

EFFET DE L'ECROUISSAGE SUR LA TAILLE DES GRAINS LORS DES RECUITS DE RECRISTALLISATION ET DE PRECIPITATION DE L'ALLIAGE Ni-1, 4 At. % In.

EFFECT OF COLD WORKING ON THE GRAIN SIZE DURING RECRYSTALLIZATION AND PRECIPITATION OF Ni-1,4 At.%In ALLOY.

S. BENSAADA

Laboratoire des matériaux semi-conducteurs et métalliques (LMSM)
Université Mohamed Khider BP 145 - 07000 BISKRA (ALGERIE)
e-mail: Bensaada52@yahoo.fr
Tel/Fax: (213) 33 74 10 87

RESUME

Ce travail a pour but de mettre en évidence l'effet du taux de déformation sur la taille des grains lors des recuits de recristallisation aux températures de 1000°C et 1200°C et de vieillissement à 600°C de l'alliage Ni-1,4 at.%In, homogénéisé et trempé, ensuite déformé par laminage à froid. La microscopie optique, l'analyse thermique différentielle, la dilatométrie, la microdureté Vickers et la diffraction des rayons X sont les principales techniques utilisées pour l'étude de la cinétique de recristallisation et d'interaction précipitation-recristallisation. Les résultats obtenus confirment d'une part l'influence notable du taux de déformation sur la taille des grains, dont leur formation est conditionnée par un taux critique de 12% et d'autre part l'interaction précipitation discontinue-recristallisation, dont la croissance des grains ainsi que le mouvement du joint de grain sont empêchés par le précipité formé au niveau des joints de grains.

MOTS CLES : Alliage Ni-In; recristallisation; précipitation; joint de grains

ABSTRACT

This study has as goal to make evident the effect of rate of deformation on the size of grains during the recrystallisation annealing at 1000°C and 1200°C and precipitation at 600°C of Ni-1,4 at.% In alloy homogenized and quenched, after wards deformed by laminage when cold. The microscopy optic, differential thermic analysis, dilatometrie, the micro hardness Vickers and the X rays diffraction are the principal technics used for the study of the cinetique of the recrystallisation and the interaction precipitation-recrystallisation. The obtained results confirm from one side the notable influence of the deformation rate on the size of grains which their formation is conditioned by a critic rate of 12% and from an other side the interaction discontinuous precipitation-recrystallisation, where the growth of the grains and the mouvement added of grain boundaries are stopped by the precipitate formed at the grains boundaries.

KEY WORDS: Ni-In alloy; recrystallisation; precipitation; grains boundaries

1 INTRODUCTION

Une structure écrouie est caractérisée par des perturbations structurales ne se trouvant pas généralement en équilibre thermodynamique [1]. Pratiquement une telle structure ne peut pas être adaptée à un usage industriel quelconque, car les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en très grandes partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constituent [2]. Un apport d'énergie est nécessaire pour restaurer les propriétés

et la structure que le métal possédait avant écrouissage.

La taille des grains obtenus après recuit de recristallisation, qui ne peut se produire qu'à partir d'un certain taux critique de déformation [3], influe beaucoup sur les propriétés des alliages, car une structure à grains fins est plus résiliente qu'une structure à gros grains, qui n'est pas favorable pour des sollicitations mécaniques [4]. Le choix de la température de recristallisation est fonction du taux d'écrouissage et de la durée de recuit. Pour que les grains

restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale [5]. Une morphologie de croissance anormale pour certains grains est néfaste pour un matériau destiné à la mise en forme car elle peut conduire à sa fragilisation [6]. Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'écroutissage. Cependant pour des taux d'écroutissage faibles il a été observé une germination avec distorsion des joints de grains [7] et pour des taux d'écroutissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux, agissent comme lieu de germination [8].

L'effet des particules de la seconde phase est très complexe dans la recristallisation des alliages métalliques, car l'interaction résultant de l'association du joint de grain et une particule de seconde phase résulte de la réduction de l'énergie totale de joint et a comme conséquence une cessation de la croissance [9]. Gladman [10,11] a considéré le rôle des particules de deuxième phase en relation avec la croissance du grain individuel dans une structure polycristalline bidimensionnelle ou le nombre de grain qui peut se développer est restreint de sorte qu'a mesure que la taille des grains augmente, peu de grains possèdent la possibilité d'immigrer jusqu'à ce que la croissance soit libre. Généralement la cessation de croissance ne correspond pas toujours à un état d'équilibre et d'autre part il y'a trois raisons qui nous oblige à connaître l'effet des particules de la seconde phase sur la recristallisation :

- la plupart des alliages industriels contiennent des particules de la seconde phase qui peuvent modifier la taille des grains lorsque la température change [12].
- ces particules ont une grande influence sur la cinétique, et la texture de recristallisation. Drolet [13] a démontré que le cycle thermique peut avoir comme conséquence le développement d'une sous structure de dislocation qui empêche la croissance du grain.
- la possibilité de contrôler la dimension du grain et la texture durant le processus thermodynamique [14].

2 PROCEDURES EXPERIMENTALES

Le matériau en question est l'alliage Ni-1, 4 at. % In élaboré par fusion sous atmosphère inerte (Argon) à partir du Nickel et de l'Indium très purs. Les échantillons destinés aux travaux expérimentaux sont homogénéisés pendant 400 heures à 1048°C et suivi d'une trempe dans l'eau. Leur déformation est obtenue par laminage à froid en une seule passe et dont les taux d'écroutissage utilisés sont indiqués sur le tableau 1. La microdureté ($HV_{0,1}$) de notre alliage à l'état trempé et non écroui est de l'ordre de 52HV.

Le recuit de recristallisation est effectué à deux différentes températures de 1000 et 1200°C, choisies de manière qu'elles soient proche de la température d'homogénéisation,

par contre le vieillissement est effectué à 600°C pour provoquer uniquement la précipitation discontinue de la phase intermétallique Ni_3In [15], voir figure.1, partie du diagramme d'équilibre du système Ni-In

Tableau 1 : Etat des échantillons utilisés dans les travaux expérimentaux

Echantillons	Taux de Déformation ϵ	$HV_{0,1}$
1	$\epsilon_1 = 8\%$	73
2	$\epsilon_2 = 12\%$	82
3	$\epsilon_3 = 18\%$	90
4	$\epsilon_4 = 25\%$	93
5	$\epsilon_5 = 33\%$	98
6	$\epsilon_6 = 45\%$	102
7	$\epsilon_7 = 62\%$	118
8	$\epsilon_8 = 75\%$	127

Vu l'atmosphère oxydante qui règne dans le four, un ensemble de recuit sous vide a été conçu à cet égard. Pour l'examen métallographique on a utilisé une solution de 10% de $FeCl_3$ dans l'éthanol avec une durée d'attaque de 10 à 20 secondes. La microscopie optique, l'analyse thermique différentielle, la dilatométrie et la microdureté Vickers sont les principales techniques utilisées pour le suivi de la cinétique de recristallisation et d'interaction précipitation - recristallisation.

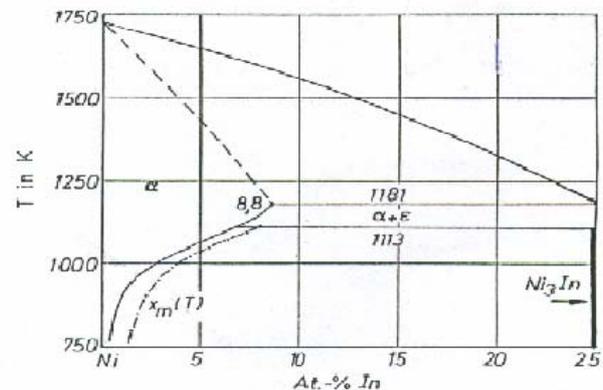


Figure 1 : Partie du diagramme d'équilibre du système d'alliage Ni-In, avec la ligne de solubilité métastable [15].

3 RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Recuit à haute température

Les résultats obtenus montrent d'une part que le taux de déformation a une influence notable sur la taille des grains obtenus après recuit à 1000 et 1200°C et d'autre part la formation de nouveaux grains est conditionnée par un taux critique de déformation de 12%. Les figures 2a, 2b et 2c montrent respectivement l'état structural de l'alliage homogénéisé, trempé et non déformé, déformé de 45% et déformé de 75%. D'une part Le suivi de l'évolution structurale a montré que les grains recristallisés à 1000°C se développent avec des distributions de tailles hétérogènes et

sont observés uniquement dans les échantillons à taux de déformation supérieur à 12%, ce qui semble correspondre au taux critique de déformation pour cet alliage et d'autre part l'initiation de la recristallisation est plus prononcée et caractérisée par des grains relativement fins dans les échantillons à taux de déformation supérieur à 45% figure 2e, contrairement aux autres échantillons figure 2d. Le prolongement de la durée de recuit à 1000°C a conduit à une croissance normale des grains pour l'ensemble des échantillons figure 2f, par contre le prolongement du recuit à 1200°C a montré une croissance discontinue, avec croissance sélective de chaque grain (recristallisation du type secondaire) figure 2g, elle est activée thermiquement comme la croissance précédente et caractérisée par une rectitude des joints de grains et apparition des macles thermiques, ce résultat est en accord avec l'analyse de Cahn [16] faite sur un autre matériau, ou il met en évidence les macles dans le cuivre, qui augmentent avec la croissance des grains. Enfin les courbes de microdureté HV_{0,1}, figures 3a, 3b et 3c, obtenues lors des différentes étapes du recuit montrent clairement le rétablissement plus ou moins partiel des propriétés de l'alliage.

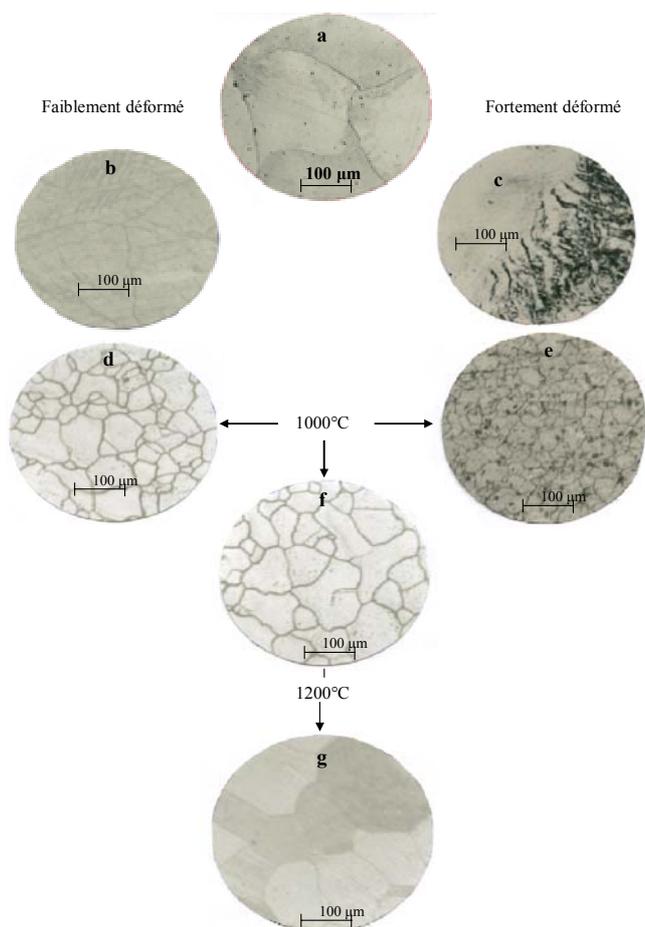


Figure 2 : Evolution structurale de l'alliage Ni-1, 4 at % In, après homogénéisation à 1048°C pendant 400h, suivie d'une trempe à l'eau (a), puis déformé de 45% (b) et 75% (c), ensuite recuit à 1000°C pendant 160 mn (d et e), pendant 240 mn (f) et enfin à 1200°C pendant 6h

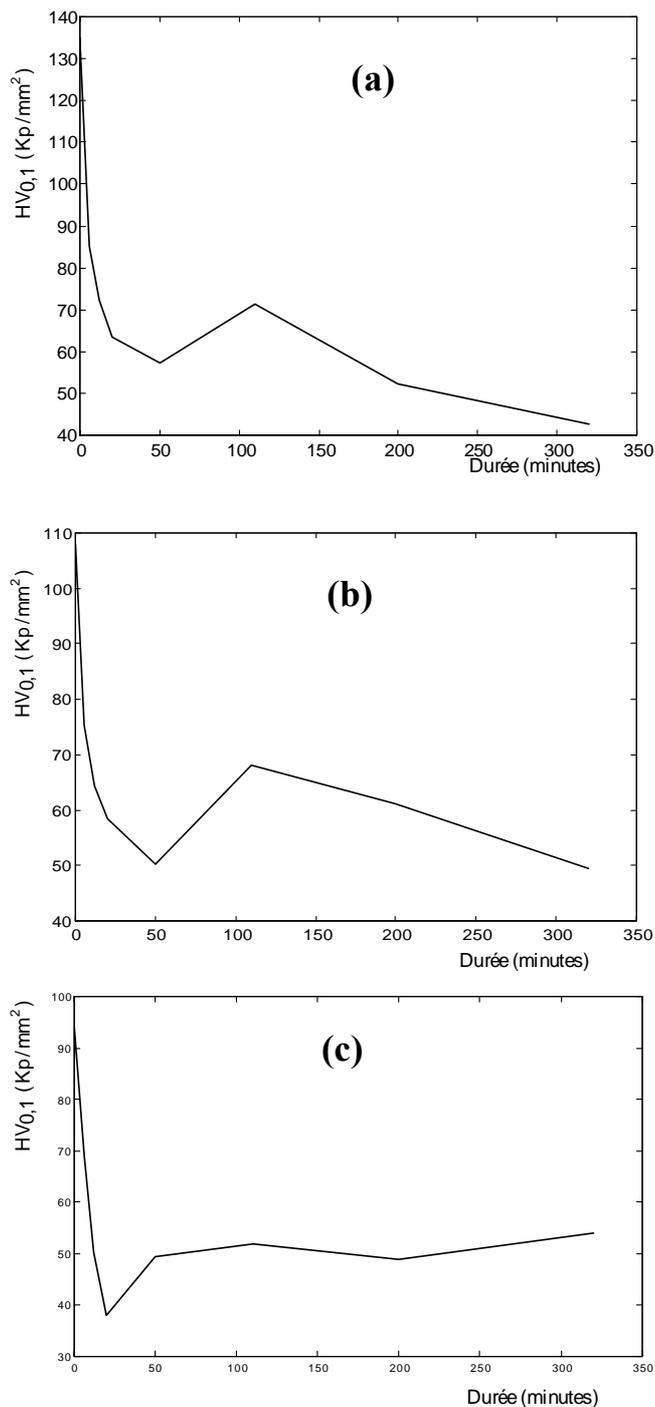


Figure 3 : Evolution de la microdureté (HV_{0,1}) en fonction du temps de recuit à 1000°C des échantillons déformés par laminage à froid 75% (a), 45% (b) et 18% (c) de l'alliage Ni-1, 4 at.% In, homogénéisé à 1048°C pendant 400 heures et trempé.

3.2 Recuit à basse température

Les alliages du système Ni-In avec des teneurs de 1,4 à 8 at.%In se décomposent suivant le mode discontinu et avec comme phase précipitée, la phase intermétallique Ni₃In [17,18,19]. Les échantillons trempés, puis déformés ont subi un traitement de vieillissement à 600°C. Le suivi de l'évolution structurale nous a permis de constater une interaction entre la réaction de recristallisation provoquée

par la prédéformation et la réaction de précipitation sur les joints de grains. La figure 4 met en évidence l'interaction précipité-mouvement du joint de grains, dont la croissance des grains est empêchée par les précipités formés aux joints de grains. L'agrandissement d'une zone de la structure de la figure 4a est illustré par la figure 4b, où nous pouvons bien observer l'épinglement des joints de grains lors de leur mouvement. Ce mécanisme de croissance est semblable aux observations faites par Fournelle et Clark [20] lors de la description du développement d'une précipitation cellulaire où la courbure du joint de grain est la première étape du développement de la précipitation discontinue, ce même phénomène a été observé sur un autre échantillon (fig.5). Cependant la structure obtenue est caractérisée par une hétérogénéité des grains. La taille des grains n'a pas évolué de la même cinétique déjà observée lors de la recristallisation à 1000°C et 1200°C. D'une part L'analyse thermique différentielle (fig.6), dont la courbe est caractérisée par une variation de l'énergie (pic exothermique) lors de l'élévation de la température justifie la précipitation d'une nouvelle phase correspondant à la phase intermétallique Ni₃In, de même que la courbe de l'analyse dilatométrique (fig.7) confirme une précipitation entre 600 et 700°C et d'une autre part l'analyse par diffraction des rayons X sur deux échantillons l'un à l'état de trempé (fig.8a) et l'autre déformé (fig.8b), tous les deux vieillis à 630°C pendant 32 heures, nous montrent un faible déplacement des pics correspondant à la nouvelle phase α par rapport à la matrice initiale α_0 et dont le paramètre cristallin est caractérisé par une diminution $a_{\alpha_0} = 2,5661 \text{ \AA}$ et $a_{\alpha} = 2,5661 \text{ \AA}$, le faible pourcentage du précipité n'a pas été révélé.

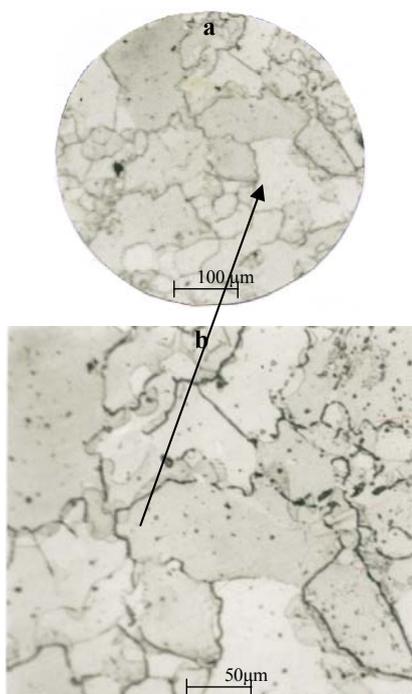


Figure 4 : Structure de l'alliage Ni-1, 4 at. % In, après homogénéisation à 1048°C pendant 400h, suivie d'une trempe à l'eau, puis déformé de 45% par laminage a froid, ensuite vieilli à 600°C pendant 6h.

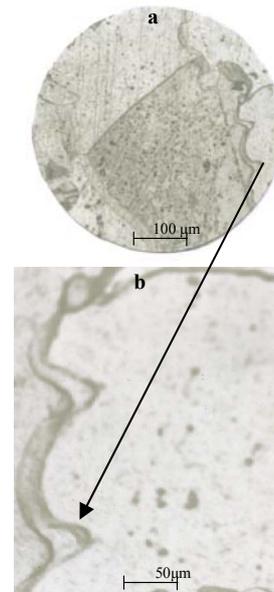


Figure 5 : Structure de l'alliage Ni-1, 4 at. % In, après homogénéisation à 1048°C pendant 400h, trempé et déformé de 18% par laminage a froid, ensuite vieilli à 600°C pendant 3h.

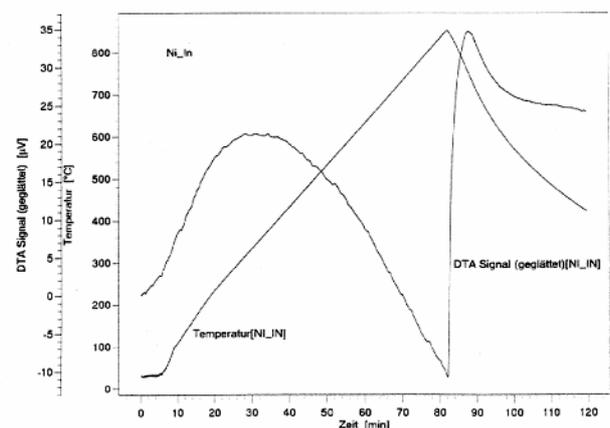


Figure 6 : Courbes de l'analyse thermique différentielle de l'alliage Ni-1, 4 at % In, homogénéisé à 1048°C pendant 400h et suivi d'une trempe.

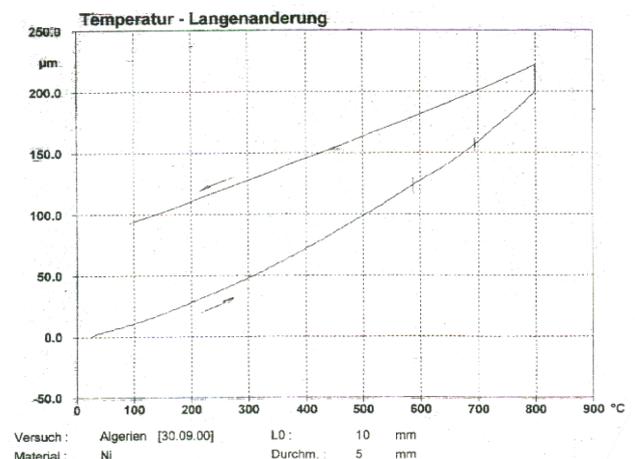


Figure 7 : Courbe de l'analyse dilatométrique de l'alliage Ni-1, 4 at % In, homogénéisé à 1048°C pendant 400h et suivi d'une trempe.

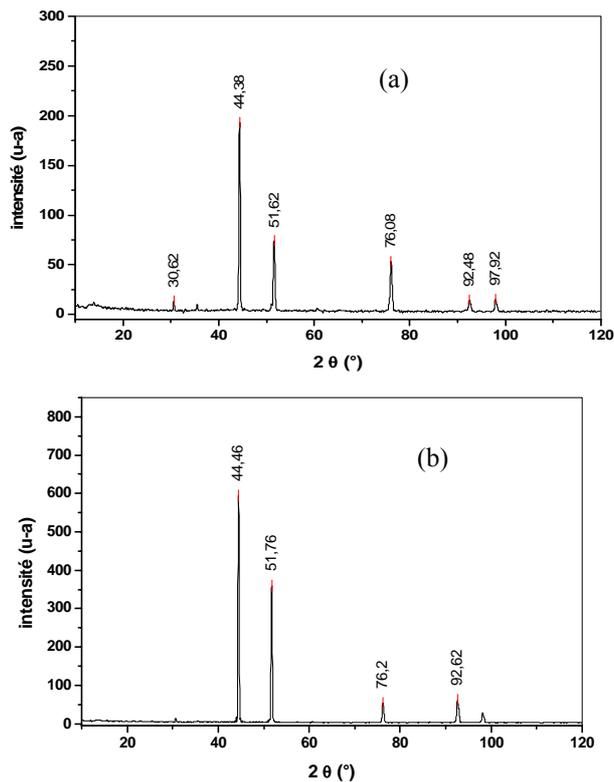


Figure 8 : Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Ni-1, 4 at. % In, homogénéisé à 1048°C pendant 400h, trempé à l'eau (a), déformé (b), ensuite vieilli à 620°C pendant 32 heures.

4 CONCLUSION

- La formation de nouveaux grains qui remplacent la structure écrouie, observée dans l'alliage Ni-1, 4 at.% In est conditionnée par un taux d'écroutissage critique de 12%.
- Les grains recristallisés à 1000°C se développent avec des distributions de tailles différentes et leur croissance évolue de la même cinétique pour tous les taux d'écroutissage.
- Le stade initial est le plus sensible à la différence du taux de déformation, plus ce taux est élevé plus les grains sont fins
- L'élévation de la température à 1200°C avec prolongement du temps de recuit a favorisé une croissance du grain caractérisée par une rectitude des joints de grains et apparition des macles thermiques.
- Le vieillissement à 600°C, a révélé une interaction entre la réaction de recristallisation et de précipitation discontinue, caractérisée par une structure aux grains hétérogènes.
- La croissance des grains ainsi que le mouvement du joint de grain sont empêchés par le précipité formé aux niveaux des joints de grains.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] V.Novikov, grain growth and control of microstructure and texture in polycrystalline materials, CRC press, Boca Roton, FL.USA, (1977), p.24-29
- [2] K.E.Hensger, Strukturveränderung beim erwärmten plastisch verformter metalle, MWT, Bergakademie Freiberg, (1977), p.87-95
- [3] R.Jonck, le tréfilé 39, Stuttgart, (1982), p.47-54
- [4] B.Bredendick, Fertigungstechnik 2, Verlagstechnik, Leipzig, (1966), p.47-54
- [5] F.Abdelloua, Influence de la déformation plastique sur la dilatation thermique des alliages à base de cuivre, mémoire de magistère, (2002), p.53-59
- [6] P.G.Schewmon, Transformations in metals, MC.Grow-Hill, New York, (1969), p.118
- [7] J.Boiley et P.Hirsch, Proc.Royal soc.A267, (1962), p.11
- [8] R.D.Doherty, in Recrystallization of metals, ed.by L.Himmel, New York. Gordon and Breach, (1963), p.311
- [9] P.G.Schewmon, Transformations in metals, MC.Grow-Hill, New York, (1969), p.118
- [10] C. Zener, private communication to C.S. Smith, *ibid.*, (1949), p.15, 175
- [11] T. Gladman, Proc. Roy. Soc., (1966), [A], 294, 298
- [12] T. Gladman and D. Dulieu, Metal.Sci., This vol., p.167
- [13] N.E. Hannerz and F. Deka. Zuisky, J. Iron, Stell Inst., (1970), p. 208, 475
- [14] J.P. Drolet and A.Galibois, Met.Trans., (1971), p.2, 53
- [15] R.D.Doherty, A.Hughes, F.J.Humphreys, J.J.Jones, D.Ju ul.jensen, ME.Kassner, W.E.Kiny, T.R. Mcvelly, H.J.MC queen and A.D. Rollet, Materials science and engineering A238, (1997), p. 219-274.
- [16] W.Graf " Beitrag zum ausscheidungsverhalten von Ni-In mischkristallen und zur thermischen stabilitat des ausscheidungsgefuges ", University of Munster, 1976, p.1-116
- [17] Cahn.R.W, Physical metallurgy, North holland, public, Amsterdam, (1965), p.152-167
- [18] Stoyan Budinov and Wassil Bojinov, zur kinetik der diskontinuierlichen ausscheidung in eine Ni-In legierung, Sofia, (1974), p. 98-104
- [19] S.Budorov, V.Bojinov and K.Russen, Z.Metallkde, Bd 69, H2, (1978), p.24- 31
- [20] L.N.Paritskaya, V.Bogdanov, C.Y.Ma and W.Gust, Z.Metallkde, Bd 87, H5, (1986), p.11-18
- [21] R. A. Fournelle, J. B. Clarck, Met. Trans, A3, (1972), p. 27-54