

## **Ecrouissage, recristallisation et durcissement**

**Pour des raisons de sécurité, il est indispensable de porter des chaussures fermées et un pantalon pour ce TP. Les cheveux longs doivent être attachés et les sacs déposés dans les casiers dans les couloirs des DLL. Merci.**

### **1. Objectif**

Dans ce TP vous allez étudier un procédé de mise en forme des métaux : le laminage à froid. Ce procédé est utile pour de nombreux métaux et vous allez voir aujourd'hui l'exemple de l'aluminium. Pour mettre en forme les métaux, il est important de contrôler les propriétés mécaniques tout au long du procédé. Le matériau doit être ductile pour pouvoir le déformer sans le casser pendant la mise en forme. A la fin du procédé, le matériau doit avoir des propriétés mécaniques adaptées à son utilisation. L'aluminium utilisé pour les structures doit être résistant, que ce soit pour des applications automobiles ou aéronautique par exemple.

Dans ce TP vous allez voir l'influence de la déformation sur les propriétés mécaniques. Vous verrez comment réinitialiser la microstructure pour permettre d'adoucir le matériau et l'influence des paramètres du procédé. Vous apprendrez également l'intérêt du durcissement structural pour les propriétés mécaniques finales.

Notions importantes:

- Durcissement par écrouissage
- Recristallisation
- Influence du taux d'écrouissage
- Influence de la température
- Addition d'élément d'alliage et durcissement structural

### **2. Introduction théorique**

Les notions abordées dans ce TP ont été vues dans les chapitres 3 et 4 du cours du Prof. Logé. MSE 214.

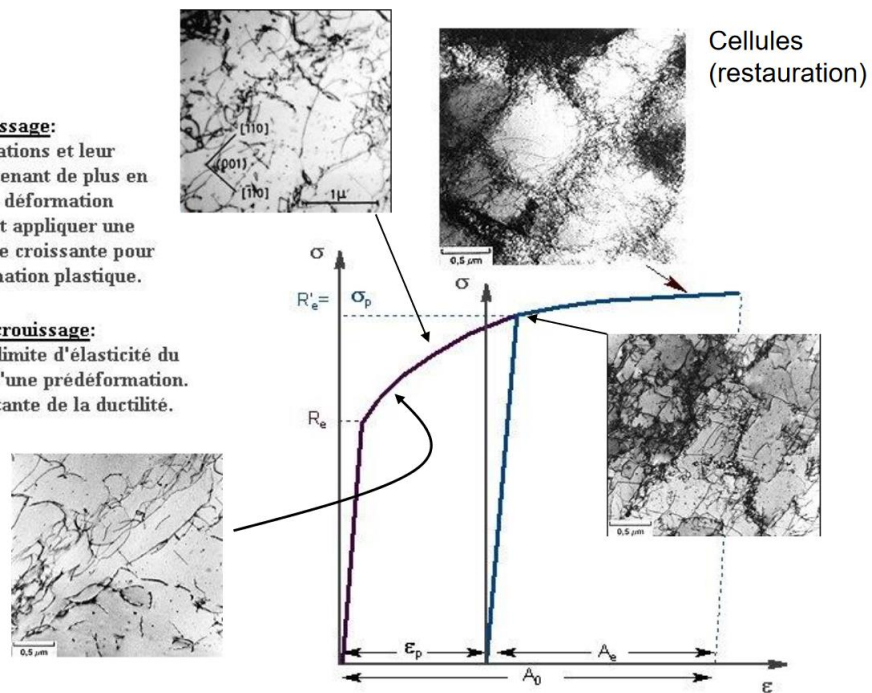
La déformation des métaux à basse température se fait généralement en deux étapes : La déformation élastique réversible et la déformation plastique irréversible. Ces deux régimes sont nettement visibles sur la courbe contrainte vs déformation. La déformation plastique est due au déplacement des dislocations dans le matériau. Le laminage implique une grande déformation plastique et un écrouissage dû à la multiplication des dislocations. L'écrouissage se traduit par une augmentation de la limite élastique du matériau. C'est la propriété mécanique la plus importante pour la formabilité du matériau. Lorsque la limite élastique augmente, le matériau est plus résistant mais moins ductile.

**Phénomène d'écrouissage:**

La densité de dislocations et leur enchevêtrement devenant de plus en plus élevés quand la déformation plastique croît, il faut appliquer une contrainte sans cesse croissante pour poursuivre la déformation plastique.

**Durcissement par écrouissage:**

Augmentation de la limite d'élasticité du matériau à la suite d'une prédéformation. Diminution concomitante de la ductilité.



MSE 214 - partie 4

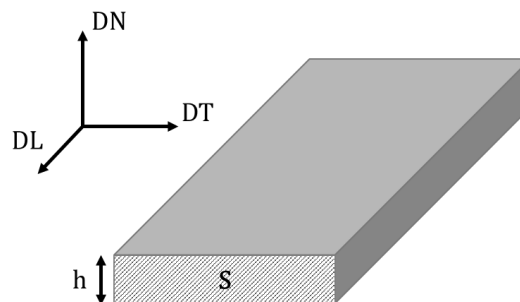
[Des Matériaux, Bailon & Dorlot]

Figure 1: Illustration du phénomène d'écrouissage (cours MSE 214)

Dans le cas du laminage, la déformation se calcule à partir du taux de réduction de section  $\eta$ . En considérant que l'élargissement de l'éprouvette est négligeable on peut exprimer  $\eta$  en fonction de l'épaisseur uniquement.

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

Avec S et h la section et l'épaisseur de la tôle respectivement.



Pour utiliser les déformations vraies, il faut utiliser la conversion

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

La limite élastique peut être mesurée par des essais de traction qui sont longs et compliqués à mettre en œuvre et surtout qui sont destructifs. Une très bonne estimation de la limite élastique du matériau est donnée par une mesure de dureté, très simple et rapide. Une empreinte est réalisée à l'aide d'un indenteur (pyramidal dans le cas de la dureté Vickers) qui applique une force  $F$  (habituellement en Kgf) sur la matière. 1 kgf = la force d'un kilogramme sur terre. 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 appliquée sur la surface  $A$  de l'empreinte observée. La surface est calculée à partir de la diagonale de l'empreinte dans les cas de la dureté Vickers.

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

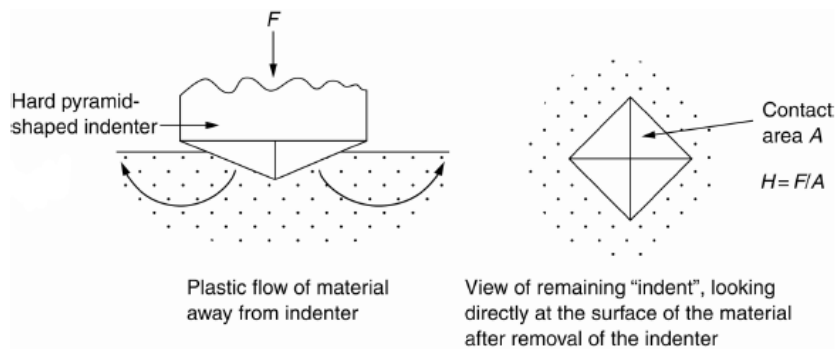
à multiplier par 0,93 avec  $F$  en kgf et  $A$  en  $\text{mm}^2$

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

$$H \approx 0.3 \sigma_y$$

Avec  $\sigma_y$  en MPa

$H$  en Kgf.



[Engineering Materials 1, Ashby & Jones]

Figure 2: Représentation schématique de l'essai de dureté Vickers (MSE 214)

Pour réinitialiser les propriétés mécaniques après la déformation afin de continuer la mise en forme, on réalise un traitement thermique de recuit. La réduction du taux de dislocations peut se faire par deux mécanismes : la restauration ou la recristallisation. La restauration se fait par annihilation et réarrangements des dislocations. La recristallisation se fait à plus haute température et permet de réinitialiser la microstructure par germination et croissance de nouveaux grains sans dislocations. Les germes naissent dans les endroits à forte densité d'énergie (empilement des dislocations et joints de grains) et s'étendent sur les grains voisins jusqu'à ce qu'ils en rencontrent d'autres, déjà recristallisés.

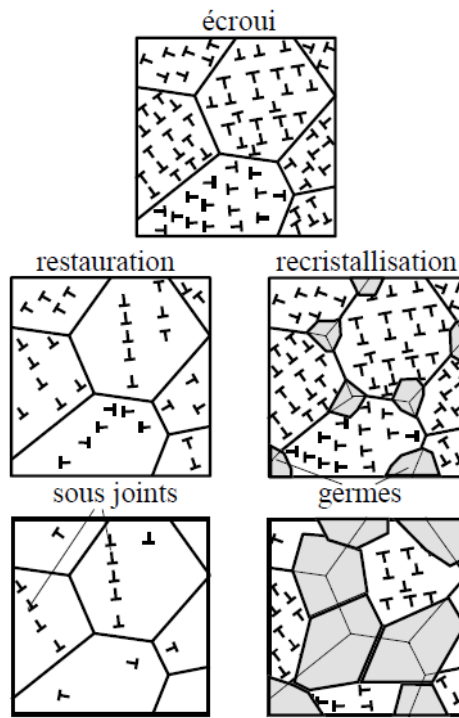


Figure 3: Représentations schématisées de la restauration et de la recristallisation

La limite élastique pour les propriétés finales de la pièce peut être augmentée par l'ajout d'obstacles aux dislocations dans le matériau. Les obstacles peuvent être les dislocations elles-mêmes, c'est le cas pour l'écrouissage. La contrainte d'écoulement plastique s'exprime en fonction de la densité de dislocations avec la formule :

$$\tau = \tau_0 + \alpha G b \sqrt{\rho}$$

Avec  $\tau$  la scission critique  
 $\tau_0$  et  $\alpha$  des constantes  
 $G$  le module de cisaillement  
 $b$  le vecteur de burgers  
 $\rho$  la densité de dislocations

Pour des utilisations à haute températures, l'écrouissage ne peut pas être utilisé pour le durcissement à cause de la restauration. D'autres obstacles comme les joints de grains ou des précipités doivent être utilisés. L'aluminium **pur** ne peut pas former de précipités, il est donc seulement durcissable par écrouissage, ou par diminution de la taille de grains. La limite élastique dépend de la taille de grains par la loi de Hall-Petch :

$$\tau = \tau_0 + \frac{k}{\sqrt{D}}$$

Avec  $\tau$  la scission critique  
 $\tau_0$  et  $k$  des constantes  
 $D$  le diamètre moyen des grains

L'alliage d'aluminium 6082 est un alliage dit durcissable car il peut former des précipités qui augmentent la limite élastique. Le diagramme de phase Al-Mg<sub>2</sub>Si avec la composition de l'alliage Al-6082 est donné dans la figure 4 suivante.

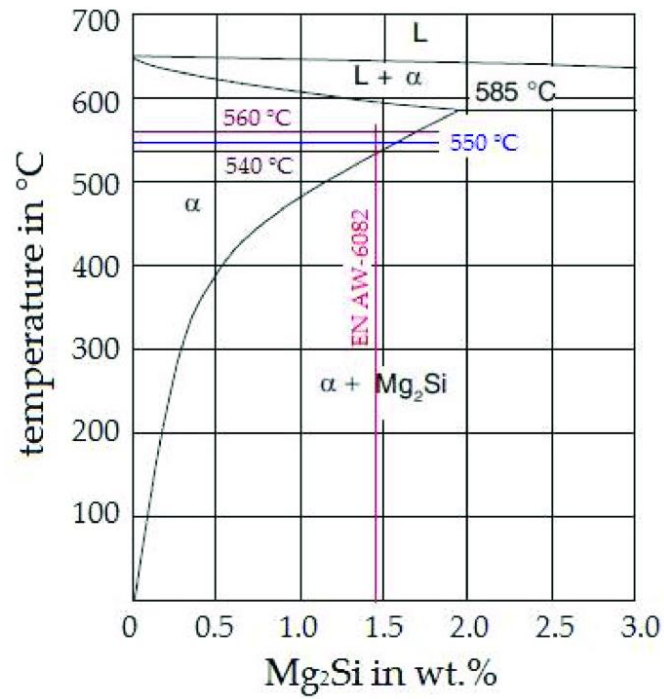
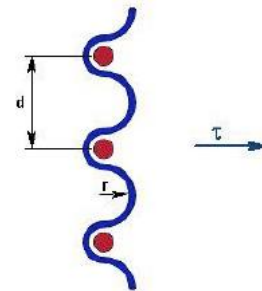


Figure 4 Diagramme de phase Al-MgSi

L'augmentation de la limite élastique dépend de la nature des obstacles ainsi que de leur taille et de leur répartition. C'est pourquoi il est important de bien maîtriser les paramètres des traitements thermiques de durcissement en fonction des propriétés mécaniques voulues.

$$\tau = \frac{Gb}{d}$$



Avec  $\tau$  la scission critique  
 $G$  le module de cisaillement  
 $b$  le vecteur de burgers  
 $d$  la distance entre les obstacles

Au total, toutes les composantes du durcissement peuvent s'écrire :

$$\tau = \tau_0 + \alpha Gb\sqrt{\rho} + \frac{k}{\sqrt{D}} + \frac{Gb}{d}$$

### 3. Matériel

#### a. Matériaux

- Alu Pur 99.5% : 3 éprouvettes 60 x 15 x 5 mm  
Préalablement recuites à 600°C 6h.
- Alliage Al6082 : 1 éprouvette 40 x 15 x 2 mm  
Préalablement recuite à 550°C 5h puis trempée.

#### b. Outils

- |                   |   |
|-------------------|---|
| • Pied à coulisse | • Fiche d'instructions                              |
| • Marteau         | • Four  |
| • Poinçon         | • Pince   |
| • Pince plate     | • Eau régale diluée ( $\text{HNO}_3$ $\text{HCl}$ ) |
| • Laminoir        | • Verrerie  |
| • Duromètre       | • Gants   |

Chaque groupe va suivre les étapes dans un ordre différent afin de répartir les expériences. Cependant, il est important de suivre l'ordre indiqué ici afin de bien comprendre les notions importantes.

A la fin du TP, un temps de réflexion sera pris pour comparer et commenter les réponses aux questions.

### 4. Méthode expérimentale

#### a. Durcissement par écrouissage (Al pur)

##### • Etape 1 : Dureté initiale de Al pur

- Mesurez la dureté initiale de l'aluminium pur en HLB.

##### • Etape 2 : Laminage & dureté

- Laminez l'éprouvette pour réduire son épaisseur de 0.5mm. Mesurez son épaisseur réelle, calculez la déformation vraie  $\epsilon$  correspondante et mesurez la dureté.

- Répétez l'opération sur la même éprouvette jusqu'à ce qu'elle atteigne la moitié de l'épaisseur initiale.

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

**Question :** Pourquoi la dureté augmente-t-elle ?

## **b. Taille de grains (Al pur)**

### **• Etape 3 : Laminage**

- Laminez 2 éprouvettes d'aluminium pur aux différentes épaisseurs indiquées sur la feuille distribuée en TP. **N.B.** 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 laminoir. Calculer la déformation vraie  $\epsilon$  associée.
- Utilisez le poinçon et le marteau pour marquer le numéro sur l'éprouvette afin de la reconnaître.

### **• Etape 4 : Traitement thermique de recristallisation**

- Placez vos 2 éprouvettes et les 2 éprouvettes du groupe associé dans le four à la température indiqué sur votre fiche de groupe pendant 30 min.
- A la sortie du four, trempez les éprouvettes dans le bac d'eau pour les refroidir rapidement.

**Question :** Représentez schématiquement la microstructure des différentes étapes de la recristallisation.

### **• Etape 5 : Observation des grains**

- Faites faire l'attaque chimique à l'eau régale diluée pour révéler les grains dans vos éprouvettes. L'attaque est à réaliser par l'assistant.e pour des raisons de sécurité.
- Observez des grains et comparez les tailles de grains de vos éprouvettes avec l'éprouvette de référence de la taille de grains initiale.

### **• Etape 6 : Comparaison avec les autres groupes**

- Placez vos éprouvettes dans le tableau commun pour comparer vos résultats avec ceux des autres groupes.

**Question :** Comparer les tailles de grains en fonction des différents paramètres (écrouissage et température). Commenter les résultats.

### c. Durcissement structural (alliage 6082)

#### • Etape 7 : Traitement thermique de mise en solution

- Mettez votre éprouvette d'alliage 6082 au four à 560°C pendant 1h pour un traitement de mise en solution. A la sortie du four trempez-le dans le bac d'eau pour les refroidir rapidement. (*Fait avant le TP par les assistants pour gagner du temps*).

**Question :** Pourquoi fait-on ce traitement thermique à 560°C ? Pourquoi l'appelle-t-on mise en solution ?

#### • Etape 8 : Dureté initiale de l'alliage

- Mesurer la dureté de l'éprouvette d'alliage 6082 mise en solution et trempés.

**Question :** Comparez cette valeur avec celle de l'aluminium pur.

#### • Etape 9 : Dureté après 1 semaine

- Mesurez la dureté de l'alliage mis en solution à 560°C et trempé pendant le TP de la semaine dernière.

**Question :** Que s'est-il passé ?

#### • Etape 10 : Traitement thermique de durcissement

- Placez l'éprouvette de l'alliage 6082 du groupe de la semaine dernière dans le four à 200°C pendant 30 min. Trempez l'éprouvette dans le bac d'eau pour la refroidir rapidement.

#### • Etape 11 : Dureté après traitement thermique

- Mesurez la dureté sur l'éprouvette traitée thermiquement.

**Question :** Commenter l'augmentation.

**Question :** Comparez cette valeur à celle du durcissement naturel et à celle de l'écrouissage de l'aluminium pur. Calculer les valeurs de limites élastiques correspondantes.

### 5. Conclusion

Rédigez un court paragraphe résumant ce que vous avez appris et les résultats importants du TP.

### 6. Bibliographie

- [www.euralliage.com](http://www.euralliage.com)
- Cours Prof. Logé. MSE 214
- *Matériaux 2. Microstructures et procédés de mise en œuvre*, Ashby & Jones, 2014, Dunod.