. La constante de vitesse  $k$  est exprimée par l'équation d'Arrhenius en fonction de la température [70]. En outre, la constante de vitesse  $k$  dépend de la vitesse de germination et de croissance [70]. Elle augmente avec l'augmentation de la vitesse de germination et de croissance [70], parce qu'elle augmente avec une énergie interne stockée élevée, qui fournit la force motrice pour la germination et la croissance des grains, donc, les conditions de la pré-déformation et de température affectent de manière significative les paramètres de JMAK et donc la cinétique d'adoucissement statique dans l'alliage d'AA2024-T3.

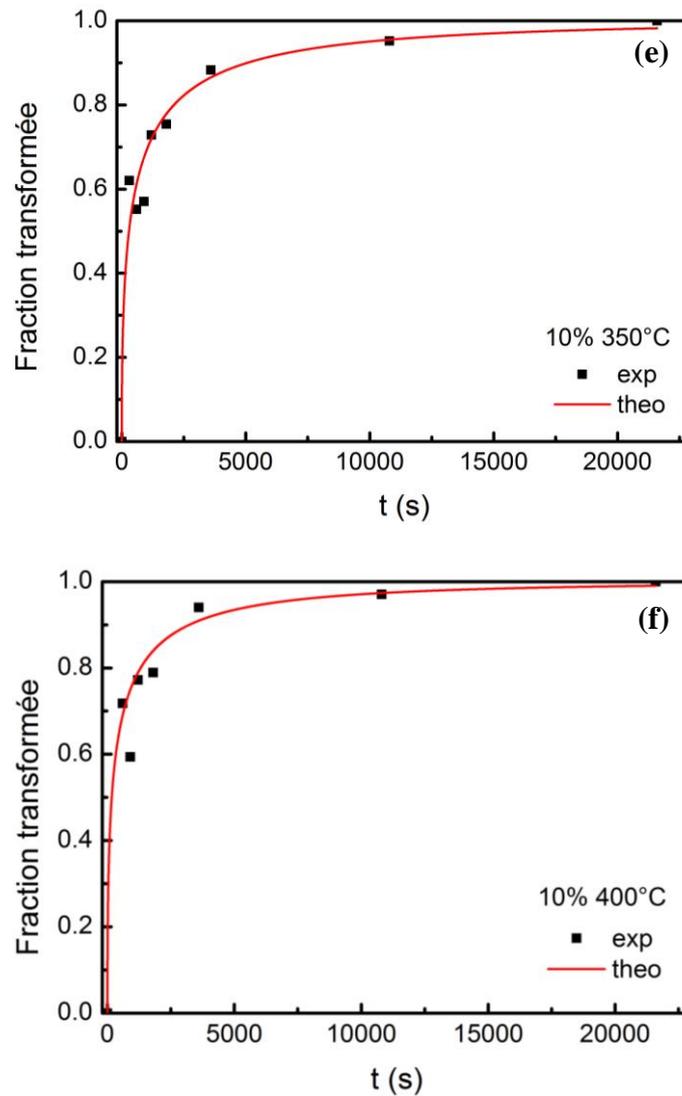
**Tableau III.9** Paramètres de JMAK modifiés en fonction du niveau de déformation selon la DL et de la température

Etat	4% 350°C	4% 400°C	8% 350°C	8% 400°C	10% 350°C	10% 400°C
$n$	0.77	0.61	0.49	0.45	0.45	0.43
$k (s^{-1}) \cdot 10^{-3}$	0.96	1.16	1.12	1.83	1.64	2.75

L'évolution de la fraction transformée en fonction du temps de recuit est résumée dans la *Figure III.31*, où les résultats expérimentaux sont comparés à ceux calculés par le modèle de JMAK modifié [68]. Les courbes d'adoucissement peuvent être divisées en trois étapes, chacune d'entre elles montre un mécanisme d'adoucissement différent [27]. Dans la première étape, entre 0 et 600 secondes, la fraction transformée augmente approximativement linéairement en fonction de  $\ln(t)$ , cette étape décrit la dominance de la restauration statique. Verdier *et al.* [71] ont associé cette étape à l'apparition du SRV, ce qui est raisonnable compte tenu de la forte énergie de défaut d'empilement (SFE) de l'aluminium et de l'influence significative de la restauration dans la réduction de la densité globale de dislocation. Comme le montre la **Figure III.31**, dans la deuxième étape, entre 600 et 3600 secondes, le taux d'adoucissement devient significativement plus faible, indiquant que la recristallisation statique est le phénomène dominant. Dans la dernière étape, après le deuxième point d'inflexion, la fraction transformée devient approximativement linéaire, ce qui est attribué à la croissance du grain [27,71-72].







**Figure III.31** Évolution de la fraction d'adoucissement expérimentale en fonction du temps de maintien modélisée par le modèle JMAK conventionnel et le modèle modifié des états (a) déformé à 4% et traité à 350 °C, (b) déformé à 4% et traité à 400 °C, (c) déformé à 8% et traité à 350 °C, (d) déformé à 8% et traité à 400 °C, (e) déformé à 10% et traité à 350 °C, (f) déformé à 10% et traité à 400 °C

#### b. Évolution de la microstructure de l'adoucissement statique

Les microstructures de l'alliage d'AA2024-T3 recuit ont été observées par le microscope MEB SEM TM3000 pour étudier l'effet des paramètres du processus du traitement d'adoucissement statique (température et pré-déformation). La **Figure III.32** montre l'évolution de la microstructure de l'alliage d'AA2024-T3 recuit à 350 °C et 400 °C pendant 300, 900, 1800 et 21600 secondes des échantillons pré-déformés à 8% selon la direction de laminage. Après le traitement d'adoucissement statique la taille moyenne des grains a été mesurée à partir de 4 micrographies MEB, d'une moyenne de 60 grains. La **Figure III.33** montre l'évolution de la taille des grains en fonction du temps de recuit à 350 °C et 400 °C de l'alliage d'AA2024-T3

pré-déformé à 4%, 8% et 10% selon la direction de 0°/DL. La taille moyenne des grains augmente avec l'augmentation du temps de recuit comme le montre la **Figure III.33**.

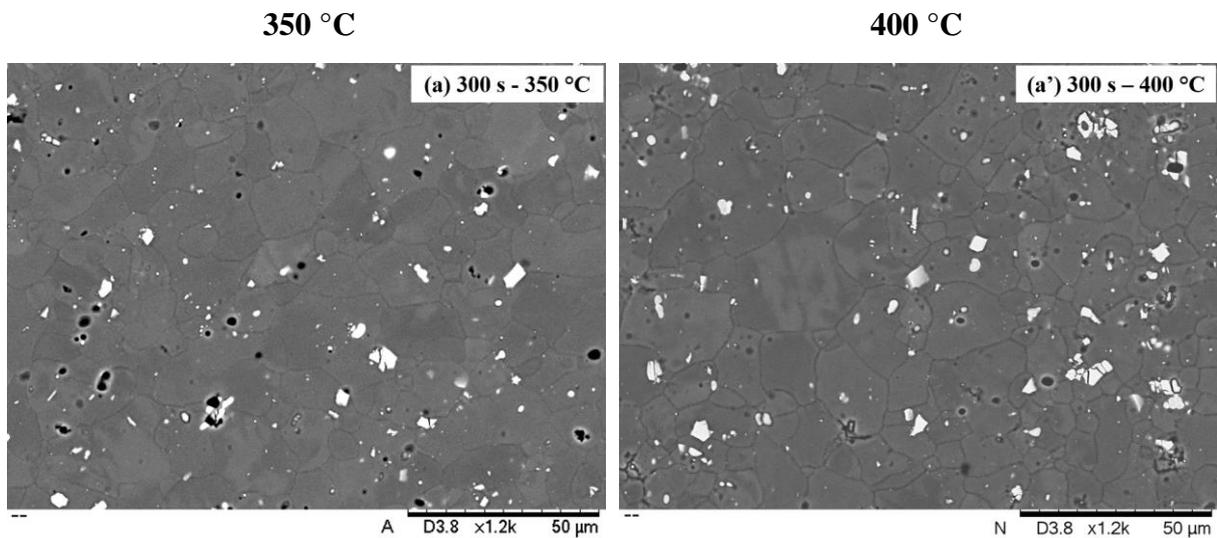
La taille des grains de l'alliage d'AA2024-T3 après recuit à la température de 350 °C est plus grande que celle à 400 °C pour les trois niveaux de pré-déformation, sauf pour la durée de maintien de 300 secondes. L'évolution de la taille des grains pour les deux températures de recuit d'adoucissement pour le temps de maintien de 300 secondes est due à la croissance rapide des grains au début d'adoucissement statique de l'alliage d'AA2024-T3.

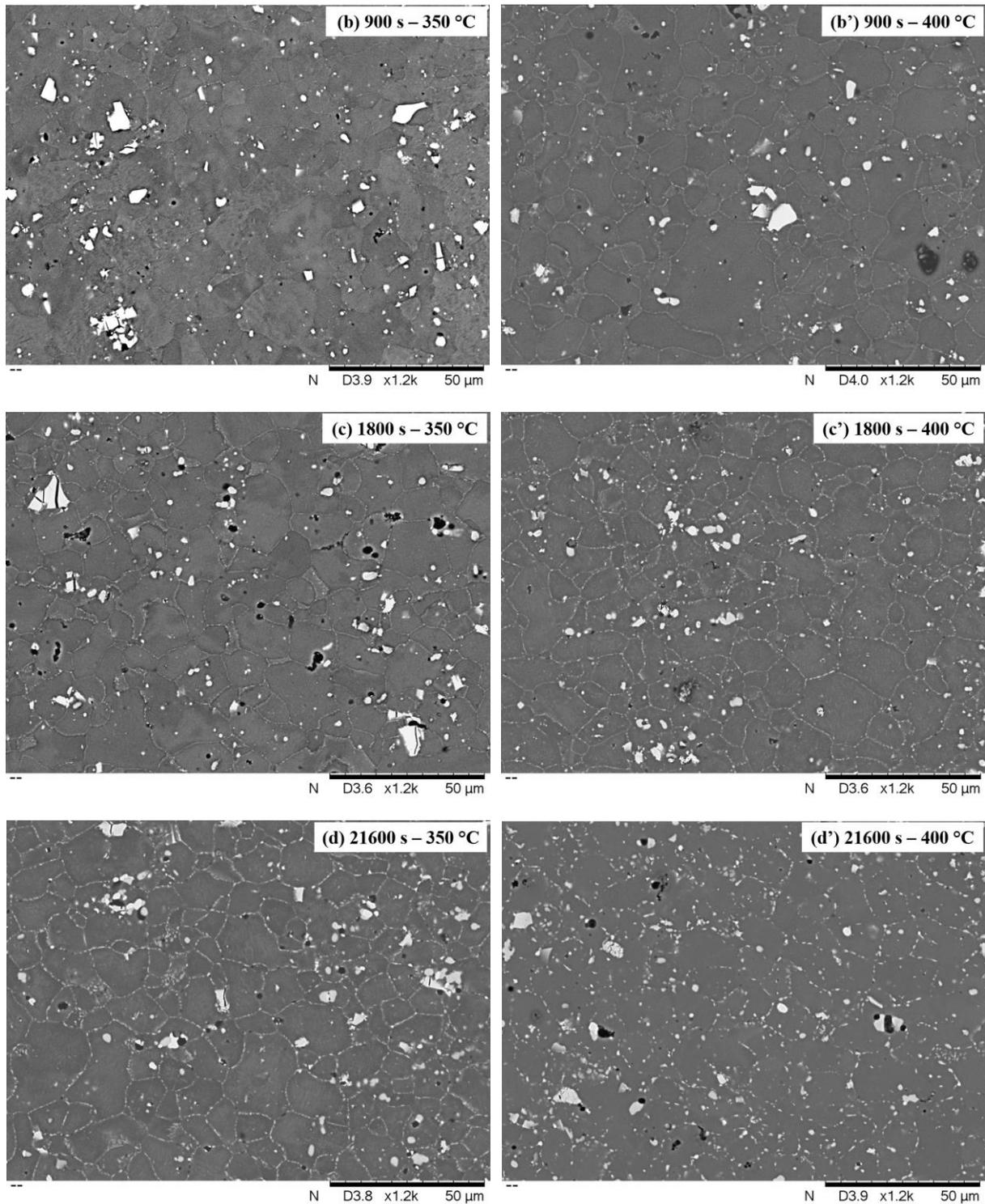
Selon la **Figure III.32**, dans l'alliage AA2024-T3 pré-déformé à 8% selon la DL et recuit pendant 900 secondes, la taille des grains à 400 °C est inférieure à celle à 350 °C avec 12%. Également pour le temps de maintien de 21600 secondes, avec un pourcentage de 10%. La taille des grains diminue donc avec l'augmentation de la température de recuit. Cela explique que les valeurs de la microdureté Vickers entre 600 secondes et 21600 secondes à 400 °C sont supérieures à celle à 350 °C.

Pour renforcer l'interprétation de l'effet de la température sur l'évolution de la microdureté (*Cf. Figure III.29*) et la taille des grains (*Cf. Figure III.33*), donc sur la cinétique d'adoucissement statique de l'alliage d'AA2024-T3, la taille et la fraction de la seconde phase ont été estimées par le logiciel imageJ à partir d'environ 4 micrographies MEB des échantillons recuits. On a sélectionné l'état pré-déformé à 8% selon la direction de laminage et recuit à 350 °C et 400 °C pour la présenter dans cette étude. Les résultats montrent qu'à la durée de maintien de 300 secondes la taille et la fraction de la seconde phase à 350 °C et celle à 400 °C sont presque identiques. Ce qui explique que la valeur de la microdureté Vickers à 300 secondes à 350 °C est inférieure à celle à 400 °C. Elle est gérée par le phénomène d'adoucissement statique. Entre les durées de maintien de recuit d'adoucissement de 600 secondes et 21600 secondes, la taille et la fraction de la seconde phase des états traités à 400 °C sont supérieures à celles des états traités à 350 °C. On cite à titre d'exemple que dans l'alliage AA2024-T3 recuit à 900 secondes, la taille et la fraction de la seconde phase à 400 °C sont supérieures à celles à 350 °C avec 13% et 20%, respectivement. Également, pour le temps de maintien de 21600 secondes, la taille et la fraction de la seconde phase à 400 °C sont supérieures à celles à 350 °C avec 14% et 13%, respectivement. La taille et la fraction des précipités augmentent avec l'augmentation de la température de recuit. Cela a été interprété par le grossissement des précipités [73] qui se produit facilement en augmentant le temps de maintien et la température de recuit d'adoucissement. La taille et la fraction de la seconde phase des autres états présentent

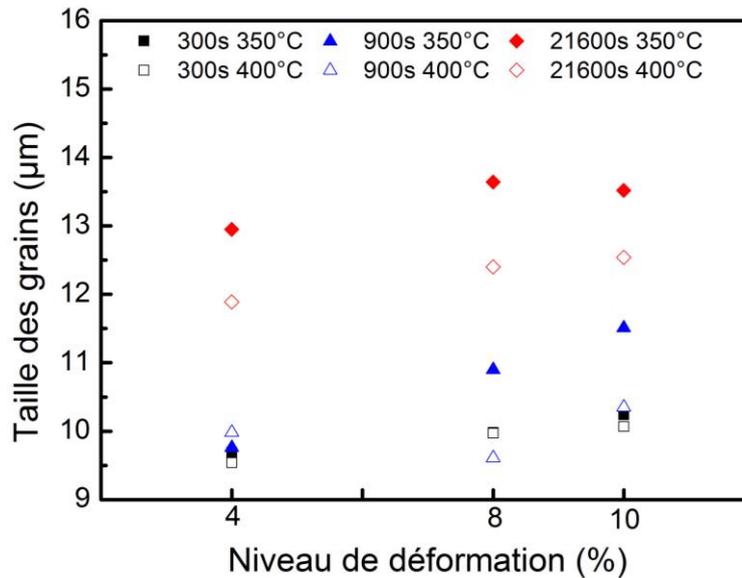
également une évolution homogène avec celle de la microdureté et la taille des grains présentés dans les **Figures III.29 et III.33**, respectivement.

Comme le montre la **Figure III.29**, l'évolution de la microdureté Vickers de l'état pré-déformé à 8% en fonction du temps de maintien à 400 °C est plus élevée que celle à 350 °C entre 600 secondes et 21600 secondes. Ce qui est contradictoire avec le processus d'accélération d'adoucissement statique avec l'augmentation de la température. Cela peut être attribué au phénomène de durcissement par la présence de la seconde phase. Des essais de DSC précédents trouvés dans la littérature [74], ont montré que la précipitation dans l'alliage d'AA2024 se produit pendant le refroidissement à moins de 430 °C [74]. Ce qui est homogène avec nos résultats. Jiménez *et al.* [74] ont étudié le comportement de mise en forme d'un alliage Al-Cu-Mg (AA2024-T351). Les auteurs [74] ont effectué des essais de torsion dans la gamme de température de 278 °C à 467 °C, avec des vitesses de 2.1 à 25.6 s<sup>-1</sup>. Ils ont constaté que le changement de rendement montrait une augmentation monotone avec la température, bien que la ductilité soit plus faible à la température plus élevée de 467 °C. Ils ont justifié ceci par la présence d'une solution solide.





**Figure III.32** Microstructure MEB de l'alliage d'AA2024-T3 déformé à 8% selon la direction de laminage et puis traité pendant (a) 300 s à 350 °C (a') 300 s à 400 °C (b) 900 s à 350 °C (b') 900 s à 400 °C (c) 1800 s à 350 °C (c') 1800 s à 400 °C (d) 21600 s à 350 °C (d') 21600 s à 400 °C

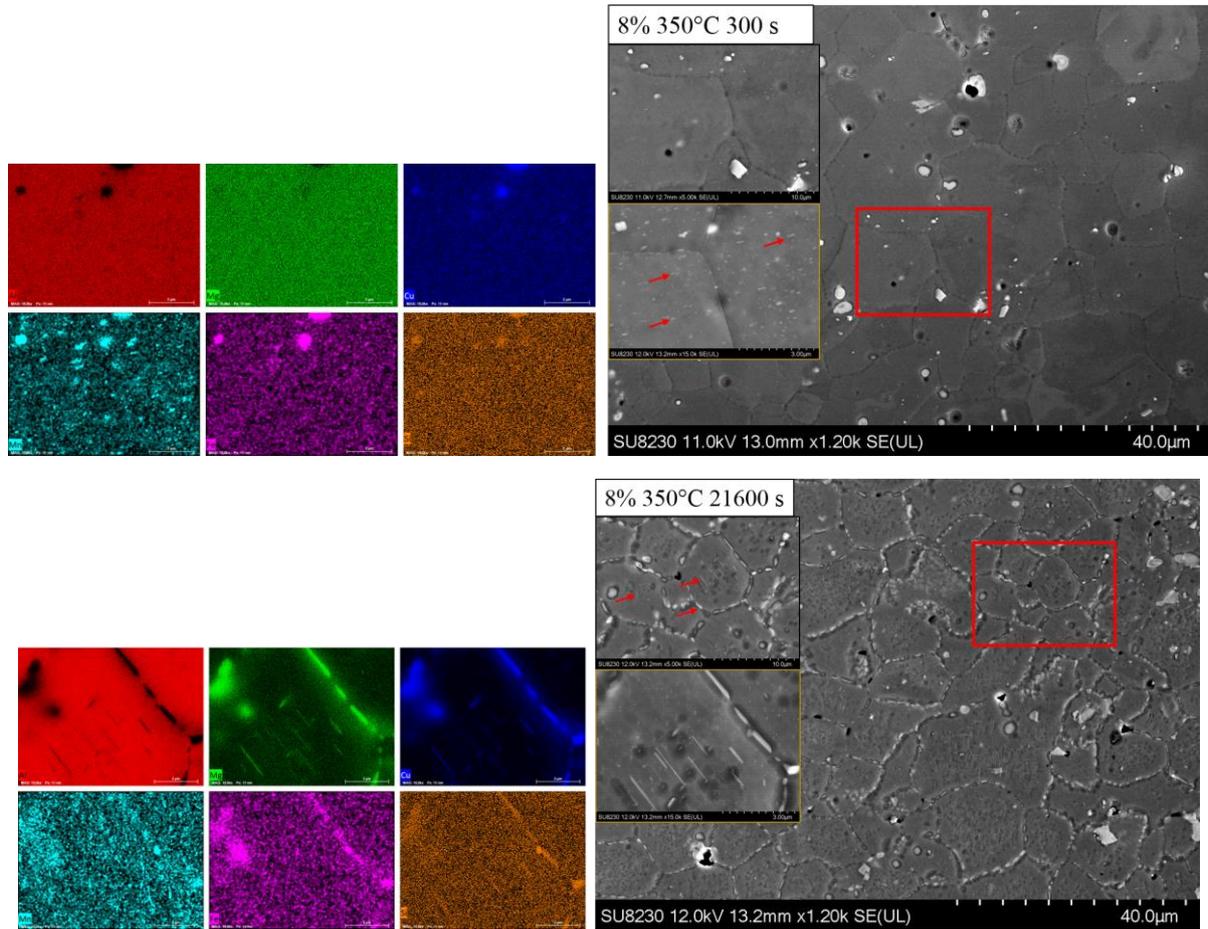


**Figure III.33** Évolution de la taille des grains en fonction du niveau de la pré-déformation selon la DL après le recuit à 350 °C et 400 °C pendant 300 secondes, 900 et 21600 secondes

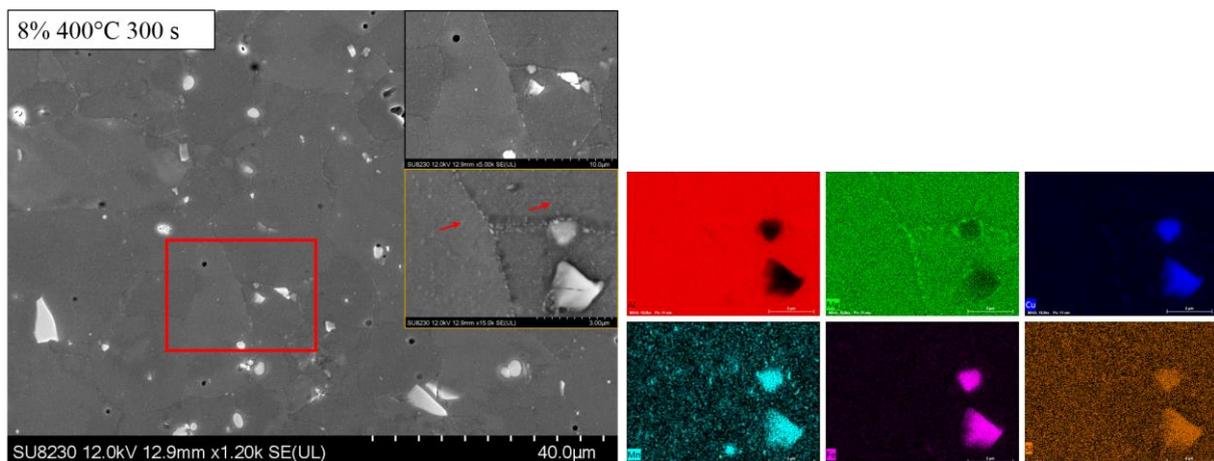
Afin d'enquêter l'influence de la température et la pré-déformation sur la morphologie de la seconde phase, des micrographies MEB ont été effectuées avec un MEB-FEG à de grands grossissements. Les **Figures III.34 et III.35** présentent les micrographies MEB et les cartes EDS correspondantes de l'alliage d'AA2024-T3 pré-déformé à 8% selon la DL après le recuit pendant 300 et 21600 secondes à 350 °C et à 400 °C, respectivement. Les résultats montrent que les particules de seconde phase de type  $S-Al_2CuMg$  se forment aux joints de grains. Elles ont une forme globulaire et bâtonnet pour la température de 350 °C et 400 °C, respectivement. Les mêmes résultats ont été observés pour les deux autres niveaux de pré-déformation (4% et 10%). La morphologie de la phase  $S-Al_2CuMg$  est influencée par la température et le niveau de pré-déformation durant le traitement d'adoucissement statique.

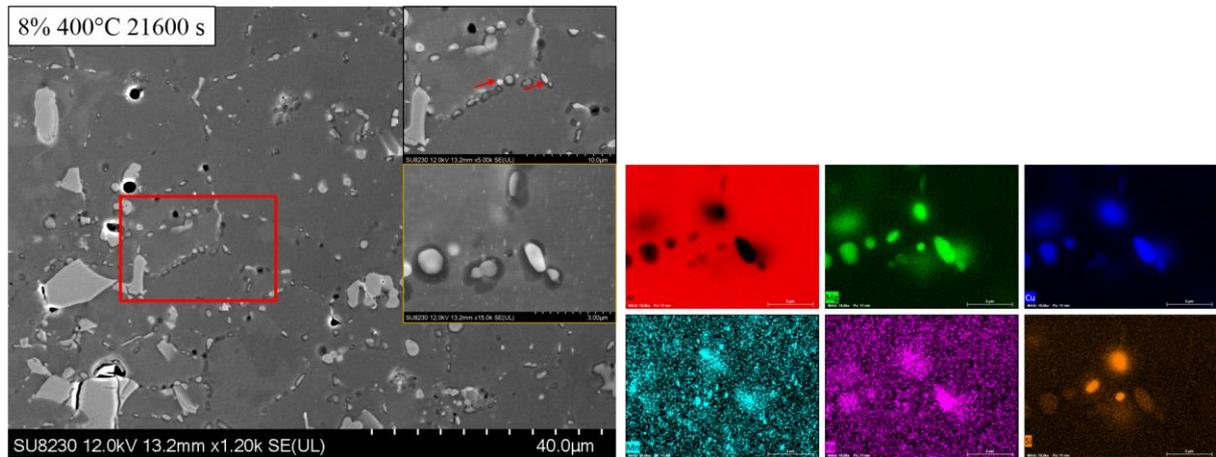
Styles *et al.* [75] ont révélé l'existence de deux types distincts de la phase d'équilibre  $S-Al_2CuMg$  dans l'alliage Al-2.5Cu-1.5Mg. Ils ont investigué l'identification de ces deux phases, en se basant sur les paramètres du réseau, S1 est en forme de latte et S2 est en forme de tige. L'étude a été réalisée dans une gamme de température entre 200 °C et 400 °C pour différentes durées. Leurs résultats ont montré qu'avec l'augmentation du temps de vieillissement, la phase S2 se forme au détriment de S1, qui est métastable par rapport à S2. En outre, Ze-Yi *et al.* [76] ont effectué une déformation rapide par poinçonnage à froid « Punching deformation » sur un alliage Al-Cu-Mg à grains fins formé par pulvérisation, suivie d'un vieillissement, dans le but d'étudier l'évolution de la phase  $S-Al_2CuMg$ . Ils ont trouvé qu'après le traitement de vieillissement, la re-précipitation des phases se produit, en forme de plaque longue et granulaire.

Ensuite, la phase  $S\text{-Al}_2\text{CuMg}$  reprécipitée croît progressivement avec l'augmentation du temps de vieillissement.



**Figure III.34** Micrographies MEB et les cartes EDS correspondantes de AA2024-T3 pré-déformé à 8% selon la DL après le recuit à 350 °C pendant 300 et 21600 secondes





**Figure III.35** Micrographies MEB et les cartes EDS correspondantes de AA2024-T3 pré-déformé à 8% selon la DL après le recuit à 400 °C pendant 300 et 21600 secondes

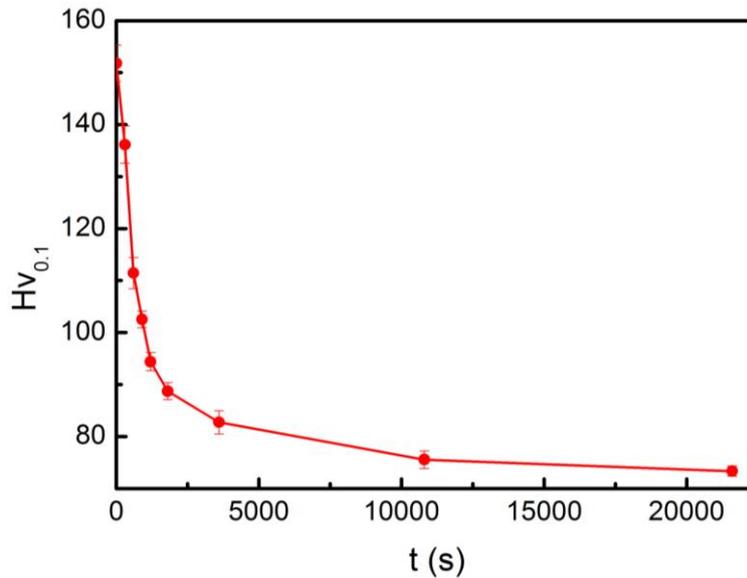
#### III.4.4. Effet de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique

Nous avons investigué l'effet de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique dans les alliages AA2024-T3. En outre, les résultats de la présente partie ont fait l'objet de notre article scientifique [6] publié dans le journal « Metals and Materials International ».

##### a. Modélisation de la cinétique d'adoucissement statique par le modèle de Johnson-Mehl-Avrami-Komolgorov (JMAK)

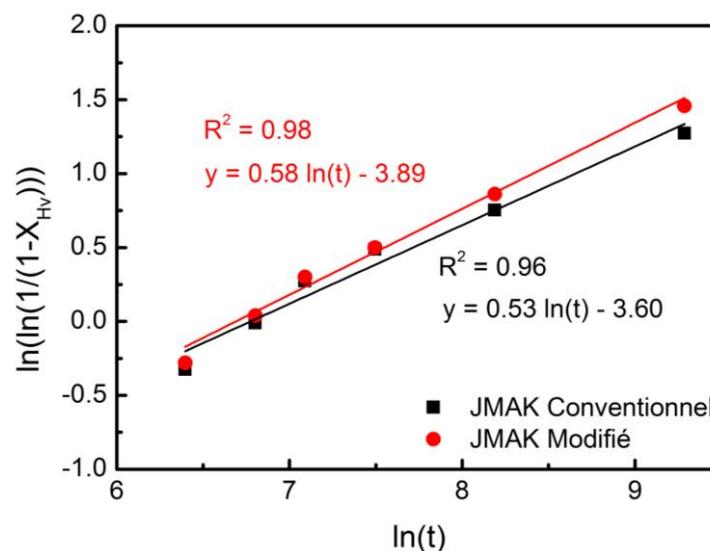
Les traitements de recuit d'adoucissement ont été réalisés à 350 °C sur des échantillons pré-déformés à un niveau de déformation de 8%, dans les trois directions 0°, 45° et 90°/DL. La fraction d'adoucissement statique a été déterminée en mesurant la microdureté Vickers sur le plan DL-DT en fonction du temps de recuit. La **Figure III.36** rapporte l'évolution de la microdureté en fonction du temps, dans la direction 45°/DL. La même évolution a été observée pour les deux autres directions. D'après la **Figure III.36**, l'évolution de la microdureté avec le temps de recuit peut être divisée en trois zones ; la première zone représente une diminution de plus de 51% des valeurs de microdureté au cours des 600 premières secondes de recuit pour les trois directions. Dans la deuxième zone, entre 600 et 3600 secondes de recuit, la dureté diminue beaucoup moins (environ 37%) et finalement, elle devient presque stable après 3600 secondes de recuit.

La **Figure III.36** révèle que la microdureté chute de  $152 \text{ HV} \pm 3 \text{ HV}$  à  $73 \text{ HV} \pm 1 \text{ HV}$  selon la direction 45°/DL. Les variations de microdureté sont presque identiques dans les trois directions. La diminution de la microdureté est liée à l'adoucissement statique [57], comme il a été déjà présenté dans la section précédente III.4.3.



**Figure III.36** Microdureté Vickers en fonction du temps de recuit de AA2024-T3 déformé à 8% selon 45°/DL puis traité thermiquement à 350°C

L'évolution de la fraction transformée a été estimée en utilisant l'équation (II.3) déjà présentée dans le chapitre II au niveau de la section II.3.2. La **Figure III.37** présente les tracés de  $\ln(\ln(1/(1-X_{Hv})))$  en fonction de  $\ln(t)$  de l'état pré-déformé à 8% selon la direction 45°/DL puis traité à 350 °C.



**Figure III.37** Les tracés de  $\ln(\ln(1/(1 - X_{Hv})))$  en fonction de  $\ln(t)$  de l'état pré-déformé à 8% selon la direction 45°/DL puis traité à 350 °C

La cinétique d'adoucissement statique de l'alliage AA2024-T3 déformé à 8% selon les trois directions, est décrite par l'équation de JMAK modifiée par Lee et Kim [68] possédant le paramètre d'empiètement de  $c = 0.1$ , comme il a été déjà montré dans la section III.4.3 (a) de

ce chapitre. Les valeurs de l'exposant d'Avrami  $n$  et de la constante de vitesse  $k$  sont reportées dans le **Tableau III.10**. Les valeurs de  $n$  déterminées sont ; 0.49, 0.58 et 0.48 selon  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ , respectivement. Les résultats du **Tableau III.10** montrent que la valeur de  $n$  dans la direction de  $45^\circ$  est plus élevée d'environ 20% que dans les deux autres directions,  $0^\circ$  et  $90^\circ$ /DL. Il est important de noter que l'adoucissement statique était également significativement plus élevé dans la direction de  $45^\circ$ , comme indiqué dans la **Figure III.39**. Des résultats similaires ont été récemment rapportés par Murphy et Allison [77] qui ont étudié le comportement de recristallisation du magnésium pur. Ils ont montré l'existence de deux étapes de recuit séquentielles, la recristallisation étant plus rapide pendant la première étape avec une valeur d'exposant d'Avrami supérieure d'environ 80%. Jiang *et al.* [65] ont lié la variation de la cinétique d'adoucissement statique à différentes conditions thermomécaniques dans un alliage d'aluminium AA7150 et ils ont conclu que les conditions de déformation qui favorisent une énergie interne stockée plus élevée ont entraîné des valeurs  $n$  qui étaient environ 32% plus élevées. Akbari *et al.* [69] ont étudié la recristallisation statique d'un acier à faible teneur en carbone et ils ont observé une différence d'environ 15 % dans les valeurs  $n$ . Ils ont interprété leurs résultats en termes de l'influence de la pré-déformation et de la température sur la cinétique de recristallisation statique. Des résultats similaires ont également été rapportés par Farzadi [54] qui a étudié la cinétique de recristallisation d'un alliage d'aluminium AA1050 dans la gamme de température de  $285^\circ\text{C}$  à  $400^\circ\text{C}$  en utilisant des mesures de dureté. Ses résultats ont également montré que l'exposant d'Avrami  $n$  variait d'environ 36% en fonction des niveaux de la pré-déformation.

Comme indiqué dans la formulation conventionnelle d'Avrami présentée dans le chapitre I, section I.4.3, l'exposant  $n$  est déterminé en supposant que les vitesses de nucléation et de croissance sont constantes. Cependant, les grains nucléés sont formés aux joints de grain et la croissance du grain est effectuée par la migration des joints de grain [78]. De plus, de nombreuses études expérimentales [70,77-78] ont confirmé que la vitesse de migration change avec le temps. Humphreys *et al.* [70] ont rapporté que le taux de croissance diminue avec l'augmentation de la fraction recristallisée et la diminution de la vitesse de la migration des joints, ce qui entraîne un paramètre  $n$  beaucoup plus faible à la fin du processus de recristallisation, confirmant ainsi que l'exposant d'Avrami est également affecté par la cinétique d'adoucissement.

Les résultats obtenus dans le présent travail montrent que l'anisotropie plastique influence également l'évolution de l'exposant d'Avrami  $n$  et donc la cinétique d'adoucissement statique.

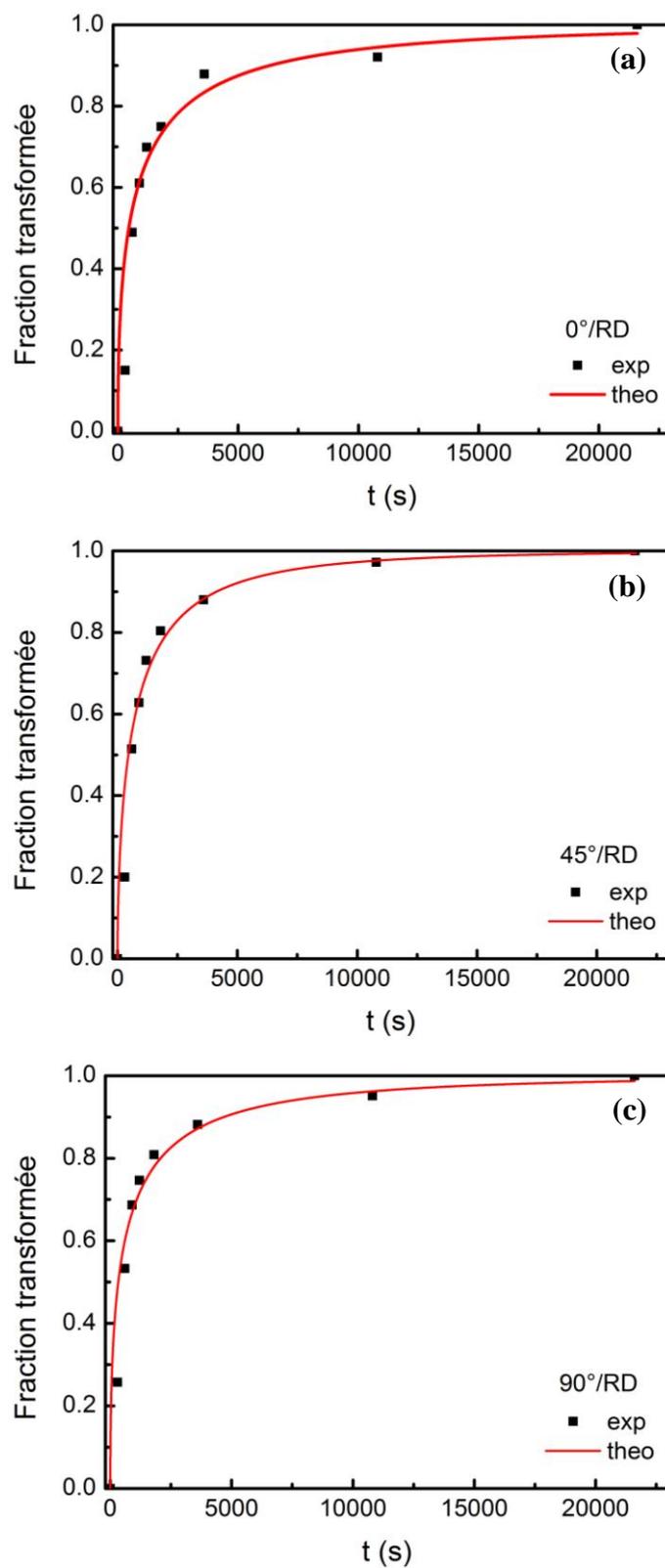
Plus précisément, comme nous le verrons dans les sections suivantes (III.4.4 (b) et (c)), les conditions de déformation ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  ou  $90^\circ/\text{DL}$ ) influencent les niveaux d'énergie stockée et donc la cinétique d'adoucissement statique ultérieure.

Les valeurs de la constante de vitesse  $k$  sont également indiquées dans le **Tableau III.10**. Elles sont de  $1.12 \cdot 10^{-3}$ ,  $1.24 \cdot 10^{-3}$  et  $1.53 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ , respectivement. Les valeurs du paramètre  $k$  sont légèrement différentes selon les trois directions. La différence est attribuée au changement du taux de nucléation et de croissance des grains [70]. La constante de vitesse augmente avec l'augmentation de la vitesse de nucléation et de croissance [70]. Cela signifie que le paramètre  $k$  augmente avec une énergie interne stockée élevée, qui fournit la force motrice pour la nucléation et la croissance des grains. Shen *et al.* [79] ont déclaré que la direction de la déformation par traction affecte la ductilité et donc l'énergie interne stockée. Lorsque des charges de traction sont appliquées dans la direction du laminage, la déformation est plus facile en raison de l'alignement des grains avec la direction du chargement. En revanche, dans la direction transversale ( $90^\circ/\text{DL}$ ), les grains sont allongés perpendiculairement par rapport à la direction de traction. Il en résulte une plus forte concentration de contraintes, un écrouissage et une accumulation de dislocations, ce qui augmente l'énergie stockée, comme cela sera détaillé dans la section suivante III.4.4 (b). Par conséquent, l'anisotropie plastique dans la tôle d'alliage d'aluminium AA2024-T3 influence de manière significative les paramètres JMAK et donc la cinétique d'adoucissement statique.

**Tableau III.10** Paramètres de JMAK modifiés en fonction de la direction  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$

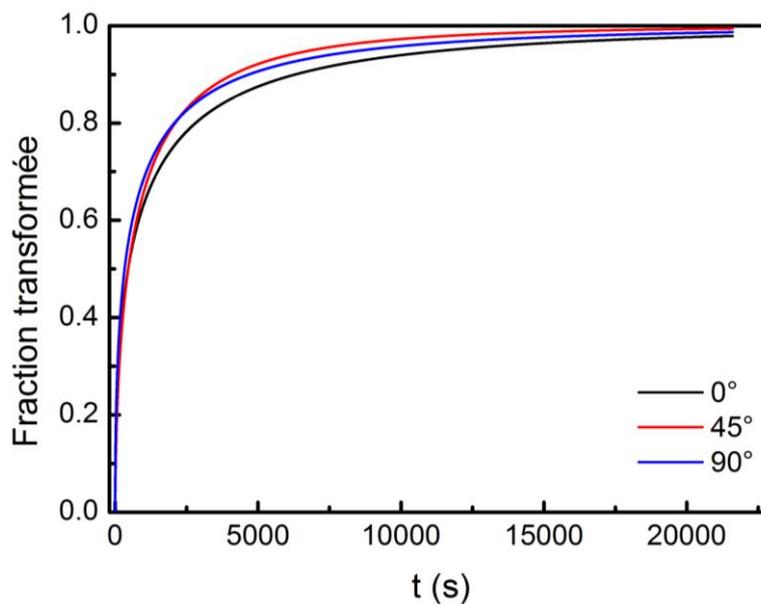
	<b><math>0^\circ/\text{DL}</math></b>	<b><math>45^\circ/\text{DL}</math></b>	<b><math>90^\circ/\text{DL}</math></b>
<b><math>n</math></b>	0.49	0.58	0.48
<b><math>k (\text{s}^{-1}) \cdot 10^{-3}</math></b>	1.12	1.24	1.53

La **Figure III.38** résume l'évolution de la fraction transformée expérimentale et la fraction estimée par le modèle de JMAK modifié [68] en fonction du temps de recuit. Comme il a été déjà montré dans la section III.4.3 (a), les courbes d'adoucissement sont divisées en trois étapes, chacune d'entre elles correspond à un mécanisme d'adoucissement différent [27]. La première étape qui est entre 0 et 600 secondes montre la dominance de la restauration statique [71]. La deuxième étape qui est entre 600 et 3600 secondes, indique que la recristallisation statique est le phénomène dominant. Dans la dernière étape est attribué à la croissance du grain [27,71-72].



**Figure III.38** Évolution des fractions transformées expérimentales, de la JMAK modifiée selon (a) 0°, (b) 45° et (c) 90°/DL

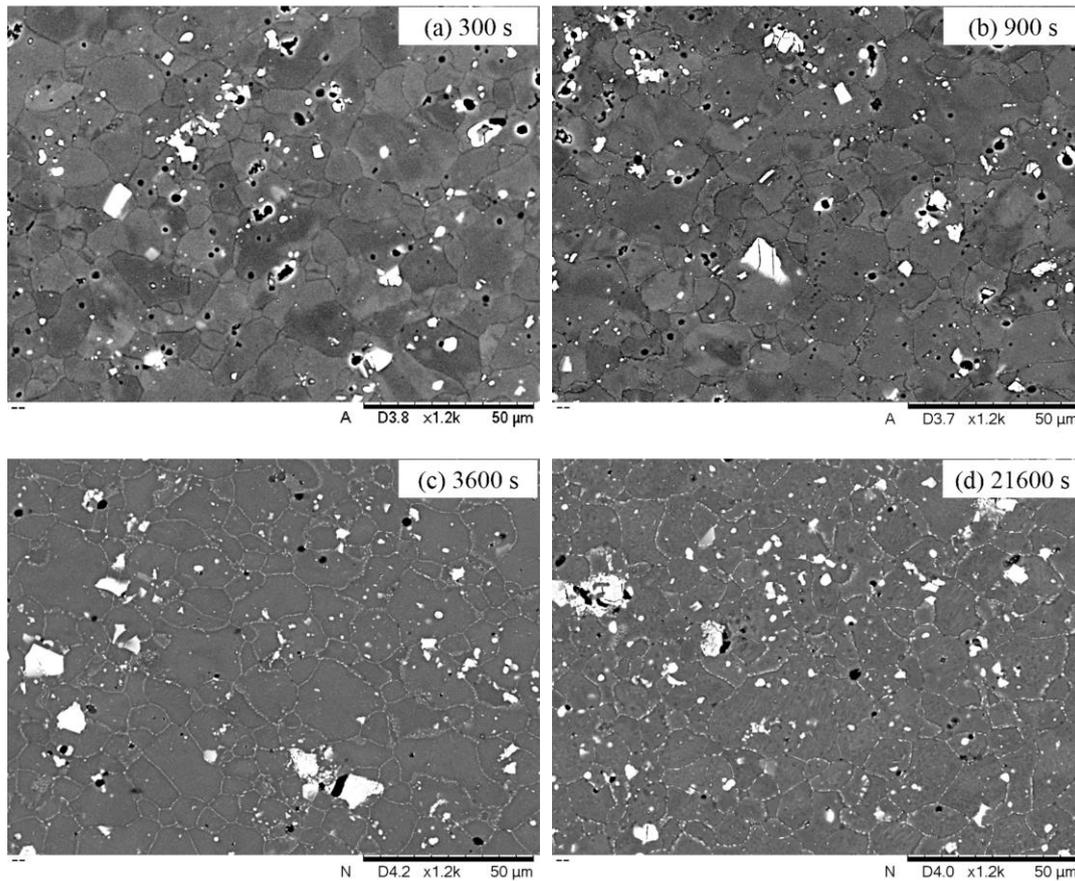
La **Figure III.39** montre les courbes de JMAK ajustées selon les trois directions. Dans la première étape, qui correspond à la recristallisation statique et la troisième qui est liée à la croissance du grain, la fraction transformée selon  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL sont similaires. Dans la deuxième étape, qui correspond à la domination de la recristallisation statique, il y a un écart entre la fraction transformée selon les trois directions. La cinétique d'adoucissement statique à  $45^\circ$  est plus rapide que celle à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ /DL, ce qui se traduit par une valeur  $n$  élevée  $n_{45^\circ} = 0.58$ . La cinétique selon la DL est la plus lente et elle est traduite par  $n_{0^\circ} = 0.49$  et  $k_{0^\circ} = 1.12 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . L'analyse ci-dessus confirme que l'anisotropie plastique modifie la cinétique d'adoucissement statique de l'alliage d'AA2024-T3.



**Figure III.39** Évolution des fractions transformées JMAK modifiées en fonction de  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL

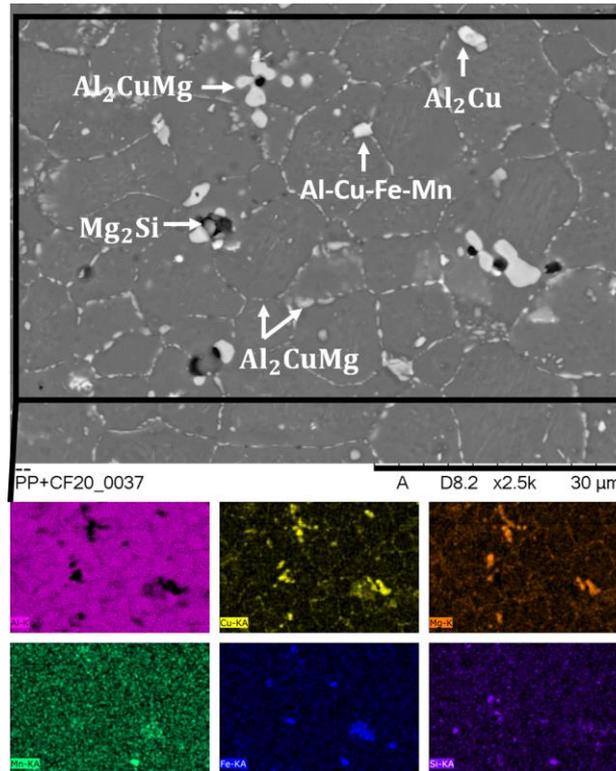
#### b. Évolution de la microstructure de l'adoucissement statique

La **Figure III.40** présente l'évolution de la microstructure pendant le recuit d'adoucissement statique de l'alliage d'AA2024-T3 après un niveau de pré-déformation de 8% le long de  $45^\circ$ /DL et un recuit à  $350^\circ\text{C}$  pendant 300, 900, 3600 et 21600 secondes. Il faut noter que les temps de recuit ont été sélectionnés pour permettre le suivi de l'évolution de la cinétique d'adoucissement statique à différents stades lorsque : i) la restauration statique est prédominante ; ii) la recristallisation statique est le principal processus de transformation ; et iii) lorsqu'aucune variation de la microdureté et de la taille de grain n'est observée.

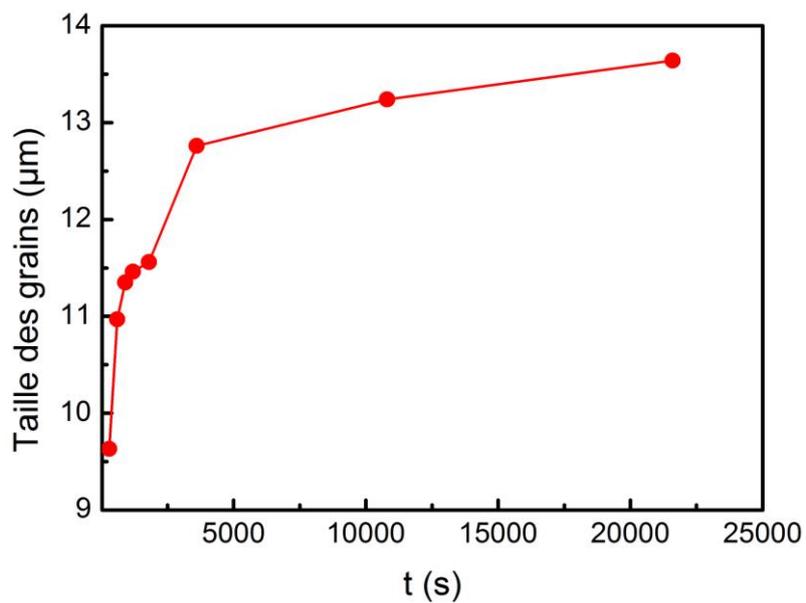


**Figure III.40** Microstructure MEB de AA2024-T3 pré-déformé à 8%, selon 45°/DL puis recuit à 350 °C pendant (a) 300 s (b) 900 s (c) 3600 s et (d) 21600 s

Des exemples illustratifs de l'évolution de la microstructure sont rapportés dans la **Figure III.42**. À 300 secondes du temps de maintien, quelques gros grains ainsi que des grains plus fins peuvent être observés aux joints de grains (*Cf. Figure III.40 (a)*). À 900 secondes du temps de maintien, les grains sont relativement plus gros, ce qui indique la progression de la recristallisation statique (*Cf. Figure III.40 (b)*). À 3600 secondes, les grains sont beaucoup plus gros, et des précipités apparaissent aux joints de grains (*Cf. Figure III.40 (c)*). Après que le temps de maintien a été augmenté à 21600 secondes, le phénomène de croissance des grains devient plus clair ainsi que des précipités S-Al<sub>2</sub>CuMg caractéristiques de l'alliage AA2024-T3 [80] ont été observés dans la microstructure, comme le montre la **Figure III.41**.



**Figure III.41** Carte EDS d'une micrographie de AA2024-T3 pré-déformé à 8%, selon 45°/DL puis traité à 350 °C pendant 21600 s



**Figure III.42** Taille des grains moyenne en fonction du temps de l'état pré-déformé à 8% selon 45°/DL et recuit à 350 °C

Comme le montrent les micrographies MEB (Cf. *Figure III.40* et *Figure III.41*), les constituants de la seconde phase, principalement présents le long des joints de grains, sont devenus plus grossiers avec l'augmentation du temps de maintien. De même, les **Figures III.40** et **III.42** montrent que la taille des grains augmente avec le temps. Il est évident que la présence

de précipités affecte l'adoucissement statique [81], les précipités fins bloquant le mouvement des dislocations et des joints de grains [82]. Cependant, pour les temps de maintien longs (Cf. **Figure III.40 (c, d)**), les précipités au niveau des joints de grains deviennent plus grossiers, ce qui entraîne un effet de blocage plus faible et donc un taux d'annihilation des dislocations plus élevé [81]. Les fractions d'adoucissement plus élevées rapportées dans les **Figures III.38** et **III.44** peuvent être interprétées dans ce contexte. Des résultats similaires ont été rapportés par Bo *et al.* [81] qui ont trouvé que la fraction d'adoucissement statique d'un alliage Al-Cu-Mg-Zr augmentait avec la grosseur des précipités.

Comme l'indique la **Figure III.40**, de nombreux grains plus gros sont entourés par d'autres plus petits, ce qui indique que certains grains en croissance consomment les grains les plus petits pendant l'adoucissement statique et cela est dû au phénomène de l'empiètement. La distribution non homogène de l'énergie stockée entraîne la germination d'amas ou l'empiètement ; donc, un groupe de grains dominants recristallise rapidement et croît au détriment des autres grains à croissance plus lente. Une analyse similaire a été rapportée par Shah *et al.* [67] qui ont également observé ce phénomène dans la cinétique de recristallisation de la ferrite.

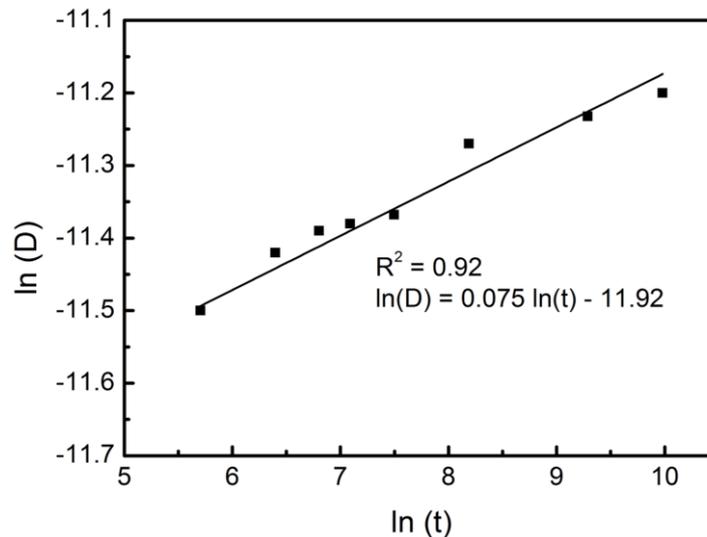
L'évolution de la taille moyenne des grains en fonction du temps de recuit des échantillons déformés dans la direction 45°/DL est rapportée dans la **Figure III.42**. Les données ont été générées à partir des micrographies MEB en utilisant la méthode d'interception linéaire. Un minimum de 4 micrographies MEB avec environ 60 grains ont été considérées pour cette analyse. Trois étapes spécifiques peuvent être identifiées à partir de la figure : i) Dans la première étape, jusqu'à 600 secondes, où la restauration statique est dominante, la taille des grains diminue d'environ 80% ; ii) Dans la deuxième étape, qui est liée à la recristallisation statique, l'augmentation de la taille des grains est d'environ 14% entre 600 et 3600 secondes de temps de recuit. Cependant, après 3600 secondes, on observe un ralentissement de la vitesse de croissance des grains, ce qui correspond à l'apparition de la croissance des grains. Il faut noter que les phénomènes SRV et SRX réduisent l'énergie stockée ; par conséquent, la croissance des grains dans la troisième étape est plus faible que dans la deuxième. Les résultats ci-dessus sont cohérents avec l'évolution de la microdureté et des fractions d'adoucissement statique rapportées dans la **Figure III.38**. Des résultats similaires ont été également obtenus pour les directions 0° et 90°/DL.

La cinétique de l'évolution de la croissance des grains est prédite en analysant la taille des grains en fonction du temps, selon l'équation classique (I.21) ci-dessous [82-83] déjà présentée dans le chapitre I, section I.4.4.

$$D = G t^{n_g} \quad (\text{I.21})$$

Avec,  $D$  est la taille des grains instantanée,  $n_g$  est un exposant de croissance de grain et  $G$  est une constante qui détermine la vitesse de croissance.

Afin d'illustrer la cinétique de la croissance des grains pendant l'adoucissement statique sous l'influence de l'anisotropie plastique, la constante  $n_g$  a été déterminée le long des trois directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$  en utilisant l'évolution de la taille des grains avec le temps de recuit, en traçant les valeurs de  $\ln(D)$  en fonction de  $\ln(t)$ , où,  $n_g$  est calculé à partir de la pente de la ligne ajustée, comme illustré sur la **Figure III.43**. Le paramètre  $n_g$  est de 0.076, 0.075 et 0.070 selon les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ , respectivement.



**Figure III.43** Courbe de  $\ln(D)$  en fonction de  $\ln(t)$  de l'échantillon pré-déformé à 8% selon  $45^\circ/\text{DL}$

Huda et Zaharinie [82] ont caractérisé la cinétique de croissance du grain dans l'alliage d'AA2024-T3 après un recuit de 22 heures dans la gamme de température 250 - 350 °C, les valeurs de  $n_g$  étaient comprises entre 0.116 et 0.121. Les auteurs ont indiqué qu'il y a une légère augmentation des valeurs  $n_g$  lorsque la température augmente. Burke et Turnbull [84] rapportent que Beck, Kremer, Demer et Holzworth, ont été les premiers à trouver que l'exposant augmentait d'environ 0.09 à 400 °C et à 0.32 à 600 °C dans l'aluminium de haute pureté. De plus, les chercheurs ont déclaré que l'exposant se situait entre 0.17 et 0.45 sur la même plage de température dans un alliage aluminium- 2 % magnésium. De plus, on note que les valeurs de l'exposant de croissance des grains  $n_g = 1/m$  s'écartent du comportement idéal de croissance du grain de 0.5 pour les métaux purs [85]. Les faibles valeurs de  $n_g$  caractérisent les

métaux fortement alliés et indiquent une cinétique de grossissement lente causée par les particules de seconde phase qui entravent le mouvement des joints de grains [82,85]. Dans l'alliage d'AA2024-T3 étudié, les valeurs de l'exposant de croissance du grain  $n_g$  sont relativement différentes de celles de [82], ce qui peut être expliqué par la présence de précipités. Ainsi qu'une légère variation de l'exposant de croissance des grains  $n_g = 1 / m$  avec la direction est notée. Cela signifie que l'anisotropie plastique a un léger impact sur la cinétique de croissance des grains.

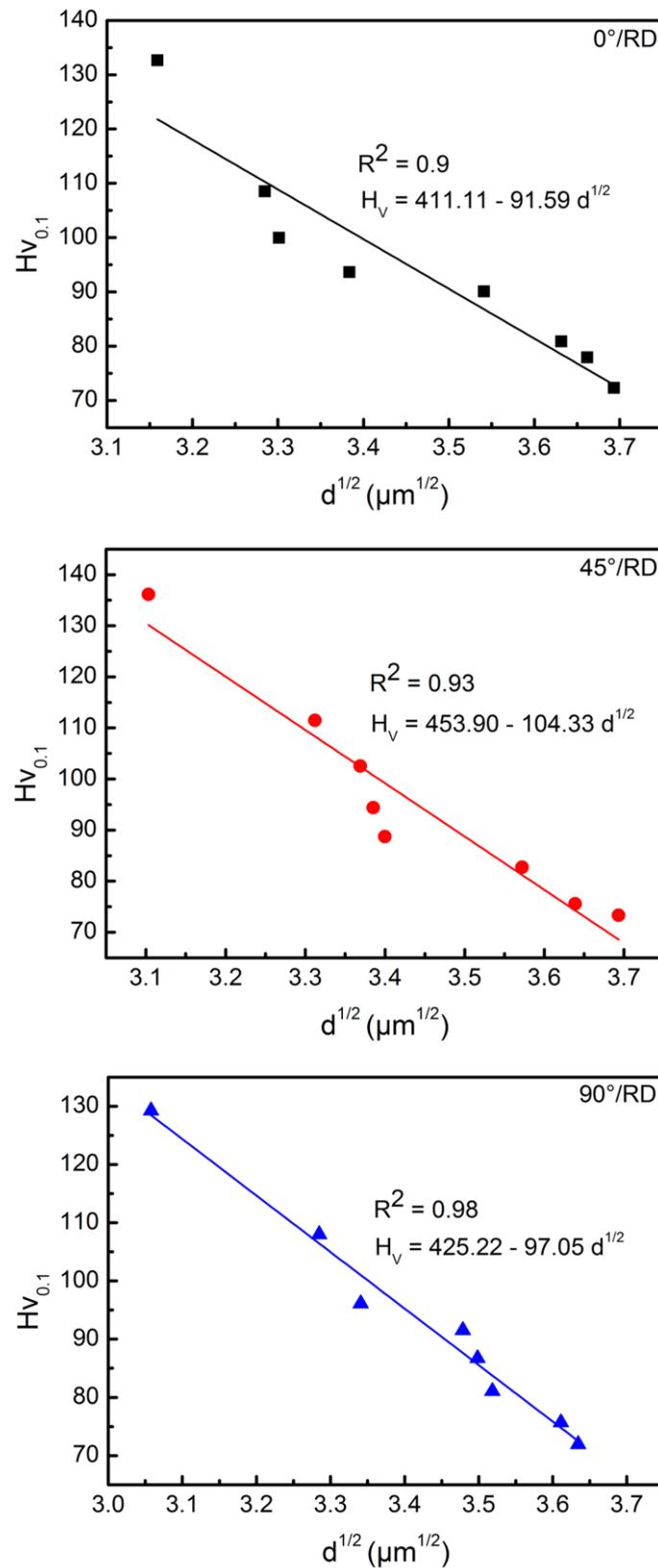
L'adoucissement statique se produit par SRV, SRX et la croissance des grains. La microdureté et la taille moyenne des grains évoluent avec le temps de recuit, comme le montrent les **Figures III.36** et **III.42**. La relation Hall-Petch [86-87] relie les résultats de la microdureté à la taille des grains.

$$H_v = H_0 + k_H d^{-1/2} \quad (\text{III.26})$$

Avec,  $H_v$  est la microdureté ;  $H_0$  et  $k_H$  sont les constantes appropriées associées aux mesures de microdureté ;  $d$  est la taille du grain. La **Figure III.44** montre la dépendance de la microdureté de la taille des grains pour les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ . Les résultats de  $k_H$  et  $H_0$  sont répertoriés dans le **Tableau III.11**. La microdureté de l'alliage d'AA2024-T3 recuit diminue lorsque la taille du grain augmente. Les valeurs de  $k_H$  et  $H_0$  sont comprises entre -104.33 et -91.59  $H_v \mu\text{m}^{-2}$ , 411.11 et 453.90  $H_v$ , respectivement. Les résultats illustrés dans le **Tableau III.11** montrent que les paramètres Hall-Petch  $H_0$  et  $k_H$  changent avec la direction. La valeur absolue des coefficients de Hall-Petch est plus élevée selon  $45^\circ$  que selon  $0^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ . Ceci est cohérent avec les valeurs du paramètres JMAK et la fraction transformée montrée dans la **Figure III.39**. De plus, la relation Hall-Petch dépend de la taille du grain (l'équation (III.26)). Comme la microdureté et la taille des grains pendant l'adoucissement statique augmentent avec le temps (*Cf. Figure III.36 et III.42*), la relation Hall-Petch est implicitement une relation dépendante du temps.

**Tableau III.11** Les constantes de Hall-Petch en fonction de  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ , et  $90^\circ/\text{DL}$

	<b><math>0^\circ/\text{DL}</math></b>	<b><math>45^\circ/\text{DL}</math></b>	<b><math>90^\circ/\text{DL}</math></b>
<b><math>K_H (H_v \mu\text{m}^{-2})</math></b>	-91.59	-104.33	-97.05
<b><math>H_0 (H_v)</math></b>	411.11	453.90	425.22



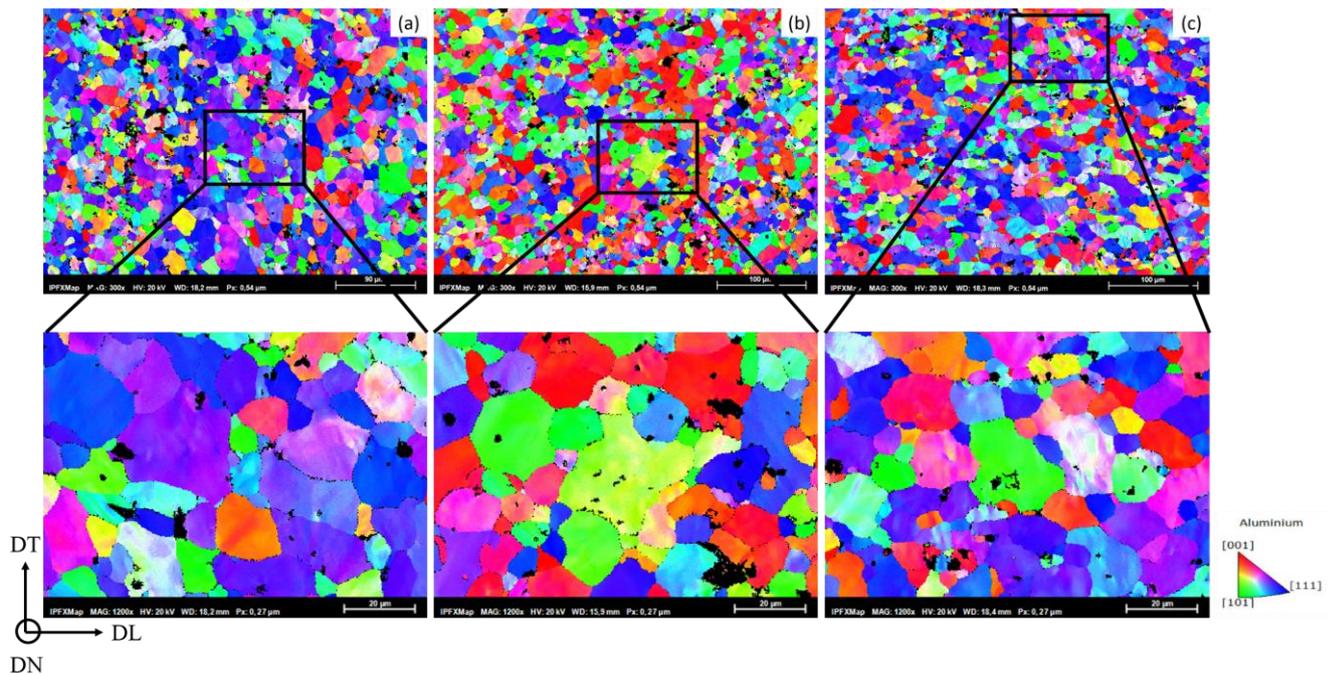
**Figure III.44** Évolution de la microdureté en fonction de la taille des grains selon 0°, 45° et 90°/DL

Sato *et al.* [88] ont trouvé que les valeurs de  $k_H$  et  $H_0$  étaient d'environ  $19 H_v \mu m^{-2}$  et  $18 H_v$ , respectivement, dans les zones d'agitation des soudures par friction-malaxage (FSW) de l'alliage d'AA1050 pressé à canal égal (ECA) et que le  $k_H$  était augmenté à  $53 H_v \mu m^{-2}$  dans la zone d'agitation de l'AA5083. Cependant,  $k_H$  était d'environ  $9 H_v \mu m^{-2}$  dans l'aluminium pur recuit alors qu'il était de  $35 H_v \mu m^{-2}$  dans l'aluminium à grains ultrafins. Les auteurs ont attribué l'augmentation des valeurs de  $k_H$  de l'alliage d'aluminium dans les différentes conditions à la haute densité des dislocations, à la taille de grain plus petite et à la présence de fines particules qui freinent les dislocations mobiles. Wang *et al.* [89] ont analysé la contrainte d'écoulement de l'acier Fe-34.5Mn-0.04C à structure de grain recristallisé et à structure lamellaire, en utilisant l'équation de Hall-Petch, les pentes de la limite d'élasticité en fonction de  $d^{-1/2}$  étaient de 149 et 266 pour les échantillons entièrement recristallisés et à structure lamellaire, respectivement. Dans le présent travail, le paramètre  $k_H$  de Hall-Petch pour l'alliage d'AA2024-T3 après recuit est plus élevé que celui des alliages d'aluminium rapporté dans [88]. Cela pourrait être lié au freinage du mouvement des dislocations dû à la présence de précipités ou à un phénomène d'empiètement.

### c. Évolution de la microtexture de l'adoucissement statique

Les résultats ci-dessus ont montré que la cinétique d'adoucissement statique était affectée par l'anisotropie plastique. Cependant, ceci doit être validé et quantifié par l'analyse de l'évolution de la microtexture pendant le recuit de l'alliage. La **Figure III.45** présente la carte EBSD de figure de pole inverse (IPF) de l'alliage d'AA2024-T3 traité à 1800 secondes de recuit à  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  après une pré-déformation de 8% selon (a)  $0^{\circ}$ , (b)  $45^{\circ}$ , (c)  $90^{\circ}/\text{DL}$ . Les résultats rapportés dans la **Figure III.45**, où les gros grains sont entourés par d'autres plus petits grains, confirment l'existence d'un phénomène d'empiètement pendant l'adoucissement statique. Une comparaison entre les résultats obtenus de (IPF) montre que la plupart des grains ont leur plan (111) parallèle à la direction de laminage (DL) dans l'état recuit pré-déformé selon  $0^{\circ}$  et  $90^{\circ}/\text{DL}$ . Chen et al. [90] ont étudié l'effet du traitement thermique sur l'orientation des grains de l'alliage extrudé 2196 Al-Li, les résultats EBSD ont montré que les grains ont une orientation  $\langle 111 \rangle$ , ce qui est cohérent avec les résultats IPF selon  $0^{\circ}$  et  $90^{\circ}/\text{DL}$ . Au contraire, dans l'échantillon d'AA2024-T3 pré-déformé selon  $45^{\circ}$  et recuit, le plan (001) de la plupart des grains est parallèle à la DL. Ce qui nous permet de dire que l'orientation des grains change avec la direction. Ces observations sont cohérentes avec les valeurs du coefficient d'Avrami  $n$  citées dans le **Tableau III.10** selon les trois directions qui sont caractéristiques d'une cinétique basée sur la germination

et la croissance [70]. Chen *et al.* [90] ont caractérisé l'orientation des grains de l'alliage 2196 Al-Li après un essai de traction selon  $0^\circ$  (direction d'extrusion),  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL. Ils ont constaté que les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau étaient anisotropes et ils les ont corrélées avec les résultats EBSD qui ont montré que l'orientation des grains variait avec la direction de la déformation [90]. La variation de l'orientation des grains dans les différentes directions (Cf. **Figure III.45**) valide l'effet de l'anisotropie plastique sur l'adoucissement statique dans l'alliage d'AA2024-T3. De plus, après le recuit des échantillons pré-déformés à  $45^\circ$ , les plans (001) d'une majorité de grains sont parallèles à la DL, indiquant qu'il s'agit de grains d'orientation cubique [91]. L'évolution des composants cubiques pendant la recristallisation des grains est générée par une nucléation orientée (ON) et/ou une croissance orientée (OG) [92-94]. Alors que ON est liée à la forte densité de nucléation orientée cube, et OG est caractérisée par la croissance rapide de la composante cube par rapport aux autres composantes de recristallisation. Cela peut expliquer la valeur élevée de l'exposant d'Avrami  $n$  après une pré-déformation dans la direction de  $45^\circ$  par rapport aux directions de  $0^\circ$  et  $90^\circ$ /DL.

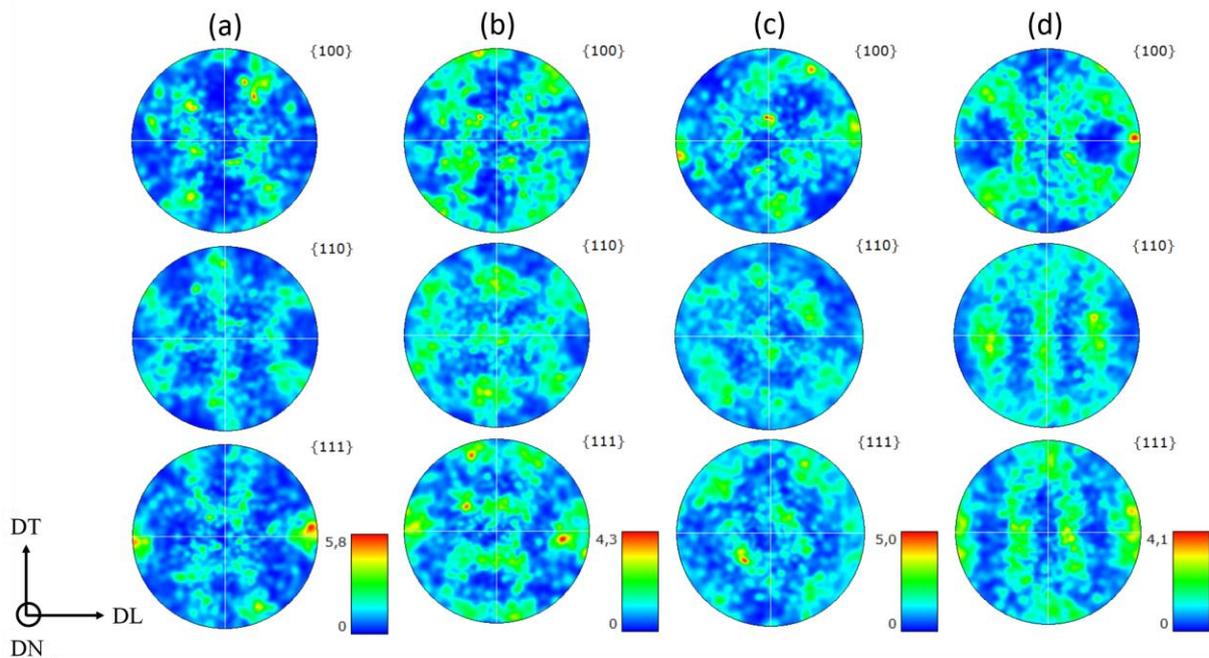


**Figure III.45** Cartographie IPF de l'état traité à  $350^\circ\text{C}$  pendant 1800 secondes après une pré-déformation de 8% selon (a)  $0^\circ$ , (b)  $45^\circ$ , (c)  $90^\circ$ /DL

La **Figure III.46** montre les figures de pole des échantillons mentionnés ci-dessus. L'intensité des composantes de l'état pré-déformé à un niveau de déformation de 8% dans la direction de  $0^\circ$  est de 5.8. Elle a été affaiblie à 4.3, 5 et 5.1 dans les directions  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$ /DL, respectivement, après un recuit à  $350^\circ\text{C}$  pendant 1800 secondes. Lee et Park [95] ont rapporté

que dans un alliage de magnésium laminé à froid, l'intensité des figures de pole diminuait lorsque la fraction volumique des grains statiquement recristallisés augmentait. Les changements étaient liés à l'augmentation du degré de variation de la texture causée par la formation de nouveaux grains.

Il faut noter que l'intensité des composantes change avec la direction. Plus précisément, dans les directions  $0^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ , l'intensité des composantes est respectivement 4.3 et 4.1. Ce qui est cohérent avec la valeur du coefficient d'Avrami  $n$  dans ces directions. Le maximum a été obtenu pour la direction  $45^\circ$  suivi par les échantillons déformés à  $0^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$ . Liu et Morris [96] ont étudié l'effet de la texture initiale avant le laminage à froid sur la recristallisation et la texture de recristallisation d'un alliage d'AA5182. Les auteurs ont déclaré que la composante cubique augmentait avec la température par rapport aux autres composantes de la texture. Ceci peut expliquer l'intensité plus élevée des composantes dans la direction de  $45^\circ$  (Cf. *Figure III.46*) par rapport aux autres directions.

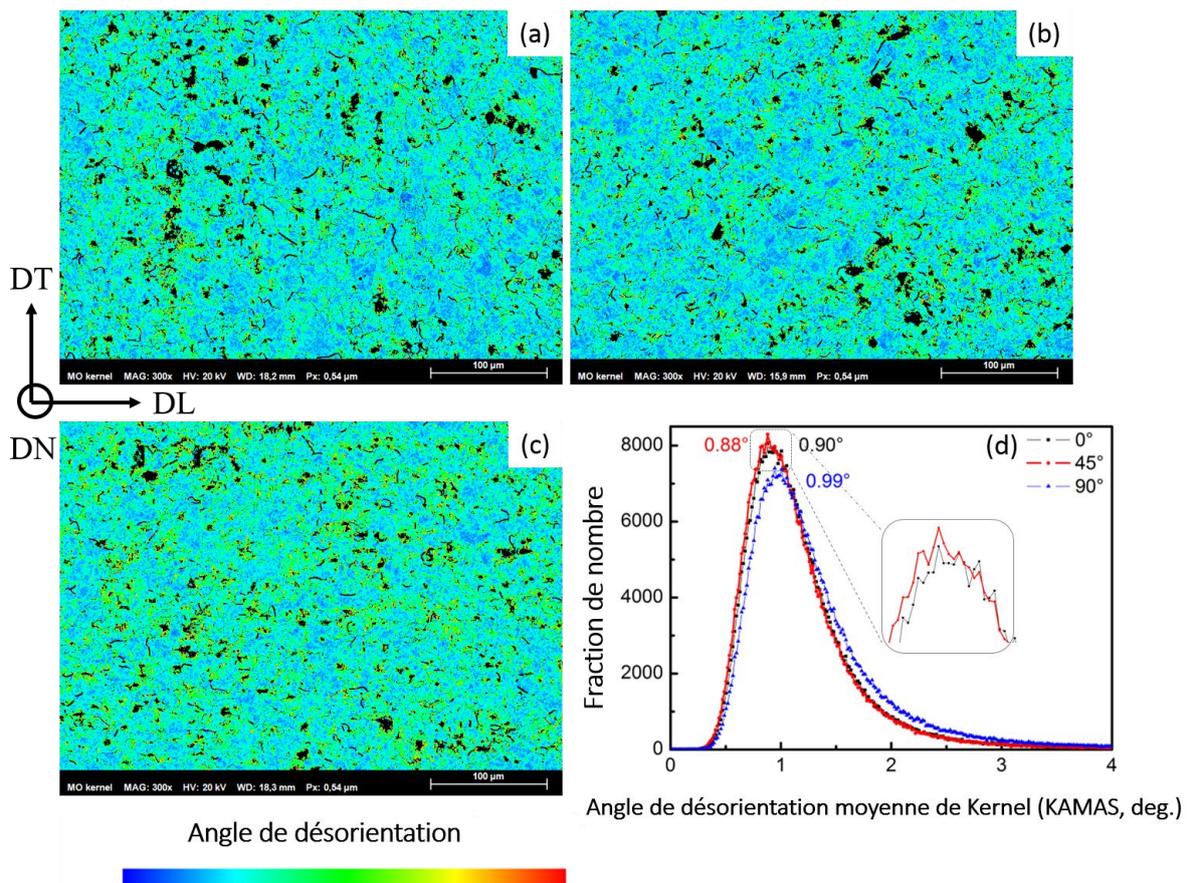


**Figure III.46** Figure de pole de l'état pré-déformé à 8% selon la DL (a) de l'état traité à 350 °C pendant 1800 secondes après une pré-déformation de 8% selon (a)  $0^\circ$ , (b)  $45^\circ$ , (c)  $90^\circ/\text{DL}$

La *Figure III.47* présente les cartes de désorientation moyenne de Kernel (KAM) de l'état pré-déformé à 8% traité pendant 1800 s selon  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ/\text{DL}$  et la fraction en nombre de KAM des états cités ci-dessus (Cf. *Figure III.47 (d)*). On note que KAM représente la déformation plastique et indique la densité de dislocation dans le matériau [97-100]. Ainsi, dans la figure,

l'intensité des angles de désorientation/densité de dislocation varie entre les codes de couleur bleus et rouges pour l'intensité la plus faible et la plus élevée, respectivement.

Dans l'état pré-déformé à 8% traité pendant 1800 secondes, les angles de désorientation/densité de dislocation sont plus élevés, dans la direction 90°/DL (Cf. *Figure III.47 (c)*) alors qu'ils sont plus faibles dans les directions 0° et 45°/DL (Cf. *Figure III.47 (a, b)*). Ceci est confirmé par la fraction en nombre de KAM présentée dans la *Figure III.47 (d)*. La fraction en nombre de KAM est d'environ 0.99° pour la direction de 90°/DL par rapport à 0.90° et 0.88° pour 0° et 45°/DL, respectivement. Il est connu qu'une densité élevée de dislocation augmente l'énergie interne stockée ainsi que la cinétique de nucléation / croissance du grain. Ainsi, elle augmente la valeur de la constante de vitesse  $k$  dans l'équation JMAK [70]. Les résultats ci-dessus confirment que l'anisotropie plastique influence la cinétique de nucléation et de croissance pendant le processus d'adoucissement statique dans l'alliage d'aluminium étudié.



**Figure III.47** Cartographie de désorientation moyenne de Kernel (KAM) de l'état traité à 350 °C pendant 1800 secondes après une pré-déformation de 8% selon (a) 0°, (b) 45°, (c) 90°/DL et (d) fraction de KAM des conditions examinées

### III.4.5. Conclusions

L'influence de l'anisotropie plastique sur la cinétique de l'adoucissement statique dans un alliage d'aluminium AA2024-T3 a été analysée après des essais de traction uniaxiale dans les directions 0°, 45° et 90°/DL suivis de traitements de recuit à 350°C pendant différentes durées.

Les principales conclusions de cette étude peuvent être résumées comme suit :

- ✓ La cinétique d'adoucissement statique dans la tôle d'AA2024-T3 a été prédite avec plus de précision par l'équation JMAK modifiée de Lee et Kim [68] contenant un paramètre d'empiètement  $c = 0.1$ .
- ✓ Le niveau de pré-déformation et la température ont influencé le comportement de la seconde phase  $S-Al_2CuMg$  ainsi que la cinétique d'adoucissement statique.
- ✓ L'anisotropie plastique a modifié la cinétique d'adoucissement statique.
- ✓ L'exposant de l'évolution de la croissance des grains change légèrement avec la direction, ce qui suggère qu'il est lié à l'effet de traînée de la seconde phase qui entrave le mouvement des joints de grain et retarde la cinétique de croissance des grains.
- ✓ Une relation de type Hall-Petch a été trouvée entre la taille des grains et la microdureté. Cette dépendance est fonction du temps de recuit et les paramètres de Hall-Petch sont affectés par l'anisotropie plastique.
- ✓ L'analyse de la microtexture par EBSD a confirmé l'influence de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique.

**III.5 Références du Chapitre III**

- [1] Barralis J, Maeder G; Précie de métallurgie - élaboration, structures-propriétés et normalisation; Edition Nathan-Afnor; 2005.
- [2] Mohamed A Ben, Znaïdi A, Baganna M, Nasri R; The study of the hardening precipitates and the kinetic precipitation. Its influence on the mechanical behavior of 2024 and 7075 aluminum alloys used in aeronautics; Conf Multiphysics Model Simul Syst Des Springer ,Cham; 2015;2:219–28. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-14532-7>.
- [3] Lipski A, Mroziński S; The effects of temperature on the strength properties of aluminium alloy 2024-T3; Acta Mech Autom; 2012;6:62–6.
- [4] Alexopoulos ND, Papanikos P; Experimental and theoretical studies of corrosion-induced mechanical properties degradation of aircraft 2024 aluminum alloy; Mater Sci Eng A; 2008;498:248–57. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.08.024>.
- [5] Von Mises R; Mechanik der festen Körper im plastisch deformablen Zustand. Nachrichten von Der Gesellschafft Der Wissenschaften Zu Göttingen, Math Klasse; 1913;1:582–92.
- [6] Houria M, Matougui N, Mehdi B, Kherrouba N, Jahazi M; Effect of Plastic Anisotropy on the Kinetics of Static Softening in AA2024–T3 Aluminum Alloy; Met Mater Int; 2022:1–17. <https://doi.org/10.1007/s12540-021-01126-z>.
- [7] Mehdi B; Contribution à l'étude de la texture, l'anisotropie et le comportement mécanique des soudures de l'alliage de Titane Ti-6Al-4V; Faculté de physique USTHB-Alger; 2016.
- [8] Chastel Y, Nalewajk V, Forestier R, Massoni E; Caractérisation du comportement anisotrope de tôles d' aluminium; HAL Nice, Fr; 2005:4 p.
- [9] Ji C, Li Z, Liu J; Development of an improved MMC-based fracture criterion characterizing the anisotropic and strain rate-dependent behavior of 6061-T5 aluminum alloy; Mech Mater; 2020;150:103598. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2020.103598>.
- [10] Abd El-Aty A, Xu Y, Zhang SH, Ha S, Ma Y, Chen D; Impact of high strain rate deformation on the mechanical behavior, fracture mechanisms and anisotropic response of 2060 Al-Cu-Li alloy; J Adv Res; 2019;18:19–37. <https://doi.org/10.1016/j.jare.2019.01.012>.
- [11] Beausir B, Scharnweber J, Jaschinski J, Brokmeier HG, Oertel CG, Skrotzki W; Plastic anisotropy of ultrafine grained aluminium alloys produced by accumulative roll bonding; Mater Sci Eng A; 2010;527:3271–8. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.02.006>.
- [12] Hill R; A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals; Proc R Soc London Ser A Math Phys Sci; 1948;193:281–97. <https://doi.org/10.1098/rspa.1948.0045>.
- [13] Comte C, von Stebut J; Microprobe-type measurement of young's modulus and poisson coefficient by means of depth sensing indentation and acoustic microscopy; Surf Coatings Technol; 2002;154:42–8. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(01\)01706-6](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(01)01706-6).
- [14] Abaqus 6.10 documentation collection, Abaqus/CAE User's Manual, Anisotropic yield. 2010.
- [15] Hollomon J; Tensile deformation; Trans AIME; 1945:268–90.
- [16] Swift HW; Plastic instability under plane stress; J Mech Phys Solids; 1952;1:1–18.
- [17] Ludwik P; Elemente der technologischen Mechanik; Springer; 1909:32.
- [18] Voce E; The relationship between stress and strain for homogeneous deformations; J Inst Met;

- 1948;74:537 – 562.
- [19] Voce E; A practical strain hardening function; *Metallurgia*; 1955;51:219–26.
- [20] Ludwik P; *Elements der technologischen mechanik*; Springer Berlin; 1909:1909.
- [21] Wagoner RH; Measurement and analysis of plane-strain work hardening; *Metall Mater Trans A*; 1980;11:165–75. <https://doi.org/10.1007/BF02700453>.
- [22] Laukonis J V., Ghosh AK; Effects of strain path changes on the formability of sheet metals; *Metall Trans A*; 1978;9:1849–56. <https://doi.org/10.1007/BF02663419>.
- [23] Aghaie-Khafri M, Mahmudi R, Pishbin H; Role of yield criteria and hardening laws in the prediction of forming limit diagrams; *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*; 2002;33:1363–71. <https://doi.org/10.1007/s11661-002-0061-1>.
- [24] Kocks U; *Laws for Work-Hardening and Low-Temperature Creep*; *J Eng Mater Technol*; 1976;98:76–85.
- [25] Mecking H, Kocks UF; Kinetics of flow and strain-hardening; *Acta Metall*; 1981;29:1865–75. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(81\)90112-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90112-7).
- [26] Woo SK, Pei R, Al-Samman T, Letzig D, Yi S; Plastic instability and texture modification in extruded Mg-Mn-Nd alloy; *J Magnes Alloy*; 2022;10:146–59. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2021.07.003>.
- [27] Humphreys FJ, Hatherly M; *Recrystallization and related annealing phenomena*; Elsevier, Oxford, Second Ed; 2004:448.
- [28] Driver J; *Genèse et contrôle des microstructures*; Cours modélisation, C; 2009, p. 1–28.
- [29] Benchabane G; *Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers*; *Physique des Matériaux*, université mohamed khider-biskra; 2009.
- [30] Hockett J-E; On relating the flow stress of aluminum to strain, strain rate, and temperature Flow stress of aluminum related to strain, strain rate and temperature, discussing compression testing machine and results; *AIME, Trans*; 1967;239:969–76.
- [31] Lloyd DJ, Mclaughlan BD, Sang H; The stress—strain behaviour of aluminium alloys at large strains; *Scr Metall*; 1977;11:297–300.
- [32] Yasnikov IS, Kaneko Y, Uchida M, Vinogradov A; The grain size effect on strain hardening and necking instability revisited from the dislocation density evolution approach; *Mater Sci Eng A*; 2022;831:142330. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142330>.
- [33] Kocks UF, Mecking H; Physics and phenomenology of strain hardening: The FCC case; *Prog Mater Sci*; 2003;48:171–273. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(02\)00003-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(02)00003-8).
- [34] Kocks UF; *Laws for Work-Hardening and low-Temperature Creep*; *J Eng Mater Technol Trans ASME*; 1976;98:76–85.
- [35] Hasegawa T, Yakou T, Kocks UF; Forward and reverse rearrangements of dislocations in tangled walls; *Mater Sci Eng*; 1986;81:189–99. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90262-4](https://doi.org/10.1016/0025-5416(86)90262-4).
- [36] Mehdi B, Kherrouba N, Doufana S, Badji R, Alili B; Evolution of the microstructural parameters of cold work ti-6-al-4v alloy; *Acta Metall Slovaca*; 2017;23:313–8. <https://doi.org/10.12776/ams.v23i4.1003>.

- [37] Grabco D, Leu D; Deformation mechanism as a function of applied load under metal microindentation; *Mater Sci Eng A*; 2010;527:6987–96. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.07.034>.
- [38] Chen Y, Gao N, Sha G, Ringer SP, Starink MJ; Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine-grained Al-Cu-Mg alloy; *Acta Mater*; 2016;109:202–12. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.050>.
- [39] Rietveld HM; Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement; *Acta Crystallogr*; 1967;22:151–2. <https://doi.org/10.1107/s0365110x67000234>.
- [40] Qi Z, Cong B, Qi B, Sun H, Zhao G, Ding J; Microstructure and mechanical properties of double-wire + arc additively manufactured Al-Cu-Mg alloys; *J Mater Process Technol*; 2018;255:347–53. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.12.019>.
- [41] Lin YC, Xia YC, Jiang YQ, Zhou HM, Li LT; Precipitation hardening of 2024-T3 aluminum alloy during creep aging; *Mater Sci Eng A*; 2013;565:420–9. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.12.058>.
- [42] Tardelli J; Etude du comportement électrochimique des phases intermétalliques des alliages d'aluminium 2214-T6 et 7050-T74: Approche multi-échelle de matériaux polyphasés; *Chimie de la matière et des matériaux*, Université de Lorraine; 2012.
- [43] Kamguo Kanga H, Larouche D, Bournane M, Rahem A; Solidification of aluminum-copper B206 alloys with iron and silicon additions; *Metall Mater Trans A*; 2010;41:2844–55. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0293-4>.
- [44] Williamson GK, Smallman RE; III. Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray Debye-Scherrer spectrum; *Philos Mag*; 1956;1:34–46. <https://doi.org/10.1080/14786435608238074>.
- [45] Sarkar A, Mukherjee P, Barat P; X-ray diffraction studies on asymmetrically broadened peaks of heavily deformed zirconium-based alloys; *Mater Sci Eng A*; 2008;485:176–81. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.07.063>.
- [46] Hughes DA, Hansen N; Microstructural evolution in nickel during rolling and torsion; *Mater Sci Technol*; 1991;7:544–53. <https://doi.org/10.1179/026708391790183736>.
- [47] Alili B; Contribution à l'étude des transformations de phases dans les alliages à base de cuivre (Cu-15%Ni-8%Sn en poids); effets de la texture et de la géométrie des joints de grains; *faculté de physique USTHB-Alger*; 2007.
- [48] Rajmohan N, Hayakawa Y, Szpunar JA, Root JH; The determination of orientation-dependent stored energy using neutron diffraction; *Phys B Condens Matter*; 1998;241–243:1225–7. [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(97\)00834-X](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(97)00834-X).
- [49] Etter AL, Mathon MH, Baudin T, Branger V, Penelle R; Influence of the cold rolled reduction on the stored energy and the recrystallization texture in a Fe-53%Ni alloy; *Scr Mater*; 2002;46:311–7. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(01\)01245-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(01)01245-3).
- [50] Charai A, Walther T, Alfonso C, Zahra AM, Zahra CY; Coexistence of clusters, GPB zones, S'', S' and S-phases in an Al-0.9% Cu-1.4% Mg alloy; *Acta Mater*; 2000;48:2751–64. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00422-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00422-X).
- [51] Parel TS, Wang SC, Starink MJ; Hardening of an Al-Cu-Mg alloy containing Types I and II S phase precipitates; *Mater Des*; 2010;31:S2–5. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2009.12.048>.
- [52] Shih HC, Ho NJ, Huang JC; Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys;

- Metallurgical and materials transaction A; 1996;27:2479–2494. <https://doi.org/10.1007/BF02652342>.
- [53] Gao N, Starink MJ, Langdon TG; Using differential scanning calorimetry as an analytical tool for ultrafine grained metals processed by severe plastic deformation; Mater Sci Technol; 2009;25:687–98. <https://doi.org/10.1179/174328409X408901>.
- [54] Farzadi A; Modeling of isothermal recovery and recrystallization kinetics by means of hardness measurements; Materwiss Werksttech; 2015;46:1218–25. <https://doi.org/10.1002/mawe.201500445>.
- [55] Kurukuri S, Miroux A, Wisselink H, van den Boogaard T; Simulation of stretch forming with intermediate heat treatments of aircraft skins: A physically based modeling approach; Int J Mater Form; 2011;4:129–40. <https://doi.org/10.1007/s12289-010-1013-8>.
- [56] Tir I; Stabilité thermique et analyse des paramètres microstructuraux après adoucissement statique des alliages d'aluminium de nuance Al 2024; mémoire de master en ingenierie des surface, ENSMM-annaba; 2017.
- [57] Chen SP, Kuijpers NCW, Van Der Zwaag S; Effect of microsegregation and dislocations on the nucleation kinetics of precipitation in aluminium alloy AA3003; Mater Sci Eng A; 2003;341:296–306. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00245-9](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00245-9).
- [58] Ouhiba S, Nicolay A, Boissonnet L, Bernacki M, Bozzolo N; Formation of coarse recrystallized grains in 6016 aluminum alloy during holding after hot deformation; Metall Mater Trans A; 2022;1–24. <https://doi.org/10.1007/s11661-022-06672-8>.
- [59] Eliseev AA, Fortuna S V., Kolubaev EA, Kalashnikova TA; Microstructure modification of 2024 aluminum alloy produced by friction drilling; Mater Sci Eng A; 2017;691:121–5. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.040>.
- [60] Chen SP, Hanlon DN, Van Der Zwaag S, Pei YT, Dehosson JTM; Quantification of the recrystallization behaviour in Al-alloy AA1050; J Mater Sci; 2002;37:989–95. <https://doi.org/10.1023/A:1014356116058>.
- [61] Winning M, Schäfer C; Influencing recrystallization behaviour by mechanical loads; Mater Sci Eng A; 2006;419:18–24. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.01.053>.
- [62] Salehi MS, Serajzadeh S; Simulation of static softening behavior of an aluminum alloy after cold strip rolling; Comput Mater Sci; 2013;69:53–61. <https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.11.028>.
- [63] Luo H; Effect of concurrent recovery on Avrami exponent of the softening kinetics after hot deformation; Mater Sci Eng A; 2012;532:44–9. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.060>.
- [64] Huang C, Jia X, Zhang Z; Modeling and simulation of the static recrystallization of 5754 aluminium alloy by cellular automaton; Metals (Basel); 2018;8:585. <https://doi.org/10.3390/met8080585>.
- [65] Jiang F, Zhang H, Li L, Chen J; The kinetics of dynamic and static softening during multistage hot deformation of 7150 aluminum alloy; Mater Sci Eng A; 2012;552:269–75. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.039>.
- [66] Tang J, Zhang H, Teng J, Fu D, Jiang F; Effect of Zn content on the static softening behavior and kinetics of Al–Zn–Mg–Cu alloys during double-stage hot deformation; J Alloys Compd; 2019;806:1081–96. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.07.332>.
- [67] Shah V, Krugla M, Offerman SE, Sietsma J, Hanlon DN; Effect of silicon, manganese and heating

- rate on the ferrite recrystallization kinetics; *ISIJ Int*; 2020;60:1312–23. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2019-475>.
- [68] Lee E, Kim YG; A transformation kinetic model and its application to Cu-Zn-Al shape memory alloys–I. isothermal conditions; *Acta Met. et Mat*; 1990;38:1669–1676.
- [69] Akbari E, Karimi Taheri K, Karimi Taheri A; The effect of prestrain temperature on kinetics of static recrystallization, microstructure evolution, and mechanical properties of low carbon steel; *J Mater Eng Perform*; 2018;27:2049–59. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3328-4>.
- [70] Rollet A, Humphreys FJ, Rohrer G, Hatherly M; *Recrystallization and related annealing phenomena*; Elsevier, Oxford, Third Ed; 2004:264.
- [71] Verdier M, Brechet Y, Guyot P; Recovery of AlMg alloys: Flow stress and strain-hardening properties; *Acta Mater*; 1998;47:127–34. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00350-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00350-4).
- [72] Kalu PN, Waryoba DR; A JMAK-microhardness model for quantifying the kinetics of restoration mechanisms in inhomogeneous microstructure; *Mater Sci Eng A*; 2007;464:68–75. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.01.124>.
- [73] Jiang F, Zhang H; Non-isothermal precipitation kinetics and its effect on hot working behaviors of an Al–Zn–Mg–Cu alloy; *J Mater Sci*; 2018;53:2830–43. <https://doi.org/10.1007/s10853-017-1691-4>.
- [74] Cepeda-Jiménez CM, Ruano OA, M. Carsí FC; Study of hot deformation of an Al – Cu – Mg alloy using processing maps and microstructural characterization; *Mater Sci Eng A*; 2012;552:530–9. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.082>.
- [75] Styles MJ, Hutchinson CR, Chen Y, Deschamps A, Bastow TJ; The coexistence of two S (Al<sub>2</sub>CuMg) phases in Al-Cu-Mg alloys; *Acta Mater*; 2012;60:6940–51. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.08.044>.
- [76] HU Z yi, FAN C he, SHEN T, OU L, DAI N shan, WANG L; Effect of aging treatment on evolution of S' phase in rapid cold punched Al–Cu–Mg alloy; *Trans Nonferrous Met Soc China (English Ed)*; 2021;31:1930–8. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(21\)65627-3](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65627-3).
- [77] Murphy AD, Allison JE; The recrystallization behavior of unalloyed Mg and a Mg-Al alloy; *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*; 2018;49:1492–508. <https://doi.org/10.1007/s11661-018-4494-6>.
- [78] Lü Y, Molodov DA, Gottstein G; Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe-Mn-C alloy; *Acta Mater*; 2011;59:3229–43. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.01.063>.
- [79] Shen J, Nagasaka T, Muroga T, Li Y, Yang H, Kano S, et al; Study on anisotropy in microstructure and tensile properties of the 12Cr oxide dispersion strengthened (ODS) steel; *Fusion Eng Des*; 2019;146:1082–5. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2019.02.011>.
- [80] Somerday M, Humphreys FJ; Recrystallisation behaviour of supersaturated Al-Mn alloys. Part 1 - Al-1.3 wt-%Mn; *Mater Sci Technol*; 2003;19:20–9. <https://doi.org/10.1179/026708303225008590>.
- [81] Bo G, Jiang F, Su H, Wu L, Teng J, Fu D, et al; Static softening behavior and modeling of an Al–Cu–Mg–Zr alloy with various pre-precipitation microstructures during multistage hot deformation; *Mater Sci Eng A*; 2020;778:139094. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139094>.
- [82] Huda Z, Zaharinie T; Kinetics of grain growth in 2024-T3: An aerospace aluminum alloy; *J Alloys Compd*; 2009;478:128–32. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.11.071>.

- [83] Annasamy M, Haghdadi N, Taylor A, Hodgson P, Fabijanic D; Static recrystallization and grain growth behaviour of Al<sub>0.3</sub>CoCrFeNi high entropy alloy; *Mater Sci Eng A*; 2019;754:282–94. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.088>.
- [84] Burke JE, Turnbull D; Recrystallization and grain growth; *Prog Met Phys*; 1952;3:220–92. [https://doi.org/10.1016/0502-8205\(52\)90009-9](https://doi.org/10.1016/0502-8205(52)90009-9).
- [85] Liu WH, Wu Y, He JY, Nieh TG, Lu ZP; Grain growth and the Hall-Petch relationship in a high-entropy FeCrNiCoMn alloy; *Scr Mater*; 2013;68:526–9. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.12.002>.
- [86] Furukawa M, Horita Z, Nemoto M, Valiev RZ, Langdon TG; Microhardness measurements and the hall-petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size; *Acta Mater*; 1996;44:4619–29. [https://doi.org/10.1016/1359-6454\(96\)00105-X](https://doi.org/10.1016/1359-6454(96)00105-X).
- [87] Chen B, Xi X, Gu T, Tan C, Song X; Influence of heat treatment on microstructure evolution and mechanical properties of TiB<sub>2</sub>/Al 2024 composites fabricated by directed energy deposition; *J Mater Res Technol*; 2020;9:14223–36. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.10.014>.
- [88] Sato YS, Urata M, Kokawa H, Ikeda K; Hall-Petch relationship in friction stir welds of equal channel angular-pressed aluminium alloys; *Mater Sci Eng A*; 2003;354:298–305. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00008-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00008-X).
- [89] Wang YH, Kang JM, Peng Y, Wang TS, Hansen N, Huang X; Hall-Petch strengthening in Fe-34.5Mn-0.04C steel cold-rolled, partially recrystallized and fully recrystallized; *Scr Mater*; 2018;155:41–5. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2018.06.019>.
- [90] Chen X, Zhao G, Xu X, Wang Y; Effects of heat treatment on the microstructure, texture and mechanical property anisotropy of extruded 2196 Al-Cu-Li alloy; *J Alloys Compd*; 2020:158102. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.158102>.
- [91] Wang W, Helbert AL, Baudin T, Brisset F, Penelle R; Reinforcement of the Cube texture during recrystallization of a 1050 aluminum alloy partially recrystallized and 10% cold-rolled; *Mater Charact*; 2012;64:1–7. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2011.11.008>.
- [92] Alvi MH, Cheong SW, Suni JP, Weiland H, Rollett AD; Cube texture in hot-rolled aluminum alloy 1050 (AA1050)-nucleation and growth behavior; *Acta Mater*; 2008;56:3098–108. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.02.037>.
- [93] Doherty RD; Recrystallization and texture; *Prog Mater Sci*; 1997;42:39–58. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(97\)00007-8](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(97)00007-8).
- [94] Doherty RD, Kashyap K, Panchanadeeswaran S; Direct observation of the development of recrystallization texture in commercial purity aluminum; *Acta Metall Mater*; 1993;41:3029–53. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90117-B](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90117-B).
- [95] Lee SW, Park SH; Static recrystallization mechanism in cold-rolled magnesium alloy with off-basal texture based on quasi in situ EBSD observations; *J Alloys Compd*; 2020;844:156185. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156185>.
- [96] Liu WC, Zhai T, Morris JG; Texture evolution of continuous cast and direct chill cast AA 3003 aluminum alloys during cold rolling; *Scr Mater*; 2004;51:83–8. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.04.006>.
- [97] Fayed EM, Saadati M, Shahriari D, Brailovski V, Jahazi M, Medraj M; Effect of homogenization and solution treatments time on the elevated-temperature mechanical behavior of Inconel 718 fabricated by laser powder bed fusion; *Sci Rep*; 2021;11:1–17. <https://doi.org/10.1038/s41598->

021-81618-5.

- [98] Kim S, Kang J, Euh K, Kim H; Grain-Structure Evolution of Brazing-Treated A4343 / A3003 / A4343 Aluminum Brazing Sheets Rolled with Different Reductions; *Met Mater Int*; 2015;21:276–85. <https://doi.org/10.1007/s12540-015-4343-8>.
- [99] Guan H, Zeng L, Li Z, Chai L, Zhu Y, Wang Y, et al; Effects of  $\beta$  Air Cooling and Subsequent Cold Rolling on Microstructure and Hardness of Zr702 Sheet; *Met Mater Int*; 2021;27:384–91. <https://doi.org/10.1007/s12540-019-00430-z>.
- [100] Lee H, Jeong HW, Seo SM, Yun DW, Park K, Yim KH, et al; Influence of Segregation on Microstructure and Hot Workability of Grade 250 Maraging Steel; *Met Mater Int*; 2021;27:691–704. <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00771-0>.

## **CONCLUSIONS GENERALE ET PERSPECTIVES**

### CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

#### 1. Conclusion générale

A l'issue des travaux réalisés au sein des Laboratoires L3M-ENSMM-Annaba, CRTI-Cheraga, USTHB-Alger et CM2P-ÉTS, par lesquels nous pensons avoir modestement contribué à porter une réflexion et une étude de la cinétique d'adoucissement statique induit par restauration et recristallisation dans l'alliage d'AA2024-T3. Nous avons réalisé une étude bibliographique qui a révélé une difficulté à maîtriser les différents mécanismes induits lors des phénomènes d'adoucissement statique. Notre étude a été réalisée sur l'alliage d'AA2024-T3 sous forme d'une tôle que nous avons déformée par des essais de traction uniaxiale avec différents niveaux de déformation et selon trois directions par rapport à la direction de laminage. Cela a été effectué dans le but de comprendre le comportement mécanique à froid de l'alliage d'AA2024-T3 en faisant le passage de l'échelle macroscopique à l'échelle microscopique. Ensuite, étudier l'influence des paramètres du processus de déformation ainsi que l'influence de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique.

Les principaux résultats et leurs analyses qu'on pourrait tirer de cette étude, donnent quelques conclusions, sont les suivantes :

- L'anisotropie plastique a été caractérisée par les coefficients de Lankford et validée en utilisant le critère de Hill 1948. La variation de R avec les directions de sollicitation montre que l'alliage d'AA2024-T3 est anisotrope dans le plan de la tôle. Les résultats indiquent que pour toutes les conditions de déformation, le matériau présente un changement significatif de texture décrite par le paramètre Lankford par rapport à la direction de l'essai.
- La modélisation de l'écrouissage de l'alliage d'AA2024-T3 indique que la loi la plus adéquate est bien la loi de Ludwick à faible niveau de déformation, tandis que c'est la loi de Voce pour les déformations moyennes et élevées. La modélisation nous a permis de prédire le comportement d'écrouissage du matériau à des états de déformation homogène très avancée estimée supérieure à 20%. En outre, une étude de localisation de la contrainte et l'instabilité dans les essais de traction uniaxiale, nous a permis d'identifier le degré d'anisotropie normale corrélé au taux d'écrouissage, dans plusieurs localisations d'instabilité et de déformations hétérogènes. La variation du niveau d'écrouissage de l'alliage d'AA2024-T3 déformé avec différentes déformations et sous plusieurs directions à l'échelle macroscopique confirme les variations de texture dans ce matériau qui peuvent

interagir avec les paramètres de microstructure tels que la distribution et la nature des précipités, les joints de grains, la taille des grains et leurs distributions.

- L'évolution des paramètres microstructuraux de l'alliage d'AA2024-T3 dépend du niveau de la déformation et de l'anisotropie plastique. Plus précisément, la taille des cristallites diminue tandis que la microdéformation et la densité des dislocations augmente avec la quantité de déformation.
- La cinétique d'adoucissement statique dans l'alliage d'AA2024-T3 a été prédite avec plus de précision par l'équation JMAK modifiée par Lee et Kim contenant un paramètre d'empiètement  $c$ . L'étude a montré que le niveau de la pré-déformation et la température influent la cinétique d'adoucissement statique. En outre, la morphologie et la taille des particules de seconde phase  $S-Al_2CuMg$  sont influencées par la température de recuit d'adoucissement statique.
- L'étude a montré que l'anisotropie plastique affecte la cinétique d'adoucissement statique. L'analyse de la microtexture par EBSD a confirmé l'influence de l'anisotropie plastique sur la cinétique d'adoucissement statique.
- L'évolution de la croissance des grains change légèrement avec la direction, ce qui suggère que selon la loi de croissance des grains, l'évolution est liée à l'effet de la traînée de la seconde phase qui entrave le mouvement des joints de grains et retarde la cinétique de croissance de ces derniers.
- Une relation de type Hall-Petch a été trouvée entre la taille des grains et la microdureté. Cette dépendance est fonction du temps de recuit. La présente étude indique que l'anisotropie plastique influence les paramètres de Hall-Petch.

## 2. Perspectives

- Réalisation du même type d'étude en faisant appel à d'autres essais tels que l'essai de traction biaxiale ou le laminage à froid afin de valider l'étude de l'anisotropie plastique dans les tôles d'AA2024-T3.
- Modification du modèle de JMAK en injectant de nouveaux paramètres qui font appel à l'influence d'autres facteurs physiques sur la cinétique d'adoucissement statique tels que la précipitation.

- Analyse approfondie de la texture cristallographique par la diffraction des rayons X et de la microtexture par l'EBSD.