

TP : Ecouissage et recristallisation

1. Introduction

De nombreux procédés différents peuvent être utilisés pour façonner les métaux, tels que le moulage, le forgeage, l'estampage ou le laminage. Lors du laminage, le matériau est déformé plastiquement par compression entre deux cylindres contrarotatifs (tournant en sens inverse l'un par rapport à l'autre, voir Fig. 1). Le laminage peut être effectué à des températures où le métal se durcit ; pour la plupart des métaux et pour des raisons évidentes, cela se fait généralement à température ambiante (appelé

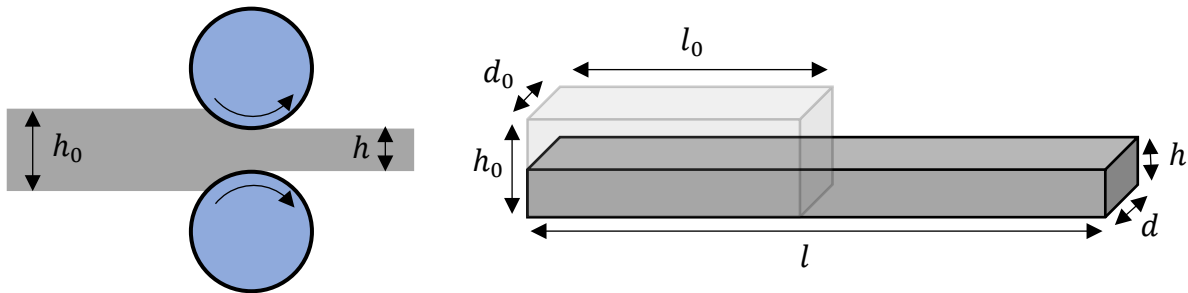


Figure 1: Schéma du laminage et définition des dimensions.

alors laminage à froid) mais le laminage peut également être effectué à des températures auxquelles le métal n'est pas écroui, généralement parce qu'il se recristallise (laminage à chaud). Pour la plupart des métaux, cela se fait après avoir préchauffé le métal ou l'alliage à des températures élevées, de l'ordre de 1 000 °C pour l'acier, par exemple.

Lors du laminage à froid, la déformation qui accompagne la réduction d'épaisseur de la plaque laminée s'accompagne d'un durcissement, c'est-à-dire d'une augmentation de la dureté (hardness) et de la limite d'élasticité (yield strength) du matériau, tout en provoquant une diminution de sa ductilité (ductility). Il s'agit du phénomène **d'écrouissage**, qui est quantifié par le taux d'écrouissage (work hardening), $q = ds/de$, du matériau. L'évolution de la limite d'élasticité, de la résistance à la traction et de l'allongement à la rupture lors de l'écrouissage de l'aluminium pur est visible sur la Figure 2. Au cours du laminage à froid, le degré de déformation est mesuré par la réduction relative de l'épaisseur, η , définie par :

$$\eta = \frac{h_0 - h}{h_0} \quad (1)$$

Conformément aux annotations de la Figure 1. En supposant (comme cela est généralement légitime après une déformation plastique) que le volume total du matériau est constant ($V = V_0$), la déformation réelle, ϵ , subie par le matériau après laminage est donnée par

$$\epsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{V \cdot d_0 \cdot h_0}{V_0 \cdot d \cdot h}\right) \quad (2)$$

Avec les termes définis à nouveau dans la Figure 1. Si le frottement entre le métal et les rouleaux, ainsi que le rapport largeur/épaisseur d/h , sont tous deux suffisamment élevés, alors le métal ou l'alliage conservera une largeur constante pendant le laminage ($d \approx d_0$), de sorte qu'avec $V = V_0$, l'expression devient

$$\epsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{h_0}{h}\right) = \ln\left(\frac{1}{1-\eta}\right) \quad (3)$$

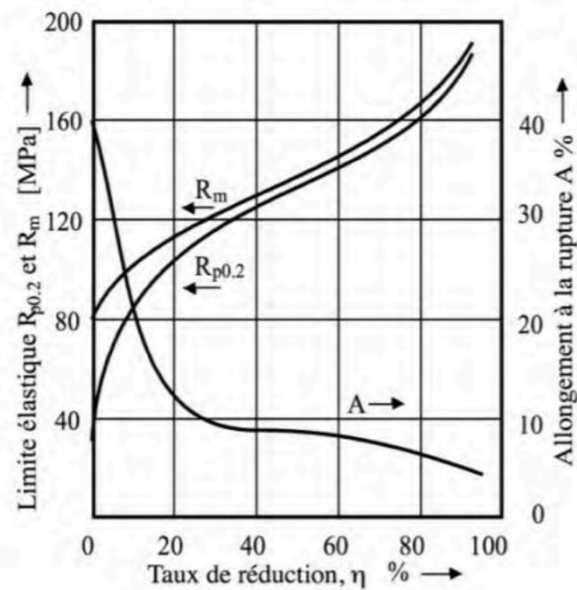


Figure 2 : L'effet de l'écroutissage est représenté par l'évolution de la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$), de la résistance à la traction maximale (R_m) et de l'allongement à la rupture en fonction de la réduction relative de l'épaisseur.

2. Ecroutissage

Pour comprendre l'origine de l'écroutissage, il faut commencer par étudier sa nature dans les monocristaux de métaux purs. Le plus souvent, au début de la plasticité d'un monocristal, les dislocations sur les plans de glissement les plus préférentiellement orientés commencent à migrer et à se multiplier le long de cet ensemble unique de plans cristallins. Comme à ce stade, il y a relativement peu de dislocations dans le cristal et qu'elles se déplacent facilement le long de ces plans pour souvent quitter le cristal, le processus peut se poursuivre sans grande modification du nombre ou de la disposition des dislocations, la limite d'élasticité du matériau ne change pas beaucoup, le taux d'écroutissage est faible et la courbe contrainte-déformation est relativement plate.

À mesure que la déformation du monocristal se poursuit, son orientation change, de sorte que d'autres systèmes de glissement sont activés. Les dislocations se déplacent alors sur différents plans, se rencontrent et bloquent souvent le mouvement les unes des autres. Au cours de cette deuxième étape de déformation du monocristal, après l'activation de plusieurs systèmes de glissement différents (glissement multiple), l'enchevêtrement et l'augmentation consécutive du nombre de dislocations dans le cristal font que la contrainte nécessaire à la création et au mouvement supplémentaires des dislocations nécessite des niveaux de contrainte plus élevés : la contrainte nécessaire à la déformation continue du métal augmente, sa courbe contrainte-déformation a une pente plus élevée, ou en d'autres termes, son taux d'écroutissage a augmenté.

Comme les polycristaux sont constitués de nombreux monocristaux (grains), l'état de contrainte local est plus complexe, de sorte que le mouvement de dislocation est activé dès le début sur plusieurs systèmes de glissement ; la première étape du faible taux d'écroutissage des monocristaux est donc omise lors de la déformation des polycristaux. De plus, les joints de grains qui séparent les cristaux dans un tel matériau constituent des obstacles au mouvement des dislocations ; cela augmente le taux d'accumulation des dislocations et donc le taux d'écroutissage. Et si l'on ajoute maintenant des éléments d'alliage au cristal et que ceux-ci créent des phases secondaires ou des précipités dans le

matériau, cela introduit encore plus d'obstacles au mouvement des dislocations, ce qui augmente encore le taux d'érouissage et contribue ainsi à la capacité d'érouissage de l'alliage.

D'un point de vue énergétique, l'érouissage entraîne le stockage d'énergie sous forme d'énergie de dislocations (en J/m), multipliée par leur densité volumétrique (en m^{-2}) ; cela représente environ 5 à 10 % de l'énergie mécanique dépensée pour déformer le métal ou l'alliage. Le reste de cette énergie est dissipé, de sorte que la déformation plastique produit de la chaleur (perte d'énergie) à l'intérieur du métal ou de l'alliage. Celle-ci est généralement dissipée ; cependant, dans les processus qui s'accompagnent de taux de déformation très élevés (c'est-à-dire lorsque le taux de déformation, le taux de déformation, $d\varepsilon/dt$ est élevé), cela augmente la température du métal ou de l'alliage dans une mesure directement mesurable, dépassant souvent plusieurs dizaines de degrés.

3. Restauration

Cette énergie stockée dans le métal ou l'alliage au sein de ses dislocations réduit sa stabilité et sera libérée dès qu'elle en aura l'occasion. Cela peut se produire par des processus induits par le mouvement des dislocations, une fois que la température est suffisamment élevée pour que celles-ci se déplacent plus facilement, ce qui les conduit à s'annihiler mutuellement, à réduire leur densité et donc à diminuer la contrainte d'écoulement du métal ou de l'alliage ; c'est ce qu'on appelle la restauration (recovery). Par conséquent, lorsque vous chauffez un métal écroui à des températures suffisamment élevées, auxquelles les dislocations commencent à se déplacer sous l'action du champ de contrainte qui entoure chaque dislocation, l'érouissage est annulé ou, en d'autres termes, le métal voit sa limite d'élasticité diminuer et sa ductilité augmenter. L'opération consistant à chauffer un métal écroui pour le ramollir est appelée recuit (annealing).

Il est important de mentionner que la restauration n'a pas de seuil de température clairement défini. Comme il s'agit principalement d'un mécanisme activé thermiquement, elle se produit à toutes les températures, mais elle est très lente à basse température et se produit à des vitesses nettement plus élevées à des températures élevées. Par conséquent, on peut observer certaines manifestations de la restauration dans la déformation des métaux, même à des températures relativement basses : elle réduit le taux d'érouissage pendant la déformation du métal, et ce de manière croissante lorsque le métal est déformé à une température élevée, ce qui diminue son taux d'érouissage. La restauration qui se produit pendant la déformation d'un métal (par exemple lors du laminage à chaud) est appelée restauration dynamique (dynamic recovery).

4. Recristallisation

La recristallisation est un mécanisme alternatif par lequel les métaux et les alliages annulent l'érouissage. La recristallisation (recrystallisation) est la germination et la croissance de nouveaux grains dans le métal ou l'alliage déformé, qui croissent progressivement et remplacent ainsi les cristaux précédemment déformés, riches en dislocations et écrouis, dans le métal ou l'alliage par de nouveaux grains pauvres en dislocations, et donc adoucis. La recristallisation est donc similaire à une transformation de phase qui est propulsée par les dislocations accumulées dans les cristaux écrouis. Elle a une température relativement bien définie en dessous de laquelle les nouveaux grains ne germent pas et au-dessus de laquelle ils germent de plus en plus fréquemment. Sa force motrice (driving force) étant proportionnellement à la densité des dislocations stockées, la température de recristallisation et le nombre de grains germés dépendent fortement de l'ampleur du travail à froid induit (Figure 4). En l'absence d'une déformation induite suffisante, la recristallisation n'est pas possible, tandis qu'une déformation plus importante entraîne une forte baisse de la température de recristallisation, qui finit par converger à mesure que le matériau atteint sa saturation en termes de

déformation plastique préalable. De plus, plus la quantité de déformation préalable et donc le niveau d'écroutissage sont élevés, plus la taille des grains recristallisés dans la microstructure recuite résultante est fine, étant donné que leur taux de nucléation est plus élevé avec une force motrice plus importante.

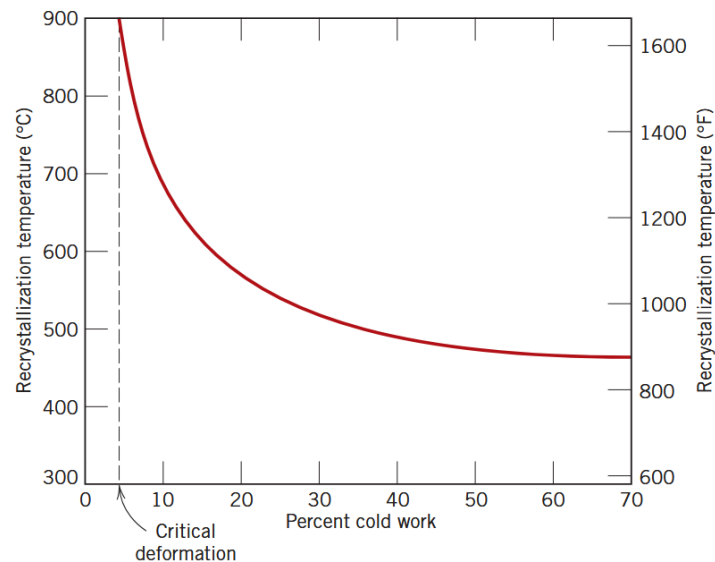


Figure 4: Evolution de la température de recristallisation en fonction du pourcentage de laminage à froid dans le fer. Pour les déformations inférieures à la déformation critique (environ 5 %), la recristallisation n'aura pas lieu. *Source:* Callister Jr, William D., and David G. Rethwisch. Materials science and engineering: an introduction. John Wiley & Sons, 2020.

Les nouveaux grains recristallisés auront également tendance à se former dans les endroits où la densité locale d'énergie de déformation stockée est supérieure à la moyenne au sein de l'alliage, tels que les joints de grains ou les particules dures de seconde phase.

Il convient de noter que la restauration et la recristallisation sont des processus concurrents, tous deux entraînés par l'énergie stockée du travail à froid, sous la forme de dislocations stockées dans le métal ou l'alliage. Si le matériau peut se récupérer, par exemple en étant recuit en dessous de la température de recristallisation ou parce qu'il a été chauffé lentement, la restauration réduira la force motrice de la recristallisation et augmentera ainsi la température critique pour le début de la recristallisation. Notez également que, comme les joints de grains sont mobiles à la température où se produit la recristallisation, une fois que le matériau est complètement recuit et que tous les grains déformés ont été remplacés par des grains recristallisés, les joints de grains peuvent continuer à se déplacer, non pas pour remplacer le matériau écroui par du matériau recuit, mais plutôt pour réduire la densité des joints de grains dans le métal ou l'alliage, ou en d'autres termes pour réduire l'énergie stockée dans le matériau au niveau des joints de grains. Ce phénomène, appelé recristallisation secondaire, se caractérise par une augmentation de la taille des grains du matériau avec l'augmentation du temps passé à température élevée, résultant de la croissance de grains plus gros au détriment d'autres grains plus petits. Un résumé des processus se produisant pendant le recuit est présenté à la Figure 5.

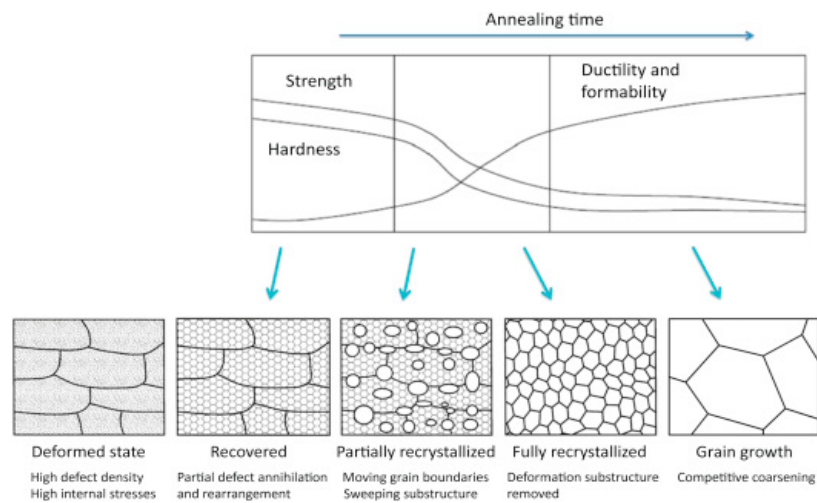


Figure 5 : Schéma illustrant les différentes étapes de la restauration, recristallisation et croissance des grains. *Source* : Raabe, Dierk. "Recovery and recrystallization: phenomena, physics, models, simulation." *Physical metallurgy* (2014) : 2291-2397.

4. Rôle de l'écroissage et de la recristallisation dans l'industrie

Le durcissement des métaux et des alliages est l'un des principaux objectifs de la science des matériaux. À cet égard, le durcissement par écroissage présente un intérêt particulier, car il est peu coûteux, s'applique à tout matériau suffisamment ductile et reste valable pour les applications qui ne sont pas exposées à des températures dans la plage où la restauration est rapide ou où la recristallisation devient opérationnelle. Comme cette plage de températures est à peu près proportionnelle à la température de fusion (en K) du métal ou de l'alliage, le plomb, l'étain et d'autres métaux à très basse température de fusion font exception à cette règle, car ils se recuisent déjà à température ambiante. Il faut toutefois garder à l'esprit que, bien que l'écroissage permette d'augmenter la limite d'élasticité des métaux, cela se fait souvent au détriment de leur ductilité (en termes simples, une partie de la courbe de traction a déjà été tracée) ; il ne peut donc pas être utilisé, par conséquent, si cela se produit avec une fragilisation excessive, ce qui limite quelque peu son application dans la pratique industrielle. De plus, le métal écroi a une microstructure perturbée et non homogène (par exemple, des grains allongés dans le sens du laminage) ; ce qui crée une certaine anisotropie dans les propriétés du matériau, de sorte qu'il convient de préciser les propriétés mécaniques, en particulier la ténacité, en fonction de la position et de l'orientation des échantillons par rapport à la direction de la déformation principale antérieure. Il convient également de garder à l'esprit que certaines de ses propriétés sont donc susceptibles de changer lorsque la température augmente en raison de la restauration et/ou de la recristallisation.

Enfin, il convient de mentionner dans ce contexte que les pièces travaillées à froid contiennent souvent des contraintes résiduelles importantes. L'usinage de ces pièces modifie l'équilibre des forces internes et entraîne des déformations plus ou moins imprévisibles, ce qui est particulièrement gênant en mécanique de précision. De légers recuits, provoquant une diminution des contraintes internes par le déclenchement de processus de fluage plastique et/ou de récupération, permettent de limiter les inconvénients de l'écroissage dans ces cas. Cela stabilise la microstructure, relâche les contraintes internes et rétablit une certaine ductilité (au détriment de l'endurcissement).

La recristallisation est appliquée aux pièces qui doivent subir une déformation importante, et intervient donc souvent lors du laminage à chaud ; on parle alors de recristallisation dynamique, qui sert également à affiner le grain des matériaux. Une recristallisation complète est également effectuée sur certains matériaux fonctionnels qui ne sont pas destinés à des applications structurales, tels que les fils électriques en cuivre ou les matériaux magnétiques doux, afin d'améliorer leurs propriétés physiques.

5. Description du protocole

Au cours de ce TP, vous étudierez l'influence de la déformation sur les propriétés mécaniques. Vous verrez également comment adoucir la microstructure par recuit tout en réduisant les contraintes internes accumulées. À cette fin, vous utiliserez des échantillons d'aluminium pur préalablement recuits par traitement thermique à 600 °C pendant 6 heures.

La variation des propriétés mécaniques au cours des différentes étapes de ce TP sera mesurée à l'aide d'essais de dureté, car ceux-ci constituent une méthode rapide et pratique pour mesurer la limite d'élasticité des matériaux. Une indentation consiste à enfoncer une pointe diamantée acérée avec une force F (généralement en Kgf = la force d'un kilogramme sur terre, soit 9,81 N) dans le matériau. La dureté est désignée par H pour « dureté », auquel est ajouté l'initiale du test utilisé, c'est-à-dire HV pour la dureté Vickers. Le chiffre indiqué après HV indique la force utilisée pour réaliser l'indentation. Par exemple, HV0,1 correspond à une dureté mesurée avec un poids de 100 g. La dureté Vickers, HV, est définie comme le rapport entre la force F appliquée et la surface développée (et NON projetée) A de l'empreinte observée, c'est-à-dire :

$$HV = \frac{F}{A} \text{ [kgf/mm}^2\text{]}$$

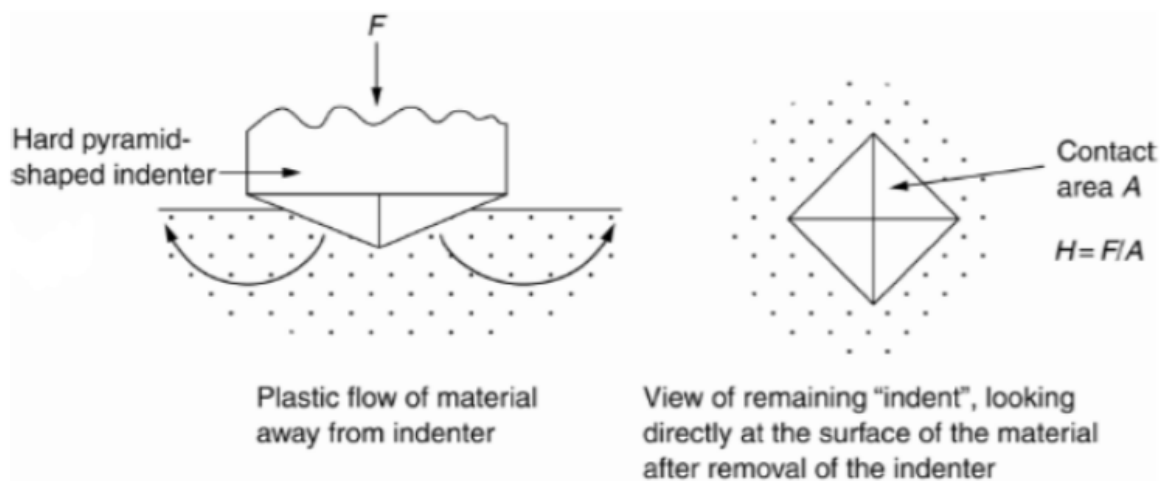


Figure 6 : Schéma du test de dureté Vickers.

Lors d'un essai de dureté 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 donc utilisées pour calculer l'aire A à l'aide de la formule suivante, où F est exprimé en kgf et d en mm. :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin(136^\circ/2)}{d^2} \approx 1.854 \cdot \frac{F \text{ [kgf]}}{d \text{ [mm]}^2} = 18.182 \cdot \frac{F \text{ [N]}}{d \text{ [mm]}^2}$$

La relation entre la limite d'élasticité et la dureté Vickers est donnée par la formule empirique suivante :

$$HV \approx C \cdot \sigma_y \text{ [kgf/mm}^2\text{]}$$

Où C est le coefficient de Tabor, qui varie entre 2,7 et 4 pour les métaux et qui est d'environ 4 pour l'aluminium (B. Galanov et al. – 2017).

Matériaux :

6 échantillons d'aluminium pur à 99.5% dont les dimensions sont 60 x 15 x 5 mm, et qui ont été recuits préalablement à 600 °C pendant 6 heures.

Procédure expérimentale :

Comme l'étape de recristallisation dure 1 heure, les éprouvettes requises sont produites en premier.

(a) Evolution de la taille des grains – Laminage

- Mettez de côté un échantillon qui servira de référence. Laminez à froid 4 autres échantillons aux épaisseurs suivantes : 4,7, 4,5, 4,3, 4,1 mm. Laminez toujours dans le sens de la longueur de la pièce d'essai. En tirant sur l'extrémité saillante à l'aide d'une pince pendant le laminage, vous augmentez les chances de maintenir la pièce droite et d'assurer une déformation uniforme. Afin d'obtenir précisément une épaisseur donnée, utilisez la méthode suivante :
 - a) placez l'échantillon entre les rouleaux ;
 - b) Serrez jusqu'à ce qu'il ne puisse plus bouger que latéralement, et non verticalement
 - c) à l'aide d'un marqueur permanent ou d'un marqueur pour tableau blanc, marquez la dent ou la rainure de l'engrenage face à l'axe vertical de la poignée ;
 - d) à l'aide d'un marqueur permanent ou d'un marqueur pour tableau blanc, marquez la caractéristique finale de l'engrenage en utilisant la conversion de 11 caractéristiques d'engrenage tournées (dents ou rainures) = 0,5 mm de déplacement vertical des rouleaux ; (Figure 7.)
 - e) faites tourner la poignée du marquage initial au marquage final, puis plastifiez l'échantillon.

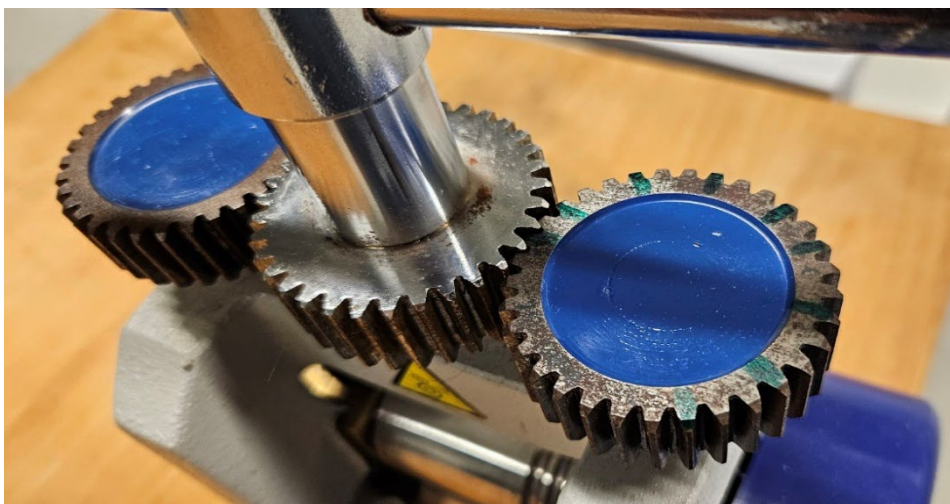


Figure 7 : Marquage d'un nombre spécifique de dents d'engrenage nécessaires afin de déformer l'échantillon jusqu'à l'épaisseur requise.

- Mesurez l'épaisseur réelle de l'échantillon à la sortie du laminoir. Calculez la déformation réelle associée ϵ .
- Utilisez le poinçon et le marteau pour marquer l'échantillon afin de le reconnaître plus tard (ne frappez pas trop fort, car cela induirait une déformation supplémentaire).

(b) Evolution de la taille des grains – Traitement thermique de recristallisation

- Placez vos 5 échantillons dans le four à 500 °C pendant 1 heure.
- Une fois sortis du four, plongez les échantillons dans le bac d'eau pour les refroidir rapidement (= pour les tremper).

(c) Dureté de l'aluminium non déformé

- Marquez le milieu d'un échantillon non déformé à l'aide d'un marqueur permanent sur le côté court qui ne sera pas en contact avec les rouleaux (Figure 8, gauche).
- Mesurez la dureté initiale de l'échantillon d'aluminium non déformé en HV0,5 proche du marquage (Figure 8, droite)
- Créez un fichier Excel pour calculer la dureté depuis la mesure de la diagonale

(d) Evolution de la dureté au cours du laminage

- Laminage à froid de l'éprouvette afin de réduire son épaisseur de 0,5 mm. Mesure de son épaisseur réelle. Calculez la déformation réelle correspondante ϵ et mesurez sa dureté dans la zone marquée. Gardez à l'esprit que l'équation (3) pour la déformation réelle n'est valable que jusqu'à $d \approx d_0$, ce qui signifie qu'il faut imposer un seuil pour cette hypothèse en termes d'écart relatif maximal (par exemple 5 % selon les normes industrielles et 1 % selon les normes de recherche).
- Répétez l'opération sur la même pièce d'essai jusqu'à ce qu'elle atteigne une épaisseur d'environ 1 mm.

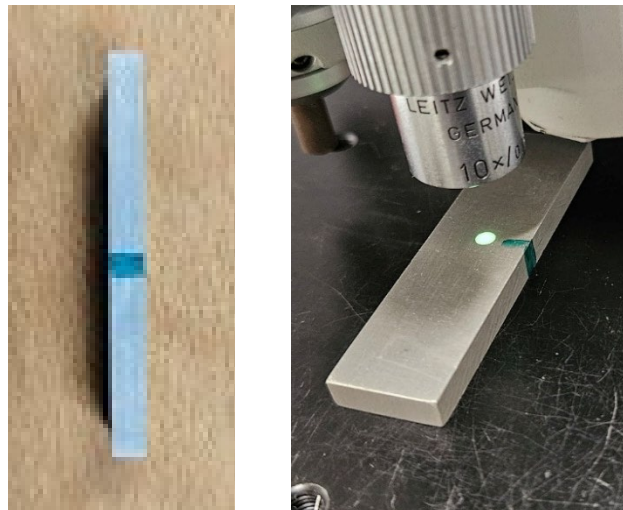


Figure 8 : Afin de garantir que l'évolution d'une microstructure initiale similaire sera marquée après laminage, marquez la zone d'intérêt (par exemple, le milieu de l'échantillon) et effectuez toujours les indentations dans la zone marquée.

(e) Evolution de la taille des grains – Attaque chimique

- Prenez les 5 échantillons que vous avez recristallisés dans le four à 500 °C ;

- Procédez à l'attaque chimique à l'eau régale diluée afin de révéler les grains dans vos échantillons. Attention : l'eau régale contient de l'acide nitrique (HNO_3) et de l'acide chlorhydrique (HCl). Pour des raisons de sécurité, l'attaque chimique doit donc être effectuée en présence et avec l'aide de l'assistant.
- Observez les grains et comparez la taille des grains de vos échantillons avec la taille des grains d'origine de l'échantillon de référence ;

Questions:

Q1 : Tracez le graphe de l'évolution de la dureté en fonction de la déformation.

Q2 : Pourquoi la dureté augmente-t-elle ?

Q3 : Comparez les tailles de grains recristallisés en fonction des différents niveaux d'écroutissage. Commentez les résultats.

6. Bibliographie

- M.F. Ashby, D.R.H. Jones, Matériaux 2. Microstructures et procédés de mise en oeuvre, 4e édition, Dunod, 2014