



HAL
open science

Etude du comportement mécanique de différents alliages de Zn-Cu-Ti : influence de la composition sur la pliabilité

Ivan Beaujean

► To cite this version:

Ivan Beaujean. Etude du comportement mécanique de différents alliages de Zn-Cu-Ti : influence de la composition sur la pliabilité. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paul Verlaine - Metz, 1993. Français. NNT : 1993METZ031S . tel-01775424

HAL Id: tel-01775424

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775424>

Submitted on 24 Apr 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

ETUDE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE DIFFERENTS
ALLIAGES DE Zn-Cu-Ti
INFLUENCE DE LA COMPOSITION SUR LA PLIABILITE

Par

Ivan BEAUJEAN

EXCLU DU PRET

THESE

soutenu le 10.9.93 à l'U.F.R. MIM-Sciences de
l'université de Metz, en vue de l'obtention du grade de

Docteur d'université - mention : sciences pour l'ingénieur

EXCLU DU
PRÊT

JURY

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	19930975
Cote	S/M ₃ 93/31
Loc	Magasin

Directeur de thèse

M^{me} M.J. PHILIPPE

professeur à l'université de Metz

Rapporteurs

M. PENELLE R.

directeur de recherches C.N.R.S. à Orsay

M. SCHWARZER R.

professeur à Clausthal (Allemagne)

M. ESLINC

EXCLU DU PRET

IRS
rsité de Metz

M. WEGRIAN J.

Directeur de recherche à

EXCLU DU PRET

**ETUDE DU COMPORTEMENT MECANIQUE DE DIFFERENTS
ALLIAGES DE Zn-Cu-Ti
INFLUENCE DE LA COMPOSITION SUR LA PLIABILITE**

Par

Ivan BEAUJEAN

EXCLU DU PRET

THESE

soutenu le 00.9.93 à l'U.F.R. MIM-Sciences de
l'université de Metz, en vue de l'obtention du grade de

Docteur d'université - mention : sciences pour l'ingénieur

EXCLU DU
PRÊT

JURY

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	19930975
Cote	S/M3 93/31
Loc	Magasin

Directeur de thèse

M^{me} M.J. PHILIPPE

professeur à l'université de Metz

Rapporteurs

M. PENELLE R.

directeur de recherches C.N.R.S. à Orsay

M. SCHWARZER R.

professeur à Clausthal (Allemagne)

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



1RS

M. ESLING

rsité de Metz

M. WEGRIA J.

Directeur de recherche

EXCLU DU PRET

AVANT-PROPOS

Ce travail a été effectué au laboratoire de métallurgie des matériaux polycristallins (LM2P) de l'institut de génie mécanique et productique de l'université de Metz. Il est le fruit du partenariat entre le LM2P et la société Vieille-Montagne France au travers d'une convention CIFRE.

Pour m'avoir intégré dans son laboratoire, je remercie le Professeur C.ESLING, directeur du LM2P.

Pour m'avoir apporter son soutien logistique et financier je remercie chaleureusement le Docteur J.WEGRIA, directeur de recherches de la société Vieille-Montagne France.

Pour le soutien qu'elle a toujours su m'apporter et les conseils avertis qu'elle m'a dispensé, je remercie Mme le Professeur M.J.Philippe.

Je suis très reconnaissant à M. le Professeur R.PENELLE de l'université d'Orsay et à M. le Professeur R.SCHWARZER de l'université de Clausthal (Allemagne), d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Enfin, mes vifs remerciements à tous mes camarades étudiants et collègues du LM2P avec une mention spéciale pour M. J.J. FUNDENBERGER pour avoir supporté mes sempiternelles questions durant ces 3 années.

SOMMAIRE

Introduction.....	1
Chapitre I - Les alliages de Zinc.....	4
I.1) Intoduction	
I-2) Les alliages de zinc	
I-2.1) Généralités	
I-3) Les alliages Zn-Cu-Ti	
I-3.1) Elaboration	
I-3.2) Les éléments d'alliage	
I-3.2.1) Composition et influence	
I-3.3) Microstructure et conditions d'élaboration	
I-3.3.1) Macrostructures de solidification	
I-3.3.2) Microstructures de solidification	
I-3.3.2.a) Zone basaltique	
I-3.3.2.b) Zone équiaxe	
I-3.3.3) Conditions de laminage	
I-4) Conclusion	
Chapitre II - Aspects fondamentaux de la déformation plastique, texture et microstructure des alliages de Zn- Cu-Ti.....	15
II-1) Les modes de déformation	
II-1.1) Les systèmes de glissement	
II-1.2) Le maclage	
II-2) Textures cristallographiques	
II-2.1) Textures de déformation par laminage	
II-2.1.1) Textures de laminage à chaud	
II-2.1.2) Textures laminage à froid	
II-2.1.3) Remarques	
II-3) Microstructures	

II.4) Conclusion

Chapitre III - Propriétés mécaniques.....22

III-1) Essais de traction

III-1.1) Résultats généraux

III-1.2) Influence de la vitesse de déformation et de la température sur les propriétés mécaniques

III-1.2.1) Effet de la vitesse de déformation :

III-1.2.2) Effet de la température :

III-2) Essais d'emboutissage type Jovignot

III-3) Essais de pliage à froid dit 'pliage maillet'

III-4) Conclusion

Chapitre IV - Etude expérimentale de l'amélioration de la pliabilité des tôles Zn-Cu-Ti.....26

IV-1) Etude préliminaire des tôles industrielles

IV-1.1) Observations micrographiques

IV-1.1.a) Granulométrie

IV-1.1.b) Microstructures

IV-1.2) Essais mécaniques

IV-1.2.a) Essais de pliage à froid

IV-1.2.b) Essais de traction

IV-1.3) Textures cristallographiques

IV-1.3.a) Analyses

IV-1.4) Conclusion de l'étude préliminaire

IV-2) Réalisation des tôles

IV-2.1) Laminage

IV-2.1.a) Conditions de coulée

IV-2.1.b) Conditions de laminage

IV-2.1.b.1) Le paramètre de Zener-Hollomon

Chapitre V - Les techniques utilisées.....39

V-1) Orientations individuelles de grains par E.B.S.P.

- V-1.1) Le matériel : principe de fonctionnement
- V-1.2) Principes d'obtention du diagramme de Kikuchi
- V-1.3) Détermination de l'orientation d'un grain: indexation
- V-1.4) Analyses statistiques des désorientations**

V-2) Analyse tridimensionnelle de texture

- V-2-1) Diffraction de rayons X
- V-2.2) Goniométrie X
 - V-2.2.1) Figures de pôles directes
 - V-2.2.2) Conditions de mesures et corrections
 - V-2.2.2.a) Conditions de mesures
 - V-2.2.2.b) Correction du bruit de fond
 - V-2.2.2.c) Correction de défocalisation
 - V-2.3) Fonction de densité des orientations (F.D.O.)
 - V-2.3.1) Orientation d'un grain dans l'espace
 - V-2.3.2) Domaine fondamental de l'espace d'Euler
 - V-2.3.2.a) La symétrie cristalline
 - V-2.3.2.b) La symétrie d'échantillon
 - V-2.3.3) Calcul de la fonction de densité des orientations
 - V-2.3.4) Représentation de la FDO

V-3) Les essais mécaniques

- V-3.1) Essais de pliage
 - V-3.1.1) Essais de pliage alterné
 - V-3.1.2) Essais de pliage à froid ou pliage maillet
- V.3.2) Essais de traction

V-4) Mesures de dilatométrie absolue

- V-4.1) Introduction
- V-4.2) Conditions opératoires
- V-4.3) Représentation

V-5) Préparation des échantillons

- V-5-1) Echantillons pour microscopie optique et électronique à balayage
- V-5-2) Echantillons pour analyses E.B.S.P.
- V-5-3) Echantillons pour microscopie à transmission

- VI-1) Introduction

- VI-2) Observations micrographiques
 - VI-2.1) Remarque préliminaire
 - VI-2.2) Microstructures
 - VI-2.3) Conclusion de la microstructure

- VI-3) Les essais Mécaniques
 - VI-3.1) Essais de dureté
 - VI-3.2) Essais de traction
 - VI-3.2.1) Contrainte maximale R_m
 - VI-3.2.2) Allongement total
 - VI-3.2.3) Conclusions des essais de traction
 - VI-3.3) Essais de pliage
 - VI-3.3.1) Pliage maillet
 - VI-3.3.2) Pliage alterné
 - VI-3.3.3) Conclusion du pliage

- VI-4) Analyses de textures
 - VI-4.1) Résultats
 - VI-4.1.1) Les figures de pôles
 - VI-4.1.2) La fonction de distribution des orientations
 - VI-4.1.3) L'indice de texture
 - VI-4.2) Conclusions sur les analyses de texture

- VI-5) Analyses statistiques de désorientations
 - VI-5.1) Introduction
 - VI-5.2) Mesures
 - VI-5.3) Remarque
 - VI-5.4) Analyses statistiques
 - VI-5.4.1) Représentations
 - VI-5.4.2) Observations
 - VI-5.4.2.a) Remarque préliminaire
 - VI-5.4.2.b) Les histogrammes des désorientations globales
 - VI-5.4.2.c) Les histogrammes des désorientations des axes C
 - VI-5.5) Conclusions de l'analyse des désorientations

- VI.6) Mesures de dilatométrie absolue
 - VI.6.1) Conditions opératoires
 - VI.6.2) Représentations
 - VI.6.3) Observations
 - VI.6.3.1) Aspect des courbes dérivées : la température de recristallisation
 - VI.6.3.2) Aspect des courbes 'classiques'
 - VI.6.4) Conclusion des essais de dilatométrie

Chapitre VII - Discussion et analyse des résultats.....129

- VII.1) Analyse de l'évolution de la microstructure
- VII.2) Analyse de l'évolution de la texture
- VII.3) Analyse de l'évolution des désorientations entre grains et des axes C.
- VII.4) Analyse de l'évolution de la pliabilité
- VII.5) Conclusion

Conclusion générale.....139

ANNEXES

Références bibliographiques.....141

INTRODUCTION

Caractérisés par leur excellente résistance à la corrosion atmosphérique, une bonne malléabilité, et une très bonne résistance au fluage, les alliages de Zinc-cuivre-titane trouvent leur principal débouché dans le domaine du bâtiment.

Utilisés pour la couverture ou la réalisation de conduits d'évacuation d'eau pluviale, ils doivent donc présenter une bonne aptitude au pliage et ce à une température aussi basse que possible. Actuellement, le couvreur constate une très bonne pliabilité pour des températures supérieures à 7°C, et une fragilisation croissante lors de sa mise en oeuvre pour des températures plus basses.

Un certain nombre de résultats liés à ce phénomène sont déjà connus.

On sait tout d'abord, que la pliabilité du zinc à basse température est étroitement liée à sa température de transition ductile-fragile et donc à la taille et à la morphologie des grains.

Wegria[Thèse, 1985], a remarqué que la texture influençait fortement l'aptitude au pliage. Il a en effet observé que pour un même alliage, mais avec des textures différentes (conditions d'élaboration des tôles différentes), il aboutissait à des propriétés mécaniques différentes.

Plus proche de nous, Galledou[Thèse, 1992] a constaté qu'une texture marquée avec des axes C à 20° de DN vers DL conférait une meilleure aptitude au pliage qu'une texture plus dispersée. Du fait de la présence de ruptures intergranulaires, il lui semblait que les phénomènes de rupture soient dus à la présence de grains d'axes C fortement inclinés dans DL(ruptures intergranulaires), et/ou à de fortes désorientations aux joints de grains.

Sans pouvoir l'expliquer, les producteurs de zinc laminé ont observé que la présence même infime de magnésium dans leurs alliages, en augmentait de manière importante les caractéristiques mécaniques et ce particulièrement en pliage.

Tenant compte de ces résultats, notre étude s'est alors déroulée en 2 temps :

Tout d'abord, l'étude préliminaire d'une gamme d'alliages industriels de composition variable en éléments d'addition (Cu, Ti, Mg) nous a permis de mettre en évidence l'influence de la quantité d'affineur (magnésium) en addition.

Ces premiers résultats, nous ont alors logiquement conduit à élaborer sur laminoir pilote, une gamme d'alliages dont seule la teneur en magnésium était variable afin de mieux cerner son rôle sur l'ensemble des caractéristiques des tôles de Zn-Cu-Ti-Mg.

Nous avons procédé à des analyses de texture, de microstructure, et de propriétés mécaniques (dont, bien entendu la pliabilité basse température). Il nous a ainsi été possible de mettre en évidence d'une part, l'effet de cet affineur de grains sur ces propriétés, et d'autre part les modifications de texture induites par la variation du taux de cet affineur.

S'appuyant sur les résultats de l'étude de Galledou concernant la rupture, il nous est apparu alors nécessaire de caractériser la texture d'une manière locale (en termes d'orientations individuelles de grains) pour expliquer les différences de comportement de ces alliages face aux phénomènes de rupture. Nous avons utilisé une méthode relativement nouvelle qui consistait à utiliser un Microscope Electronique à Balayage (M.E.B.) pour générer des pseudo-diagrammes de Kikuchi d'électrons rétro-diffusés. Les orientations individuelles de grains ainsi mesurées ont été exploitées en termes de désorientations entre grains puis d'histogrammes de désorientations.

Nous chercherons en conclusion à démontrer le rôle primordial de l'affineur de grains sur la pliabilité des alliages Zn-Cu-Ti-Mg et à mettre en évidence les relations étroites qui lient la texture, globale et locale ainsi que la microstructure et l'aptitude au pliage.

I) Les alliages de Zinc

I.1) Introduction

A l'origine, le minerai sulfuré subit une concentration par flottaison puis est grillé pour passer du sulfure à l'oxyde. A ce stade, on trouve 2 principes de purification, l'un par voie sèche, l'autre par voie humide.

Voie sèche : l'oxyde de zinc est réduit par le carbone. On obtient du zinc gazeux qu'il suffit de condenser à l'état liquide et de raffiner par distillation fractionnée

Voie humide : l'oxyde de zinc est mis en solution dans de l'acide sulfurique. L'électrolyte est ensuite purifié et l'électrolyse d'extraction produit des cathodes très pures.

I-2) Les alliages de zinc

I-2.1) Généralités

De par ses propriétés électrochimiques intéressantes (très bonne résistance à la corrosion), et sa bonne malléabilité, le zinc laminé a connu un essor important dans le domaine du bâtiment depuis le 19^e siècle. L'industrie l'utilise cependant sous beaucoup d'autres formes dont voici un rapide résumé :

Le zinc pur : non allié, le zinc est utilisé essentiellement à la fabrication d'anodes (galvanoplastie), de fils (pour métallisation de l'acier et obtenus par tréfilage)

Les alliages au plomb-cadmium : utilisés pour la fabrication de godets de piles salines réalisées par filage inverse, par chocs ou par emboutissage.

Les alliages à l'aluminium : utilisés pour leur propriété de superplasticité, ils sont mis en oeuvre par thermoformage

Les alliages au cuivre-titane : ils trouvent leur principale utilisation sous forme de laminés dans le bâtiment de par leur excellente résistance au fluage.

C'est à cette dernière catégorie d'alliages que nous nous intéresserons dorénavant.

I-3) Les alliages Zn-Cu-Ti

I-3.1) Elaboration

Vers les années 1964, 1965, l'évolution économique (productivité, reproductibilité de la qualité, conditions de travail) a poussé l'industrie du zinc à abandonner la coulée en plaques et le laminage par paquets pour passer à la coulée continue et au laminage en bandes larges type 'Hazelett' (fig.I.1).

En voici un bref descriptif : après la goulotte d'alimentation en zinc liquide, cette machine est constituée de 2 feuilards d'acier doux montés sur 2 chassis superposés qui forment le moule de coulée et permettent le déplacement du métal en cours de solidification. Ce procédé est applicable à la coulée en 16 mm d'épaisseur (Cf.Usine d'Auby). Les avantages de ce type d'installation sont les suivants :

- la grande vitesse de solidification du métal donne une structure de coulée à grains fins, plus aisée à déformer au cours de la première transformation. De plus, on minimise les phénomènes de ségrégations présents par coulée en lingotière.

- un bel état de surface et une mise au mille des rives insignifiante.

- une diminution du prix de revient du laminage, grâce à la faible épaisseur du produit coulé.

Cette installation est en général couplée directement à une installation de laminage qui effectue les opérations de laminage de dégrossissage et de finition jusqu'à l'épaisseur finale.

A titre d'exemple, on trouvera fig.I.2, un schéma de principe des installations de la société Vieille-Montagne sur le site d'Auby.

I-3.2) Les éléments d'alliage

Les travaux de Wegria (Thèse, 1985), montrent que la structure de solidification d'un lingot évolue du type basaltique au type équiaxe quand la teneur en éléments d'alliage augmente. Cette évolution est accompagnée d'un affinement important du grain.

Nous présenterons ici un bref résumé de l'influence des éléments d'alliages sur les propriétés mécaniques, reprenant le travail très complet de Wegria (1985).

I-3.2.1) Composition et influence

- Le titane

Composition : la solubilité maximale du titane dans le zinc est de l'ordre de 0,02% à 400°C d'après Gebhardt (1941) (Fig.I.3). A l'eutectique (418°C), la teneur en titane est de 0,23% d'après Heine et Zwicker (1962), mais ces valeurs sont contestées par d'autres auteurs : Rennhack et Conrad (1966).

Influence : la composition en titane correspondant à un alliage hypoeutectique, donne lieu au refroidissement à la formation d'un précipité $TiZn_{15}$ qui en s'alignant en filets dans la direction de laminage, limite la croissance des grains en largeur. En fait, l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages Zn-Cu-Ti est attribuable à la répartition et à la morphologie de ces précipités (Lutts et al., 1967). De plus, l'addition de titane dans le zinc augmente sa résistance au fluage (Cosse et Al., 1977).

- Le cuivre

Composition : la solubilité maximale du cuivre dans le zinc est de 2,7 % à 424°C (Fig.I.4 : réaction péritectique).

Cette solubilité diminue avec la température et se traduit par la précipitation d'une phase ϵ . Pour une teneur en cuivre inférieure à 0,8 %, la seule phase en présence est du Zinc contenant du cuivre en solution solide de substitution.

Influence : le cuivre en solution solide de substitution augmente la température de recristallisation de l'alliage et permet ainsi d'obtenir un produit à grains fins après première transformation. Ajouté au titane, on constate une augmentation de la résistance à la traction, une diminution de la déformation à rupture ainsi que du module d'élasticité des alliages concernés. (Racek et Al., 1977).

Les structures de coulée des alliages de zinc sont comme leurs compositions, des facteurs déterminants quant aux propriétés futures des tôles laminées.

I-3.3) Microstructure et conditions d'élaboration

Les conditions de solidification ont une influence considérable sur la structure de coulée des alliages de zinc et modifient considérablement leurs propriétés d'utilisation .

I-3.3.1) Macrostructures de solidification

Wegria (1985), dans une étude concernant les macrostructures de solidifications (c.a.d. morphologie des grains) a été amené à distinguer les 3 zones suivantes dans le lingot (de la périphérie au coeur) :

- en peau, une structure à grains très fins, de faible dimension, générée par le refroidissement brutal du liquide de coulée au contact des feuillards.

- une structure à grains allongés, ou structure basaltique générée par le déplacement continu du front de solidification de la peau vers le coeur du lingot.

- à coeur, une structure à grains équiaxes, formés par croissance de grains solides au sein du liquide, lorsqu'il n'est plus surchauffé.

Concernant l'influence du titane et dans une moindre mesure celle du cuivre sur ces caractéristiques de coulée, Wegria (1985) a formulé les conclusions suivantes :

- l'augmentation de la teneur en titane entraîne une augmentation de la zone équiaxe au détriment de la zone basaltique, et un affinement général du grain.

- le cuivre conduit à un léger affinement du grain pour les alliages à fort taux de cuivre.

I-3.3.2) Microstructures de solidification

L'observation de la macrostructure conduit à l'examen microstructural détaillé des zones basaltique et équiaxe.

I-3.3.2.a) Zone basaltique

Elle est formée d'un réseau de petits grains allongés dans le sens du flux de chaleur et séparés par une mince couche d'eutectique Zn-TiZn₁₅. C'est une structure de type cellulaire, et la fraction volumique d'eutectique croît avec le taux de titane.

I-3.3.2.b) Zone équiaxe

Elle est constituée de gros grains polyédriques séparés par un dépôt eutectique dont l'importance varie avec le taux de titane. Pour un fort taux de titane la forme du grain devient arrondie.

I-3.3.3) Conditions de laminage

Jaoul (1965), et Poirier (1976) s'accordent à dire qu'une relation de type exponentielle lie la contrainte appliquée, la vitesse de déformation et la température dans un processus de mise en forme.

$$\dot{\epsilon} = A \exp(B\sigma) \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

où A et B sont des constantes dépendantes du matériau, Q l'énergie d'activation du processus de déformation (en général, on utilisera l'énergie d'activation d'autodiffusion du zinc, Q = 25000 cal/mole).

En modifiant cette relation, on constate qu'il y a proportionnalité entre la résistance à la rupture, le logarithme de la vitesse de déformation et l'inverse de la température. Cette remarque est importante, car elle est à la base des simulations de laminages industriels sur laminoirs pilotes, on reviendra sur ce point dans le chapitre sur les alliages étudiés.

Un rapport interne (ZnG 45/86) de la société Vieille-Montagne conclut qu'il existe 2 voies possibles pour le laminage des Zn-Cu-Ti

voie 1 : un taux de réduction inférieur à 50%, et une vitesse de déformation élevée qui conduisent à une restauration dynamique et qui évitent une recristallisation statique (la température de sortie Ts est inférieure à 100°C)

voie 2 : un taux de réduction supérieur à 50% et une vitesse de déformation modérée qui conduisent à une recristallisation dynamique, indépendamment de la température de sortie.

D'après ce rapport la deuxième voie semble donner les meilleures caractéristiques mécaniques aux tôles (limite élastique élevée, pliage très bon, bonne résistance au fluage) mais présente l'inconvénient d'une vitesse de laminage faible.

I-4) Conclusion

On le voit donc, les caractéristiques mécaniques des alliages de zinc sont très sensibles à la composition en Cuivre et titane, et aux conditions d'élaboration. Par ailleurs, ces alliages possèdent une transition ductile fragile à basse température pour une grande vitesse de déformation. On s'appliquera donc par un choix judicieux des conditions thermomécaniques à faire descendre cette température le plus bas possible.

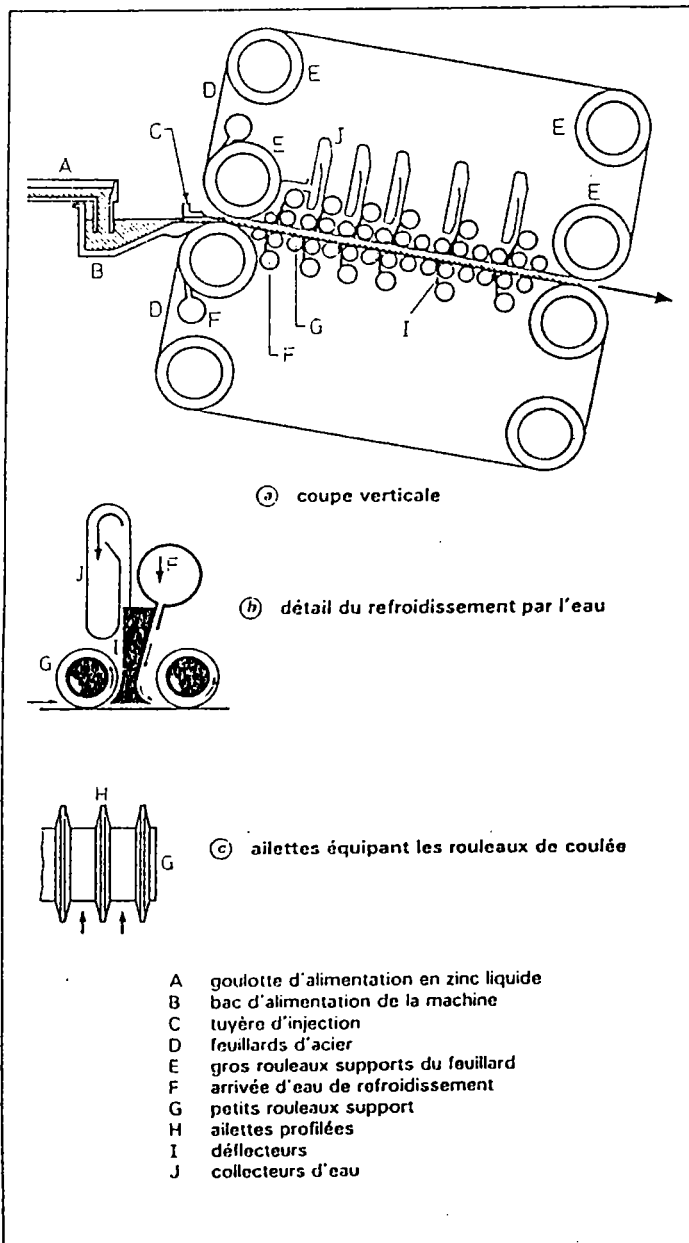
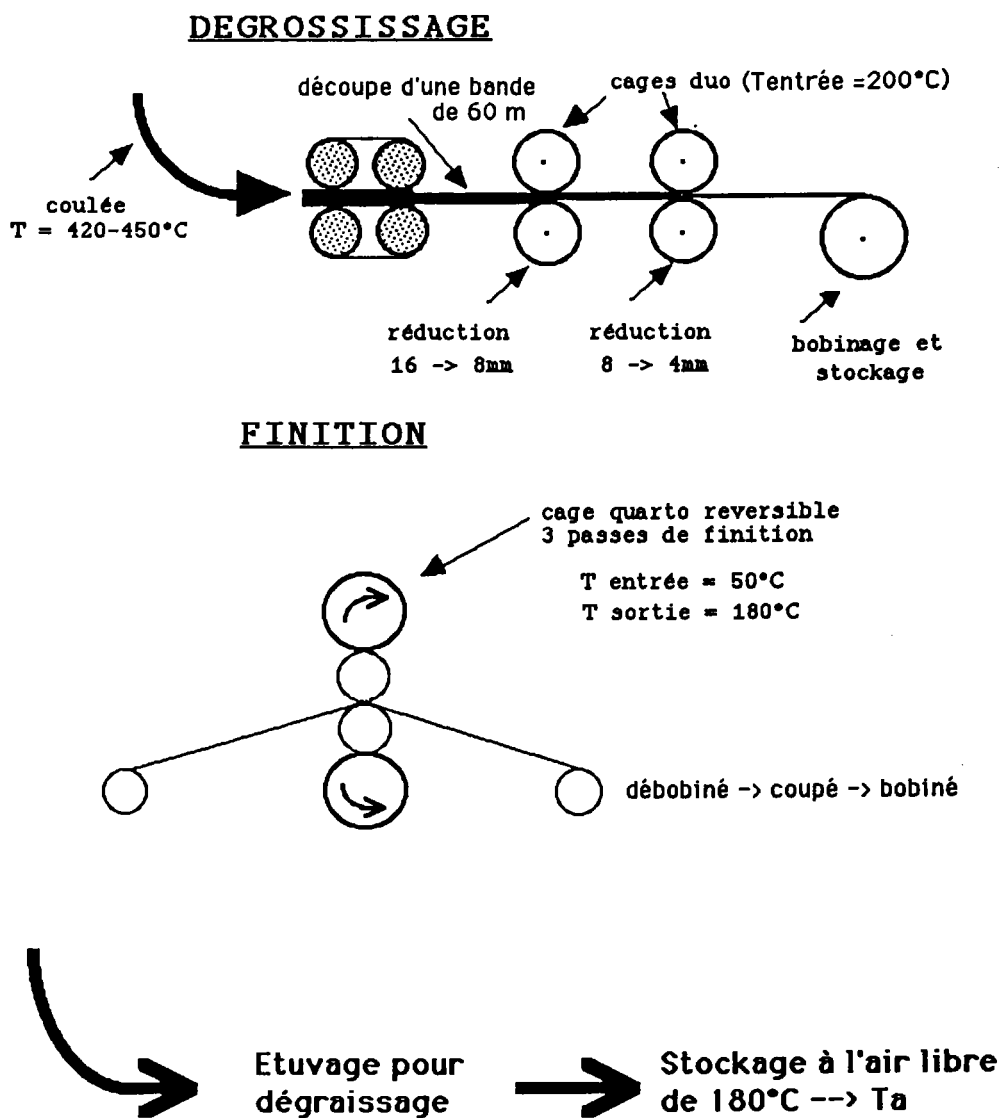


Fig. I.1 : Schéma de principe d'une machine Hazlett

Fig.I.2 : Schéma de principe du laminoir d'Auby (U.-M.)



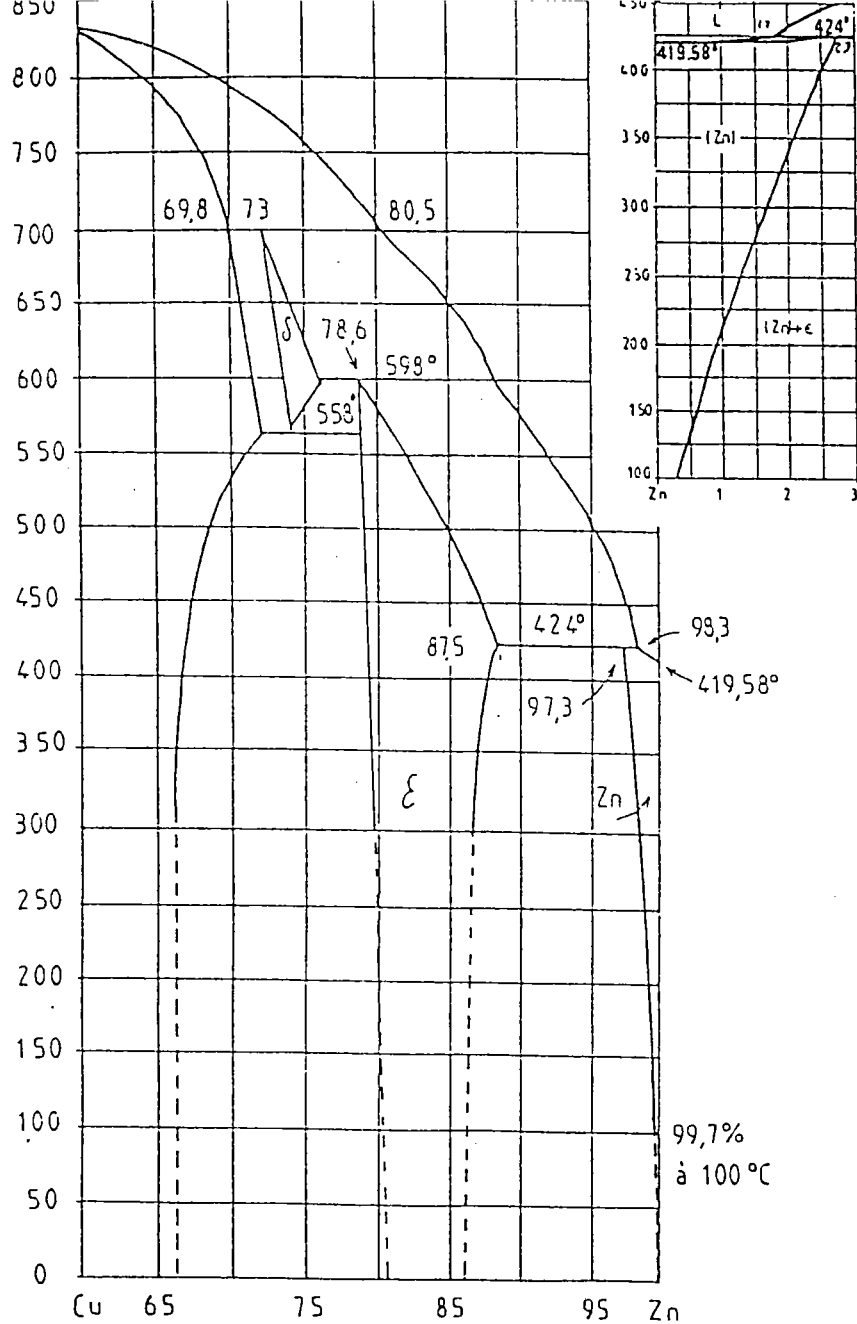


Fig. [I-4] : Diagramme d'équilibre Zn-Cu (coté riche en zinc), d'après D.T. Hawkins

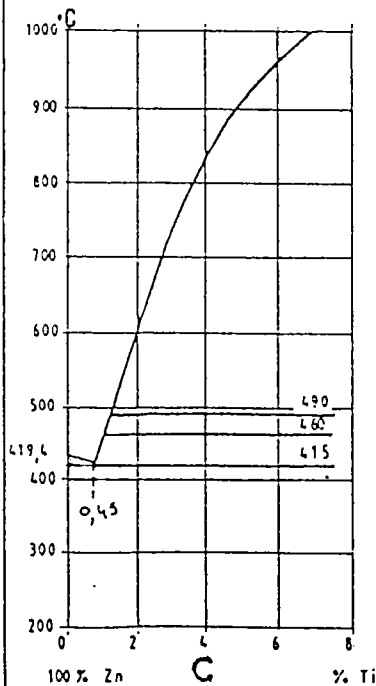
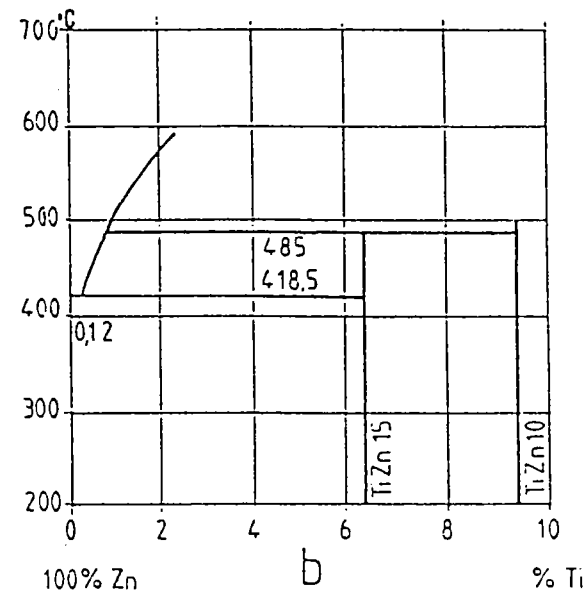
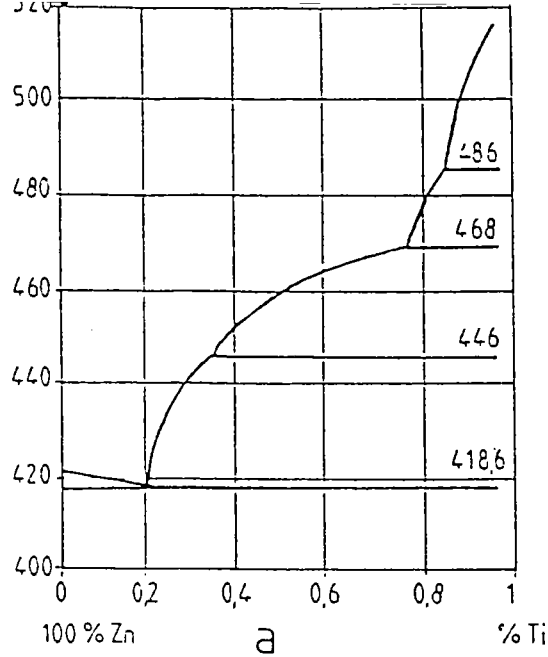
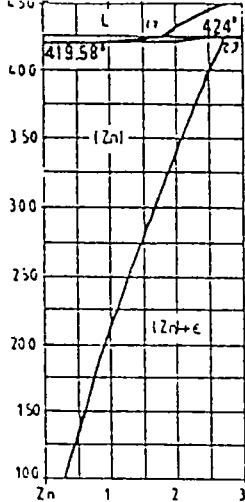


Fig. [I-3] : Diagramme d'équilibre Ti-Zn :
 a : d'après Heine et Zwicker (1962).
 b : d'après Anderson et al. (1944).
 c : d'après Rennack et Conrad (1966).

Références bibliographiques : Introduction et Chapitre I

- BLEU J., LERUSSE A., WEGRIA J. (1967), Rapport interne C.R.M., NF 3/67-ZN-22
- COSSE et al (1977), ILZRO Report NF6177-Zn156
- CHALMERS B. (1963), Métallurgie générale, éditions DUNOD
- DREULLE N. (1976) ''Journées du Zinc' à Bruxelles par Bénélux Métallurgie, 'Etude et réalisation du laminoir en bandes larges d'Auby'
- FLEMMINGS M. (1974), Solidification processing, Mc Graw et Hill
- GALLEDU Y. (1992), 'Contribution à l'étude de la pliabilité des alliages Zn-Cu-Ti à basse température', Thèse de 3^{eme} Cycle, Université de METZ
- GEBHARDT E. (1941), Z. F. Metalk., 33, 355
- HEINE W., ZWICKER U. (1962), Z. F. Metalk., 53, 386
- JAOUL B. (1965), 'Etude de la plasticité et application aux métaux' éditions DUNOD
- LUTTS A., WEGRIA J., LERUSSE A. (1967), ILZRO Rap. NF16177-ZN166
- MAGNEE A. (1986), 'Corrélation microstructure, propriétés mécaniques et conditions de déformation de Zn-Cu-Ti' Rap. CRM ZNG 45/86
- PICCININ A., WEGRIA J., RACEK R. (1977), 'Study of drawable zinc alloys' Rap. CRM 51, p.23-30
- POIRIER J.P. (1976) 'Plasticité à haute température des solides cristallins', éditions Eyrolle
- RACEK R., Les techniques de l'ingénieur, M670, p.1-10, 'Mise en forme du zinc et de ses alliages'
- RENNHACK E.H., CONRAD G.P. (1966), Trans. Aime 236-941
- WEGRIA J., HABRAKEN L. (1970) Rap. CRM met. p.22 et 49
- WEGRIA J., FOCT J. (1984), 'Aspects structuraux de l'aptitude au pliage d'alliages Zn-Cu-Ti' Mem.Sci.Rev. p.145-155
- WEGRIA J. (1985), 'Etude de la plasticité d'alliages Zn-Cu-Ti', Thèse Dr. Ing., UST LILLE
- ZENER C., HOLLOMON J.H., (1944), J.Appl.Phys., 15(11), 22.

II) Aspects fondamentaux de la déformation plastique, texture et microstructure des alliages de Zn-Cu-Ti

II-1) Les modes de déformation

Tous les alliages de zinc corroyés sont composés de plus de 98% de zinc. La matrice, contenant du cuivre en solution solide, a une structure hexagonale compacte dont le rapport $c/a = 1.8563$ est supérieur à la valeur d'une structure hexagonale compacte idéale ($c/a = 1.633$).

Du fait de sa structure hexagonale compacte, le zinc polycristallin utilise principalement le glissement basal qui est son glissement facile. En fait, la ductilité des alliages de zinc s'explique par la superposition de plusieurs modes de déformation.

Pour chacun de ces modes de déformations, il existe une famille de systèmes de glissement définie par rapport à la maille du cristal.

II-1.1) Les systèmes de glissement

D'une manière générale, on peut dire que les métaux H.C. de rapport $c/a > 1.633$ se déforment principalement sur leur plan de base, mais il existe en tout 4 modes de glissement qui ont été répertoriés par Partridge (1967) (fig.II.1).

- le glissement basal $(0001) \langle 1120 \rangle$. C'est le mode de déformation principal rencontré dans les alliages de zinc quand la contrainte appliquée est de direction quelconque

- le glissement prismatique $\{1010\} \langle 1120 \rangle$

- le glissement pyramidal de première espèce $\{1011\} \langle 1120 \rangle$

- le glissement pyramidal de deuxième espèce $\{1122\} \langle 1123 \rangle$

Le glissement pyramidal se produit lorsque le glissement basal est impossible, soit quand la force appliquée est dans le plan de base, soit quand elle est perpendiculaire au plan de base.

On ajoutera que pour les alliages de zinc, les glissements prismatique et pyramidaux voient leur activité augmenter avec la température de déformation.

On remarquera que les 3 premiers modes possèdent la même direction de glissement de type $\langle 1120 \rangle$ et que seul le glissement pyramidal de deuxième espèce possède une direction située hors du plan de base et permet donc d'adapter une déformation perpendiculaire.

Il existe un autre mode de déformation que l'on rencontre dans le cas de déformation à basse température ou à des vitesses de déformation élevées : le maclage.

II-1.2) Le maclage

Le maclage n'induit pas de déformation importante, il modifie simplement l'orientation du cristal pour faciliter le glissement ultérieur. Le mécanisme peut être considéré comme un cisaillement le long d'un plan de type (1012) dans une direction $[1011]$ avec des mouvements secondaires d'atomes qui se placent dans leurs sites d'énergie la plus basse, proches des positions où le maclage les a amenés. Cette réorientation du plan de base par maclage permet une déformation ultérieure par glissement dans la partie maclée et autorise ainsi une plus grande déformation avant rupture.

On distingue deux types de macles :

- les macles de croissance, formées au cours de la recristallisation.
- les macles de déformation, ou macles mécaniques de forme lenticulaire.

La déformation maximale engendrée par le maillage est de l'ordre de 7% pour un monocristal 100 % maillé.

Remarque : lors d'une déformation dans la direction [0001], le zinc a la particularité de présenter des bandes de déformation ou bandes de pliage qui font penser à un flambage local du matériau : c'est le pliage en genoux.

L'aptitude pour l'un et/ou l'autre de ces modes de déformation à adapter une déformation en cours d'élaboration, peut se traduire par exemple par la création d'une texture cristallographique (Cf. Chapitre 5.2). Les développements concernant l'analyse de texture, ont fait qu'aujourd'hui, c'est un outil très utilisé pour prévoir le comportement des matériaux polycristallins, lors de leur mise en forme ou sous diverses sollicitations.

II-2) Textures cristallographiques

Le caractère non aléatoire de la distribution des orientations des grains dans un polycristal constitue une texture cristallographique.

II-2.1) Textures de déformation par laminage

Lors de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les cristallites ont tendance à se réarranger par rotation, vers des positions stables que l'on nomme composantes préférentielles de la texture de déformation et qui dépendent des mécanismes et du type de déformations.

Les métaux présentant un rapport $c/a > 1.633$ (cas du zinc pur), présentent généralement des composantes de texture correspondant à la maille hexagonale inclinée de 20 à 25 degrés par rapport à la direction de laminage dans le plan (DL, DN).

En fait, on observe deux types de texture de laminage, une texture de laminage à chaud, et une autre de laminage à froid.

II-2.1.1) Textures de laminage à chaud

Compte tenu de la gamme de fabrication des tôles industrielles (voir chapitre précédent : recristallisation dynamique), et du fait que le zinc recristallise à des température peu élevée de l'ordre de 60 à 80°C (Renaud, 1990), celles-ci présentent une microstructure partiellement recristallisée. Les axes C de l'hexagone sont inclinés de 20 à 25 degrés par rapport à DN vers DL et les axes a sont dans DT (Laurent, 1990).

II-2.1.2) Textures laminage à froid (M.J. Philippe et al, Risö, 1992)

On observe toujours la même composante d'axes C à 20 degrés de DN vers DL, mais aussi l'apparition d'une composante d'axes C dans DL qui se marque au cours du laminage à froid et qui disparaît lorsque la recristallisation intervient.

II-2.1.3) Remarques

On assiste aujourd'hui, au développement de simulations informatiques basées sur le modèle de Taylor, permettant grâce à la connaissance des mécanismes de déformation du zinc de prévoir les textures de déformations, et ce particulièrement dans le cas du laminage (Philippe et al, RISÖ, 1992)

Comme l'a remarqué Galledou dans son étude comparative de deux alliages de zinc, il existe une corrélation étroite entre la texture qui caractérise l'arrangement des orientations des grains et la microstructure qui caractérise l'état métallurgique des grains.

II-3) Microstructures

Les alliages de zinc sont biphasés. L'observation de la tranche d'une tôle montre une succession de filets de seconde phase $TiZn_{15}$ et de bandes de grains Zn-(Cu) constituant la matrice. Les traitements thermiques subis par la tôle modifient cet arrangement. Une tôle recristallisée présentera un arrangement moins régulier des filets de $TiZn_{15}$ et des bandes de grains plus larges qu'une tôle partiellement recristallisée ou écrouie.

II.4) Conclusion

Il est évident que le type de microstructure ainsi que la texture cristallographique auront tendance à accentuer le comportement anisotrope des alliages de zinc, qui, de par leur structure hexagonale compacte du monocristal, présentent déjà une forte anisotropie cristallographique. Ces 2 paramètres vont donc exercer une influence primordiale sur les propriétés mécaniques des tôles de zinc.

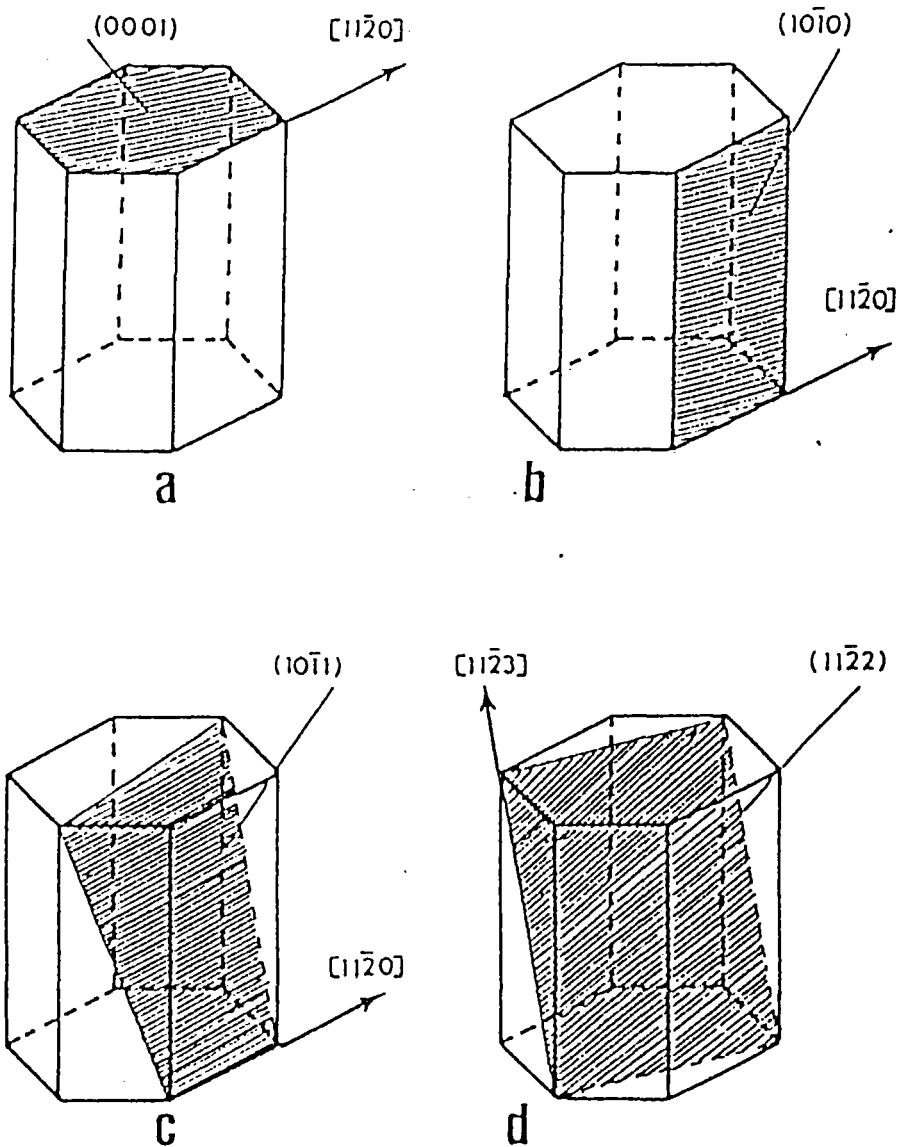


Fig.II.1 : Systèmes de glissement pour la structure Hexagonale Compacte

- a) Le glissement **basal**
- b) Le glissement **prismatique**
- c) Le glissement **pyramidal 1^{ère} espèce ou (C+a)**
- c) Le glissement **pyramidal 2^{ème} espèce**

Références bibliographiques : Chapitre II

- ADDA Y., PHILIBERT J., QUERE Y. (1979) 'Eléments de métallurgie physique' tome 5, doc. CEN Saclay n°23, mars 1979
- COULOMB P. (1978) 'Textures dans les métaux de réseau cubique' éditions DUNOD
- GROVES G.W. KELLY A. (1963) Phil. Mag., vol.8, p.877-887
- HABRAKEN L., WEGRIA J. (1964), 'Le zinc, ses imperfections, son mode de déformation', rap. CRM, NF 8/64 ZN 3
- LAURENT (1990), 'Etude de la recristallisation d'un alliage de Zn-CU-Ti', Rapport de stage, IUT GMP, METZ
- PARTRIDGE P.G. (1967) Int. Met. Rev., 12, 169
- PARNIERE P. (1978) 'Analyse théorique des textures de déformation' Mém. Sc. Rev. Mét., p.713-731
- PENELLE R. (1975) 'Mise en forme des métaux et alliages' éditions CNRS
- PHILIPPE M.J.; MELLAB F.E. et Al (1992), 'Modelling of texture evolution during thermomechanical treatments of zinc alloys : application to texture tailoring and properties optimization', RISÖ p.385-389
- PRICE (1961), Proc. Roy. Soc. A 260,251
- RENAUD (1990), 'Etude du laminage et de la recristallisation d'alliages Zn-CU-Ti', Rapport de stage, IUT GMP, METZ
- STROH (1958), Phil. Mag., 3, 597
- TAYLOR G.I. (1938), J. Inst. Met., 62, 307

III) Propriétés mécaniques

Ce chapitre présente les résultats et les analyses d'essais mécaniques effectués par Wegria(1985) et par Galledou(1992). Ils ont été obtenus à partir d'essais conventionnels de traction, d'emboutissage et de pliage à froid, sur des tôles de zinc fournies par la société Vieille-Montagne

III-1) Essais de traction

Les résultats sont ceux d'éprouvettes prélevées dans le sens de laminage, à 45° de celui-ci et dans la direction transverse.

III-1.1) Résultats généraux

D'une manière générale, on constate que la limite élastique $\sigma_{0,2}$ et la contrainte maximale σ_{max} sont plus élevées dans le sens travers que dans le sens long et ce quelque soit la température de l'essai.

A l'inverse, l'allongement A % et l'allongement réparti sont plus grands dans le sens long que dans le sens travers et ce quelque soit la température de l'essai. Cette perte de ductilité provient de la présence des filets de TiZn15 plus durs que la matrice qui matérialisent un barrage pour la déformation plastique.

La réponse d'un matériau à une sollicitation dépend de la nature de la déformation et des mécanismes mis en oeuvre (Cf. Chap.II). Il est donc intéressant de connaître l'influence de la vitesse et de la température de déformation, paramètres pouvant considérablement modifier les mécanismes de déformation d'un matériau (apparition du maillage à basse température, évolution de la température de transition ductile-fragile en fonction de la vitesse de sollicitation).

III-1.2) Influence de la vitesse de déformation et de la température sur les propriétés mécaniques

III-1.2.1) Effet de la vitesse de déformation :

Pour une même température, $\sigma_{0,2}$ et σ_{\max} augmentent avec l'augmentation de la vitesse de déformation, alors que A % et l'allongement réparti diminuent (Wegria, 1985).

III-1.2.2) Effet de la température :

Pour une même vitesse de déformation, une augmentation de température entraîne une diminution de $\sigma_{0,2}$ et σ_{\max} et une augmentation de A % (Wegria, 1985).

Ce phénomène est d'autant plus important que la vitesse de déformation est plus grande. L'allongement réparti suit la même loi que A % à condition que la vitesse de déformation soit grande (Wegria, 1985).

III-2) Essais d'emboutissage type Jovignot

Galledou (1992) a montré que les tôles industrielles brutes de fabrication présentent une transition ductile-fragile aux alentours de -4°C pour ce type d'essais et que celle-ci dépendait de l'acuité de la texture (i.e. de l'acuité de la composante majeure d'axes C à environ 20° de DN vers DL).

III-3) Essais de pliage à froid dit 'pliage maillet'

On peut considérer que le problème de l'aptitude au pliage à froid est, en fait, un problème de température de transition ductile-fragile (TTDF) pour des vitesses de sollicitations élevées (WEGRIA, 1985). Il est donc important de maîtriser les paramètres de composition et d'élaboration permettant de diminuer la température d'apparition du domaine fragile.

La littérature nous fournit un certain nombre d'observations et de résultats

WEGRIA(1985) a constaté que la TTDF diminue avec la diminution de la taille de grain. Ses observations sont corroborées par la théorie d'Armstrong(1968) qui lie la température de l'essai, à la taille de grain. Cette constatation montre toute l'importance d'obtenir une microstructure aussi fine que possible en maîtrisant la composition et l'élaboration des alliages de zinc.

WEGRIA(1985) a aussi constaté l'importance de l'accuité de la texture, dans le sens où une texture marquée avec des axes C à environ 20° de DN, conduisait à une bonne pliabilité. Ce résultat a été corroboré par les travaux de Galledou (1992).

GALLEDOU (1992), dans le cadre de l'étude de la rupture en pliage à froid d'alliages Zn-(Cu), a proposé les conclusions suivantes :

- l'apparition de ruptures intragranulaires serait due à la présence de grains d'axes C fortement inclinés vers DL.

- l'apparition de ruptures intergranulaires serait due à une statistique importante de fortes désorientations entre grains.

Ces résultats sont confortés par les travaux de WATANABE (1988) et YOO et KING (1990).

III-4) Conclusion

Ce chapitre nous a montré l'importance de l'influence de la TTDF sur les caractéristiques mécaniques des alliages de zinc. On y comprend l'intérêt de maîtriser les paramètres de composition et d'élaboration des alliages de zinc, de manière à obtenir une microstructure, mais aussi une texture propre à abaisser aussi bas que possible la TTDF.

Références bibliographiques : Chapitre III

ALERS G.A., ARMSTRONG R.W., BECHTOLD J.H. (1958), T.Aime, 212,523

ARMSTRONG R.W. (1968) Acta. Met., 16, 347

GALLEDU Y. (1992), 'Contribution à l'étude de la pliabilité des alliages Zn-Cu-Ti à basse température', Thèse de 3^{eme} Cycle, Université de METZ

GOUZOU J. (1966) 'Problèmes fondamentaux de la déformation et de la rupture de l'acier' Publ. CRM, Liège

PETCH N.J. (1958) Phil. Mag., 3, 1089

WATANABE T. (1988), Mat. Res. Soc. Symp. Proc., Vol 122, p.443-454

WEGRIA J. (1985), 'Etude de la plasticité d'alliages Zn-Cu-Ti', Thèse Dr. Ing., UST LILLE

YOO M.H., KING A.H. (1990), Met.Trans. A, Vol.21a, p.2431-2436

IV) Etude expérimentale de l'amélioration de la pliabilité des tôles Zn-Cu-Ti

Les chapitres précédents ont mis en évidence le rôle majeur de la microstructure sur les propriétés mécaniques des alliages de zinc : il apparaît primordial d'obtenir la microstructure la plus fine et la plus homogène possible.

Pour cela, il nous appartient en premier lieu de déterminer l'alliage présentant la meilleure adéquation entre la composition chimique et les caractéristiques mécaniques. Nous chercherons aussi à cerner de façon plus précise le rôle du magnésium, en observant en particulier, son influence sur les propriétés physico-chimiques de différents alliages industriels.

Cette étude préliminaire nous conduira ensuite à l'élaboration d'une gamme d'alliages dont la spécificité nous permettra d'établir des corrélations directes entre le taux de magnésium en addition, la microstructure et les propriétés physiques et mécaniques.

IV-1) Etude préliminaire des tôles industrielles

Dans un premier temps, nous avons étudié 4 tôles industrielles provenant du laminoir d'Auby, issues de la même gamme de laminage, mais se différenciant par leur composition en éléments d'alliage (Tab.IV.1).

Référence	Cu % poids	Ti % poids	Mg en PPM
C2033	0,1958	0,094	2,5
B2331	0,1853	0,0712	1,8
C2717	0,1767	0,074	1,9
D0503	0,1698	0,068	3,9

Tab. IV.1 : composition en éléments d'alliage

Compte tenu de la faible valeur de la température de fusion du zinc, on considère que ces 4 alliages ont été laminés à chaud (2 passes de dégrossissage et 3 passes de finition), et présentent un état métallurgique correspondant à une recristallisation partielle.

L'étude préliminaire de ces tôles est une caractérisation physique et mécanique, en termes de microstructure, de propriétés mécaniques et de texture cristallographiques.

IV-1.1) Observations micrographiques

IV-1.1.a) Granulométrie

Le tableau 2 présente un récapitulatif des tailles de grains moyennes mesurées en surface. Les échantillons C2717 et particulièrement D0503 présentent une taille de grains plus petite que les échantillons C2033 et B2331.

Référence	Taille de grain en microns
D0503	10
C2033	15
C2717	15-20
B2331	20

Tab.IV.2 : tailles de grains moyennes

IV-1.1.b) Microstructures

Tranche des tôles

Les échantillons C2033 et B2331 présentent une répartition inhomogène de la seconde phase $TiZn_{15}$. On constate la présence d'amas de $TiZn_{15}$ aux abords de la fibre neutre. La microstructure est tourmentée jusqu'à la surface .

Les échantillons C2717 et en particulier D0503 présentent une microstructure homogène faite de la succession de bandes de grains Zn-(Cu) et de filets de seconde phase $TiZn_{15}$ allongés dans la direction de laminage. On constate toutefois la présence de quelques amas au niveau de la fibre neutre dans l'échantillon C2717.

Surfaces des tôles

Les échantillons C2033 et B2331 présentent une grande hétérogénéité de microstructure en surface. On observe des bandes de gros grains allongés dans la direction de laminage mais n'étant pas entourés de filets de $TiZn_{15}$. On trouve aussi de nombreux amas de seconde phase répartis de manière aléatoire.

La tôle C2717 présente une répartition régulière de la seconde phase mais une hétérogénéité de taille de grains (bandes de gros grains et bandes de petits grains). De plus, l'état de surface d'une des faces brutes est mauvais (grande rugosité apparente).

La tôle D0503 présente une bonne homogénéité de taille de grains et une répartition régulière de la seconde phase.

On pourra comparer Figure IV.1 les micrographies des différents échantillons.

IV-1.2) Essais mécaniques

IV-1.2.a) Essais de pliage à froid (cf. chap.V.3)

Ces résultats sont présentés tableau 3 pour trois températures, 7,4,0°C sous forme de pourcentages de craquelures observées au cours de l'essai de pliage normalisé (Tab.IV.3). Les tôles D0503 et C2033 présentent une pliabilité excellente à toutes températures contrairement à C2717 et B2331 qui voient leur pliabilité se dégrader fortement à 0°C.

Les mauvaises caractéristiques de l'échantillon C2717 sont probablement à relier à la remarque faisant état d'une grande rugosité en surface.

Référence	D0503	C2033	C2717	B2331
T en °C	% craks	% craks	% craks	% craks
0	2.60	12.10	56.20	75.40
4	0.60	4.50	16.20	22.50
7	0.00	0.40	0.00	6.60

Tab.IV.3 : essais de pliage maillet

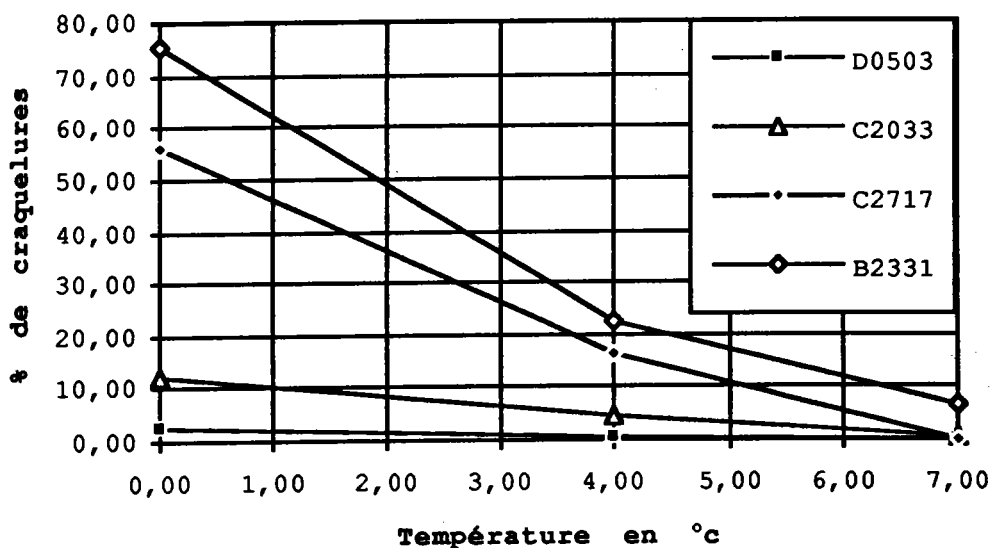


Fig.IV.2 : Essais de pliage maillet

IV-1.2.b) Essais de traction

Les essais ont été réalisés à température ambiante avec une vitesse de traction $v = 150$ mm/min sur la base de trois éprouvettes (ISO 50) pour chaque condition d'essai. Comme la littérature l'indique, ces alliages ne présentent pas de limite élastique apparente.

Nous nous contenterons de constater que quelque soit la direction de traction, les échantillons D0503 et C2033 présentent des valeurs de $\sigma_{0,2}$ et σ_{max} nettement plus grandes que celles des échantillons C2717 et B2331.

On obtient par exemple, pour les valeurs de σ_{\max} dans le sens travers, 290 MPa pour D0503, 295 MPa pour C2033, 230 MPa pour C2717, et 180 MPa pour B2331.

IV-1.3) Textures cristallographiques

Les analyses de textures ont été réalisées sur la base d'analyses quantitatives, par la méthode des harmoniques sphériques, à partir de mesures expérimentales de figures de pôles mesurées en surface des échantillons. (voir Chapitre V.2).

IV-1.3.a) Analyses

L'analyse porte sur les figures de pôles recalculées complètes (00.2) et (10.0).

En ce qui concerne les figures de pôles (00.2) mesurées en surface, les 4 tôles présentent une composante géométriquement symétrique d'axes C à environ 20° de DN dans DL. Il faut toutefois noter et ce pour tous les échantillons une forte dissymétrie sur les valeurs maxi dans DL et dans -DL. La tôle D0503 présente le maximum le plus élevé.

La figures de pôles (10.0) présentent pour les 4 échantillons un maxi dans DT. Pour l'échantillon D0503, on constate un étalement de ces maxi.

On trouvera au tableau IV.4, un tableau récapitulatif des maxi des FDP (00.2) et (10.0) pour les différentes tôles.

Référence	FDP (00.2) Maxi	FDP (10.0) Maxi
DO503	19.53	3.68
C2033	10.75	3.39
C2717	11.74	3.60
B2331	11.99	3.27

Tab. IV.4 : résultats des figures de pôles

IV-1.4) Conclusion de l'étude préliminaire

L'analyse de ces résultats nous montre que l'échantillon D0503 qui possède la plus haute teneur en magnésium (3,9 PPM), présente

- la meilleure pliabilité à froid,
- de très bonnes caractéristiques en traction,
- la microstructure la plus homogène
- une répartition régulière et homogène des filets de $TiZn_{15}$ dans DL
- la texture la plus marquée.

On en déduit donc que l'augmentation de la teneur en Mg semble entraîner une diminution de la taille de grains, une homogénéisation de la microstructure et de la répartition des filets de $TiZn_{15}$ et parallèlement semble accentuer la texture. Ceci ayant pour conséquence d'améliorer les caractéristiques mécaniques de l'alliage de zinc.

Les résultats de cette étude préliminaire posent clairement les bases pour la suite de cette étude. Nous allons d'une part nous appliquer à quantifier l'effet de la teneur en magnésium (affineur de grains) sur les caractéristiques mécaniques (pliabilité, propriétés en traction), et d'autre part analyser les microstructures et textures qui en découlent.

Pour cela, nous élaborerons des alliages dont la composition en cuivre et titane correspond à celle de l'échantillon D0503. La gamme de fabrication sera identique pour tous les alliages et nous fixerons des taux de magnésium variables, d'une très faible quantité (de l'ordre du PPM), à une forte quantité (40 PPM).

Cela nous permettra d'observer si une quantité croissante de magnésium entraîne une constante amélioration des propriétés physiques et mécaniques (ce que l'on pourrait prévoir). Dans le cas contraire, nous pourrions déterminer la plage dans laquelle doit se situer le taux de Mg pour que les alliages présentent les meilleures caractéristiques mécaniques.

La composition des différents échantillons s'établira à partir des taux de magnésium suivants :

- 1 PPM
- 3 PPM
- 5 PPM
- 10 PPM
- 20 PPM
- 40 PPM

et pour tous ces alliages

- 1750 PPM de Cu
- 700 PPM de Ti

IV-2) Réalisation des tôles

IV-2.1) Laminage

Les alliages base zinc sont référencés selon leur teneur en magnésium (tab.IV.4).

Cu en PPM	Tl en PPM	Mg en PPM	Référence
1750	780	1	1.1 et 1.2
//	//	3	2.2
//	//	5	3.1 et 3.2
//	//	10	4.1 et 4.2
//	//	20	5.1 et 5.2
//	//	40	6.1

Tab.IV.4 : Références des échantillons

IV-2.1.a) Conditions de coulée

Les alliages ont été coulés en lingotière verticale basculante. On obtient des brames ou lingots de 800 X 150 X 30. La température de l'alliage est de 460 °C, celle de la lingotière est de 250 °C.

IV-2.1.b) Conditions de laminage

Le laminage des différentes tôles a été réalisé sur un laminoir pilote de la société Vieille-Montagne, sur lequel on a reproduit les conditions d'élaboration industrielles (température, vitesse de défilement, taux de réduction) en utilisant le paramètre de Zener-Hollomon (1944). Ce paramètre est couramment utilisé par la société Vieille-Montagne (Rap.ZnG19/86 CRM, 1986). Il permet, moyennant un certain nombre de données du laminoir industriel et du laminoir pilote, d'obtenir pour une même valeur de ce paramètre le même état métallurgique sur l'un et l'autre des 2 laminoirs.

IV-2.1.b.1) Le paramètre de Zener-Hollomon

Mac LEAN (1975) a montré que l'on peut représenter un état microstructural à partir d'un paramètre qui lie la température, la vitesse de déformation généralisée et une énergie d'activation (fluage ou auto-diffusion). Ce paramètre est celui de Zener-Hollomon

$$Z(T, \dot{\epsilon}) = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right)$$

où T est la température de laminage

Q est l'énergie d'activation d'auto-diffusion du zinc

Q = 25000 cal/mole

$\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation généralisée

$$\dot{\epsilon} = V_p \operatorname{Ln}\left(\frac{h_0}{h_1}\right) \sqrt{\frac{1}{R(h_0 - h_1)}}$$

où V_p est la vitesse périphérique des rouleaux

R est le rayon des rouleaux

h_0 est l'épaisseur initiale de la tôle

h_1 est l'épaisseur finale de la tôle

Connaissant les paramètres du laminoir industriel, on peut donc calculer les paramètres équivalents pour le laminoir pilote.

Conditions industrielles

Au dégrossissage

Réduction:	16	----->	8	----->	4
Vitesse :	18-20 m/mn		40-45 m/mn		
Température :	250°C		250°C		

En finition

Réduction:	4	----->	2.35	----->	1.30	----->	0.65
Vitesse :	160 m/mn		190 m/mn		165 m/mn		
Température :	55-65°C		120-130°C		175-180°C		

Le laminage est effectué sur une cage 'duo' (D= 920 mm) pour le dégrossissage, et sur une cage quarto (D= 920, d= 420) pour la finition.

Par le biais du paramètre de Zener-Hollomon, on obtient les conditions suivantes pour le laminoir pilote.

Conditions pilotes

Au dégrossissage

Réduction:	16	----->	8	----->	4
Vitesse :		6 m/mn		13,2 m/mn	
Température :		250°C		250°C	

En finition

Réduction:	4	----->	2.35	----->	1.30	----->	0.65
Vitesse :	30 m/mn		60 m/mn		60 m/mn		
Température :	58 °c		124 °c		161°C		

Les laminages de dégrossissage et de finition ont été effectués sur une cage deux rouleaux (D= 220 mm). De plus, la vitesse périphérique est réglable dans la plage 0 - 2 m/s. Entre chaque passe, on a pris soins d'atteindre la température indiquée pour la passe suivante, en utilisant une enceinte chauffante.

Une fois les tôles élaborées, nous avons réalisé des analyses chimiques pour vérifier la composition moyenne de nos alliages. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.5.

Repères	Teneurs visées en g/t			Teneurs obtenues en g/t		
	Cu	Ti	Mg	Cu	Ti	Mg
1,1	1750	700	1	1748	771	0,6
1,2	1750	700	1	1724	738	0,9
2,2	1750	700	3	1747	835 *	3,0
3,1	1750	700	5	1768	855	2,4
3,2	1750	700	5	1783	823	5,8 *
4,1	1750	700	10	1779	946	8,8 *
4,2	1750	700	10	1745	966	4,9 *
5,1	1750	700	20	1709	953	20,5
5,2	1750	700	20	1754	975	10,6
6,1	1750	700	40	1742	1093	40,5

* Hétérogène

Tab. IV.5 : Compositions des alliages

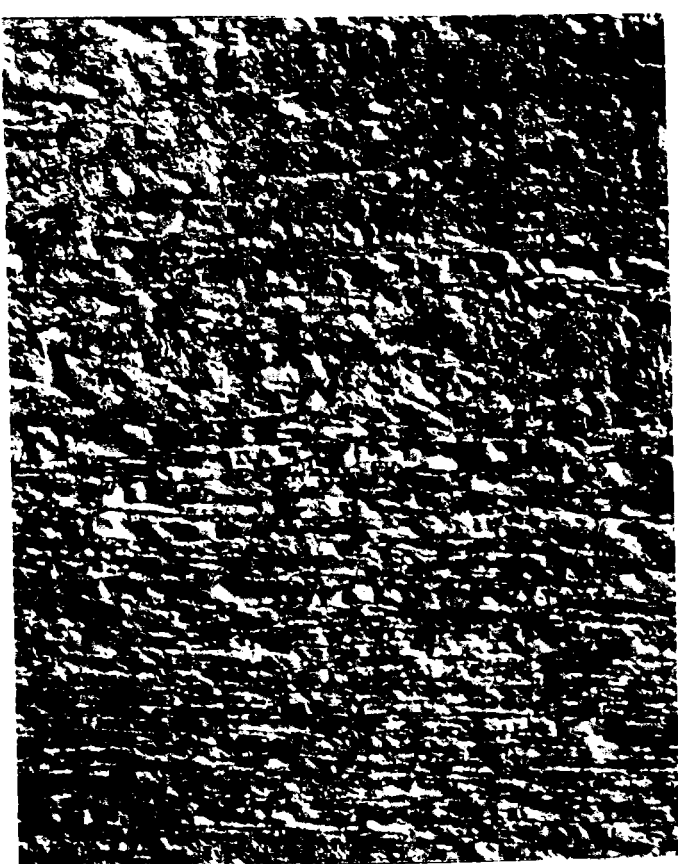
Son analyse nous conduit à faire les remarques suivantes :

- la teneur en cuivre escomptée est très bien atteinte
- on observe des variations par rapport à la teneur escomptée en titane pouvant aller jusqu'à 27 %.
- en ce qui concerne le magnésium, certaines variations ont conduit à modifier la hiérarchie initialement établie sur les teneurs escomptées.

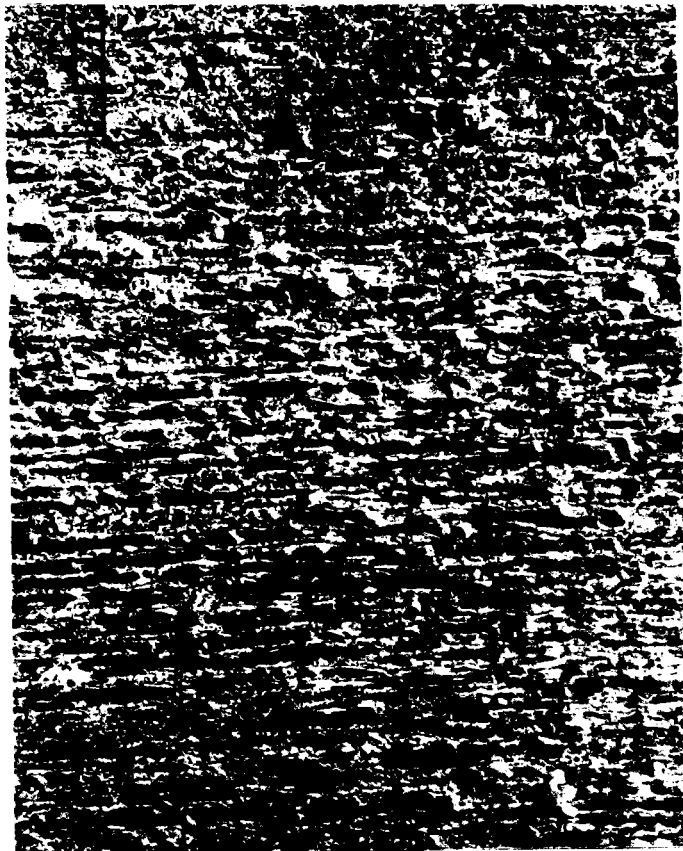
Remarques :

Les tôles 1.1 et 1.2 sont pratiquement identique en composition, pour cette raison, nous serons amenés par la suite à n'utiliser que la la référence 1.1. La tôle 5.1 présente une épaisseur double de celle des autres tôles, elle sera donc abandonnée par la suite.

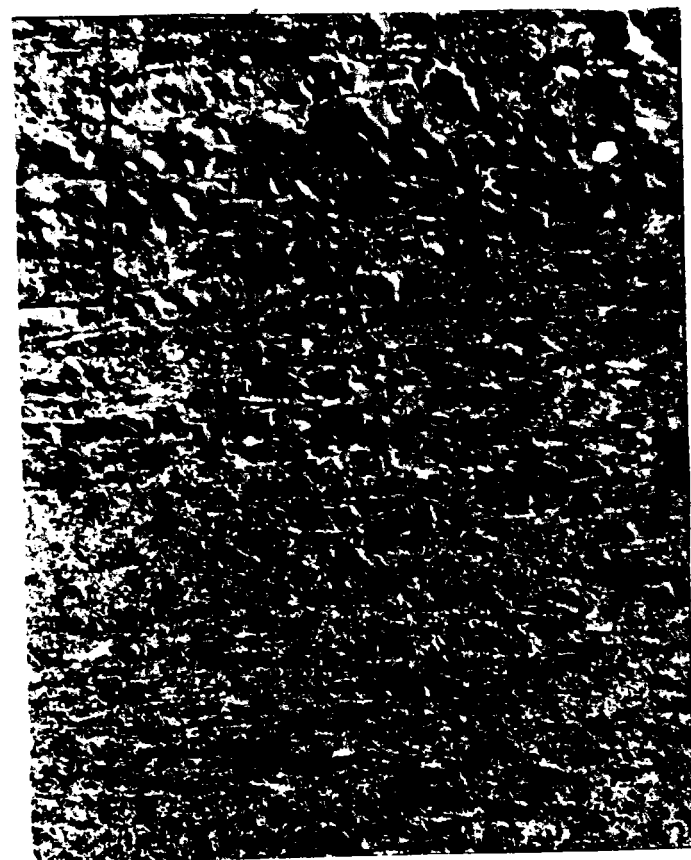
Une fois les tôles réalisées, nous avons procédé à leur caractérisation au moyen des différentes techniques explicitées dans le chapitre suivant.



ZN C2717 X200



ZN D0503 X200



ZN C2033 X200



ZN B2331 X200

Fig. .IV.1 Micrographies

Références bibliographiques : Chapitre IV

Mc LEAN D. (1975) J. Phys. 36 (10), C-4, 273

Rap. CRM (1986), 'Note sur le laminage, controle des aliages laminés HR', ZnG 19/86

ZENER C., HOLLOMON J.H. (1944), J.App. Phys. 15 (11), 22

V) Les techniques utilisées

Ce chapitre est une présentation détaillée des techniques spécifiques de mesure et d'analyse utilisées tout au long de ce travail.

V-1) Orientations individuelles de grains par E.B.S.P.

Plusieurs solutions s'offraient à nous pour mesurer des orientations individuelles de grains.

- en microscopie à transmission par l'exploitation de diagrammes de Kikuchi d'électrons transmis (Selected Area Diffraction (S.A.D) ou micro-diffraction)

- en microscopie à balayage (M.E.B) en exploitant les données des pseudo-diagrammes de kikuchi d'électrons canalisés technique des 'Channeling-patterns' (E.C.P.)

- toujours en microscopie à balayage par l'exploitation de pseudo-diagrammes de Kikuchi d'électrons rétro-diffusés (E.B.S.P.) : Electrons - back - scattering - pattern

Notre choix s'est porté sur cette dernière technique qui connaît depuis quelques années un développement important. Cette méthode nous permet de faire des analyses qualitatives de texture locale, dans le sens où il est possible de déterminer l'orientation et la localisation spatiale des grains. Il est en effet bien établi que l'on peut observer des pseudo-diagrammes de Kikuchi à partir d'un microscope à balayage par l'intermédiaire d'un écran fluorescent. Alam et al (1954), puis Venables et Harland, (1973) ont posé les bases physiques et technologiques de cette nouvelle méthode développée par la suite par Dingley (1981 et 1987) et plus récemment par (J.Jensen et N.H.Schmidt, 1990).

Elle offre les avantages d'une bonne résolution spatiale (0,5mm), d'une excellente résolution angulaire ($<0,5^\circ$), d'un domaine angulaire des diagrammes de Kikuchi de l'ordre de 70° (à comparer aux 15° de l'E.C.P.), et présente l'énorme avantage de pouvoir être utilisée pour l'analyse d'échantillons massifs. C'est un avantage décisif sur le S.A.D., et les lames minces qui demandent une élaboration fastidieuse et qui ne permettent que l'observation d'une plage de l'ordre de 100 mm au maximum.

V-1.1) Le matériel : principe de fonctionnement

Les mesures par E.B.S.P. ont été effectuées sur un système développé par la société SINTEF METALLURGI (Norvège) et piloté par un logiciel développé par N.H. Schmidt. L'ensemble du produit est sous licence Fondis Electronique (Z.I. de Vieux Thann, B.P. 105, 68800 Thann)

On trouvera un schéma de principe du système E.B.S.P. figure V.1.1.

Cette technique nécessite de travailler en mode spot avec un microscope électronique à balayage, ce qui veut dire que l'on focalise le faisceau d'électrons incidents sur le grain à analyser. La tension d'accélération est comprise entre 15 et 30 KV, le courant de sonde entre 10^{-7} et 10^{-8} A. L'échantillon est fortement incliné (de 60 à 80° par rapport à sa position habituelle selon le type de matériau) de façon à obtenir le taux de rétro-diffusion le plus important possible. Le diagramme se matérialise sur un écran fluorescent placé à l'intérieur de la chambre, en face de l'échantillon. On utilise alors une caméra haute sensibilité (type S.I.T.) qui saisit l'image. Celle-ci est ensuite transférée sur ordinateur pour y être analysée.

Le diagramme de kikuchi est constitué de bandes d'épaisseurs différentes (traces des plans cristallographiques) faisant entre elles des angles déterminés et d'axes de zone (intersection de plans cristallographiques). On trouvera figure V.1.5, un exemple d'analyse du système E.B.S.P

Connaissant la structure cristallographique , les paramètres de mailles, la classe de Laue et les sites atomiques du matériau, on peut donc, moyennant le repérage géométrique de 3 axes de zones ou plus sur l'écran fluorescent, calculer les angles qui les séparent et remonter à l'orientation du grain (monocristal) par rapport au repère échantillon.

V-1.2) Principes d'obtention du diagramme de Kikuchi

On lèvera au préalable une ambiguïté concernant la dénomination de diagrammes de Kikuchi en E.B.S.P.. Il s'agit en fait de pseudo-diagrammes de Kikuchi puisque le processus physique d'obtention des diagrammes est différent de celui en transmission.

En transmission (fig.V.1.2.(a)), très schématiquement, le faisceau d'électrons incidents diffuse quasi élastiquement dans l'échantillon et rencontre en incidence de Bragg les plans cristallographiques, générant des cônes de révolution dont l'intersection avec le plan image donne des paires de lignes de Kikuchi. La longueur d'onde des électrons étant faible, l'ouverture angulaire de ces cônes est grande, ce qui implique que leurs intersections avec le plan image sont matérialisées par des droites.

Dans le cas de l'E.B.S.P. (Fig.V.1.2.(b)), le processus est le suivant. Dans un premier temps, le faisceau d'électrons diffuse inélastiquement à l'intérieur de l'échantillon de manière isotrope dans toutes les directions. Ensuite l'ensemble des électrons en incidence de Bragg pour un certain angle Θ_{hkl} , sont diffractés, émergent de la surface et génèrent la bande de Kikuchi correspondant à la famille de plans (hkl). On attribue le fait que l'on obtienne des bandes et non des lignes bien définies au fait que les électrons diffractés sont préalablement diffusés, et que la contribution des électrons secondaires au signal diffracté dépend de l'orientation.

Avant d'entrer dans le détail de l'analyse des diagrammes de Kikuchi, nous ferons la remarque suivante. Contrairement, au cas de la transmission, la proportion d'électrons rétro-diffusés est faible, et a fortiori, celle qui concourt à l'obtention du diagrammes de Kikuchi (moins de 5 %).

D'un point de vue purement théorique, il existe un certain nombre de résultats permettant de prévoir le coefficient de rétro-diffusion en fonction de l'angle α entre la normale à la surface de l'échantillon et le faisceau d'électrons incidents.

Sachant que l'on peut être amené à modifier la géométrie du système, il est intéressant de savoir dans quelles limites on peut modifier l'angle α sans trop atténuer le signal rétro-diffusé.

- Arnal et al(1969) donnent une bonne approximation du coefficient de rétrodiffusion en fonction de α et de Z .

$$\eta_{\alpha} = \frac{1}{(1+\cos\alpha)\sqrt{Z}}$$

avec α angle d'incidence des électrons par rapport à la surface de l'échantillon, Z numéro atomique du matériau

V-1.3) Détermination de l'orientation d'un grain : indexation

L'indexation d'un diagramme nécessite au minimum 3 points (axes de zones) sur l'écran, définis par leurs coordonnées (x_i, y_i) (Fig.V.1.3). Ces coordonnées sont alors transformées en vecteurs V^i par rapport au repère échantillon.

$$V^i = T_E \cdot \begin{bmatrix} x_i - x_0 \\ y_i - y_0 \\ D \end{bmatrix}$$

T_E est la matrice de transformation qui permet d'écrire les coordonnées (x_i, y_i) en termes de v^i dans le repère échantillon (voir Fig.V.1.3). Elle prend en compte, le tilt de l'échantillon et l'angle entre l'échantillon et l'écran fluorescent (défini par la configuration des ports extérieurs du microscope).

Les paramètres (x_0, y_0) et D sont déterminés à partir de la calibration du système. (x_0, y_0) sont les coordonnées de PC, appelé centre de projection ou Pattern-Center, D est la distance entre l'échantillon et l'écran fluorescent.

On calcule les angles entre les différents vecteurs non-coplanaires, que l'on compare à des valeurs calculées au préalable, à partir d'un certain nombre d'axes de zones $[hkl]$. La solution est alors retranscrite sous forme d'un diagramme théorique qui est comparé visuellement au diagramme expérimental pour agrément. Une fois la bonne solution déterminée, il est alors simple d'exprimer l'orientation du grain dans l'échantillon sous forme d'angles d'Euler à partir des indices de Miller.

N.H. Schmidt (1991) a montré expérimentalement que la moyenne des écarts-types sur les 3 angles d'Euler était comprise entre 0.05° et 0.2° ce qui caractérise la reproductibilité de la mesure.

Ces orientations individuelles sont alors exploitées soit en tant que telles sur des figures de pôles, soit permettent de calculer des désorientations entre grains voisins.

V-1.4) Analyses statistiques des désorientations

Pour calculer les désorientations entre grains, on considère chaque grain et ses voisins directs. On calcule ensuite les matrices de rotation permettant d'amener chaque grain en correspondance avec ses voisins ainsi que les vecteurs propres de ces matrices.

Soit la figure V.1.4 qui représente la localisation dans l'espace d'Euler de 2 orientations individuelles de grains, (1) et (2) définies chacune par 3 angles d'Euler.

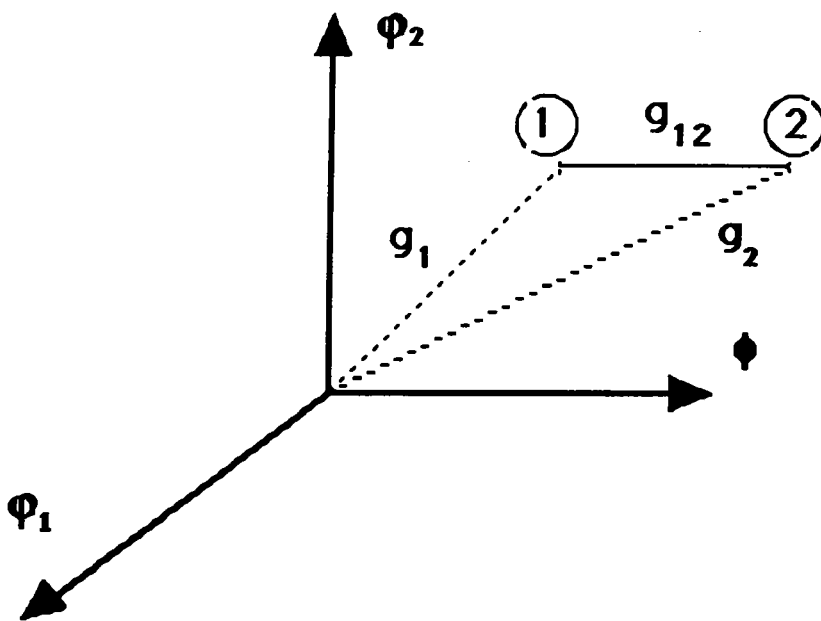


Fig.V.1. 4 : $\mathbf{g}_{12} = \mathbf{g}_2 * \mathbf{g}_1^{-1}$

\mathbf{g}_1 et \mathbf{g}_2 sont les matrices de rotation permettant de faire coïncider les repères des cristallites 1 et 2 avec le repère échantillon. Elles sont calculées à partir des angles d'Euler j_1, f, j_2 comme la composition des 3 matrices de rotation définies par ces angles.

$$\mathbf{g}(j_1, f, j_2) = \mathbf{g}(0, 0, j_2) \cdot \mathbf{g}(0, f, 0) \cdot \mathbf{g}(j_1, 0, 0)$$

g_{12} représente la matrice de rotation permettant de faire coïncider les orientations 1 et 2.

A partir de la description en termes de matrices de rotation, on peut caractériser chaque couple de grains voisins par un angle de rotation (désorientation ou distance angulaire dans l'espace d'Euler) w et un vecteur propre \mathbf{n} (noté sous forme de direction cristallographique $\langle hkl \rangle$).

Les calculs de w et \mathbf{n} sont effectués selon S. ALTMANN à partir de la matrice g_{12} sachant que la matrice de rotation g correspondant à la rotation w peut s'écrire comme suit :

$$\mathbf{g} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix}$$

En transformant cette matrice en tenant compte du fait que la trace est invariante, on obtient aisément la valeur de w :

$$\cos(\omega) = \frac{1}{2} (\text{tr}(\mathbf{g}) - 1)$$

et le vecteur propre de la rotation correspondant à la valeur propre réelle 1 dont les composantes sont les suivantes :

$$n_x = \frac{g_{32} - g_{23}}{2\sin(\omega)} \qquad n_y = \frac{g_{13} - g_{31}}{2\sin(\omega)} \qquad n_z = \frac{g_{21} - g_{12}}{2\sin(\omega)}$$

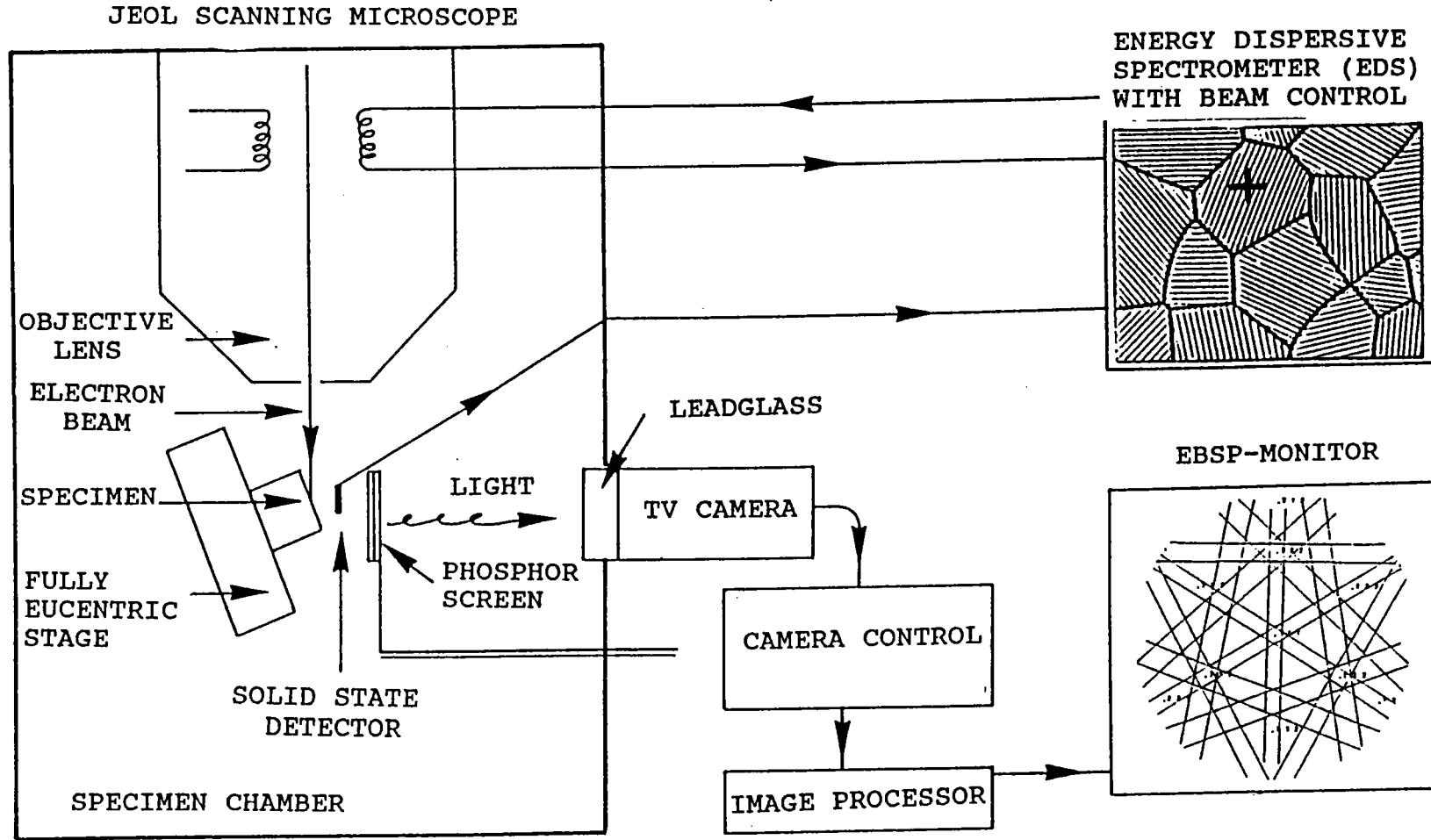
w représente la valeur minimale de la rotation permettant de passer du grain (1) au grain (2) et réciproquement. Pour déterminer cette valeur, il faut tout d'abord ramener les triplets (1) et (2) d'angles d'Euler dans le domaine fondamental pour la symétrie cristalline hexagonale, puis calculer les 12 équivalents que donne cette symétrie pour chaque triplet d'angles.

On calcule ensuite pour chaque équivalent de (1) et les 12 équivalents de (2) la valeur w , et l'on choisit la plus petite qui correspond à la valeur recherchée. L'ensemble des désorientations w_i ainsi calculées pour chaque couple de voisins, sont alors représentées sous forme d'histogrammes de classes de désorientations variant de 0° à 100° .

En fait, Heinz et Neumann (1991), ont démontré que pour la symétrie hexagonale, la désorientation w peut être au plus égale à 93.84° .

Les couples (w, n) peuvent être analysés en terme de joints de coïncidence (Hagège et Nouet, 1989) en écrivant n dans la base du réseau hexagonal. Nous étendrons cette notion à celle de coïncidence approchée développée par Warrington et al (1981) qui prend en compte les mailles presque communes présentant entre elles une légère différence de taille et / ou d'orientation.

Fig. V.1.1 : schéma du système EBSD



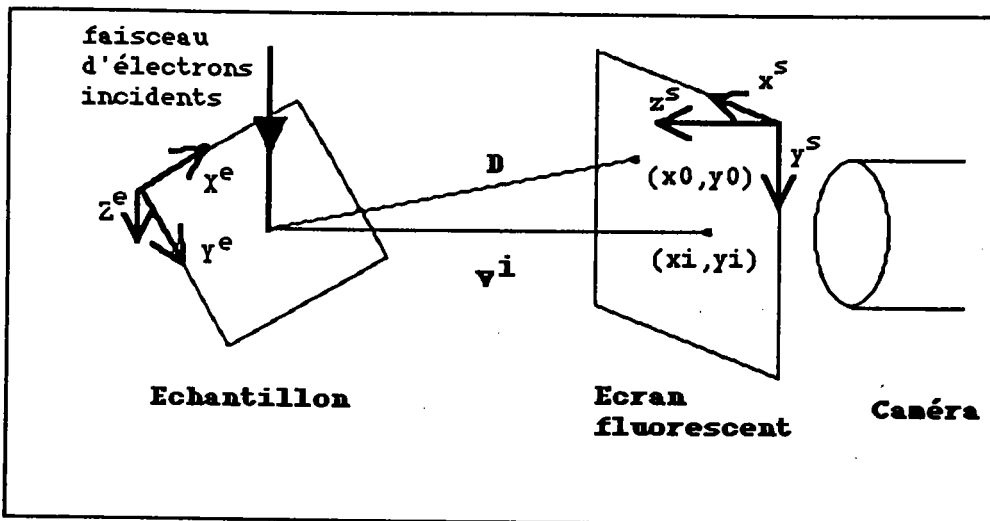


Fig. V.1.3 : Relations géométriques entre le repère échantillon et le repère écran

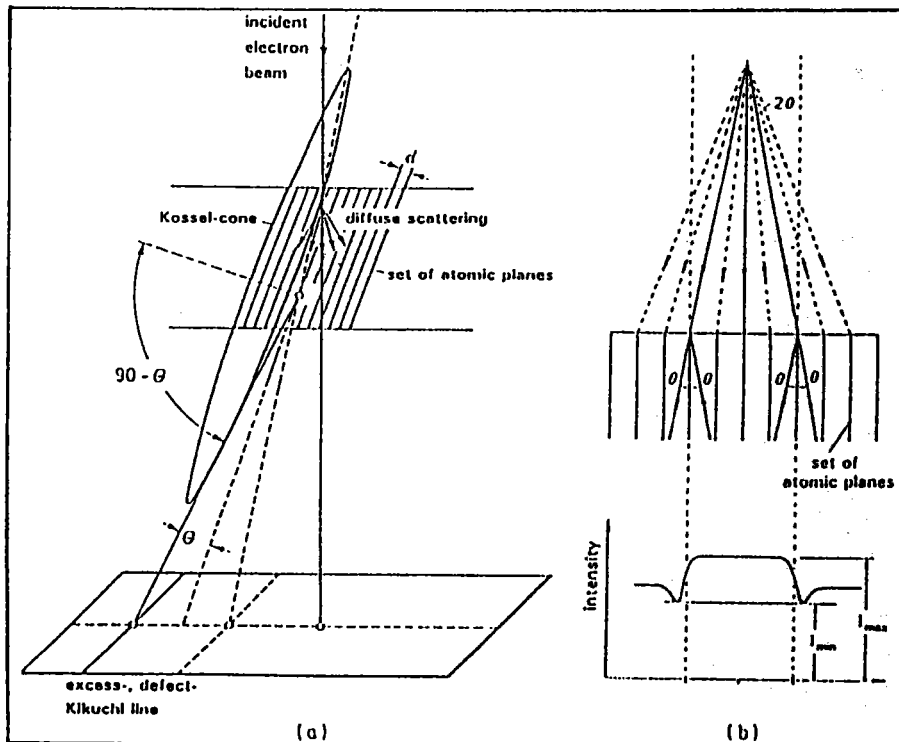
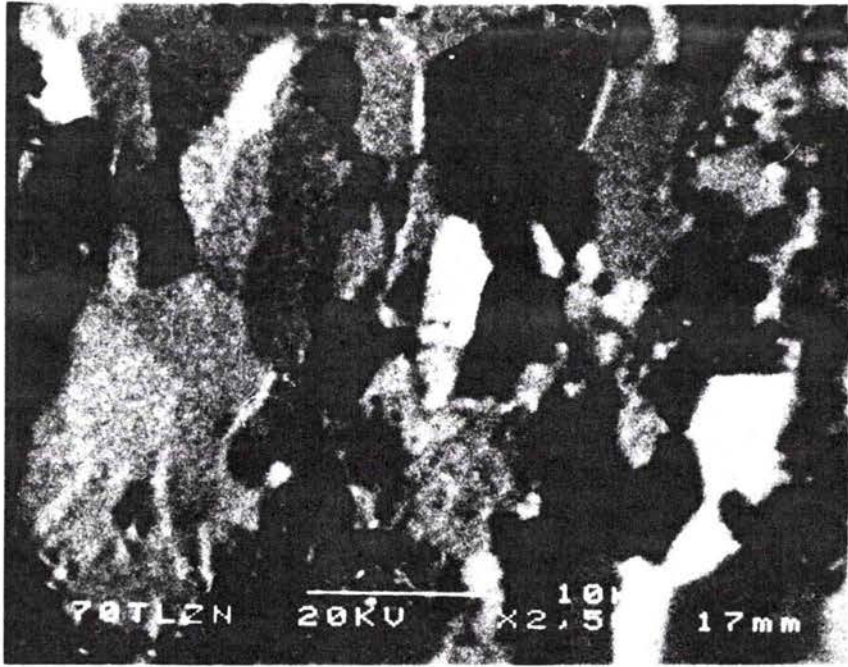
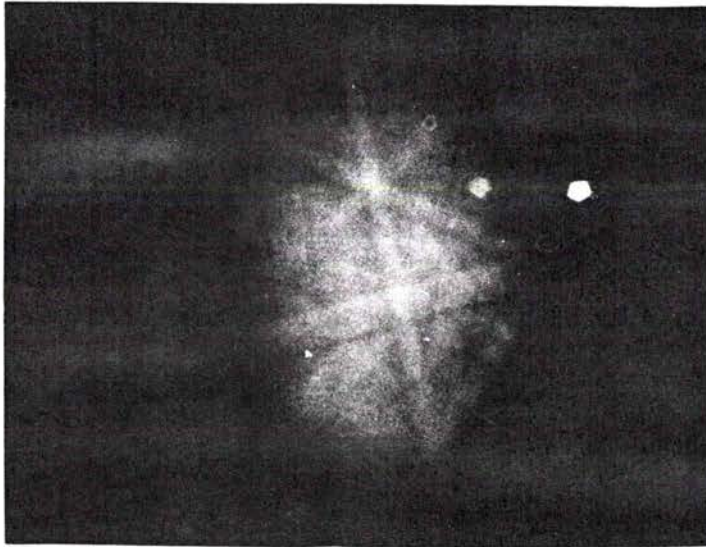


Fig. V.1.2 : Formation des lignes de Kikuchi

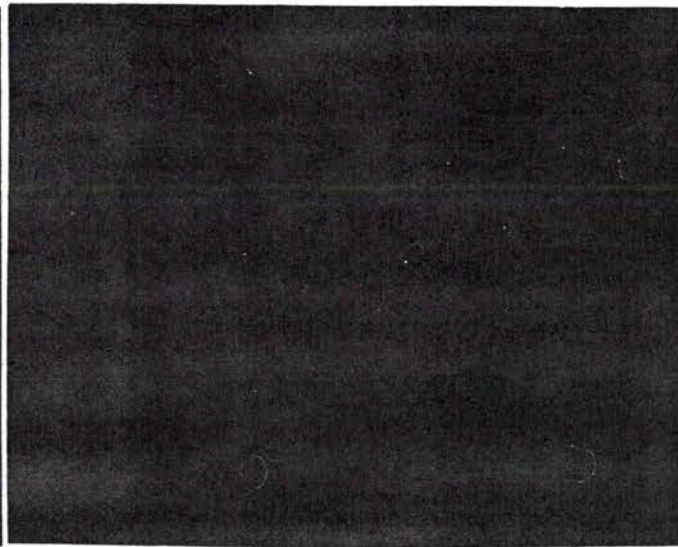
- a) en transmission
- b) en rétro-diffusion d'électrons



a)



b)



c)

Fig.VI.5 : a) Micrographie en M.E.B. d'un alliage de Zinc (électrons secondaires)

b, c) Pseudo-diagrammes de Kikuchi de 2 grains

V-2) Analyse tridimensionnelle de texture

V-2-1) Diffraction de rayons X

Un métal est constitué d'un agrégat de grains considérés comme des monocristaux. Chacun d'eux peut être considéré comme une succession de plans réticulaires équidistants, de distance interréticulaire d_{hkl} , qui éclairés par un faisceau de RX monochromatique diffractent quand ils satisfont les conditions de Bragg suivantes (voir Fig.V.2.1).

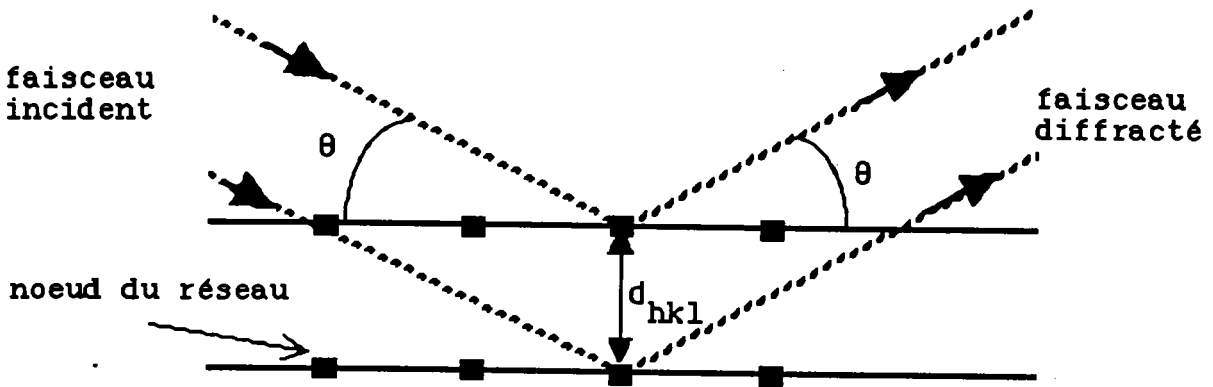


Figure V.2.1 : Relation de Bragg : $\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$

avec θ angle de Bragg, λ longueur d'onde du faisceau incident et d_{hkl} , la distance interréticulaire pour la famille de plans (hkl).

On voit donc que l'on pourra choisir de faire diffracter une certaine famille de plans (hkl) en choisissant l'angle d'incidence (angle de Bragg) du faisceau de rayons X. On pourra donc, en mesurant l'intensité du faisceau diffracté, déterminer la densité de normales à la famille de plans sélectionnés.

V-2.2) Goniométrie X

V-2.2.1) Figures de pôles directes

On mesure une figure de pôles directe à l'aide d'un goniomètre de texture (diffractomètre à 4 cercles) et du montage de la figure V.2.2. Une telle figure représente la répartition des normales à une famille de plans (hkl), dans un repère défini à partir de 3 directions particulières de la tôle : la direction de laminage DL, la direction transverse DT, et la direction normale DN. Pour décrire de façon complète la sphère des pôles, on procède par rotations successives (fig.V.2.3) autour de DT (déclinaison : K) et autour de DN (azimuth : ϕ) et on reporte en chaque point d'une projection stéréographique la densité de pôles relative de la famille de plans (hkl) mesurés, sous forme de lignes de niveaux. Le plan de projection de la projection stéréographique est défini par (DL, DT).

V-2.2.2) Conditions de mesures et corrections

V-2.2.2.a) Conditions de mesures

Pour chaque échantillon, on a mesuré 4 figures de pôles correspondant aux familles de plans (hkl) suivantes. Les valeurs d'angles de Bragg ont été calculées pour une anticathode au cobalt. Les pics de diffraction du zinc mesurés au cobalt présentent l'intérêt d'être bien séparés.

Plan (hkl)	2 θ théorique	2 θ mesuré
(00.2)	42.39	42.50
(10.0)	45.59	45.60
(10.1)	50.62	50.60
(10.2)	64.00	64.1

les pas de rotation du goniomètre sont : $\Delta K = 2.5^\circ$, $\Delta \phi = 5^\circ$

V-2.2.2.b) Correction du bruit de fond

L'intensité du signal recueillie lors de la mesure représente la somme du signal issu du matériau, le signal utile, et d'un signal parasite provenant de l'électronique du compteur, de la fluorescence du matériau, ou de réflexions parasites (pics rapprochés) que l'on nomme bruit de fond.

On réalise la mesure du bruit de fond pour chaque figure de pôles. La mesure est effectuée de part et d'autre du pic du diffractogramme correspondant à l'angle de Bragg de la famille de plans réticulaires mesurée et dans les mêmes conditions (comptage) que la figure de pôles. On a choisi d'utiliser une valeur de bruit de fond par figure, une valeur par couronne mesurée n'apportant pas dans notre cas, d'amélioration significative à la correction.

Dans le cas des tôles de zinc allié, cette correction doit être effectuée avec beaucoup de soins car elle pourrait générer des erreurs dans l'analyse qui suit (particulièrement pour la figure de pôle (10.0) dont les maxima d'intensité sont situés à la périphérie de la figure). De plus, il est souhaitable d'effectuer un diffractogramme préalable de l'échantillon pour éviter d'intégrer l'intensité d'un pic lors de la mesure du bruit de fond.

V-2.2.2.c) Correction de défocalisation

Les figures de pôles expérimentales sont mesurées jusqu'à un angle de déclinaison de 80° . L'élargissement du faisceau réfléchi dû à un grand angle de déclinaison, fait que le compteur ne reçoit pas l'intégralité du signal réfléchi. On applique donc un facteur correctif fonction de l'angle de déclinaison à l'intensité mesurée

Les figures de pôles en réflexion sont mesurées pour une déclinaison maximale de 80° car au delà de cette valeur la défocalisation est trop importante, elles sont donc incomplètes.

Pour les compléter, on a utilisé des logiciels d'analyse tridimensionnelle de textures développés au LM2P.

V-2.3) Fonction de densité des orientations (F.D.O.)

V-2.3.1) Orientation d'un grain dans l'espace

L'orientation d'un cristallite est complètement déterminée en décrivant l'ensemble des rotations (angles d'Euler) permettant de faire coïncider le repère K_B ou repère microscopique avec le repère K_A appelé repère macroscopique (fig.V.2.4).

$$K_A \text{ -----} \rightarrow g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \text{ -----} \rightarrow K_B$$

V-2.3.2) Domaine fondamental de l'espace d'Euler

Les symétries cristalline et d'échantillon imposent des propriétés d'invariance dans l'espace d'Euler.

V-2.3.2.a) La symétrie cristalline

La classe de symétrie du zinc est 6/mmm. On trouve donc un axe de rotation d'ordre 6 et 6 axes binaires. La figure V.2.5 fixe le repère du cristallite dans la maille hexagonale.

L'axe d'ordre 6 impose une invariance pour les points suivants de l'espace d'Euler :

$$(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = (\varphi_1, \phi, \varphi_2 + k\frac{2\pi}{6}) \quad k \in \mathbb{Z}$$

Un axe binaire impose une invariance pour les points suivants :

$$(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = (\pi + \varphi_1, \pi - \phi, 2\pi - \varphi_2) = (\pi + \varphi_1, \pi - \phi, \frac{\pi}{3} - \varphi_2)$$

En conclusion, on peut limiter ϕ_2 à l'intervalle $[0, 2\pi/6]$ et diviser le domaine en limitant ϕ_1 à l'intervalle $[0, \pi]$, ou ϕ à l'intervalle $[0, \pi/2]$

V-2.3.2.b) La symétrie d'échantillon

Le type de mise en forme d'un matériau induit généralement une symétrie d'échantillon (ex : dans de nombreux cas, on considère que le laminage [traction uniaxiale + compression simple] induit une symétrie d'échantillon orthotrope).

Pour l'analyse de nos échantillons, nous avons travaillé avec la symétrie d'échantillon triclinique et la symétrie cristalline hexagonale (Fig.V.2.5).

V-2.3.3) Calcul de la fonction de densité des orientations (FDO)

La FDO est une fonction au sens statistique du terme. Elle donne la fraction volumique de cristallites dont l'orientation est g à dg près.

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g)dg \text{ avec } f(g) > 0 \text{ et } \int f(g)dg = 1$$

On calcule cette fonction de texture à partir de la fonction de densité de pôles $P_{hi}(y)$ et pour cela il faut résoudre l'équation fondamentale de l'analyse de texture.

$$P_{hi}(y) = \int_{hi//y} f(g)dg$$

Dans le cadre de notre étude, nous résoudrons cette équation en utilisant le formalisme de Bunge et Roe qui permet de développer les fonctions $P_{hi}(y)$ et $f(g)$ en séries d'harmoniques sphériques

La fonction de texture $f(g)$ se développe sur la base des harmoniques sphériques généralisés :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=1}^{M(l)} \sum_{n=1}^{n=1} C_l^{\mu n} \dot{T}_l^{\mu n}$$

avec

$$\dot{T}_l^{\mu n}(g) = \sum_{m=-1}^{m=1} \dot{A}_l^{m\mu} T_l^{mn}(g)$$

les fonction symétrisées $\dot{T}_l^{\mu n}(g)$, sont des combinaisons linéaires des harmoniques sphériques généralisés $T_l^{mn}(g)$.

La fonction de densité de pôles se développe sur la base des harmoniques simples $K_l^n(y)$.

$$P_{hi}(y) = \sum_{l=0}^{l=l_{\max}} \sum_{n=1}^{n=1} F_l^n(hi) K_l^n(y)$$

$F_l^n(hi)$ étant les coefficients du développement en série.

On peut alors trouver une relation liant les $F_l^n(hi)$ et les $C_l^{\mu n}$:

$$F_l^n(hi) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{M(l)} C_l^{\mu n} \dot{K}_l^{\mu}(hi)$$

Les coefficients $F_1^n(h_i)$ sont calculés à partir des figures de pôles expérimentales. Les inconnues sont les $M(l)$ coefficients $C_1^{\mu\nu}$ à déterminer. $M(l)$ est étroitement lié à la symétrie cristalline. Dans le cas de la symétrie hexagonale pour un rang $l_{\max}=22$ du développement en série, on a $M(l)=4$, ce qui signifie qu'il faut 4 figures de pôles différentes pour résoudre le système d'équations précédent.

V-2.3.4) Représentation de la FDO

La représentation de la FDO se fait par l'intermédiaire de sections par pas angulaires constants.

Nous avons utilisé dans ce travail des sections à φ_1 constant pour les pas angulaires suivants :

$$\Delta\varphi_1 = 15^\circ \text{ soit 25 sections de } 0^\circ \text{ à } 360^\circ$$

$$\Delta\phi = 6^\circ \text{ de } 0^\circ \text{ à } 90^\circ$$

$$\Delta\varphi_2 = 6^\circ \text{ de } 0^\circ \text{ à } 60^\circ$$

On utilisera aussi des coupes de la FDO pour φ_1 variant de 0° à 360° pour des valeurs particulières de ϕ et φ_2 .

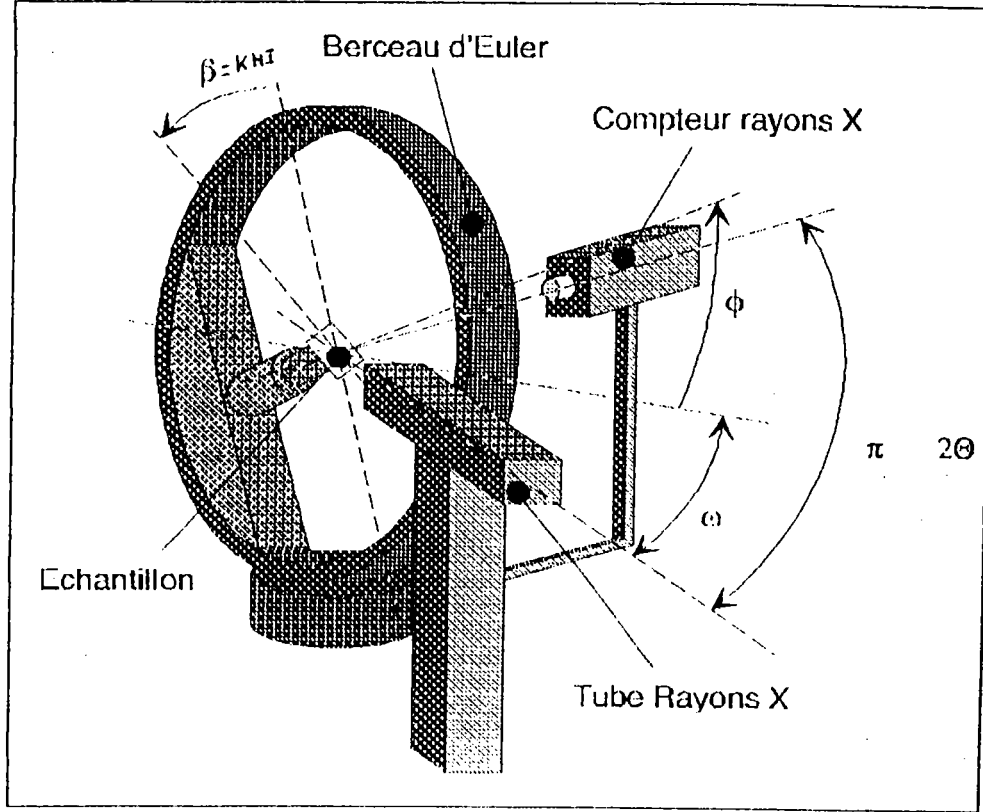


Fig V.2.2 : Schéma de principe d'un goniomètre de texture

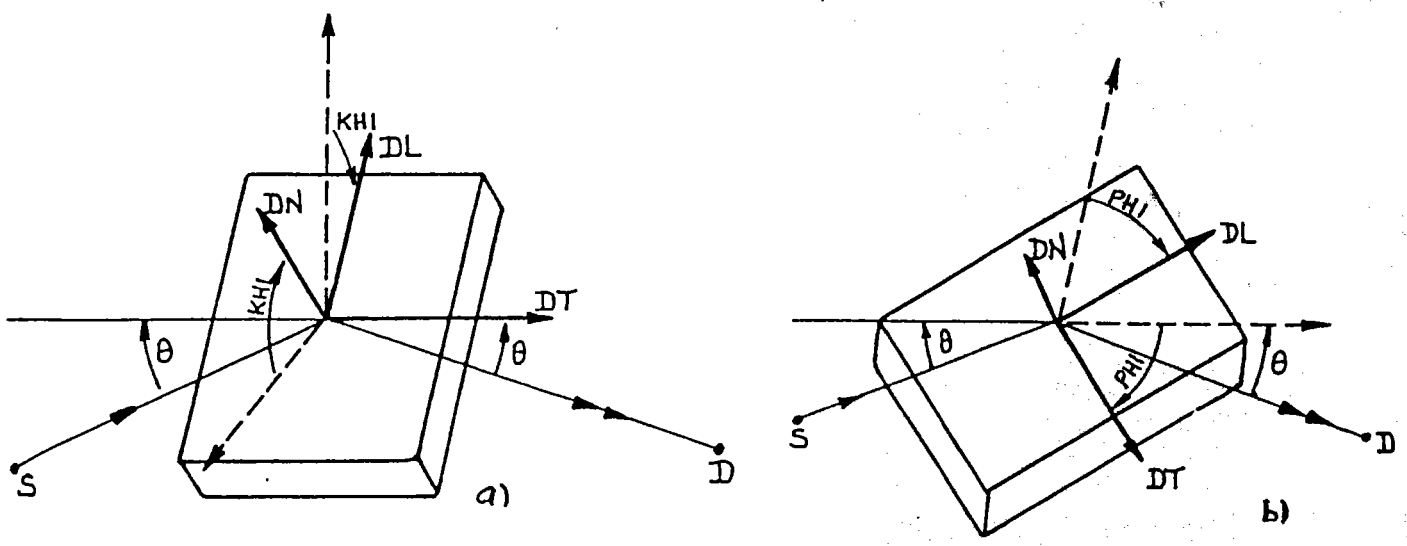


Fig V.2.3 : a) Déclinaison - b) Azimuth

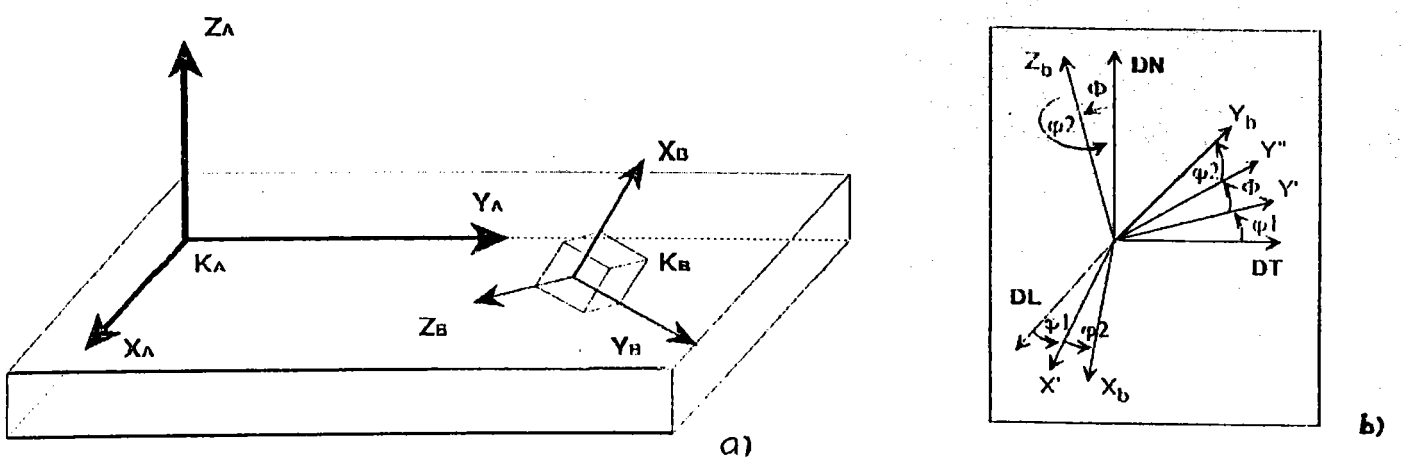


Fig V.2.4 : a) Relations d'orientation - b) Définition des angles d'Euler

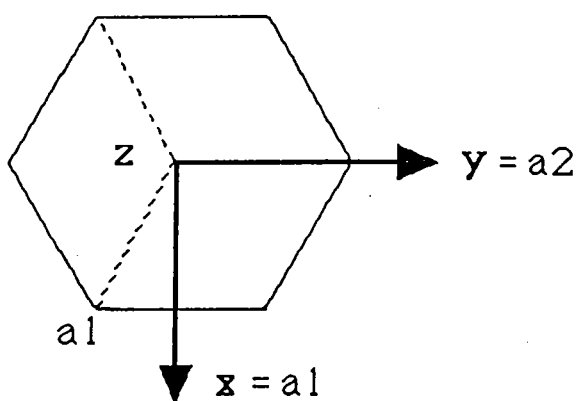


Fig.V.2.5 : Choix des axes du repère cristallite dans la maille hexagonale

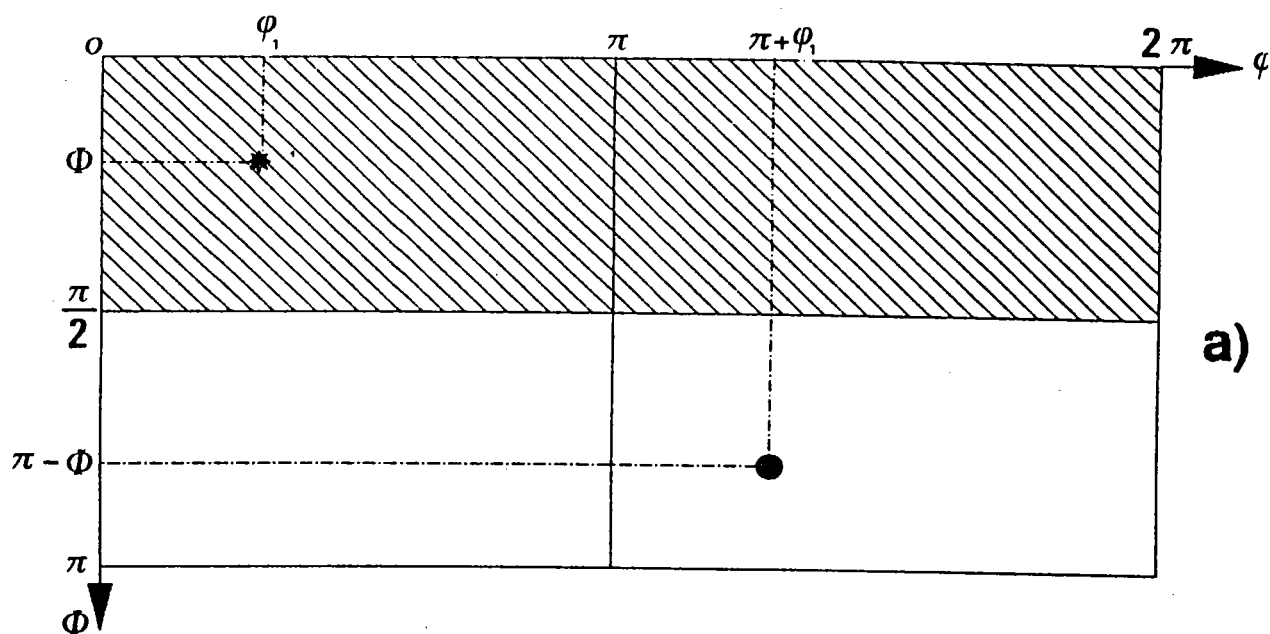


Fig V.2.6 : Points équivalents dans l'espace d'Euler pour la symétrie Hexagonale - triclinique

V-3) Les essais mécaniques

V-3.1) Essais de pliage

V-3.1.1) Essais de pliage alterné

Ce sont des essais normalisés effectués à l'usine Vieille-Montagne d'Auby sur une machine de pliage automatisée (fig.V.3.1).

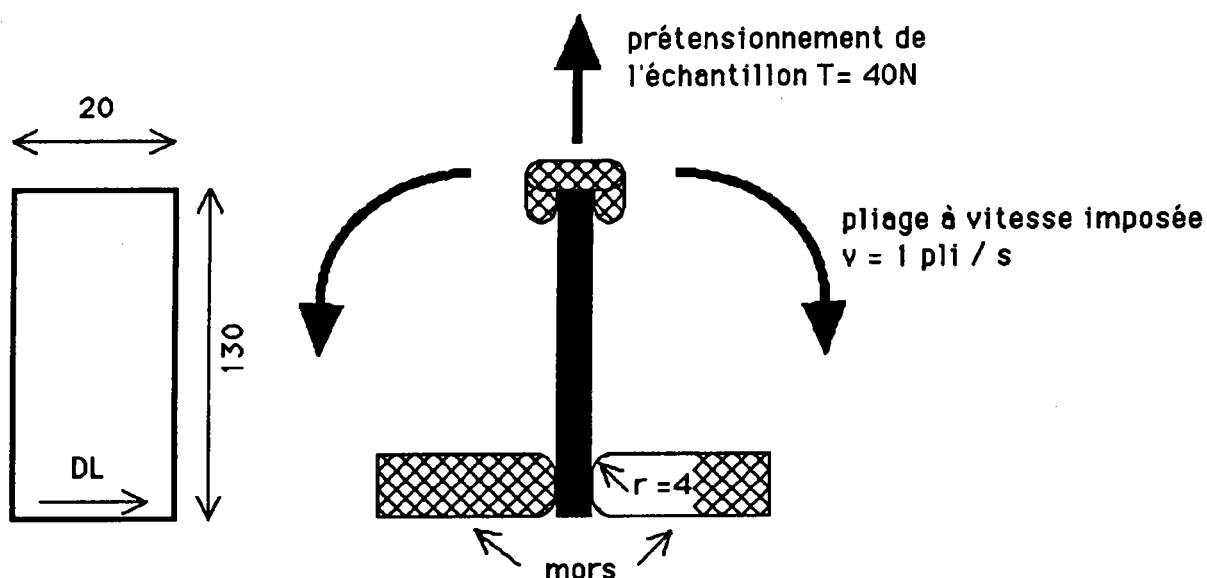


Fig.V.3.1 : Schéma de principe du pliage alterné

L'échantillon est serré dans des mors, prétensionné, et subit un pliage alterné jusqu'à rupture à une température maintenue constante dans l'enceinte. Le pli est fait dans le sens le plus défavorable, c'est à dire parallèle à la direction de laminage. **Le résultat est donné sous la forme du nombre de plis à rupture.**

V-3.1.2) Pliage à froid ou pliage maillet

Ce type de pliage est défini pour reproduire le geste typique du couvreur qui effectuerait un pliage à l'aide de son maillet. Ces essais sont effectués sur une machine automatisée confinée dans une enceinte thermostatée qui peut descendre à basse température. Ils se déroulent en 2 temps.

Dans un premier temps, les éprouvettes sont cintrées sur une plieuse manuelle munie d'un mandrin de 10 mm de diamètre (fig.V.3.2).

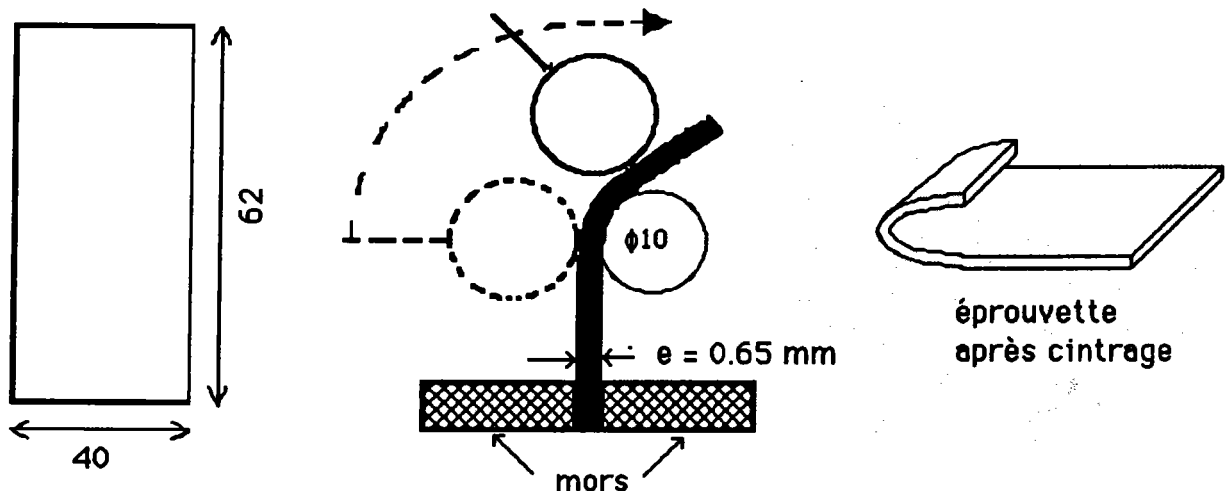


Fig.V.3.2 : système de cintrage et éprouvette après cintrage

Les dimensions sont calculées d'après une étude effectuée par Brach (1981). La largeur est parallèle à la direction de laminage.

L'énergie E de pli développée par l'utilisateur pour effectuer 1 cm de pli en (J/cm) est donnée par la formule :

$$E = 3 \times e + 1.38 \quad \text{avec } e \text{ l'épaisseur de l'éprouvette}$$

La largeur l de l'éprouvette est calculée à partir de l'énergie de pli E par la formule :

$$l = \frac{13.4}{E} \times 10$$

La longueur est fixée à 62 mm pour des raisons techniques uniquement.

Dans un deuxième temps, les éprouvettes cintrées sont portées préalablement à la température de consigne en les stockant dans l'enceinte puis on procède à l'essai (fig.V.3.3).

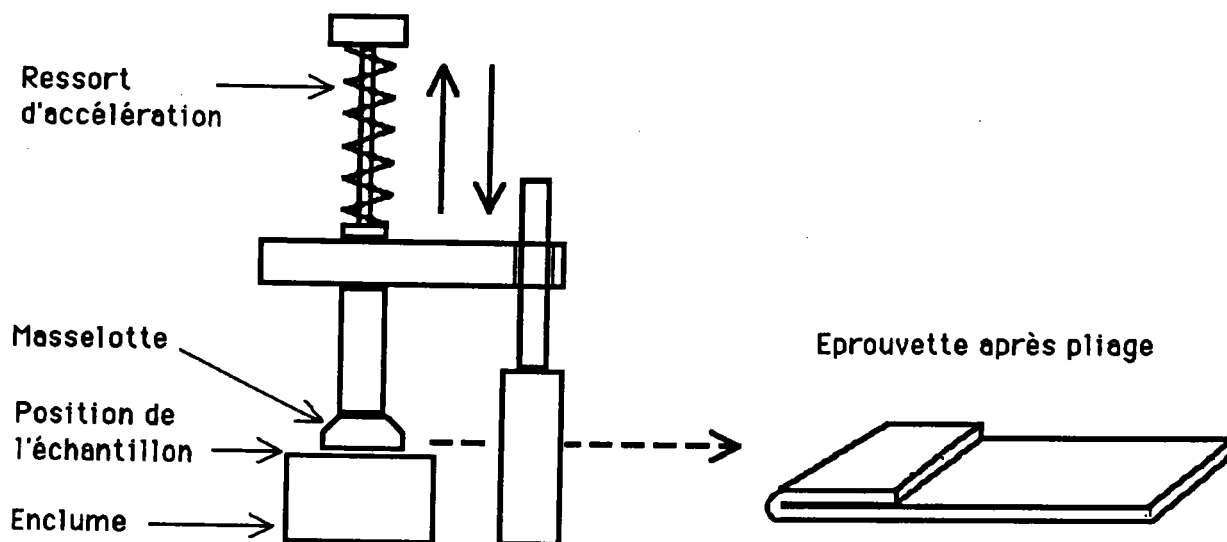


Fig.V.3.3 : schéma de principe du pliage à froid

Un essai donné consiste à plier n éprouvettes pour que la somme des largeurs soit environ égale à 250 mm. On effectue alors un examen à la loupe binoculaire équipée d'un micromètre à 100 graduations de la partie pliée. **Le résultat représente le taux de fissures en pourcents sur ces 250 mm de plis.**

V.3.2) Les essais de traction

Les essais de traction ont été réalisés en partie au laboratoire de Metz et en partie au laboratoire d'essais mécaniques de la Société Vieille-Montagne. Ce sont des essais sur éprouvettes standard ISO 50 effectués sur des machines de traction dites 'molles' (à vitesse de déformation constante). Nous avons prélevé des éprouvettes dans la direction de laminage et perpendiculairement à cette direction.

V-4) Mesures de dilatométrie absolue

V-4.1) Introduction

L'analyse dilatométrique est une méthode d'analyse thermique permettant de suivre les variations du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température et en particulier au moment d'une transformation ou à la suite d'un phénomène physique (relaxation, recristallisation, mise en solution).

Les mesures de dilatométrie absolue sont effectuées sur un appareillage type DT1000, commercialisé par la société Adamel-Lhomargy. Les échantillons utilisés, d'une taille voisine de 13 mm de long, ont été prélevés dans des tôles de zinc ayant subi un laminage à froid de l'ordre de 50 %.

Le suivi de la température de l'échantillon est effectué par le biais d'un thermo-couple soudé sur l'échantillon qui retranscrit les variations de température.

L'inertie thermique de l'appareil, ainsi que sa réponse propre sont corrigées ultérieurement par l'intermédiaire d'un échantillon étalon.

V-4.2) Conditions opératoires

Le cycle thermique est identique pour tous les échantillons et se décompose comme suit :

- obtention du vide dans l'enceinte de chauffage
- montée lente en température : $100^{\circ}\text{C} / \text{h}$, jusqu'à 300°
- palier isotherme à 300°C de 5 mn
- descente rapide de l'ordre de $10^{\circ}\text{C} / \text{s}$

V-4.3) Représentation

Les résultats sont représentés sous 2 formes.

- la courbe **classique** Dilatation - température

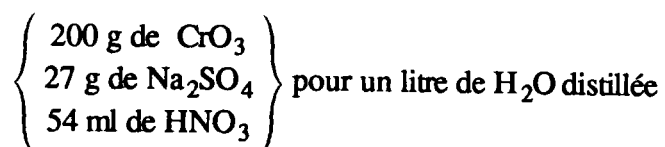
- une courbe présentant la **dérivée** (dilatation / température) par rapport à la température qui a l'avantage d'améliorer la visibilité des points de transformation.

V-5) Préparation des échantillons

V-5-1) Echantillons pour microscopie optique et électronique à balayage

La préparation des échantillons de zinc est classique. Elle consiste en un polissage mécanique fin, sur papier abrasif et en une attaque chimique terminale. Le zinc étant un matériau très ductile, le polissage mécanique requiert une certaine délicatesse pour ne pas induire de macles de polissage.

En ce qui concerne l'attaque chimique, l'échantillon est immergé pendant environ 30 secondes dans la solution suivante:



Il est ensuite rincé à grande eau, neutralisé dans une solution de potasse à 10 % et enfin rincé à l'alcool.

V-5-2) Echantillons pour analyses E.B.S.P.

Les conditions sont identiques aux précédentes, hormis le temps d'immersion dans la solution d'attaque qui est dépendant de la microstructure des échantillons pour les raisons suivantes.

La solution attaque préférentiellement la matrice Zn(Cu). Elle a donc tendance à mettre en relief les filets de seconde phase qui peuvent ainsi devenir des barrières pour le signal électronique diffracté. Les alliages présentant de faibles distances entre filets demandent donc un temps d'attaque moins important que ceux dont les filets sont relativement plus distants.

V-5-3) Echantillons pour microscopie à transmission

Quelque soit le type de matériau, la préparation de lames minces est laborieuse. Le zinc n'échappe pas à cette règle. Le mode de préparation se décompose comme suit :

- en premier lieu, on amincit mécaniquement très délicatement l'échantillon que l'on aura préalablement collé à la résine (Canada Balsam par exemple) sur un support. Une fois les ébauches obtenues sur l'emporte-pièce l'amincissement chimique est effectué sur une machine à jet de type Tenupol (STRUERS).

La composition de la solution d'attaque est la suivante :

$$\left\{ \begin{array}{l} 62,5 \% \text{ en Vol de méthanol} \\ 37,5 \% \text{ en Vol de H}_3\text{PO}_4 \text{ (85\%)} \end{array} \right\}$$

N.B.: cette solution est à conserver au réfrigérateur.

Les conditions opératoires sont les suivantes :

Température de la solution	: T ambiante
Tension	: 20 - 25 Volt
Intensité	: 2 - 4 mA
Débit pompe	: moyen
Durée	: environ 45 s

Références bibliographiques : Chapitre V

- ALAM et al (1954), Proc. R. Soc. A, 221-224
- ALTMANN S. L. , 'Rotations, Quaternions, and double Groups'
éditions Oxford Science Publication.
- ARNAL et al (1969b), 'Coefficient de rétro-diffusion dans le cas
d'électrons monocinétiques arrivant sur la cible avec une
incidence oblique', Compt. Rend. Acad. Sci. Paris, 268, 1526-1529
- BARRALIS J., MAEDER G. (1985), 'Précis de métallurgie' éditions
AFNOR-NATHAN
- BENARD J., MICHEL A., PHILIBERT J., TALBOT J. (1984),
'Métallurgie générale', éditions MASSON
- BRACH (1981), 'Contrôle qualité du zinc', Rapport Interne
Vieille-Montagne France S.A
- BUNGE H.J., ESLING C. (1986), 'Quantitative Texture Analysis'
éditions DGM Informationsgesellschaft. Verlag
- DINGLEY D.J.(1981), 'A comparison of diffraction techniques for
the SEM', Scan. Elec. Mic., IV, 273-286
- DINGLEY D.J.(1987), 'Diffraction from sub-microns areas using
electron backscattering in a SEM', Scan. Elec. Mic., II, 569-575
- JENSEN J., SCHMIDT N.H. (1990), 'An automatic on line technique
for determination of cristallographic orientations by EBSP', TMS,
219-224
- HAGEGE S., NOUET G. (1989), Acta. Crist. A45, p.217-227
- HEINZ A., NEUMANN P. (1991), Acta. Crist., A47, p.780-789

SCHMIDT N.H., BILDE SORENSEN J.B., JUUL JENSEN D. (1991), 'Band positions used for on-line crystallographic orientation determination from EBSD patterns', Sca.Micr. Vol 5, p.637-643

SCHWARZER R.(1989), ' Die Bestimmung der lokalen Textur mit dem Elektronenmikroskop', Habilitationsschrift, T.U. Clausthal, Allemagne

VENABLES J.A., HARLAND C.J. (1973), 'EBSD patterns : A new technique for obtaining crystallographic information in the SEM' Phil.Mag., 27, p.1193-1200

Vieille-Montagne France S.A. (1989), Rapport interne n° 89014

WARRINGTON D.H., COUSINEAU E., BONNET R. (1981), Acta. Cryst., A37, p.184-189

VI) RESULTATS DES ESSAIS EXPERIMENTAUX

VI-1) Introduction

Nous avons vu au chapitre (IV) que les résultats de l'étude préliminaire de certaines tôles industrielles nous ont conduit à l'élaboration de tôles spécifiques sur laminoir pilote. Ces tôles différant par leur composition en Mg, nous allons nous intéresser à quantifier l'influence de ce paramètre sur la pliabilité à basse température des différents alliages.

Compte tenu des résultats précédents et de ceux de la littérature, nous avons procédé à l'analyse de l'évolution des caractéristiques physiques et mécaniques de nos alliages en fonction du taux de Mg.

L'aptitude au pliage à basse température des alliages de zinc étant étroitement liée à leur état métallurgique du fait de la transition ductile-fragile (Cf.chap.III), nous avons dans un premier temps étudié l'évolution de leurs microstructures.

Nous avons ensuite examiné l'évolution de leurs différentes caractéristiques mécaniques par le biais d'essais de traction simple, d'essais de dureté, et d'essais de pliage alterné et à froid pour différentes températures.

WEGRIA (1985), puis GALLEDU (1992) ayant montré le parallèle qui existe entre l'acuité de la texture et la pliabilité (Cf.chap.II), nous avons analysé l'évolution des textures de nos différents alliages.

L'ensemble de ces premiers résultats, ainsi que les travaux antérieurs de Galledou (1992) concernant l'influence de certains types de désorientations sur les phénomènes de rupture, nous ont amené à penser qu'une étude locale d'orientations de grains était nécessaire pour une meilleure compréhension de l'influence du magnésium sur les différentes caractéristiques physiques et mécaniques. C'est pourquoi, nous avons procédé à des mesures d'orientations individuelles de grains par E.B.S.P. et à leur analyse en termes de désorientations entre grains.

Enfin, nous avons étudié l'évolution de la température de recristallisation des différents alliages et vérifié qu'elle correspondait en tout point à celle de la microstructure et des textures globales et locales.

VI-2) Observations micrographiques

Pour mémoire, les références des tôles et leur composition sont données dans le chapitre IV.

VI-2.1) Remarque préliminaire

La température des différentes tôles en sortie de laminoir pilote est toujours supérieure à 160°C, ce qui correspond à une température supérieure à celle définie pour la recristallisation des alliages de Zn-Cu-Ti. On considéra donc que nos alliages sont au moins partiellement recristallisés.

VI-2.2) Microstructures

Une observation de la tranche de nos alliages nous montre une microstructure constituée d'une succession de filets de seconde phase $TiZn_{15}$ plus ou moins épais et plus ou moins régulièrement répartis et de bandes de matrice Zn(Cu).

L'évolution du taux de magnésium additionnel, conduit aux modifications suivantes de la microstructure :

Plus le taux de Mg augmente, plus les alliages présentent une succession fine de filets de seconde phase $Ti-Zn_{15}$ et de bandes de grains Zn(Cu) allongés dans la direction de laminage. En effet, la morphologie des filets de seconde phase est plus homogène pour les plus forts taux de Mg. La tendance des échantillons bas Mg à présenter des filets de $TiZn_{15}$ discontinus possédant des connexions entre eux s'estompe avec l'augmentation du taux de Mg.

Le magnésium joue réellement un rôle d'affineur de grains (la taille moyenne des grains est environ de 15 μ pour 1 PPM de Mg et moins de 5 μ pour 40 PPM de Mg). Les tôles 4.2, 4.1, 5.2, 6.1 présentent en effet une granulométrie plus fine que celles des basses teneurs en Mg. Par contre leurs grains s'allongent dans la direction de laminage et les joints de grains deviennent difficiles à localiser.

Ceci laisserait à penser que la recristallisation de ces alliages est moins avancée que celle des échantillons à bas taux de magnésium.

Le tableau VI.a présente l'évolution de la taille de grains.

REFERENCE	1.1	1.2	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2	5.2	6.1
Taille de grain	15 à 20	15 à 20	15	15	15	5	5 à 10	< 5	< 5

Tab VI.a : taille de grains en μ

VI-2.3) Conclusion de la microstructure

Le magnésium joue un rôle d'affineur de grains et organise la répartition des 2 phases (TiZn15 - Zn(Cu)) de façon plus régulière dans la tranche. Les échantillons à fort taux de magnésium présentent une microstructure moins recristallisée (proches de celle de tôles laminées à froid) que celle des échantillons à bas taux de Mg. On trouvera pour comparaison, les micrographies optiques de la tranche de nos échantillons de la figure VI.1 à la figure VI.3.

VI-3) Les essais Mécaniques

VI-3.1) Essais de dureté

REFERENCE	1.1	1.2	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2	5.2	6.1
Dureté HV3	49.	49.6	49.6	51.4	49.	57.5	60.2	61.8	78.

Tab. VI.1 : Résultats des essais de dureté HV3

Un des effets de l'addition de Mg étant d'affiner les grains, il est donc normal que l'on constate une augmentation de la dureté avec l'évolution du taux de Mg. Cette augmentation prend des proportions plus importantes (> 15 %) à partir de l'échantillon 4.2 pour une teneur en Mg supérieure ou égale à 5 PPM.

VI-3.2) Essais de traction

Les essais ont été réalisés à température ambiante, pour une vitesse de 150 mm/mn. Les résultats présentés sont calculés sur la base de 3 éprouvettes par essai.

VI-3.2.1) Contrainte maximale Rm

REFERENCE	1.1	1.2	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2	5.2	6.1
SENS LONG									
Résistance en MPa	142	136.	140.	142.	144.	173.	199.	213.	265.
SENS TRAVERS									
Résistance en MPa	185.	187.	183.	198.	185.	238.	269.	291.	328.

Tab.VI.2 : Résultats des essais de traction : Rm

L'échantillon 6.1 qui a plus fort taux de Mg, à la plus forte contrainte maximale. On notera comme précédemment une plus rapide évolution de Rm à partir de 4.2, pour atteindre une valeur très élevée pour 6.1.

$Rm(6.1) = 1.8 Rm(1.1)$ pour les sens travers et longs

Les valeurs sens travers sont en moyenne supérieures de 30% à celles obtenues sens longs. Cette différence s'explique par la texture des alliages Zn-Cu-Ti qui présente des axes C à 20° de DN vers DL peu favorables aux glissement basal, pyramidal et au maclage. A déformation égale la contrainte est donc plus élevée dans le cas de la traction sens travers que sens long.

On remarquera que l'évolution de la contrainte maximale Rm va dans le même sens que celle de la taille de grains.

VI-3.2.2) Allongement total

REFERENCE	1.1	1.2	2.2	3.1	3.2	4.1	4.2	5.2	6.1
SENS LONG									
Déformation en %	71.6	82.6	78.1	71.1	73.8	60.8	57.8	48.4	44.5
SENS TRAVERS									
Déformation en %	54.7	49.2	47.1	44.4	46.8	31.1	28.4	31.6	31.3

Tab.VI.3 : Résultats des essais de traction : A %

-> Direction de traction parallèle à D.L.

La valeur de l'allongement est en moyenne de 75 % pour les échantillons compris dans l'intervalle (1.1 - 3.2) et chute d'une manière assez importante à partir de l'échantillon 4.1, pour atteindre finalement une valeur 40% plus petite pour 6.1 que pour 1.1. Les valeurs d'allongement restent dans une plage correcte pour les tôles 4.2 et 4.1.

-> Direction de traction perpendiculaire à D.L.

Les valeurs sont de 25 à 30% plus faibles que dans le sens long. Les valeurs d'allongement sont pratiquement constantes entre 1.1 et 3.2 et chutent à partir de 4.1. L'explication réside dans la morphologie des précipités de seconde phase $TiZn_{15}$. En effet, ils sont alignés en filet dans la direction de laminage et ainsi une déformation dans le sens long ne rencontre pas les obstacles matérialisés par les filets de $TiZn_{15}$ ce qui n'est pas le cas d'une déformation sens travers.

VI-3.2.3) Conclusions des essais de traction

On constate un effet du Mg à partir de l'échantillon 4.2 (5 PPM de Mg) à travers une forte augmentation de la contrainte maximale et une nette diminution de l'allongement. En ce qui concerne A%, seuls les échantillons 4.1 et 4.2 conservent des caractéristiques acceptables industriellement.

VI-3.3) Essais de pliage

VI-3.3.1) Pliage maillet

Référence	1.1	1.2	2.2	3.1	4.2	4.1	5.2	6.1
Essai								
Pliage conventionnel								
Maillet 7°C (% craks)	11.7	4.85	4.35	4.25	0.5	1.	2.	20.
Maillet 4°C (% craks)	49.7	43.5	29.8	14.25	1.	1.75	1.25	18.5
Maillet 0°C (% craks)	100.	100.	100.	100.	1.5	2.	8.	22.5
Maillet -15°C (% craks)	100.	100.	100.	100.	71.	2.35	2.	2.
Pliage perpendiculaire								
Maillet 7°C (% craks)	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.
Maillet 4°C (% craks)	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.
Maillet 0°C (% craks)	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.	0.
Maillet -15°C (% craks)	100.	90.	100.	90.	90.	100.	5.	2.5

Tab.VI.4 : Essais de pliage maillet (% de fissures)

Les essais sont réalisés pour 4 températures (7°, 4°, 0°, -15°C) dans les mêmes conditions (même énergie de pliage) et sont caractérisés par le pourcentage de craquelures présentes sur le pli.

7° et 4°C : Avec l'évolution du taux de Mg, on observe une diminution du pourcentage de craquelures jusqu'à l'échantillon 4.2 et ensuite une remontée du taux jusqu'à 6.1 qui présente une moins bonne aptitude au pliage que 1.1 (à 7°C).

0°C : On observe 100 % de craquelures pour les échantillons de 1.1 à 3.1. A partir de l'échantillon 4.2 les taux baissent fortement pour atteindre 1.5 % pour 4.1 et remontent jusqu'à 22.5 % pour 6.1.

-15°C : De 1.1 à 3.1, 100 % de craquelures. On note ensuite une forte diminution de ces taux pour les échantillons de 4.1 à 6.1 et surtout un très faible taux (environ 2 %), pour les échantillons 5.2 et 6.1.

VI-3.3.2) Pliage alterné

REFERENCE	1.2	2.2	3.1	4.2	4.1	5.2	6.1
Alterné Ta	47.0	51.2	42.0	27.3	17.7	21.8	12.3
Alterné 7°C	12.7	11.7	13.3	19.0	22.7	20.3	11.3
Alterné 4°C	10.0	10.5	15.0	15.7	23.0	20.0	11.5
Alterné 0°C	16.7	14.7	17.3	16.0	24.5	20.7	9.7

Tab.VI.5 : Essais de pliage alterné : nombre de cycles à rupture (Les zones ombrées présentent les meilleurs résultats pour chaque température)

7°C : les alliages dont le taux de Mg n'excèdent pas 3 PPM (1.2 à 3.1), présentent de bien meilleures caractéristiques que ceux à fort taux.

7°C -4°C : les alliages dont le taux de Mg est compris entre 5 et 10 PPM (4.2 à 5.2) présentent les meilleures caractéristiques avec un maximum pour l'échantillon 4.1

0°C : les meilleurs résultats sont obtenus pour les échantillons 4.1 (maximum) et 5.2.

Remarque : Les tôles 4.1 et 5.2 conservent des caractéristiques à peu près constantes pour les 4 températures d'essais.

VI-3.3.3) Conclusion du pliage

Pour une température de 7°C, on constate que le Mg à une influence négligeable sur la pliabilité (tant maillet que alternée). En revanche, il améliore nettement ces caractéristiques pour des températures inférieures ou égales à 4°C. Aux basse températures, les meilleurs résultats sont obtenus pour des teneurs en Mg comprises entre 5 et 10 PPM. On notera toutefois la spectaculaire amélioration de la pliabilité de l'alliage 6.1 (40 PPM de Mg) à la température de -15°C.

VI-4) Analyses de textures

VI-4.1) Résultats

Référence alliage	maxi FDP (00.2)	maxi FDP (10.0)	maxi FDO	indice de texture
1, 2	6.60	2.25	7.65	2.90
2, 2	6.00	2.40	6.15	2.80
3, 1	8.70	2.80	9.20	4.00
3, 2	7.00	2.80	8.95	3.35
4, 2	7.20	1.90	9.00	5.50
4, 1	12.70	2.50	14.25	5.85
5, 2	15.90	2.65	15.65	6.40
6, 1	9.30	2.10	12.35	4.40

Tab.VI.6 : Résultats des analyses de texture

Les textures de nos échantillons ont été mesurées en surface compte tenu du fait que la pliabilité est étroitement liée aux caractéristiques de surface de nos alliages.

VI-4.1.1) Les figures de pôles

En première analyse, nous utiliserons les figures de pôles (00.2) et (10.0) qui donnent une bonne représentation de la texture des alliages Zn-Cu-Ti. Les figures de VI.4 à VI.11 présentent les figures de pôles complètes recalculées des différents échantillons.

D'une manière générale, les différents alliages présentent pour la figure de pôle (00.2) des maxima inclinés de 20° à 24° de DN vers DL et pour la figure de pôle (10.0) des maxima dans DT

L' évolution du taux de Mg donne lieu aux évolutions de texture suivantes :

- A partir de l'alliage 4.2 (5 PPM de Mg), les niveaux se resserrent fortement autour des maxima de la FDP (00.2) et parallèlement, il y a apparition de composantes d'axes C dans DL. On note aussi un accroissement de la dissymétrie de la FDP (00.2) entre +DL et -DL, la composante la plus forte se trouvant dans -DL.

- De plus, la valeur du maximum de la figure de pôles (00.2) augmente de manière importante à partir de 8 PPM de Mg (échantillon 4.1) avec un maximum à 10 PPM de Mg (échantillon 5.2) et redescend un peu pour 40 PPM de Mg (échantillon 6.1). (Cf. Tab.VI.6)

- A partir de l'échantillon 4.2 (5 PPM de Mg), les maxima de la FDP (10.0) s'étalent de DT vers DL, ce qui est une conséquence logique de l'augmentation de la dissymétrie de la FDP (00.2).

VI-4.1.2) La fonction de distribution des orientations

La fonction de distribution des orientations (FDO) nous donne des renseignements complémentaires sur l'évolution de la texture de nos alliages.

Dans le cadre de l'étude des textures des alliages de zinc, la section à $\phi_1 = 270^\circ$ est représentative de la distribution des plans basaux dans la tôle. C'est donc pour ces alliages la section la plus significative et donc la plus utile de la FDO. Dans notre analyse, nous nous contenterons de l'étude de cette section.

- A partir de l'échantillon 4.2 (5 PPM de Mg), on observe un renforcement de la pseudo-fibre dans ϕ_2 , pour $\phi = 20-24^\circ$ (Voir Fig.VI.b ci après).

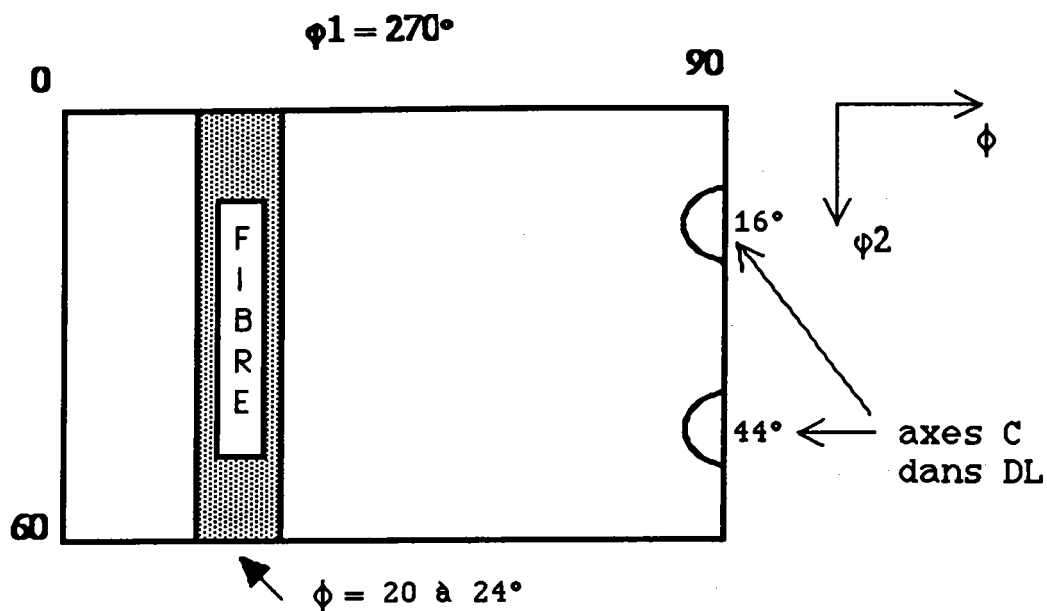


Figure VI.b : section de la FDO à $\phi_1 = 270^\circ$

En effet la section de la F.D.O. à $\phi_1 = 270^\circ$, présentent une dispersion de moins en moins grande avec l'évolution du taux de Mg pour tendre vers une fibre pour les échantillons à forts taux de Mg (4.1, 5.2, 6.1).

De plus, on note à partir de l'échantillon 4.2, l'apparition de composantes de texture définies par les triplets d'angles d'Euler suivants (Voir Fig. VI.b) :

$$(\phi_1, \Phi, \phi_2) = (270, 90, 16)$$

et

$$(\phi_1, \Phi, \phi_2) = (270, 90, 44)$$

Ces composantes sont très présentes dans l'échantillon 6.1. Elles correspondent à des axes C fortement inclinés par rapport à DN vers DL.

On trouvera de la figure VI.12 à la figure VI.19 le tracé des sections à $\phi_1 = 270^\circ$ de la FDO de nos échantillons.

VI-4.1.3) L'indice de texture

Concernant l'indice de texture, on constate que celui-ci augmente à partir de 5 PPM de Mg et ce pour atteindre un maximum à 10 PPM. Il diminue ensuite fortement pour l'échantillon contenant 40 PPM de Mg. Pour expliquer ce phénomène, on rappellera la forme mathématique de l'indice de texture :

$$I = \sum_{l,\mu,\nu} \frac{1}{2l+1} (C_l^{\mu\nu})^2 \quad \text{ou } C_l^{\mu\nu} \text{ sont les coefficients du développement en série}$$

Cette valeur caractérisant l'accuité de la texture, elle évolue donc de manière prévisible avec le taux de Mg. Par contre, on peut expliquer la diminution pour 40 PPM de Mg par l'accroissement de la composante secondaire (axes C dans DL) qui crée une sorte de dispersion de la texture globale.

VI-4.2) Conclusions sur les analyses de texture

Le magnésium a pour effet de renforcer la texture, et d'en augmenter l'accuité. En grande quantité (au delà de 5 PPM de Mg), il entraîne la formation croissante de composantes d'axes C dans DL.

VI-5) Analyses statistiques des désorientations

L'évolution de la texture quantitative en fonction du taux de magnésium ne suffisant pas, à elle seule, pour expliquer les différences de comportements mécaniques de nos alliages. nous nous sommes donc référé à des études antérieures (Galledou (1992), Watanabe (1991)) concernant l'influence de la désorientation sur les phénomènes de rupture. Il nous est apparu nécessaire de caractériser nos alliages par une méthode d'analyse d'orientations individuelles, afin d'avoir accès à une statistique de désorientation entre grains.

VI-5.1) Introduction

L'analyse de désorientation entre grains voisins requiert, au préalable, la mesure d'orientations individuelles de grains. Ces mesures ont été obtenues par microscopie électronique à balayage, en mode 'spot fixe', et en exploitant les pseudo-diagrammes de Kikuchi d'électrons rétro-diffusés (E.B.S.P).

VI-5.2) Mesures

Au vu des résultats des analyses précédentes, il nous est apparu intéressant d'effectuer des mesures sur l'alliage 1.2 à faible taux de Mg (1 PPM de Mg), l'alliage 6.1 à fort taux (40 PPM de Mg), ainsi que les alliages à teneurs intermédiaires 4.2 et 4.1 (respectivement 5 et 9 PPM de Mg) qui présentent des caractéristiques mécaniques excellentes.

Certains échantillons présentaient localement un contraste topographique trop faible pour pouvoir localiser les joints de grains, il a fallu déplacer lentement la sonde sur l'échantillon et localiser les joints de grains qui correspondent d'un grain à l'autre à des changements de diagrammes de kikuchi.

De plus, il a été nécessaire de restaurer l'échantillon 6.1 à $T_{max} = 60^{\circ}C$, afin d'obtenir un état cristallin suffisamment parfait pour générer des pseudo-diagrammes de Kikuchi corrects. La température de $60^{\circ}C$ a été choisie en fonction d'études de recristallisation effectuées au laboratoire et concernant des alliages de Zn-Cu-Ti.

Ce traitement thermique n'affecte en rien l'orientation et la morphologie initiale des grains. Il n'a pour but que de réorganiser la structure des dislocations dans le grain et ainsi de diminuer la densité de défaut. Le grain retrouve ainsi une structure cristalline correcte, nécessaire à la formation du pseudo-diagramme de Kikuchi.

Pour chaque échantillon, nous avons alors localisé les mesures dans une zone présentant une succession de filets de seconde phase et de bandes de grains (Voir Fig.VI.20 à VI.23, les cartographies des zones mesurées).

Nous avons ensuite procédé à des mesures d'orientations individuelles sur 65 à 80 grains. Nous disposons ainsi de la localisation spatiale des grains et de leurs orientations individuelles en termes d'angles d'Euler $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ rapportés au repère échantillon.

VI-5.3) Remarque

Les orientations individuelles des grains sont reportées sur des FDP (00.2) que l'on trouvera sur les figures VI.24 à VI.27. A titre de remarque, pour vérifier que le nombre de grains mesurés en E.B.S.P était représentatif de la texture réelle moyenne, nous avons recalculé à partir des angles d'Euler mesurés, les coefficients C du développement en série (voir chapitre V.2) grâce à un programme d'analyse tridimensionnelle de texture.

Ces coefficients nous ont permis de tracer les figures de pôles (00.2) et (10.0) que l'on a alors comparé à celles obtenues par goniométrie X : on a constaté un bon accord entre les mesures d'orientations individuelles et la mesure par R.X.

VI-5.4) Analyses statistiques

Pour calculer les désorientations entre grains, on considère chaque grain et ses voisins directs. On calcule ensuite la matrice de rotation permettant d'amener en coïncidence chaque grain avec ces voisins ainsi que le vecteur propre de la rotation.

VI-5.4.1) Représentations

Dans un premier temps, les désorientations entre grains sont représentées sous forme d'histogrammes de désorientations globales (fig.VI.28 à VI.31), caractérisant la fréquence d'apparition de désorientations par classes de largeur 5° .

La désorientation de l'axe C des grains revêtant une importance primordiale pour les caractéristiques mécaniques des alliages de zinc et particulièrement pour l'apparition du clivage et de sa propagation, nous avons dans un deuxième temps, représenté ces désorientations sous la forme d'histogrammes (Fig.VI.32 à VI.35).

VI-5.4.2) Observations

VI-5.4.2.a) Remarque préliminaire

Dans le cas des échantillons 42, et surtout 41 et 61 les grains qui présentent des axes C proches de DL sont les grains les plus gros que l'on observe sous forme d'amas irréguliers dans la matrice. (Voir sur les cartographies, les grains hachurés Fig.VI.20 à VI.23)

VI-5.4.2.b) Les histogrammes des désorientations globales

Avec l'augmentation du taux de Mg, on note une diminution importante des désorientations entre grains. En effet, pour les classes de faibles désorientations de 0° à 25° , on note l'évolution suivante :

ZINC 12 -->	26,0 %
ZINC 42 -->	25,4 %
ZINC 41 -->	40,0 %
ZINC 61 -->	43,5 %

On constate que les échantillons contenant le plus de magnésium présentent la plus forte proportion de grains faiblement désorientés entre eux.

L'échantillon 12 (1 PPM de Mg) présente une gaussienne largement étalée de 45° de 90° .

L'échantillon 42 (5 PPM de Mg) présente 2 gaussiennes plus complexes, une aux faibles à moyennes désorientations (de 15° à 60°) et une petite aux fortes désorientations centrée sur 70° environ.

L'échantillon 41 présente 2 gaussiennes bien définies, une localisée dans une zone de faibles à moyennes désorientations (de 0° à 50°) très importante, l'autre dans une zone de fortes désorientations, centrée sur 70° environ, moins importante.

L'échantillon 61 présente une grande proportion de grains faiblement désorientés (de 0° à 30°) ainsi qu'une gaussienne centrée sur environ 70° plus importante que pour les autres échantillons.

VI-5.4.2.c) Les histogrammes des désorientations des axes C

On distinguera 2 types de diagrammes, l'un correspondant à l'échantillon 1.2 (faible taux de Mg), l'autre aux échantillons 4.2, 4.1 et 6.1 (de 5 à 40 PPM de Mg).

L'échantillon 1.2 ne présente pas à proprement parler de gaussienne mais une répartition des désorientations par rapport à l'axe C sur toute la plage 20° - 95°.

Les 3 autres échantillons présentent 2 gaussiennes bien définies, l'une très importante centrée sur 35° qui se resserre avec l'augmentation du taux de Mg, l'autre sur 85° relativement faible pour les échantillons 4.2 et 4.1 et relativement importante pour l'échantillon 6.1 à très fort taux de Mg.

VI-5.5) Conclusions de l'analyse des désorientations

Avec l'évolution du taux de Mg, on observe tout d'abord une diminution des désorientations entre grains, une diminution des désorientations des axes C et parallèlement, à partir de 5 PPM de Mg, on note l'apparition d'une gaussienne représentative des axes C fortement inclinés par rapport à DN, qui croît avec le taux de magnésium.

L'évolution de la microstructure vers celle d'alliages laminés à froid, ainsi que la présence croissante de composantes de texture du laminage à froid avec l'augmentation du taux de Mg, nous ont suggéré que le magnésium a une influence sur la température de recristallisation de nos alliages.

C'est pourquoi, nous avons procédé à la mesure de celle-ci par dilatométrie absolue.

VI.6) Mesures de dilatométrie absolue

Les échantillons utilisés, d'une taille voisine de 13 mm de long, ont été prélevés dans des tôles de Zinc ayant subi un laminage à froid de l'ordre de 50 %.

VI.6.1) Conditions opératoires

Les conditions opératoires sont celles citées au chapitre V.4, c'est à dire :

- obtention du vide dans l'enceinte de chauffage
- montée lente en température : $100^{\circ}\text{C} / \text{h}$, jusqu'à 300°
- palier isotherme à 300°C de 5mn
- descente rapide de l'ordre de $10^{\circ}\text{C} / \text{s}$

VI.6.2) Représentations

Les résultats sont présentés sous 2 formes.

- des courbes **classiques** 'Dilatation - température'
(figure VI.36 à VI.39)
- des courbes **dérivées** (dilatation / température) par rapport à la température
(figure VI.40 à VI.43)

VI.6.3) Observations

VI.6.3.1) Aspect des courbes dérivées : la température de recristallisation

On constate une augmentation très importante de la température de recristallisation avec l'augmentation du taux de magnésium (Tab.VI.7), de l'ordre de 40 % de l'échantillon 1.2 (moins de 1 PPM de Mg) à l'échantillon 6.1 (40 PPM de Mg).

REFERENCE	Température de recristallisation en °C
12	72,8
42	98,4
41	115,8
61	130,7

Tab.VI.7 : Température de recristallisation

VI.6.3.2) Aspect des courbes 'classiques'

On constate pour les échantillons fort taux de Mg (4.1 et 6.1), une plus grande amplitude de la transformation que pour les échantillons 1.2 et 4.2. En effet aux points de transformation, on observe une pente plus prononcée des courbes dérivées de dilatation, ce qui se traduit par une variation du coefficient de dilatation plus importante dans le cas des alliages à fort taux de Mg (Tab.VI.8).

REFERENCE	variation du coef. de dilatation en %
12	12,9
42	26,8
41	39,2
61	43,3

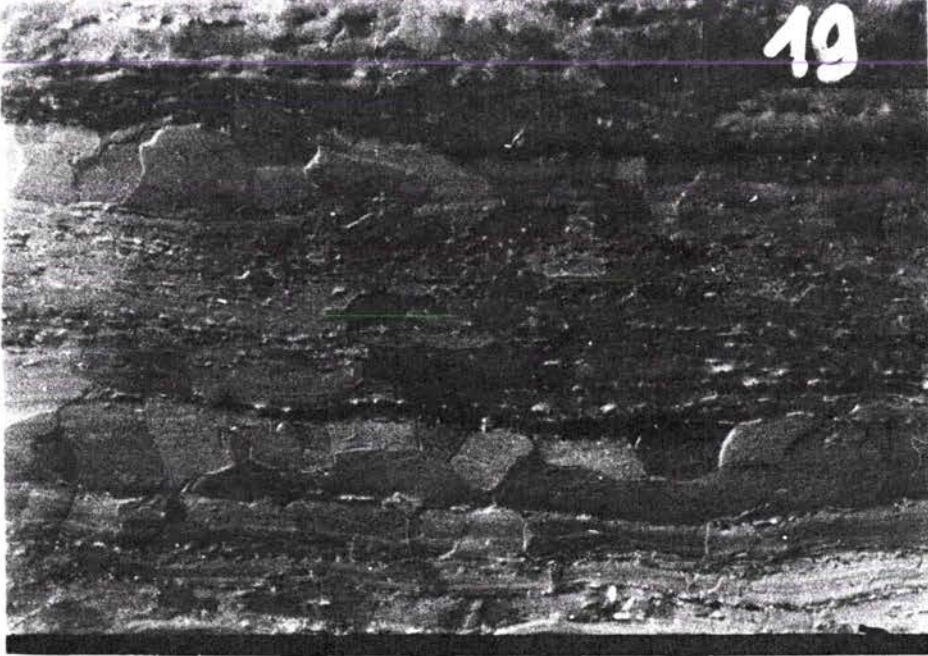
Tab.VI.8 : Variation du coefficient de dilatation

VI.6.4) Conclusion des essais de dilatométrie

Ces observations nous permettent de dégager 2 points importants.

La température de recristallisation augmente avec l'augmentation du taux de magnésium.

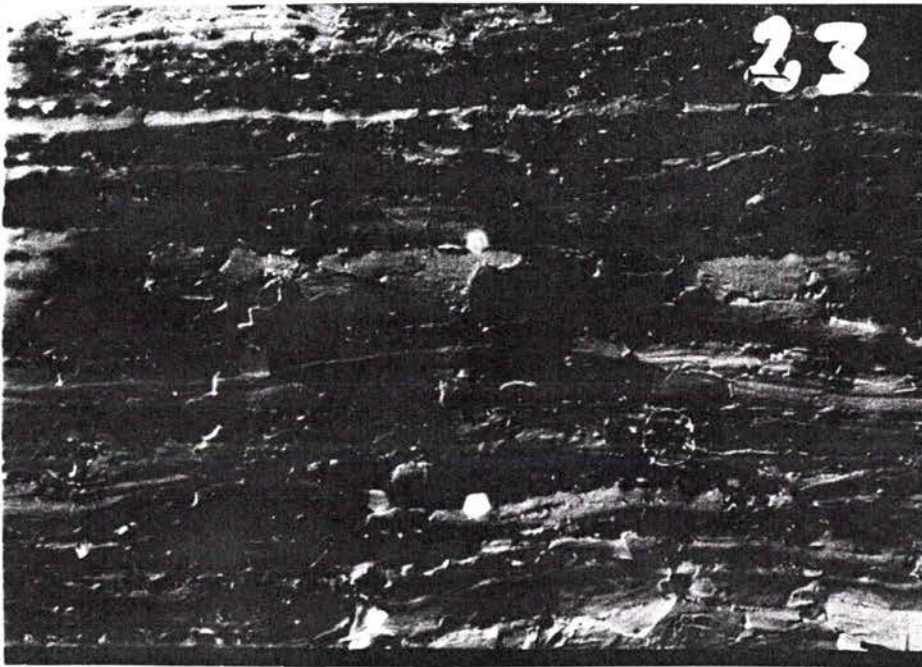
Au vu de la forte variation du coefficient de dilatation au point de transformation des alliages à fort taux de magnésium (4.1, 6.1), on peut dire qu'ils présentent un état moins recristallisé (par recristallisation dynamique au laminage) que les échantillons bas magnésium (1.2, 4.2).



19

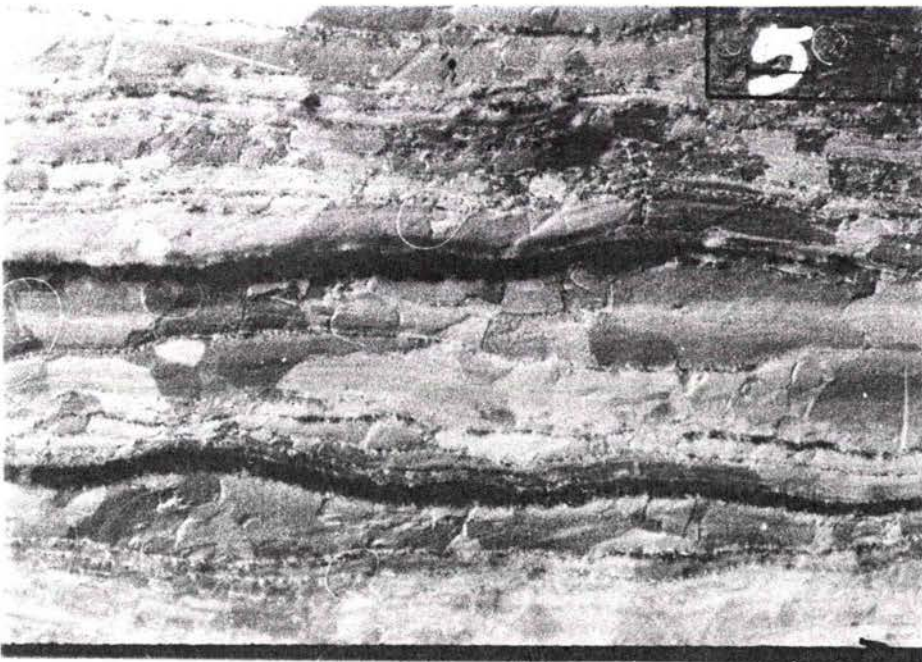
Figure 7.1.1 :
Micrographies

EN12
tranche X1000



23

EN12
tranche X1000



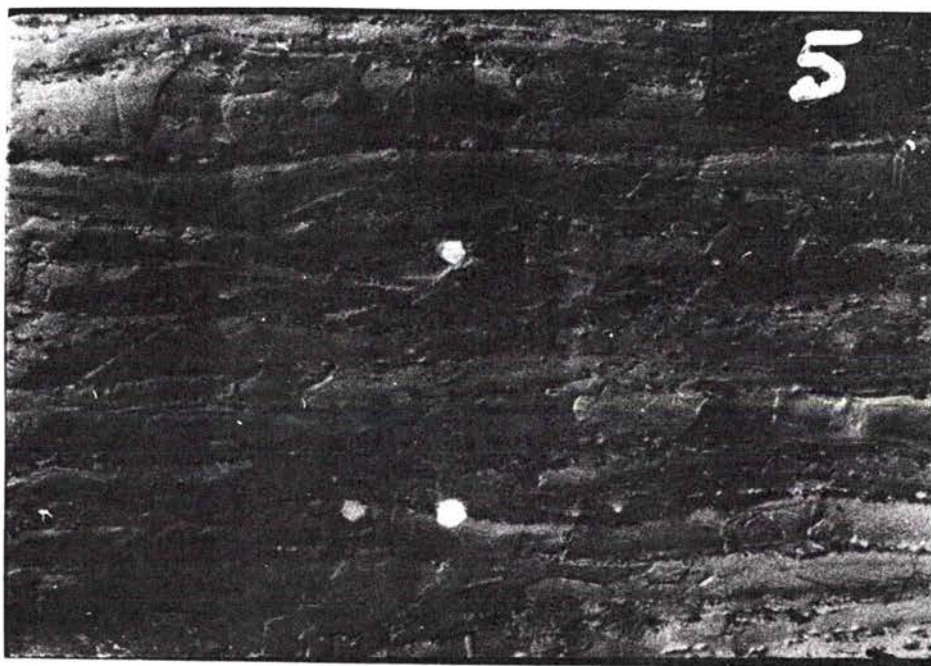
5

EN31
tranche X1000



Figure V 1.2 :
Micrographies

ZN32
tranche X1000



ZN42
tranche X1000



ZN41
tranche X1000

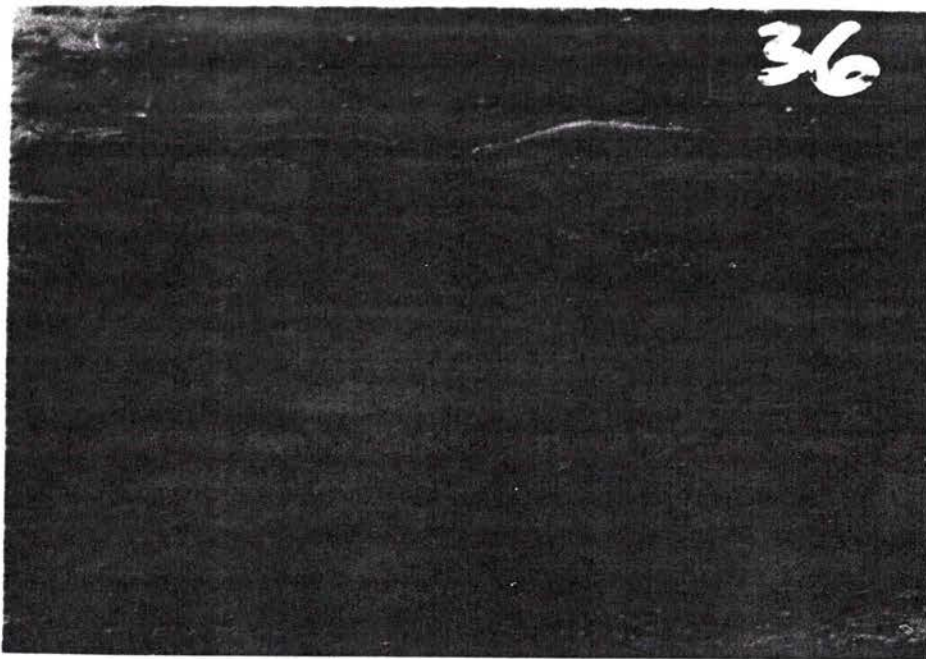
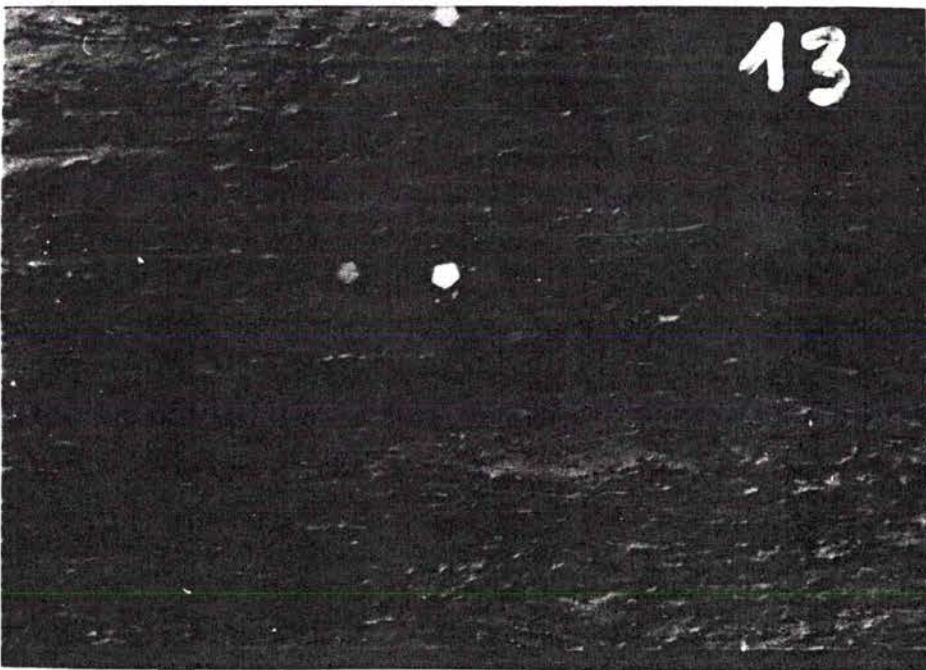


Figure V I.3 :
Micrographies

ZN52
tranche X1000

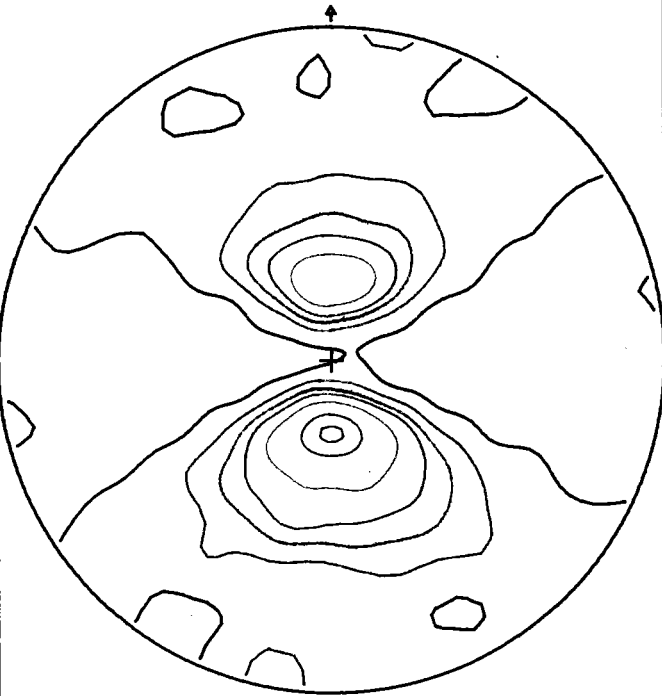


ZN61
tranche X1000

Fig. VI.4 : Figures de pôles recalculées

FIGURE DE POLES HKL=00.2 RECALCULEE
U.M. ZN12

0.00 1.00 1.50 2.00 3.00 5.00 8.00

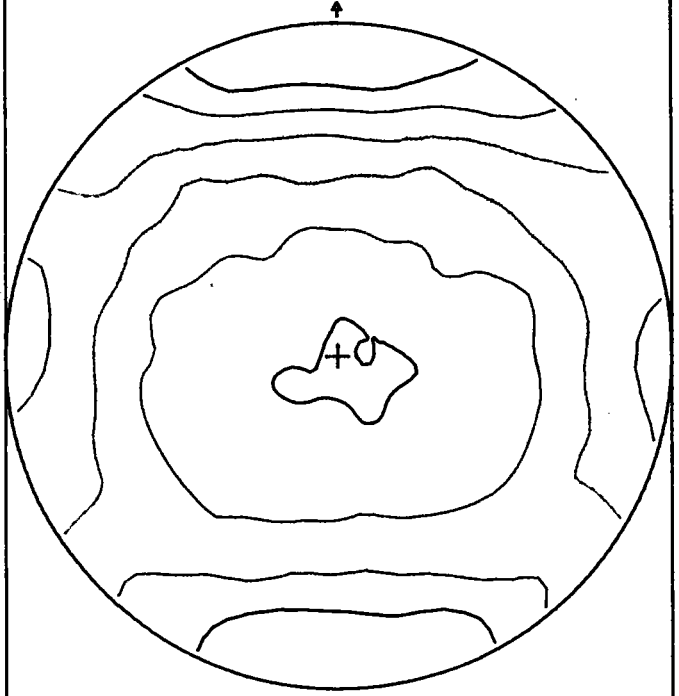


27-JAN-93

MAX.=6.57 MIN.=0.02

FIGURE DE POLES HKL=10.0 RECALCULEE
U.M. ZN12

0.00 1.00 1.50 2.00

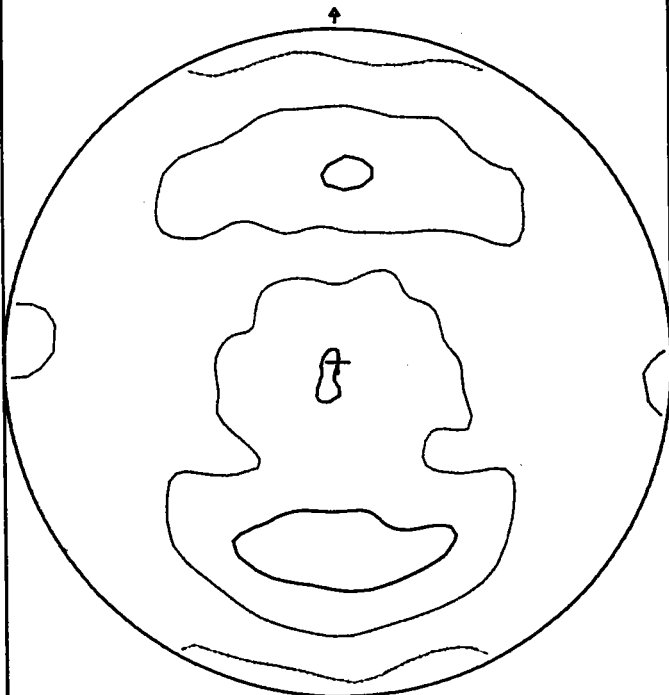


27-JAN-93

MAX.=2.25 MIN.=0.14

FIGURE DE POLES HKL=10.1 RECALCULEE
U.M. ZN12

0.00 1.00 1.50

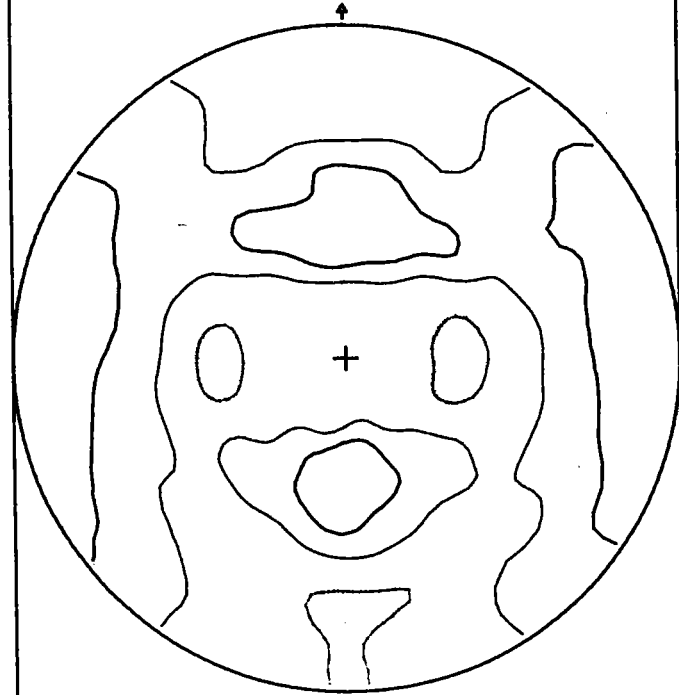


27-JAN-93

MAX.=1.67 MIN.=0.47

FIGURE DE POLES HKL=10.2 RECALCULEE
U.M. ZN12

0.70 1.00 1.50



27-JAN-93

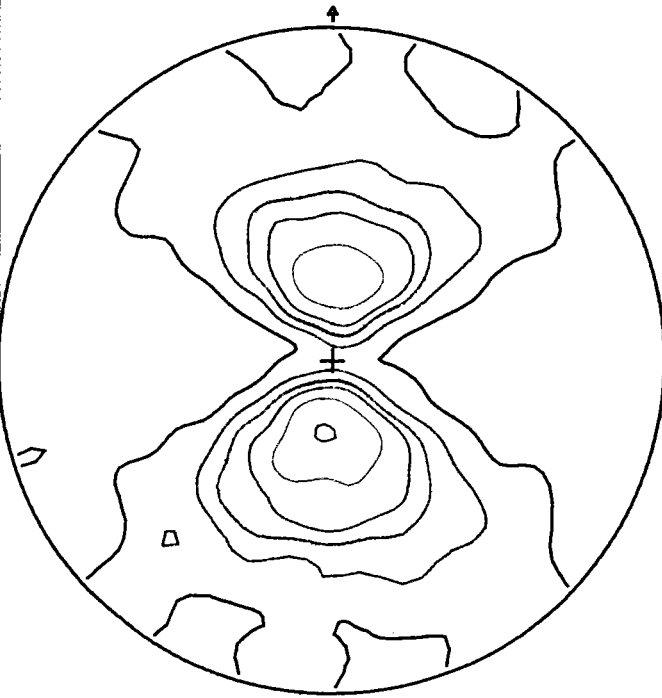
MAX.=1.66 MIN.=0.48

Fig. VI.5 : Figures de pôles recalculées

FIGURE DE POLES HKL=00.2 RECALCULEE

U.-M. ZN22

0.00 1.00 1.50 2.00 3.00 4.90



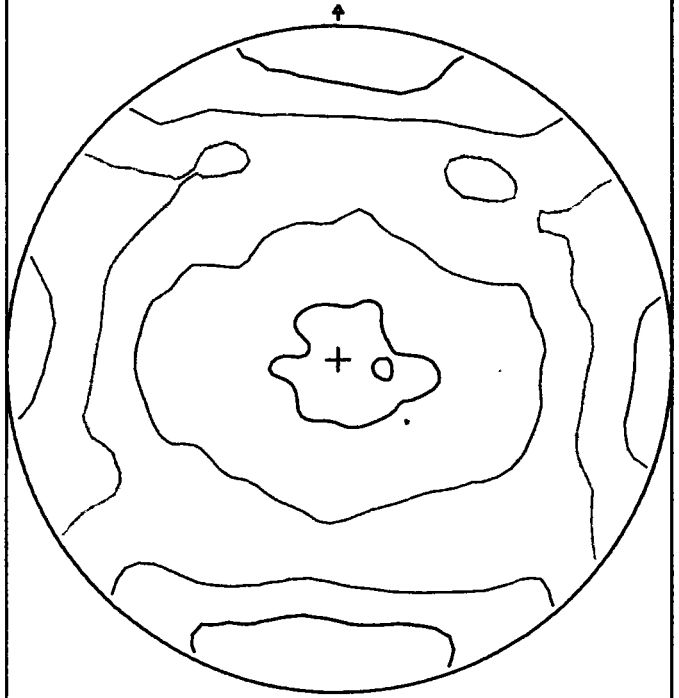
27-JAN-93

MAX.=5.03 MIN.=0.00

FIGURE DE POLES HKL=10.0 RECALCULEE

U.-M. ZN22

0.00 1.00 1.50 2.10



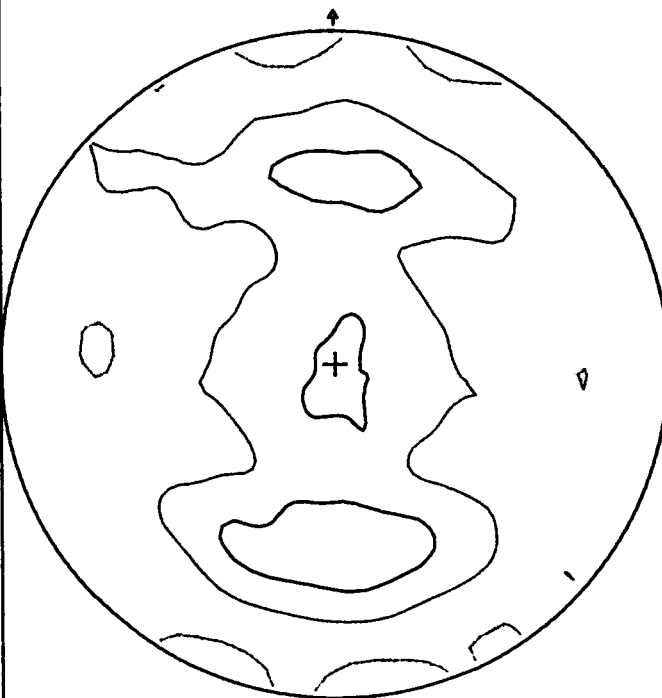
27-JAN-93

MAX.=2.39 MIN.=0.18

FIGURE DE POLES HKL=10.1 RECALCULEE

U.-M. ZN22

0.70 1.00 1.40



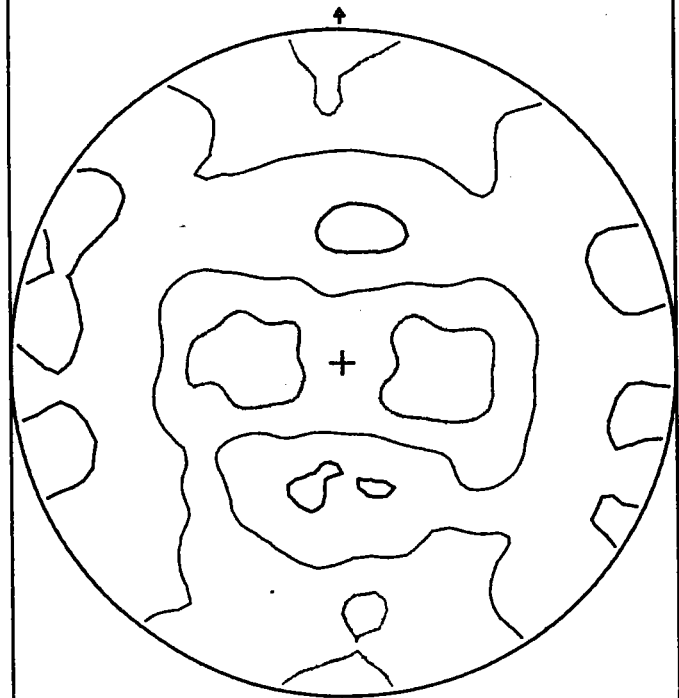
27-JAN-93

MAX.=1.58 MIN.=0.51

FIGURE DE POLES HKL=10.2 RECALCULEE

U.-M. ZN22

0.00 1.00 1.40



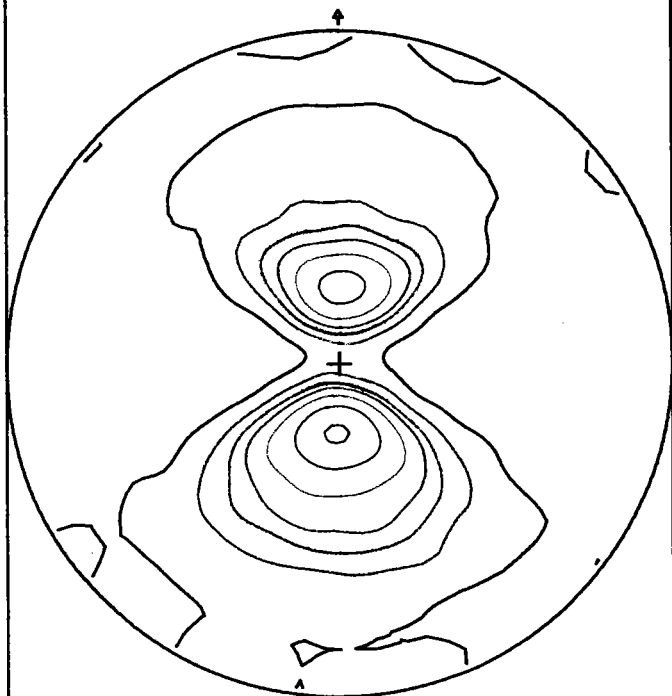
27-JAN-93

MAX.=1.58 MIN.=0.43

Fig. VI.6 : Figures de pôles recalculées

FIGURE DE POLES HKL=00.2 RECALCULEE
U.-M. ZN31

0.50 1.00 1.50 2.00 3.00 5.00 8.20

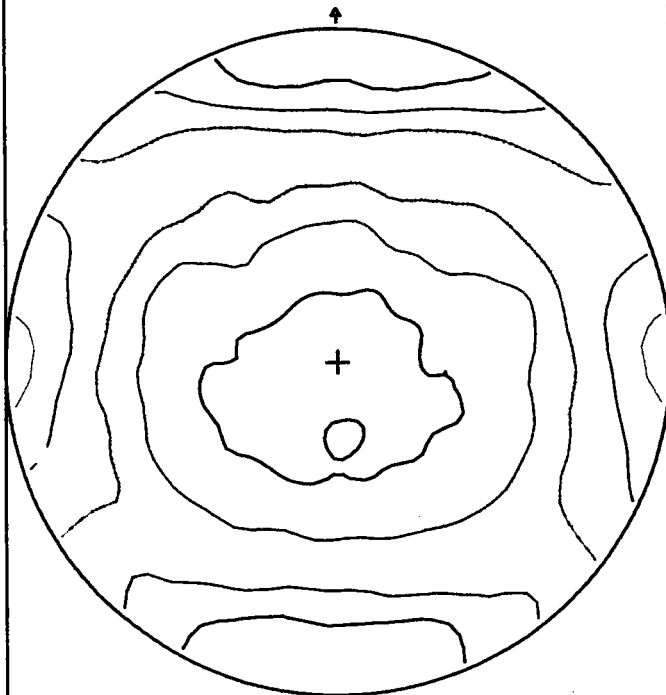


27-JAN-93

MAX.=8.70 MIN.=-0.02

FIGURE DE POLES HKL=10.0 RECALCULEE
U.-M. ZN31

0.50 1.00 1.50 2.00 2.50

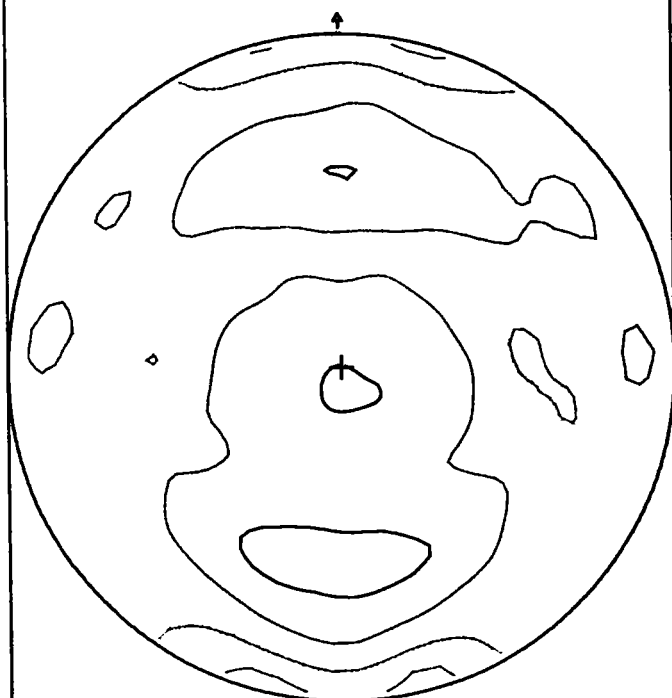


27-JAN-93

MAX.=2.82 MIN.=0.13

FIGURE DE POLES HKL=10.1 RECALCULEE
U.-M. ZN31

0.50 1.00 1.50 1.80

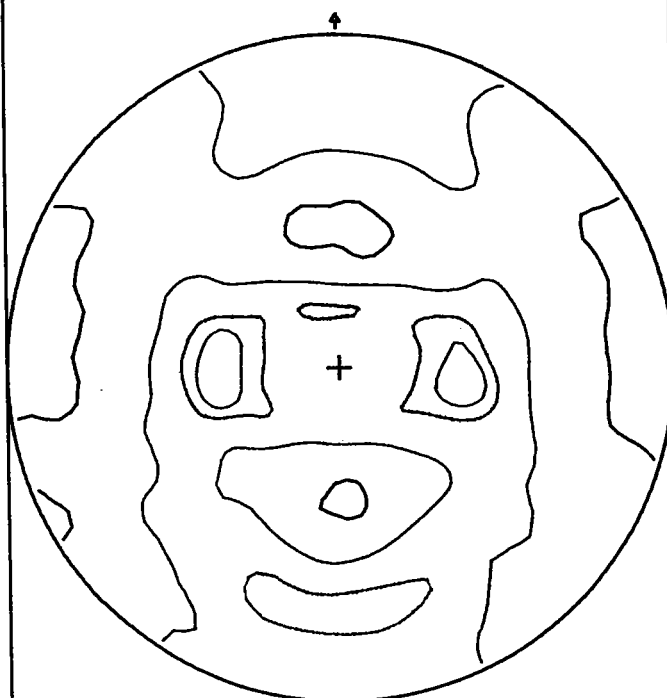


27-JAN-93

MAX.=1.85 MIN.=0.36

FIGURE DE POLES HKL=10.2 RECALCULEE
U.-M. ZN31

0.50 1.00 1.50 1.70



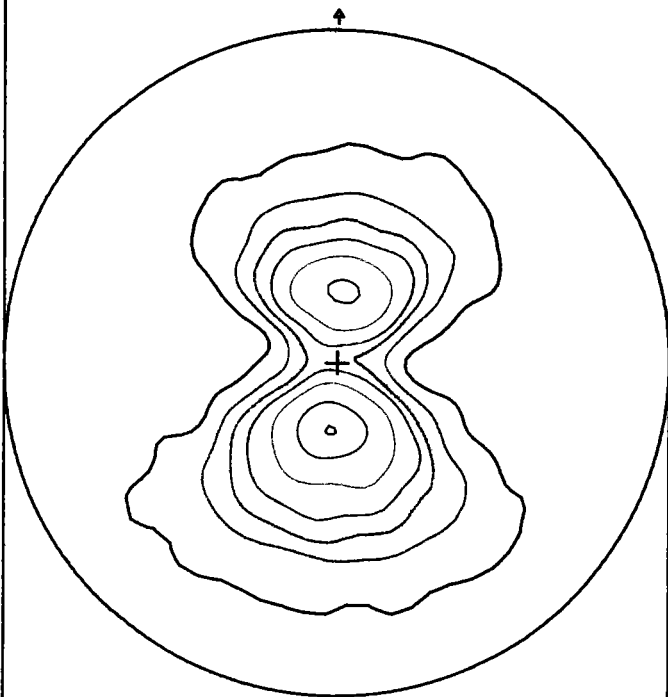
27-JAN-93

MAX.=1.82 MIN.=0.36

Fig. VI.7 : Figures de pôles recalculées

FIGURE DE POLES HKL=00.2 RECALCULEE
U.-M. ZN32

0.80 1.00 1.80 2.00 3.00 5.00 6.80

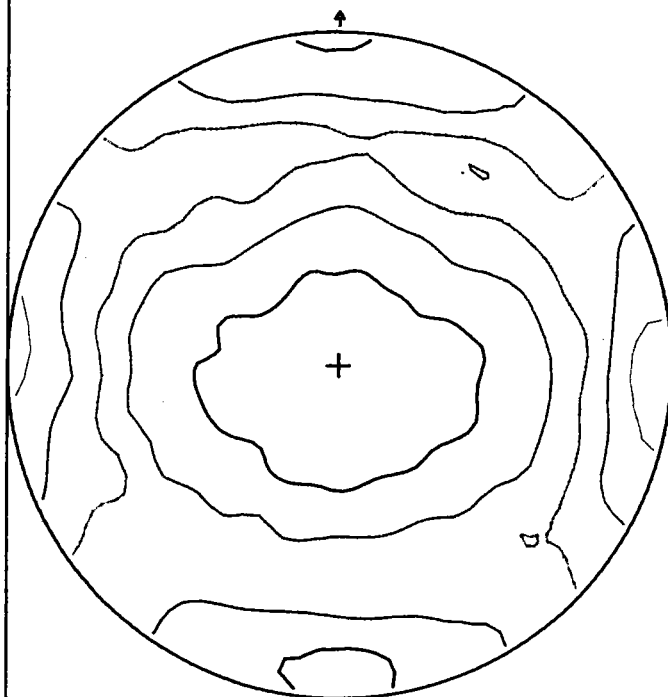


27-JAN-83

MAX.=6.97 MIN.=-0.03

FIGURE DE POLES HKL=10.0 RECALCULEE
U.-M. ZN32

0.80 1.00 1.80 2.00 2.50

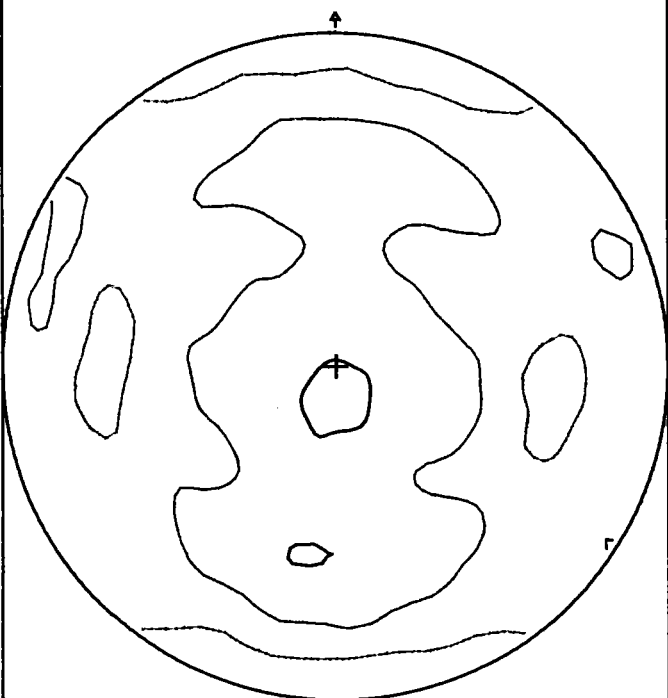


27-JAN-83

MAX.=2.77 MIN.=0.13

FIGURE DE POLES HKL=10.1 RECALCULEE
U.-M. ZN32

0.80 1.00 1.40

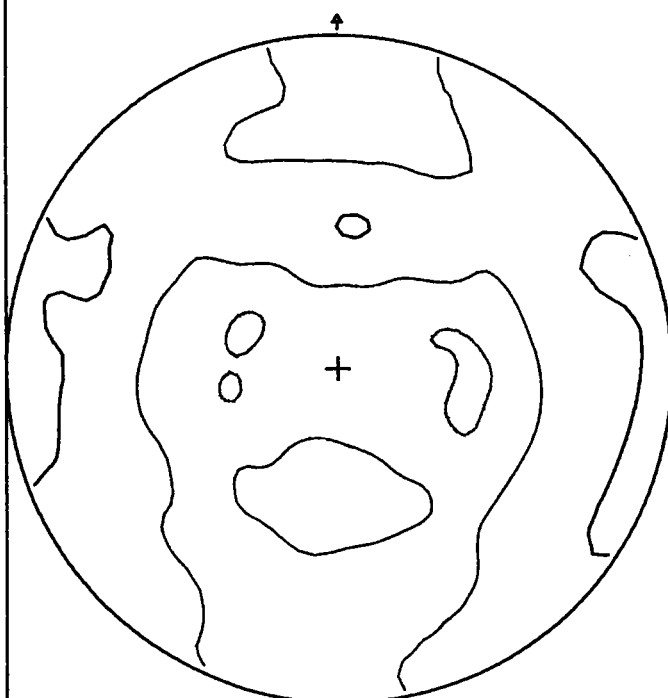


27-JAN-83

MAX.=1.77 MIN.=0.40

FIGURE DE POLES HKL=10.2 RECALCULEE
U.-M. ZN32

0.80 1.00 1.60



27-JAN-83

MAX.=1.73 MIN.=0.37

Fig. VI.8 : Figures de pôles recalculées

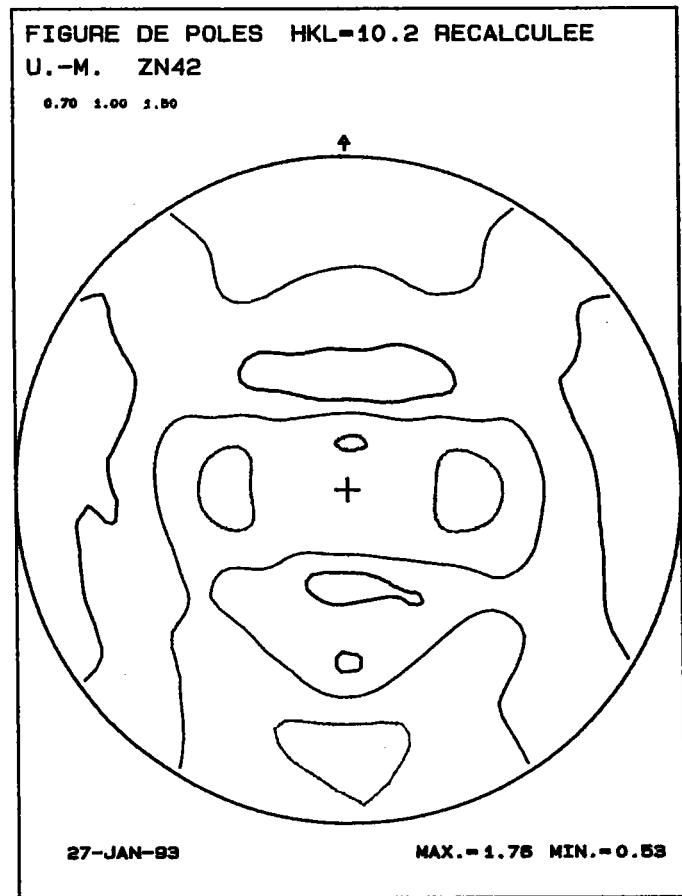
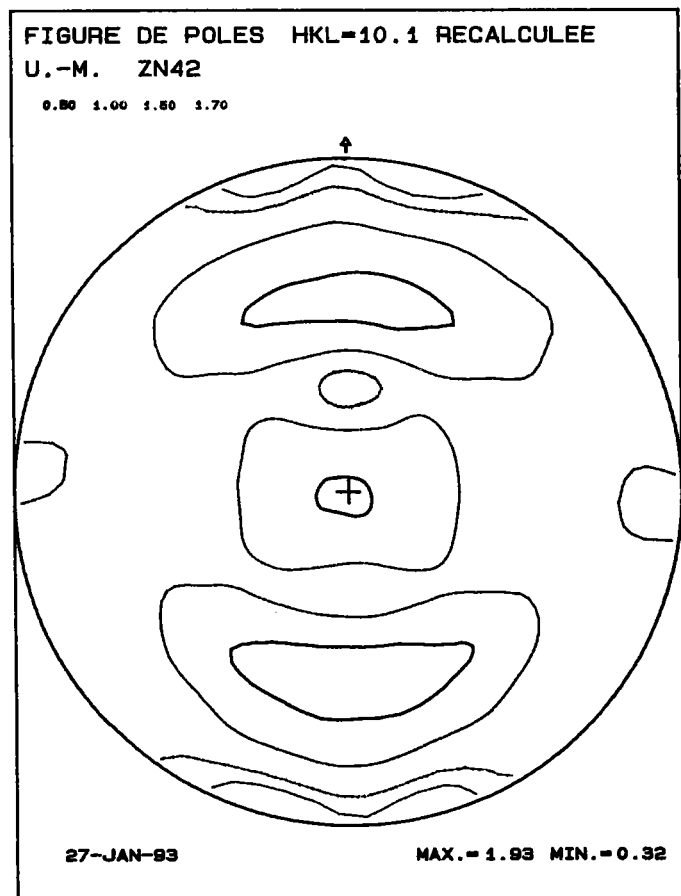
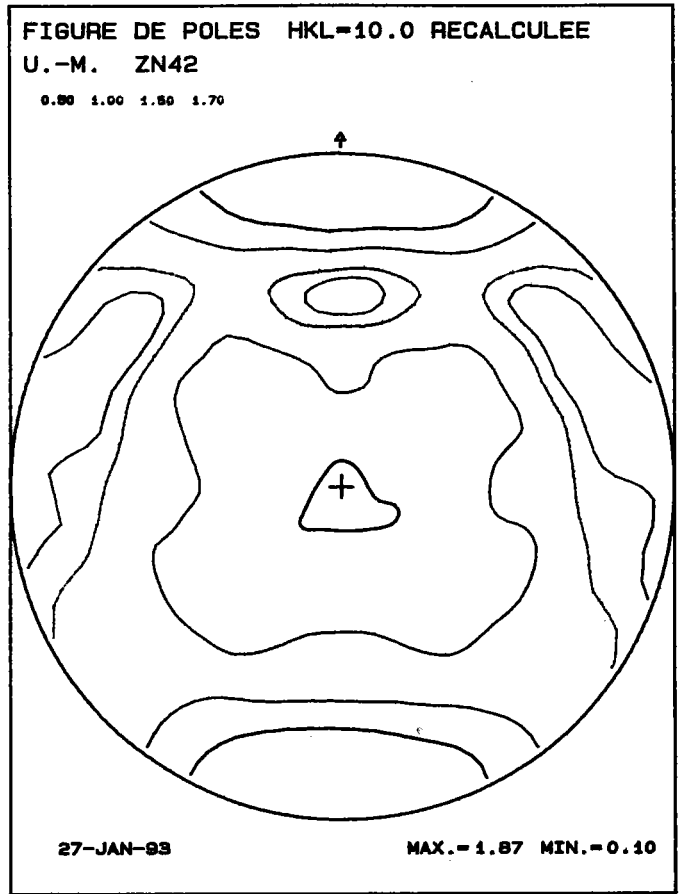
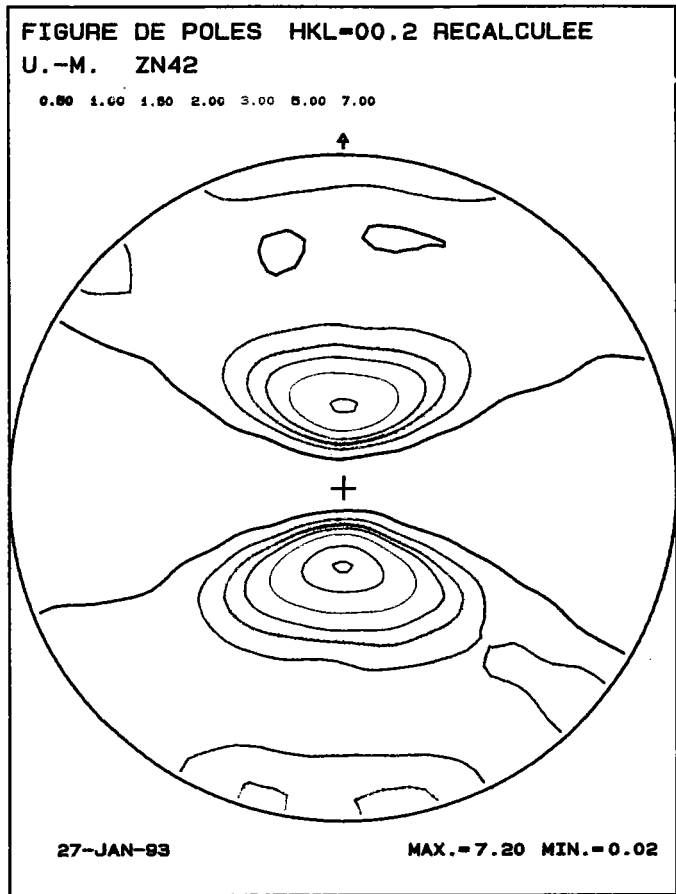
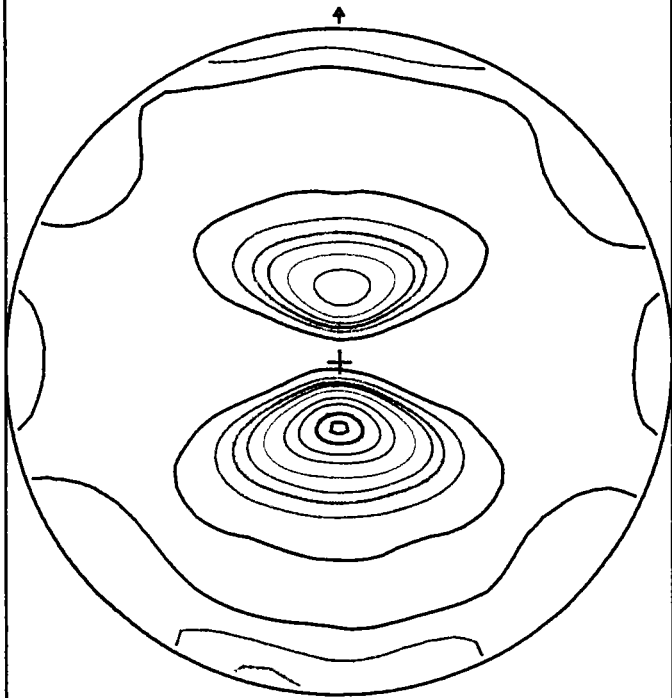


Fig. VI.9 : Figures de pôles recalculées

FIGURE DE POLES HKL=00.2 RECALCULEE
U.-M. ZN41

0.50 1.00 1.50 2.00 3.00 5.00 7.00 10.00 15.00

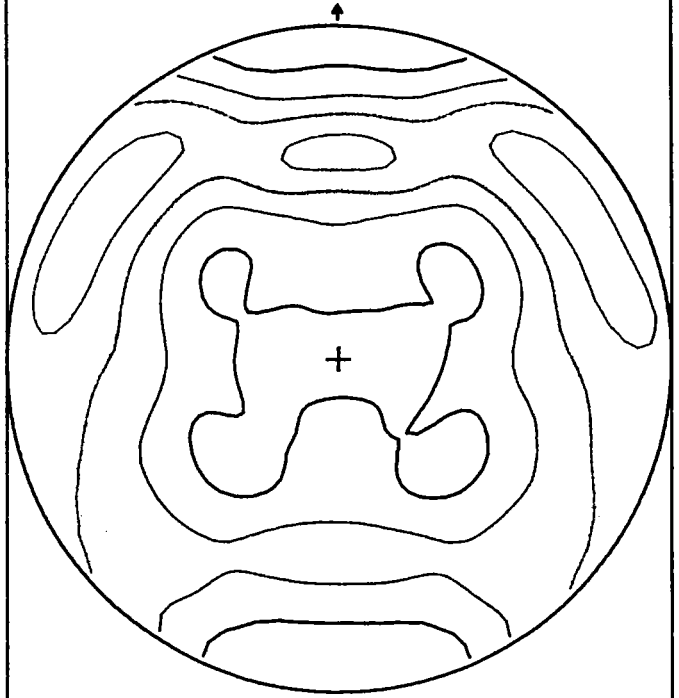


27-JAN-93

MAX.=12.32 MIN.=0.01

FIGURE DE POLES HKL=01.0 RECALCULEE
U.-M. ZN41

0.50 1.00 1.50 2.10

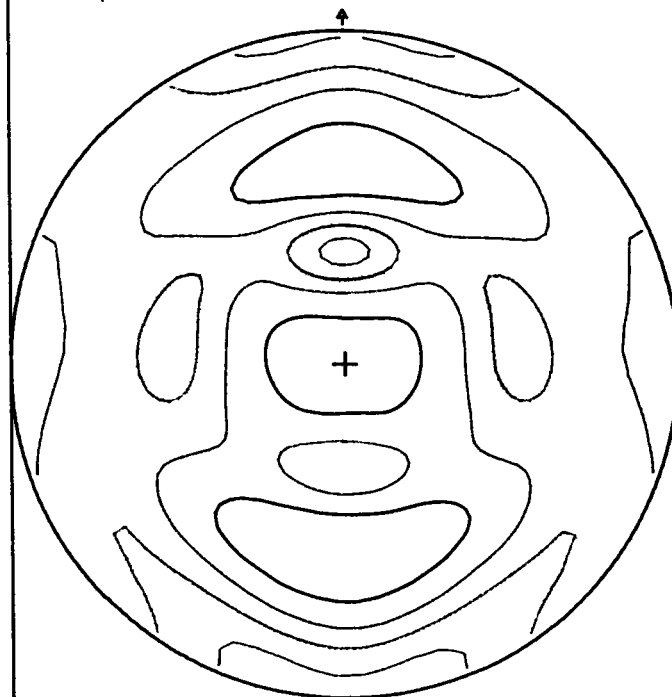


27-JAN-93

MAX.=2.38 MIN.=0.17

FIGURE DE POLES HKL=01.1 RECALCULEE
U.-M. ZN41

0.50 1.00 1.50 2.00

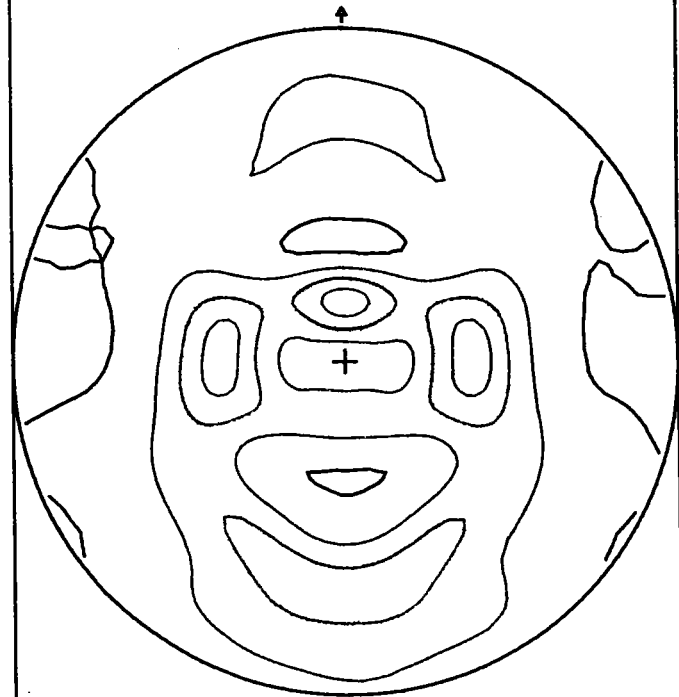


27-JAN-93

MAX.=2.19 MIN.=0.12

FIGURE DE POLES HKL=01.2 RECALCULEE
U.-M. ZN41

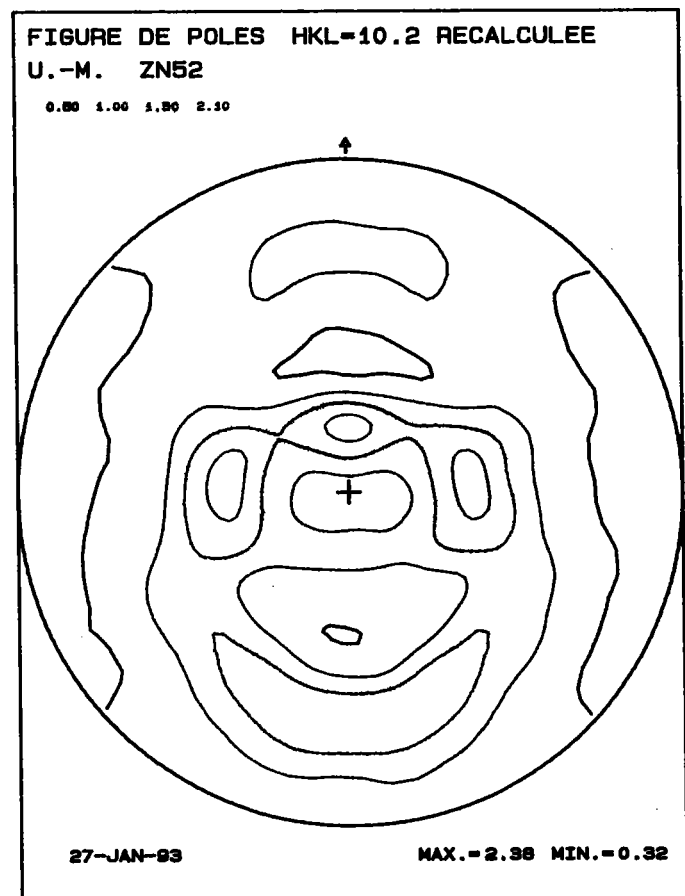
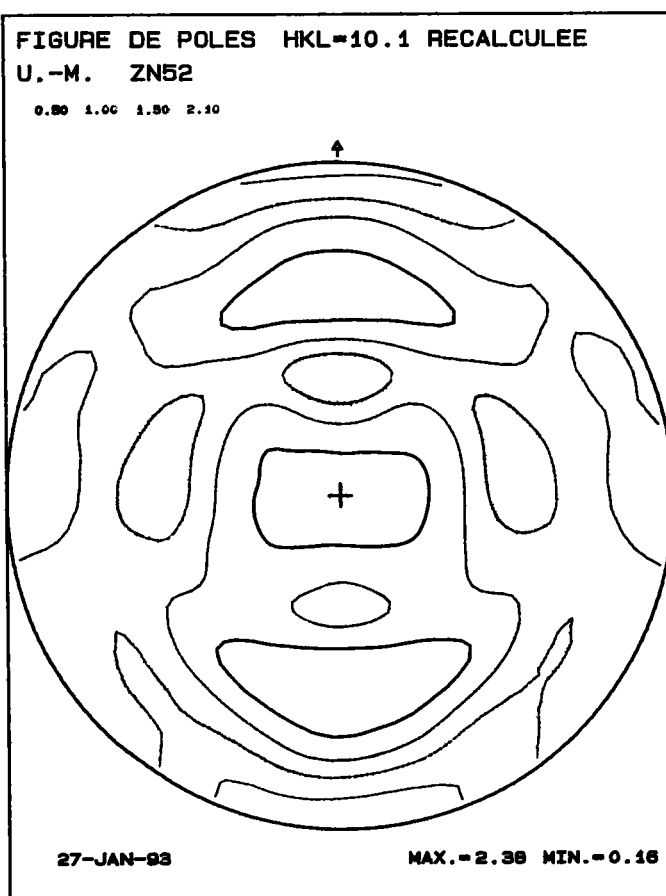
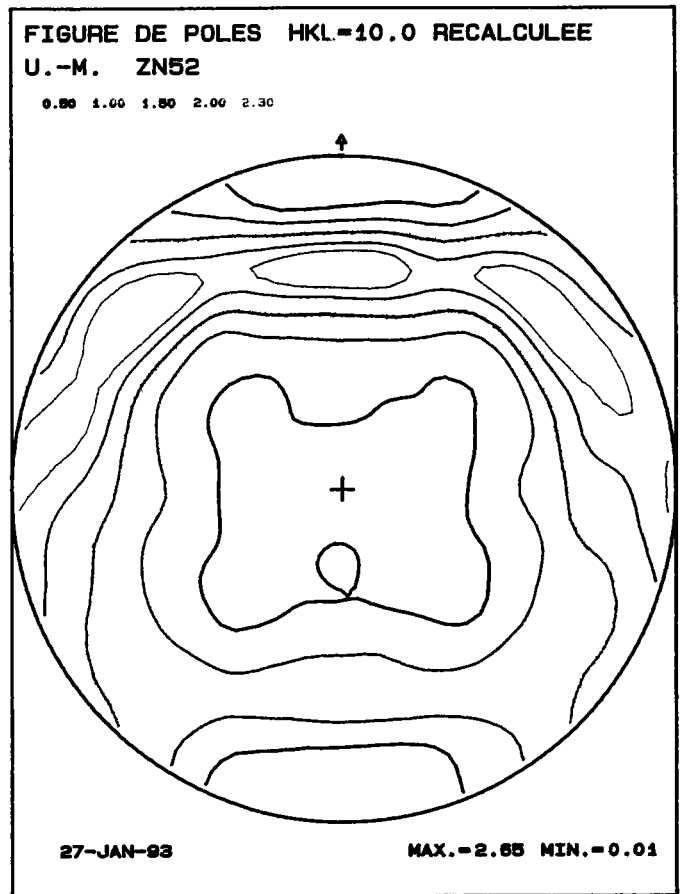
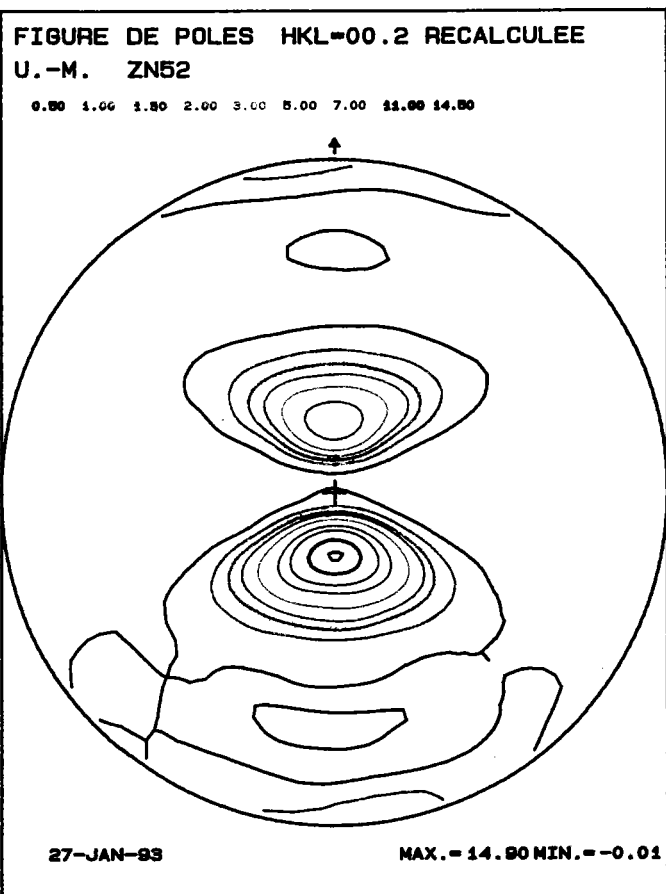
0.50 1.00 1.50 2.00



27-JAN-93

MAX.=2.27 MIN.=0.38

Fig. VI.10 : Figures de pôles recalculées



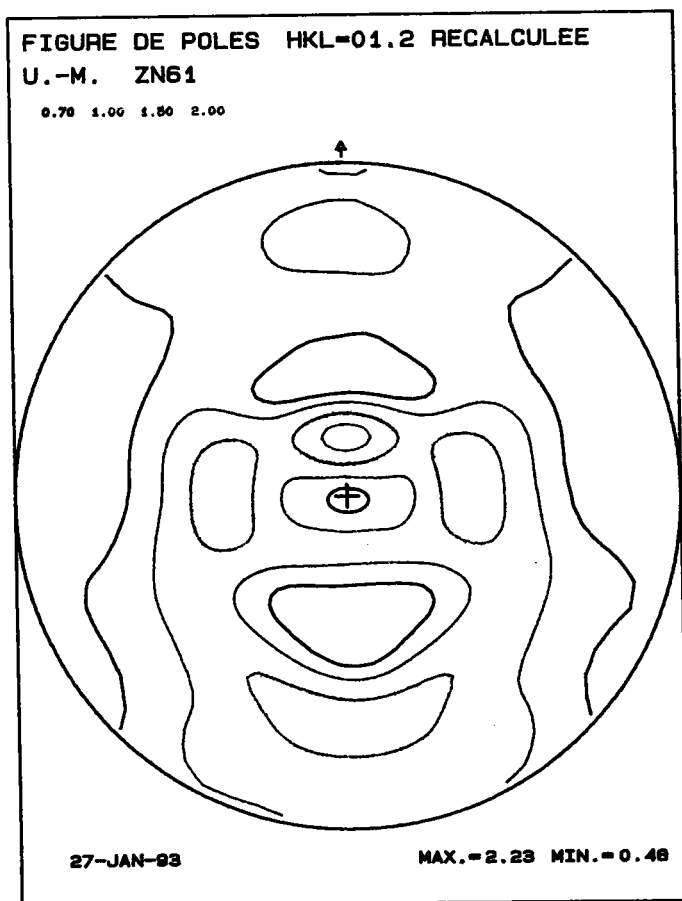
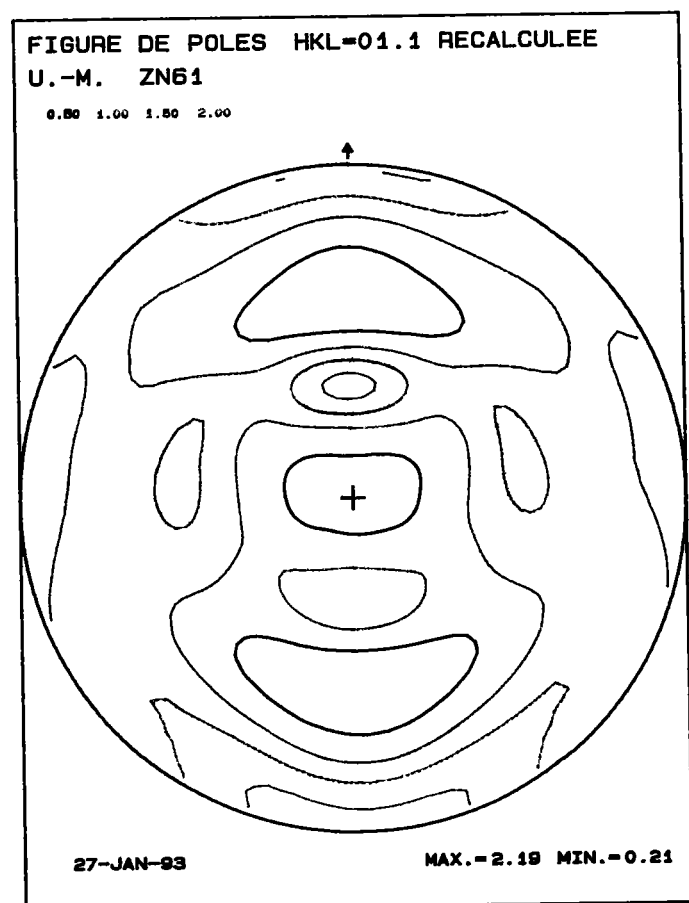
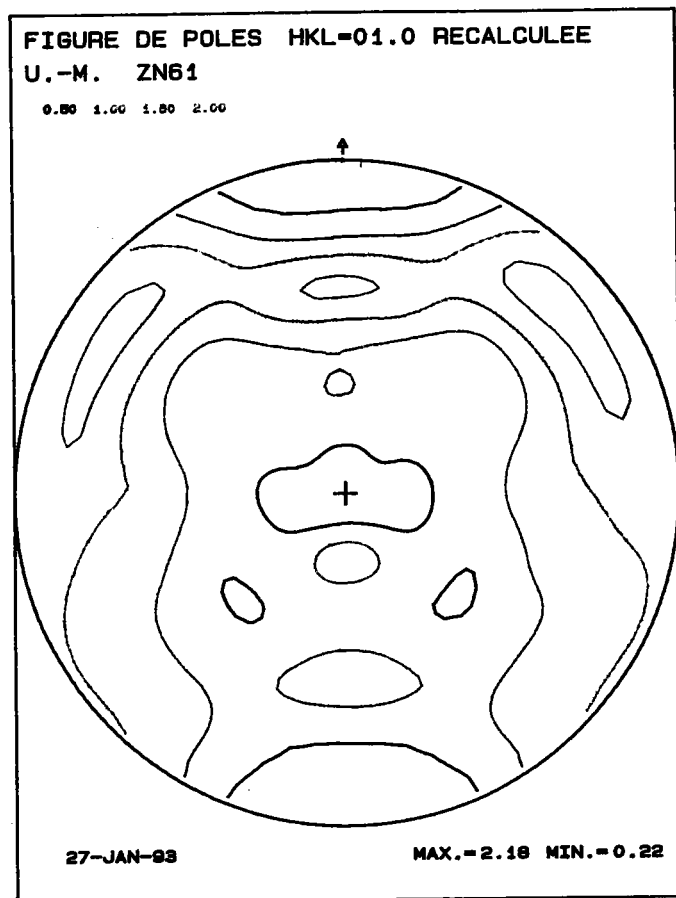
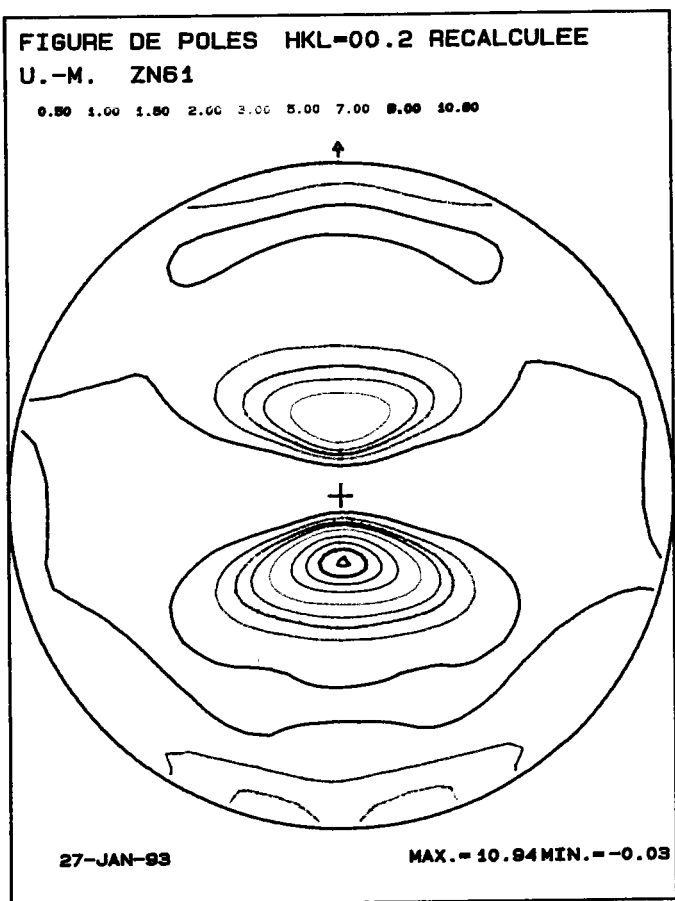
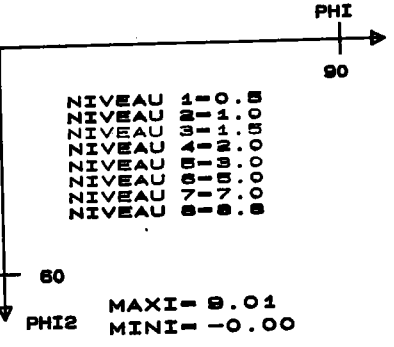
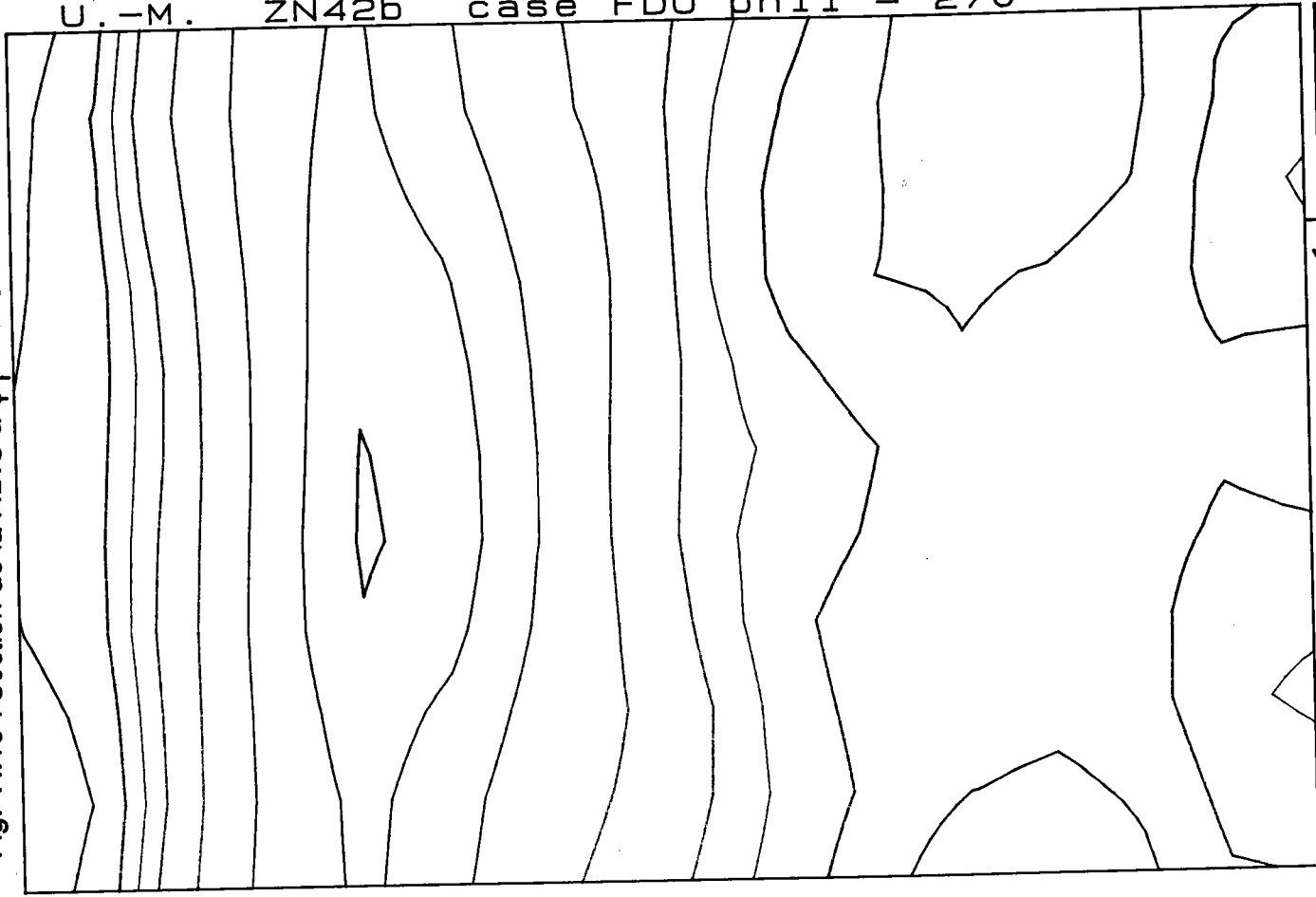


Fig. VI.16 : Section de la F.D.O à $\phi_1 = 270^\circ$

U.-M. ZN42b case FDO phi1 = 270



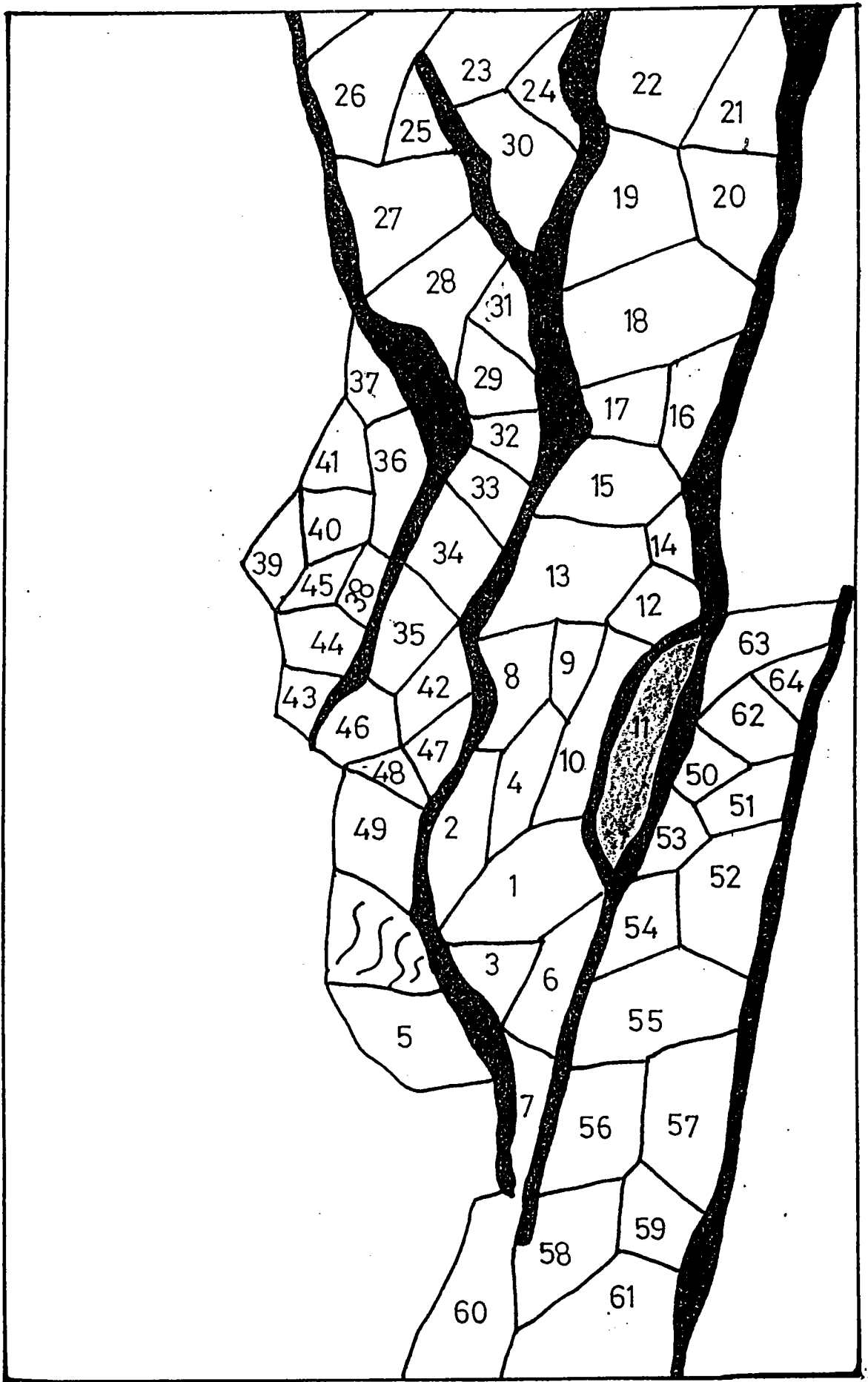


Fig.VI.20 : Cartographie des grains de l'échantillon ZN12

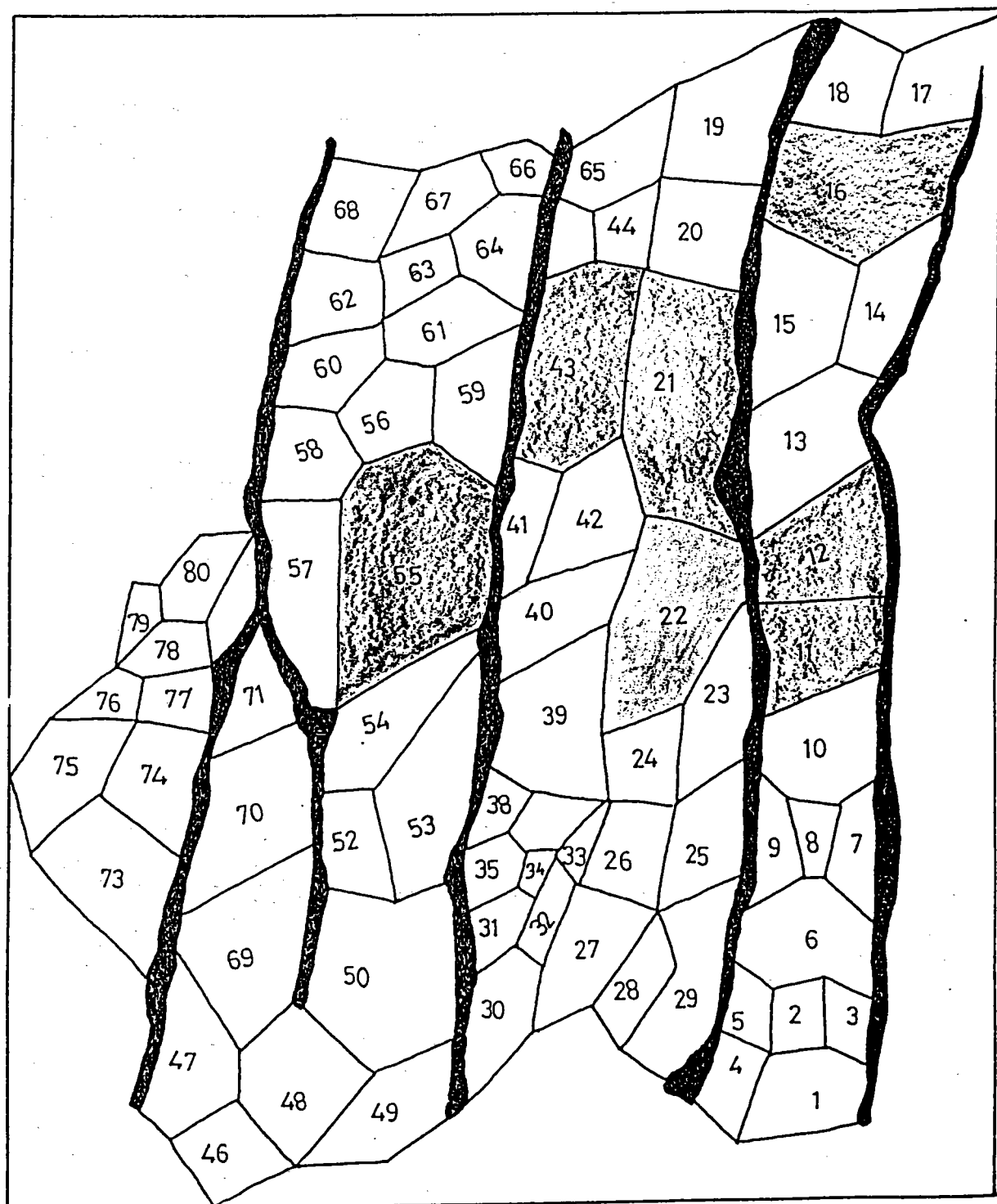


Fig.VI.21 : Cartographie des grains de l'échantillon ZN42

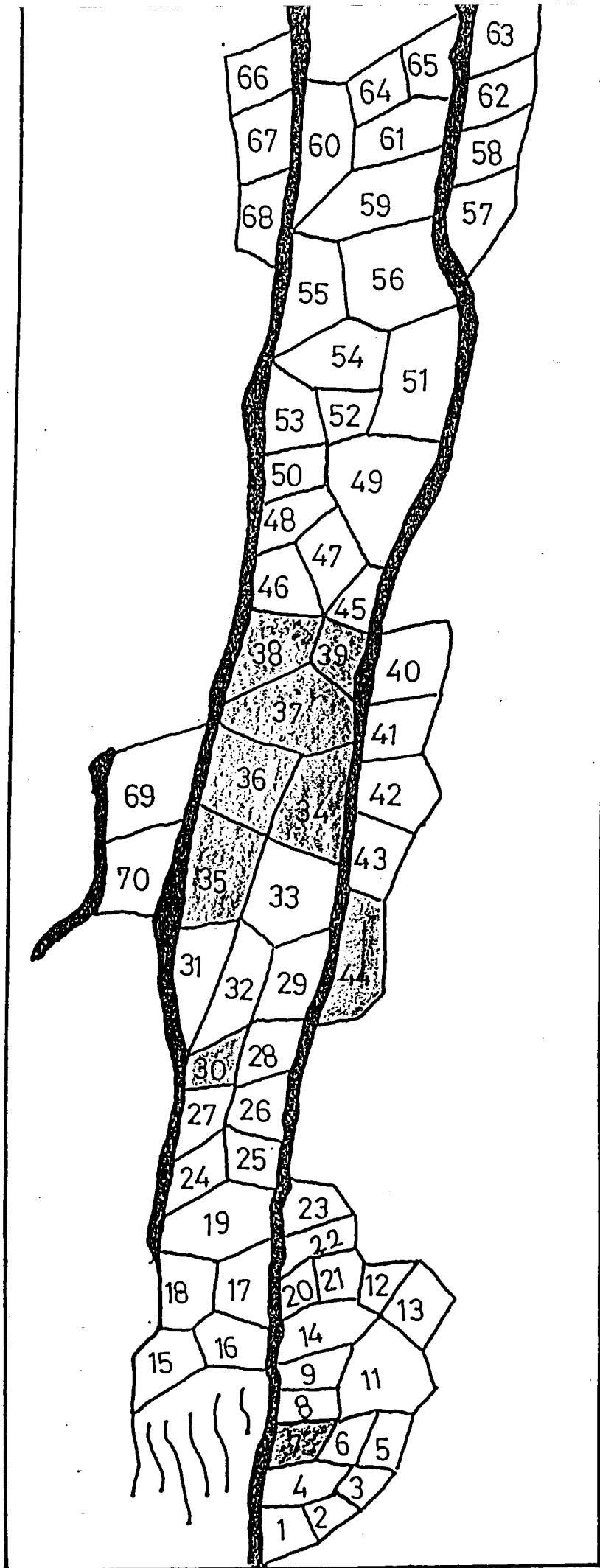


Fig.VI.22
 Cartographie des grains
 de l'échantillon ZN41

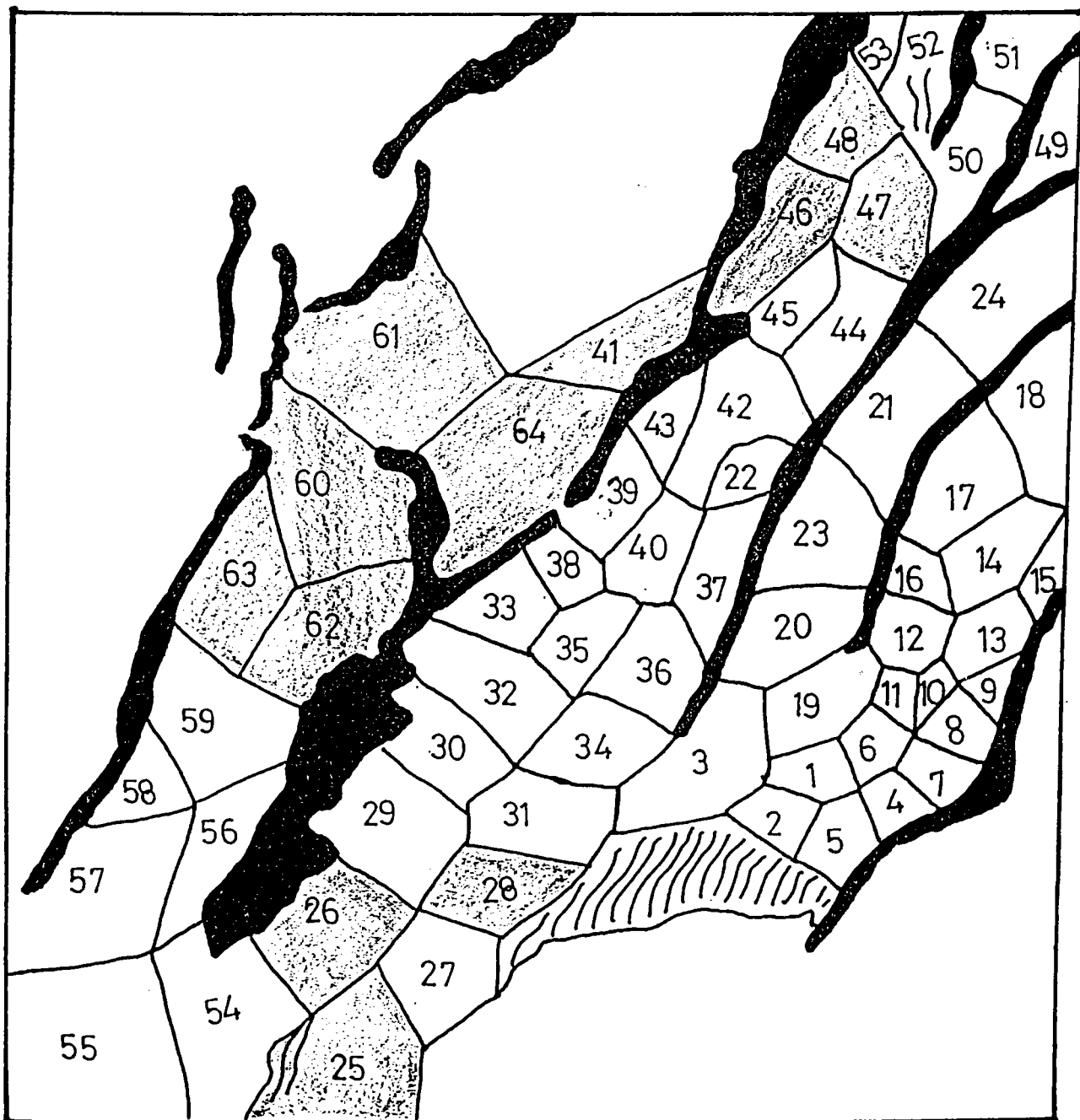


Fig.VI.23 : Cartographie des grains de l'échantillon ZN61

Figure de pôles (00.2)

Ref. : Zinc 12
Nb O.I. : 64

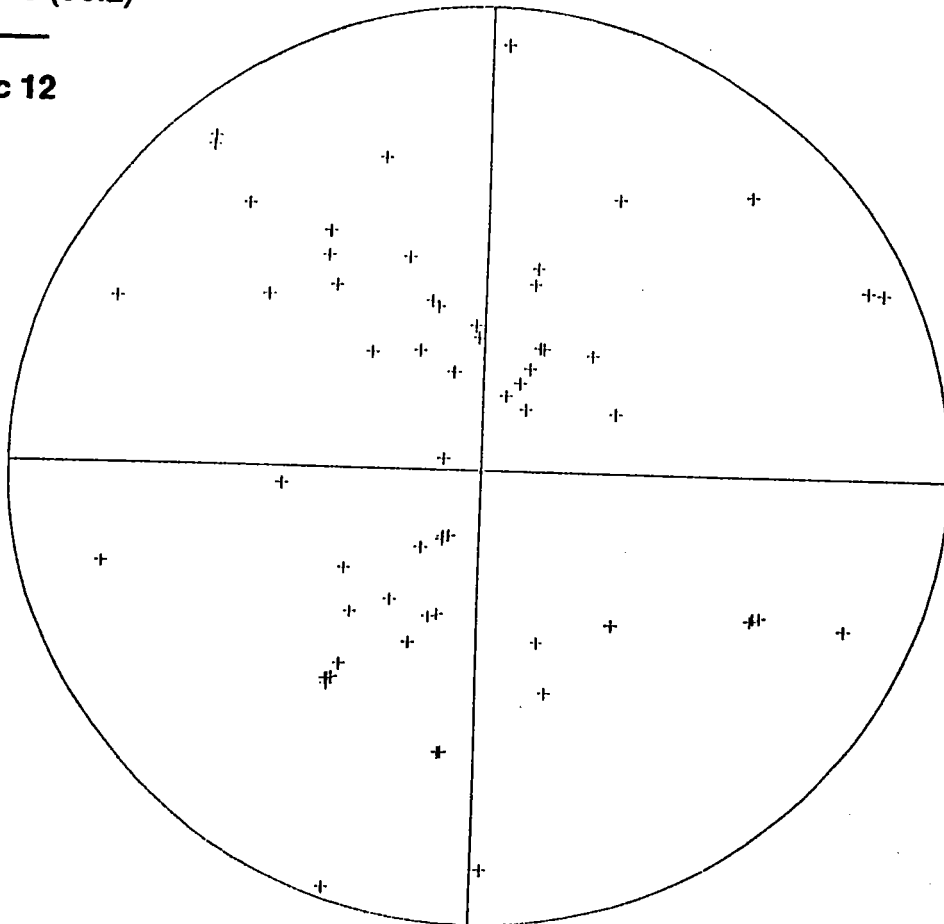


Fig.VI.24 : Figure de pôles (00.2) des orientations individuelles de l'échantillon ZN12