

Studiengang Systemtechnik
Vertiefungsrichtung Design and Materials

Diplom 2008

Hans-Baptist Seeberger

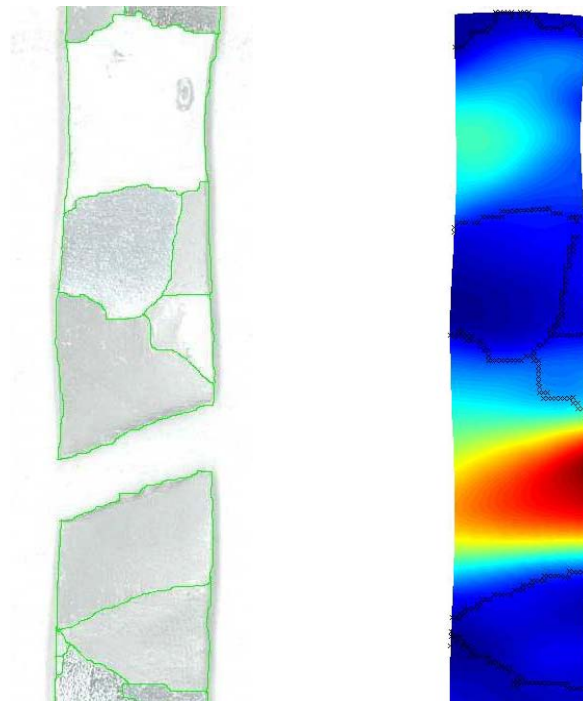
*Recristallisation de
l'aluminium après
écrouissage critique*

Dozent Dr. Jacques-Eric Bidaux

Experte Dr. Jean-Michel Muracciole

Travail de Diplôme :

Recristallisation de l'aluminium après écrouissage critique



Auteur

Hans-Baptist Seeberger

Enseignants

Dr. Jean-Michel Muracciole
Dr. Nicole Fréty

Lieu, Date

Montpellier, 31. Janvier 2009

Remerciements

Je remercie Mme Fréty, M. Muracciole et M. Wattrisse pour les explications données, leur aide et leur attention tout au long de la réalisation de ce travail de diplôme.

Je voudrais également remercier toutes les personnes qui m'ont aidé, et particulièrement M. Cans et M. Bidaux.

Table des matières

Table des matières	2
Désignation	4
1. Introduction	5
1.1 Description	5
1.2 Procédure	6
1.3 Matériaux	7
1.4 Appareils	7
2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)	8
2.1 Théorie	8
2.2 Procédure	8
2.3 Résultats	9
3. Essai de traction	10
3.1 Théorie	10
3.2 Procédure	10
3.3 Résultats	11
4. Etude préalable sur éprouvettes de géométrie trapézoïdale	12
4.1 Théorie	12
4.1.1 Homogénéisation	12
4.1.2 Déformation à froid	12
4.1.3 Restauration	13
4.1.4 Recristallisation	13
4.1.5 Grossissement des grains	14
4.1.6 Résumé	15
4.1.7 Attaque chimique	16
4.2 Procédure de l'essai	17
4.2.1 Géométrie	17
4.2.2 Procédure	18
4.3 Résultats	20

5. Essais mécaniques couplés à l'acquisition d'images	22
5.1 Théorie	22
5.1.1 Montage expérimental	22
5.1.2 Caméra CCD	24
5.1.3 Caméra IR	24
5.1.4 Bilan d'énergie	24
5.2 Procédure	25
5.2.1 Géométrie	25
5.2.2 Préparation des échantillons	25
5.2.3 Méthode	27
5.3 Résultats	28
5.3.1 Structure	28
5.3.2 Essai de traction	30
5.3.3 Déformation et vitesse de déformation	31
5.3.4 Source de chaleur	36
6. Conclusion	38
Références bibliographiques	39
Annexes	39

Désignation

F	[N]	Force
S	[mm ²]	Surface
L	[mm]	Longueur
t	[s]	Temps
σ	[N/mm ²]	Contrainte
ε	[-]	Déformation
R _{p0.2}	[N/mm ²]	Limite élastique
R _m	[N/mm ²]	Résistance à la traction
A ₅	[%]	Allongement à la rupture
ρ	[kg/m ³]	Densité
C	[J/kgK]	Chaleur massique
k	[W/mK]	Conductivité thermique
θ	[K]	Température
$\dot{\theta}$	[K/s]	dérivée de la Température par rapport aux temps
$\Delta\theta$	[K/m ²]	2 ^{ème} dérivée de la Température par rapport à l'espace
w _{ch}	[W/m ³]	Source de chaleur spécifique

1. Introduction

Ce rapport est le résultat de mon travail de diplôme de fin d'études.

J'ai effectué mes études dans la filière des Systèmes industriels de la Haute Ecole Spécialisée de Suisse occidentale à Sion, où j'ai suivi les cours dans l'orientation « Design and Materials ».

A la fin de mes études, un stage de fin d'études devait être réalisé. J'ai eu la possibilité d'effectuer ce stage en France dans le domaine de la métallurgie à Polytech' de Montpellier au sein de l'Université Montpellier 2. Le sujet de mon stage a porté sur l'étude de l'écrouissage critique de l'aluminium. Le but est de faire croître la taille des grains de telle manière qu'on puisse observer les grains par des méthodes optiques, afin d'effectuer des bilans énergétiques dans un grain au cours d'une sollicitation mécanique.

1.1 Description

La réalisation de bilans d'énergie au cours de sollicitations mécaniques permet de mieux comprendre le comportement de la matière. L'équipe Thermomécanique de l'Université de Montpellier 2 développe, depuis de nombreuses années, l'analyse du comportement thermomécanique basée sur l'utilisation d'une équation de la chaleur et d'une caméra infrarouge.

Après mise au point des paramètres (contraintes et températures) permettant d'obtenir le phénomène d'écrouissage critique, les valeurs d'énergie mises en jeu au sein de l'éprouvette au cours de l'essai de traction ont été mesurées. Pour réaliser les bilans d'énergie un ensemble d'outils est mis en disposition : une machine d'essai de traction, une caméra CCD haute résolution et une caméra infrarouge. Celles-ci nous permettent de connaître la température et la position en temps « réel » des grains constituant le matériau.

1.2 Procédure

Sur le diagramme suivant est représentée la démarche adoptée pour la réalisation de l'étude. Après une étude partie bibliographique portant sur les mécanismes de recristallisation de l'aluminium, des essais mécaniques en traction ont été réalisés afin de caractériser le matériau. Puis des essais de traction ont été effectués sur des éprouvettes de géométrie trapézoïdale afin de définir rapidement les conditions de recristallisation souhaitées. Cette étude préliminaire a permis de définir la géométrie des éprouvettes parallélépipédiques utilisées pour l'étude de la recristallisation. Après traitement thermique, des essais de traction ont alors été réalisés. Ces essais, couplés à l'acquisition d'images par caméra infrarouge, ont permis d'étudier le comportement thermique du matériau au cours de la sollicitation mécanique.

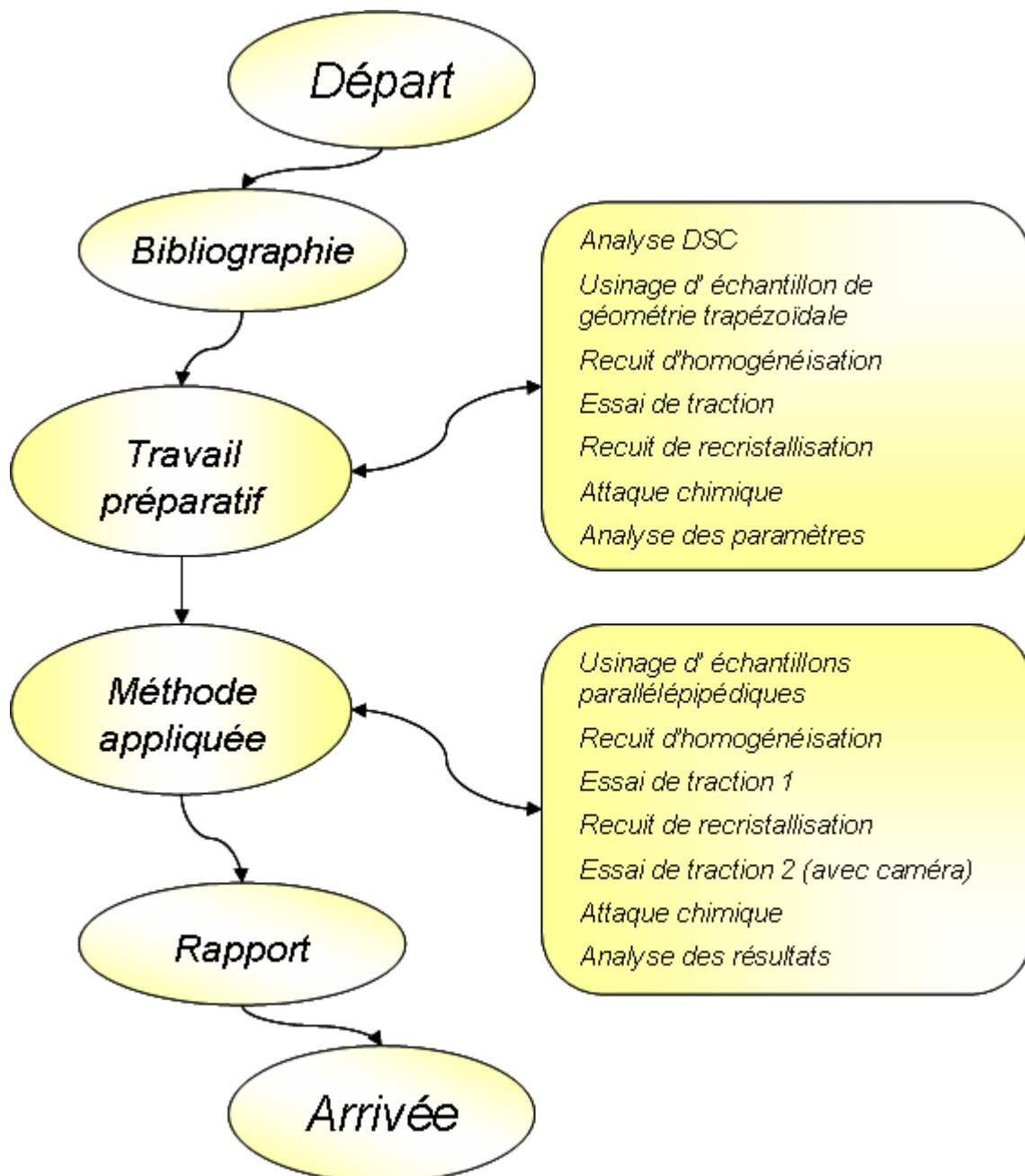


Figure 1: Procédure du travail

1.3 Matériaux

Tous les essais se basent sur un aluminium de pureté 99.5%. Ce matériau de grande distribution, de référence EN AW-1050A, présente la composition et les propriétés suivantes :

Elément	Aluminium	Fer	Silicium	Zinc	Autre
quantité [%]	99.5	≤ 0.4	≤ 0.25	≤ 0.07	≤ 0.05

Tableau 1: Composition chimique de l'aluminium EN AW-1050A

Etat initial	R _{p0.2} [MPa]	R _m [MPa]	A ₅ [%]	Dureté [HB]	Module de Young [MPa]	Coefficient de Poisson
recuit	28	76	39	21	69'000	0.33

Tableau 2: Propriétés mécaniques de l'aluminium EN AW-1050A

Densité [kg/m ³]	T _{fusion} [°C]	Chaleur massique [J/kgK]	Conductivité thermique [W/mK]
2700	660	900	230

Tableau 3: Propriétés physiques de l'aluminium EN AW-1050A

Les informations détaillées sur ce matériau sont reportées en annexe 1.

1.4 Appareils

Une liste de tous les appareils utilisés au cours de ce travail est donnée en annexe 2.

2. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

2.1 Théorie

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC = Differential Scanning Calorimetry) est une méthode qui permet de mesurer la quantité de chaleur dégagée ou absorbée par un matériau au cours d'un cycle thermique.

Un creuset, qui contient l'échantillon et un deuxième creuset vide (référence) sont placés dans un four. Au cours du cycle thermique, tout changement d'état au sein du matériau (changement de phase, fusion, vaporisation, ...) se traduit par l'observation de phénomènes endothermiques ou exothermiques et cette technique permet de déterminer les températures de changement d'état ainsi que les flux thermiques associés.

2.2 Procédure

L'analyse DSC a été effectuée sur un échantillon d'aluminium cylindrique, de diamètre 3 mm et de hauteur 5 mm, préalablement nettoyé à l'alcool pour éviter l'influence d'éventuelles impuretés. De l'alumine pure sous forme de poudre est déposée au fond du creuset pour éviter toute réaction de l'aluminium avec le creuset en platine au cours du cycle thermique.

Les paramètres de l'essai sont les suivants :

Longueur de l'échantillon :	5mm
Diamètre de l'échantillon :	3mm
Masse :	0.1017 gr
Echauffement :	de 35°C à 700°C en pas de 5°C/min
Refroidissement :	de 700°C à 35°C en pas de 40°C/min

L'essai est réalisé sous air

2.3 Résultats

La zone intéressante de la courbe du flux thermique obtenue est reportée sur la figure 2.

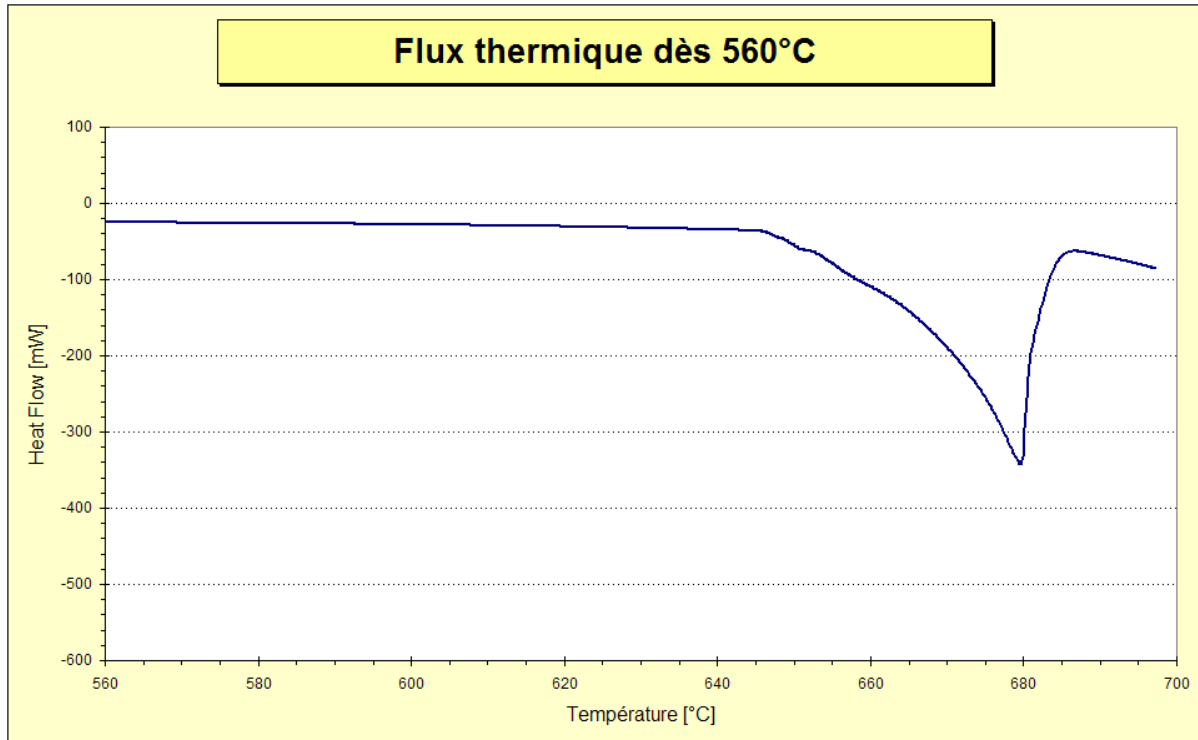


Figure 2: Agrandissement sur le flux de chaleur

L'évolution du flux thermique met en évidence la présence d'un phénomène endothermique à une température de 665°C (Figure 2). Ce phénomène est associé à la fusion de l'aluminium. L'écart entre la température de fusion mesurée et la température de fusion théorique de l'aluminium (660°C) est lié à la vitesse de montée en température choisie au cours de l'essai, de 5°C/min.

3. Essai de traction

3.1 Théorie

Pour déterminer le comportement du matériau sous charge, un essai de traction jusqu'à la rupture a été effectué. L'essai de traction permet de déterminer les caractéristiques mécaniques d'un matériau soumis à des sollicitations uniaxiales, telles que le module d'Young, la limite d'élasticité et la résistance du matériau.

L'allongement appliqué est régulièrement, sans chocs et à faible vitesse.

Pendant l'essai, l'évolution de la force F appliquée à l'éprouvette est enregistrée en fonction de l'allongement de l'éprouvette. La contrainte s'exprime alors selon l'équation suivante :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \quad \text{Equation 1}$$

F , étant la force appliquée et S_0 , la section initiale de l'éprouvette.

La déformation, ε , est déterminée en considérant l'allongement, ΔL , et la longueur initiale, L_0 , de l'éprouvette, selon l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0} \quad \text{Equation 2}$$

Les courbes contrainte-déformation sont alors étudiées.

3.2 Procédure

Avant l'essai, l'éprouvette a subi un traitement thermique d'homogénéisation d'une durée de 1 heure à 560°C, l'éprouvette étant refroidie à l'air.

Les dimensions de l'éprouvette ainsi que les conditions de l'essai sont reportées dans le tableau suivant.

longueur totale [mm]	longueur utile [mm]	largueur [mm]	épaisseur [mm]	vitesse de traction [mm/s]
192	150	15	3	0.12

Tableau 4: Dimensions des éprouvettes de traction

N.B. L'éprouvette était de forme parallélépipédique, congé de raccordement.

3.3 Résultats

La courbe de comportement mécanique obtenue est reportée sur la figure 3.

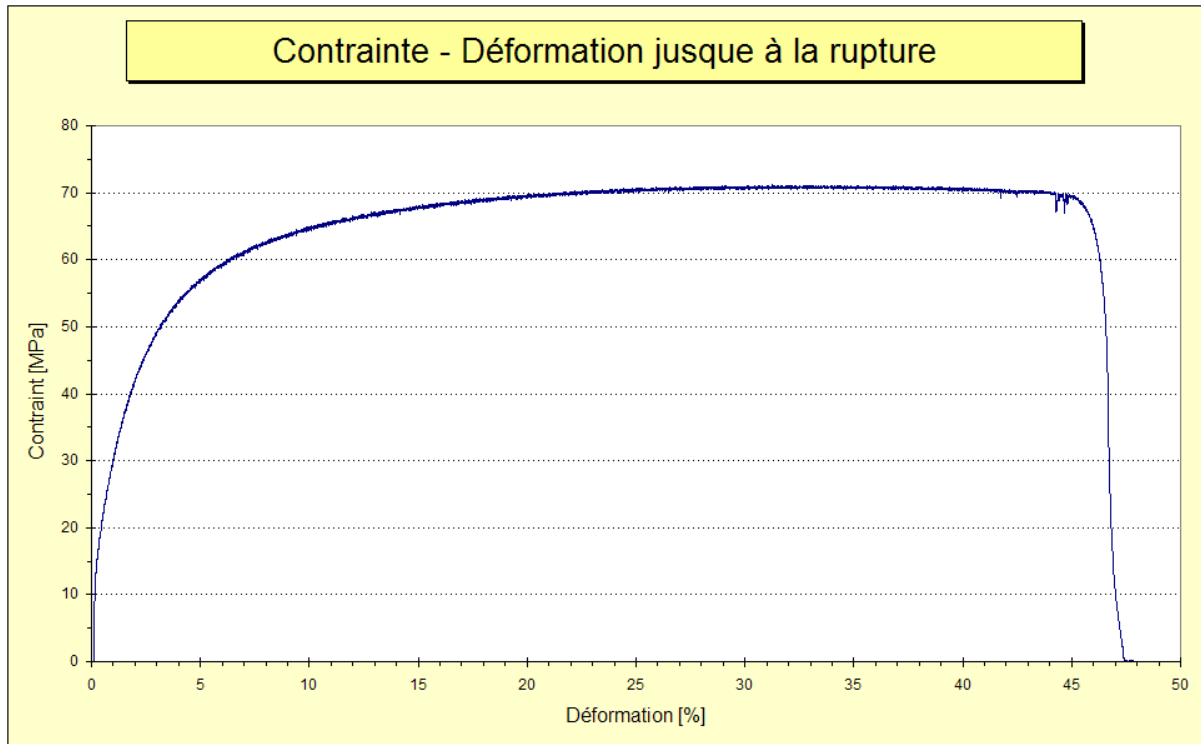


Figure 3: Contrainte – déformation jusqu'à la rupture

La courbe obtenue est typique de celle d'un matériau au comportement ductile, tel que l'aluminium étudié. Ce matériau présente une limite d'élasticité de 20 MPa, une résistance à la traction de 71 MPa et une déformation à rupture de 45 %.

4. Etude préalable sur éprouvettes de géométrie trapézoïdale

4.1 Théorie

4.1.1 Homogénéisation

Par suite de la solidification rapide durant le laminage industriel du métal, la structure se trouve dans un déséquilibre. Suite à l'usinage la structure aux bords de l'éprouvette se trouve également modifiée. Ceci conduit à un écrouissage initial du matériau. Pour éliminer cet effet indésirable, un traitement d'homogénéisation est effectué.

Ce traitement d'homogénéisation permet d'atteindre l'état d'équilibre du matériau par diffusion des atomes dans la structure.

4.1.2 Déformation à froid

Une déformation à froid induit la création de défauts ponctuels et de dislocations (Figure 4).

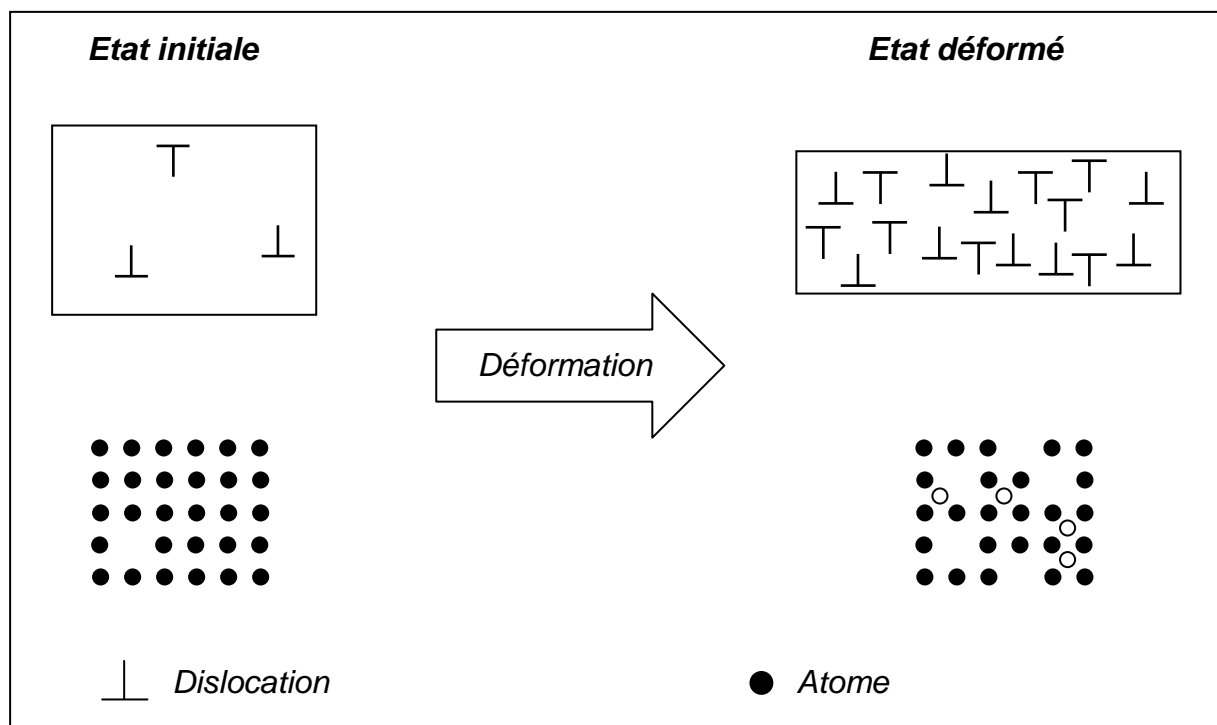


Figure 4: Dislocations et défauts ponctuels avant et après déformation

Le retour du matériau vers l'état d'équilibre au cours du traitement thermique s'effectue selon les processus de restauration et recristallisation.

4.1.3 Restauration

- I. Guérison des défauts ponctuels par diffusion
- II. Annihilation mutuelle des dislocations de signes opposés
- III. Réorganisation des dislocations dans des sous-joints de grains par glissement et montée des dislocations

Au cours du 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.

4.1.4 Recristallisation

Au cours du traitement de recristallisation, il se forme de nouveaux grains et donc une nouvelle structure cristalline, par germination et croissance. Cet effet est appelé recristallisation et conduit à la restauration des propriétés mécaniques avant déformation à froid.

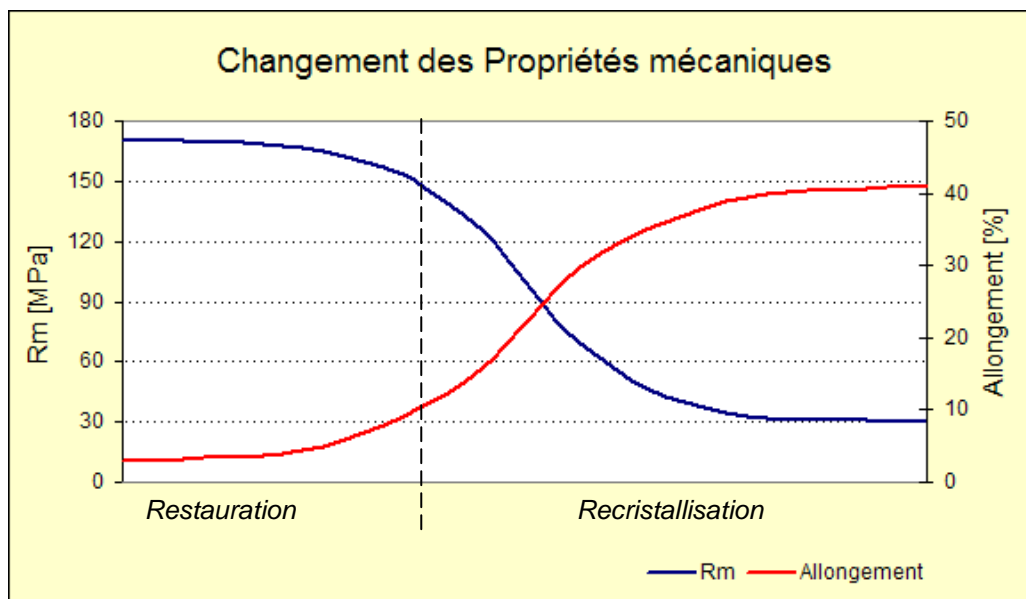


Figure 5: Evolution des propriétés mécaniques au cours des traitements de restauration et recristallisation

Pour qu'une recristallisation ait lieu, différentes conditions préalables doivent être satisfaites. Il existe un taux d'écroissage critique en dessous duquel le phénomène de recristallisation n'est pas possible. Ce taux dépend de l'alliage utilisé et de la température du traitement thermique. De même, une température minimale est indispensable. Cette dernière dépend de l'alliage, du taux d'écroissage et de la durée du traitement thermique.

Le diamètre moyen des grains obtenu après recristallisation dépend essentiellement du taux d'écroissage et de la température de traitement thermique, comme reporté sur la figure 6. Les grains de diamètre le plus élevé sont obtenus pour un taux d'écroissage faible et une température de recristallisation aussi élevée que possible.

Les résultats reportés sur la figure 6 mettent également en évidence qu'un taux d'écroissage minimal est nécessaire pour obtenir une recristallisation. Cette valeur est appelée taux d'écroissage critique.

Par ailleurs, la température minimale nécessaire pour obtenir une recristallisation diminue lorsque le taux d'écroissage augmente.

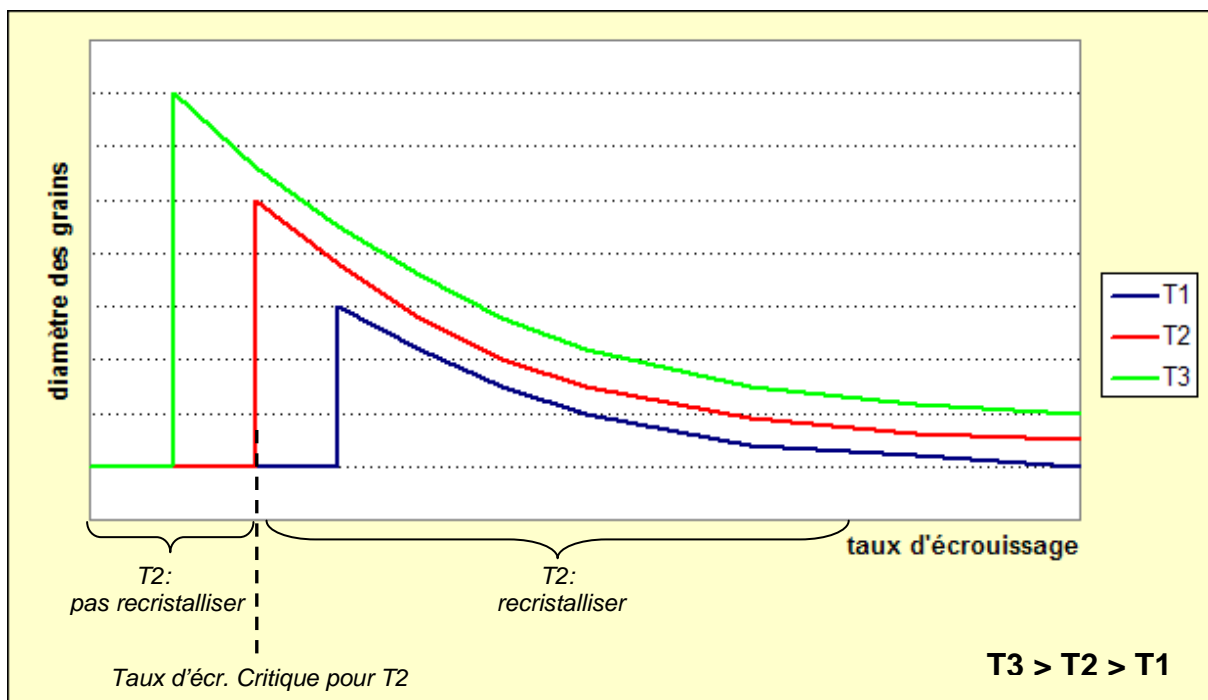


Figure 6: Evolution du diamètre moyen des grains avec la température et le taux d'écroissage

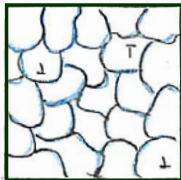
4.1.5 Grossissement des grains

Un grossissement de la taille des grains est observée avec la durée du traitement de recristallisation. Ceci est à éviter en raison de la dégradation des propriétés mécaniques et de l'état de surface induite. On peut observer que, environ après $10 \times t_{\text{recristallisation}}$, la taille des grains a été doublée.

4.1.6 Résumé

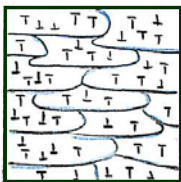
En résumé, les propriétés mécaniques du matériau sont modifiées après déformation à froid. La résistance du matériau ainsi que la limite d'élasticité et la dureté augmentent, tandis que l'allongement à la rupture diminue. Suite au traitement de recristallisation l'état initial est (approximativement) rétabli.

L'évolution de la microstructure au cours du traitement de restauration/recristallisation est représentée sur les schémas suivants :



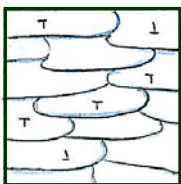
Etat initial

Les grains sont uniformes et ils ont une taille moyenne. Il y a peu de dislocations.



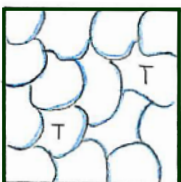
Etat déformé

Les grains présentent une orientation préférentielle dans le sens de la déformation. La densité des dislocations augmente fortement.



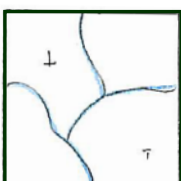
Après restauration

La forme et l'orientation des grains ne varient pas, mais le nombre de dislocations diminue fortement.



Après recristallisation

Il se forme de nouveaux grains, qui ne sont pas orientés. Il y a encore une fois moins de dislocations qu'après restauration.



Après grossissement de grains

Un grossissement des grains est observé.

4.1.7 Attaque chimique

Pour que la structure d'un échantillon puisse être observée, les échantillons doivent être préalablement attaqué chimiquement. La structure est alors révélée grâce à la formation d'une couche d'oxyde d'épaisseur variable ou par la réflexion de la lumière variable selon le relief de surface obtenu. On peut distinguer deux types d'attaque, microscopique ou macroscopique. L'attaque microscopique permet d'observer des grains de petite taille sous microscope avec un grossissement compris entre 50 :1 et 1000 :1. Cette attaque permet également d'observer l'évolution de la microstructure.

Une attaque macroscopique est effectuée dans le cas de grains de taille élevée qui peuvent être observés à des grossissements variant de 1 :1 à 30 :1. Dans le cadre de cette étude, le but était de révéler les grains pour une observation à l'œil nu.

La façon de procéder est la suivante :

1. Décapage de la surface des éprouvettes, pour dissoudre la couche d'oxyde

Soude caustique :	100 ml	H ₂ O
	4 gr	NaOH

Durée : environ 3-5 min

2. Rinçage à l'eau

3. Attaque chimique avec la solution dite « aux trois acides » (annexe 3)

30%	HNO ₃	Acide nitrique (rho20 : 1.40 g/mL)
30%	HCl	Acide chlorhydrique (rho20 : 1.19 g/mL)
3%	HF	Acide fluorhydrique (rho20 : 1.13 g/mL) dilué à 40%
37%	eau	

(Pourcentage en volume)

L'attaque s'effectue dans tous les cas à température ambiante. Il est même parfois nécessaire de refroidir le bain si la quantité de métal attaqué est importante.

Le temps d'attaque est de l'ordre de trois minutes, et est à moduler au vu de l'attaque.

Après l'attaque, un rinçage abondant à l'eau courante est nécessaire dans tous les cas.

Attention : La préparation du bain d'attaque, et en particulier la manipulation de l'acide fluorhydrique, doivent être effectuées avec les plus grandes précautions. De même, l'attaque doit être conduite prudemment et toutes dispositions doivent être prises pour éviter l'emballement de la réaction et les projections par éclaboussures ou vapeurs.

4.2 Procédure de l'essai

4.2.1 Géométrie

Comme précédemment décrit, la taille des grains dépend de la température de recristallisation et du taux d'écrouissage.

Afin de déterminer les paramètres, taux d'écrouissage et température de recristallisation, des éprouvettes de géométrie trapézoïdale ont été usinées. La géométrie de ces éprouvettes est représentée sur la figure 7. Le but de cette géométrie est d'obtenir un gradient de contrainte et par conséquent une variation de la déformation avec la section de l'éprouvette considérée, par la réalisation d'un seul essai de traction.

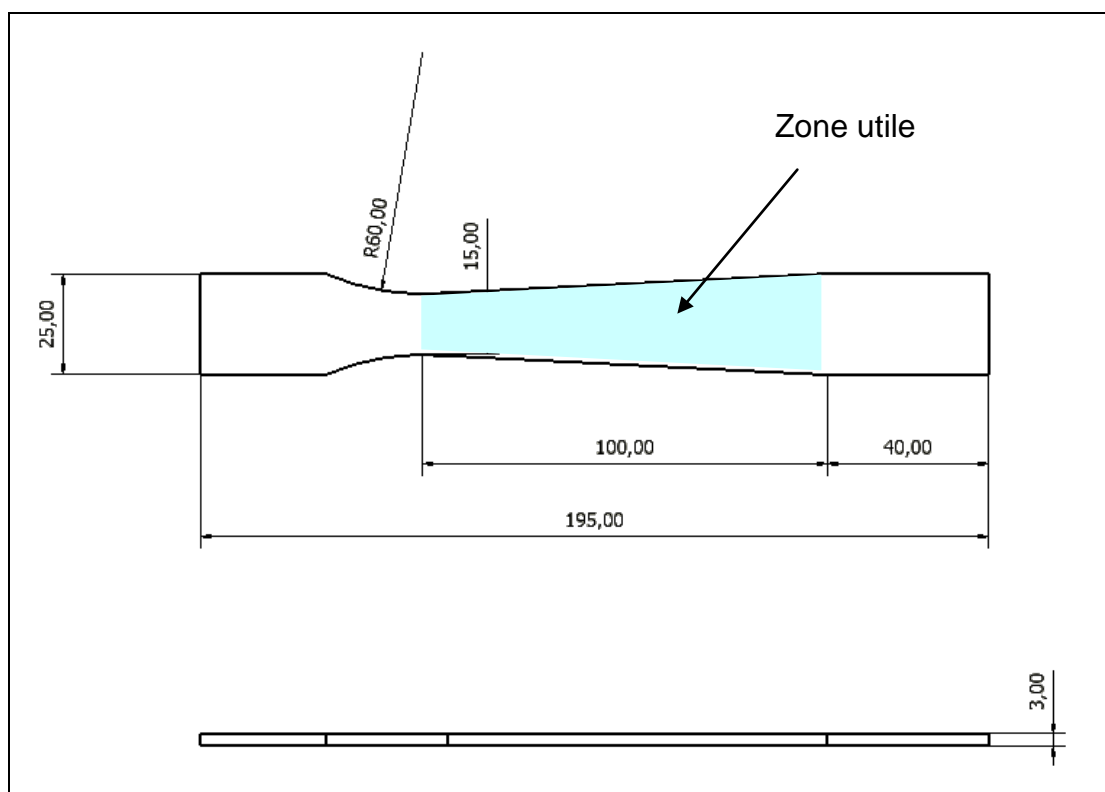


Figure 7: Géométrie des éprouvettes trapézoïdales

4.2.2 Procédure

Après l'usinage, les éprouvettes sont dégraissées avec de l'acétone. Puis ces éprouvettes sont soumises à un traitement d'homogénéisation sous air à 560°C pour une durée d'une heure avec refroidissement à température ambiante.

Après ce traitement d'homogénéisation, les éprouvettes subissent un essai de traction, jusqu'à une force appliquée bien définie. Cette force appliquée ne doit pas être trop élevée afin de limiter la variation de déformation le long de l'éprouvette et déterminer le taux d'écrouissage critique. Mais la force appliquée ne doit pas être trop faible afin d'atteindre une déformation plastique suffisante et le taux d'écrouissage critique.

Dans un première calcul, une déformation plastique d'environ 4% à la section moyenne de l'éprouvette était recherchée. Selon l'essai de traction précédemment effectué sur le matériau étudié (Figure 3), une contrainte de 52.5 MPa est alors nécessaire. La force appliquée est alors de :

$$F[N] = \sigma \left[\frac{N}{mm^2} \right] * S[mm^2] = 52.5 \left[\frac{N}{mm^2} \right] * 60[mm^2] = 3150[N] \quad \text{Equation 3}$$

Pour éviter le risque de rupture de l'éprouvette dans la zone de section minimale, une force de 3100N a été choisie. Les valeurs de contraintes ont également été calculées (Equation 4) et les déformations correspondantes ont été reportée (dès l'essai de traction initiale) pour différentes valeurs de section et sont reportées dans le tableau 5.

$$\sigma \left[\frac{N}{mm^2} \right] = \frac{F[N]}{S[mm^2]} \quad \text{Equation 4}$$

Section	Largeur [mm]	section [mm ²]	σ [N/mm ²]	ε [%]
minimum	15	45	68,9	18.8
moyenne	20	60	51,7	3.75
maximum	25	75	41.3	2.07

Tableau 5: Contrainte et déformation estimées

L'évolution de la déformation avec la section de l'éprouvette est reportée sur la figure 8.

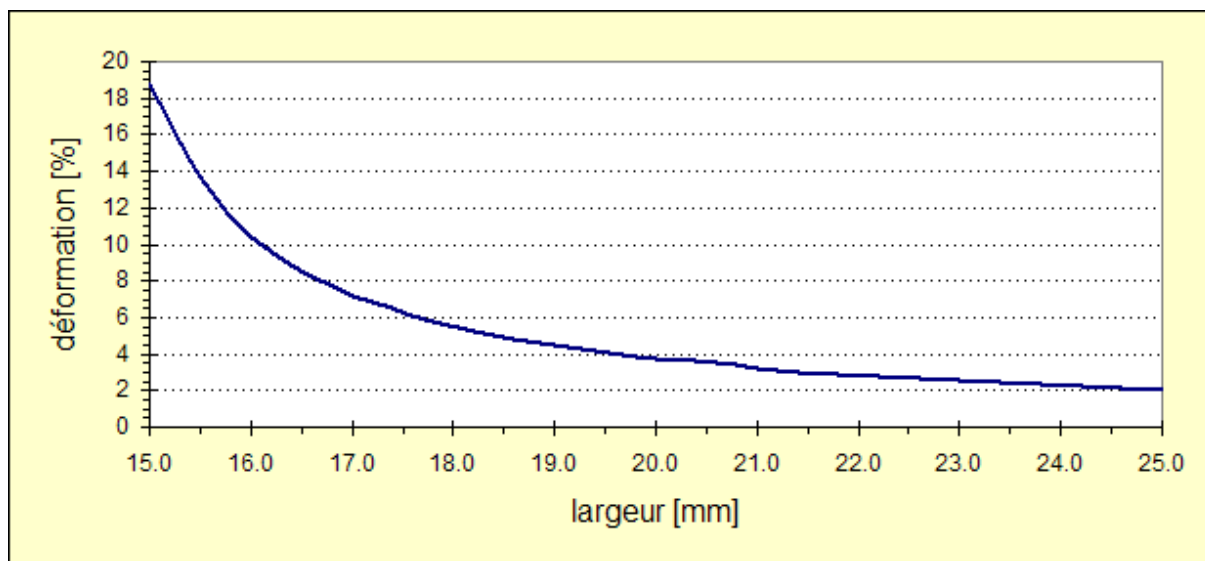


Figure 8: Evolution de la déformation estimée avec la largeur de l'éprouvette

Après l'essai de traction, les éprouvettes ont été soumises à un traitement thermique de 1h sous air à des températures de 560, 600 et 640°C. Après refroidissement à température ambiante, une attaque chimique des échantillons est effectuée.

Dans un premier temps, la couche d'oxyde a été éliminée avec de la soude caustique durant environ 3 min. Après rinçage à l'eau, les éprouvettes ont été attaquées avec le réactif dit « aux trois acides » (annexe 3) durant environ 3 minutes.

Les différentes étapes expérimentales sont reportées dans le tableau 6.

		1.A	1.B	1.C
Homogénéisation	T [°C]	560		
	t [h]	1		
	Atmosphère	Air		
	Atmosphère refroidissement	Air et T _{ambiante}		
Essai de traction	V _{Traction} [mm/s]	0.12		
	F _{limit} [N]	3100		
Recristallisation	T [°C]	640	600	560
	t [h]	1		
	Atmosphère	Air		
	Atmosphère refroidissement	Air et T _{ambiante}		

Tableau 6: Paramètres des différents étapes expérimentales

4.3 Résultats

Après l'attaque chimique la macrostructure des échantillons est visible à l'œil nu (Figures 9 à 11). Il est à noter que les éprouvettes présentent des longueurs différentes, les têtes ayant été coupées avant l'attaque chimique pour faciliter la manipulation.



Figure 9: Echantillon 1.A

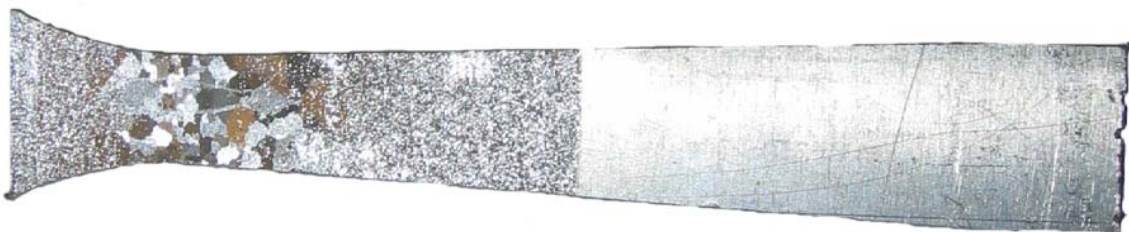


Figure 10: Echantillon 1.B



Figure 11: Echantillon 1.C

L'échantillon 1.A est recristallisé pratiquement sur l'ensemble de la zone utile. Ainsi, pour une température de traitement de 640°C, le taux d'écroutissage critique est de l'ordre de 2.5%. Le diamètre des grains diminue avec la réduction de la section de l'échantillon. Autrement dit, le diamètre des grains diminue si la déformation augmente, ce qui est en accord avec l'approche théorique précédemment décrite (Figure 6).

Sur l'éprouvette 1.B, on peut observer une recristallisation dans la zone de plus faible section, correspondant aux déformations les plus élevées. La largeur de l'éprouvette à la frontière du domaine de recristallisation est de 16.5mm, ce qui permet d'estimer une déformation de 8% (Figure 8).

Sur toute la longueur de l'éprouvette 1.C, le phénomène de recristallisation ne s'est pas produit. Ainsi le taux d'écrouissage maximal atteint, de l'ordre de 18 %, n'est pas suffisant pour une température de traitement de 560°C. Une déformation plus importante serait alors nécessaire pour observer la recristallisation du matériau.

Ces observations confirment que la taille de grains diminue lorsque le taux d'écrouissage augmente. De même il apparaît également qu'au-dessous d'un taux d'écrouissage minimal d'environ 2.5 %, le matériau étudié ne présente pas de recristallisation malgré une température de traitement élevée (640°C) assez proche de la température de fusion de l'aluminium (l'aluminium commence à se liquéfier à partir de 645°C).

Pour la suite du projet, concernant l'étude des bilans énergétiques au cours de la déformation, il était important d'obtenir des éprouvettes totalement recristallisées et présentant des grains de taille élevée et de distribution aussi régulière que possible. Dans ce but, les conditions de traitement de recristallisation choisies sont celles correspondant à l'éprouvette 1.A (640°C).

La zone de l'éprouvette 1.A, qui répond le mieux à ces critères, se situe à 4 cm de la section minimale, où la largeur de l'éprouvette mesurée est de 19 mm. La contrainte dans cette section peut être calculée à l'aide de l'équation 5 :

$$\sigma \left[\frac{N}{mm^2} \right] = \frac{F[N]}{S[mm^2]} = \frac{3100N}{3mm * 19mm} = 54.4 \frac{N}{mm^2} \quad \text{Equation 5}$$

Le taux d'écrouissage dans cette section de largeur 19 mm peut être estimé à 4.5 % (Figure 8).

5. Essais mécaniques couplés à l'acquisition d'images

5.1 *Théorie*

5.1.1 Montage expérimental

Pour réaliser des bilans d'énergie, des informations provenant des deux caméras sont utilisées à la fois. Il s'agit d'une part d'une caméra CCD qui acquiert des images permettant de calculer les déplacements ainsi que les déformations. D'autre part la caméra IR permet d'enregistrer les images de rayonnement thermique de l'éprouvette pendant l'essai de traction. Les deux caméras sont pilotées par un système qui permet la synchronisation des caméras et de stocker les informations provenant de la machine d'essai de traction (temps d'acquisition, force, déplacement). Chaque fichier image (CCD et IR) contient ainsi les valeurs de temps et de voies annexes numérisées au moment de l'acquisition de l'image. Ce système est appelé « Synchroncam ». Le montage expérimental est visible dans la figure 12.

Ces deux caméras ne possèdent pas la même orientation par rapport à un repère fixe lié à l'échantillon. Pour faire coïncider les repères des 2 caméras, on utilise des images d'une même géométrie (mire) visible pour les deux types d'images, et on caractérise la transformation affine permettant de faire coïncider les images visibles et infrarouges de cet objet.

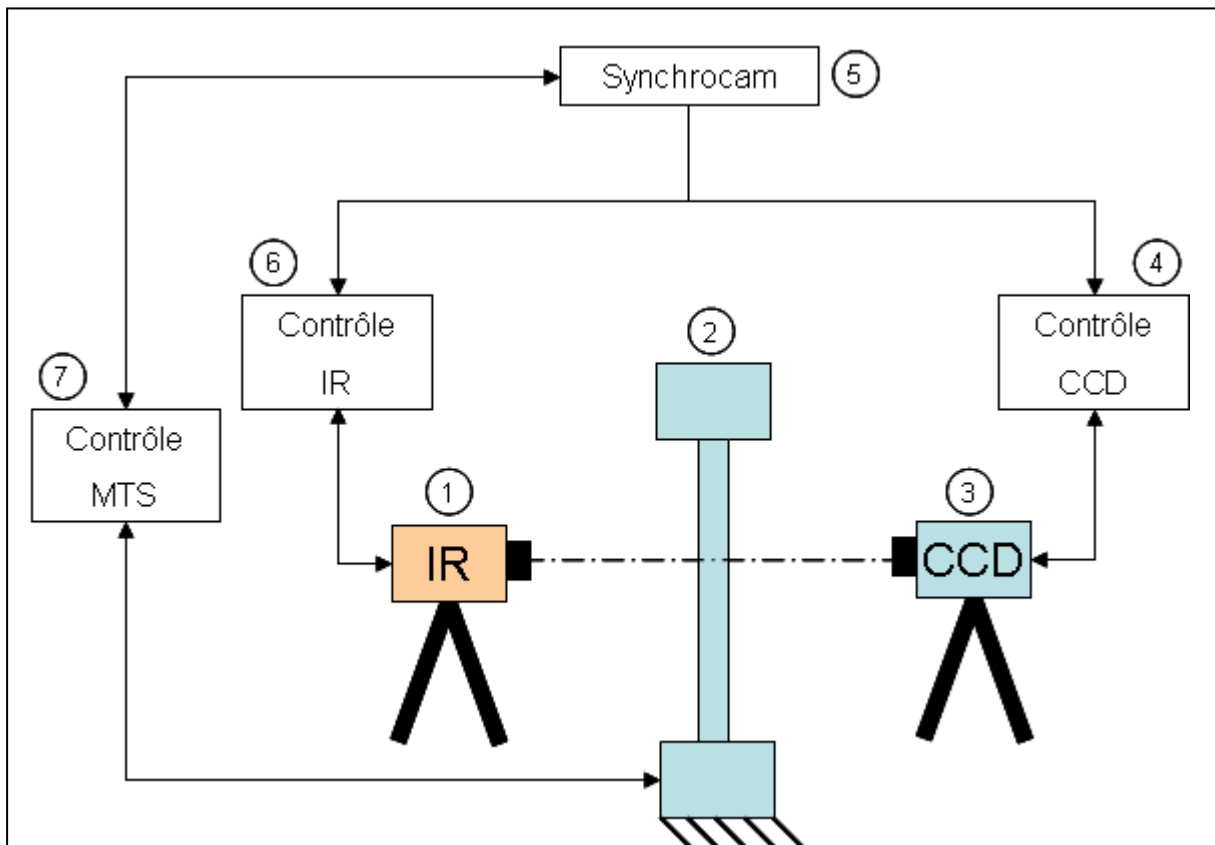


Figure 12: Schéma d'acquisition

- ① *Caméra infrarouge*
- ② *Machine de traction*
- ③ *Caméra CCD haut définition*
- ④ *Système de contrôle de la caméra CCD*
- ⑤ *Système « Synchrocam » (base de temps +trigger + carte conversion analogique - numérique*
- ⑥ *Système de contrôle de la caméra IR*
- ⑦ *Système de pilotage de la machine de traction*

5.1.2 Caméra CCD

La caméra utilisée pour les images CCD est une caméra ATMEL Camelia 8M monochrome (annexe 2) avec une résolution de 8 millions (3500x2300) de capteurs de taille de 10x10 μm . Les images sont numérisées sur 12 bits.

La surface de l'échantillon qui est située face à la caméra CCD est mouchetée avec de la peinture blanche pour obtenir un motif aléatoire qui définit la signature optique de chaque petit élément de la surface. Un algorithme de corrélation d'image numérique classique permet de déterminer les composantes dans le plan du déplacement sur un maillage rectangulaire régulier. Les déformations et les vitesses de déformation sont ensuite dérivées des champs de déplacement à l'aide d'une méthode de dérivation numérique basée sur une approximation polynomiale locale du champ de déplacement [4. Wattrisse].

5.1.3 Caméra IR

La caméra utilisée est une CEPID JADE3 ondes moyennes de sensibilité maximale pour la gamme d'onde 3-5 μm . Elle se compose d'un objectif de focale 25 mm et d'une matrice de 320x240 détecteurs infrarouge de taille 30x30 μm . Elle permet de numériser le rayonnement thermique issu de l'échantillon pendant l'essai. Le rayonnement est relié aux variations de température, elles-mêmes étant fonction des sources de chaleurs développées dans l'échantillon pendant l'essai.

Dans le cas où l'émissivité de l'échantillon est connue, et constante pendant l'essai, il est possible de relier le rayonnement numérisé par la caméra avec la température de surface (loi de Stefan Boltzmann pour les corps gris).

La surface de l'échantillon située face à la caméra infrarouge est revêtue de peinture noire mate afin de pouvoir être considérée comme un corps gris (d'émissivité ε constante et uniforme proche de 1).

Il est alors possible d'utiliser des lois d'étalonnage établies sur un corps noir ($\varepsilon = 1$) pour obtenir les températures de surface.

5.1.4 Bilan d'énergie

Pour analyser les résultats de l'essai de traction on se base sur l'équation de la chaleur.

$$\rho * C * \dot{\theta} + \rho * C * \frac{\theta}{\tau} - k\Delta\theta = w_{ch} \quad \text{Equation 6}$$

Le premier terme du premier membre indique l'énergie calorifique mise en jeu pour faire varier la température du matériau. Le deuxième terme du 1^{er} membre correspond aux échanges par convection entre l'éprouvette et l'air ambiant. Le troisième terme est associé à la conduction de la chaleur dans l'échantillon. Au 2nd membre de l'équation se trouvent regroupées toutes les sources de chaleur responsables des variations de température.

5.2 Procédure

5.2.1 Géométrie

Pour cette partie du travail, trois éprouvettes ont été usinées, pour que les essais de traction soient traités avec des conditions légèrement différentes.

Les éprouvettes utilisées pour cette partie du travail ont une forme rectangulaire avec une longueur totale de 192 mm, une largeur de 20 mm et une épaisseur de 3 mm.

5.2.2 Préparation des échantillons

Suite à l'usinage, les éprouvettes ont subi un traitement thermique d'homogénéisation pour limiter les effets de l'usinage sur la structure.

Ensuite un premier essai de traction a été réalisé pour obtenir l'écrouissage critique de la microstructure. Comme décrit dans le chapitre 4.3, une contrainte maximale de 54.4 MPa (soit 3264 N selon l'Equation 3) a été proposée pour obtenir des résultats satisfaisants. En utilisant les résultats de l'essai de traction qui a été effectué au début du travail (chapitre 3.3), les déformations correspondantes ont pu être estimées comme indiqué dans le tableau 7. Pour pouvoir faire une comparaison, les contraintes (et donc aussi les forces maximales) appliquées aux deux autres éprouvettes diffèrent de +/- 5 % de la contrainte indiquée ci-dessus.

L'essai de traction s'effectue à la vitesse de déformation imposée jusqu'à ce que la force mesurée atteigne la force limite.

Suite à l'essai de traction les échantillons ont subi un deuxième traitement thermique. Ce traitement sert à recristalliser le matériau. Les échantillons sont restés au four sous une atmosphère d'air à une température de 640°C pendant une heure. Ensuite ils ont été refroidis à l'air libre.

Tous les paramètres de la procédure dans l'ordre chronologique sont visibles dans le tableau 7.

		2.B	2.C	2.D
Homogénéisation	T [°C]	560		
	t [h]	1		
	Atmosphère	Air		
	Atmosphère refroidissement	Air et T _{ambiante}		
Essai de traction 1	V _{Traction} [mm/s]	0.12		
	F _{limit} [N]	3264	3100	3444
	ε [%]	4.5	3.75	5.5
Recristallisation	T [°C]	640		
	t [h]	1		
	Atmosphère	Air		
	Atmosphère refroidissement	Air et T _{ambiante}		

Tableau 7: Paramètre des différents étapes expérimentales

5.2.3 Méthode

Avant le deuxième essai de traction les éprouvettes ont été dégraissées avec de l'acétone. Puis de la peinture noire a été mise sur les éprouvettes jusqu'à ce que toutes les surfaces soient recouvertes. Comme cela une émissivité régulière sur toute la surface des l'éprouvettes est obtenue. Ensuite une face de chaque éprouvette a été mouchetée avec de la peinture blanche. Cela sert à obtenir une surface sur laquelle le déplacement peut être mesuré.

Toutes les éprouvettes ont subi la même procédure avec les mêmes paramètres. L'essai de traction est piloté en vitesse de déformation. Les éprouvettes ont été sollicitées avec une vitesse constante de 0.5 mm/s jusqu'à ce que soit atteinte une force limite. Trois cycles ont été imposés. Le premier jusqu'à une force de 1000 N, le deuxième jusqu'à 2500 N et le troisième jusque à la rupture. Après avoir atteint la force limite, les éprouvettes étaient déchargées complètement. Quand la force atteignait 0 N l'essai s'arrêtait pour un temps de 10 s afin de s'assurer de bien acquérir des images de l'éprouvette à cet état neutre. Pendant l'essai, la force F , ainsi que le changement de longueur ΔL sont mesurés en continu.

Le déroulement de l'essai de traction peut être illustré schématiquement comme indiqué dans la figure 13.

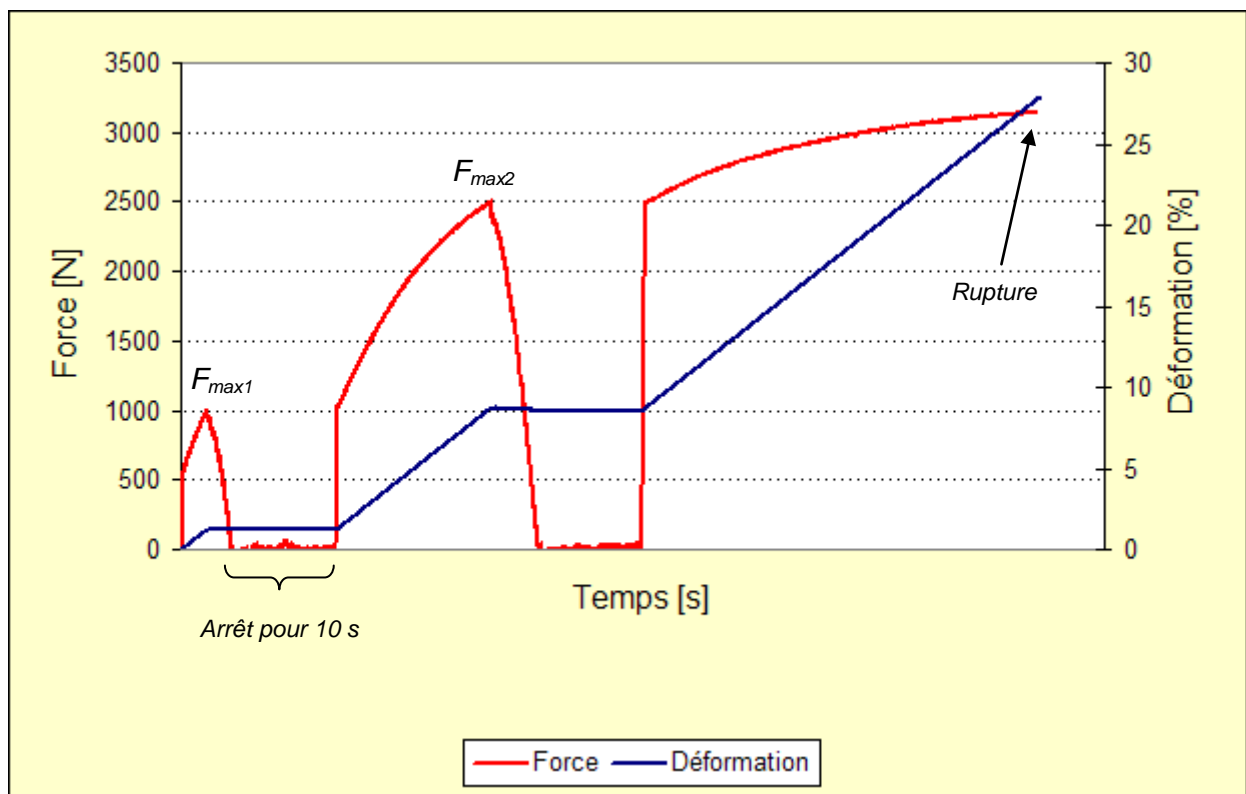


Figure 13: Schéma du comportement de l'essai de traction

A la fin de la procédure, pour relever la structure, les échantillons ont été attaqués d'abord avec la soude caustique pour une durée de 3 min et ensuite avec la solution dit « aux trois acides » (annexe 2) jusqu'à l'apparition des grains. Cela a pour conséquence qu'une comparaison entre la structure de l'éprouvette et la déformation ainsi que les sources de chaleur peut être effectuée.

5.3 Résultats

5.3.1 Structure

Après attaque chimique, les grains peuvent être observés à l'œil nu (Figure 14 jusque 16).



Figure 14: Epreuve 2.B (déformation 4.5%)

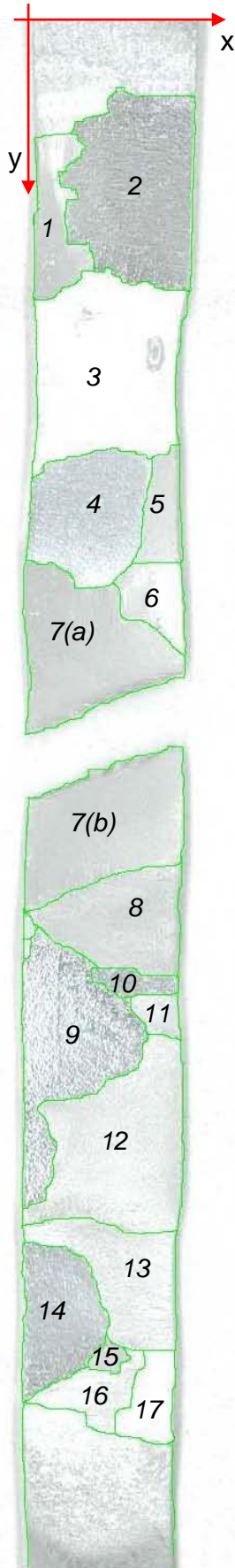


Figure 15: Epreuve 2.C (déformation 3.75%)



Figure 16: Epreuve 2.D (déformation 5.5%)

L'observation de la surface des éprouvettes met en évidence une augmentation de la taille des grains après recristallisation lorsque le taux d'écroutissage diminue. Pour la suite de l'étude, l'éprouvette 2.C a été choisie en raison de la présence de grains de taille élevée.



Pour l'analyse des résultats un masque a été dessiné sur l'éprouvette selon les joints de grains et puis les grains ont été numérotés (Figures 18).

Egalement le système de coordonnées est illustré sur la figure 18.

Comme représenté sur la figure 18, il apparaît que les grains ne se déforment pas régulièrement. Par exemple, le grain n° 3 s'est beaucoup contracté, par contre les grains n° 4 et 5 n'ont presque pas changé de forme. Il est aussi évident que la rupture s'effectue dans un seul grain (n° 7) et non pas le long des joints de grains. Ce grain s'est très peu contracté, par contre une forte diminution de l'épaisseur a pu constatée (Figure 17).

Il peut être admis que cette variation de déformation est associée à la différence de l'orientation des réseaux cristallins dans chacun des grains

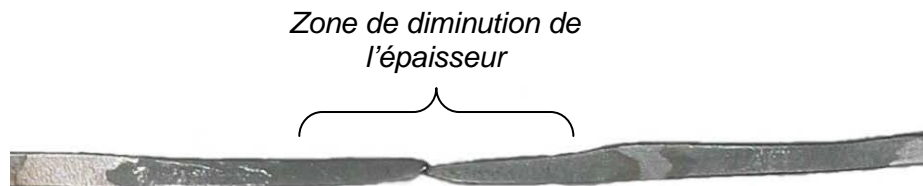


Figure 17 Vue sur l'épaisseur de l'échantillon 2.C

Figure 18: Masque selon les joints de grains sur l'échantillon 2.C

5.3.2 Essai de traction

La courbe de l'essai de traction obtenue est reportée sur la figure 19.

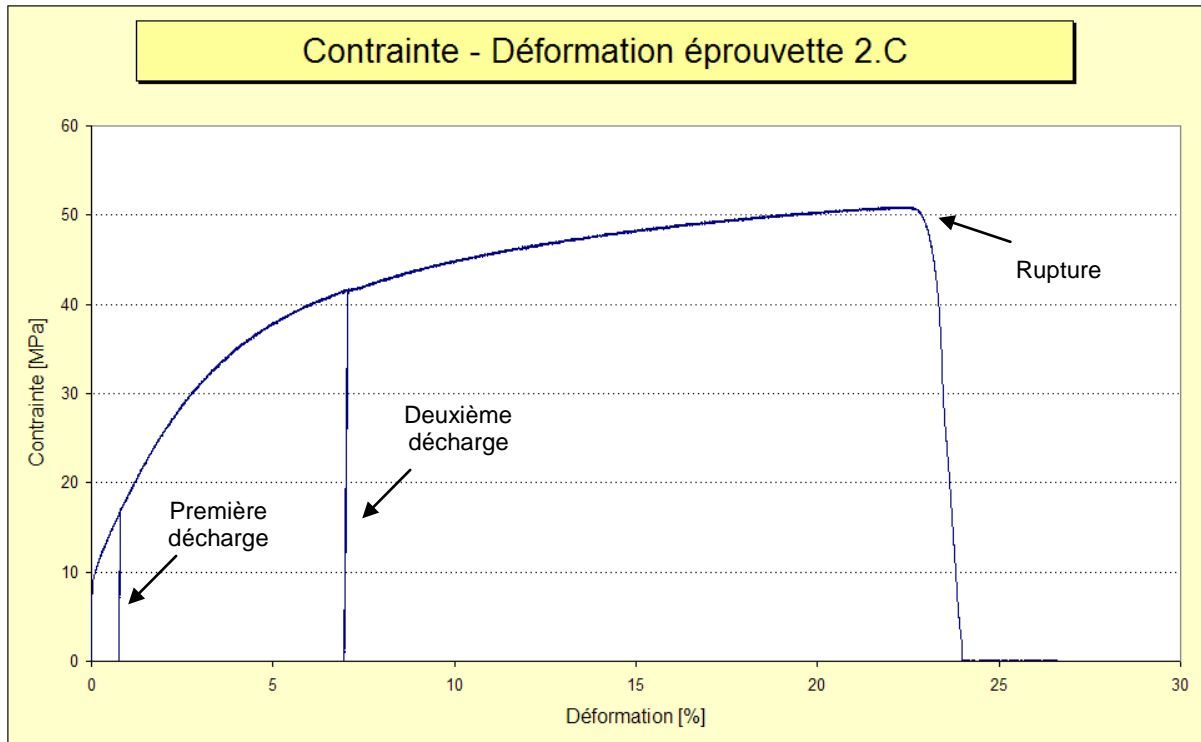


Figure 19: Courbe contrainte-déformation Alu 2.C

Sur la courbe contrainte-déformation, les différents cycles de chargement peuvent être observés. Jusqu'à environ 10 MPa, l'éprouvette ne s'est déformée qu'élastiquement. Ensuite, une déformation plastique a pu être observée. À la deuxième mise en charge, la déformation reste élastique jusqu'à la contrainte précédemment atteinte.

En comparaison avec la courbe obtenue pour l'essai de traction effectué sur le matériau initial (Figure 3) quelques différences peuvent être observées. La contrainte à rupture est d'environ 25 % plus faible après recristallisation. La déformation à rupture est de l'ordre de 50 % de celle du matériau initial. Ces effets s'expliquent partiellement par le fait que l'éprouvette à l'état initial présente une structure plus fine que l'éprouvette recristallisée. En effet, les structures présentant des tailles de grains plus faibles sont plus résistantes à la sollicitation mécanique parce que tous les grains s'empêchent de se déplacer les uns les autres.

5.3.3 Déformation et vitesse de déformation

La figure 20 montre l'évolution de la déformation en direction y , c'est-à-dire en direction de la traction. La microstructure révélée sur l'éprouvette après rupture est reportée sur les cartes de déformation prises à différents instants. Ces deux images (microstructure+déformations) ont été recalées une fois pour toutes sur la dernière carte de déformation prise avant rupture à partir de la position et de l'angle de la zone de rupture. Ensuite, on utilise le champ de déplacement mesuré par corrélation d'images numériques pour ramener la microstructure dans la configuration correspondant à une image donnée. Les numéros de grains sont aussi les mêmes que ceux illustrés sur la figure 19. Pour éviter que l'éprouvette ne sorte –suite à la contraction - de la zone observée en direction X , le calcul de déformation ne s'effectue pas sur toute la largeur. Il faut tenir compte aussi que le niveau de couleur n'est pas le même dans les différents images.

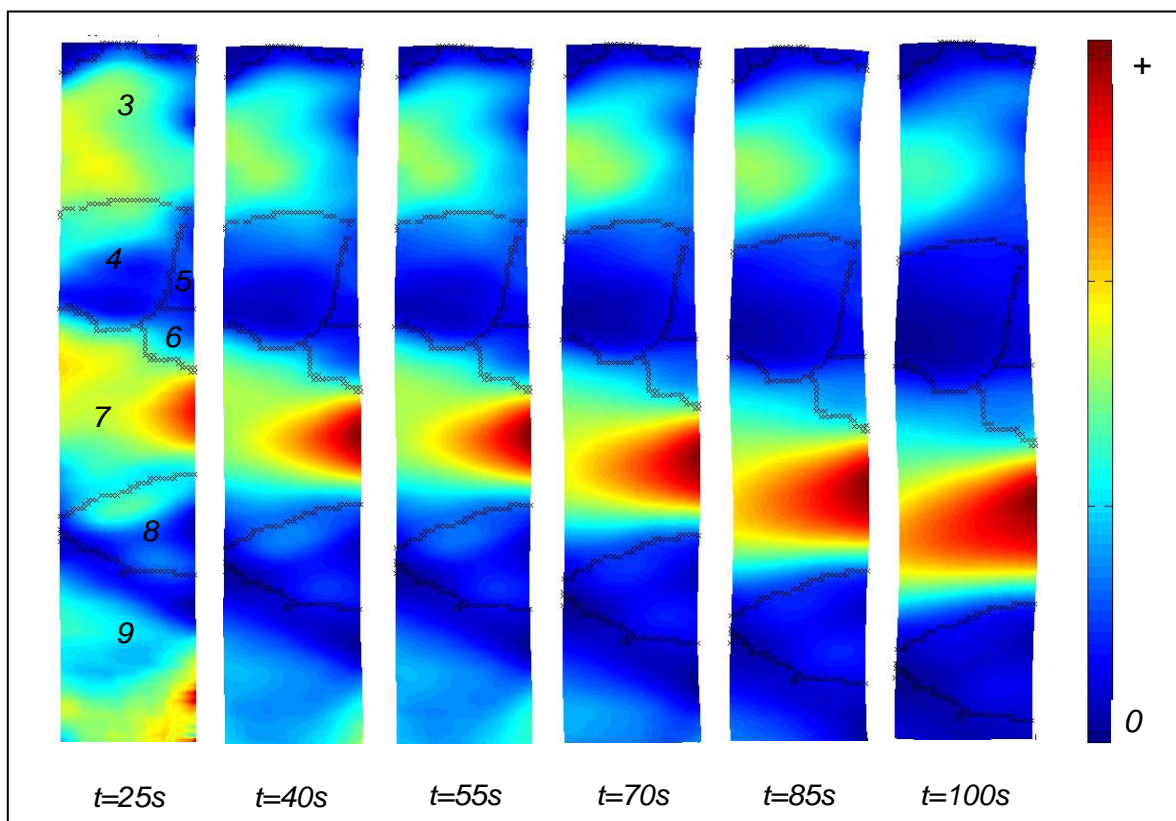


Figure 20: Evolution de la déformation en direction y

L'évolution de la déformation dans le temps est très bien visible. Il est très facile d'observer que certains grains ont subi une déformation plus importante que d'autres. Notamment le grain no 7 connaît la déformation la plus grande de tous les grains. C'est dans ce grain que la rupture s'est effectuée. Dès le début, la déformation se concentrait sur une grande partie de ce grain. Il est de forme trapézoïdale c'est-à-dire plus long du côté gauche que du côté droit et la déformation dans ce grain est plus importante du côté droit.

La grande déformation dans le grain 3 est aussi remarquable. Surtout au début de l'essai il s'est déformé presque autant que le grain 7 et même à la fin une déformation plus importante que dans les grains voisins peut être considéré. Par contre le grain no 5 ne s'est presque pas déformé. Mais aussi les grains no 4 et 8 ne connaissent qu'une déformation faible.

Suite à l'allongement de l'échantillon, le grain 9 est presque complètement sorti de la zone observée.

De même façon la figure 21 montre la vitesse de déformation en direction y. Le masque indiquant la microstructure est toujours le même ainsi que la numérotation des grains.

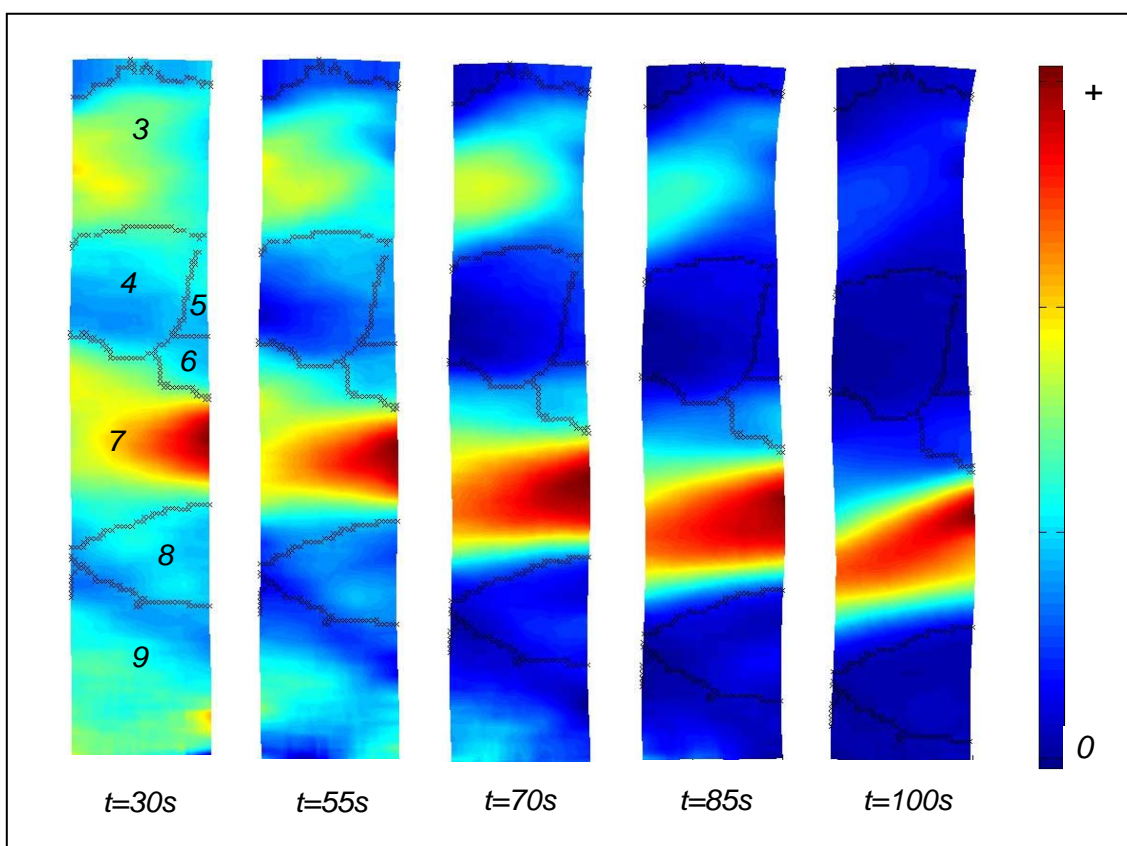


Figure 21: Evolution de la vitesse de déformation en direction y

Au début de l'essai, tous les grains se déforment visiblement. Après 30s la vitesse de déformation en direction y est encore répartie assez régulièrement dans l'éprouvette. Mais au cours de l'essai elle se concentre de plus en plus dans le grain 7, c'est-à-dire dans le grain de la rupture. Il peut être admis, qu'au début de l'essai de traction une vitesse de déformation plus importante aux centres des grains qu'aux joints de grains. Par exemple, les joints de grains du grain 8 peuvent être repérés après 55s

Dans la figure 22 l'évolution dans le temps de la vitesse de déformation de l'éprouvette en direction de la traction (Y) ainsi que la force appliquée (courbe blanche) à l'instant donné est visible.

C'est-à-dire que chacune des lignes verticales représente la vitesse de déformation le long d'une axe parallèle à l'axe y passant par le centre de l'échantillon à un moment donné. Sur le côté droit, on a tracé la structure finale.

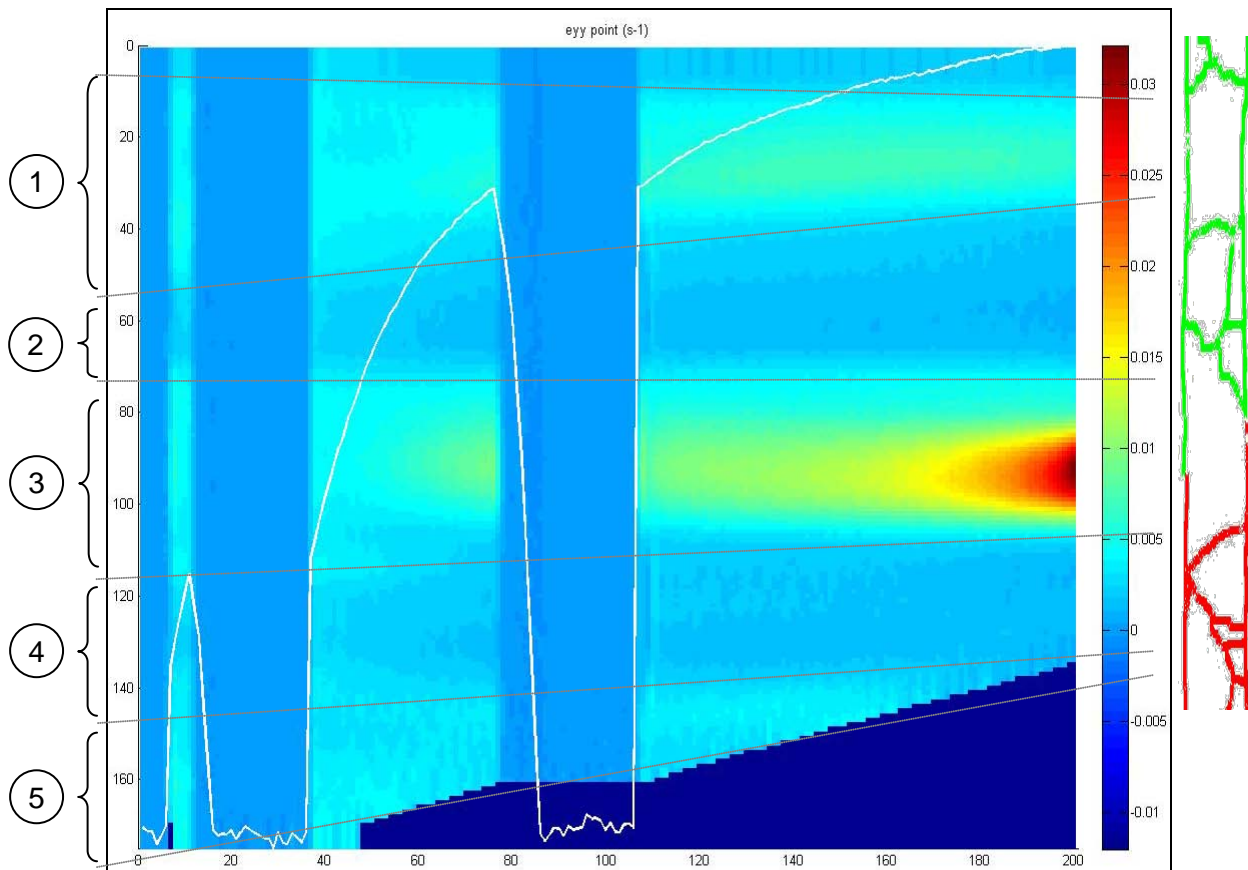


Figure 22: Evolution de la vitesse de déformation en direction Y

Dès le début du chargement les différentes zones sont évidentes. C'est-à-dire que des zones avec des vitesses de déformations plus ou moins grandes peuvent être observées.

En négligeant les zones du bord de l'éprouvette, 5 bandes peuvent être observées. Donc en haut (1) ainsi que au centre (3) et en bas (5) des zones plus claires. C'est là ou l'échantillon se déformait le plus. Par contre les deux autres bandes (les plus foncées : 2 et 4) ne connaissent qu'une déformation plus faible.

À noter encore que en bas à droite la zone bleu très foncé aucune mesure n'était faite parce que suite à l'allongement de l'éprouvette cette zone est sortie de la zone utile de la caméra.

Le point rouge qui apparaît à la fin de l'essai dans la zone 3 est l'endroit ou l'éprouvette a cassé. C'est bien visible que c'est dans une zone ou l'éprouvette a connu des vitesses de déformation élevées déjà tout au long de l'essai. C'est même possible de constater que le lieu de la rupture s'annonce déjà à la deuxième charge.

De la même façon la vitesse de déformation (figure 23) ainsi que la déformation (figure 24) dans la direction X peuvent être affichés.

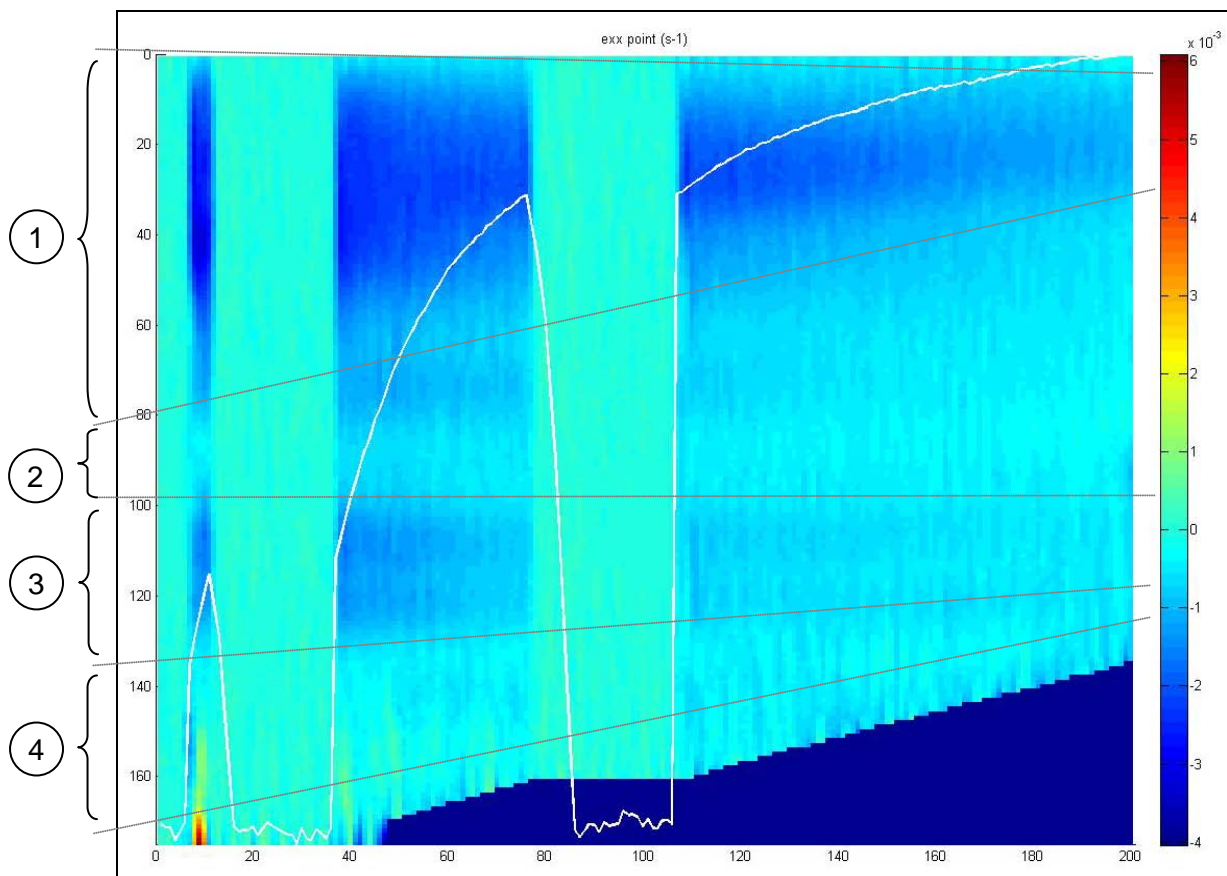


Figure 23: Evolution de la vitesse déformation en direction X

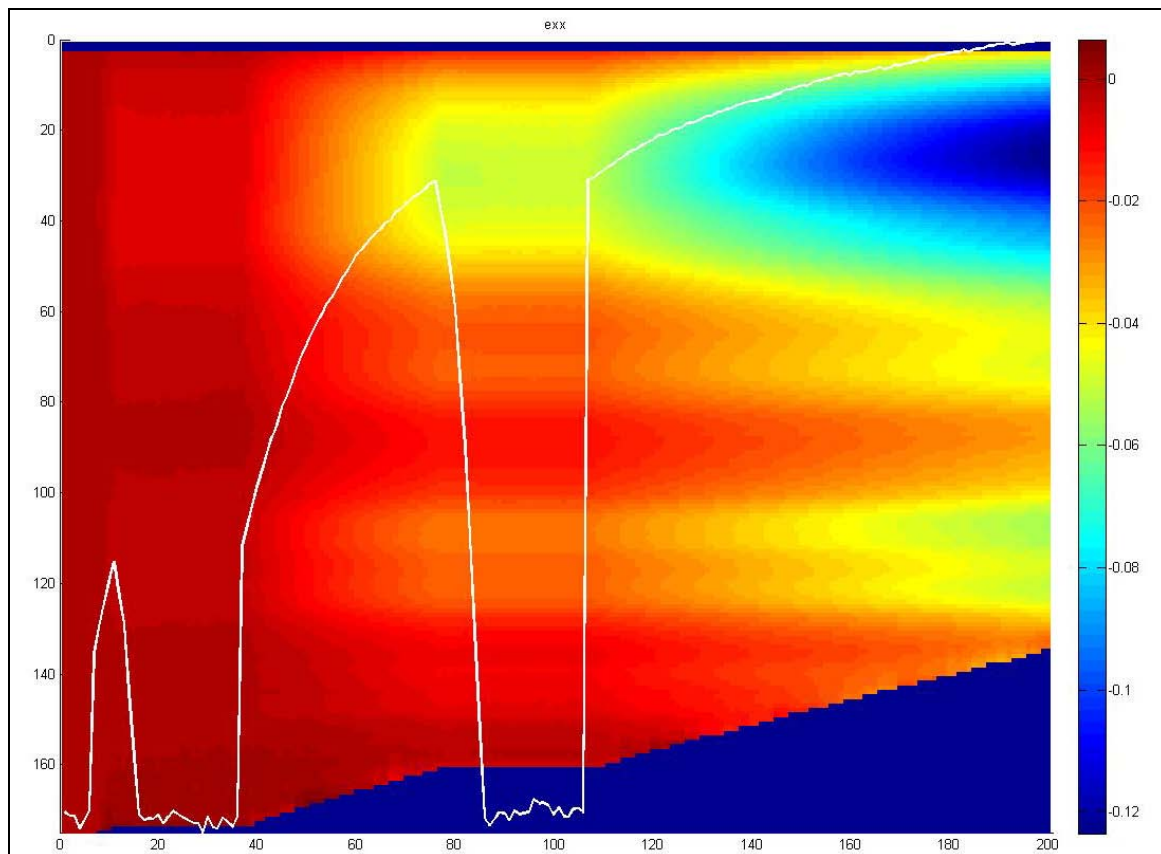


Figure 24: Evolution de la déformation en direction X

Quatre bandes peuvent être définies dans la figure 23. Les bandes 2 et 4 n'ont que des faibles vitesses de déformations en direction x. La zone 3 connaît une vitesse de déformation plus grande, notamment aux deux premiers chargements. La zone la plus intéressante est la première. Dans cette bande une vitesse de déformation fortement négative peut être considérée. C'est-à-dire qu'à cet endroit l'échantillon connaît une forte contraction.

C'est ce qui est aussi bien évident sur la figure 24 (zone bleu en haut à droite). Cette contraction a déjà pu être constatée dans l'analyse de la structure, il s'agit donc du grain avec le numéro 3.

Par contre c'est aussi bien visible qu'à l'endroit où la rupture aurait lieu la contraction est quasiment inexistante pendant la plupart du temps. Uniquement à la fin de l'essai, pendant la rupture, une contraction plus forte peut être observée. Comme la déformation plastique se fait à volume constant, cette observation est bien cohérente avec l'existence d'une forte diminution d'épaisseur dans la zone de rupture.

Comme dans la figure précédente la zone en bas à droite est sortie pendant l'essai de la zone d'étude.

5.3.4 Source de chaleur

La figure 25 montre les sources de chaleur dans l'échantillon juste avant la rupture.

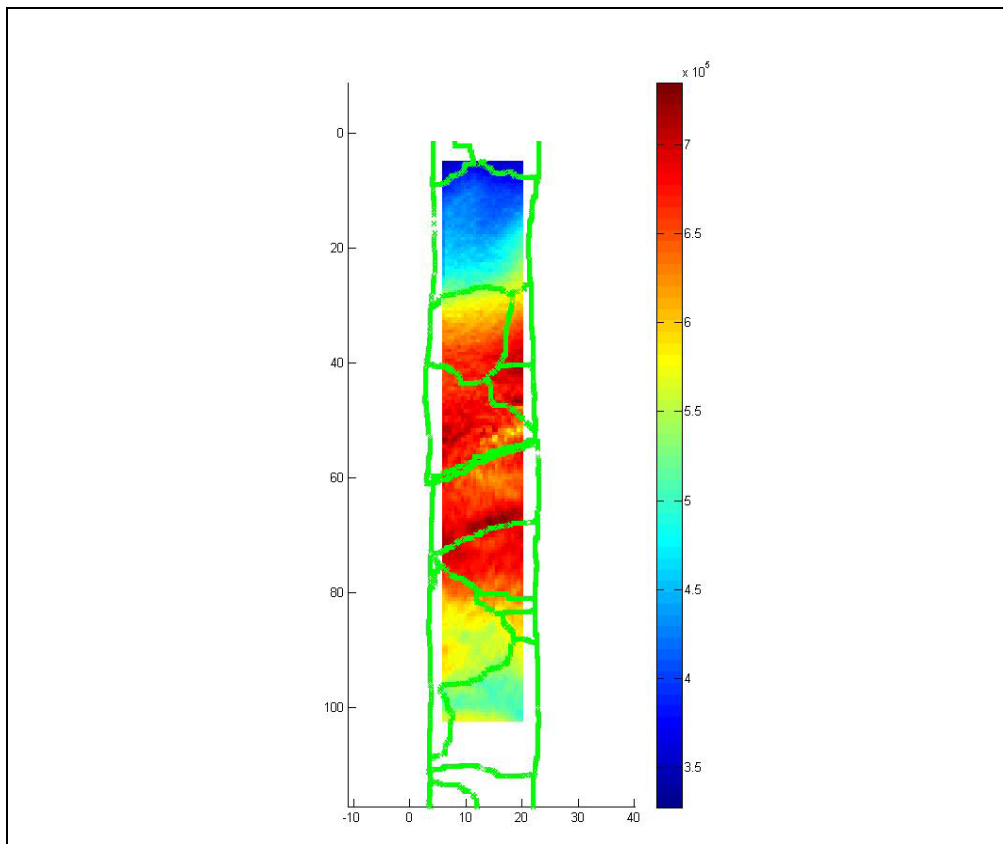


Figure 25: Source de chaleur avant la rupture

Les sources de chaleur se trouvent au centre de l'éprouvette, c'est-à-dire là où la rupture va se passer. Sur la figure 25, nous pouvons remarquer une assez bonne adéquation entre les distributions de sources de chaleur et la microstructure.

Dans la figure 26 l'évolution dans le temps des sources de chaleur dans l'éprouvette est visible.

C'est-à-dire que chacune des lignes verticales représente les sources de chaleur le long d'un axe parallèle à l'axe y passant par le centre de l'échantillon à un moment donné.

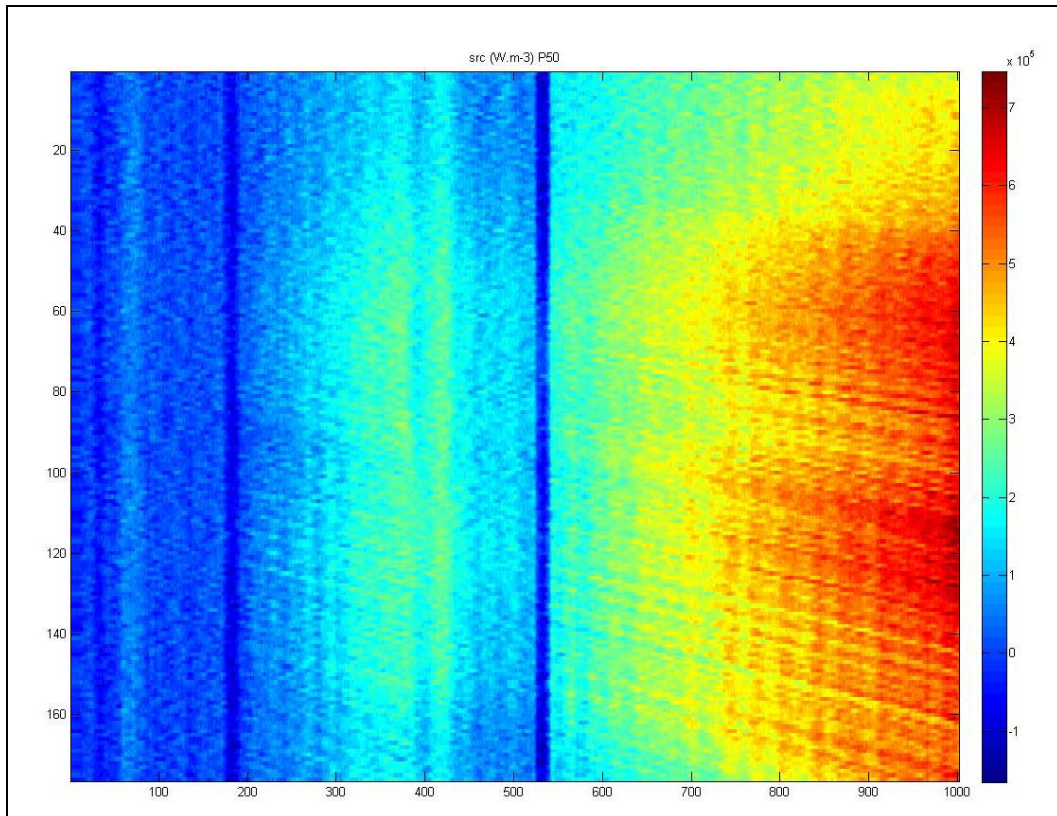


Figure 26: Evolution de la source de chaleur

Les mesures prises avec la caméra infrarouge sont à interpréter avec précaution. Comme l'aluminium est un très bon conducteur de chaleur la résolution de la caméra utilisée peut être trop faible.

6. Conclusion

Le but de ce travail était de faire croître la taille des grains de telle sorte que ceux-ci puissent être observés par des méthodes optiques dans le visible et dans l'infrarouge.

Après une caractérisation des propriétés du matériau utilisé, une étude préalable sur éprouvettes de géométrie trapézoïdale a été effectuée afin de déterminer les paramètres idéaux de recristallisation. Ensuite des essais de traction sur des éprouvettes recristallisées ont été réalisés. Les images acquises pendant ces essais, ont permis d'étudier le comportement thermique du matériau au cours de la sollicitation.

Des grandes variations selon les déformations ont pu être remarquées. Ces faits peuvent être expliqués par la différence d'orientation des réseaux cristallins dans chacun des grains. Le grain où se passe la rupture a connu des déformations très importantes déjà depuis le début de l'essai.

Références bibliographiques

- [1] Les technique de l'ingénieur
- [2] D. Altenpohl, « Aluminium von innen betrachtet », 2. Auflage 1970
- [3] Documentation d'enseignement matériau 2, HES SO Sion
- [4] B. Wattrisse, A. Chrysochoos, J.-M. Muracciole, et M. Némoz-Gaillard, « Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation », Exp. Mech. (2001)
- [5] P. Barrand, R. Gadeau, « L'aluminium par les ingénieurs du Groupe PECHINEY », Tome 1 et 2 (1964)
- [6] A. Chrysochoos, B. Wattrisse, J.-M. Muracciole, et Yves el Kaïm, « Fields of stored associated with localized necking of steel », Journal of mechanics of materials and structures 2008
- [7] Cambridge Engineering Selector (CES), Version 4.8.0
- [8] J.-L. Vignes, T. DI Constanzo, « Une vie d'aluminium », ENS de Cachan
- [9] F. Bellenger, « Etude et contrôle de la corrosion feuilletante des alliages d'aluminium 2024 et 7449 par bruit électrochimique et émission acoustique. Analyse microstructurale et caractérisation de l'endommagement », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2002
- [10] H. Proudhon, « Identification des mécanismes de fissuration dans un alliage d'aluminium sollicité en fretting et en fatigue », Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005
- [11] R.A. Vandermeer, D, Juul Jensen, « Microstructural path and temperature dependence of recrystallization in commercial aluminium », Riso National Laboratory, Roskilde DK-4000, 2001
- [12] J.R. Bowen, « Strength and structure in commercial purity aluminium after large strain », Riso National Laboratory, Roskilde DK-4000, 2006

www.sciencedirect.com

Annexes

1. Fiche technique de EN AW-1050A, O ; selon CES Selector 4.8.0
2. Liste des appareils utilisés
3. Technique de l'ingénieur MB5 M447-15, Détermination de la grosseur du grain
4. Vocabulaire (français, allemand, anglais)

General properties

Designation

Al alloy: 1050A-0 (wrought)

Density	2.68e3	-	2.74e3	kg/m ³
Price	2.71	-	2.98	CHF/kg

Composition

Composition (summary)

Al99.5

Base	Al (Aluminum)			
Al (aluminum)	100			%

Mechanical properties

Young's modulus	69	-	72	GPa
Shear modulus	25	-	27	GPa
Bulk modulus	64	-	71	GPa
Poisson's ratio	0.325	-	0.335	
Shape factor	42			
Yield strength (elastic limit)	33	-	37	MPa
Tensile strength	76	-	84	MPa
Compressive strength	33	-	37	MPa
Flexural strength (modulus of rupture)	33	-	37	MPa
Elongation	35.2	-	40.9	%
Hardness - Vickers	19	-	21	HV
Fatigue strength at 10 ⁷ cycles	* 21.6	-	26.5	MPa
Fracture toughness	* 32	-	35	MPa.m ^{1/2}
Mechanical loss coefficient (tan delta)	* 1e-4	-	0.002	

Thermal properties

Melting point	645	-	658	°C
Maximum service temperature	130	-	200	°C
Minimum service temperature	-273			°C
Thermal conductivity	224	-	234	W/m.K
Specific heat capacity	893	-	903	J/kg.K
Thermal expansion coefficient	22.9	-	24.1	µstrain/°C

Electrical properties

Electrical resistivity	2.8	-	3	µohm.cm
------------------------	-----	---	---	---------

Optical properties

Transparency	Opaque
--------------	--------

Durability

Flammability	Non-flammable (UL94: exceeds ratings)
Fresh water	Very Good
Salt water	Good
Weak acids	Very Good
Strong acids	Very Good
Weak alkalis	Good
Strong alkalis	Poor
Organic solvents	Very Good
Sunlight (UV radiation)	Very Good
Oxidation at 500C	Very Poor

Primary material production: energy, CO2 and water

Embodied energy, primary production	199			MJ/kg
CO2 footprint, primary production	9.03	-	9.98	kg/kg
Water usage	495	-	1.49e3	l/kg

Material processing: energy

Casting energy	2.53	-	2.79	MJ/kg
Forging, rolling energy	1.84	-	2.04	MJ/kg
Metal powder forming energy	8.43	-	9.32	MJ/kg
Vaporization energy	17.5	-	19.4	MJ/kg
Conventional machining energy (per unit wt removed)	5.93	-	6.55	MJ/kg
Non-conventional machining energy (per unit wt removed)	32.9	-	36.4	MJ/kg

Material processing: CO2 footprint

Casting CO2	0.152	-	0.167	kg/kg
Forging, rolling CO2	0.147	-	0.163	kg/kg
Metal powder forming CO2	0.674	-	0.746	kg/kg
Vaporization CO2	1.4	-	1.55	kg/kg
Conventional machining CO2 (per unit wt removed)	0.474	-	0.524	kg/kg
Non-conventional machining CO2 (per unit wt removed)	2.63	-	2.91	kg/kg

Material recycling: energy, CO2 and recycle fraction

Recycle	✓			
Embodied energy, recycling	17.1	-	20.3	MJ/kg
CO2 footprint, recycling	0.958	-	1.21	kg/kg
Recycle fraction in current supply	52.3	-	57.8	%
Downcycle	✓			
Combust for energy recovery	✗			
Biodegrade	✗			
Landfill	✓			
A renewable resource?	✗			

Notes

Typical uses

General purpose, chemical and petrochemical applications, domestic electrical appliances, building components.

Other notes

Commercially pure. Very good atmospheric corrosion resistance. Very good workability. Attractive appearance, high reflectivity. Very good weldability. Prices of Aluminum alloys fluctuate greatly and are dependent on batch size, unit size, forming methods, etc.

Reference sources

Data compiled from multiple sources. See links to the References table.

Links

ProcessUniverse

Producers

Reference

Shape

Structural Sections

Liste des appareils utilisés

Pour l'analyse DSC :

Machine	Setaram labsys TG-DTA/DSC
Software	SetSoft 2000

Pour les traitements thermiques :

Four	Carbolite Furnaces CSF 1200
------	-----------------------------

Pour l'attaque chimique :

Soude caustique	100ml H ₂ O et 4gr NaOH
Réactif aux trois acides	

Pour les essais de traction :

Machine de traction	MTS 810 Traction/compression hydraulique Capacité de 100kN cellule de force de +/- 25 KN
Caméra CCD	ATMEL Camélia 8M 3500x2300 pixels de taille 10x10µm Flux de donnée maximum de 25 Mpixel/s Les images sont décrites par 2 ¹² (4096) niveaux de gris.
Caméra IR	CEDIP JADE3 Ondes moyennes de sensibilité maximale pour la gamme d'onde 4-8 µm Objectif de focale 25mm Résolution de 320x240 détecteurs infrarouges de taille 30x30 µm

6 Détermination de la grosseur du grain

Les modalités suivantes sont recommandées comme donnant en général de bons résultats.

6,1 Attaque macrographique.

a) Pour les alliages de séries 1 000 - 3 000 - 5 000 et 6 000, réactif dit *aux 3 acides*:

- acide nitrique (ρ_{20} : 1,40 g/mL)	30 %	} en volume
- acide chlorhydrique (ρ_{20} : 1,19 g/mL) ...	30 %	
- acide fluorhydrique (ρ_{20} : 1,13 g/mL) dilué à 40 %	3 %	
- eau	37 %	

b) Pour les alliages des séries 2 000 et 7 000, réactif sulfo-fluorhydrique:

- acide sulfurique (ρ_{20} : 1,83 g/mL)	15 %	} en volume
- acide fluorhydrique (ρ_{20} : 1,13 g/mL) dilué à 40 %	10 %	
- eau	75 %	

Après attaque, on procède à un rinçage à l'acide nitrique (ρ_{20} : 1,10 g/mL) qui dissout le dépôt noir de cuivre, puis à un dernier rinçage à l'eau.

Autre réactif possible pour les alliages de la série 7 000:

- acide orthophosphorique (ρ_{20} : 1,7 g/mL)	40 %	} en volume
- acide fluorhydrique (ρ_{20} : 1,13 g/mL) dilué à 40 %	10 %	
- eau	50 %	

c) Pour les alliages de la série 4 000:

- acide fluorhydrique (ρ_{20} : 1,13 g/mL) dilué à 40 %	20 %	} en volume
- eau	80 %	

ou bien réactif *aux 3 acides* (comme dans le cas a).

L'attaque se fait dans tous les cas à la température ambiante. Il est même parfois nécessaire de refroidir le bain si la quantité de métal attaqué est importante.

Le temps d'attaque est de l'ordre de trois minutes, et est à moduler au vu de l'attaque.

Après l'attaque, rinçage abondant à l'eau courante dans tous les cas.

Remarque: La préparation de ces bains, et en particulier la manipulation de l'acide fluorhydrique, doivent être effectuées avec les plus grandes précautions. Le port de lunettes, gants étanches, et tablier de protection est fortement recommandé.

De même, l'attaque doit être conduite prudemment et toutes dispositions doivent être prises pour éviter l'emballement de la réaction et les projections par éclaboussures ou vapeurs, etc.

L'examen est effectué à l'œil nu sur une section convenablement préparée avant attaque.

6,2 Attaque micrographique.

Le choix du réactif est laissé à l'initiative du producteur. Cependant, les solutions suivantes sont conseillées.

a) Pour les alliages des séries 5 000 et 6 000, réactif de Flick modifié:

- acide chlorhydrique (ρ_{20} : 1,19 g/mL)	8 mL;
- acide fluorhydrique (ρ_{20} : 1,13 g/mL) dilué à 40 % (V/V)	4 mL;
- eau distillée	88 mL.

Condition d'attaque: 15 à 60 s à la température ordinaire.

b) Pour les alliages des séries 2 000 et 7 000, réactif de Keller:

- acide nitrique (ρ_{20} : 1,40 g/mL)	2,5 mL;
- acide chlorhydrique (ρ_{20} : 1,19 g/mL)	1,5 mL;
- acide fluorhydrique (ρ_{20} : 1,13 g/mL) dilué à 40 % V/V)	1 mL;
- eau distillée	95 mL.

Conditions d'attaque 30 à 45 s à la température ordinaire.

L'examen micrographique est effectué au microscope sous un grossissement de 100 à 500 sur une surface au préalable convenablement polie.

Vocabulaire

français	allemand	anglais
recuit	Glühen	annealing
écrouissage	Kaltverformung	strain hardening
grain	Korn	grain
germe	Keim	nucleus
sollicitation	Beanspruchung	exposure
section	Querschnitt	cross section
tréfilage	Drahtziehen	
laminage	Walzen	rolling
forgeage	Schmieden	forging
augmentation	Erhöhung	raise
emboutissage	Tiefziehen	deep-drawing
échantillon	Probe	specimen
germination	Keimbildung	nucleation
dilatation	Dehnung	strain
résistance à la traction	Zugfestigkeit	tensile strength
limite élastique	Streckgrenze	yield strength / elastic limit
joint de grain	Korngrenze	grain boundary
macle	Zwilling	
dislocation	Versetzung	dislocation
recristallisation	Rekristallisation	recrystallization
précipité	Ausscheidung	precipitation
traitement thermique	Wärmebehandlung	heat treatment
contrainte	Spannung	stress
coalescence	Verwachsung	coalescence
Acide nitrique	Salpetersäure	nitric acid

Acide fluorhydrique	Fluorwasserstoffsäure	fluorhydric acid
Acide chlorhydrique	Salzsäure	hydrochloric acid
soude caustique	Natronlauge	caustic soda
dilué	verdünnt	depleted
azote	Stickstoff	nitrogen
essai de traction	Zugversuch	tension test
force	Kraft	force
homogénéisation	Homogenisierung	homogenization
éprouvette	Probestab	sample
module d'élasticité	E-Modul	Young's modulus
déformation	Verformung	deformation
trapézoïdale	trapezförmig	trapezoidal
usinage	(maschinelle) Fertigung	machine production
restauration	Erholung	recovering
dureté	Härte	hardness
alliage	Legierung	alloy
Coefficient de Poisson	Poissonzahl Querkontraktionszahl	/ Poisson's Ratio
décapage	Beizen	etching
creuset	Tiegel	
étalonnage	Eichen	calibration
moucheter	getüpfelt / gesprenkelt	speckled
champ	Stelle / Feld	area / field
déplacement	Verschiebung	displacement