

50376
1965
53

50376
1965
53

UNIVERSITE de LILLE
FACULTE des SCIENCES

MEMOIRE
pour l'obtention du
DIPLOME d'ETUDES SUPERIEURES
de Sciences Physiques

INFLUENCE de la PURETE sur la RECRISTALLISATION
d'ECHANTILLONS de MAGNESIUM FORTEMENT ECROUIS
par Jean-Pierre CATTEAU



Jury :

Président :

Monsieur TRIDOT

Examineurs :

Monsieur MARION

Monsieur MONTARIOL

Lille, le 15 Juin 1965

Je prie Monsieur Le Professeur MONTARIOL de bien vouloir
accepter l'expression de ma profonde gratitude pour l'accueil
bienveillant qu'il m'a réservé et l'intérêt constant qu'il
m'a témoigné.

Je suis reconnaissant à Monsieur Le Professeur TRIDOT
d'avoir bien voulu assurer la Présidence du Jury et à Monsieur
Le Professeur MARION d'avoir accepté d'en faire partie.

Je remercie mes collègues du Laboratoire et plus particuliè-
rement Messieurs BOUCHERON et VANDERSCHAEGHE dont la collabora-
tion me fut précieuse.

INFLUENCE DE LA PURETE SUR LA RECRISTALLISATION

D'ECHANTILLONS DE MAGNESIUM FORTEMENT ECROUIS.

BUT DU DIPLOME :

Les études entreprises au Laboratoire de Métallurgie de la Faculté des Sciences de Lille portent en particulier sur l'obtention du Magnésium de haute pureté, par la méthode de la zone fondue et l'étude de ses propriétés physiques.

Une des propriétés physiques essentielles d'un métal est son aptitude à la recristallisation.

Le but de ce travail est de comparer l'aptitude à la recristallisation du Magnésium commercial bidistillé et du Magnésium purifié par zone fondue.

PRINCIPE :

Parmi les différentes méthodes utilisables pour suivre la recristallisation d'un métal, il nous a paru intéressant d'utiliser la technique de la résistivité électrique à basse température, qui permet une étude quantitative précise. (1, 2, 3,)

Exposons rapidement le principe de cette méthode :

On sait d'après la règle de MATTHIESSEN que la résistivité d'un métal est donnée par la somme de trois termes :

- un premier terme ρ_i dû à la diffusion des électrons par agitation thermique. Ce terme dépend de la température et est appelé résistivité idéale.

- un second terme ρ_a traduisant l'influence des atomes étrangers dans le réseau cristallin. Ce terme est pratiquement indépendant de la température.

- un troisième terme ρ_e dû aux perturbations du réseau créées par écrouissage. Ce terme est de même pratiquement indépendant de la température.

Nous pouvons donc écrire :

$$\rho_T = \rho_i + \rho_a + \rho_e$$

où ρ_T est la résistivité du métal à la température T.

La variation du terme ρ_e peut donc nous renseigner sur le degré d'écrouissage du métal ou inversement sur son état recristallisé.

Si nous faisons subir à un métal fortement écroui des recuits à température suffisamment élevée, le terme ρ_e diminue, ρ_i et ρ_a restant pratiquement constants. Cela entraîne une variation de ρ_T , variation faible car ρ_e est très petit devant ρ_i à température ambiante.

Pour améliorer la sensibilité il nous faut donc diminuer la valeur de ρ_i en mesurant ρ_T à basse température.

En réalité nous ne mesurons pas la résistivité ρ_T mais la résistance R_T qui est fonction de la géométrie de l'échantillon de Magnésium. Pour supprimer les imprécisions sur la mesure nous mesurerons R_T à deux températures différentes, et nous ferons le rapport de ces deux valeurs, éliminant ainsi le facteur géométrique.

Les mesures devront être effectuées à des températures suffisamment basses pour que le métal ne subisse pas d'évolution pendant la mesure.

Nous avons choisi comme température la plus basse la température T_N d'ébullition de l'Azote liquide soit 77° K. Sauf dans des cas particuliers, la seconde température sera T_0 température de la glace fondante, à laquelle l'agitation thermique est importante.

Si nous faisons alors le rapport

$$\rho = \frac{\rho_{T_N}}{\rho_{T_0}}$$

ce rapport varie dans le même sens que ρ_e car ρ_{T_N} décroît plus vite que ρ_{T_0} lorsque ρ_e diminue.

Les variations de ρ nous renseigneront donc sur le déroulement de la recristallisation du métal ; la valeur finale de ce rapport pour un métal parfaitement recristallisé pourrait alors nous servir de critère de pureté.

TECHNIQUE UTILISEE POUR LA MESURE DES RESISTIVITES :

La méthode utilisée pour la mesure des résistivités est le montage en pont double de THOMSON - KELVIN (Figure 1) qui permet une précision de 2/1000 pour des valeurs de résistances de l'ordre de $10^{-2} \Omega$.

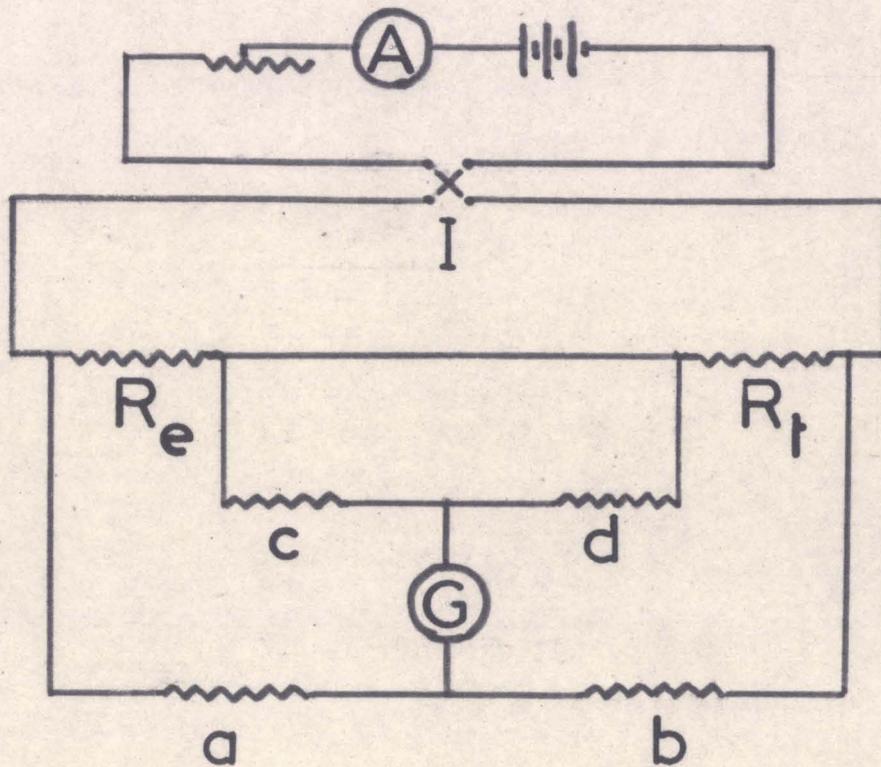
Les résistances étalonnées sont celles d'un pont de THOMSON AOIP Type B 20. Le galvanomètre d'équilibre est un galvanomètre AOIP de sensibilité 10^{-9} AMP/ mm.

La résistance étalon R est une résistance de $10^{-2} \Omega$. La valeur précise de cette résistance importe peu car nous faisons toujours le rapport $\frac{R_{T_N}}{R_{T_0}}$.

La seule condition exigée est qu'elle reste à température constante dans l'intervalle séparant les deux mesures : R_{T_N} et R_{T_0} .

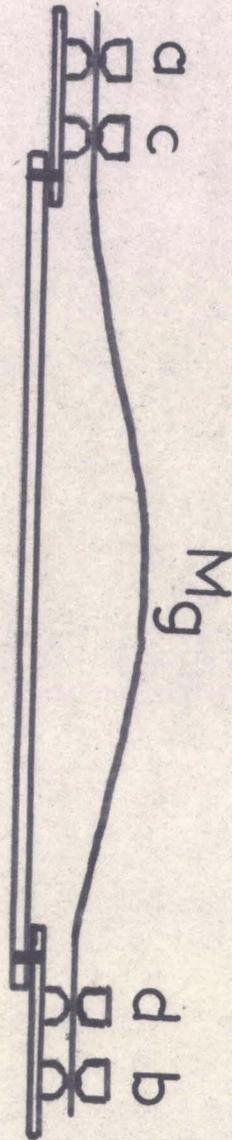
Les fils de Magnésium sont découpés dans des tôles de 20/100 mm d'épaisseur ; leur largeur est environ de 3 à 4 mm et leur longueur de 21 cm ce qui donne une résistance voisine de $10^{-2} \Omega$ à 273° K.

fig. 1



- I : INVERSEUR
- R_e : RESISTANCE ETALON
- R_f : RESISTANCE A MESURER
- \ddot{G} : GALVANOMETRE
- A : AMPEROMETRE
- abcd : RESISTANCES ETALONNEES

fig: 2



a,b : ARRIVEES DE COURANT
c d : PRISES DE POTENTIEL

Ils sont placés sur un porte échantillon assurant les contacts électriques par pression (Figure II).

Ces contacts de Cuivre sont reliés au circuit de mesure par des fils en Cuivre de gros diamètre.

L'isolement de ces conducteurs est réalisé par du téflon qui offre l'avantage de résister à des températures variant de - 200° C à + 200° C.

La mesure de résistance à 77° K se fera en plongeant directement le porte-échantillon dans un Dewar contenant de l'Azote liquide.

La mesure à 273° K se fera en immergeant le porte-échantillon dans un tube de Xylène plongeant dans un mélange eau-glace.

PREMIERE PARTIE

Etude de la recristallisation du Mg commercial
bidistillé de titre 99,869 %

I - Mode d'écroutissage :

On part d'un plateau de Mg bidistillé puis refondu sous Argon de dimensions 100 X 75 X 33 mm.

On effectue d'abord un recuit à l'air de 30 mn à 450° C ; le plateau est ensuite laminé à chaud par passes de 15 % environ jusque 5 mm d'épaisseur.

On effectue alors un recuit de 30 mn à 450° C puis on décape le plateau.

Par passes de 0,3 mm environ à 300° C il est alors amené jusqu'à 1 mm d'épaisseur.

On termine jusqu'à 0,2 mm d'épaisseur par passes plus faibles entrecoupées de réchauffage à 300 °.

Les tôles ainsi laminées ont été ensuite conservées pendant 6 mois à température ambiante.

II - Etude de la recristallisation par recuits isochrones a température croissante :

Le principe de cette étude est de soumettre un échantillon brut de laminage à des recuits cumulatifs d'une durée déterminée en faisant croître la température.

Nous avons choisi comme durée une heure et nous faisons croître la température par intervalles de 40 ° en effectuant le premier recuit à 50° C.

Les recuits ont été effectués en tube scellé sous atmosphère d'Argon.

Les températures de référence pour les mesures de résistivité électrique de l'échantillon seront 273° K et 77° K. Les zones de contact électrique sont décapées avant chaque mesure.

Nous obtenons ainsi les valeurs suivantes.

T°	ρ
Brut de laminage	0,1663
50° C	0,1656
90° C	0,1652
130° C	0,1616
170° C	0,1580
210° C	0,1539
250° C	0,1460
290° C	0,1393
330° C	0,1361
370° C	0,1315
410° C	0,1293
450° C	0,1294

Tableau I

Nous avons tracé la courbe $\rho = f (T^\circ)$ (Figure III)
La courbe présente d'abord un palier horizontal, puis on note
une diminution sensible de ρ à partir d'une température de
100° C environ. L'évolution est terminée à 410° C.

Une étude parallèle menée par BOUCHERON utilise l'ob-
servation micrographique et la diffraction des rayons X.

Elle nous permet d'affirmer que la diminution de ρ est bien
due à un phénomène de recristallisation.

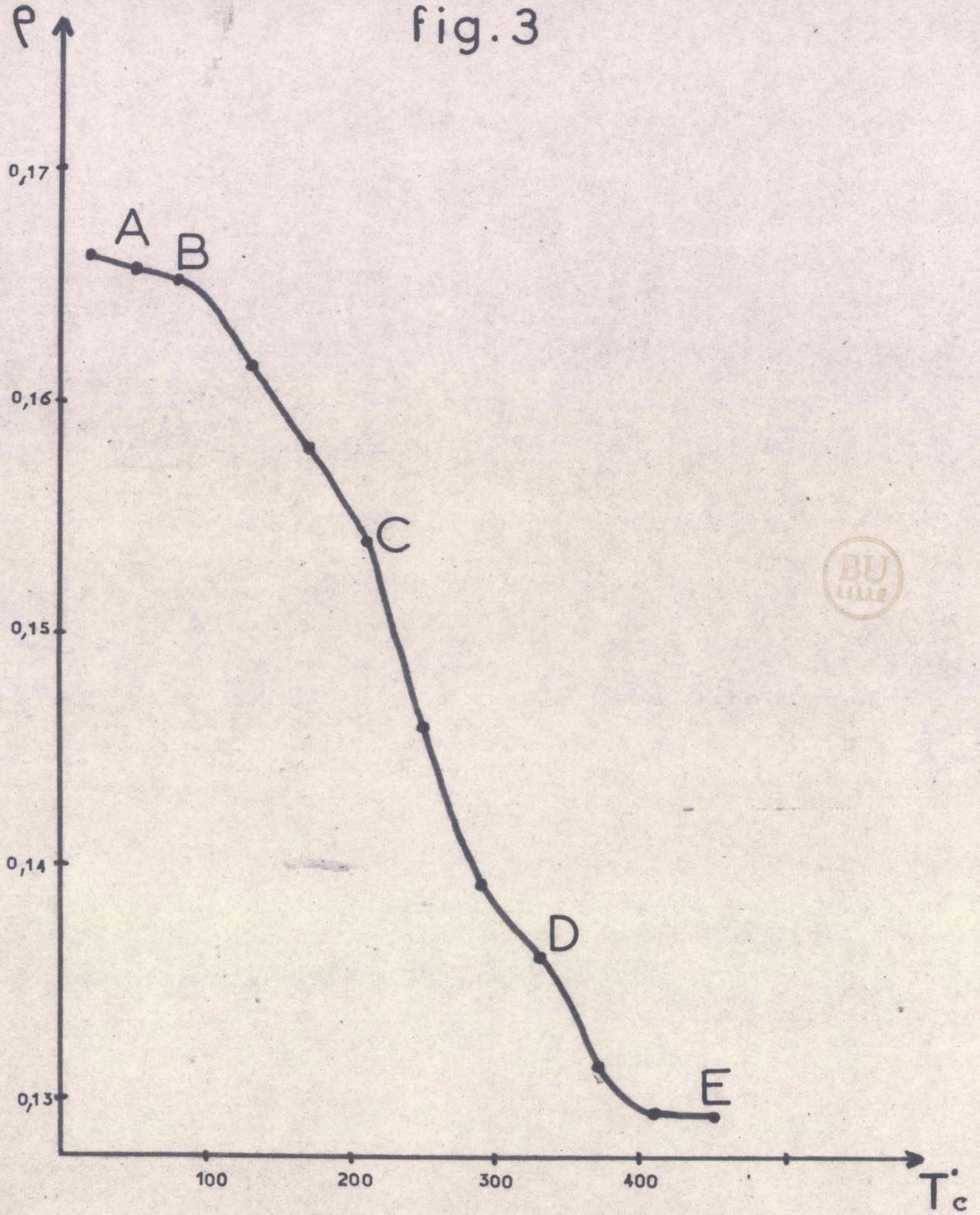
Nous avons groupé sur la figure IV les clichés microgra-
phiques correspondants aux points A, B, C, D, E, de la courbe.
Ils montrent la recristallisation puis le grossissement des grains.

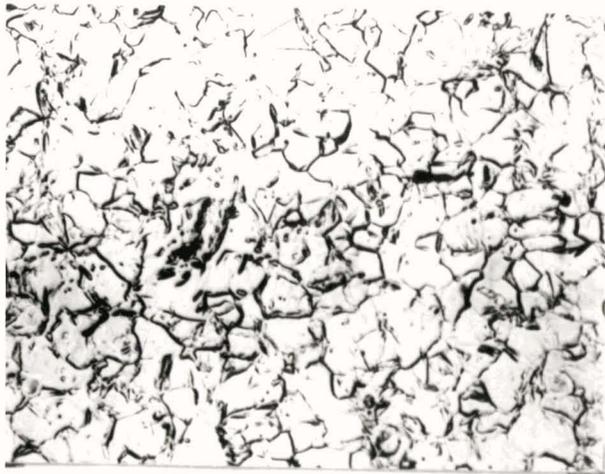
Nous avons groupé sur la figure V les clichés de diffrac-
tion X pour les mêmes points A, B, C, D, E, de la courbe.
L'apparition de taches dans les raies de diffraction du dia-
gramme C met en évidence le début de recristallisation.

Après cette étude préliminaire nous avons fait une étude
plus précise en suivant les cinétiques de recristallisation
pour différentes températures.



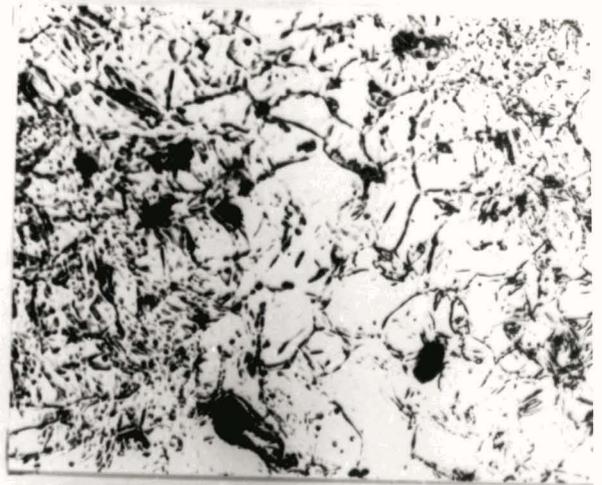
fig. 3





A 50°C

X 400



B 90°C

X 400

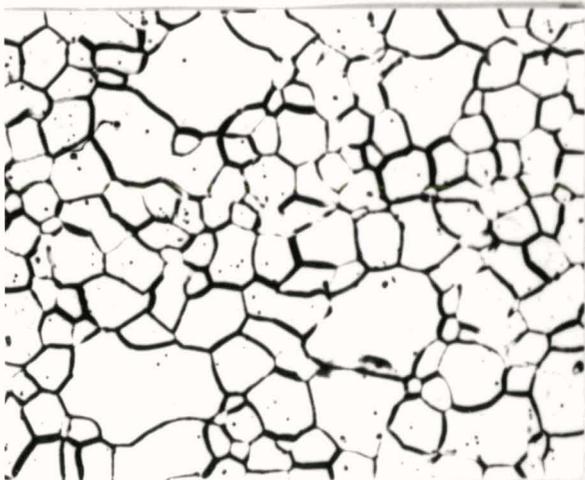


C
210°C

X 400

D 330°C

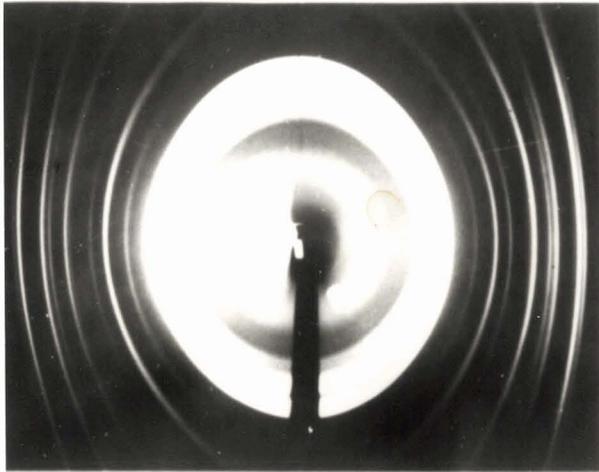
X 400



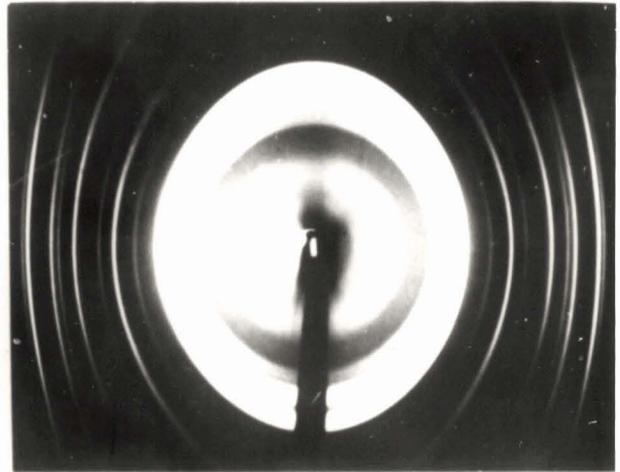
E 450°C

X 400

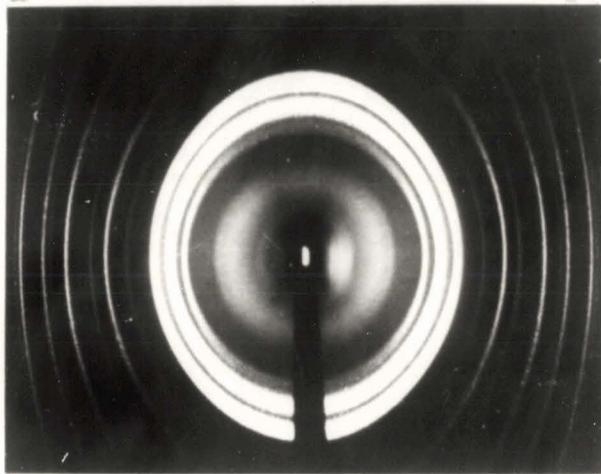




A 50°C

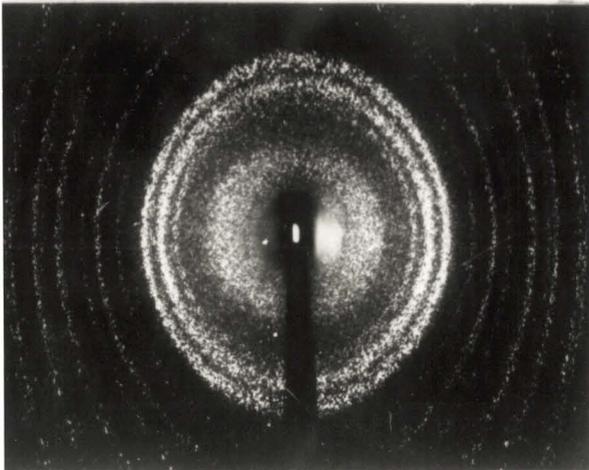


B 90°C

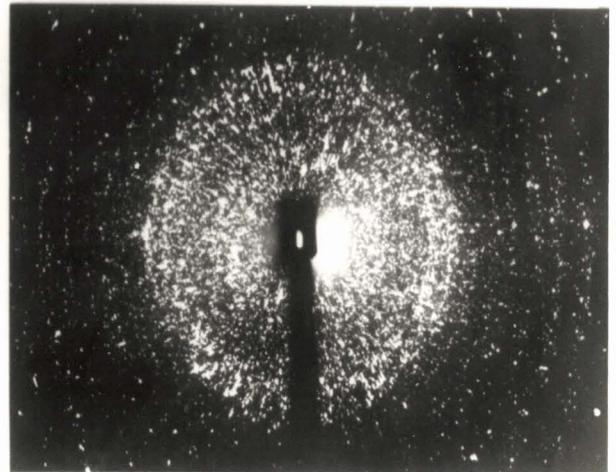


C
210°C

D 330°C



E 450°C



III - Etude de la recristallisation par recuits isothermes de durée croissante :

1°) Principe et mode opératoire :

Le Magnésium écroui (brut de laminage) présente un excès de résistivité $\Delta \rho_0$ par rapport au Magnésium parfaitement recristallisé. Nous avons suivi en fonction du temps de recuit la diminution du rapport de résistivité ρ d'un échantillon de Magnésium bidistillé écroui dans les mêmes conditions que précédemment ; ceci permet par soustraction de connaître l'excès de résistivité $\Delta \rho$ subsistant après chaque durée de recuit.

Nous avons effectué cette étude pour trois températures distinctes : 259° C, 306° C, 356° C, températures où l'évolution est assez rapide.

Les recuits sont effectués dans un bain d'étain liquide maintenu à température constante (point d'ébullition d'un corps pur).

259° C ébullition de l' α chloronaphtalène

306° C ébullition de la benzophénone

356° C ébullition du Mercure.

Les fils de Mg sont recuits en tube scellé sous pression partielle d'Argon.

Ce dispositif permet d'obtenir une zone de température constante à $\pm 2^\circ$ sur une longueur de 25 cm, et permet de plus une montée en température très rapide des échantillons.

2°) Résultats :

259° C		306° C		356° C	
T mm	ρ	T mm	ρ	T mm	ρ
0	0,1666	0	0,1664	0	0,1672
2	0,1544	2	0,1442	1	0,1412
4	0,1526	4	0,1421	2	0,1399
7	0,1510	7	0,1410	4	0,1388
12	0,1493	12	0,1403	7	0,1374
20	0,1475	22	0,1392	10	0,1364
30	0,1457	37	0,1385	15	0,1354
45	0,1440	60	0,1378	22	0,1346
65	0,1425	100	0,1370	32	0,1337
90	0,1408	180	0,1362	45	0,1327
120	0,1394	360	0,1346	60	0,1321
180	0,1382	720	0,1319	90	0,1312
300	0,1373	1560	0,1302	135	0,1299
540	0,1361	3000	0,1297	195	0,1282
1440	0,1353				
3240	0,1331				
6960	0,1305				
9960	0,1299				

Tableau II

Évolution du rapport de résistivité ρ en fonction du temps.

Nous avons rassemblé sur la figure 6 les trois courbes

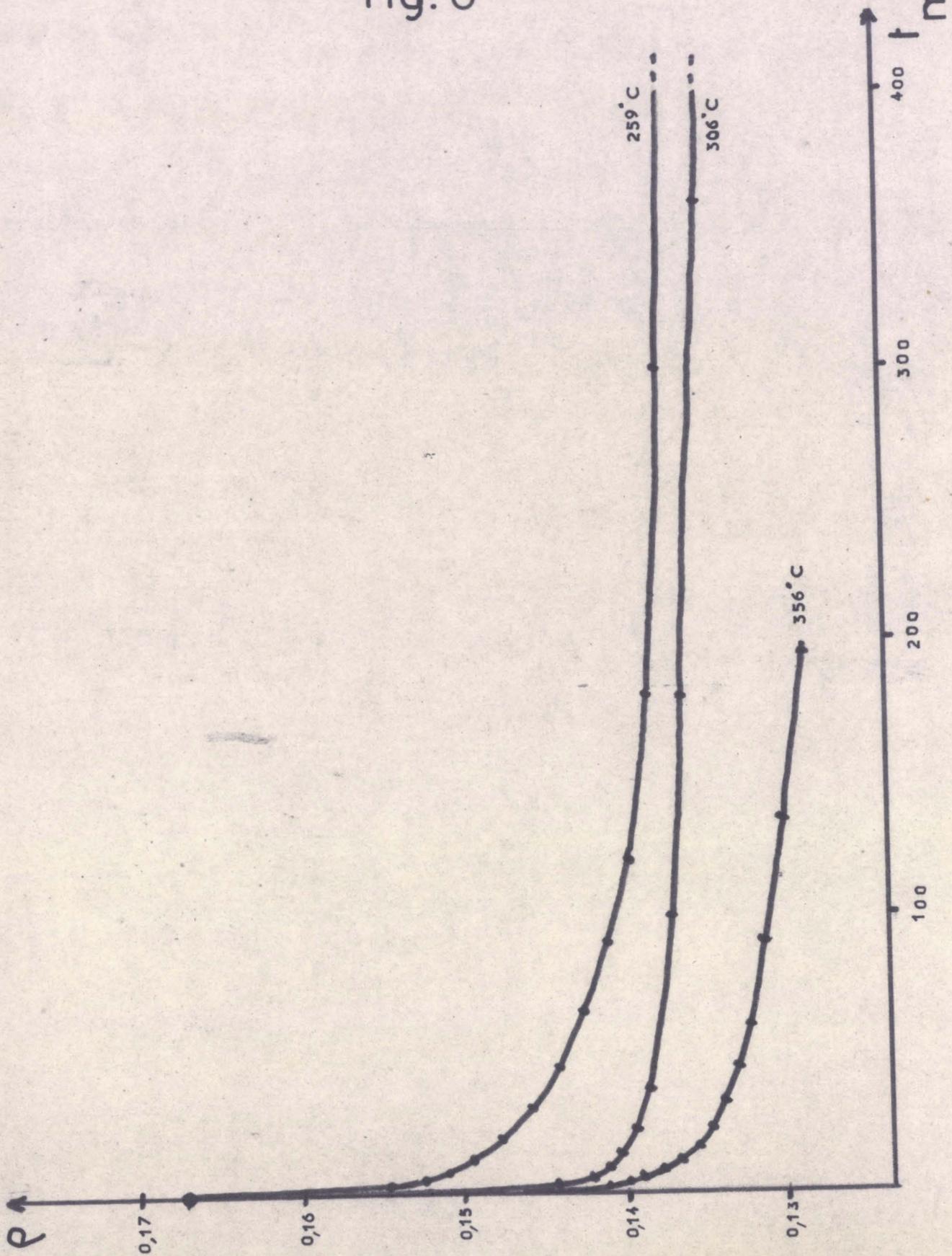
$$\rho = f(t) \text{ pour } 259, 306 \text{ et } 356^\circ \text{ C.}$$

3°) Interprétation théorique :

Si l'on applique au phénomène de la recristallisation la représentation générale d'AVRAMI (4) pour les processus s'effectuant par germination et croissance, le volume V de métal écroui subsistant après un recuit de durée t peut être représenté par une fonction de la forme : $V = V_0 \exp(-At^n)$

$$\text{Log}_e \frac{V_0}{V} = At^n$$

fig. 6



$$\log \left(\log_e \frac{V_0}{V} \right) = \log A + n \log t$$

ce qui donne une relation linéaire entre $\log \left(\log_e \frac{V_0}{V} \right)$ et $\log t$

En pratique nous ne mesurons pas V_0 et V mais ΔP_0 ($P_{\text{initial}} - P_{\text{final}}$) et ΔP (P au temps $t - P_{\text{final}}$)

Le rapport $\frac{\Delta P_0}{\Delta P}$ n'étant pas rigoureusement proportionnel à $\frac{V_0}{V}$ on ne peut obtenir la valeur de n .

Cependant si l'on trace la courbe : $\log \left(\log_e \frac{\Delta P_0}{\Delta P} \right) = f(\log t)$ on peut avoir l'allure générale du phénomène.

Dans le cas d'un phénomène unique on a une courbe simple ; dans le cas contraire, où se succèdent plusieurs phénomènes, on obtient une courbe présentant un ou plusieurs paliers.

Les valeurs de $\log \left(\log_e \frac{\Delta P_0}{\Delta P} \right)$ et de $\log t$ portées sur les courbes (figure 7) sont calculées à partir des résultats expérimentaux du tableau II.

Pour la cinétique à 259° C, on observe un palier séparant 2 parties d'évolution importante, la première étant la recristallisation proprement dite et la seconde correspondant à un grossissement du grain.

Pour les cinétiques à 306° et 356° les phénomènes sont moins séparés.

4°) Calcul de l'énergie d'activation :

Pour décrire de façon quantitative le phénomène de recristallisation d'un métal, il nous a paru intéressant de calculer l'énergie d'activation de recristallisation.

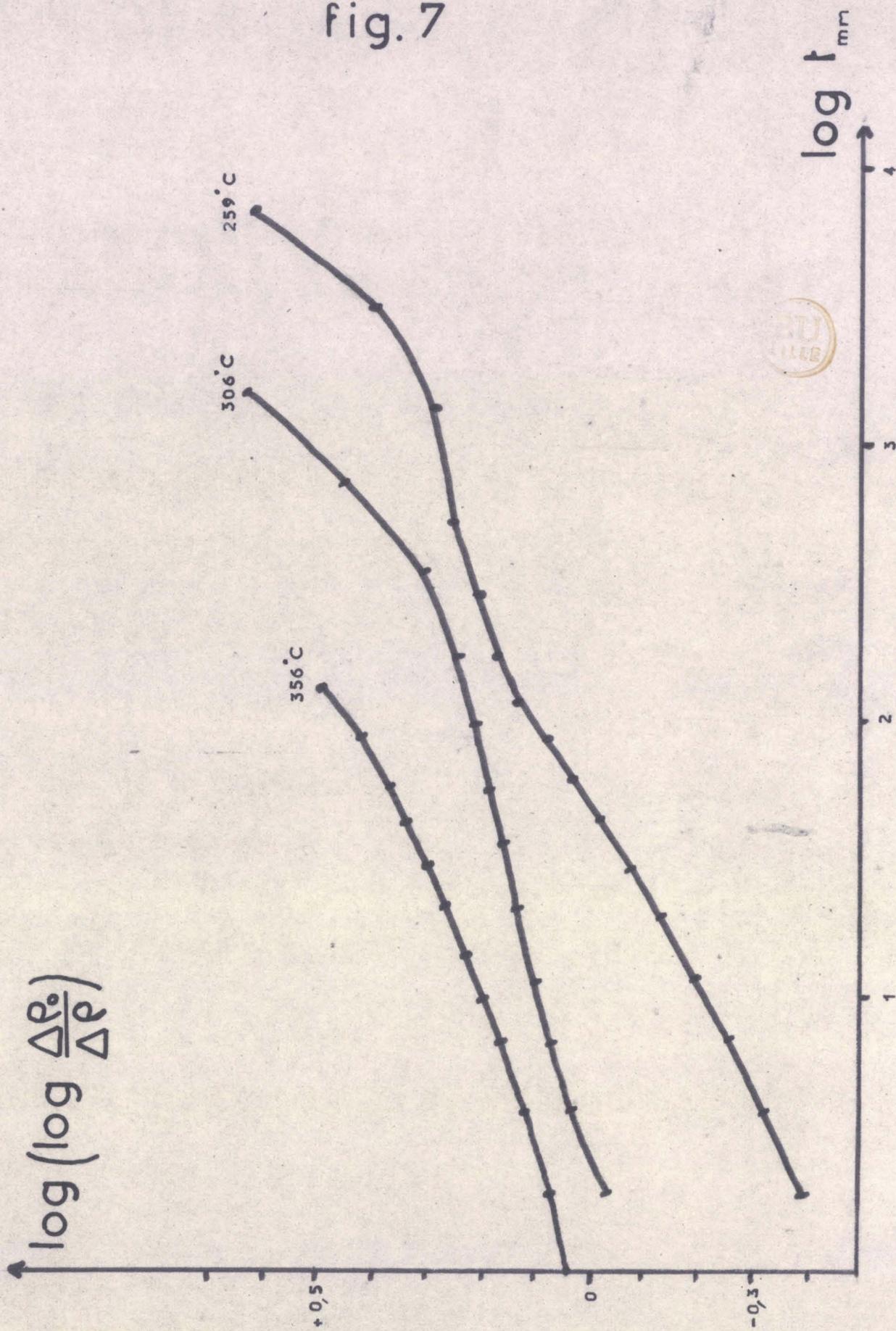
On sait que la cinétique d'AVRAMI donne une forme mathématique exprimée par une exponentielle :

$$V = V_0 \exp \left(-At^n \right) \text{ que l'on écrira : } X = \exp \left(-AT^n \right)$$

La constante de vitesse K d'une réaction dépendant d'une énergie d'activation est donnée par la relation de VANI'HOFF

$$K = B \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (B = \text{constante})$$

fig. 7



d'où $v = D \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$ $v =$ vitesse de recristallisation
 $D =$ constante .

Or $v = -\frac{dX}{dt}$ $\frac{dX}{dt} = \text{Ant}^{(n-1)} \exp(-At^n)$

$\frac{dX}{dt} = -\text{Ant}^{(n-1)} X$ or $\text{Log } X = -At^n$

Donc $\frac{dX}{dt} = \frac{n}{t} X \text{Log } X$

On a donc : $v = -\frac{n}{t} X \log X = D \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$

Si l'on fixe X (ce qui revient à fixer ρ), on a :

$D \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) = -\frac{n}{t} E$ (E constante négative.)

$D \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) = (-E) \frac{n}{t}$

en passant aux logarithmes : $\text{Log } t = -\frac{Q}{RT} + \text{constante.}$

Si l'on trace les courbes $\log t = f\left(\frac{1}{T}\right)$ (T étant le temps

mis pour atteindre une même valeur de ρ) on obtient des droites dont la pente est proportionnelle à Q .

Pour cela nous avons tracé sur la figure 8 les courbes donnant $\rho = f(\log t)$ pour les cinétiques effectuées à 259° C, 306° C et 356° C. Pour des valeurs de ρ variant de 20 en $20 \cdot 10^{-4}$. de 0,1440 à 0,1300 nous avons alors porté sur la figure 9

$\log t = f\left(\frac{1}{T}\right)$

Les résultats sont résumés dans le tableau III.

fig. 8

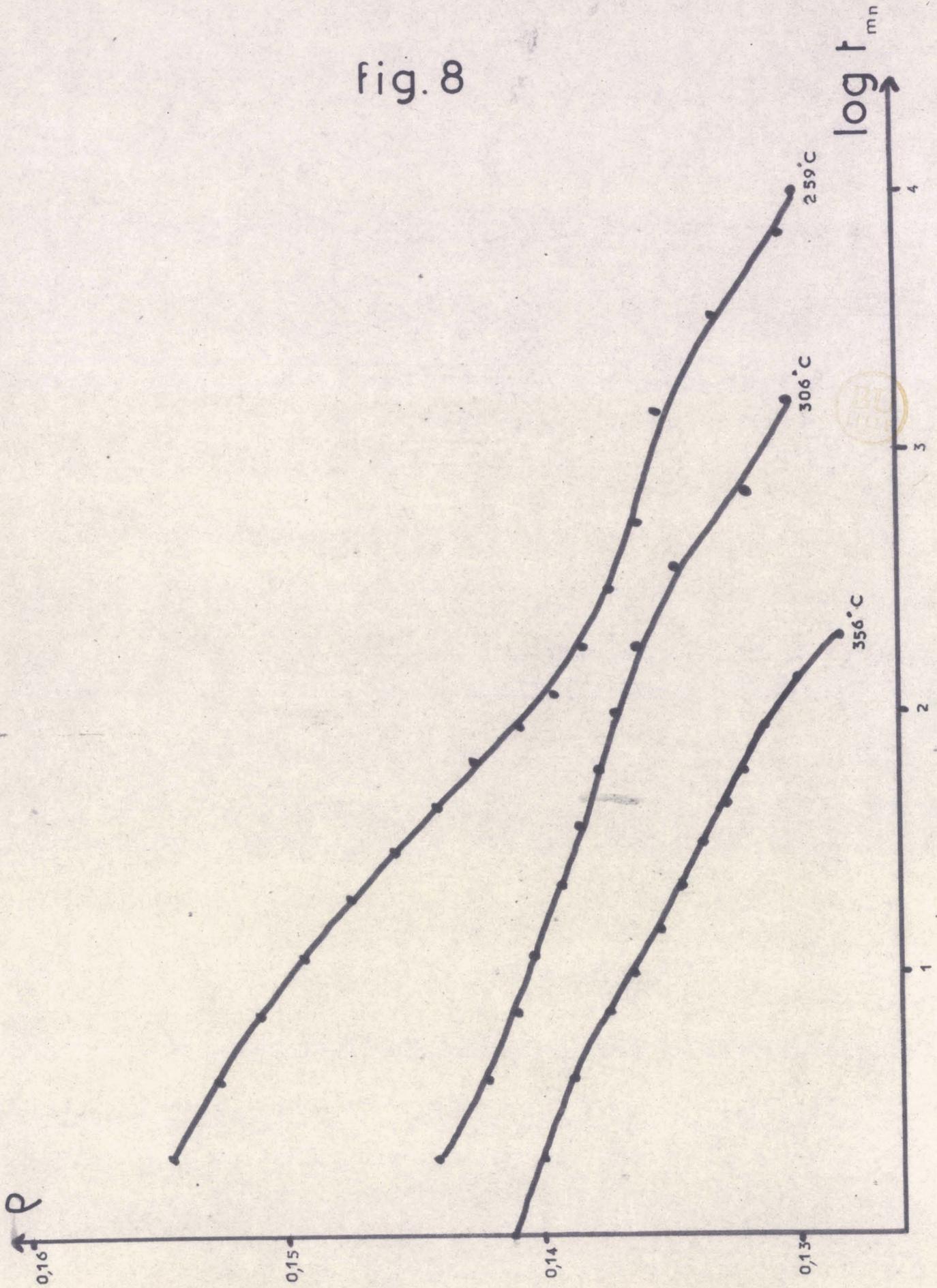
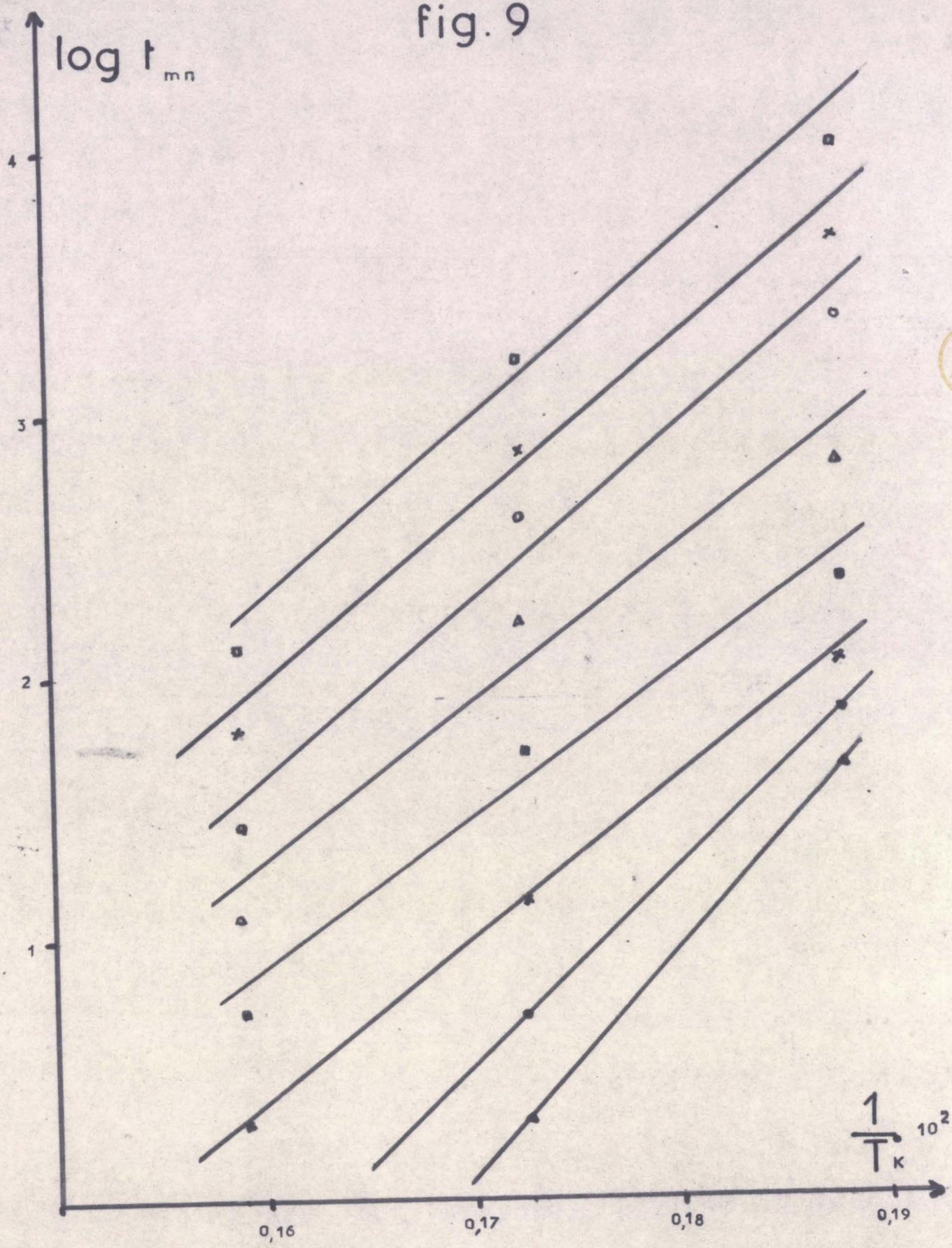


fig. 9



ρ	Q cal/ at.g	Q Moyen	ΔQ Moyen
0,1440	39203	30800	3000
0,1420	34520		
0,1400	27951		
0,1380	25966		
0,1360	27589		
0,1340	30687		
0,1320	29803		
0,1300	30687		

Tableau III



Nous pouvons citer à titre de comparaisons les valeurs trouvées pour le Plomb, l'Etain et l'Aluminium de pureté commerciale : (5, 6, 7,)

Plomb	19000	43000	cal/ at.g
Etain	22000		"
Aluminium	33000		"

DEUXIEME PARTIE

Etude de la recristallisation du Magnésium purifié par zone fondue

Titre 99,962 %

I - Obtention et mode d'écrouissage :

Le Magnésium purifié est obtenu par la méthode de la zone fondue.

Les travaux ont été effectués au Laboratoire de Métallurgie de la Faculté des Sciences de Lille par VANDERSCHAEGHE à partir du Magnésium commercial bidistillé, étudié précédemment.

Après 10 passages de zone sur un barreau de Magnésium bidistillé on obtient dans la partie centrale du lingot un Magnésium de titre 99,962 %.

Ce Magnésium est écroui par laminage dans les conditions suivantes :

On part d'un bloc de 16 mm d'épaisseur qu'on lamine par passes croisées de 0,8 mm à 450° C jusqu'à une épaisseur de 5 mm environ.

On effectue alors un recuit. de 30 mn à 450° C.

On amène ensuite à 0,5 mm d'épaisseur par passes de 15 % à 250°.

On termine le laminage en partant de 250° C sans rechauffage intermédiaire par passes de 0,04 mm jusqu'à 20/100 mm d'épaisseur.

Aussitôt la dernière passe de laminage effectuée, le Magnésium est plongé dans l'Azote liquide pour éviter toute évolution à température ambiante.

Le Magnésium écroui ainsi obtenu a pour rapport de résistivité 0,1700, valeur voisine de celle du Mg bidistillé brut de laminage étudié précédemment.

II - Etude de la recristallisation par recuits isochrones à température croissante :

Nous avons déjà détaillé précédemment le principe de cette étude.

La durée des recuits est encore standardisée à une heure.

Le premier recuit est effectué à -79° C température de sublimation de la glace carbonique.

Les échantillons bruts de laminage sont découpés et placés sur le porteur dans l'Azote liquide.

Les fils de Magnésium sont recuits avec le porte échantillon sans démontage. La mesure de résistance est faite à 77° K, après chaque recuit mais la mesure de résistance à 273° K n'est effectuée que pour les recuits se faisant à température supérieure ou égale à 0° C. Pour les recuits effectués à température inférieure à 0° C on peut atteindre R_{T_0} par le calcul . l'échantillon n'étant pas démonté de son porteur, durant toute la première partie de l'étude, sa géométrie n'a pas changé.

Par exemple, nous mesurons la résistance électrique d'un échantillon brut de laminage à 77° K.

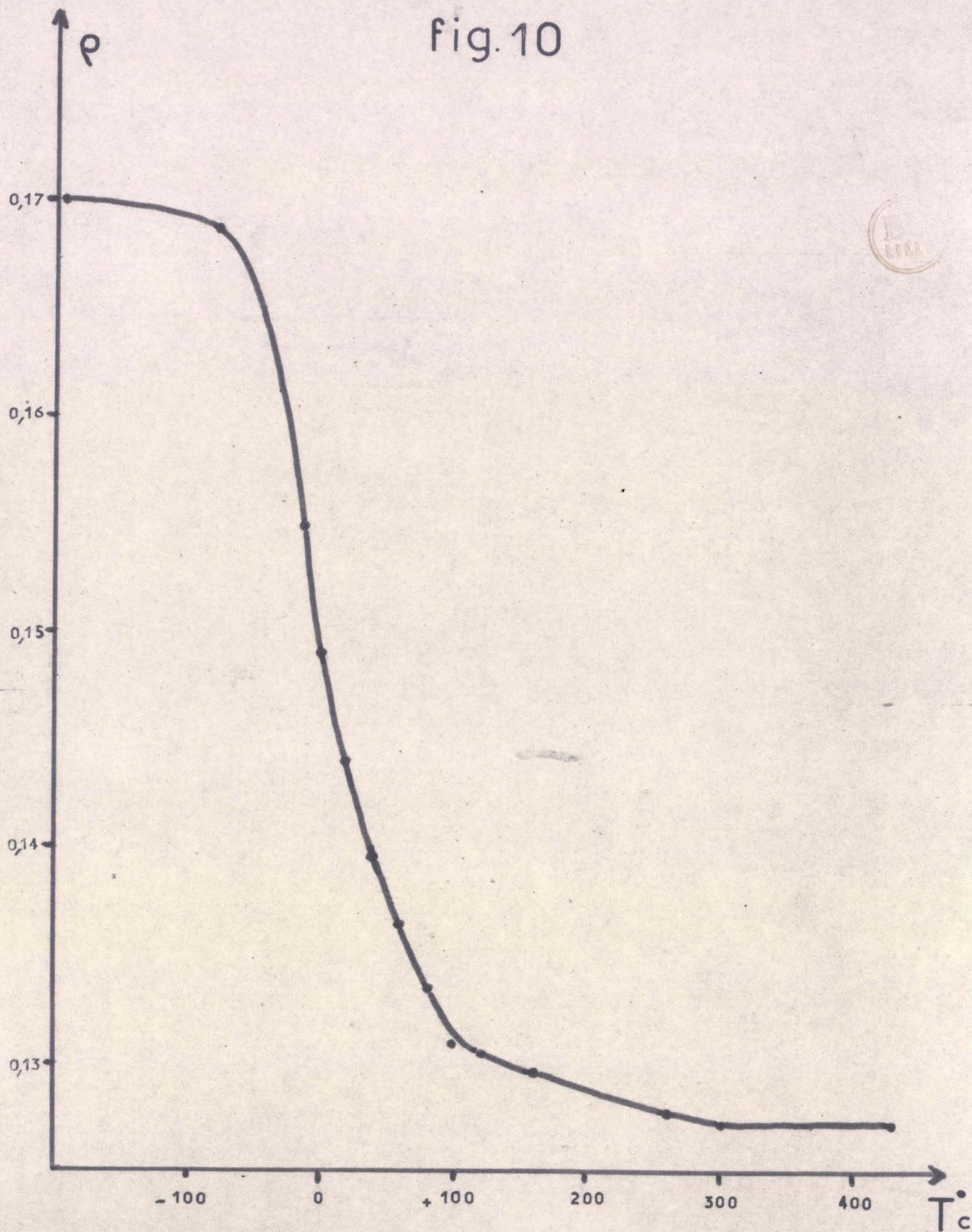
Nous trouvons $1,253 \cdot 10^{-3} \Omega$.

Après un recuit d'une heure à -13° C et un recuit d'une heure à 0° C nous trouvons comme valeur de résistance électrique à 77° K, $1,071 \cdot 10^{-3} \Omega$. et comme valeur de résistance électrique à 273° K : $7,187 \cdot 10^{-3} \Omega$.

La valeur absolue de la résistance électrique ayant varié de $0,182 \cdot 10^{-3} \Omega$ à 77° K on peut admettre qu'elle a varié de la même valeur à 273° K, ce qui donne comme valeur de résistance électrique à 273° K pour l'échantillon brut de laminage $7,369 \cdot 10^{-3} \Omega$

Nous obtenons ainsi les valeurs résumées dans le tableau suivant (IV)

fig.10



T° C	ρ
Brut de laminage	0,1700
- 79°	0,1685
- 13°	0,1549
0°	0,1490
20°	0,1440
40°	0,1396
60°	0,1364
80°	0,1336
100°	0,1309
120°	0,1306
160°	0,1296
259°	0,1278
306°	0,1272
430°	0,1272

Tableau IV

Nous avons porté sur la figure 10 $\rho = f(T^\circ)$. Nous nous apercevons d'ores et déjà que le Magnésium purifié par zone fondue recristallise dans une gamme de température beaucoup plus basse que le Magnésium bidistillé, ce qui nous permet de choisir les températures auxquelles nous effectuerons les études cinétiques.

III - Etude de la recristallisation par recuits isothermes de durée croissante :

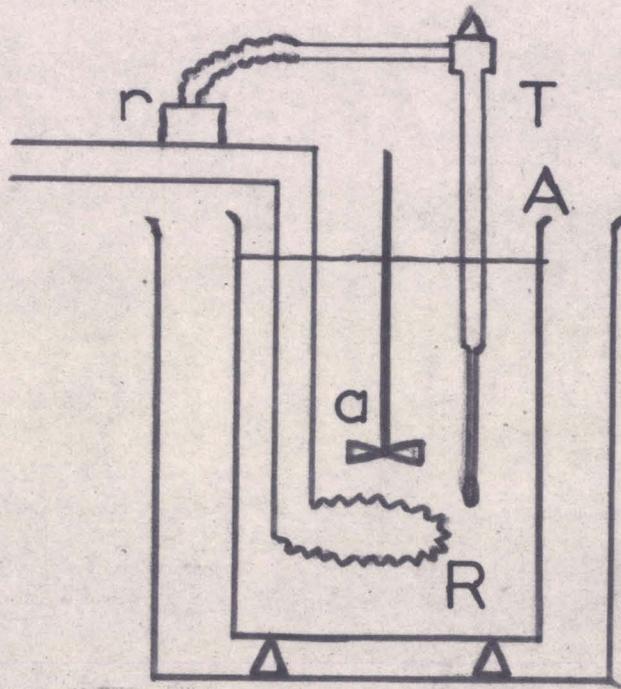
1°) Principe et mode opératoire :

Nous avons choisi comme températures 0°, 20°, 40° et 60° C.

Les échantillons sont découpés et placés sur le porte échantillon dans l'Azote liquide. Ils ne seront pas démontés durant toute l'étude.

Les recuits s'effectuent dans une enceinte thermostatée remplie de Xylène. On y plonge directement les échantillons au contact même du Xylène; ce qui permet une mise en température très rapide. (figure 11).

fig. 11



R RESISTANCE CHAUFFANTE
T THERMOMETRE A CONTACTS
a AGITATEUR
r RELAIS

La résistance R sert de source de chaleur. La source froide est l'air ambiant pour les températures de 40° et 60° C.

Pour les recuits effectués à 20° C la source froide est constituée par une seconde enceinte à circulation d'eau froide où l'on immerge l'enceinte A.

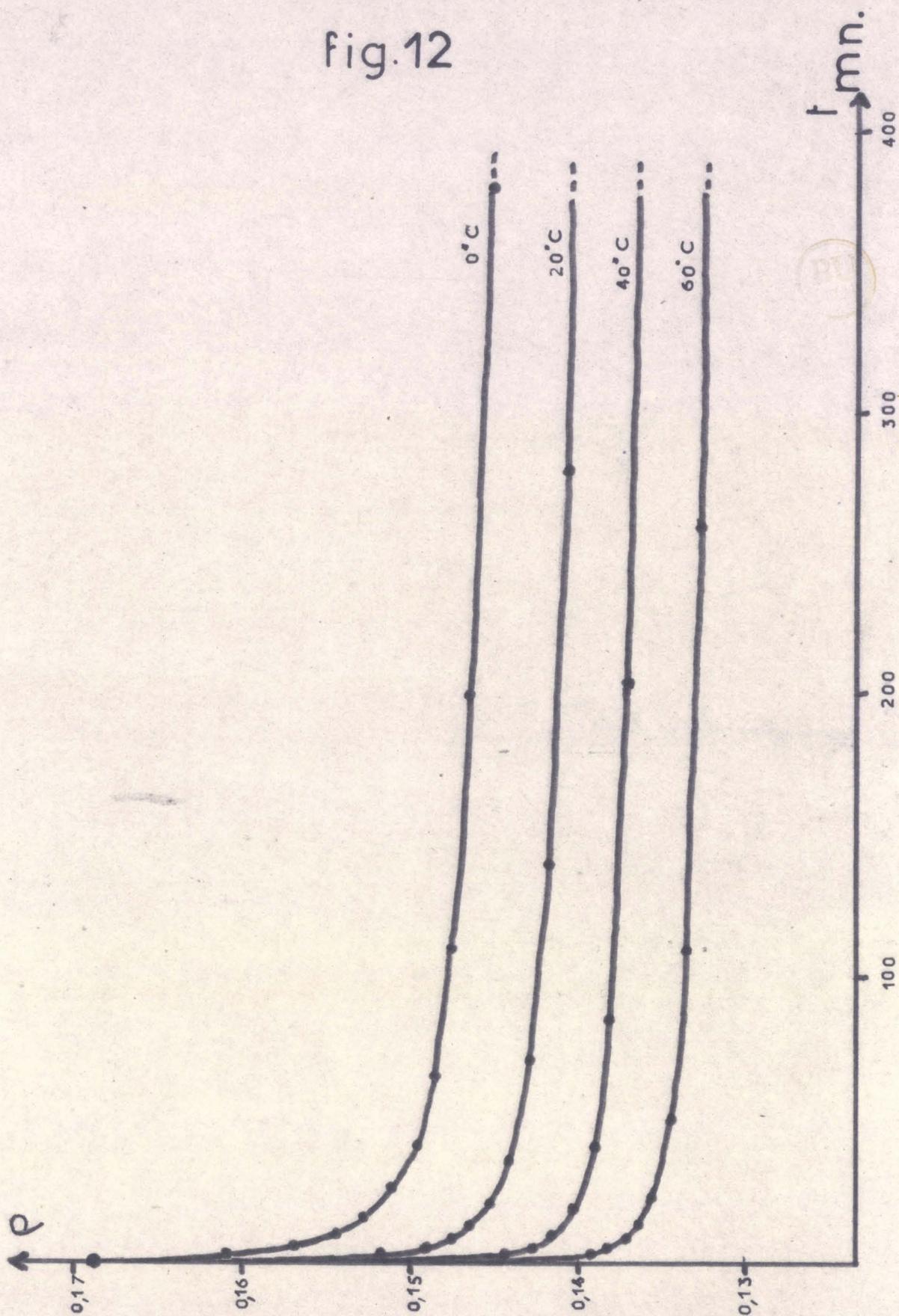
Pour les recuits effectués à 0° C la source froide est le bac d'un congélateur contenant un mélange eau-alcool à -10°, où plonge l'enceinte A.

2°° Résultats :

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau V

Cinétique à 0° C		Cinétique à 20° C	
t mn	ρ	t mn	ρ
0	0,1685	0	0,1690
2	0,1610	2	0,1516
5	0,1570	4	0,1491
9	0,1545	7	0,1476
15	0,1528	12	0,1464
25	0,1510	20	0,1451
40	0,1495	35	0,1441
65	0,1485	70	0,1429
110	0,1474	140	0,1418
200	0,1465	280	0,1407
380	0,1451	640	0,1398
740	0,1438	1480	0,1386
1580	0,1422	3280	0,1375
3260	0,1408	6280	0,1366
8780	0,1397	10120	0,1356
18860	0,1395	13300	0,1354

fig.12



Cinétique à 40° C		Cinétique à 60° C	
t mn	ρ	t mn	ρ
0	0,1692	0	0,1689
2	0,1443	2	0,1392
4	0,1427	4	0,1382
8	0,1416	7	0,1371
18	0,1403	12	0,1363
40	0,1390	22	0,1356
85	0,1382	50	0,1345
205	0,1369	110	0,1337
505	0,1359	260	0,1328
1015	0,1349	620	0,1319
2215	0,1338	1520	0,1316
5095	0,1338		

Tableau V

Nous avons porté sur la figure 12 $\rho = f(t)$ pour les 4 températures choisies.

Nous constatons que le fait d'élever la température influe surtout la vitesse de début de recristallisation. Après une heure de recuit on peut constater que la vitesse de recristallisation est sensiblement la même dans l'intervalle 0° - 60° C.

3°) Interprétation théorique :

Nous avons cherché à définir les caractéristiques théoriques du phénomène en étudiant comme précédemment la fonction :

$$\log \left(\text{Log}_e \frac{\Delta \rho_0}{\Delta \rho} \right) = f(\log t)$$

Les résultats sont reportés sur la figure 13.

L'état final à 0° est différent de l'état final aux températures plus élevées ce qui peut entraîner une incertitude sur la façon dont $\Delta \rho$ et $\Delta \rho_0$ sont définis et explique que les courbes correspondant aux cinétiques à 0° et 20° C se recoupent vers la fin de la cinétique.

fig.13

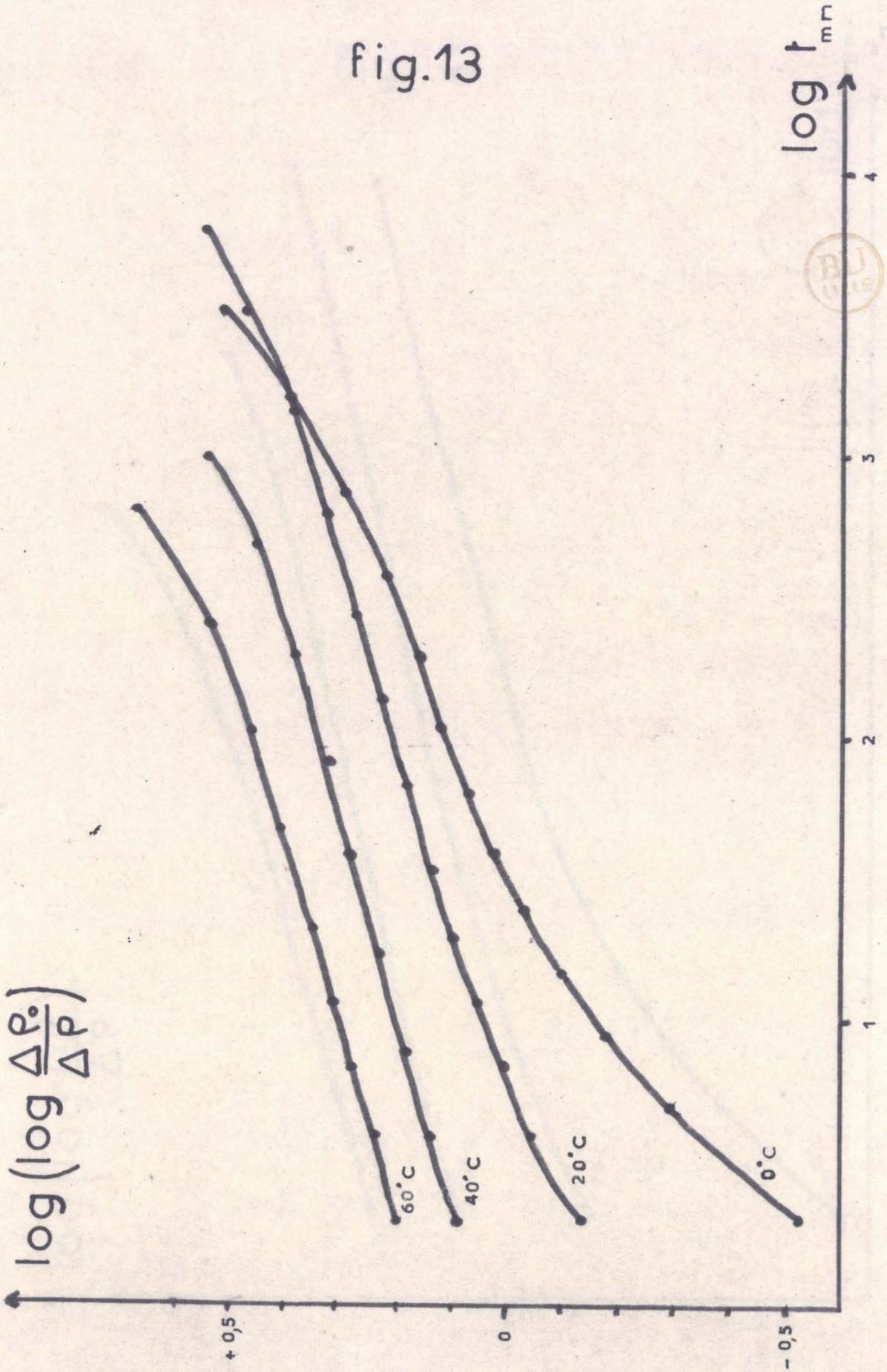
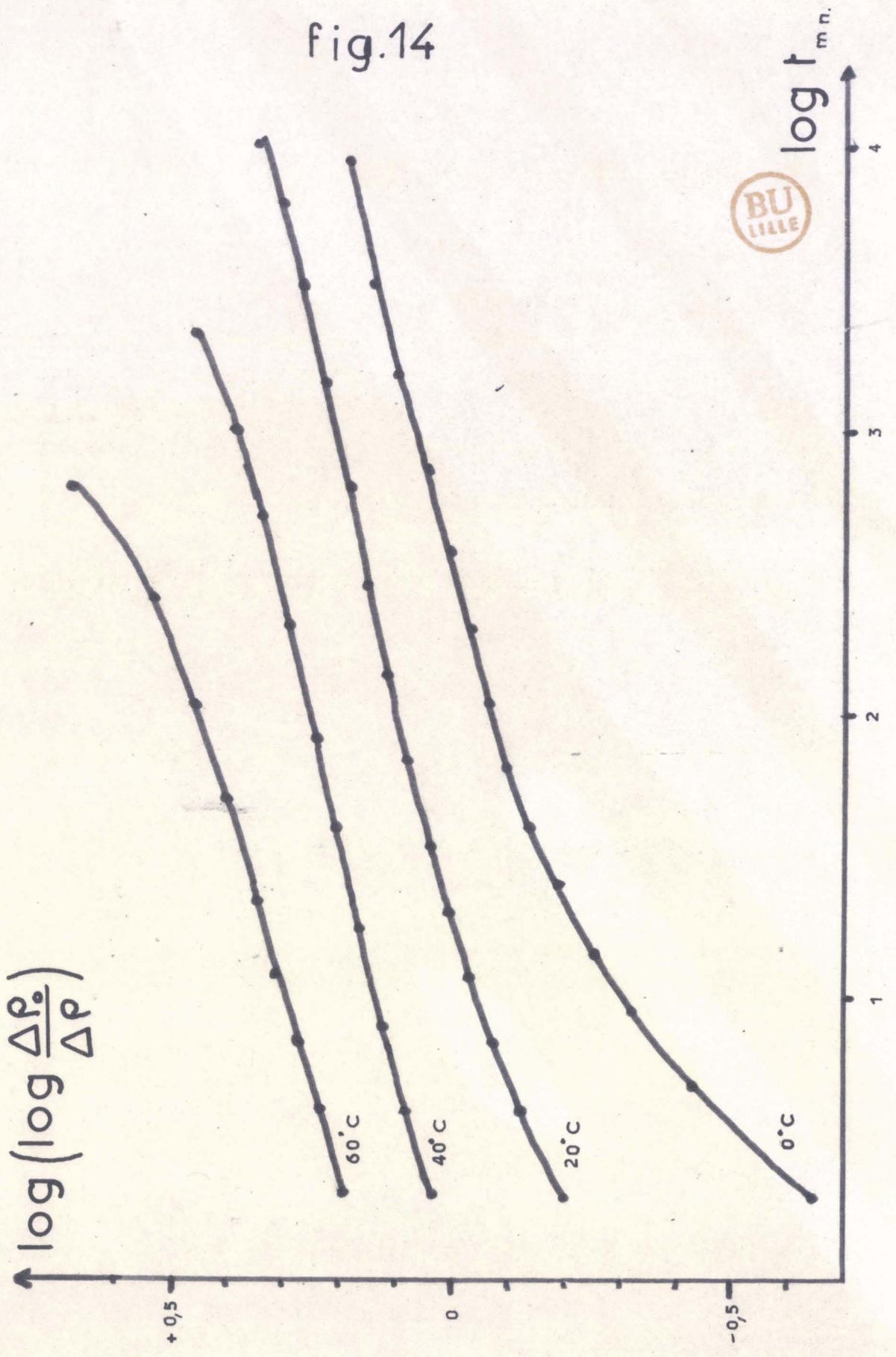


fig.14



Pour vérifier cette hypothèse, nous avons retracé les mêmes courbes en prenant pour valeur finale de ρ la valeur finale atteinte à 60° C. Nous voyons alors sur la figure 14 que les 4 courbes obtenues sont sensiblement parallèles. Les pentes sont égales donc les exposants n sont identiques et le phénomène fondamental de la recristallisation est bien le même dans le domaine de température considéré.

4°) Calcul de l'énergie d'activation :

Nous avons cherché à déterminer l'énergie d'activation de recristallisation du Magnésium purifié par zone fondue.

Nous avons procédé comme précédemment pour le Magnésium bidistillé.

Nous avons porté sur la figure 15 $\rho = f(\log t)$ pour les quatre cinétiques à 0°, 20°, 40°, 60°.

Pour des valeurs déterminées de ρ nous avons alors tracé sur la figure 16 $\log(t) = f\left(\frac{1}{T}\right)$.

Nous obtenons les résultats suivants :

C	Q cal/at. g	Q moyen	ΔQ
0,1520	18866	25500	4500
0,1500	19512		
0,1480	19814		
0,1460	21922		
0,1440	22796		
0,1420	23239		
0,1400	24650		
0,1380	29936		
0,1360	31815		
0,1340	32666		

Pour un même état d'avancement les points sont bien alignés mais on a une lente variation de Q au fur et à mesure de l'évolution.

fig.15

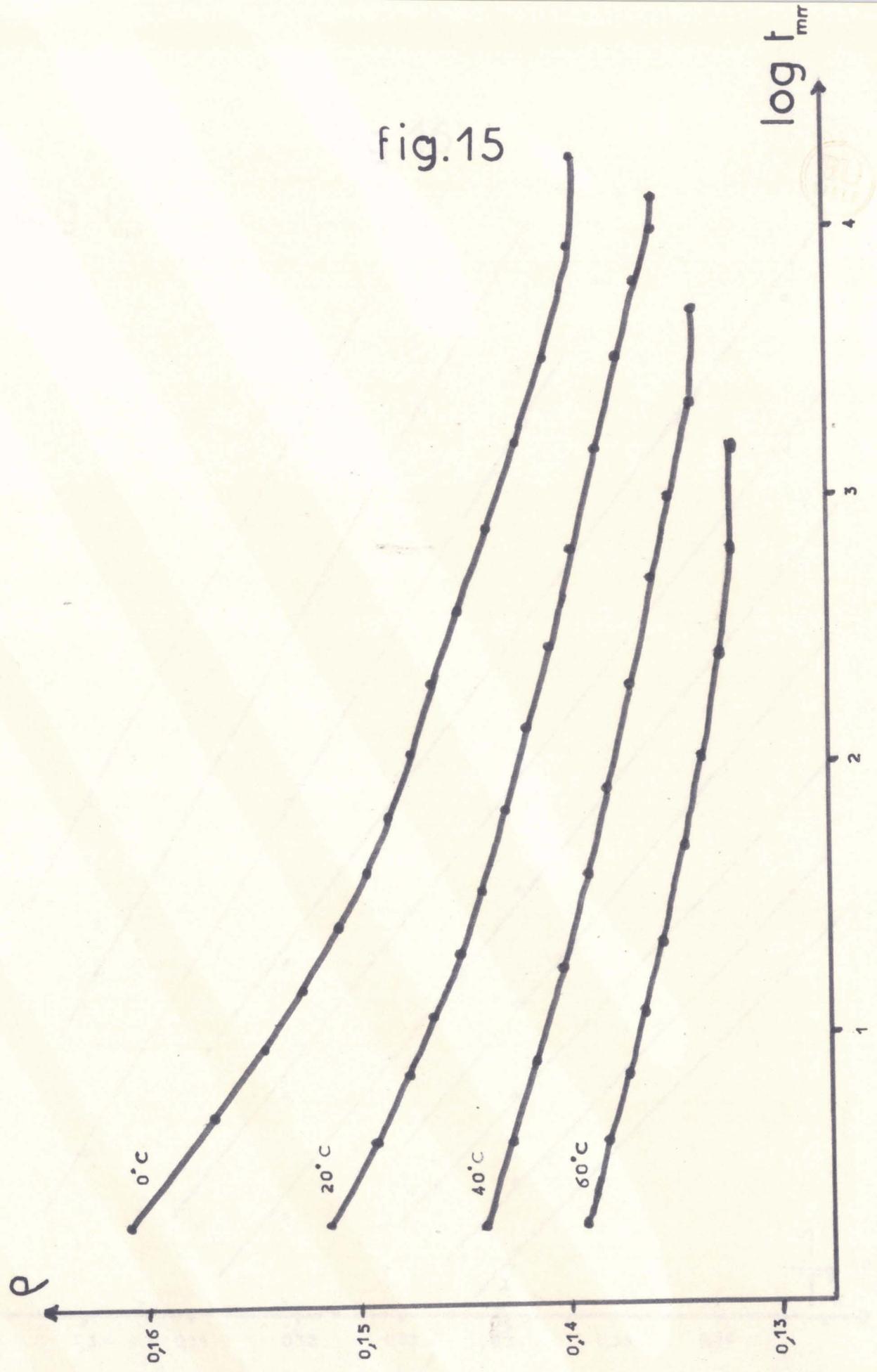
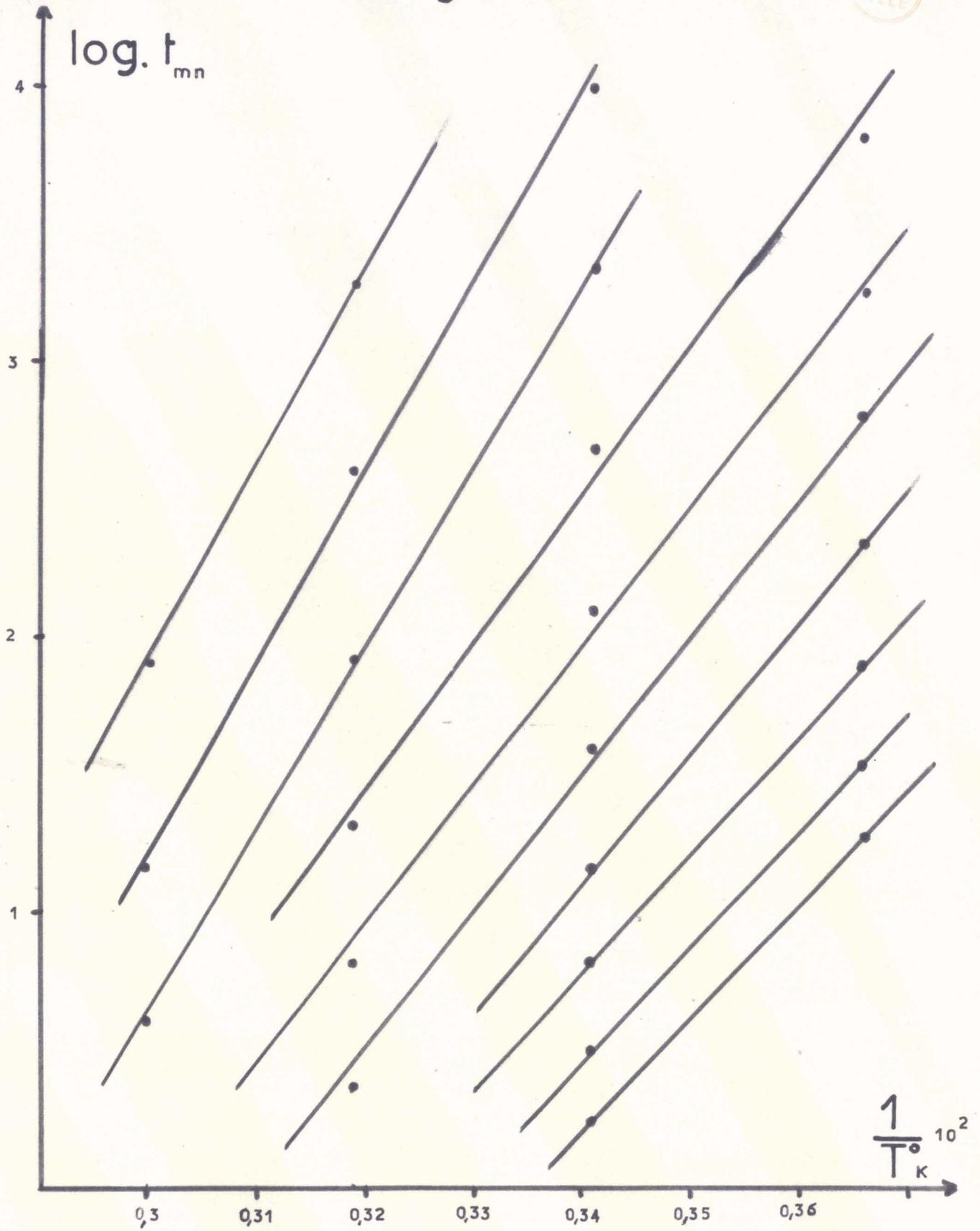


fig.16



IIIe PARTIE

Comparaison de l'aptitude à la recristallisation des
deux qualités de Magnésium.



Il a été montré et c'est maintenant une règle générale que la purification poussée d'un métal amène un abaissement appréciable de sa température de recristallisation après écrouissage donné. A titre d'exemple, nous pouvons citer (8) les travaux effectués sur l'Aluminium, le Fer, le Zirconium, le Cuivre, le Nickel dont les températures de recristallisation sont indiquées dans le tableau suivant :

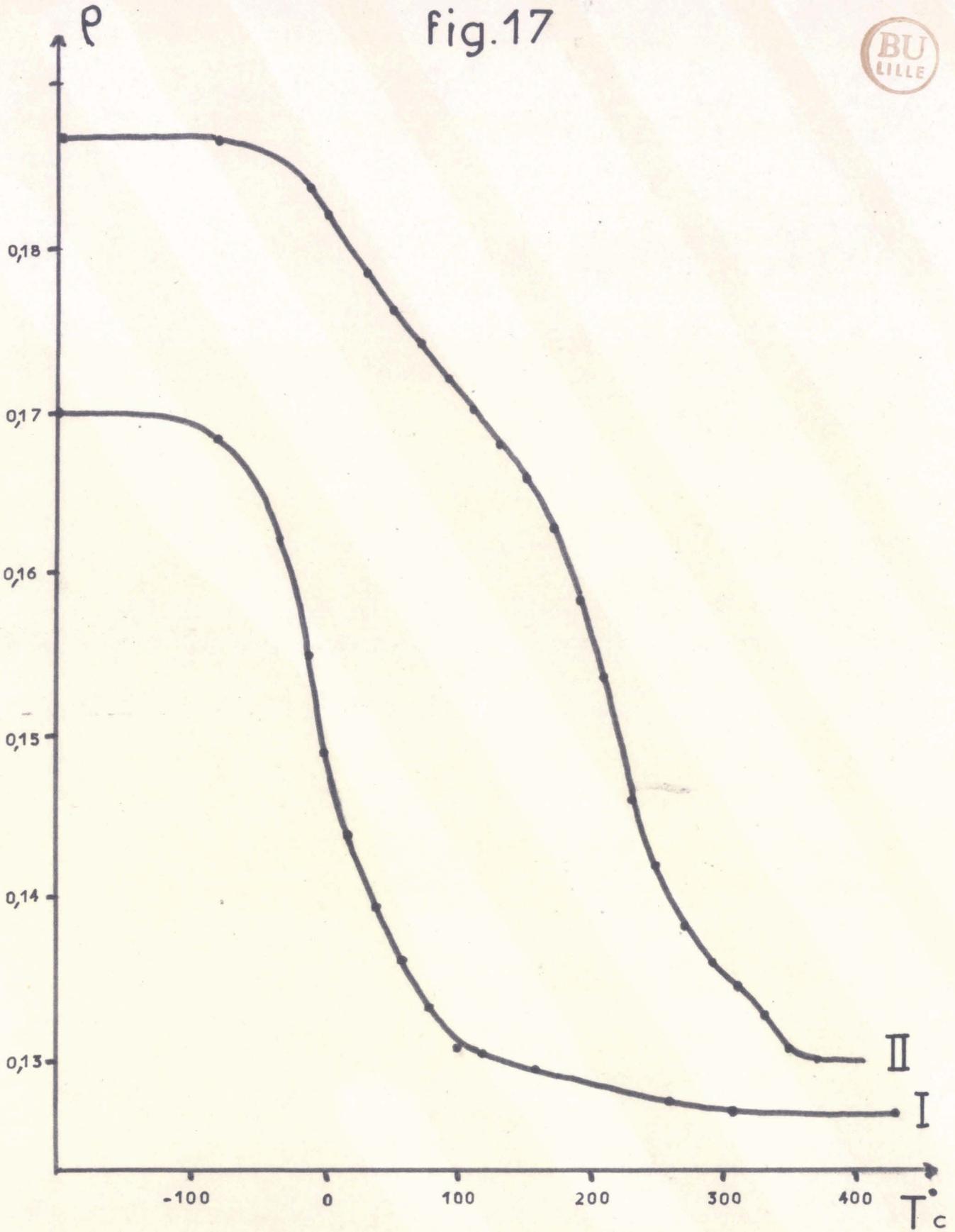
Element	Température de recristallisation		ΔT
	pureté commerciale	purifié par zone fondue	
Aluminium	200°	-50°	250°
Fer	480°	300°	180°
Zirconium	450°	170°	280°
Cuivre	180°	80°	100°
Nickel	600°	300°	300°

Nous avons repris un morceau de Magnésium bidistillé commercial que nous avons laminé pratiquement dans les mêmes conditions que le Magnésium purifié par zone fondue.

Nous avons suivi sur ce métal écroui la recristallisation par recuits isochrones d'une heure à température croissante :

ρ	T° (C)	ρ	T° (C)
0,1868	-196°	0,1629	170°
0,1868	- 79°	0,1585	190°
0,1839	- 13°	0,1538	210°
0,1823	0°	0,1464	230°
0,1786	30°	0,1423	250°
0,1763	50°	0,1387	270°
0,1743	70°	0,1364	290°
0,1720	90°	0,1349	310°
0,1702	110°	0,1330	330°
0,1680	130°	0,1310	350°

fig.17



Sur la figure 17, on peut voir l'allure du phénomène de recristallisation en portant $\rho = f(T^\circ)$ pour le Magnésium bidistillé (courbe II) et le Magnésium purifié par zone fondue (Courbe I).

Pour atteindre dans les deux cas la même valeur de ρ on note une différence de température de 220° environ.

Cet abaissement de la température de recristallisation pour le Magnésium purifié confirme donc la règle que la purification d'un métal amène un abaissement appréciable de sa température de recristallisation.

Cependant, il faut constater que le métal n'a pas atteint une pureté optimum. De plus, toutes les impuretés n'ont pas la même influence sur le phénomène de recristallisation. Il serait donc nécessaire d'obtenir un métal très pur et d'étudier systématiquement l'influence de chaque élément étranger pour pouvoir conclure définitivement.

Nous avons porté sur la figure 18 les courbes dérivées obtenues à partir des courbes I et II de la figure 17 et de la courbe de la figure III. Nous portons en fonction de la température la diminution de résistivité électrique correspondant à une élévation de température de 10° .

Ces courbes mettent mieux en évidence quels sont les différents processus d'élimination de l'excès de résistivité.

On constate que pour le métal bidistillé (courbes II et III) on observe trois pics :

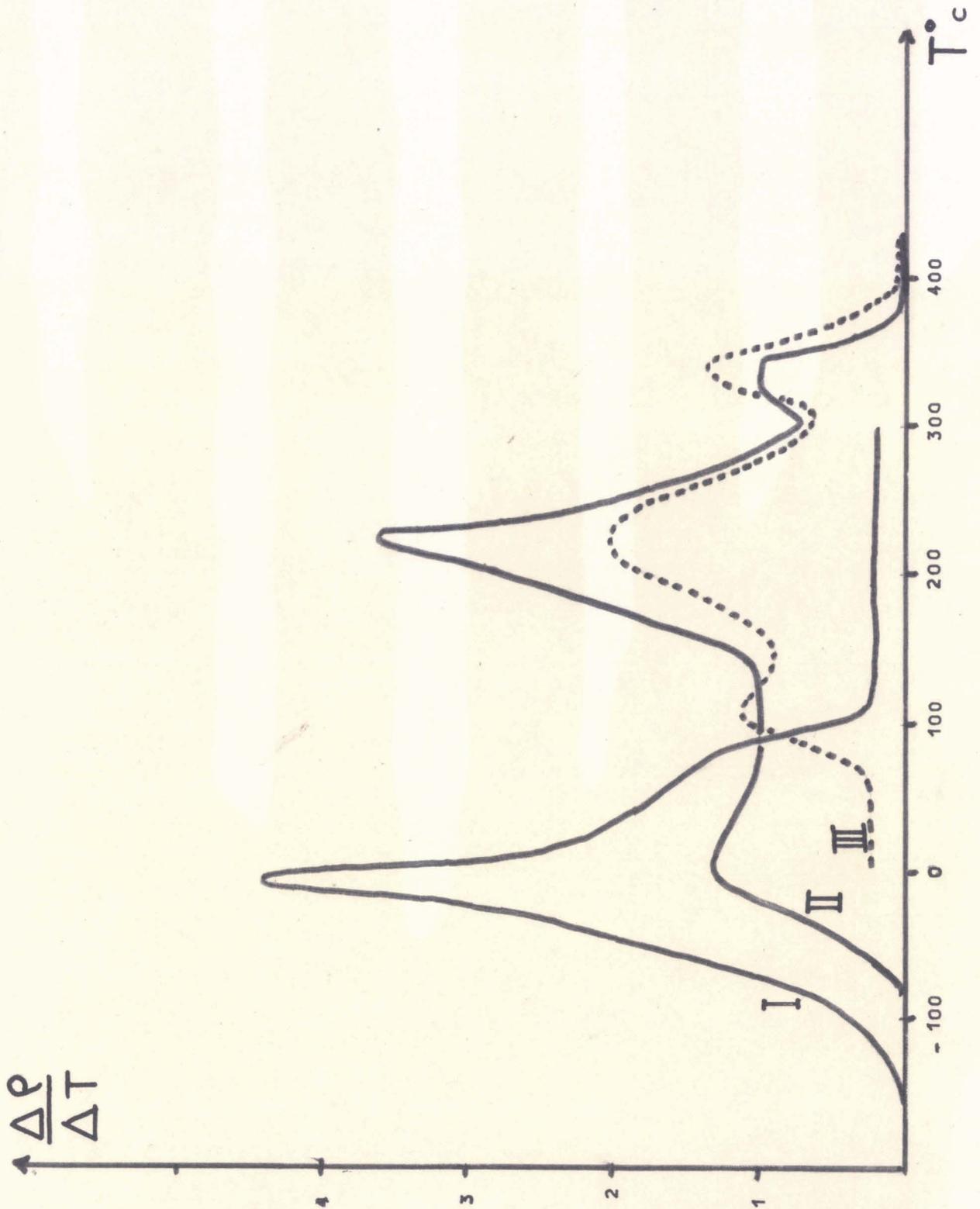
- Le premier pic correspond au stade de la restauration, puisque sur les diagrammes de diffraction de Rayons X on n'observe pas encore la ponctuation caractérisant l'apparition de métal recristallisé.

Ce pic se situe vers 100° (Courbe III) pour le métal ayant séjourné 6 mois à température ambiante alors que pour le métal brut de laminage il se situe vers 0° C. (courbe II)

Cette différence est certainement due à une restauration partielle du métal à la température ambiante.

- le second pic correspond au stade de recristallisation, on constate qu'il se situe dans les deux cas vers 230° C : température que l'on peut fixer comme température de recristallisation du Magnésium bidistillé.

fig.18



- le troisième pic situé vers 350° correspond au stade de grossissement du grain que a été mis en évidence par micrographie (figure 4).

Pour le Magnésium purifié on n'observe qu'un seul pic situé vers 0° C. (courbe I) Ce pic correspond au stade de recristallisation : on peut donc dire que la température de recristallisation du Magnésium purifié par zone fondue est 0° C.

Nous pouvons de plus constater que le stade de restauration n'est pas visible pour le Magnésium purifié; on peut supposer que ce phénomène a eu lieu durant les opérations de laminage qui sont effectuées à température supérieure à l'ambiante.

Si l'on compare maintenant les valeurs des énergies d'activation de recristallisation des deux qualités de Magnésium étudiées on constate qu'elles sont du même ordre de grandeur.

Or il a été noté dans l'aluminium par exemple que pour une teneur en impuretés supérieure à 50 ppm l'énergie d'activation est de 33000 cal/ at. g alors qu'elle est de 13000 cal/ at. g pour une teneur en éléments étrangers de l'ordre de 2 ppm. (9,10)

Il semble donc qu'il faille encore abaisser notablement la teneur en éléments étrangers du Mg purifié pour avoir une variation sensible de l'énergie d'activation.



BIBLIOGRAPHIE

- (1) - M. CARON - Thèse Paris 1955.
- (2) - O. DIMITROV - Thèse Paris 1960.
- (3) - F. MONTARIOL - Thèse Paris 1962.
- (4) - M. AVRAMI - J. Chem. Phys, 8 (1940), 212.
- (5) - K.T. AUST et J.W. RUTTER - Trans. A.I.M.E. 215 (1959)n 820
- (6) - O. DIMITROV et PH. ALBERT - Mem. Sci. Rev. Met. LVI 5 (1959)
491.
- (7) - E.L. HOLMES et W. WINEGARD - J. Inst. Met. 88 (1960) 468.
- (8) - O. DIMITROV - Mem. Sci. Rev. Met. LXII 2 (1965), 59.
- (9) - O. DIMITROV - Comptes rendus, 249, (1965), 265.
- (10) - C. FROIS et O. DIMITROV - Comptes rendus, 257 (1963), 139.