

TP Ecrouissage et recristallisation

1. Introduction

De nombreux procédés peuvent être utilisés pour mettre en forme les métaux, tels que la coulée, le forgeage, l'emboutissage ou le laminage. Ce dernier peut se faire à température ambiante (laminage à froid) ou en chauffant la pièce entre deux laminages successifs (laminage à chaud). Durant le laminage, le matériau est déformé plastiquement par compression entre deux cylindres contrarotatifs (tournant en sens inverse l'un de l'autre).

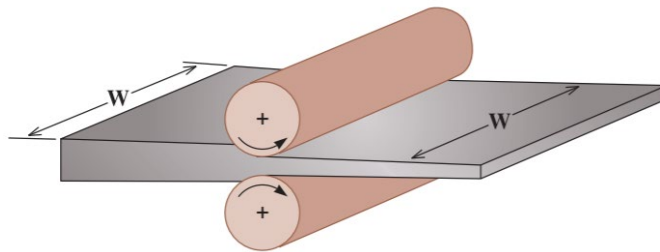


Fig. 1 : Schéma du procédé de laminage à froid

La diminution de l'épaisseur de la laque laminée s'accompagne généralement d'un durcissement : sa limite élastique augmente et sa ductilité diminue, i.e. plus un matériau est déformé plastiquement, plus il s'oppose à cette même déformation. Il s'agit du phénomène d'**écrouissage**. Il est également intéressant de noter que l'écrouissage mène à une diminution de l'allongement à la rupture lors d'un essai de traction, car l'allongement à la rupture est dépendant de la capacité de se durcir lors d'une déformation. L'évolution de la limite élastique, de la résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture lors de l'écrouissage de l'Al pur sont visibles sur la figure 2.

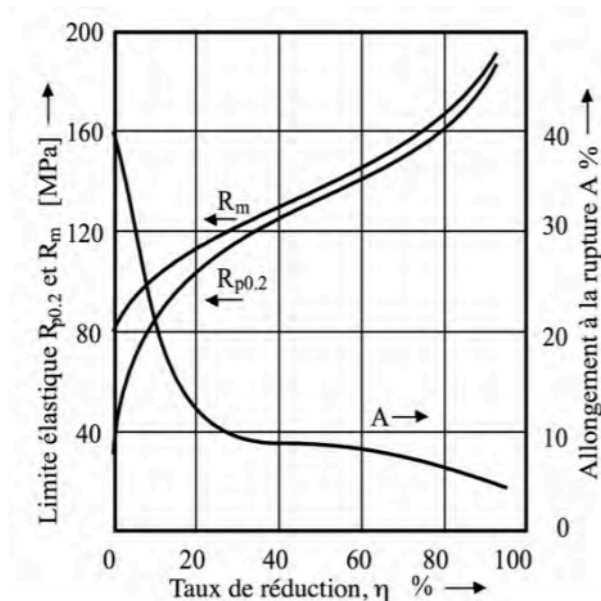


Fig. 2 : Effet du taux de réduction η sur la limite élastique $R_{p0.2}$, la résistance à la rupture R_m et l'allongement à la rupture A de l'Al pur.

Le niveau d'écrouissage, η , aussi appelé le taux de réduction de la section, est donné par la formule suivante :

$$\eta = \frac{S_0 - S}{S_0} = \frac{h_0 - h}{h_0}$$

avec S_0 , h_0 la section et l'épaisseur initiale, respectivement, et S , h la section et l'épaisseur après déformation. Si on utilise la déformation vraie, ε , il convient d'utiliser la formule :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right) = \ln\left(\frac{1}{1-\eta}\right)$$

en supposant que le changement en épaisseur se traduit principalement en un allongement de l'éprouvette et non pas en un élargissement.

2. Ecouissage

L'écrouissage des matériaux cristallins s'explique par la multiplication des dislocations entraînant leur immobilisation progressive, voire leur blocage complet. En effet, toute déformation plastique est due au mouvement de dislocations dans le matériau et est donc fonction du nombre et du type (coin, vis) des dislocations qui se sont déplacées. Lorsqu'il n'y en a pas assez pour répondre à la déformation exigée, des nouvelles dislocations prennent naissance, soit à la surface soit dans des sources intérieures. Elles se déplacent sous l'effet de la contrainte appliquée sur leur plan (cristallographique) de glissement primaire sur lequel l'effort pour leur déplacement est minimal. Mais la plupart des dislocations n'aboutissent jamais à la surface du matériau, où elles pourraient quitter le cristal.

Au début de la déformation plastique les dislocations sont, au moins dans les matériaux homogènes, assez mobiles et glissent sur de longues distances. Elles ont néanmoins des problèmes pour franchir les joints de grains et les précipités et s'empilent progressivement devant eux. Avec la progression de la déformation plastique, le nombre de dislocations s'immobilisant devant ces obstacles augmente et en conséquence la contrainte nécessaire à la continuation de la déformation augmente aussi. Lors de cette première phase de l'écrouissage, la contrainte augmente très vite avec le taux de déformation plastique. Vers la fin de cette étape, la contrainte atteint un niveau qui permet d'activer des systèmes de glissement secondaires, moins favorables énergétiquement (la contrainte critique γ est plus élevée), et les dislocations qui s'y trouvent commencent elles-aussi à glisser. Par rapport aux dislocations primaires déjà immobilisées, les dislocations secondaires ont encore moins de chance de s'échapper. Elles ne s'empilent pas seulement devant les mêmes obstacles mais aussi devant les empilements des dislocations primaires, formant des boucles infranchissables aux dislocations futures.

Des études effectuées sous microscope électronique à transmission montrent qu'à ce stade les dislocations commencent à s'arranger en une structure cellulaire. Les dislocations se concentrent au bord de ces cellules et vont former leurs parois. L'intérieur des cellules, par contre, s'appauvrit en dislocations, demeurant le seul endroit où les dislocations disposent encore d'une certaine mobilité.

Lors de cette deuxième étape de l'écrouissage, la contrainte d'écoulement plastique continue d'augmenter, cependant à un rythme souvent plus faible que dans la première phase. Finalement, la contrainte atteint un niveau qui permet maintenant aux dislocations de contourner leurs obstacles et donc de continuer la déformation plastique. Notamment, les dislocations vis (ou à une partie de celles-ci) immobilisés de changer de plans de glissement et, ainsi, de continuer pouvoir se déplacer dans le métal. Il s'agit du phénomène de cross-slip. La déviation d'une partie des dislocations sur un plan de glissement incliné par rapport au plan de glissement principal, provoque de nouveaux croisements entre elles et la réticulation qui en résulte à travers les plans de glissement renforce la microstructure cellulaire. Vers la fin de ce stade, l'ancrage des dislocations se renforce de plus en plus et le métal se fragilise. Fig. 3 montre un récapitulatif de ces changements microstructuraux décrits dans cette partie.

Comme les mécanismes de glissement des dislocations dépendent de la structure cristalline, certains détails de la description pour le durcissement par écrouissage, donnée ci-dessus, peuvent varier d'un métal à l'autre. Le durcissement par écrouissage s'observe aussi pour des sollicitations cycliques même si celles-ci sont inférieures à la limite élastique et conduisent finalement à une rupture par fatigue. Dans les deux cas, l'écrouissage est accompagné par la formation d'un réseau de dislocations et surtout d'une forte augmentation de la densité des dislocations. La densité de dislocations est donnée habituellement en termes de longueur totale [cm] de dislocations par cm^3 (ce qui donne cm^{-2}). Par exemple, une densité de 10^{10} cm^{-2} donne une longueur totale de 100 000 km de dislocations dans un cm^3 de métal. A noter qu'en plus des dislocations, un matériau écroui contient aussi une concentration de défauts ponctuels largement au-dessus de sa valeur en équilibre thermique.

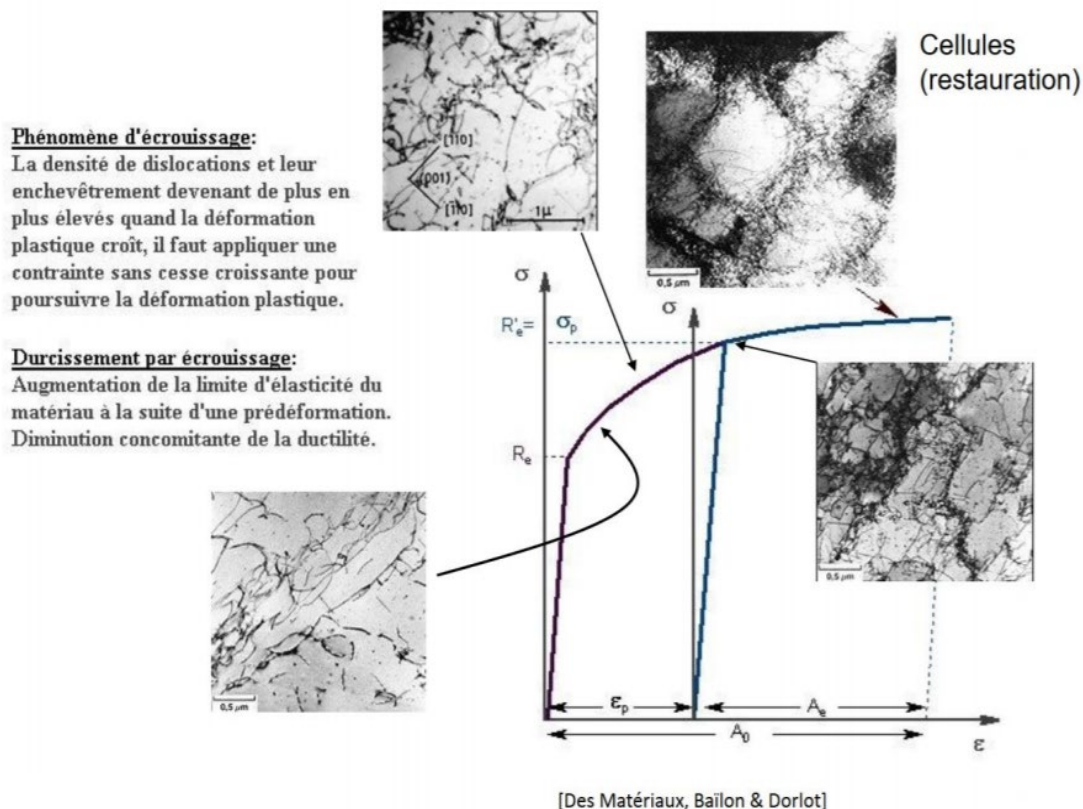


Fig. 3 : Illustration des changements de la microstructure d'un matériau en fonction de la déformation

3. Restauration et recristallisation

Lorsqu'un matériau a été écroui, i.e. déformé plastiquement, sa microstructure est perturbée et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées. Le matériau n'est alors plus dans son état d'équilibre. L'énergie apportée lors de la déformation est consommée par la création des dislocations et des défauts ponctuels. Comme peu d'entre eux parviennent à atteindre la surface et à s'échapper, une grande partie de l'énergie reste emmagasinée dans le métal écroui. Il s'agit principalement de l'énergie élastique que l'on retrouve dans les champs des contraintes résiduelles et dans les contraintes propres des dislocations (= énergie de ligne). En titre d'exemple, 1 cm^3 d'Al hautement déformé contient une énergie d'environ 2 J/cm^3 . Cette énergie conservée dans le métal est la force motrice pour les phénomènes qui se déroulent lors de la **restauration** et/ou de la **recristallisation**. On entend par restauration l'ensemble des phénomènes (principalement l'annihilation des défauts cristallins), qui contribuent à remettre la microstructure en équilibre, sans germination de nouveaux grains (les joints de grain restent inchangés). La recristallisation, par contre, reconstruit l'état d'équilibre par germination et croissance de nouveaux grains.

Dans la plupart des métaux cette énergie stockée dans les défauts cristallins n'a aucun moyen de se manifester à température ambiante. Le passage à l'équilibre n'est pas possible car la mobilité des atomes est trop faible. Il suffit alors d'augmenter la température (et de fait la vitesse de diffusion des atomes dans le métal) pour que l'énergie emmagasinée remplisse son rôle de force motrice pour la restauration et la recristallisation. On dit alors que l'on réalise un traitement thermique de **recuit**. La température de recristallisation se trouve généralement entre un tiers et la moitié de la température de fusion exprimée en degrés K. D'un autre côté, la température de restauration, inférieure à celle de la recristallisation, dépend du matériau, de son état de déformation et des défauts que l'on aimerait faire disparaître.

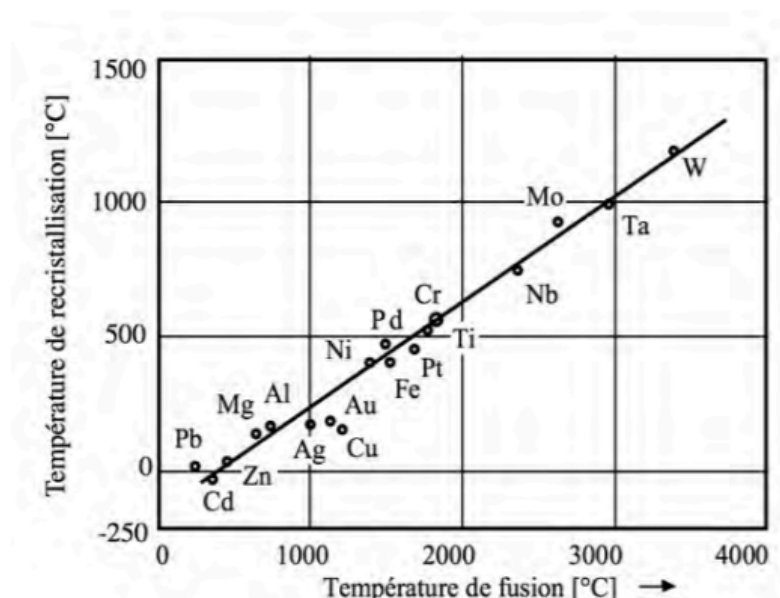


Fig. 4 : Corrélation entre la température de recristallisation et la température de fusion, T_f . La droite correspond à une température de recristallisation de $0.4T_f$.

3.1. Restauration

Il est possible de mesurer macroscopiquement la restauration via la résistivité électrique ou la chaleur dégagée par le matériau. Ces mesures sont non destructives et surtout sensibles à tous les défauts cristallins. Une expérience classique consiste à augmenter la température de recuit avec une vitesse constante (ou en paliers isochrones), et d'observer la variation de la résistance électrique relative $\Delta R/R_0$. R_0 est la résistance de l'échantillon restauré à une température de référence T_0 . Comme la résistance d'un métal dépend normalement de la température (interactions entre électrons et vibrations thermiques) on doit, pour éliminer cette influence, effectuer toutes les mesures à cette même température T_0 . Il faut alors pour chaque observation de R couper le recuit, refroidir, mesurer R et réchauffer pour continuer le recuit.

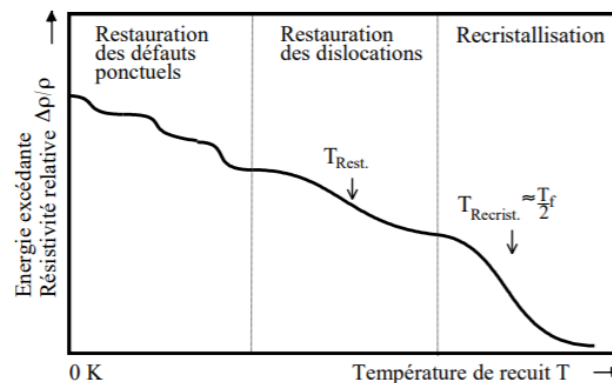


Fig. 5 : Exemple d'une courbe de restauration et recristallisation. L'élimination de défauts peut être mesurée par un dégagement de chaleur ou un changement en résistivité électrique. Les sauts indiquent que la restauration et la recristallisation procèdent par des mécanismes ayant besoin d'une activation thermique distincte.

Les courbes de résistance ou d'énergie dégagée en fonction de la température (voir Fig. 5) montrent que la restauration procède par étapes. Pour des échantillons écrouis ou irradiés à basse températures (l'irradiation provoque aussi des défauts cristallins), la restauration commence déjà à quelques dizaines de K. Les premières étapes (souvent 3) sont dues aux défauts ponctuels et s'étalent jusqu'au-dessus de la température ambiante. A plus hautes températures, la mobilité des atomes est suffisante pour permettre le désencrage et le déplacement des dislocations sous l'effet des contraintes résiduelles.

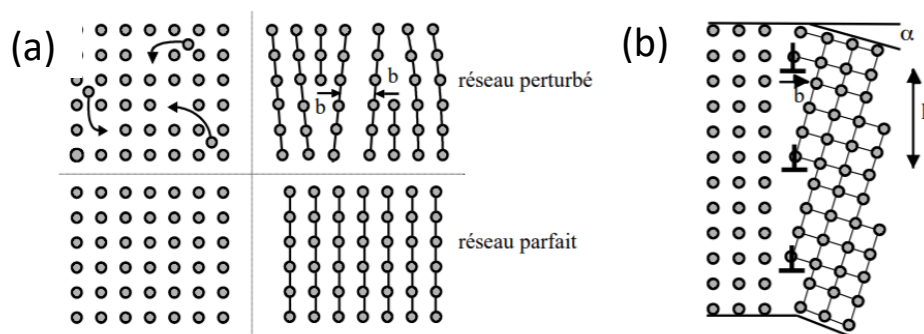


Fig. 6 : (a) Annihilation des lacunes et de dislocations de signe opposé résultant en un retour à un réseau parfait ; b) Structure d'un sous-joint. L'angle de désalignement vaut $\tan \alpha = b/h$.

On constate dans cette phase de la restauration, à la fois une diminution de la densité des dislocations par annihilation mutuelle des dislocations de signe opposé (Fig. 6a) ainsi qu'un réarrangement des dislocations dans des configurations réduisant les contraintes résiduelles (et donc l'énergie emmagasinée). L'arrangement préféré des dislocations est le sous-joint (Fig. 6b). Les dislocations de même signe s'empilent, l'une au-dessus de l'autre et finalement divisent le grain en deux sous grains séparés par une légère rotation de l'orientation cristallographique ($<5^\circ$). A température ambiante, la restauration d'un échantillon correspond principalement à ce dernier stade et conduit à une restauration partielle des propriétés mécaniques. La dureté (et par conséquent la limite élastique) diminue et la ductilité augmente. Les contraintes résiduelles de longue portée disparaissent.

3.2. Recristallisation primaire

Quand la température augmente, i.e. s'approche de $T \approx 0.4 T_f$ (en K), la restauration change de mode. Les joints de grains, jusque-là immobiles, entrent en jeu. Ce mode, appelé restauration primaire, modifie l'arrangement des grains et conduit à une microstructure entièrement nouvelle. La recristallisation de pièces suffisamment écrouies donc procède par germination et croissance des grains.

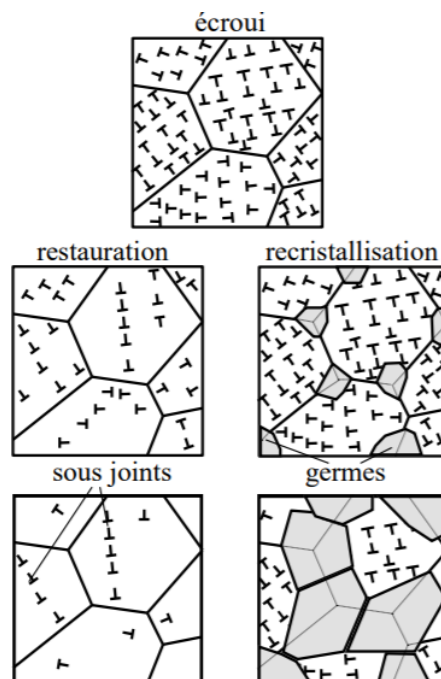


Fig. 7: La restauration procède par annihilation et/ou réarrangement des dislocations dans des sous-joints. La recristallisation s'effectue par germination et croissance de nouveaux grains "sans" défauts. Du haut vers le bas : état écroui, état au début et vers la fin de la restauration ou de la recristallisation, respectivement.

Les germes naissent dans les endroits à forte densité d'énergie (empilement des dislocations contre les joints de grains) et s'étendent sur les anciens grains voisins jusqu'à ce qu'ils en rencontrent de nouveaux grains recristallisés. Lors de la croissance, les joints des nouveaux grains séparent donc le volume déjà recristallisé du volume encore déformé. A noter qu'il n'y a aucune relation entre l'orientation des axes cristallographiques des nouveaux grains et celle des anciens grains du métal déformé. Toute texture due à la déformation plastique disparaîtrait donc entièrement. La force

motrice pour la recristallisation primaire avec germination est, comme pour la restauration, l'énergie E_d emmagasinée dans les dislocations. Comme toute la microstructure est modifiée, l'énergie des sous-joints E_j s'y ajoute. Il est intéressant de constater que, dans le cas où E_d est trop faible pour initier la germination, seule l'énergie des sous-joints E_j entre en jeu. Les sous-grains croissent sans germination préalable, diminuant E_j inversement proportionnellement à leur surface.

La taille des grains, qui s'établit après la recristallisation primaire, est fonction du taux de germination et de la vitesse de croissance. Celle-ci dépend à son tour du taux d'écrouissage initial, de la température et de la durée du recuit. Ces relations sont représentées dans le diagramme de recristallisation schématisé en Fig. 8. La taille des grains γ est représentée comme une fonction à la fois du taux de déformation et de la température de recuit. On constate sur cette figure que les grains deviennent particulièrement grands lorsque la déformation a été faible et que la recristallisation s'est effectuée à une température élevée.

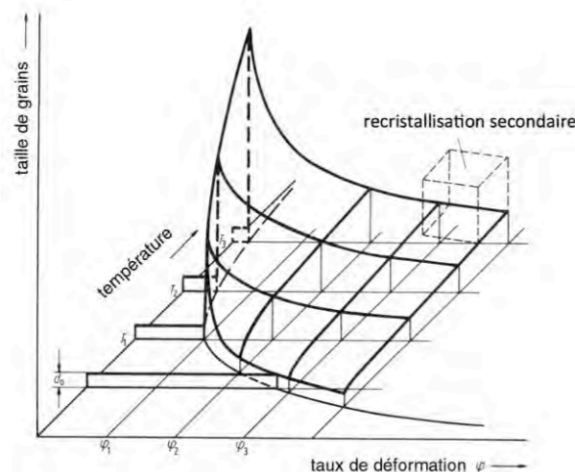


Fig. 8 : Diagramme de recristallisation. La taille finale des grains est une fonction du taux de déformation initial et de la température de recuit

En effet, après un faible taux d'écrouissage, la densité d'énergie emmagasinée ne dépasse, même à une température élevée, qu'à peu d'endroits une valeur critique qui permet la germination. En conséquence, nous n'obtenons que peu de germes qui doivent se partager l'intégralité de la microstructure déformée. De plus, la croissance est très rapide et ne laisse pas le temps à de nouveaux germes d'apparaître. Un fort écouissage, au contraire, favorise la germination et résulte en une multitude de petits grains.

3.3. Recristallisation secondaire

Après la recristallisation primaire, la microstructure ne se trouve pas encore complètement dans son équilibre. En effet, les joints de grain sont des discontinuités du réseau cristallin et il n'y est pas possible pour les atomes de s'arranger de façon à respecter leur distances habituelles (comme sur les sites du réseau), conduisant à une réduction de leur énergie de liaison. Cette différence en énergie, prise par unité de surface du joint, n'est rien d'autre que l'énergie du joint de grain en Jm^{-2} . L'agrandissement exagéré de quelques grains, au détriment des plus petits, comme on l'observe lors de la recristallisation secondaire, entraîne une diminution de la surface totale des joints et permet donc d'approcher davantage l'équilibre.

4. L'écrouissage et la recristallisation dans la pratique industrielle

Le durcissement des métaux et alliages est un des premiers buts que la science des matériaux se propose d'atteindre. Pour cela, le durcissement par écouissage est très intéressant car il s'applique sur tout matériau suffisamment ductile et reste valable pour toute température en-dessous de la température de recristallisation. C'est le cas pour tous les métaux ayant subi des opérations de formage à froid ou à basse température (laminage, étampage, etc...). Le plomb et d'autres métaux ayant des températures de fusion très basses font exception à cette règle, car leur température de recristallisation est déjà atteinte à température ambiante (voir Fig. 4). Il faut cependant se rappeler que, bien que l'écrouissage implique un accroissement de la limite élastique des métaux, cela se fait au détriment de sa ductilité. La prise de durcissement n'est souvent pas assez importante avant une fragilisation trop excessive, ce qui limite son application dans la pratique industrielle. De plus, le métal écroui présente une microstructure perturbée et non-homogène (Par exemple, des grains allongés dans la direction du laminage). C'est pour cela que pour des produits extrudés ou laminés, il convient de spécifier les propriétés mécaniques, notamment la ténacité, en fonction de la position et l'orientation des éprouvettes par rapport à la direction de déformation principale. Il faut aussi garder en tête que certaines de ses propriétés sont donc susceptibles d'évoluer lors d'une augmentation de la température due à la restauration et/ou recristallisation.

Finalement, on doit mentionner dans ce contexte que les pièces écrouies contiennent d'importantes contraintes résiduelles. L'usage de telles pièces modifie l'équilibre des forces internes et conduit à des déformations plus ou moins imprévisibles, ce qui est particulièrement gênant dans la mécanique de précision. La restauration permet donc de limiter dans ces cas les désavantages de l'écrouissage. Elle stabilise la microstructure, détend les contraintes internes et redonne une certaine ductilité (au détriment du durcissement). La recristallisation s'applique sur des produits écrouis lors d'un travail à froid (laminage, tréfilage, etc.) et permet de les adoucir pour la continuation du travail. La recristallisation complète s'effectue aussi sur certains matériaux fonctionnels qui ne sont pas destinés à des applications structurales, comme les fils électriques en Cu ou les matériaux magnétiques doux, et sert à améliorer leurs propriétés particulières.

5. Partie expérimentale

Dans ce TP, vous allez étudier l'influence du taux de déformation sur les propriétés mécaniques. Vous verrez également comment réinitialiser la microstructure pour adoucir à nouveau le matériau et effacer ainsi les contraintes apportées par la déformation. Pour cela, de l'aluminium pur sera utilisé.

Pour des raisons pratiques, le changement de propriétés mécaniques durant les différentes étapes de ce TP sera mesuré par des essais de dureté. En effet, ces derniers sont rapides et non destructifs et offrent une très bonne estimation de la limite élastique du matériau. Une empreinte est réalisée à l'aide d'un indenteur qui applique une force F (habituellement en Kgf = la force d'un kilogramme sur terre) sur la matière. La dureté est notée H pour « hardness » en anglais à laquelle l'initiale du test utilisé est ajouté, i.e. HV pour dureté Vickers. Le chiffre donné à la suite du HV indique la force utilisée pour réaliser l'empreinte. Par exemple HV0.1 correspond à une dureté mesurée avec un poids de 100g. La dureté est définie comme le rapport de la force F appliquée sur la surface A de l'empreinte observée, soit :

$$H = \frac{F}{A}$$

Dans le cadre de l'essai Vickers, l'indenteur a la forme d'une pyramide à base carrée avec un angle de 136° entre ses faces opposées. Les diagonales de son empreinte sont ainsi utilisées pour calculer la surface A via la formule suivante :

$$H = \frac{F}{A} = \frac{2F \cdot \sin 136^\circ / 2}{d^2} \approx 1.854 \cdot \frac{F}{d^2}$$

avec d en mm.

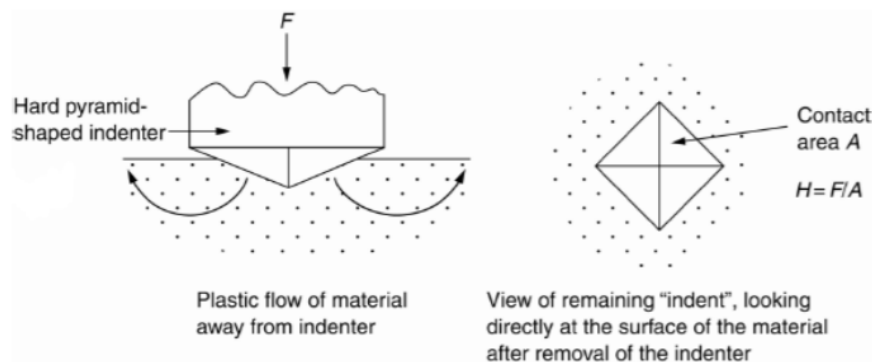


Fig. 9 : Représentation schématique de l'essai de dureté Vickers

Dans les unités usuelles, la relation entre la limite élastique et la dureté est donnée par la formule empirique suivante :

$$H \approx 0.3 \sigma_y$$

Matériel :

Aluminium pur 99.5% : 6 éprouvettes 60 x 15 x 5 mm, préalablement recuites à 600°C pendant 6h

Méthode expérimentale :

Comme l'étape de recristallisation dure 1h, les éprouvettes concernées sont réalisées en premier.

(a) Evolution des tailles de grains - Laminage

- Mettez de côté une éprouvette qui sera l'éprouvette de référence. Laminez 4 éprouvettes aux différentes épaisseurs suivantes : 4.6, 4.5, 4.4, 4.3 mm. Laminez toujours dans le sens de la longueur de l'éprouvette. En tirant le bout sortant avec une pince lors du laminage, vous augmentez la chance de garder la pièce droite.
- Mesurer l'épaisseur réelle de l'éprouvette à la sortie du laminage. Calculer la déformation vraie ϵ associée.
- Utilisez le poinçon et le marteau pour marquer le numéro sur l'éprouvette afin de la reconnaître.

(b) Evolution des tailles de grains - Traitement thermique de recristallisation

- Placez vos 5 éprouvettes dans le four à 500°C pendant 1h.

- A la sortie du four, trempez les éprouvettes dans le bac d'eau pour les refroidir rapidement.

Q : Représentez schématiquement la microstructure des différentes étapes de la recristallisation.

(c) Dureté initiale de Al pur

- Mesurez la dureté initiale de l'aluminium pur en HV0.2. Créez un fichier Excel pour calculer la dureté à partir de la mesure des diagonales que vous utiliserez tout au long du TP.

(d) Evolution de la dureté durant le procédé de laminage

- Laminez l'éprouvette pour réduire son épaisseur jusqu'à 4.5, 4, 3, 2 and 1 mm. A chaque étape, mesurez son épaisseur réelle, calculez la déformation vraie ϵ correspondante et mesurez la dureté.

Q : Tracer le graphique d'évolution de la dureté en fonction de la déformation.

Q : Pourquoi la dureté augmente-t-elle ?

(e) Evolution des tailles de grains – Attaque chimique

- Reprenez les 5 éprouvettes que vous avez recristallisées au four à 500°C
- Faites faire l'attaque chimique à l'eau régale diluée pour révéler les grains dans vos éprouvettes. Attention : L'eau régale contient de l'acide nitrique HNO_3 et chlorhydrique HCl .
- Observez des grains et comparez les tailles de grains de vos éprouvettes avec l'éprouvette de référence de la taille de grains initiale.

Q : Comparer les tailles de grains en fonction des différents paramètres (écrouissage). Commenter les résultats.

6. Bibliographie

[1] H.J. Bargel, G. Schulze Werkstoffkunde, 5e édition, VDI-Verlag Düsseldorf, 1988

[2] D. Askeland, P.P Fulay, W.J. Wright, The Science and Engineering of Materials, 6e édition, Cengage Learning Stamford, 2011

[3] www.euralliage.com

[4] M.F. Ashby, D.R.H. Jones, Matériaux 2. Microstructures et procédés de mise en œuvre, 4^e édition, Dunod, 2014