



Université Mohamed Khider de Biskra  
Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la  
Vie  
Département des Sciences de la Matière

## MÉMOIRE DE MASTER

Domaine des Sciences de la Matière  
Filière de Physique  
des énergétique et énergies renouvelables  
Réf. :

---

Présenté et soutenu par :  
**TOUIL SALIM**

Le : 20-6-2023

# Effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage Cu-37 % at. Mn

---

### Jury :

Dr	Samira ZERMANE	M C B	Université Med Khider-Biskra	President
Dr	Ouahiba HARZELLAH	M C B	Université Med Khider-Biskra	Examineur
Dr	Ghania BENCHABANE	M C B	Université Med Khider-Biskra	Rapporteur

Année universitaire : 2022 /2023

# Dédicace

*A mes parents*

*Aux êtres qui me sont les plus chers,*

*Devant tous les sacrifices que vous avez consentis pour moi, aucune dédicace ne saurait exprimer la grandeur des sentiments que j'ai pour vous.*

*A toute ma famille,*

*A tous mes amis sans exception.*

# Remerciement

Je remercie en premier lieu Dieu le tout puissant pour nous avoir donné la force, le courage et la volonté d'accomplir ce travail.

Je tiens à remercier vivement et particulièrement l'encadreur Dr, BENCHABANE Ghania, Maitre de Conférences à l'Université de Mohamed Khider Biskra, pour son support continu et qu'elle trouve ici l'expression de ma très cordiale gratitude pour les conseils, le soutien et les encouragements qu'elle a dispensé à mon profit au cours de la réalisation de ce travail.

Je remercie également les membres du jury pour examiner et juger ce mémoire : Dr. Samira ZERMANE, qui m'a honoré par sa présence en qualité de président de jury. Et Dr. Ouahiba HARZELLAH du fait d'accepter de juger et examiner ce travail.

Je remercie également le Dr Abdeslam Nora Amele, qui m'a encouragé à terminer mes études, que Dieu lui accorde la santé et le bien-être.

## Liste des figures

Figure 1.1 : Cuivre natif	5
Figure 1. 2 : Affinage thermique	6
Figure 1. 3 : L'affinage électrolytique	7
Figure 1.4 Manganèse	9
Figure 1.5 : Diagramme d'équilibre du système Cu-Mn	14
Figure 1.6 : Écrasement et étirement des atomes lors de la déformation élastique	15
Figure 1.7 : Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement a) avant déformation. b) après déformation	17
Figure 1.8 : Représentation schématique d'une macule mécanique	18
Figure 1.9 : Différentes opérations des traitements thermiques	20
Figure 1.10 : Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique : a) enchevêtrement de dislocations, b) formation de cellules, c) annihilation des dislocations dans les cellules, d) formation des sous-grains, e) croissance de sous-grain	22
Figure 1.11 : Schéma de la recristallisation	23
Figure 2 .1 : Schéma du laminoir	28
Figure 2.2 : Four programmable pour traitement thermique	29
Figure 2. 3 : Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260	30
Figure 2.4 : Principe de la mesure de micro dureté Vickers	31
Figure 2.5 : Microduromètre type Wolpert Wilson	32
Figure 3.1 : Microstructure de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial	35
Figure 3.2 : Courbes d'évolution de la microdureté Vickers de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à froid à 70 % et recuit à 250°C et 300°C	36
Figure 3.3 : Courbes d'évolution de la microdureté Vickers des alliages Cu-37% at. Mn laminés à froid à 70 % et recuits à différentes températures (450, 550 et 600 °C)	38
Figure 3. 4 : Courbes d'évolution de la microdureté Vickers des alliages Cu- % Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10, 20 et 37 %) laminés à froid à 70 % et recuits à : a) 450 °C, b) 550 °C et c) 600 °C	40

Figure 3.5 : Graphe d'Arrhenius de  $\ln(t_R)$  en fonction de  $103/T_R$  de Cu-37 % at. Mn, laminés à froid à 70 % et recuits à différentes températures

41

## Liste des tableaux

Tableau 1.1 : regroupe les principales propriétés physiques des cuivres industriels non alliés	8
Tableau 1.2 : Les principales caractéristiques mécaniques de cuivre	9
Tableau 1.3 : regroupe les propriétés physiques du manganèse	10
Tableau 1.4 regroupe les systèmes de maillage pour différentes structures	18
Tableau 2-1 : Analyse type du manganèse électrolytique (% pondéraux)	26
Tableau (3.1) : Microdureté Vickers des alliages Cu- % Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10, 20 et 37 %)	35

# Liste des matières

<b>Introduction général</b>	1
<b>Chapitre 01 Etude Bibliographique</b>	
1.Introduction	4
2. Historique de cuivre	4
2.1 . Le cuivre dans les civilisations	4
3. Affinage du cuivre brut	5
3.1. Affinage thermique	6
3.2. L'affinage électrolytique	7
4. Propriétés physiques et mécaniques du cuivre	7
4.1 Propriété physiques	7
4.2. Propriétés mécaniques	9
5. Propriété de manganèse	9
6. Alliages de cuivre	10
6. 1. Cuivre faiblement allié	10
6.2. Cuivre fortement allié	12
7. Alliage Cu-Mn	12
8. Déformation plastique des métaux	14
9. Types de déformation	14
9.1. Déformation élastique	14
9.2. Déformation plastique	15
10. Mécanismes de déformation plastique	15
10.1. Déformation par glissement	16
10.2. Déformation par maclage	17
11. Traitements thermiques des métaux	18
11. 1. Définition de traitements thermiques	18
11.2. But des traitements thermiques	19
11.3. Principes du traitement thermique	19
11.4. Recuit de restauration et de recristallisation après déformation à froid	21
11.4.1 Restauration	21

11.4 .2. Recristallisation	22
11.5. Lois de la recristallisation	25

## **Chapitre 02                      Matériaux et techniques expérimentales**

1. Introduction	26
2. Présentation du matériau étudié	26
3. Elaboration de l'alliage Cu-37% at. Mn	26
4. Déformation plastique par laminage par à froid	27
5. Traitements thermiques	28
5.1. Recuit à basse température	29
5.2. Recuit à haute température	29
6. Polissage des échantillons	29
7. Micro dureté Vickers	30
7.1 Principe de mesure	30

## **Chapitre 03    Résultats expérimentaux et interprétations**

1. Introduction	34
2. Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial	34
2.1 Microstructure	34
2.2 Micro dureté Vickers	34
3. Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn, laminé et recuit, par microdureté Vickers	36
3.1. Recuits à basse température	36
3.2. Recuits à haute température	37
4. Calcul d'énergie d'activation	42
<b>Conclusion général</b>	<b>43</b>

## **Introduction générale**

Les métaux en particulier, et les matériaux en général, jouent un rôle important dans tout développement industriel ou progrès technique. La découverte de nouveaux matériaux est considérée comme un progrès technique prometteur dans les pays développés, encourageant l'innovation dans les domaines technologiques.

Le cuivre est maintenant un métal très important dans le domaine industriel, et il est l'objet de nombreuses études scientifiques. Leurs propriétés mécaniques et électriques supérieures leur ont permis d'être utilisées dans une variété de domaines, y compris dans l'industrie automobile et les câblages électriques. Par conséquent, il a été étudié par des scientifiques afin d'améliorer ses propriétés et de développer son utilisation en le combinant avec d'autres matériaux.

Depuis plus d'un siècle, les experts sont fascinés par l'interaction entre le cuivre et le manganèse. L'excellente combinaison des caractéristiques mécaniques et techniques des alliages binaires du système et des compositions multi-composants basées sur eux a suscité l'intérêt initial. Outre une forte capacité de travail, Les bronzes en manganèse sont résistants à la corrosion et ont une excellente résistance thermique.

Le manganèse est un modificateur efficace en plus du cuivre, ce qui affecte favorablement ses propriétés technologiques en même temps. Particulièrement les propriétés physiques du système cuivre-manganèse, il est possible d'indiquer sa résistance électrique élevée. Par la suite, il a été découvert que les alliages riches en manganèse ont une combinaison typique de haute résistance et de plasticité avec une capacité d'atténuation extrêmement élevée. Ces alliages absorbent efficacement l'énergie de vibration mécanique et peuvent donc être utilisés comme matériaux de construction.

Les alliages riches en manganèse ont un effet de mémoire de forme réversible, ce qui les rend attrayants pour une utilisation comme substances dopantes dans l'usinage de précision [1]. De plus, l'alliage Cu-Mn que nous avons sélectionné dans l'étude présente des propriétés physiques et mécaniques intéressantes (haute résistance à la conductivité électrique, grande sensibilité à la déformation).

L'objectif de ce travail est l'étude de l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage Cu-37%.at. Mn, déformé à froid par laminage, en suivant l'évolution de la microdureté Vickers en fonction du temps de recuit à différentes températures.

Le mémoire est organisé comme suit :

- Le premier chapitre est une étude bibliographique.
- Le deuxième chapitre est consacré à la présentation du matériau étudié et les techniques expérimentales utilisées dans notre étude.
- Le troisième chapitre rassemble les résultats expérimentaux et interprétations.

Enfin, nous terminons par une conclusion générale.

# **Chapitre 01**

# **Etude Bibliographique**

## **1.Introduction**

Ce chapitre donnera un bref aperçu du cuivre et de ses propriétés physiques et mécaniques, ainsi que des alliages cuivre-manganèse, avant de plonger dans une étude bibliographique de la déformation des métaux en termes de : étapes de déformation, mécanismes de déformation, types de déformation et mécanismes sous-jacents. Je passerai également en revue la définition des traitements thermiques, leurs types, leur finalité et les effets des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des métaux et les microstructures des matériaux lors de leur formation, telles que la restauration et la recristallisation des recuits déformés, ainsi que les étapes de recristallisation et de restauration.

## **2. Historique de cuivre**

Le cuivre est un matériau essentiel pour l'homme depuis la préhistoire. En fait, l'un des «âges» ou étapes majeurs de l'histoire humaine porte le nom d'un alliage de cuivre : le bronze. Le cuivre était le premier métal utilisé par l'homme, peu importe la quantité. Les premiers travailleurs du cuivre ont vite constaté qu'il pouvait être facilement martelé en feuilles et que celles-ci étaient façonnées à leur tour en formes qui devenaient de plus en plus complexes à mesure que leurs compétences se développaient.

### **2.2 .Le cuivre dans les civilisations**

Bien que divers outils et objets de décoration en cuivre datant de 9 000 ans avant JC aient été découverts, des preuves archéologiques suggèrent que ce sont les premiers Mésopotamiens qui, il y a environ 5 000 à 6 000 ans, ont été les premiers à exploiter pleinement la capacité d'extraire et de travailler le cuivre.

Manquant de connaissances modernes sur la métallurgie, les sociétés anciennes, y compris les Mésopotamiens, les Égyptiens et les Amérindiens, appréciaient principalement le métal pour ses qualités esthétiques, l'utilisant comme l'or et l'argent pour produire des objets de décoration et des ornements.

Les premières productions et utilisations organisées du cuivre dans différentes sociétés ont été datées à peu près comme :

- Mésopotamie, environ 4500 av.
- Egypte, vers 3500 av.
- Chine, vers 2800 av.
- Amérique centrale, environ 600 après JC

En Afrique de l'Ouest, vers 900 après JC, le cuivre était connu même des civilisations les plus anciennes et il s'enorgueillit d'une histoire vieille de plus de 10 000 ans. Le plus ancien ornement en cuivre date d'environ 8700 av. J.-C. et a été découvert dans les territoires modernes du nord de l'Irak.

Il existe des preuves de la fusion et de la récupération du cuivre résultant du traitement de la malachite et de l'azurite dans différentes parties du monde datant de 5000 ans av [2]. La figure 1.1 correspondante montre le cuivre natif.



**Figure 1.1:** Cuivre natif

### **3. Affinage du cuivre brut**

L'affinage présente deux avantages :

- obtenir du cuivre pur.
- récupérer des impuretés de grand intérêt : or, argent, bismuth, etc. Il existe deux procédés d'affinage.

### 3.1. Affinage thermique

L'affinage thermique consiste à refondre le cuivre brut en l'oxydant pour éliminer les impuretés sous forme d'oxyde qui se volatilisent. Au cours de ce traitement, le cuivre se charge de 0,6 à 0,9% d'oxygène dont il faut éliminer l'essentiel par une opération de perchage, qui consiste à introduire des troncs de bois vert dans le bain de cuivre. On obtient alors un cuivre de qualité thermique titrant à 99,5%, qui contient encore de 0,02 à 0,04 % d'oxygène et un peu d'hydrogène, et qui, de ce fait, n'a que peu d'applications dans l'industrie [3]. La figure 1.2 ci-contre montre l'affinage thermique.

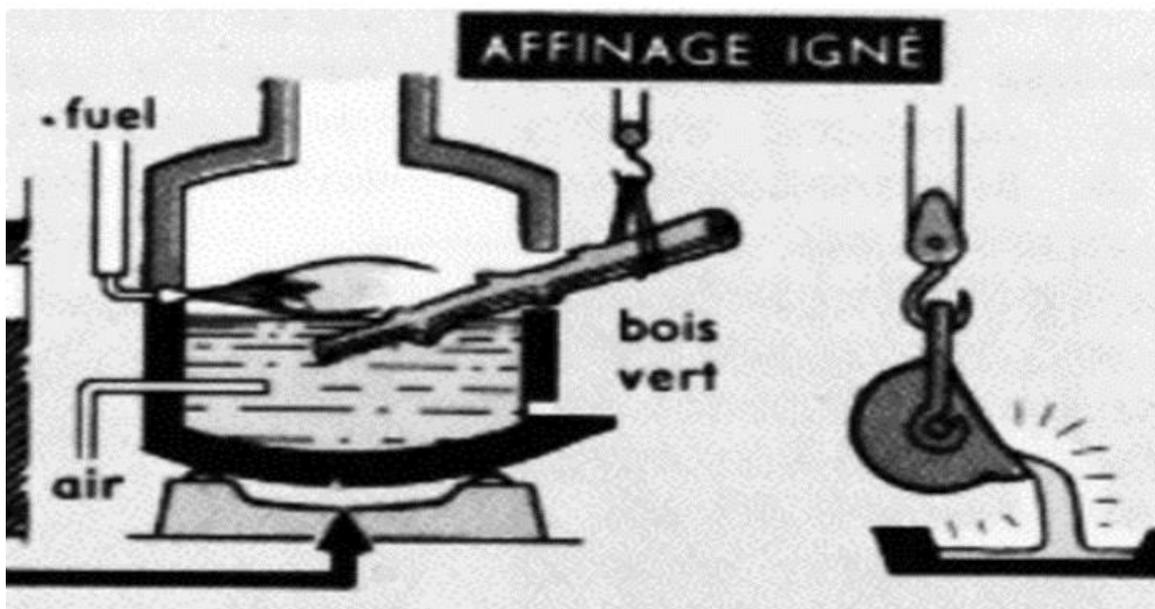


Figure 1.2 : Affinage thermique

### 3.2. L'affinage électrolytique

L'affinage électrolytique permet la production de cuivre d'un niveau de pureté supérieur à 99,95 %. Le cuivre brut qui a été formé en anodes sous forme de plaques est électrolysé dans une solution de sulfate de cuivre. Les dépôts de cuivre pur sur les cathodes qui sont ensuite remplis avec des lingots [3]. La figure 1.3 suivante montre l'affinage électrolytique du cuivre.

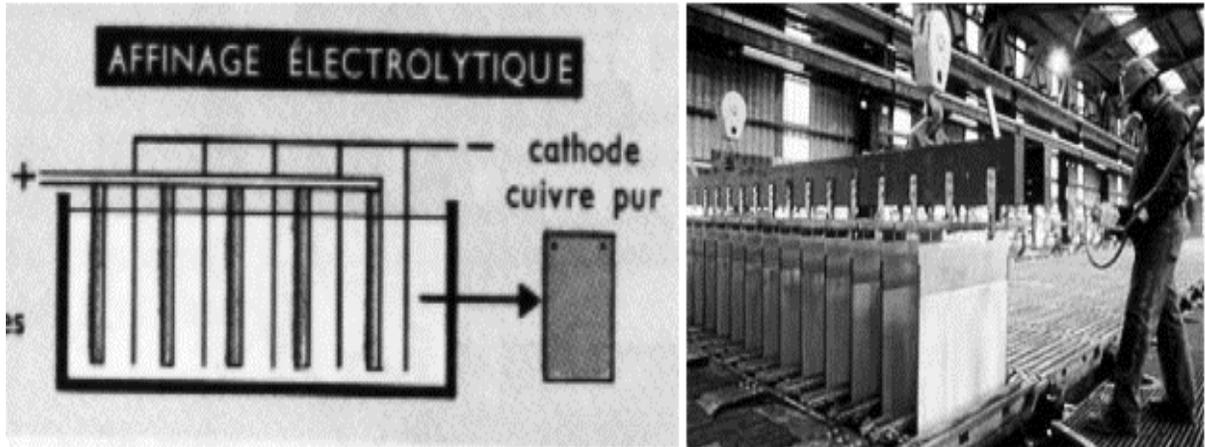


Figure 1.3 : L'affinage électrolytique

## 4. Propriétés physiques et mécaniques du cuivre

Le cuivre est un élément chimique de numéro atomique 29 et de masse atomique de 63,54 g / mol. Le cuivre est un minéral qui a tendance à rougir. Sa température de fusion est de 1083°C. Il a un réseau cristallin cubique avec des faces positionnées à une distance de  $a = 3,6074\text{Å}$ . La densité de cuivre est de 8,94 g/cm<sup>3</sup> [4].

### 4.1. Propriété physiques

Le cuivre est le meilleur conducteur de chaleur et électricité après l'argent, et est influencée par la température, les traitements mécaniques et les inclusions. Pour le cuivre pur, elle peut diminuer pour des températures de 100°C jusqu'à 78 % de sa valeur à 20°C, de même que la déformation à froid provoque des distorsions de réseau, ce qui diminue la conductibilité. Les distorsions peuvent être égalisées par un traitement thermique à 450°C de même que les inclusions agissent aussi dans le même sens [5]. Les principales propriétés physiques des cuivres industriels non alliés sont assembles dans le tableau 1.1 suivant

Le tableau 1. 1: regroupe les principales propriétés physiques des cuivres industriels non alliés [6].

Elément Cu (M=63.54, Z=29)			
Propriétés physiques			
Enthalpie de fusion	211850 J/Kg		
Température de fusion	1065° a 1083°C		
Coefficient de dilatation (en $10^{-6} K^{-1}$ )	de -190° à 16°C		14.1
	de 25° à 100°C		16.8
	de 20° à 200 °C		17.3
	de 20° à 300°C		17.7
Capacité thermique massique (en J/(Kg.K))	20°C		386
	100°C		393
	200°C		403
	900°C		528
Conductivité thermique (en W/(M.K))	20°C		400
	100°C		385
	200°C		381
	300°C		377
Conductivité électrique (%IACS/(M.K))	(état recuit)	20°C	100 à 102.5
		100°C	76
	(état écroui)	200°C	58
		20°C	97
Résistivité électrique $\rho$ (en $\mu\Omega.cm$ )	(état recuit)	20°C	1.724 à 1.682
		100°C	2.27
	(état écroui)	200°C	2.95
		20°C	1.78

## 4.2. Propriétés mécaniques

Le cuivre est un matériau plutôt ductile et tenace, mais il est doux, en plus, il contient faible limite d'élasticité. C'est pour cette raison que le cuivre est utilisé dans de nombreux cas sous forme en alliage. Le cuivre est malléable à froid et s'effondre facilement. Il se prête aisément au corroyage, mais son usinage est mauvais. A cause de sa grande ténacité, au cours du travail à froid, on doit procéder à un recuit pour faire cesser l'écrouissage, mais on peut également effectuer le travail à chaud de manière que le recuit compense l'écrouissage. Un fort retrait rend mauvaises, ses propriétés de fonderie. Le cuivre se prête bien au brasage et fendage à l'étain le cuivre à faible résistance à la traction dans l'oxygène est plus élastique et constitue le matériau principal utilisé dans la fabrication de conducteurs de courant. La fluidité du Cuivre fondu lui permettrait d'être facilement coulé, mais les soufflures (gaz dissous,  $SO_2$ ,  $CO_2$ ,...) inévitables, rendent l'opération difficile. Le cuivre peut être forgé et laminé vers

600°C, mais nécessite des recuits au rouge sombre avec un refroidissement à l'eau [5]. Le tableau 1.2 regroupe les principales propriétés physiques des divers cuivres industriels non alliés [6].

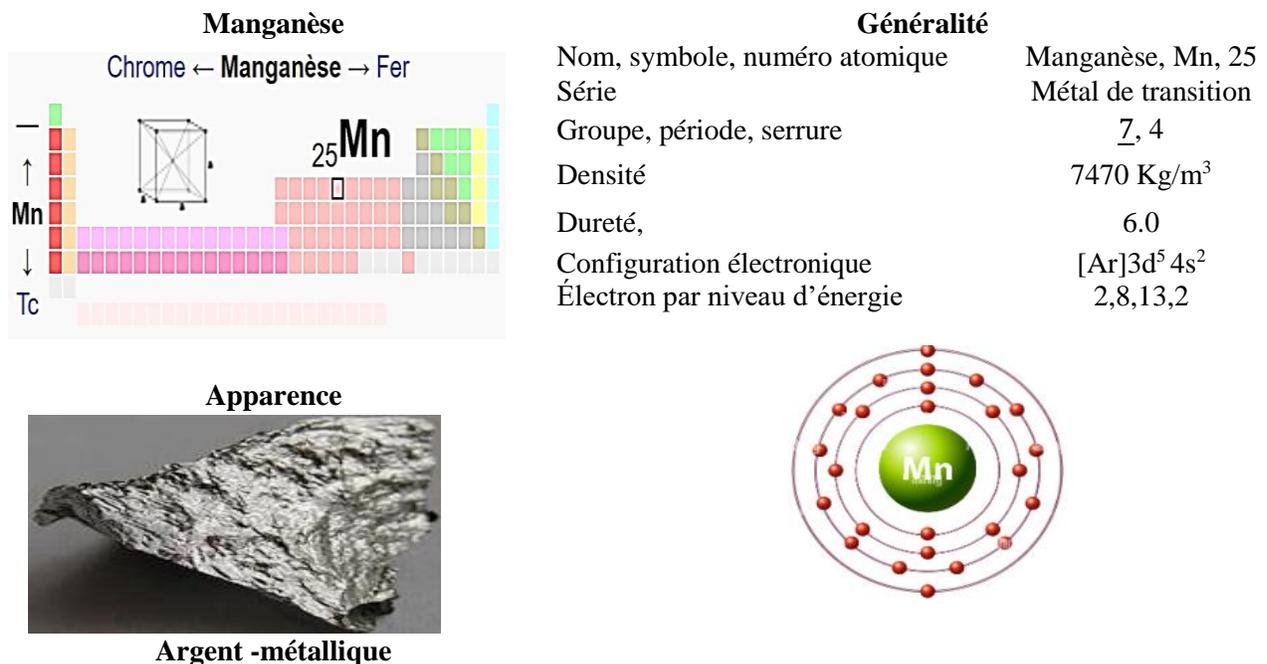
**Tableau1.2 :** Les principales caractéristiques mécaniques de cuivre [6].

Etat de livraison	Propriétés mécaniques				
	Symbole AFNOR	Rp <sub>0.2</sub> (MPa)	Rm (MPa)	Allongement (A%)	Dureté Vickers HV
Recuit	OS	70	230	45	50
¼ dur	H11	190	270	25	80
½ dur	H12	250	300	14	100
4/4 dur	H14	320	350	6	110

*L'état de recuit signifie 0% d'érouissage : état AFNOR*  
*¼ dur : 10% d'érouissage : état AFNOR H11*  
*½ dur : 25% d'érouissage : état AFNOR H12*  
*4/4 dur : 50% d'érouissage : état AFNOR H14*  
*Rp<sub>0.2</sub> limite élastique a 0.2 % d'allongement*  
*Rm résistance mécanique*

### 5. Propriété de Manganèse

Le manganèse est un métal gris-blanc, d'apparence similaire au fer. Il est dur et très fragile, il peut fusionner avec difficulté et oxyde facilement. Le métal de manganèse ne devient pas ferromagnétique après un traitement spécifique [7]. La figure 1.4 regroupe ses propriétés générales.



**Figure 1.4 :** Manganèse

Le tableau 1.3 : regroupe les propriétés physiques du manganèse.

Propriétés physiques	
Etat de matière	Solide (habituellement non magnétique)
Point de fusion	1517 K (1244°C)
Point d'ébullition	2235 (1962°C)
Volume molaire	$7.35 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$
Enthalpie de vaporisation	226 KJ/mol
La chaleur de fusion	12.05 KJ/mol
Pression de vapeur	121 Pennsylvanie a 1517 K
Vitesse du son	5150 m/s a 293.15

## 6. Alliages de cuivre

Le cuivre et les alliages à base de cuivre offrent une heureuse combinaison de propriétés physiques utilisées dans de nombreuses applications depuis l'antiquité.

L'alliage améliore les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion du cuivre. La plupart des alliages de cuivre ne peuvent être ni renforcés par un traitement thermique ; il faut donc les écrouir ou effectuer un alliage en solution solide pour en améliorer les propriétés mécaniques [8].

### 6. 1. Cuivre faiblement allié

Aux teneurs employées (généralement 1 % au maximum), toutes ces additions (Ag, P, As, B, Te, Cd, Sn ou Mg), à l'exception du tellure, sont et restent solubles dans le cuivre de base : elles sont employées pour améliorer une propriété spécifique d'usage [9].

- **Cuivre électrolytique** (ETP, Pas électrolytique résistant)  
Contient de l'oxygène résiduel, haute conductivité thermique et électrique, fragile à chaud en présence d'hydrogène.
- **Cuivre désoxydé**  
Au phosphore. Contient des résidus de phosphore ; filable, emboutissable, soudable, mais moins bonne conductivité électrique.
- **Cuivre exempt d'oxygène** (OFHC, Haute conductivité sans oxygène)

Désoxydé par refusion sous atmosphère réductrice, possède à la fois de bonnes propriétés mécaniques et électriques.

- **Cuivre à l'argent (0,08 %)**

Température de recristallisation plus élevée, tenue au fluage améliorée.

- **Cuivre au cadmium (0,7 à 1 %)**

Propriétés mécaniques très augmentées par rapport au Cu pur. Applications : fils et ressorts conducteurs (Exemples : « bronzes téléphoniques » pour les lignes électriques : Cu – Cd1 Sn 0,15 ou Cu – Cd 0,9 Sn 0,4).

- **Cuivre au tellure (0,3 à 0,7 %)**

Propriétés mécaniques très améliorées par rapport au cuivre pur. Applications : Câbles et fils conducteurs (type "bronzes téléphoniques" pour lignes électriques en Cu-Cd1-Sn0.15 ou Cu-Cd0.9-Sn0.14).

Meilleures propriétés mécaniques, et usinabilité améliorée : De même pour le soufre, le sélénium et les cuivres et le plomb.

- **Cuivre au chrome (0,5 à 0,9 %)**

Alliage à durcissement structural, conservant ses propriétés mécaniques jusqu'à 450 °C. Applications : pièces électriques et mécaniques utilisées à chaud (électrodes de soudage, pièces de freinage, contacteurs de puissance).

- **Cuivre au béryllium (2 %)**

Alliage à durcissement structural, à propriétés mécaniques très élevées conservées jusqu'à 300°C. Nombreuses applications en électromécanique (variante Cu – Co 2,5 Be 0,5, à résistance mécanique plus faible, mais conductivité plus élevée).

## 6.2. Cuivre fortement allié

Il existe deux catégories clés d'alliances de cuivre fortement liées qui peuvent être distinguées

- **Les laitons** sont en cuivre et zinc (Cu-Zn).
- **Les bronzes** comprennent le cuivre, l'étain (Cu-Sn) et plusieurs autres éléments, y compris peut-être le zinc, mais en combinaison avec d'autres éléments.

Les alliages Cuivre se distinguent par de bonnes propriétés mécaniques et technologiques ainsi qu'une bonne résistance à la rouille et à la corrosion.

- **Laitons**

Ce sont des alliages de cuivre et de zinc, qui peuvent également contenir de petites quantités d'autres éléments tels que le plomb, l'étain, le manganèse, l'aluminium, le fer, le silicium, le nickel ou l'arsenic. Ces éléments supplémentaires peuvent améliorer certaines propriétés.

- **Bronzes**

Il s'agit des alliages de cuivre et d'étain et des alliages ternaires cuivre, étain, zinc. La dénomination bronze est parfois abusivement employée pour désigner d'autres alliages tels que les cupro-aluminums et les cuivres au béryllium [10].

## 7. Alliage Cu-Mn

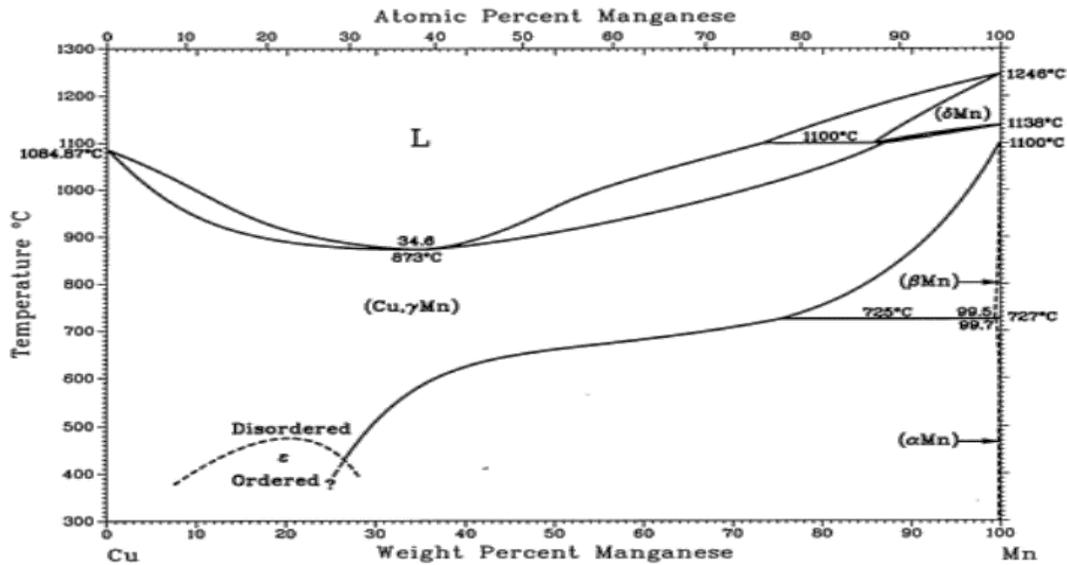
L'ajout du Manganèse au Cuivre, confère à l'alliage formé de bonnes propriétés mécaniques. La présence du Manganèse durcit le Cuivre même en faible teneur et augmente la résistance à la traction de l'alliage Cu-Mn à température ambiante. Le diagramme d'équilibre de phase en bref est un schéma qui représente la formation d'un mélange de substances pures à l'équilibre, conformément à sa composition générale et à sa température. Selon le diagramme d'équilibre (Cu-Mn), le Cuivre est très peu soluble dans les phases  $\alpha$ Mn et  $\beta$ Mn. - Dans la région riche en Manganèse, la phase  $\alpha$  (Cu,  $\gamma$  Mn) s'appelle  $\gamma$ . - Il existe deux phases

Ordonnées : Cu<sub>5</sub>Mn et Cu<sub>3</sub>Mn [11]. Le diagramme d'équilibre du système Cu-Mn note également les étapes montrées dans La figure (1.5) :

Le liquide existe qu'à partir de 873°C.

- La solution solide de structure cubique  $\delta$  qui contient de 87.5 à 100% at. Mn entre 1100 à 1246°C.
- La solution solide de structure cubique  $\gamma$  qui contient de 0 à 100% at. Mn.

- La solution solide cubique  $\beta$ , qui est presque pure (Mn). - La solution solide cubique  $\alpha$ , qui est aussi presque pure (Mn).
- La phase cubique  $\varepsilon$  qui est une phase ordonnée pour des températures inférieurs à 475°C et approximativement existe entre 9 et 31% at. Mn et qui n'est pas encore caractérisée [12].



Données de Cu-Mn Cristallographie			
Phase	Composition, wt%Mn	Le symbole de Pearson	Le groupe d'espace
(Cu, γMn)	0 à 100	cF4	$Fm\bar{3}m$
(δMn)	85.8 à 100	cI2	$Im\bar{3}m$
(βMn)	99.5 à 100	cP20	$P4_132$
(αMn)	99.7 à 100	cI58	$i\bar{4}3m$

Figure 1.5 : Diagramme d'équilibre du système Cu-Mn [13].

## 8. Déformation plastique des métaux

L'une des raisons principales de l'emploi très généralisé des métaux est leur propriété d'être malléables, c'est-à-dire déformables sans rupture sous l'effet de sollicitations mécaniques plus ou moins élevées. L'aptitude des métaux à se déformer plastiquement dépend de beaucoup de facteurs qu'il est nécessaire de connaître en vue, d'une part, des opérations de mise en forme (travail à chaud ou à froid du métal) et, d'autre part, du calcul des pièces et des constructions, dans lesquelles on cherche au contraire à éviter toute déformation plastique dans les conditions de service [14].

## 9. Types de déformation

### 9.1. Déformation élastique

La déformation élastique ne provoque pas une modification permanente observable de structure et de propriétés du métal, la charge appliquée ne produit qu'un déplacement relatif et parfaitement réversible des atomes ou le pivotement des blocs de cristal. En traction d'un monocristal, les atomes s'éloignent l'un de l'autre, et en compression, ils se rapprochent. Un tel écart à partir d'un état d'équilibre compromet le bilan des forces d'attraction et de répulsion électrostatique. C'est pourquoi, lorsque la charge est supprimée, les forces d'attraction et répulsion ramènent les atomes déplacés à leur état d'équilibre initial, et les cristaux reprennent leur forme et leur taille d'origine (état initiales) Fig. 1.6 [15].

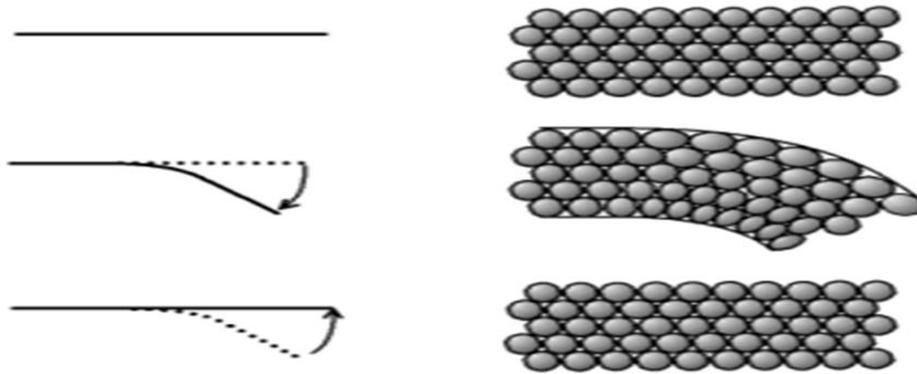


Figure 1.6 : Écrasement et étirement des atomes lors de la déformation élastique

### 9.2. Déformation plastique

L'une des raisons principales de l'emploi très généralisé des métaux est leur propriété d'être malléables, c'est-à-dire déformables sans rupture sous l'effet de sollicitations mécaniques plus ou moins élevées. L'aptitude des métaux à se déformer plastiquement dépend de beaucoup de facteurs qu'il est nécessaire de connaître en vue, d'une part, des opérations de mise en forme (travail à chaud ou à froid du métal) et, d'autre part, du calcul des pièces et des constructions, dans lesquelles on cherche au contraire à éviter toute déformation plastique dans les conditions de service [14].

## 10. Mécanismes de déformation plastique

Lorsqu'un matériau poly cristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de

glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maillage mécanique. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend du matériau et les conditions expérimentales de la déformation [15]. Ces deux derniers, étant les deux mécanismes essentiels de déformation plastique à froid, auxquels on peut ajouter pour certains matériaux la transformation martensitique, qui résulte d'une modification de structure cristalline sous contrainte mécanique ou thermique.

### 10.1. Déformation par glissement

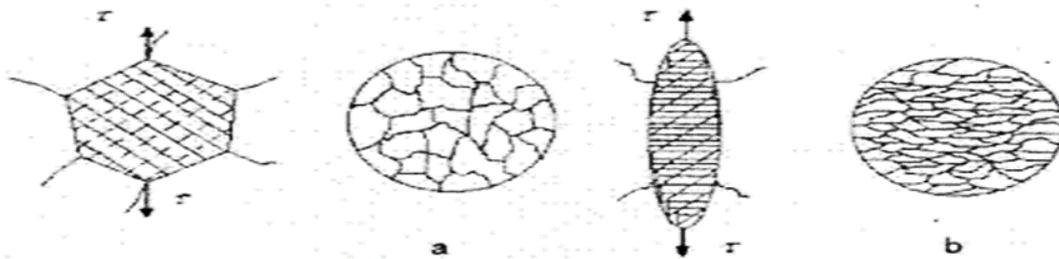
La possibilité de la déformation plastique par glissement le long des plans et des directions privilégiées sont liées, d'une part à une forte densité atomique le long des plans et de ces directions (Tableau 1.3) de plus du fait de la présence de défauts du réseau. Les défauts viennent dans une variété de types différents :

- Défaut d'origine purement cristallographique où les atomes manquent par ci et par là, des domaines complets peuvent être vides d'atomes. Il peut exister des anomalies de distribution dites dislocations.
- Défauts causés par des impuretés ou des matières atomiques. Au niveau microscopique, les dislocations glissantes sont principalement responsables de la déformation plastique froide. Ce mécanisme de déformation fait changer la forme des grains, créant une structure fibreuse. (Fig.1.7) [16].
- Ils sont caractérisés par un plan et une direction appartenant à ce plan.
- Une direction de glissement : Elle représente la direction cristallographique de la densité atomique maximale car c'est là que la quantité minimale de mouvement est nécessaire pour provoquer une déformation permanente.
- Une direction de glissement : Représente la direction cristallographique de la densité atomique maximale car c'est là que la quantité minimale de mouvement est nécessaire pour provoquer une déformation permanente.

Un plan glissant : a priori ce sont les plans où la friction du réseau est la plus faible

Tableau 1.3 : le système de glissement des différentes structures [ 17].

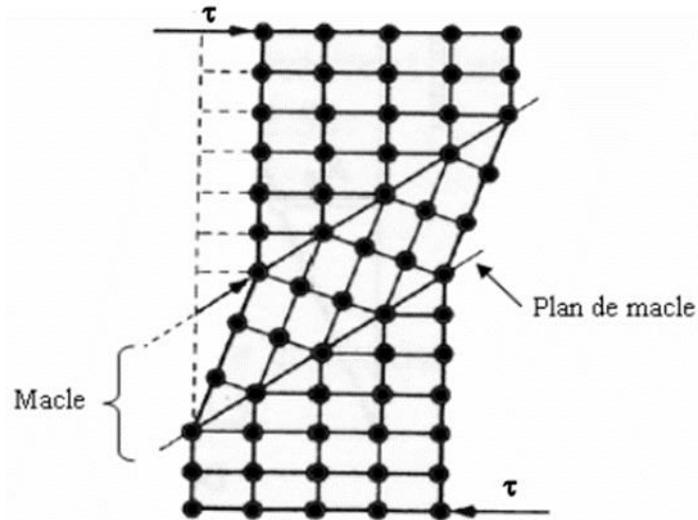
Structure	Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de système de glissement
C.F.C	$\langle 110 \rangle$	(111)	12
C.C	$\langle 111 \rangle$	(110)	12
		(112)	12
		(123)	24
H.C	$\langle 0001 \rangle$	(11 $\bar{2}$ 0)	3
		(11 $\bar{2}$ 3)	6



**Figure 1.7 :** Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement a) avant la déformation. b) après la déformation [18].

## 1.2. Déformation par maillage

Le processus de découpe d'un morceau de cristal en deux morceaux qui créera des interfaces avec la partie intacte est appelé « maillage » (fig. 1.8). C'est une opération qui nécessite des concentrations de pression importantes. Le glissement et le maillage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, pourtant, alors que le glissement entraîne des mouvements qui sont des multiples de la distance interatomique, l'écrasement entraîne des atomes se déplaçant de moins de la distance interatomique. De plus, ce déplacement coordonné des atomes induit une désorientation cristallographique de la région maillée par rapport au reste du cristal. En changeant localement l'orientation du cristal, le maillage est susceptible d'autoriser l'activation de nouveaux systèmes de glissement. Par conséquent, l'importance du maillage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte [19].



**Figure 1.8** : Représentation schématique d'une macle mécanique.

Le **tableau 1.4** regroupe les systèmes de maillage pour différentes structures [20].

Structure	Direction de macle	Plan de macle
C.F.C	$\langle 11\bar{2} \rangle$	$\{111\}$
C.C	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$	$\{112\}$
H.C	$\langle 00\bar{1} \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$

## 11. Traitements thermiques des métaux

### 11. 1. Définition de traitements thermiques

Les traitements thermiques se définissent comme étant « l'ensemble des opérations de chauffage et de refroidissement contrôlé » appliqués à des métaux et alliages. En général, le traitement thermique affecte la microstructure des métaux (comme les matrices, les précipitations, la dispersion, etc.). Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les caractéristiques physiques (comme la conductivité thermique et électrique) et les caractéristiques chimiques (comme la résistance à la corrosion). Globalement, le traitement thermique est une opération qui entraîne constamment une modification de la température des métaux qui sont encore à l'état solide. Le cycle thermique fait référence à la fluctuation de la température en fonction du temps (chauffage, maintien et refroidissement) [21].

## 11.2. But des traitements thermiques

1) Améliorer les propriétés mécaniques des matériaux et les rendre plus adaptés à un certain travail grâce à des modifications de conception.

- La ductilité (capacité de déformation),
  - La résilience, ou ténacité (résistance au choc),
  - La résistance (limite d'élasticité, résistance à la traction)
  - La dureté.
- 2) Régénération d'un métal à grain plus grossier : affiner les grains, homogénéiser la structure (matériaux forgeables) ;
- 3) De supprimer les tensions internes des matériaux avant subit une déformation plastique à froid (écrouissage, emboutissage, fluotournage).

## 11.3. Principes du traitement thermique

Les principales techniques de traitement thermique qui modifient la structure et les propriétés d'un alliage de diverses manières impliquent des opérations de chauffage jusqu'à une température donnée, de maintien de cette température, puis de refroidissement rapide ou lent de l'alliage (Fig1.9) :

- Le recuit,
- La trempe,
- revenu,
- La normalisation.

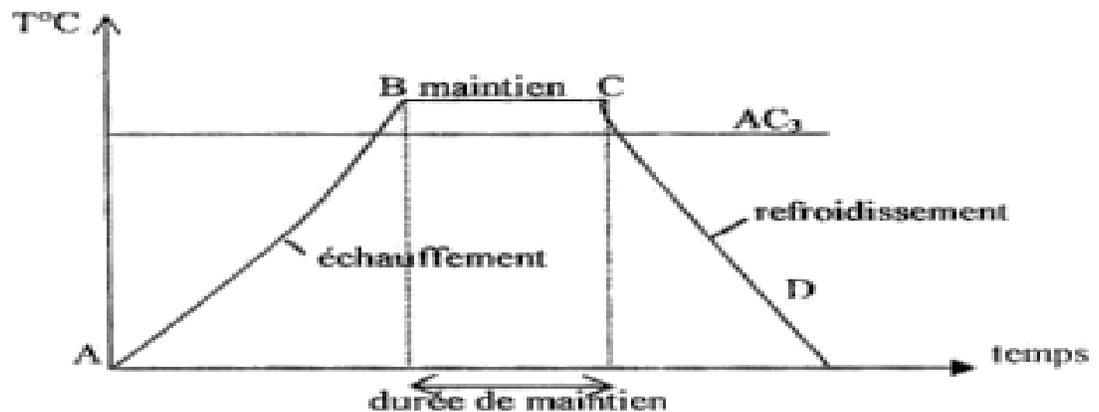


Figure1.9 : Différentes opérations des traitements thermiques [21]

- **Le recuit**

Il comprend les étapes suivantes :

- La pièce est chauffée à une température spécifique appelée température de recuit.
- Gardez cette pièce à température pendant un certain temps.
- Refroidissement à la vitesse appropriée afin d'obtenir l'état structurel du métal après le retour à température ambiante Proche d'un état stable. Le recuit est autorisé :
- Réduire ou supprimer les contraintes résiduelles du métal liées à des travaux antérieurs telles que : déformation, soudage, etc.
- Obtenez bien une formation de structure favorable pour des travaux ultérieurs (déformation, fabrication, etc.).

- **La trempe**

Se compose de :

- Maintenir cette pièce à une certaine température ;
- Refroidi la pièce assez rapidement en l'immergeant dans de l'eau (trempage dans l'eau) ou de l'huile (Refroidissement de l'huile). Le but du processus de refroidissement dans les traitements thermiques est le durcissement du métal.

- **Le revenu**

Alors que le revenu se compose de :

- Dans un ou plusieurs appareils de chauffage à une température spécifiée.
- Maintien de la pièce à température pendant une certaine période ;

Un revenu permet d'atténuer les effets de la trempe en rendant la pièce plus ductile et plus tenace. Il peut dans des cas particuliers permettre un durcissement secondaire. L'emploi du terme revenu sous-entend que le traitement est réalisé sur un état préalablement trempé.

- ✓ **La normalisation**

Le traitement de normalisation (équivalent au recuit à haute température suivi d'un refroidissement par air) est un traitement structurel ou affinage qui permet d'adoucir et d'éliminer les contraintes apparues dans les opérations précédentes. En outre, des structures monolithiques sont obtenues, qui

sont nécessaires dans certaines applications mécaniques, il conduit à un état reproductible idéal pour la trempe. L'état dit "normaliser" est un état de livraison des produits [22].

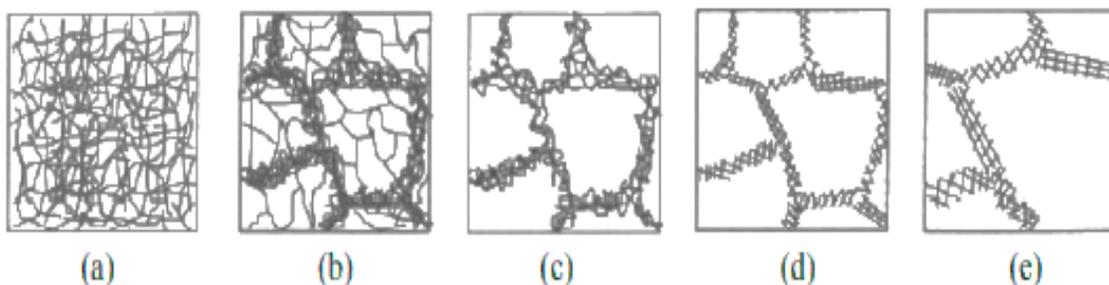
## 11.4. Recuit de restauration et de recristallisation après déformation à froid

La déformation à froid plastique entraîne l'écroutissage du matériau et donc le durcissement du matériau. Cet écroutissage est déterminé par la composition chimique du matériau, la vitesse de déformation appliquée et les circonstances de déformation (température, vitesse et mode de déformation). De plus, la déformation à froid entraîne une augmentation significative de la densité des dislocations dans le matériau. Elle est suivie d'une hétérogénéité de microstructure et de texture cristallographique au sein des grains. Pour conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit. Ce recuit provoque une réorganisation de la microstructure en réduisant ou en éliminant les obstacles les plus importants au mouvement de dislocation.

### 11.4.1 Restauration

La restauration est définie comme étant un processus thermique, qui se produit dans le matériau déformé, sans migration des joints à grand angle. Au cours de cette étape, on n'a pas de création de nouveaux grains, mais seulement une réduction du nombre de défauts atomique, lacunes et dislocations et réarrangements de ceux-ci en nouvelles configurations plus stables. La restauration permet un rétablissement partiel des propriétés physiques ou mécaniques du matériau écroui [23].

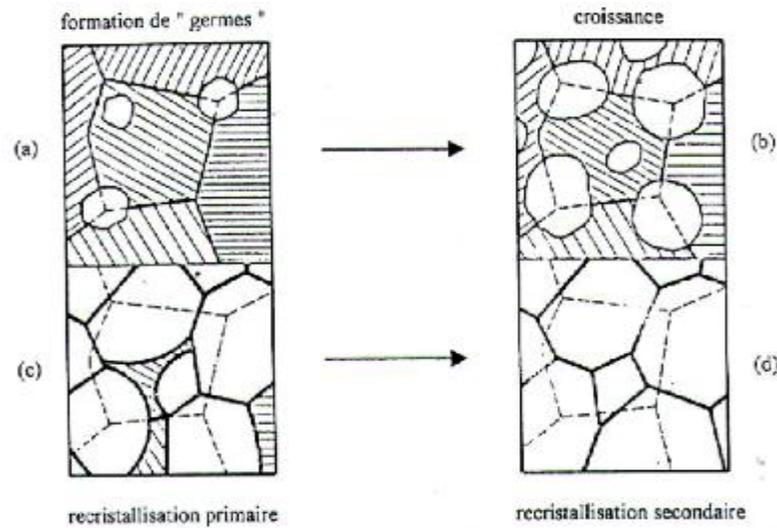
Au cours de traitement de restauration, la position des joints de grains ne varie pas. Ce processus ne change pas encore le comportement mécanique car les propriétés mécaniques sont peu sensibles aux défauts ponctuels. La figure 1.10 présente des étapes de ces modifications [24].



**Figure 1.10** : Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique : a) enchevêtrement de dislocations, b) formation de cellules, c) annihilation des dislocations dans les cellules, d) formation des sous-grains, e) croissance de sous-grain [25].

### 11.4.2. Recristallisation

La recristallisation correspond à la formation de nouveaux grains dans un matériau déformé et à la migration de joints de grains de forte désorientation dont la force motrice est principalement l'énergie de déformation stockée [25]. La recristallisation primaire est habituellement divisée en deux stades : La germination et la croissance des germes dans la matrice écrouie.



**Figure 1.11** : Schéma de la recristallisation [26].

La vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) s'écrit :

$$V = N \cdot G \quad (1.1)$$

Où N est le nombre de nouveaux germes par unité de temps et G est le taux de croissance du volume [6].

- **Etape de germination**

Pendant longtemps, le problème de la germination n'a été étudié que par microscopie optique, mais les germes observés s'étaient déjà développés de manière appréciable. L'utilisation d'un microscope électronique à petite échelle a permis un examen plus détaillé du processus de germination. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. Dans une zone cellulaire, par exemple, un germe potentiel peut atteindre la taille critique nécessaire à son développement au déterminant des autres voisins soit par croissance des cellules, soit par coalescence. De multiples observations expérimentales ont montré que la

germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation [27]. Les germes qui ont atteint une certaine taille vont se développer en dehors du réseau, avec une cinétique contrôlée par la migration des joints de grain [28].

- **Croissance**

Lorsque les germes se sont formés, le processus de recristallisation se poursuit avec la migration conjointe à travers une matrice déformée, aidée par l'énergie volumique libre (équilibrée pendant le mouvement articulaire) et l'énergie du joint du grain. L'équation donne la vitesse  $v$  d'un joint de grain pendant la phase de croissance. L'étape de croissance est donnée par l'équation :

$$V = m \cdot p \quad (1.2)$$

Où  $m$  représente la mobilité du joint de grains et  $p$  la pression exercée sur le joint. La majeure partie de la force motrice dérive des interactions entre les joints de grains et les dislocations incorporées dans le joint, puis détruites. Les impuretés peuvent affecter la mobilité des joints de grains, apportant au niveau atomique un désordre non-favorable [29].

## 11.5 .Lois de la recristallisation

Les lois de recristallisation de l'alliage peuvent être résumées comme suit [17] :

- Le processus de recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, c'est ce qu'on appelle l'écroutissage critique.
- Plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée : Où la température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être Ils sont recuits afin que la recristallisation se produise à un certain moment.
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation).
- La taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente ou lorsque la température de recuit décroît.
- Plus la taille initiale du grain est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
- Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.

- A une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croit et passe par un maximum : d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation, qui commencent par une "période d'incubation".
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

# **Chapitre 02**

## **Matériaux et techniques expérimentales**

## 1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter le matériau utilisé dans notre étude (alliage Cu-37%.at.Mn), ainsi que la méthode d'élaboration de cet alliage. Ensuite, nous présentons ensemble des traitements thermiques et mécaniques (laminage) appliqués à l'échantillon pour l'étude de phénomène de recristallisation.

A cet effet, nous utiliserons les appareils suivants : laminoir, appareil de mesure de micro dureté, et un four électrique.

## 2. Présentation du matériau étudié

Le matériau sur lequel notre étude a porté est un alliage Cu-37%.at.Mn. Notre alliage a été fourni par le laboratoire de chimie et métallurgie de l'INSA de Rennes sous forme de plaque mesurant environ  $20 \times 15 \times 2 \text{ mm}^3$ .

## 3 .Elaboration de l'alliage Cu-37% at. Mn

L'alliage Cu-37%.at.Mn a été élaboré par fusion à partir du cuivre et de manganèse très purs sous atmosphère inerte d'argon purifié au moyen d'un four à induction à haute fréquence. Au point de vue historique, ils ont subi un recuit d'homogénéisation pendant 21 jours à une température inférieure d'environ  $50^\circ\text{C}$  au point de fusion de l'alliage

Il a été élaboré à partir de :

- Cuivre électrolytique OFHC, de pureté 99.99 %, fourni par la société trifimétaux,
- Manganèse électrolytique, de pureté supérieure à 99 %, fourni par la société britannique BDH chemicals Ltd. L'analyse type des impuretés résiduelles dans le manganèse est donnée dans le tableau suivant

**Tableau 2.1** : Analyse type du manganèse électrolytique (% pondéraux).

Fer (Fe)	Plomb (Pb)	Nickel (Ni)	Zinc (Zn)
0.002	0.0021	0.002	0.05

### ✓ Nettoyage du cuivre et du manganèse :

Puisque les matériaux de base présentant une forte oxydation en surface, il est indispensable de leur faire subir un nettoyage chimique préalable. Le cuivre coupé en petits morceaux est nettoyé dans une solution  $H_3PO_4/CH_3COOH/HNO_3$  (55-25-20% vol), puis rincé à l'eau distillée.

Le manganèse est nettoyé, après immersion dans l'acide nitrique concentré, par attaque chimique dans une solution de composition équivolumique  $H_3PO_4$ ,  $CH_3COOH$  et  $HNO_3$ . La réaction est arrêtée sous l'eau courante, suivie d'un rinçage à l'eau distillée.

Ces morceaux de cuivre et de manganèse sont finalement séchés par passage à l'étuve à environ  $80^\circ C$  pendant une dizaine de minutes, puis conservés dans un dessiccateur.

### ✓ Composition des alliages Cu -Mn :

La composition et l'homogénéité de notre alliage a été contrôlée par analyse à la microsonde électronique. Pour une composition de X at. en Mn et une masse totale d'alliage  $m_{tot}$ , les masses de cuivre ( $m_{Cu}$ ) et de manganèse ( $m_{Mn}$ ) sont données par les relations suivantes :

$$m_{Cu} = m_{tot} \frac{(100-X).M_{Cu}}{(100-X).M_{Cu}+X.M_{Mn}} \quad (2.1)$$

Avec  $m_{Mn} = m_{tot} - m_{Cu}$  et  $M_{Cu}$  et  $M_{Mn}$  étant les masses molaires respectives du cuivre et du manganèse [12].

## 4. Déformation plastique par laminage par à froid

L'opération de laminage consiste à déformer le matériau L'opération de laminage consiste à déformer le matériau (alliage : Cu-37%.at.Mn.) en le faisant passer entre deux cylindres dont l'écartement est inférieur à l'épaisseur initiale de l'échantillon. La réduction d'épaisseur s'obtient de façon discontinue par des passes successives dans le la minoir dont l'écartement entre les cylindres diminue progressivement. (fig 2.1).

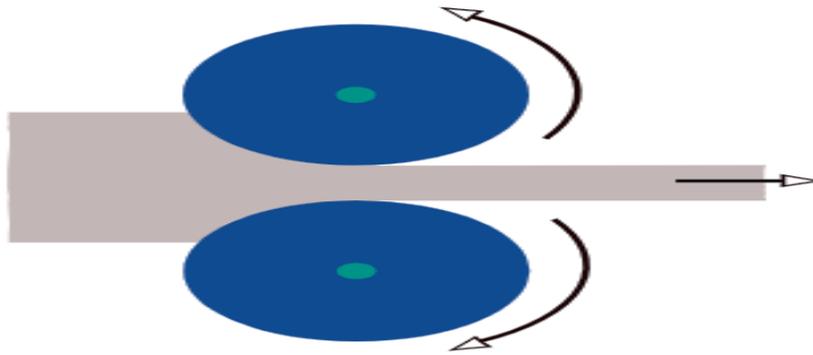


Figure 2.1 : Schéma du laminoir

Nous avons soumis l'échantillon étudié Cu-atomique 37%Mn à une déformation par laminage à froid avec un taux de déformation de 70%. Le taux de déformation est déterminé par la relation (2.2) suivante :

$$\varepsilon = \frac{(e_0 - e_f)}{e_0} \times 100 \quad (2.2)$$

Où  $e_0$  et  $e_f$  sont les épaisseurs initiale et finale respectivement.

## 5. Traitements thermiques

Le concept de traitement thermique couvre un ensemble de processus visant à des transformations structurales effectuées sur des matériaux à l'état solide, sous l'influence de cycles de température sélectionnés de manière appropriée pour leur conférer des propriétés particulières. Le traitement thermique de l'échantillon (Cu-37%.at.Mn.) étudié a été réalisé dans un four à résistance électrique (dans un four électrique programmable est de type «Nabertherm B180») La température de chauffage maximale est jusqu'à 1100°C. (fig. 2.2).

Afin que les échantillons ne subissent pas d'oxydation lors des traitements thermiques le recuit est réalisé sous vide. Dans notre étude, nous avons choisi les traitements thermiques suivants :



Figure 2.2 : Four programmable pour traitement thermique.

### 5.1. Recuit à basse température

L'échantillon a subi un traitement thermique à 250 et 300°C où le temps de varie maintien de 1min à 600 min.

### 5.2. Recuit à haute température

Nous avons effectué des traitements thermiques à haute température sur l'échantillon Les températures choisies sont 450, 550 et 600 °C ou le temps de maintien varie de 2 min à 600 minutes (450°C) et 5 min à 90 min (550°C) et 2 min à 20 min (600°C).

## 6. Polissage des échantillons

Pour les opérations de polissage, nous avons utilisé une polisseuse mécanique de type PRESI MECATECH P 260 ainsi représenté sur la figure (2.3). Avec des feuilles abrasives de différentes tailles de particules de (240 à 1200), le polissage end l'échantillon exempt d'impuretés, c'est-à-dire qu'il devient comme un miroir. À chaque polissage, les échantillons sont nettoyés avec l'eau distillée et séchés.



**Figure 2.3** : Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260

## 7. Micro dureté Vickers

La dureté est définie comme la résistance qui oppose un matériau à sa pénétration par un autre corps plus dur que lui. Elle est mesurée grâce à l'empreinte que laisse un pénétrateur dans un matériau sous une force donnée. Il existe différents essais selon la forme du pénétrateur et la nature de la mesure de l'empreinte (surface ou profondeur). Cet essai est appliqué principalement aux métaux, La norme de dureté Vickers a été adoptée en 1952 et la micro dureté en 1969 [30]. La dureté du matériau distingue également sa résistance à la déformation et aux tests de dureté.

### 7.1 Principe de mesure

L'essai de microdureté de Vickers, qui est couramment utilisé, s'effectue avec un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carrée, d'angle au sommet  $136^\circ$ , sous un charge  $F$  présélectionnée et une durée d'action déterminée (fig. 2.4).

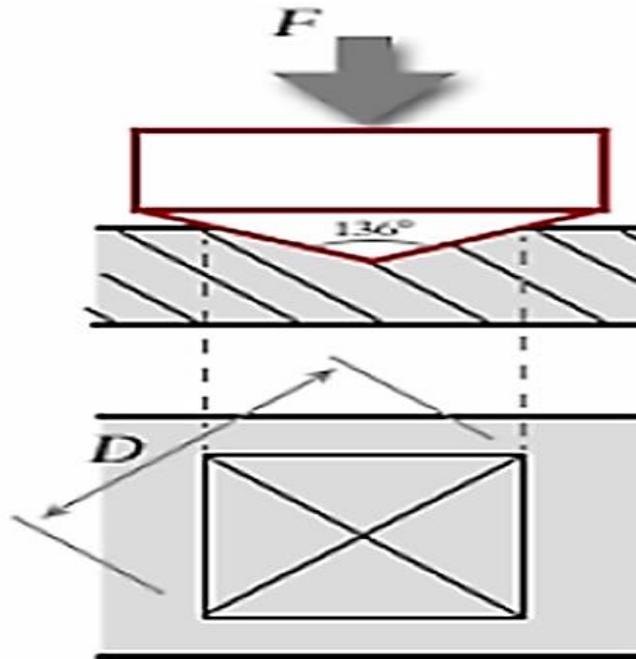


Figure 2.4 : Principe de la mesure de micro dureté Vickers.

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

$$HV = \frac{1.854 F}{d^2} \quad (2.3)$$

Avec F en kg et d en mm.

Le pénétrateur Vickers est utilisé pour les tests de durabilité et de micro dureté. Les tests de durabilité correspondent à des charges allant de 5 à 100 kilogramme. Les tests de force de kilogramme et de micro dureté sont en corrélation avec des charges inférieures à 1000 g et décrivent la durabilité dans les zones microscopiques. Dans notre étude, les mesures de micro dureté de Vickers nous ont été extrêmement utiles afin de suivre les cinétiques de recristallisation de nos matériaux en fonction du temps de recuit.

Les échantillons prélevés pour la micro dureté Vickers ont tout d'abord été polis, les mesures sont réalisées sous une charge de 100 g appliquée pendant 15 secondes. Les mesures de micro dureté ont été effectuées sur un microduromètre de type " Wolpert Wilson" à pénétration Vickers (fig.2.5).

Pour chaque échantillon, la valeur de la micro dureté correspondant représente la moyenne de six mesures prises sur différents grains.



**Figure 2.5** : Microduromètre type Wolpert Wilson.



# **Chapitre 03**

## **Résultats expérimentaux et interprétations**

## 1. Introduction

Dans cette partie, nous avons réalisé des traitements thermiques, sur une large plage de température de 250°C à 600°C, sur l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à froid avec un taux de déformation de 70% afin de suivre l'évolution de la microdureté Vickers au cours de ces traitements. Nous avons également comparé les résultats obtenus avec ceux obtenus dans une étude antérieure sur une série d'alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %) [31].

Ces tests de recuit isotherme nous ont permis de déterminer la température à laquelle la réaction de recristallisation se produit dans l'alliage Cu-37% at. Mn et d'étudier l'effet combiné du pourcentage atomique de Mn dans le cuivre et de la température de recuit sur la cinétique de recristallisation dans les différents alliages.

## 2. Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial

Avant de réaliser les traitements thermiques sur l'alliage Cu-37% at. Mn, il est important de caractériser l'état initial de notre alliage. Les techniques de caractérisation utilisées sont : la microscopie optique et la microdureté Vickers.

### 2.1 Microstructure

La microstructure à l'état initial de l'alliage Cu-37% at. Mn a été observée à l'aide d'un microscope optique. La figure 3.1 présente la micrographie optique du l'alliage étudié après une attaque chimique de 90 secondes dans un mélange de (2 g  $K_2Cr_2O_7$ , 100 cm<sup>3</sup>  $H_2O$ , 8 cm<sup>3</sup>  $H_2SO_4$  et 3 cm<sup>3</sup>  $HCl$ ) à 25 °C. La microstructure de l'alliage Cu-37% at. Mn, à l'état initial, est formée de gros grains contenant des macles, sans la trace d'une quelconque précipitation ce qui confirme leurs bonne homogénéisation.



**Figure 3.1** : Microstructure de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial

## 2.2 Microdureté Vickers

Nous avons réalisé des mesures de microdureté Vickers sur l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial. Le tableau (3.1) regroupe la valeur obtenue ainsi les valeurs de la microdureté obtenues des alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %) données par une étude antérieure. Ces mesures montrent une élévation très significative de la microdureté au fur et à mesure lorsque le pourcentage atomique de Mn dans le cuivre augmente. Ceci est dû au phénomène de durcissement par solution solide.

**Tableau (3.1)** : Microdureté Vickers des alliages Cu- % Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10, 20 et 37 %)

L'alliage Cu-% at .Mn	L'alliage Cu-5% at .Mn	L'alliage Cu-10% at .Mn	L'alliage Cu-20% at .Mn	L'alliage Cu-37% at .Mn
HV <sub>initial</sub>	45	74	98	108 .55

## 3. Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn, laminé et recuit, par microdureté Vickers

### 3.1. Recuits à basse température

Des échantillons de d'alliage Cu-37% at. Mn laminés à froid avec un taux de réduction de 70 % ont subi un recuit interrompu à 250 °C et 300°C pendant des durées allant d'une minute jusqu'à 10 heure (600 min) suivi d'un refroidissement rapide dans l'eau. Afin de suivre le changement des propriétés mécaniques des ces échantillons au cours de ces recuits, nous avons réalisés des mesures

de microdureté Vickers sur chaque échantillon à différents temps de recuit. On note que chacune des valeurs de microdureté représente la moyenne de trois empreintes réparties sur différents grains.

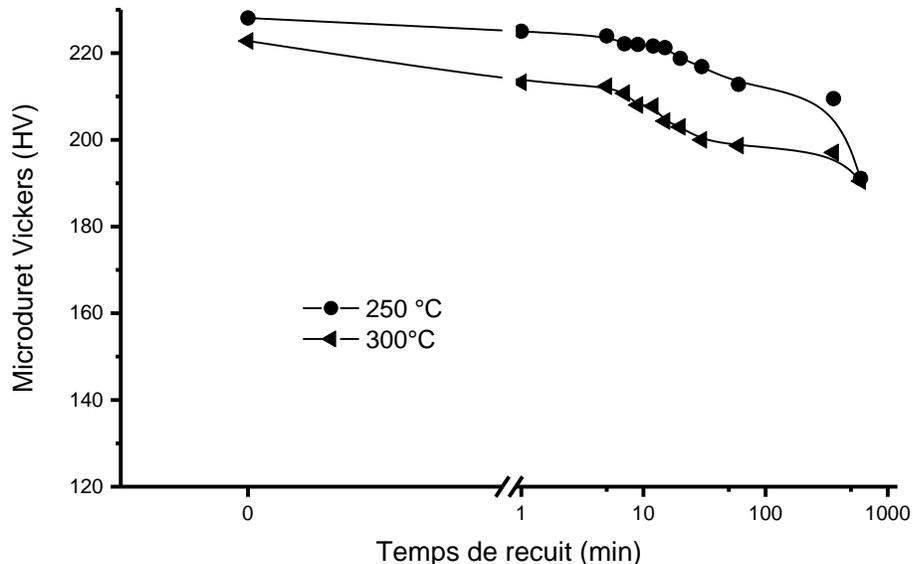
Les courbes d'évolution de la microdureté Vickers de l'alliage Cu-37 % at. Mn en fonction du temps de recuit à 250 et 300 °C sont représentées dans la figure (3 .2).

On remarque que :

A 250°C, il y a une lente diminution de la microdureté.

À 300°C, le même phénomène est observé mais d'une manière plus rapide que celle de la température 250°C.

La diminution de la microdureté s'explique par la diminution des perturbations (en restauration : les grains déformés restent et la densité de la dislocation diminue). D'autre part, plus la température du recuit est élevée plus la restauration est accélérée.



**Figure 3.2 :** Courbes d'évolution de la microdureté Vickers de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à froid à 70 % et recuit à 250°C et 300°C.

L'allure des courbes obtenues est en accord avec celle obtenue dans une étude antérieure sur une série d'alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %) et qui ont subi les mêmes traitements thermiques [31].

### 3.2. Recuits à haute température

Nous avons réalisé des traitements thermiques à hautes températures sur l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à froid avec un taux de réduction de 70 %. Les températures choisies sont 450, 550 et 600 °C. Nous avons effectué des mesures de microdureté Vickers sur chaque échantillon à différents temps de recuit. On note que chacune des valeurs de microdureté représente la moyenne de trois mesures sur des empreintes espacées.

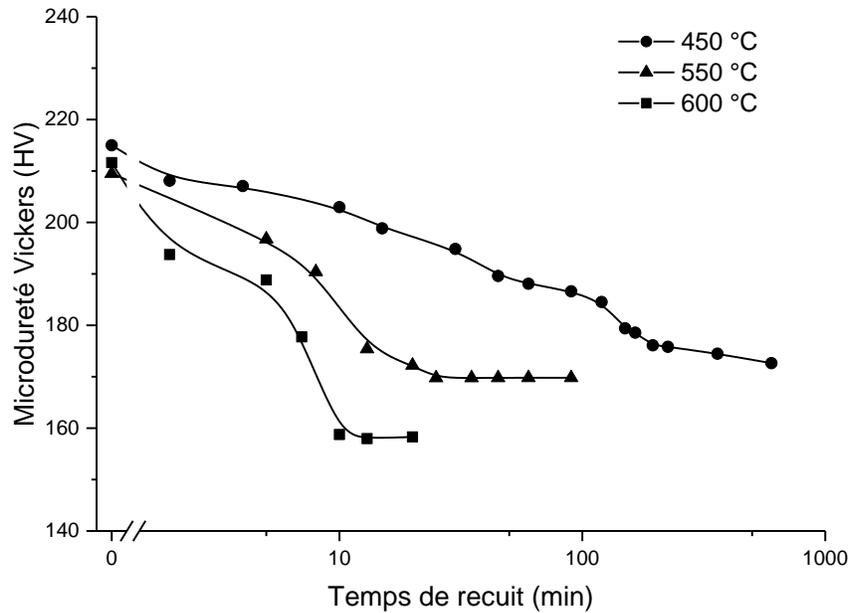
La figure 3.3 représente les courbes d'évolution de la microdureté Vickers des alliages Cu-37% at. Mn. laminés à froid à 70 % et recuits à différentes températures. L'aspect des courbes reflète une diminution lente de la microdureté lors des premières minutes de recuit, suivit d'une chute d'une manière plus rapide au fur et à mesure lorsque la température augmente et reste ensuite quasi constante jusqu'à la fin de recuit.

En effet, la faible diminution de la microdureté est associée aux mécanismes de restauration (l'élimination partielle de dislocations) tandis que la chute de la microdureté est attribuée au processus de recristallisation. Lors de la recristallisation : de nouveaux grains apparaissent de sorte qu'ils augmentent progressivement en taille et collent ensemble pour former une nouvelle structure exempte de défauts, tandis que les grains déformés disparaissent. Par ailleurs, la stabilité de la microdureté de l'alliage Cu-37% at. Mn à différentes températures indique la fin du processus de recristallisation et montre que ce processus provoque un phénomène d'adoucissement du matériau, c'est à dire un retour à l'état ductile.

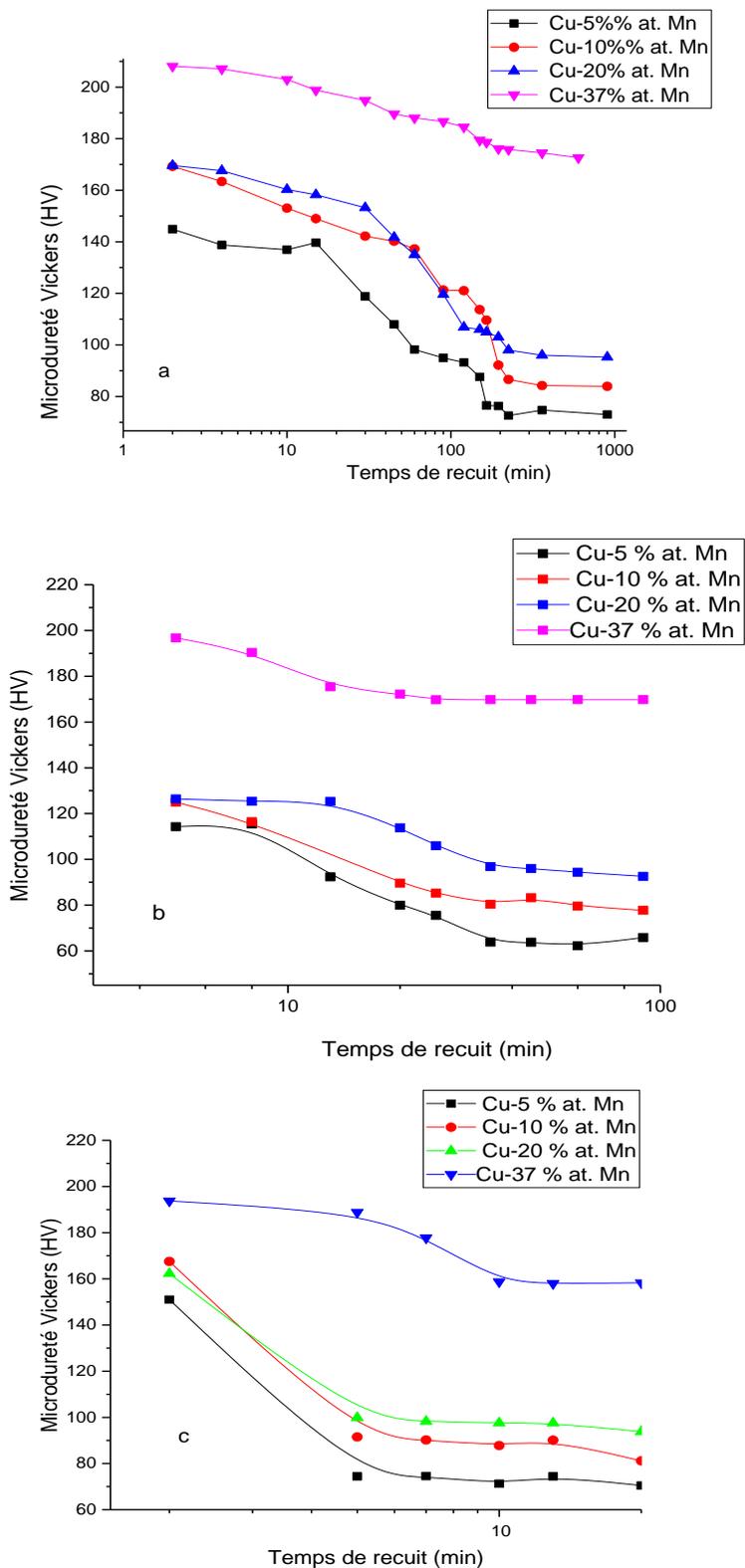
On remarque aussi que la recristallisation est accélérée avec l'élévation de la température de recuit. Le temps de la recristallisation complète des trois échantillons étudiés est 225 minutes à 450 °C, 35 minutes à 550 °C et 15 minutes à 600 °C.

Par conséquent, ces tests de recuits isothermes à (450, 550 et 600 °C) ainsi ceux réalisés à basses températures (250 et 300 °C) ont montré que la réaction de recristallisation de l'alliage Cu-37% at. Mn. laminé à froid à 70 % se produit à 450 °C.

L'allure des courbes obtenues de l'alliage Cu-37% at. Mn laminés à froid à 70 % et recuits à différentes températures (450, 550 et 600 °C) est en accord avec celle obtenue dans une étude antérieure sur une série d'alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %) et qui ont subi les mêmes traitements thermiques (fig. 3.3) [31].



**Figure 3.3 :** Courbes d'évolution de la microdureté Vickers des alliages Cu-37% at. Mn, laminés à froid à 70 % et recuits à différentes températures (450, 550 et 600 °C).



**Figure 3.4 :** Courbes d'évolution de la microdureté Vickers des alliages Cu- % Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10, 20 et 37 %) laminés à froid à 70 % et recuits à : a) 450 °C, b) 550 °C et c) 600 °C

#### 4. Calcul d'énergie d'activation

Dans le but de caractériser la cinétique de recristallisation de l'alliage Cu-37 % at. Mn, nous avons calculé l'énergie d'activation en utilisant les mesures de microdureté à différentes températures de recuit : 450, 550 et 600 °C (fig.3.3).

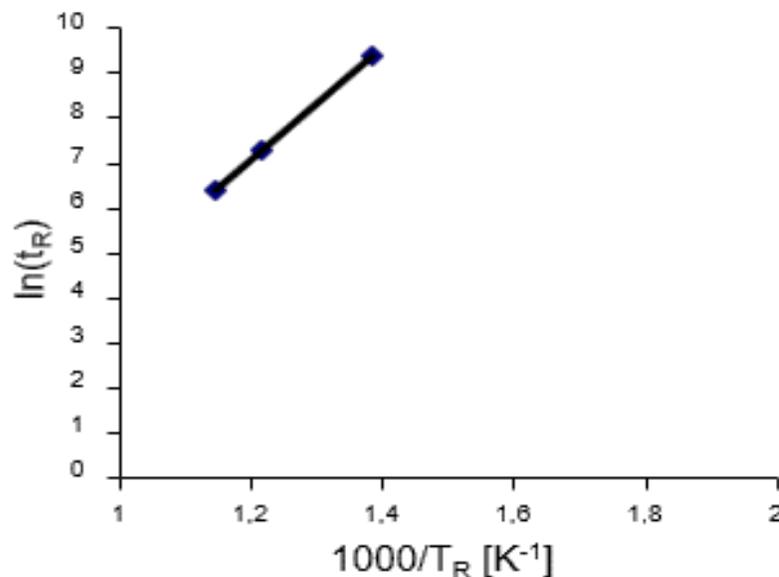
La méthode de calcul utilisée est basée sur la loi du type d'Arrhénius :

$$t_R = \tau_0 \exp\left(-E/RT_R\right) \quad (3.1)$$

Où :  $k$  est la constante de Boltzmann,  $\tau_0$  : Temps normalisé de la recristallisation

$E$  : l'énergie d'activation de la recristallisation,  $t_R$  : les temps de recuit nécessaires pour engendrer une recristallisation complète à une température  $T_R$ .

On obtient une droite, l'énergie d'activation est obtenue à partir de la pente de cette droite. Nous avons trouvé la valeur de  $E = 1,10$  eV, cette valeur est proche à l'énergie d'activation des alliages Cu-5% at. Mn, Cu-10% at. Mn, et Cu-20% at. Mn ( $E = 1,3$  eV) calculée de la même manière [31].



**Figure 3.5** : Graphe d'Arrhenius de  $\ln(t_R)$  en fonction de  $103/T_R$  de Cu-37 % at. Mn, laminés à froid à 70 % et recuits à différentes températures.

### **Conclusion générale**

L'objectif de ce travail est l'étude de l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage Cu-37% at. Mn déformé à froid par laminage avec un taux de déformation de 70%. Dans ce cadre, nous avons utilisé les techniques de caractérisations suivantes : la microscopie optique et la microdureté Vickers.

Nous résumons les principaux résultats comme suit :

#### **Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial**

La microstructure de l'alliage Cu-37% at. Mn, à l'état initial, est formée de gros grains contenant des macles, sans la trace d'une quelconque précipitation ce qui confirme leurs bonne homogénéisation. La valeur de la microdureté Vickers de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état initial est  $HV = 108,55$ . La comparaison de cette valeur avec les valeurs de la microdureté des alliages Cu- % Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %) données par une étude antérieure montre une élévation de la microdureté au fur et à mesure lorsque le pourcentage atomique de Mn dans le cuivre augmente. Ceci est dû au phénomène de durcissement par solution solide.

#### **Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn à l'état déformé**

La valeur de la microdureté mesurée après déformation par laminage de notre alliage avec un taux de déformation de 70% est  $HV = 228,1$ . Ceci est expliqué comme suit : la déformation plastique d'un matériau entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations dans le matériau ce qui conduit à son durcissement.

#### **Caractérisation de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à l'état recuit**

Les traitements thermiques de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à 250 et 300°C ont provoqué une restauration qui s'accélère avec l'augmentation de la température. La diminution de la microdureté s'explique par la diminution des perturbations (en restauration : les grains déformés restent et la densité de la dislocation diminue).

Par ailleurs, les traitements thermiques de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à des températures de 450, 550 et 650 °C ont montré une recristallisation (de nouveaux grains apparaissent de sorte qu'ils

augmentent progressivement en taille et collent ensemble pour former une nouvelle structure, tandis que les grains déformés disparaissent). Ce processus est accéléré avec l'élévation de la température de recuit et provoque un phénomène d'adoucissement du matériau (par exemple : HV = 158.29 à T= 600 °C pendant 20 minutes de recuit).

L'allure des courbes de l'évolution de la microdureté Vickers en fonction de temps de recuit à différentes températures 250, 300, 450, 550 et 600 °C de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé est en accord avec celle obtenue dans une étude antérieure sur une série d'alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %) et qui ont subi les mêmes traitements thermiques.

La valeur de l'énergie d'activation de la recristallisation de l'alliage Cu-37%.at.Mn calculée à partir des mesures de microdureté, est égale à 1.10 eV. Ce résultat est proche à celui obtenu dans la littérature sur une série d'alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %).

## **Références Bibliographiques**

- [1] Turchanin, M. A., Agraval, P. G., & Abdulov, A. R. (2006). Phase equilibria and thermodynamics of binary copper systems with 3 d-metals. IV. Copper-manganese system. Powder metallurgy and metal ceramics.
- [2] [https://www.prix-du-cuivre.fr/histoire-du-cuivre?utm\\_content=cmp](https://www.prix-du-cuivre.fr/histoire-du-cuivre?utm_content=cmp) , Site consulté le 29.04.2023.
- [3] Ghomari. F (2023) : Cours Science des matériaux de construction ; Département de génie civil, universités Aboubekr Belkaid Tlemcen-
- [4] Lakhtine, I., (1986). Métallographie et traitements thermiques des métaux ; 4ème Edition, IMir Moscou.
- [5] Bensaada, S., Bouziane, M.T. (2012) : science des matériaux T2 ; Edition OPU.
- [6] Jakani, S. (2004). Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, Thèse doctorat, Université Paris Sud-Paris XI.
- [7] <https://boowiki.info/art/elements-chimiques/manganese.htm> . Site consulté le 26/02/2023.
- [8] William-D Jr, C. (2001). Science et génie des matériaux. Mont-Royal (Québec), Modulo.
- [9] Arnaud, D., Barbery, J., Biais, R., Fargette, B., & Naudot, P. (2005). Propriétés du cuivre et de ses alliages. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, (M4640).
- [10] Colombié, M. (2008). Matériaux métalliques-2ème édition. Hachette.
- [11] Mechtoub, N. (2019). Réalisation des matériaux composites en Carbure de Tungstène sur les Stabilisateurs de forage pétrolier. Thèse doctorat, Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- [12] Ines, H. (2010). Contribution à l'étude de certaines phases dans le système d'alliages Cu-Mn. Mémoire Magistère, Universités Mohamed Khider Bistra, Faculté des sciences et de la technologie département de génie mécanique.
- [13] Baker, H., & Okamoto, H. (1992). ASM handbook. Vole .3. Alloy phase diagrams. Asm International, Materials Park, Ohio 44073-0002, USA, 1992. 501.

- [14] Djimaoui, T. (2019). Etude du comportement structural et mécanique des fils tréfilés en acier doux destinés à la fabrication des électrodes de soudure à TREFISOUD. Thèse doctorat, Université Mohamed Khider–Biskra.
- [15] Moussy, F., & Franciosi, P. (1990). Physique et mécanique de la mise en forme des métaux. Presses du Cnrs, Paris.
- [16] Roos, A. (1981). Précis de métallurgie appliquée, 3<sup>ème</sup> édition, Technique et Documentation, Lavoisier.
- [17] Benard J., A. Michel, J. Philibert, J. Talbot, Paris (1991) Métallurgie Générale, Ed. Masson, 2<sup>ème</sup>.
- [18] Lakhtin, I. M. (1971). Métallographie et traitements thermiques des métaux. Editions Mir.
- [19] Richeton, T. (2006). Dynamique et complexité de la déformation plastique : étude par émission acoustique (Thèse doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG).
- [20] Philibert, J., Vignes, A., Bréchet, Y., & Combrade, P. (1999). Metallurgie, du minerai au matériau. In Annales de chimie-Sciences des matériaux (Vol. 4, No. 24, p. 404).
- [21] Bensaada, S. (2003). Traitements thermiques, classification et désignation des aciers et fontes. Université de Biskra.
- [22] Mansouri, N (2023): Cours, en ligne, Traitement thermique chapitre 2 page 5. Département de génie mécanique, Université Batna 2.
- [23] Hansen, N., & Bay, B. (1981). Initial stages of recrystallization in aluminium containing both large and small particles. *Acta Metallurgica*, 29(1), 65-77.
- [24] Bessais, L. (2017). Etude et caractérisation de la réaction de recristallisation des fils d'aluminium tréfilés industriellement à Eni-Ca. Biskra. Thèse doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra.
- [25] Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2012). Recrystallization and related annealing phenomena. elsevier.

- [26] Bensaada, S., & Feliachi, D. (2008). Effet du taux de déformation sur les propriétés mécaniques et structurales lors du recuit de recristallisation de l'alliage Cu-4, 6At.% In.
- [27] Badi, R. (2012). Effet des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques et électriques du câble électrique (cuivre et aluminium). Thèse doctorat, Université de Biskra-Mohamed Khider.
- [28] Bencharef, Z. (2006). Les mécanismes de mobilité du joint de grains lors des réactions de recristallisation et de précipitation discontinue dans l'alliage mg-8% mass. Al. Mémoire de Magistères, Université |Mohamed Khider-Biskra.
- [29] Gerber, P. (2002). Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages. Thèse doctorat, Université Paris 13.
- [30] Mammeri, S. (2008). Corrosion des solutions solides des alliages Cu-6.5% mass. Ag et Cu-15% mass. In qui subissent la précipitation discontinue Mémoire de magistères, Mémoire de Magistères, Université Mentouri constantine.
- [31] Benchabane, G. (2009). Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers (Thèse doctorat, université mohamed khider biskra).

## **Résumé :**

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de l'alliage Cu-37% at. Mn déformé à froid par laminage. Les techniques de caractérisation utilisées sont la microscopie optique et la microdureté Vickers. La microstructure de l'alliage Cu-37% at. Mn, à l'état initial, est formée de gros grains sans la trace d'une quelconque précipitation ce qui confirme sa bonne homogénéisation avec une dureté HV= 108.55. La déformation par laminage de l'alliage étudié provoque son durcissement avec HV = 228.1. Les traitements thermiques de l'alliage Cu-37% at. Mn laminé à 250 et 300°C ont provoqué une restauration qui s'accélère avec l'augmentation de la température. Par ailleurs, les traitements thermiques à des températures de 450, 550 et 650 °C ont montré une recristallisation qui s'accélère aussi avec l'augmentation de la température et provoquent un phénomène d'adoucissement du matériau. La valeur de l'énergie d'activation de la recristallisation de l'alliage étudié, calculée à partir des mesures de microdureté, est proche à celle obtenue dans la littérature sur une série d'alliages Cu-% Mn (avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %).

**Mots clés :** Recristallisation, restauration, Cu-Mn, laminage, microstructure, propriété mécanique, traitement thermique.

## **Abstract:**

The objective of this work is to study the effect of heat treatments on the mechanical properties of the Cu-37% at. Mn deformed by cold rolling. The characterization techniques used are : optical microscopy and Vickers microhardness. The microstructure of the Cu-37% at. Mn, in the initial state, is formed of large grains without any trace of precipitation, which confirms its good homogenization with a hardness HV= 108.55. The deformation by rolling of the studied alloy causes its hardening with HV = 228.1. The heat treatments of the Cu-37% at. Mn rolled at 250 and 300°C caused recovery which accelerated with increasing temperature. In addition, heat treatments at temperatures of 450, 550 and 650 °C showed recrystallization, which also accelerates with the increase in temperature and causes a phenomenon of softening of the material. The value of the activation energy of the recrystallization of the alloy studied, calculated from the microhardness measurements, is close to that obtained in the literature on a series of Cu-% Mn alloys (with atomic percentages in Mn of 5, 10 and 20%).

**Keywords:** Recrystallization, Cu-Mn, rolling, microstructure, heat treatments, mechanical properties.

## المخلص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير المعالجات الحرارية على الخواص الميكانيكية للخليط Cu-37% at. Mn المشوه بالدرفلة في درجة حرارة الغرفة. تقنيات التوصيف المستخدمة هي: الفحص المجهرى الضوئى والميكروصلادة فيكرز. تتكون البنية المجهرية للخليط Cu-37% at. Mn، في الحالة الابتدائية، من حبيبات كبيرة بدون أثر لأي ترسيب مما يؤكد تجانسه الجيد وصلادته هي HV = 108.5. يؤدي تشوه العينة المدروسة إلى تصلبها حيث  $HV = 228,1$  تتسبب المعالجات الحرارية للخليط عند درجة الحرارة 250 و300 درجة مئوية في ميكانيزم التجديد والذي يتسارع مع زيادة درجة الحرارة. بالإضافة إلى ذلك، أظهرت المعالجات الحرارية عند الدرجات 450 و550 و650 درجة مئوية إعادة التبلور والتي تتسارع أيضًا مع زيادة درجة الحرارة وتسببت ظاهرة تليين المادة. قيمة طاقة التنشيط لإعادة تبلور الخليط المدروس، المحسوبة من قياسات الصلادة الدقيقة، قريبة من تلك التي تم الحصول عليها في دراسة التي تمت على سلسلة من الخلائط النحاس-٪ المنغنيز (بنسب ذرية 5 و10 و20٪).

**الكلمات المفتاحية:** إعادة التبلور، Cu-Mn، الدرفلة، البنية المجهرية، المعالجة الحرارية، خاصية ميكانيكية.