



**HAL**  
open science

# Microstructure et propriétés superplastiques du laiton 60/40

Michel Suéry

► **To cite this version:**

Michel Suéry. Microstructure et propriétés superplastiques du laiton 60/40. Physique [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1974. Français. NNT : 1974METZ004S . tel-01775577

**HAL Id: tel-01775577**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775577>**

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](mailto: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.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

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

# THÈSE

présentée

A L'U. E. R. SCIENCES EXACTES ET NATURELLES  
DE L'UNIVERSITÉ DE METZ

pour obtenir le grade de  
DOCTEUR DE SPÉCIALITÉ  
(III<sup>e</sup> cycle)

Mention "Physique du solide"

par

**Michel SUÉRY**

Maître ès Sciences

Assistant à l'U. E. R. Sciences Exactes  
et Naturelles de l'Université de Metz

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	1974007S
Cote	S/M <sub>3</sub> 74/4
Loc	

---

## MICROSTRUCTURE et PROPRIÉTÉS SUPERPLASTIQUES du LAITON 60/40

---

Soutenue le 5 février 1974 devant la commission d'examen :

MM. G. CHAMPIER . . . . Président  
R. BARO  
J.-P. POIRIER } . . Examineurs  
B. BAUDELET }

UNIVERSITE DE METZ

Président : M. LONCHAMP J.P.

U.E.R. "Sciences Exactes et Naturelles"

Directeur : M. BLOCH J.M.

PROFESSEURS :

M. LONCHAMP J.P.	T.T.P. Physique
M. BARO R.	T. Physique
Mme CAGNIANT D.	P.S.C. Chimie
M. LERAY J.	P.S.C. Physique
M. BLOCH J.M.	T. Chimie
M. KLEIM R.	P.S.C. Physique
M. CHARLIER A.	P.S.C. Physique
M. TAVARD C.	P.S.C. Physique
M. PELT J.M.	T. Biologie végétale

MAITRES DE CONFERENCES

M. CERTIER	Physique
M. WEBER J.D.	Mécanique
M. WENDLING E.	Chimie
M. BAUDELET B.	Physique
M. CARABATOS C.	Physique
M. FALLER P.	Chimie
M. JOUANY J.M.	Toxicologie
M. RHIN G.	Mathématiques
Mme SEC A.	Mathématiques
M. MORIN B.	Mathématiques
M. DAX J.P.	Mathématiques

MAITRE DE CONFERENCES ASSOCIE

M. YUEN P.	Mathématiques
------------	---------------

CHARGE D'ENSEIGNEMENT

Mme SCHWARTZBROD J.	Microbiologie
---------------------	---------------

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique et de Technologie des Matériaux de l'Université de Metz et au Laboratoire de Physique du Solide de l'Ecole des Mines de Nancy, Laboratoire associé au C.N.R.S. N° 155.

Je prie Monsieur le Professeur G. CHAMPIER d'accepter l'expression de toute ma reconnaissance pour m'avoir accueilli parmi les chercheurs du Laboratoire et pour l'honneur qu'il me fait en présidant ce jury.

J'exprime ma gratitude à Monsieur le Professeur R. BARO pour l'intérêt qu'il porte à ce travail en faisant partie du jury et je lui suis reconnaissant d'avoir pu réaliser les études de texture.

Je tiens à remercier Monsieur J.P. POIRIER d'avoir bien voulu examiner ce travail avec attention et participer à ce jury.

Ce travail a été effectué dans un esprit de collaboration et de confiance : j'en suis reconnaissant à Monsieur le Professeur B. BAUDELET.

Les clichés Debye-Scherrer ont été réalisés au Laboratoire de Rayons X de la Faculté des Sciences de Rouen par Madame C. PETITPAS et Monsieur B. LABULLE et je les en remercie.

Cette étude a été réalisée dans le cadre d'un contrat-Action Thématique Programmée : "Propriétés Mécaniques des Solides" N° 1 309. Je remercie le Centre National de la Recherche Scientifique pour l'aide financière apportée.

## TABLE DES MATIERES

### CHAPITRE I : I N T R O D U C T I O N

#### I. 1. OBSERVATIONS EXPERIMENTALES

##### I.1.1. Propriétés Mécaniques

###### I.1.1.1. COEFFICIENT D'ECROUISSAGE

###### I.1.1.2. COURBE CONTRAINTE-VITESSE DE DEFORMATION ET COEFFICIENT SENSIBLE A LA VITESSE DE DEFORMATION

###### I.1.1.3. TEMPERATURE ET ENERGIE D'ACTIVATION APPARENTE

###### I.1.1.4. INFLUENCE DE LA TAILLE DES GRAINS

##### I.1.2. Etudes de Surface (Métallographie, microscopies électroniques à balayage et par réplique)

##### I.1.3. Etudes au microscope électronique par transmission

##### I.1.4. Texture

##### I.1.5. Etude par frottement intérieur

#### I. 2. MODELES PROPOSES

##### I.2.1. Domaine 3

##### I.2.2. Transition entre les domaines 3 et 2

##### I.2.3. Domaine 2

###### I.2.3.1. MODELE DE GLISSEMENT AUX JOINTS ACCOMPAGNE DE DIFFUSION (G.J.D.)

###### I.2.3.2. MODELE DE GLISSEMENT AUX JOINTS ACCOMPAGNE PAR DEFORMATION PLASTIQUE (G.J.D.P.)

I.2.4. Représentation théorique des courbes contrainte-  
vitesse de déformation

I.2.4.1.  $\sigma_0$  et  $\sigma'_0$  négligeables

I.2.4.2.  $\sigma_0$  et  $\sigma'_0$  non négligeables

I. 3. PROGRAMME D'ETUDES

CHAPITRE II : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

II. 1. CHOIX DES MATERIAUX

II. 2. DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

II. 3. ESSAIS EFFECTUES

II. 4. PRECAUTIONS EXPERIMENTALES

II.4.1. Avant l'essai

II.4.2. Au cours de l'essai

II.4.3. Après l'essai

II. 5. METHODES D'EXAMEN DE LA STRUCTURE

II.5.1. Etudes Métallographiques

II.5.1.1. REVELATION DE LA STRUCTURE

II.5.1.2. DETERMINATION DE LA TAILLE DES PHASES

II.5.2. Etudes au microscope électronique par transmission

II.5.3. Etude par méthode DEBYE-SCHERRER

II.5.4. Etude de la texture par figures de pôles

## CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX

### III. 1. LAITON DE SOUDBRASURE

III.1.1. Essais Mécaniques

III.1.2. Etudes Métallographiques

III.1.3. Etudes des clichés DEBYE-SCHERRER

### III. 2. LAITON U-Z 40

III.2.1. Essais Mécaniques

III.2.2. Etudes Métallographiques

III.2.2.1. EVOLUTION DES BANDES  $\alpha$

III.2.2.2. ZONES INTERMEDIAIRES ENTRE LES GROSSES  
BANDES  $\alpha$

III.2.3. Etudes des clichés DEBYE-SCHERRER

### III. 3. COMPARAISONS DES RESULTATS EXPERIMENTAUX OBTENUS SUR LES DEUX LAITONS

III.3.1. Essais Mécaniques

III.3.2. Etudes Métallographiques

III.3.3. Etudes des clichés DEBYE-SCHERRER

## CHAPITRE IV : D I S C U S S I O N

### IV. 1. STRUCTURE ET CONTRAINTE D'ECOULEMENT

IV.1.1. Laiton de soudobrasure

IV.1.1.1. INTERPRETATION DE L'EVOLUTION DE LA  
STRUCTURE AU COURS DE LA DEFORMATION  
SUPERPLASTIQUE

- passage à l'état équiaxe
- grossissement



IV.1.1.2. INFLUENCE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE  
SUR LA CONTRAINTE D'ECOULEMENT

- influence du passage à l'état équiaxe
- influence du grossissement
- effets conjugués

IV.1.2. Etudes complémentaires

IV.1.2.1. ALLIAGE Cu-7 % P

IV.1.2.2. LAITON A STRUCTURE APPROXIMATIVEMENT EQUIAXE

IV.1.2.3. LAITON DE SOUDOBRASURE PREDEFORME

IV.1.2.4. ALLIAGE EUTECTIQUE PbSn

IV.1.3. Laiton U-Z 40

IV.1.3.1. EVOLUTION DE LA STRUCTURE AU COURS DE LA  
DEFORMATION SUPERPLASTIQUE

IV.1.3.2. INFLUENCE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE  
SUR LA CONTRAINTE

IV.1.4. Conclusion

IV.1.5. Mesure du coefficient  $m$  apparent

IV.1.5.1. COURBE CONTRAINTE-VITESSE DE DEFORMATION

IV.1.5.2. METHODE DES SAUTS DE VITESSE

IV.1.5.3. CONCLUSION

IV. 2. ROLE DES PHASES ET MODELES DE DEFORMATION SUPERPLASTIQUE

IV.2.1. Rôle des phases  $\alpha$  et  $\beta$  dans le laiton 60/40

IV.2.2. Modèles de déformation superplastique.

CHAPITRE V : C O N C L U S I O N

## NOTATIONS

- a : Coefficient caractérisant l'influence de la taille des grains sur la vitesse de déformation
- A<sub>0</sub> : Section initiale de l'éprouvette
- A : Section instantanée de l'éprouvette
- b : Vecteur de BURGERS
- b' : Coefficient caractérisant l'influence de la taille des grains sur la contrainte ( $b' = ma$ )
- d : Taille des grains réelle
- d' : Taille moyenne des cellules de dislocations
- D : Taille des grains mesurée
- D<sub>A</sub> : Taille des grains mesurée pour le matériau recuit
- D<sub>//</sub> : Taille des grains mesurée parallèlement à l'axe de traction
- D<sub>⊥</sub> : Taille des grains mesurée perpendiculairement à l'axe de traction
- D<sub>v</sub> : Coefficient d'autodiffusion des lacunes en volume
- D<sub>j</sub> : Coefficient d'autodiffusion des lacunes le long des joints de grains
- e : Elongation
- k : Constante de BOLTZMANN
- K<sub>1</sub> : Constante
- L<sub>0</sub> : Longueur initiale de l'éprouvette
- L : Longueur instantanée de l'éprouvette
- m : Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation
- M : Nombre de points d'annihilation des dislocations

P : Charge appliquée  
Qa : Energie d'activation apparente  
Qj : Energie d'autodiffusion des lacunes le long des joints de grains  
Qv : Energie d'autodiffusion des lacunes en volume  
T : Température absolue  
Tc : Température de transition  
Tf : Température de fusion  
V : Vitesse d'extension

$\alpha, \alpha^*, \beta$  : Constantes

$\gamma$  : Coefficient d'écrouissage

$\Gamma$  : Energie libre du joint

$\delta$  : Epaisseur du joint

$\epsilon$  : Déformation vraie

$\epsilon_r$  : Déformation produite par glissement au cours d'une annihilation

$\dot{\epsilon}$  : Vitesse de déformation

$\lambda$  : Longueur d'onde

$\mu$  : Module de cisaillement

$\nu$  : Coefficient de poisson

$\sigma$  : Contrainte

$\sigma_0$   
 $\sigma_0^!$  : Contraintes seuils

$\tau_r$  : Temps séparant deux annihilations de dislocations

$\Omega$  : Volume atomique

C H A P I T R E I .

I N T R O D U C T I O N

## I. I N T R O D U C T I O N

Le terme superplasticité est couramment employé pour décrire le comportement quasi-visqueux de certains métaux et alliages qui peuvent subir des taux de déformation importants pouvant atteindre 2 000 % à la rupture <sup>(1)</sup>. Ces matériaux connaissent maintenant des applications industrielles : leur ductilité élevée permet non seulement de faciliter les opérations classiques de mise en forme, mais encore de développer des procédés inhabituels sur les métaux <sup>(2-7)</sup>. Hors de leur domaine superplastique, certains de ces matériaux ont des propriétés équivalentes à celles des alliages industriels. Ces applications industrielles et les interprétations théoriques du phénomène expliquent le nombre considérable de publications parues dans les dix dernières années.

Ces matériaux sont pourtant connus depuis longtemps. Dès 1920, ROSENHAIN <sup>(8)</sup> avait observé qu'après laminage, un alliage eutectique ternaire de zinc, cuivre et aluminium avait un comportement différent des autres matériaux et présentait une ductilité élevée analogue à celle des verres dans leur domaine de fluidité. En 1924, SAUVEUR <sup>(9)</sup> remarqua que des barres de fer soumises à un couple de torsion et placées dans un gradient thermique se tordaient plus facilement dans la zone où la température était égale à la température de transition du fer. D'autres exemples de comportement superplastique des alliages eutectiques Pb - Sn, Sn - Bi, Cd - Zn ont été mentionnés par HARGREAVES (1927) <sup>(10)</sup>, JENKINS (1928) <sup>(11)</sup> et PEARSON (1934) <sup>(1)</sup>. Ce dernier avait montré que la superplasticité était due principalement à la stabilité en température d'une taille de grain fine permettant un glissement intergranulaire. En 1945, BOCHVAR, PRESNYAKOV et leurs collaborateurs <sup>(12,13)</sup> ont développé des études sur des alliages eutectiques et eutectoïdes non-ferreux : Ils montrent alors que les conditions nécessaires à l'obtention d'un comportement superplastique sont l'existence d'une structure métastable et une déformation à une température suffisamment élevée pour permettre la mobilité des atomes. UNDERWOOD en 1962, donna un compte-rendu complet de l'ensemble de ces travaux <sup>(14)</sup>. Plus récemment BACKOFEN et ses collaborateurs montra que la très grande ductilité

des matériaux superplastiques était due à une forte résistance à la formation de striction ; <sup>(15)</sup> cette résistance provenait d'une sensibilité élevée de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. Depuis, les travaux de recherche sur la superplasticité augmentent considérablement. Recemment une revue complète avec référence particulière aux mécanismes de déformation proposés a été faite par R.H. JOHNSON <sup>(16)</sup>.

Deux types de comportement superplastique sont maintenant reconnus :

- la superplasticité due à l'application de conditions d'environnement particulières ; on peut en citer trois exemples :

1. Déformation avec changements cycliques de température pour les métaux possédant des coefficients de dilatation thermique anisotropes (Zinc et Uranium). <sup>(17)</sup>
2. Déformation de métaux soumis à une irradiation neutronique <sup>(18)</sup>.
3. Plasticité de transformation : l'échantillon mis en charge est soumis à une variation de température de part et d'autre de la température de transformation <sup>(19,20)</sup>.

- La superplasticité des matériaux à grains fins.

Ce type de superplasticité est de loin le plus étudié ; nous avons donné au tableau I.1 la liste des matériaux superplastiques connus avec quelques indications sur les conditions d'observation du comportement superplastique. Dans la suite, nous limiterons notre étude à cet aspect de la superplasticité.

## I.1 OBSERVATIONS EXPERIMENTALES

### I. 1.1. Propriétés Mécaniques

Au cours d'essais de déformation uniaxiale, à chaque stade de la déformation, la contrainte d'écoulement dépend de la déformation vraie  $\epsilon$ , de la vitesse de déformation vraie  $\dot{\epsilon}$  de la température T et de la structure du matériau :

$$\sigma = f (\epsilon, \dot{\epsilon}, T, \text{structure}) \quad (I.1)$$

En première approximation, on peut assimiler cette structure à la taille moyenne des grains  $d$ . Sous forme différentielle cette relation peut s'écrire <sup>(21)</sup> :

$$d \ln \sigma = \gamma d \ln \epsilon + m d \ln \dot{\epsilon} + \frac{m}{k} Q_a d \left( \frac{1}{T} \right) + m a d \ln d \quad (I.2.)$$

Les coefficients  $\gamma$ ,  $m$ ,  $Q_a$  et  $a$  sont d'une manière générale fonction des paramètres  $\epsilon$ ,  $\dot{\epsilon}$ ,  $T$  et  $d$ . Le coefficient  $\gamma$  caractérise l'écrouissage du matériau, le coefficient  $m$  mesure la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  (en anglais strain-rate sensitivity), il est compris entre 0 et 1 pour tous les matériaux <sup>(22)</sup>.  $Q_a$  est l'énergie d'activation apparente. Le coefficient  $a$  caractérise l'influence de la taille des grains sur la contrainte.

Plusieurs types d'essais mécaniques ont été utilisés pour la détermination des coefficients  $\gamma$ ,  $m$ , et  $a$ .

- des essais de traction à vitesse d'extension constante.
- des essais de traction avec sauts de vitesse.
- des essais de traction à vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  constante.
- des essais de fluage à contrainte constante.

Les deux derniers types d'essais ont été peu développés : pourtant ce sont les seuls qui maintiennent constant un paramètre (hormis la température) apparaissant directement dans les relations I.1 et I.2.

#### I. 1.1.1 COEFFICIENT D'ECROUISSAGE

Pour les matériaux déformés à basse température, le facteur contrôlant la stabilité de la déformation est le processus d'écrouissage caractérisé par son coefficient  $\gamma$  <sup>(23)</sup>. L'instabilité plastique apparaît lorsque les effets de l'écrouissage sont insuffisants pour compenser l'adoucissement géométrique dû à la diminution de section lors de la déformation. On peut alors montrer que la déformation correspondant à la charge maximum est égale au coefficient d'écrouissage <sup>(24)</sup>.

Dans le domaine où le matériau est superplastique, le coefficient d'écrouissage peut-être considéré comme négligeable <sup>(21)</sup>.

I. 1.1.2. COURBE CONTRAINTE-VITESSE DE DEFORMATION ET COEFFICIENT SENSIBLE A LA VITESSE DE DEFORMATION

La courbe de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation vraie, tous les autres paramètres étant fixes, présente généralement trois domaines pour ce type de matériau <sup>(15)</sup> (fig. I.1). Le coefficient  $m$  de sensibilité à la vitesse de déformation peut être déduit de la courbe précédente. En effet, de l'équation I.2. on tire :

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad \epsilon, T, \text{ structure} \quad (\text{I.3.})$$

Sa variation en fonction de la vitesse de déformation est représentée sur la fig. I.2. Dans le domaine 2,  $m$  présente des valeurs élevées comprises entre 0,3 et 0,9 et des valeurs plus faibles dans les domaines 1 et 3. Pour les matériaux non superplastiques,  $m$  est inférieur à 0,2.

Les allongements importants à la rupture observés sur les matériaux superplastiques correspondent aux valeurs élevées du coefficient  $m$  obtenues dans le domaine 2 <sup>(15,22,26)</sup>. En effet, considérons une éprouvette de traction de longueur instantanée  $L$  de section  $A$  soumise à une force  $P$  :

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad (\text{I.4.})$$

$$\text{et} \quad \dot{\epsilon} = \frac{1}{L} \frac{dL}{dt} = - \frac{1}{A} \frac{dA}{dt} \quad (\text{I.5.})$$

L'équation I.3 peut s'écrire

$$\sigma_{\epsilon, T, \text{ structure}} = K \dot{\epsilon}^m \quad (\text{I.6.})$$

En combinant ces équations, on obtient

$$- \frac{dA}{dt} = \left( \frac{P}{K} \right)^{\frac{1}{m}} \frac{1}{A \left( \frac{1-m}{m} \right)} \quad (\text{I.7.})$$

Pour les valeurs de  $m$  inférieures à 1, plus la section est faible et plus la réduction de celle-ci est grande. En revanche, lorsque  $m$  approche 1,

$$\frac{1}{A \frac{1-m}{m}} \rightarrow 1 \quad \text{et} \quad - \frac{dA}{dt} \rightarrow \frac{P}{K}$$

c'est-à-dire que la réduction de section est indépendante de celle-ci.



On peut expliquer qualitativement ce comportement de la façon suivante :

Si une striction apparait, la vitesse de déformation augmente localement et cette augmentation nécessite un accroissement important de la contrainte puisque  $m$  a une valeur élevée. Cette valeur élevée empêche la striction de s'aggraver, on assiste alors à la formation de strictions très diffuses, la déformation est plus uniforme conduisant ainsi à des allongements à la rupture importants.

ROSSARD (26) a montré qu'une déformation stable est possible si  $m \geq 0,5$  pour des essais à vitesse d'extension constante et si  $m \geq 0,33$  pour des essais à vitesse de déformation constante dans le cas où le coefficient d'écrouissage est nul.

#### I. 1.1.3. TEMPERATURE ET ENERGIE D'ACTIVATION APPARENTE

Le comportement superplastique n'apparait qu'aux températures élevées généralement supérieures à  $0,5 T_f$  où  $T_f$  est la température de fusion.

Dans le domaine 3, l'énergie d'activation apparente  $Q_a$  est voisine de l'énergie d'autodiffusion en volume  $Q_v$  des lacunes de l'une des phases de l'alliage.

Dans le domaine 2, cette énergie est voisine de  $\frac{1}{2} Q_v$  et pourrait être apparentée à l'énergie d'auto-diffusion  $Q_j$  des lacunes dans les joints de grains (21,27).

Dans le domaine 1 peu de mesures ont été effectuées.

Généralement le problème est compliqué par la présence de deux phases et la valeur mesurée, c'est-à-dire l'énergie d'activation apparente, peut difficilement être identifiée à la valeur obtenue avec un matériau pur.

#### I. 1.1.4. INFLUENCE DE LA TAILLE DES GRAINS

Le comportement superplastique est fortement influencé par la taille des grains <sup>(28,29)</sup> ; en revanche, dans le domaine 3, celle-ci n'a aucun effet sur la courbe contrainte-vitesse de déformation vraie (fig. I.3) <sup>(30)</sup>.

On constate qu'une augmentation de la taille des grains tend à déplacer fortement le domaine superplastique vers les faibles vitesses de déformation. Ainsi les valeurs maximum de  $m$  sont obtenues à des vitesses d'autant plus grandes que la taille des grains est plus faible <sup>(29)</sup>. Ce résultat est très important du point de vue mise en forme où le facteur vitesse de déformation joue un rôle prépondérant. On peut ainsi espérer mettre en forme plus facilement et plus rapidement un matériau à très petits grains.

Le coefficient  $a$  (équation 12) a été déterminé soit à partir de la variation de la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  en fonction de  $d$  ( $\dot{\epsilon} \propto d^a$ ) à contrainte et température constantes soit à partir de la variation de la contrainte en fonction de  $d$  ( $\sigma \propto d^{b'}$  avec  $b' = ma$ ) à  $\dot{\epsilon}$  et  $T$  constantes. Suivant les auteurs et les alliages  $a$  est égal à 2 ou 3 <sup>(31,32)</sup> et  $b'$  est compris entre 0,7 et 2. <sup>(30,32,33)</sup>.

#### I. 1.2. Etudes de surface (Métallographie, microscopies électronique à balayage et par réplique).

Ces diverses études ont permis de préciser d'une part la structure des matériaux à comportement superplastique et d'autre part comment évolue cette structure au cours de la déformation à la fois dans le domaine superplastique et dans les domaines 1 et 3.

L'importance d'une structure équiaxe à grains fins inférieurs à quelques dizaines de microns a été montrée le premier par PEARSON <sup>(1)</sup>. Cette structure peut être obtenue par un violent écrouissage et un recuit très court. Afin de conserver le caractère superplastique, la taille de grains doit être stable ou augmenter de façon peu importante au cours de recuits ou d'essais de déformation.

Pour cette raison, de nombreux matériaux superplastiques sont constitués de deux phases de volume approximativement égal. Chaque phase inhibe alors la croissance de l'autre et ceci permet

d'obtenir une taille de grain fine et relativement stable. Quelques métaux et alliages ayant une phase fortement prépondérante peuvent présenter un comportement superplastique : dans ce cas, la croissance des grains est limitée par d'autres causes (34,35,86,37).

Après déformation dans le domaine superplastique les grains restent équiaxes (1,28,33,38) et subissent parfois un léger grossissement (30,39,40,41). Des observations de surface après déformation montrent clairement que les grains glissent les uns par rapport aux autres le long de leurs joints (28,32,37,42,43) et ce glissement n'est pas accompagné par la formation de cavités aux joints triples.

Des mesures de glissement aux joints ont été effectuées par HOLT (42) et LEE (43) et ces auteurs ont trouvé que le glissement aux joints peut représenter 60 % de la déformation totale lorsque  $m$  atteint sa valeur maximale. Une observation très récente au microscope à balayage a clairement mis en évidence ce glissement en faisant de plus apparaître une rotation des grains. Cette étude a été réalisée en déformant sous le microscope, l'alliage eutectique PbSn dans le domaine superplastique (44,45). On note de plus que généralement aucune ligne de glissement n'est visible dans les grains (28,44). Certaines ont été observées par COOK (46) sur l'alliage AlZn après déformation dans le domaine superplastique, mais ces observations semblent insuffisantes pour conclure que la déformation intracristalline est un mode prépondérant de déformation.

Un mécanisme de fluage par diffusion a été mis en évidence par BACKOFEN (29,47,48) au cours de la déformation "superplastique" d'un alliage à gros grains Mg. 0,5 % Zr. Il a en effet noté la présence de zones "dépourvues de précipités" le long des joints perpendiculaires à la direction de traction. Les grains initialement équiaxes sont allongés après déformation.

Dans le domaine 3, les grains ne restent pas équiaxes et s'allongent dans la direction de traction. De plus des lignes de glissement apparaissent à la surface des grains.

Peu d'études ont été réalisées dans le domaine 1. Quelques observations ont été effectuées après des déformations peu importantes de l'ordre de 0,1 % en raison des vitesses de déformation très faibles dans ce domaine (49). Aussi il semble difficile de tenir

compte des résultats obtenus car un régime permanent ne semble pas pouvoir être atteint après des taux de déformation si petits.

### I. 1.3. Etudes au microscope électronique par transmission

Toutes les études effectuées au microscope électronique ont montré qu'après déformation dans le domaine superplastique, le matériau présente une très faible densité de dislocations, sans réseaux ou cellules de dislocations (43,50-55). De plus une structure de dislocations induite par un fort écrouissage sur un alliage eutectoïde AlZn disparaît après déformation (54). Ces résultats sont confirmés par l'absence totale d'écrouissage au cours de la déformation superplastique (5,21,56).

Des zones dépourvues de précipités ont été observées près des joints de grains et ce résultat a été attribué au déplacement des joints corrélé au grossissement (57) ou au glissement aux joints.

En revanche après déformation dans le domaine 3 il y a autant de dislocations que dans un matériau classique déformé à chaud ( $T \geq 0,5 T_f$ ).

Il n'existe à notre connaissance aucun résultat significatif dans le domaine 1.

### I. 1.4. Texture

Quelques études sur l'évolution de la texture ont été faites avant et après déformation superplastique. En général, la texture est réduite mais certaines orientations peuvent être maintenues (58,59,60). C'est le cas de l'alliage Zn 40 % Al où ces résultats peuvent être interprétés par du glissement aux joints de grains associé à de la déformation intracristalline (61). Très récemment, il vient d'être montré sur l'alliage eutectique PbSn, que cette réduction de texture est plus rapide pour la phase riche en étain que pour la phase riche en plomb (62). Ce résultat montre que l'importance du glissement peut être différent selon que le joint est un joint de grain ou un joint de phase.

### I. 1:5. Etude par frottement intérieur

Ces études ont mis en évidence sur certains métaux l'existence d'un pic de joints de grains à des températures supérieures à 0,5 Tf. Ce pic, observé en particulier sur les alliages eutectique PbSn <sup>(63)</sup> et eutectoïde AlZn <sup>(64)</sup> a été attribué au glissement réversible des joints dans les conditions où le matériau est superplastique. Le frottement intérieur apparaît ainsi comme un moyen d'étude complémentaire des essais mécaniques : dans les deux cas, le glissement aux joints est le mécanisme prépondérant avec une amplitude de déplacement très différente. Des correspondances plus étroites pourraient être établies en étudiant notamment l'influence de la température, de la taille des grains mais aussi de la fréquence et de l'amplitude d'excitation sur le pic de frottement intérieur.

### I. 2. MODELES PROPOSES

Parmi les nombreux modèles proposés pour rendre compte de l'existence des trois domaines dans la courbe contrainte-vitesse de déformation, nous ne retiendrons que ceux qui semblent s'accorder le mieux avec les résultats expérimentaux sur un grand nombre d'alliages à caractère superplastique.

#### I. 2.1. Domaine 3

Toutes les observations effectuées dans le domaine 3 montrent que le comportement des alliages superplastiques est identique à celui des autres matériaux déformés à haute température.

- faible valeur du coefficient m, inférieure à 0,2
- écrouissage très faible ou négligeable
- densité importante de dislocations avec formation de cellules
- allongement des grains
- pas d'influence de la taille de grains
- peu de glissement aux joints de grains
- énergie d'activation égale à l'énergie d'auto-diffusion des lacunes en volume.

Aussi les différents modèles de fluage fondés sur la théorie des dislocations ont été retenus pour expliquer ce comportement. Deux principaux types de modèles ont été proposés :

- les modèles de fluage où la déformation est provoquée par le glissement des dislocations et contrôlée par leur glissement (BARRETT et NIX <sup>(65)</sup>).
- les modèles où la déformation est également due au glissement des dislocations mais contrôlée par leur montée.

Nous ne retiendrons que ce dernier type de fluage : il semble en effet que le premier soit peu vraisemblable et que sa valeur soit remise en question par les auteurs eux-mêmes.

La montée des dislocations met en oeuvre deux processus séquentiels :

1. L'absorption ou l'émission de lacunes au niveau des crans de la dislocation.
2. La diffusion de lacunes en volume entre la dislocation et un puits, soit une autre dislocation, soit le joint de grain.

La vitesse de montée est donc contrôlée par le plus lent de ces deux processus ; expérimentalement c'est toujours la diffusion en volume qui est l'étape la plus lente.

Nous allons rappeler brièvement les hypothèses essentielles des deux modèles principaux, celui de WEERTMAN <sup>(66-68)</sup> et celui de BLUM <sup>(69)</sup>.

Considérons une sous-structure de dislocations stable ayant atteint sa configuration d'équilibre caractéristique de la contrainte appliquée <sup>(70)</sup>. Pour poursuivre la déformation, les dislocations ne peuvent glisser que si, au fur et à mesure, certaines d'entre-elles s'éliminent en certains endroits particuliers de la structure ; soient  $M$ , le nombre de ces endroits par unité de volume et  $\tau_r^{-1}$  la fréquence d'élimination des dislocations. Si chaque élimination déclenche une quantité de glissement  $\epsilon_r$  on obtient une vitesse de déformation :

$$\dot{\epsilon} = M \epsilon_r \tau_r^{-1} \quad (1.8.)$$

Tous les modèles cherchent donc à déterminer les trois quantités  $M$ ,  $\epsilon_r$  et  $\dot{\tau}_r^{-1}$  en schématisant un type de sous-structure de fluage.

- WEERTMAN (66,67,68) suppose que la sous-structure de fluage est constituée d'empilements. Chaque annihilation en tête d'empilement déclenche ainsi le glissement successif de toutes les dislocations. La déformation produite équivaut alors à celle d'une seule dislocation balayant la surface correspondant à la ligne de glissement. Ce modèle qui donne un bon accord avec l'expérience souffre toutefois du fait que les nombreuses observations faites n'ont jamais mis en évidence d'empilements.
- BLUM (69) suppose que les parois de cellules formées pendant le fluage sont les obstacles prépondérants au glissement, l'annihilation se faisant par montée dans les parois. La structure de fluage est donc décrite par la taille moyenne des cellules, l'épaisseur moyenne de la paroi (plus exactement l'épaisseur effective de la région où les annihilations se produisent) et la densité de dislocations dans les parois. Ce modèle a l'intérêt de montrer que l'on peut justifier une équation équivalente à celle de WEERTMAN de façon beaucoup plus proche de la réalité.

Quelles que soient les hypothèses faites, ces modèles conduisent à des relations du type :

$$\dot{\epsilon} = K\sigma^{4,5} \frac{Dv}{kT} \quad (I.9.) \quad \text{où } Dv \text{ est le coefficient}$$

de diffusion en volume,  $k$  la constante de Boltzmann et  $T$  la température absolue.

Dans la suite, pour la représentation théorique de la courbe  $\sigma$ - $\dot{\epsilon}$ , nous avons choisi une équation expérimentale proposée par WEERTMAN (68) :

$$\dot{\epsilon}_w = \alpha^* Dv \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^{4.5} \frac{\mu\Omega}{kT} \quad (I.10)$$

où  $\alpha^*$  est une constante approximativement égale à  $5 \times 10^{20} / \text{cm}^2$   
 $\mu$  le module de cisaillement et  $\Omega$  le volume atomique ( $\Omega = cb^3$   
 où  $b$  est le vecteur de BURGERS et  $c$  une constante approximative-  
 ment égale à 0,7 pour les métaux cubiques centrés, cubiques à  
 faces centrées et hexagonaux).

### I. 2.2. Transition entre les domaines 3 et 2.

La déformation dans le domaine 3 est associée à la présence de cellules à parois de dislocations de taille  $d'$  inférieure à la taille moyenne  $d$  des grains. La valeur de  $d'$  dépend de la contrainte appliquée <sup>(70)</sup> : elle est d'autant plus faible que la contrainte appliquée est plus élevée. Le passage du domaine 3 au domaine 2 semble dû à la disparition de la sous-structure lorsque  $d'$  devient égal à  $d$ . Ainsi la contrainte et par suite la vitesse de déformation à laquelle se produit cette transition est d'autant plus élevée que la taille des grains est plus petite. Ce point est en accord avec les résultats expérimentaux (fig. I.3).

### I. 2.3. Domaine 2

Dans le domaine 2 la diversité des résultats expérimentaux et le manque d'études comparatives sur un même alliage font qu'à l'heure actuelle, aucun modèle sûr ne fait l'unanimité des auteurs. Le fait généralement admis est que le glissement aux joints de grains joue un rôle prépondérant. Or lorsque deux grains glissent l'un par rapport à l'autre le long de leur joint commun, il devrait normalement se former des cavités aux joints triples. Expérimentalement, ces cavités n'apparaissent pas : le glissement doit donc être nécessairement accompagné de mécanismes tels que :

- migration du joint
- diffusion de matière en volume ou le long des joints
- déformation plastique des grains voisins.

Nous allons essentiellement présenter deux modèles parmi les plus récents : un modèle de glissement aux joints accompagné de diffusion (G.J.D) dû à ASHBY et VERRALL <sup>(71)</sup> et un



modèle de glissement aux joints accompagné de déformation plastique dans les grains voisins (G.J.D.P.) dû à HAYDEN et al. <sup>(72)</sup>

I.2.3.1. MODELE DE GLISSEMENT AUX JOINTS ACCOMPAGNE DE DIFFUSION  
(G.J.D)

Vers les années 1950, NABARRO <sup>(73)</sup> et HERRING <sup>(74)</sup> ont développé un modèle de fluage par diffusion pour les monocristaux, la migration des lacunes s'effectuant en volume entre surfaces externes. Ce modèle, étendu tout d'abord aux polycristaux, a été repris par COBLE <sup>(75)</sup> dans le cas où le transport des lacunes au lieu de se faire à travers le volume des grains, se produit de préférence le long des joints. Cette diffusion peut en effet prédominer dans le cas où la surface totale des interfaces devient importante pour des tailles de grains très fines.

Il a été montré récemment que pour les polycristaux cette diffusion était nécessairement accompagnée de glissement aux joints <sup>(76)</sup> (fig I.4.). On a ainsi deux mécanismes en série - diffusion et glissement aux joints - la diffusion qui est l'étape la plus lente contrôle la vitesse de déformation. On aboutit alors aux deux relations proposées par NABARRO et HERRING et par COBLE :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\alpha D_v b^3 \sigma}{d^2 kT} \quad (I.11)$$

$$\dot{\epsilon} = \frac{\beta D_j \delta b^3 \sigma}{d^3 kT} \quad (I.12)$$

où  $\alpha$  et  $\beta$  sont des constantes,  $D_v$  est le coefficient d'autodiffusion en volume,  $D_j$  le coefficient d'autodiffusion le long des joints,  $d$  la taille des grains,  $\delta$  l'épaisseur effective des joints pour la diffusion,  $b$  le vecteur de BURGERS,  $k$  la constante de BOLTZMANN et  $T$  la température absolue.

Ces modèles de diffusion présentent certains avantages en tant que mécanismes de déformation dans le domaine superplastique :

- Ils prévoient un certain glissement aux joints.
- Ils conduisent à des valeurs du coefficient  $m$  élevées.
- Ils permettent de rendre compte de certaines observations expérimentales, en particulier de zones dénudées le long des joints dans le cas de l'alliage Mg-0.5 % Zr (Cf §I.1.2)

En revanche ils présentent aussi des incompatibilités avec la plupart des résultats expérimentaux.

- Les valeurs du coefficient  $m$  sont trop élevées ; notons toutefois que les valeurs mesurées peuvent être différentes des valeurs réelles dans le cas de l'existence d'une contrainte limite en-dessous de laquelle il ne peut pas y avoir déformation (voir plus loin § I.2.4.2)
- les vitesses de déformation prédites par ces relations sont généralement de un à plusieurs ordres inférieures aux valeurs expérimentales.
- Les grains devraient s'allonger alors qu'ils restent équiaxes même après des taux de déformation très importants.

Cette dernière constatation a conduit ASHBY et VERRALL (71) à proposer un modèle fondamentalement différent. Fondé sur une analogie avec la déformation d'une émulsion d'huile, ce modèle est représenté schématiquement sur la fig. I.5. L'état initial et l'état final sont thermodynamiquement équivalents, la taille des grains demeure constante mais l'ensemble a subi une déformation vraie égale à 55 % . Les déformations importantes observées résultent alors de la répétition de ce processus élémentaire.

La comparaison de l'état initial et de l'état final montrent que les grains ont subi des translations relatives équivalentes à du glissement aux joints (fig I.6). En réalité dans une représentation à deux dimensions, les grains ne forment pas un réseau hexagonal parfait et ces translations relatives doivent être vraisemblablement accompagnées de rotation.

L'analyse de la fig I.5 montrent que les grains doivent se déformer pour éviter la formation de cavités. Dans le modèle, ces déformations s'effectuent par diffusion en volume où le long des joints.

L'étude mathématique conduit à la relation :

$$\dot{\epsilon}_{GJD} = \frac{100\Omega}{kT d^2} \left[ \sigma - \frac{0,72\Gamma}{d} \right] Dv \left[ 1 + \frac{3,3\delta}{d} \frac{Dj}{Dv} \right] \quad (I.13)$$

où  $\Gamma$  est l'énergie libre du joint. Les autres paramètres ont été définis précédemment (relations I.10, I.11 et I.12). Le terme  $\sigma_0 = \frac{0,72\Gamma}{d}$  apparaît donc comme une contrainte limite en-dessous de laquelle il ne peut pas y avoir écoulement plastique. Il représente l'énergie à fournir pour passer de l'état initial à l'état intermédiaire instable caractérisé par une surface de joint plus importante; le passage à l'état final s'effectue de façon irréversible par dissipation de chaleur (fig. I.5).

Les différences importantes entre ce modèle et les modèles précédemment développés sont :

- il prédit une vitesse de déformation plus grande (d'un facteur 10 environ) liée à des chemins de diffusion plus courts et à un flux de matière moins important (fig. I.7).
- Il conduit à un glissement aux joints important en accord avec la plupart des observations expérimentales.
- Les grains demeurent équiaxes.

En revanche ce modèle conduit toujours à des valeurs de  $m$  trop élevées.

#### I.2.3.2. MODELE DE GLISSEMENT AUX JOINTS ACCOMPAGNE PAR DEFORMATION PLASTIQUE (G.J.D.P.)

Ce modèle développé par HAYDEN et al<sup>(72)</sup> repose sur les hypothèses essentielles suivantes :

- La vitesse de glissement aux joints est contrôlée par la déformation plastique des grains voisins et non par la viscosité du joint.
- Cette déformation plastique est due au glissement des dislocations et est contrôlée par leur montée.

La vitesse de montée est généralement contrôlée par la diffusion des lacunes (voir § I.2.1.). Or cette diffusion peut se faire en volume ou le long des dislocations. A haute température, au dessus d'une certaine température de transition  $T_c$ , la diffusion en volume est prépondérante et contrôle la vitesse ; à basse température, la diffusion le long des dislocations l'emporte.

La vitesse de déformation prend alors l'une ou l'autre forme :

$$T < T_c \quad \dot{\epsilon} = \left[ \frac{K_1}{d} + 1 \right] \frac{24\pi (1-\nu) D_j b^3 \sigma (\sigma - \sigma'_0)}{d^2 \mu kT} \quad (I.14)$$

$$T > T_c \quad \dot{\epsilon} = \left[ \frac{K_1}{d} + 1 \right] \frac{6\pi (1-\nu) D_v b^2 \sigma (\sigma - \sigma'_0)}{10 d \mu kT} \quad (I.15)$$

où  $K_1$  est une constante empirique ayant les dimensions d'une longueur et  $\nu$  le coefficient de Poisson.  $\sigma'_0$  apparaît encore comme une contrainte limite en dessous de laquelle il ne peut pas se produire de déformation.

#### I.2.4 Représentation théorique des courbes contrainte-vitesse de déformation

Les relations que nous avons vues pour le domaine 3 et le domaine 2 s'appliquent à des mécanismes de déformation indépendants entre eux qui peuvent apparaître simultanément. La vitesse de déformation totale est alors la somme des vitesses de déformation correspondant à chacun des mécanismes :

$$\dot{\epsilon}_{tot} = \dot{\epsilon}_{GJD} + \dot{\epsilon}_{GJDP} + \dot{\epsilon}_W \quad (I.16)$$

A contrainte donnée, ces expressions font intervenir à la fois la température et la taille des grains : nous allons essayer de représenter théoriquement l'allure de la courbe contrainte-vitesse de déformation et voir alors l'influence de ces deux paramètres. Dans un premier temps, afin de simplifier la représentation, nous supposerons que les contraintes limites  $\sigma_0$  et  $\sigma'_0$  sont négligeables devant la contrainte appliquée ; puis selon les valeurs prises par ces deux quantités, nous verrons les modifications à apporter aux courbes.

Les valeurs numériques utilisées pour le calcul dans les expressions I.10, I.13, I.14 et I.15 correspondent à des ordres de grandeur raisonnables pour des matériaux à caractère superplastique. Elles ont été tirées essentiellement de l'article de HAYDEN et al<sup>(72)</sup> et de ASHBY et al<sup>(71)</sup> et sont reportées au tableau I.2. Cette représentation n'a alors pour but que de donner l'allure des courbes contrainte-vitesse de déformation et de préciser leur évolution en fonction de la température et de la taille des grains.

#### I.2.4.1 $\sigma_0$ et $\sigma_0'$ NEGLIGEABLES

La fig I.8 représente les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation à 600 K pour différentes tailles de grains comprises entre 0,1 et 100 microns. La courbe résultante est obtenue à partir des courbes caractéristiques des différents mécanismes de la façon suivante : à contrainte donnée, dans une représentation logarithmique, la vitesse de déformation totale est approximativement égale à la vitesse de déformation correspondant au mécanisme le plus rapide, la contribution des autres mécanismes étant négligeable.

L'analyse de ces courbes résultantes montrent que :

- A contrainte donnée, la vitesse de déformation est d'autant plus grande que la taille des grains est plus faible. Ce point est tout à fait en accord avec les résultats expérimentaux (fig I.3).
- Le passage du domaine 3 au domaine 2 s'effectue à contrainte d'autant plus faible que la taille des grains est plus grande ; ce résultat est en accord avec l'hypothèse de la disparition des cellules lorsque leur taille  $d'$  devient égal à  $d$ .
- A contrainte faible, le GJD apparaît comme le mécanisme prépondérant.
- A contrainte intermédiaire, et pour une taille de grains relativement faible, le GJDP apparaît et contrôle la déformation ; si la taille des grains augmente, ce mécanisme disparaît faisant place au GJD.

Nous avons vu que la déformation plastique était contrôlée par la montée des dislocations elle-même contrôlée par la diffusion des lacunes. Or la température de transition entre diffusion en volume et diffusion le long des dislocations est fortement fonction de la taille des grains. Nous avons représenté sur la fig I.8 les deux courbes caractéristiques du GJDP pour  $T > T_c$  et  $T < T_c$ .

Pour une taille de grains élevée, la diffusion en volume est la plus rapide ; pour une taille de grains faible, la diffusion le long des dislocations devient alors prépondérante et contrôle la vitesse.

La figure I.9 représente les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour une taille de grains

de 10 microns à différentes températures.

On constate que :

- à contrainte donnée, une augmentation de température conduit à une augmentation de la vitesse de déformation.
- à contrainte intermédiaire, le GJDP contrôle la vitesse à basse température alors qu'à haute température, le GJD devient le mécanisme prépondérant.

En conclusion, dans le cas où les contraintes limites sont négligeables devant la contrainte appliquée on constate à contrainte donnée que :

- la vitesse de déformation dans le domaine superplastique est d'autant plus grande que la taille des grains est plus faible ou que la température est plus élevée.
- le GJD devient le mécanisme prépondérant lorsque la taille des grains augmente à température donnée ou lorsque la température augmente à taille de grains donnée.

#### I.2.4.2 $\sigma_0$ et $\sigma_0'$ NON NEGLIGEABLES

Nous allons maintenant examiner l'influence des différentes contraintes limites sur l'allure des courbes précédentes. Mais voyons tout d'abord l'origine de ces contraintes :

$$\text{- origine de } \sigma_0 = \frac{0,72 \Gamma}{d}$$

Nous avons vu que ce terme provient des modifications de la surface du joint lors du passage de l'état initial à l'état intermédiaire dans la représentation schématique de la fig I.3. Or selon les auteurs, cette contrainte limite est généralement trop faible pour permettre un bon accord avec l'expérience. Il semble qu'en plus des modifications de surface de joint, il faille tenir compte du fait que celui-ci ne peut être considéré comme une source (ou puits) parfaite pour les lacunes. Ce caractère entraînerait alors deux conséquences :

- introduire une contrainte limite supplémentaire qui viendrait s'ajouter à celle due aux modifications de surfaces de joint.
- conduire à une relation non linéaire entre  $\sigma$  et  $\dot{\epsilon}$ .

- Origine de  $\sigma_0'$

Le terme  $\sigma - \sigma_0'$  apparaît comme la contrainte effective s'exerçant sur une dislocation. Ainsi  $\sigma_0'$  serait soit, la contrainte nécessaire pour nucléer une dislocation depuis un joint, soit une sorte de frottement du réseau, soit encore une contrainte à grande distance due à l'ensemble des défauts présents au voisinage de la dislocation.

Ces quelques considérations montrent l'impossibilité d'attribuer une valeur numérique à ces différentes contraintes limites. Aussi devons nous nous attendre à des courbes différentes suivant les valeurs prises par ces deux paramètres en particulier suivant que  $\sigma_0$  est supérieur ou inférieur à  $\sigma_0'$ .

Deux cas parmi les plus simples sont représentés sur les fig. I.10 et I.11. Le fait essentiel est que les courbes résultantes contrainte-vitesse de déformation présentent alors trois domaines.

- à contrainte élevée, le fluage par dislocation apparaît comme le mécanisme de déformation prépondérant.
- à contrainte intermédiaire dans le domaine 2 on peut distinguer deux cas suivant les valeurs de  $\sigma_0$  et  $\sigma_0'$

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma^2 \quad \text{ce qui correspond à } m = \frac{1}{2}$$

$$\dot{\epsilon} \propto \sigma \quad \text{ce qui correspond à } m = 1$$

Lorsque la taille des grains augmente, le GJDP laisse peu à peu la place au G.J.D..

- à contrainte faible, apparaît un domaine caractérisé par des valeurs de  $m$  faibles. Ainsi le domaine 1 serait en fait un faux domaine sans mécanisme de déformation propre résultant seulement d'une contrainte limite en dessous de laquelle il ne peut pas y avoir écoulement plastique pour le mécanisme considéré. Le domaine 1 apparaît donc comme un prolongement du domaine 2.

La fig. I.12 représente les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation dans un cas plus complexe. Le fait essentiel à noter est que la courbe contrainte-vitesse de déformation n'est plus simplement divisée en trois domaines mais en cinq,

deux d'entre eux étant caractérisés par des valeurs de  $m$  élevées.

Ce cas montre la complexité des courbes que l'on peut obtenir ; on conçoit alors aisément de pouvoir toujours ajuster une courbe théorique sur des résultats expérimentaux en jouant sur les nombreux paramètres mal connus qui figurent dans les relations.

### I. 3 PROGRAMME D'ETUDES

Cette tentative de représentation théorique des courbes nous a montré la complexité du problème compte tenu du manque d'information sur les mécanismes de déformation susceptibles d'expliquer le comportement des matériaux dans le domaine superplastique.

Tout mécanisme de déformation aboutit à une relation entre la contrainte, la vitesse de déformation, la température, la structure assimilée à la taille de grains d'un matériau supposé monophasé et équiaxe, et éventuellement la déformation. La connaissance de cette relation impose la détermination des coefficients  $\gamma$ ,  $m$ ,  $Q_a$  et  $a$  (relation I.2.)

- $\gamma$  est généralement négligeable
- la détermination de  $Q_a$  est relativement facile mais quelle est alors la signification à accorder à cette grandeur dans le cas de matériaux biphasés ?
- Le coefficient  $m$  ne peut être déterminé que de façon indirecte : en effet compte tenu de l'existence éventuelle de contraintes limites, les différentes méthodes de mesure ne permettent d'atteindre qu'une valeur apparente de  $m$ . De plus comme nous le verrons, la mesure de cette valeur apparente est sujette à discussion du fait des techniques expérimentales utilisées. La détermination de la valeur réelle de  $m$  passe donc par une mesure correcte de la valeur apparente et par la connaissance des contraintes limites.
- Dans toutes les théories, la structure est caractérisée par la taille des grains d'un matériau supposé monophasé, équiaxe et à taille de grain constante. Or la plupart des matériaux superplastiques sont biphasés. Il est alors nécessaire de tenir compte



du rôle joué par les différentes phases et de l'influence du joint-joint de grain ou joint de phase. De plus, comme nous le verrons, ces phases ne sont pas nécessairement équiaxes et leurs taille et forme évoluent au cours de la déformation. Ainsi il apparaît que caractériser une structure par une taille de grains est une simplification grossière et que les théories doivent tenir compte de la forme, de la taille, du rôle des différentes phases et de la nature des joints.

L'ensemble constitue un programme très vaste :  
l'objet du présent travail est de tenter d'en clarifier une partie dans le cas du laiton 60/40.

Nous nous attacherons ainsi à :

- étudier l'influence de la forme et de la taille des phases sur la contrainte d'écoulement.
- Discuter de la validité des méthodes de mesure du coefficient  $m$ .
- Préciser le rôle des deux phases.

TABLEAU 1.1 : ALLIAGES SUPERPLASTIQUES. (DAVIES et al. (77))

ALLIAGES (% en poids)	% ELONGATION	n maximum	TEMPE- RATURE (°C)
ALUMINIUM /33 Cu	500	0,9	440 - 520
/17 Cu	600		400
/11,7 Si		0,5	550
/12 Si /4 Cu		0,4	500
ARGENT /28 Cu	500	0,53	675
BISMUTH /44 Sn	1 950		20
CADMIUM /27 Zn	350	0,5	20 - 30
CHROME /30 Co	160		1 200
/24 Ru	120		1 260
COBALT /10 Al	850	0,47	1 200
CUIVRE /10 - 20 Mg	250		700
/10 - 12 Al	500	0,5	540
/10 Al /3 Fe	720	0,6	800
/ 5 - 10 P	1 200	0,6	500 - 600
/40 Zn	300 - 500	0,5	500 - 700
ETAIN / 2 Pb		0,5 0,5	20 20- 80
/ 1 Bi	500	0,48	22
/ 5 Bi	1 000	0,68	20
FER / C	350	0,57	700
/ Bas carbone	400	0,65	800 - 900
/25 Cr /6 Ni	600		870 - 980

MAGNESIUM	/33,5 Al	2 100	0,8	350 - 400
	/30,7 Cu	250		450
	/23 Ni			450 - 475
	/ 0,5 Zr	150	0,3	500
	/ 6 Zn /0,5 Zr	1 000	0,6	270 - 310
NICKEL		225		820
	/39 Cr /10 Fe /1,75 Ti /1 Al	1 000	0,5	810 - 980
	/39 Cr / 8 Fe /2 Ti /1 Al	1 000	0,5	980
	/38 Cr /14 Fe /1,75 Ti /1 Al	1 000	0,5	980
	/IN - 100		0,5	1 000
PLOMB	/38 Sn	1 500 - 2 000	0,7	20 - 70
	/19 Sn		0,5	20 - 80
	/ Composite	300	0,5	20 - 30
	/17,4 Cd	350	0,6	100
	/ 5 Cd		0,35	20
	/ Tl différentes compositions	400		20 - 30
PLUTONIUM	β	650	0,3	180
TITANE				
	/6 Al /4 V	1 000	0,85	800 - 1 000
	/5 Al /2,5 Sn	450	0,72	900 - 1 100
	/4 Al /2,50		0,6	950 - 1 050
	/0,3 impuretés		0,8	900
	/11 Sn/2,25 Al/1 Mo/5 Zr /0,25 Si	500		800
	6 Al/5 Zr/4 Mo/1 Cu/0,25 Si	300		800
TUNGSTENE	/15 - 30 Re	200	0,46	2 000
ZINC	/Commercial	400	0,2 - 0,4	20 - 70
	/0,2 Al	450	0,8	20 - 30
	/0,4 Al	550	0,43	20
	/4,9 Al	500	0,5	200 - 360
	/22 Al	1 500	0,7	200 - 300
	/40 Al			
	/50 Al			
	/ZnO <sub>2</sub> particules	120		26
	/W "	100		26
ZIRCONIUM	/ Zircalloy 4	250	0,5	900

RELATIONS	VALEUR NUMERIQUE DES COEFFICIENTS
$\dot{\epsilon}_w = \alpha D_v \left( \frac{\sigma}{\mu} \right)^{4,5} \frac{\mu \Omega}{kT}$	$\alpha = 5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$ $D_v = D_{ov} \exp \left( - \frac{Q_v}{kT} \right) \quad D_{ov} = 1 \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1}$ $Q_v = 1 \text{ eV}$ $k = 1,38 \times 10^{-16} \text{ dyne} \times \text{cm} \times \text{K}^{-1}$ $\mu = 2,14 \times 10^5 \text{ kg} \times \text{cm}^{-2}$ $c = 0,7$ $\Omega = cb^3$ $b = 3,2 \times 10^{-8} \text{ cm}$
$\dot{\epsilon}_{GJDP_1} = \left( \frac{K_1}{d} + 1 \right) \frac{24\pi (1-\nu) D_j b^3 \sigma (\sigma - \sigma_0!)}{d^2 \mu kT}$	$K_1 = 0,015 \text{ cm}$ $\nu = 0,33$ $\mu = 2,14 \times 10^5 \text{ kg} \times \text{cm}^{-2}$ $b = 3,2 \times 10^{-8} \text{ cm}$ $k = 1,38 \times 10^{-16} \text{ dyne} \times \text{cm} \times \text{K}^{-1}$
$\dot{\epsilon}_{DJDP_2} = \left( \frac{K_1}{d} + 1 \right) \frac{6\pi (1-\nu) D_v b^2 \sigma (\sigma - \sigma_0!)}{10 d \mu k T}$	$D_v = D_{ov} \exp \left( - \frac{Q_v}{kT} \right) \quad D_{ov} = 1 \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1}$ $Q_v = 1 \text{ eV}$ $D_j = D_{oj} \exp \left( - \frac{Q_j}{kT} \right) \quad D_{oj} = 2 \cdot 10^{-2} \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1}$ $Q_j = 0,5 \text{ eV}$
$\dot{\epsilon}_{GJD} = \frac{100 \Omega}{kTd^2} (\sigma - \sigma_0!) D_v \left( 1 + \frac{3,3 \delta D_j}{d D_v} \right)$	$c = 0,7$ $\Omega = cb^3$ $b = 3,2 \times 10^{-8} \text{ cm}$ $k = 1,38 \times 10^{-16} \text{ dyne} \times \text{cm} \times \text{K}^{-1}$ $\delta = 2 b = 6,4 \times 10^{-8} \text{ cm}$ $D_v = D_{ov} \exp \left( - \frac{Q_v}{kT} \right) \quad D_{ov} = 1 \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1}$ $Q_v = 1 \text{ eV}$ $D_j = D_{oj} \exp \left( - \frac{Q_j}{kT} \right) \quad D_{oj} = 2 \times 10^{-2} \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1}$ $Q_j = 0,5 \text{ eV}$

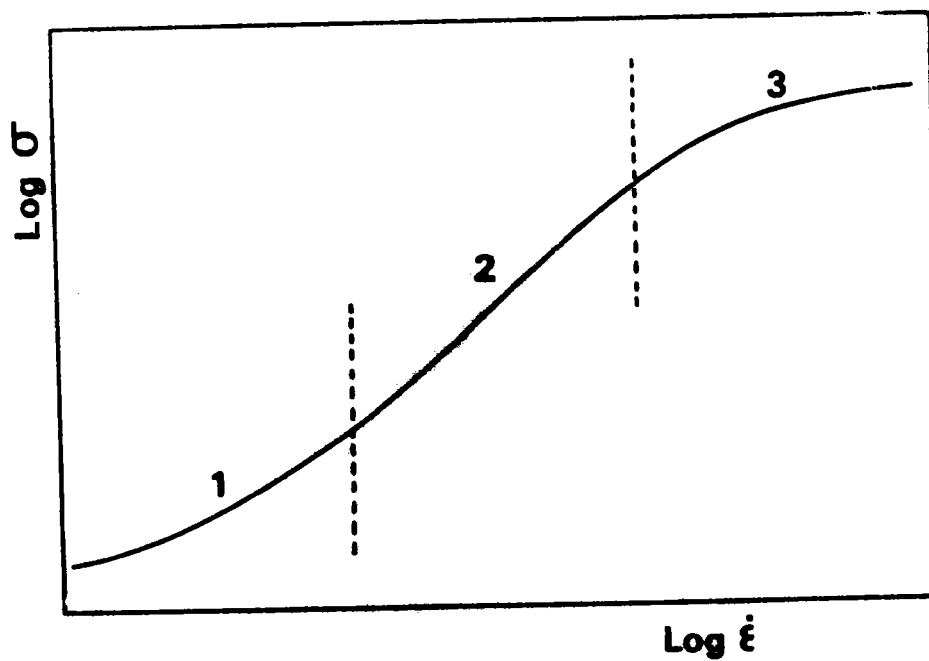


Fig. I.1. Courbe théorique de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation.

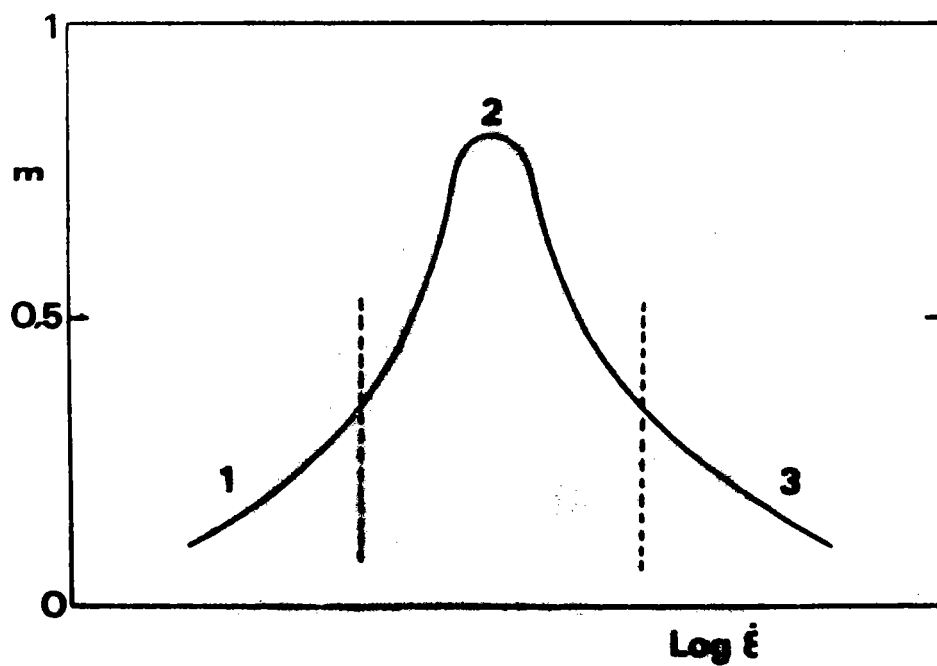


Fig. I.2. Courbe théorique de variation du coefficient  $m$  de sensibilité à la vitesse de déformation en fonction de la vitesse de déformation.

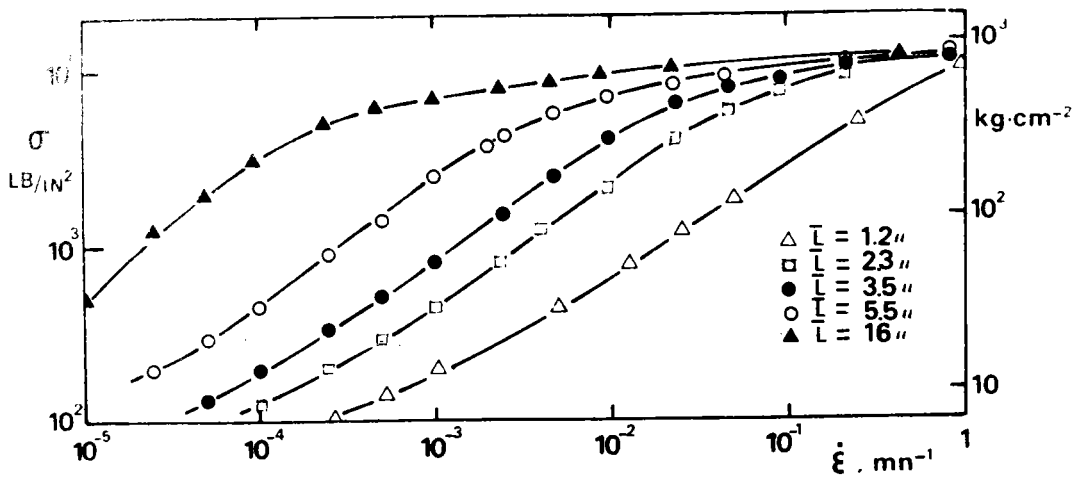


Fig. I.3. Courbe de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour l'alliage Sn. 5 % Bi à différentes tailles de grains (T. H. ALDEN (28))

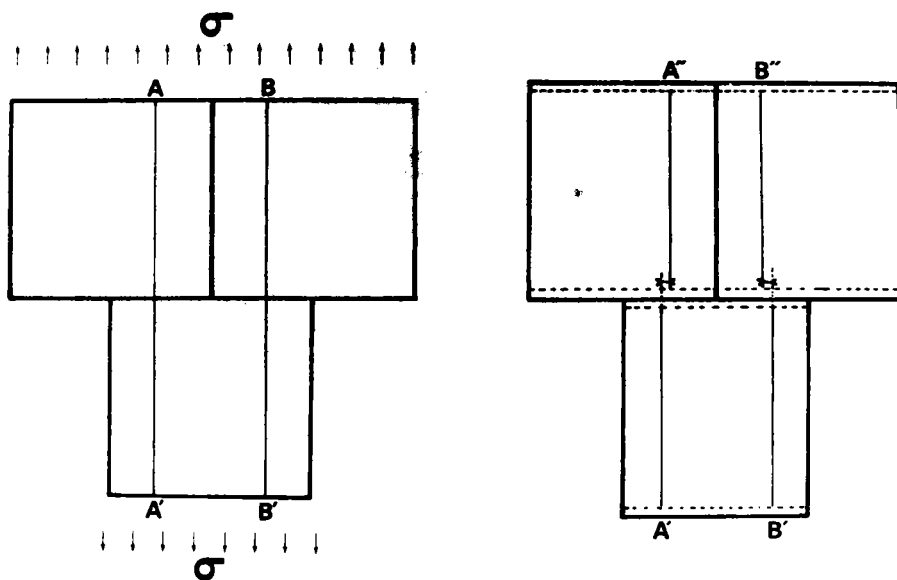


Fig. I.4. Mise en évidence du glissement aux joints dans le modèle de déformation par diffusion (NABARRO <sup>(73)</sup> et HERRING <sup>(74)</sup>)

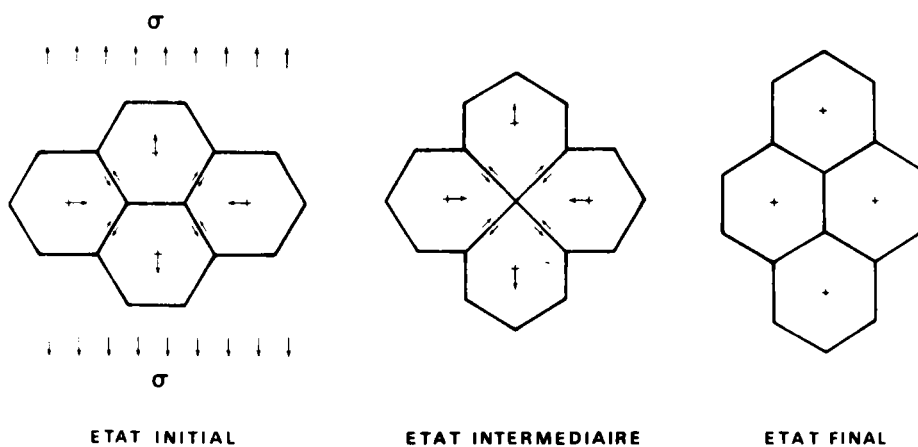


Fig. I.5. Mécanisme de déformation d'un groupe de quatre grains dans le modèle de glissement aux joints accompagné de diffusion (GJD) (ASHBY et VERRALL <sup>(71)</sup>) .

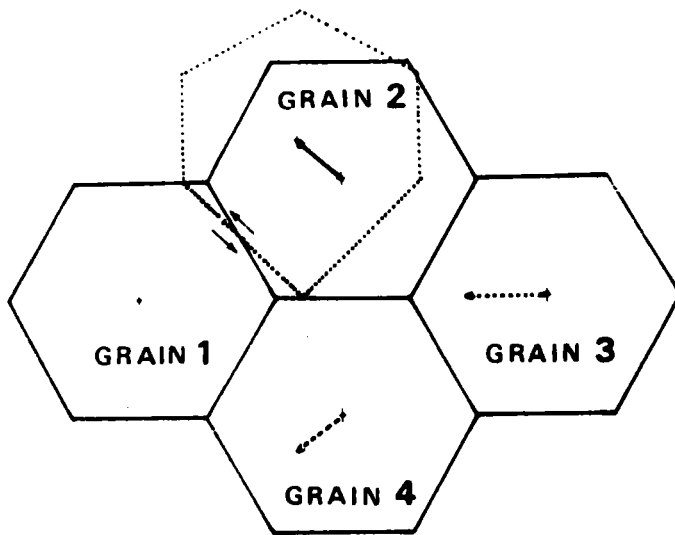


Fig. I.6. Illustration du glissement aux joints dans le modèle de GJD (ASHBY et VERRALL<sup>(71)</sup>)

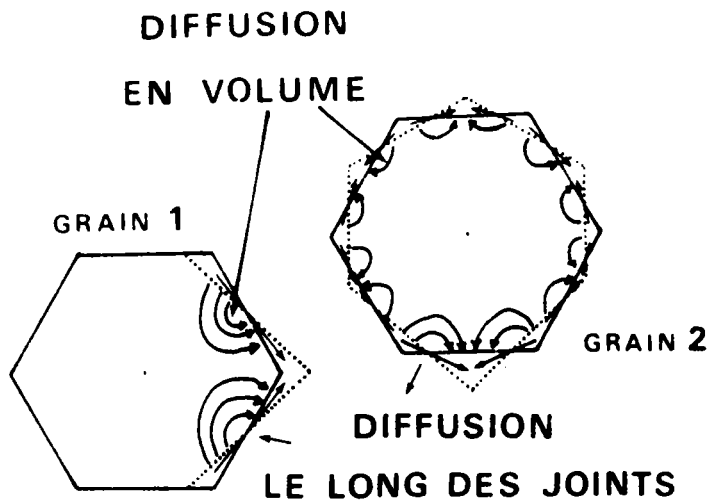


Fig. I.7. Illustration des changements de forme des grains et des processus de diffusion dans le GJD (ASHBY et VERRALL<sup>(71)</sup>)



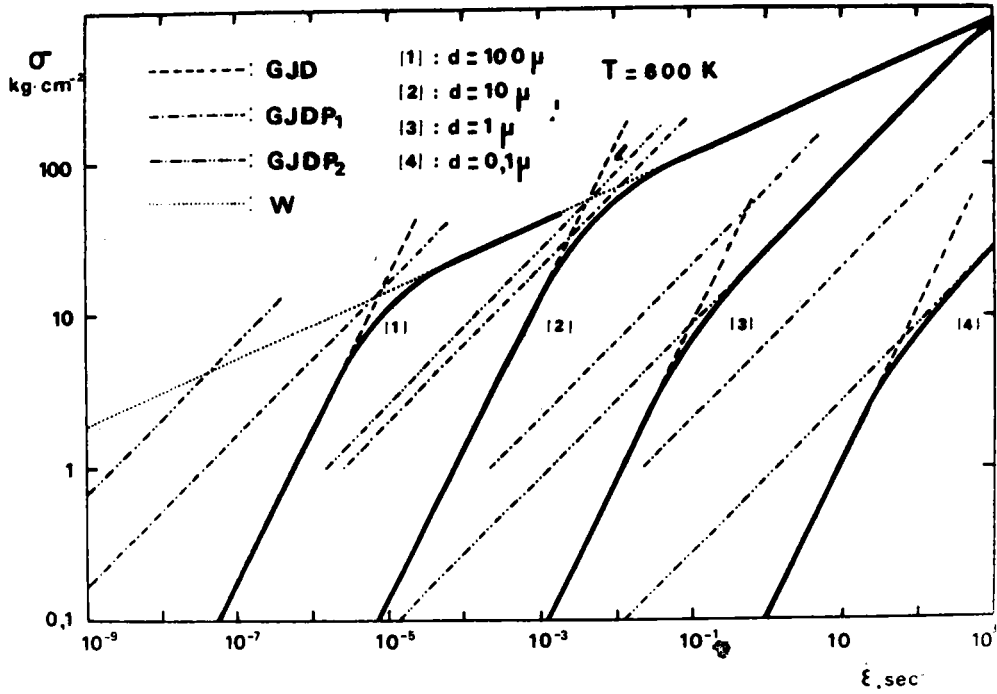


Fig. I.8. Courbes théoriques de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation à 600 K pour différentes tailles de grains ;  $\sigma_0$  et  $\sigma'_0$  négligeables.

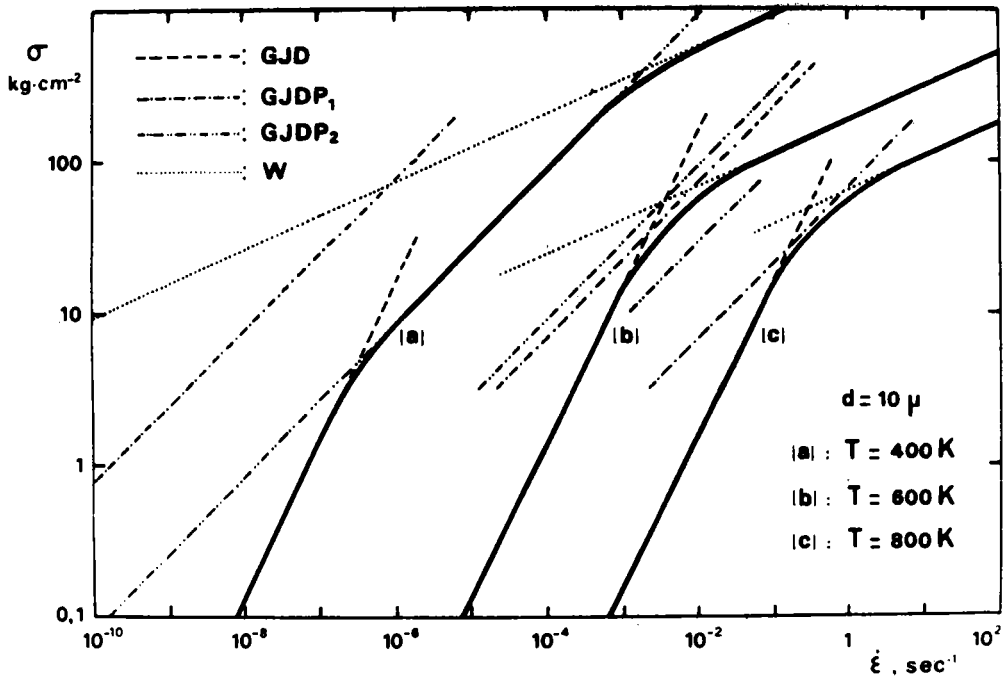


Fig. I.9. Courbes théoriques de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour une taille de grain de 10 microns à différentes températures ;  $\sigma_0$  et  $\sigma'_0$  négligeables.

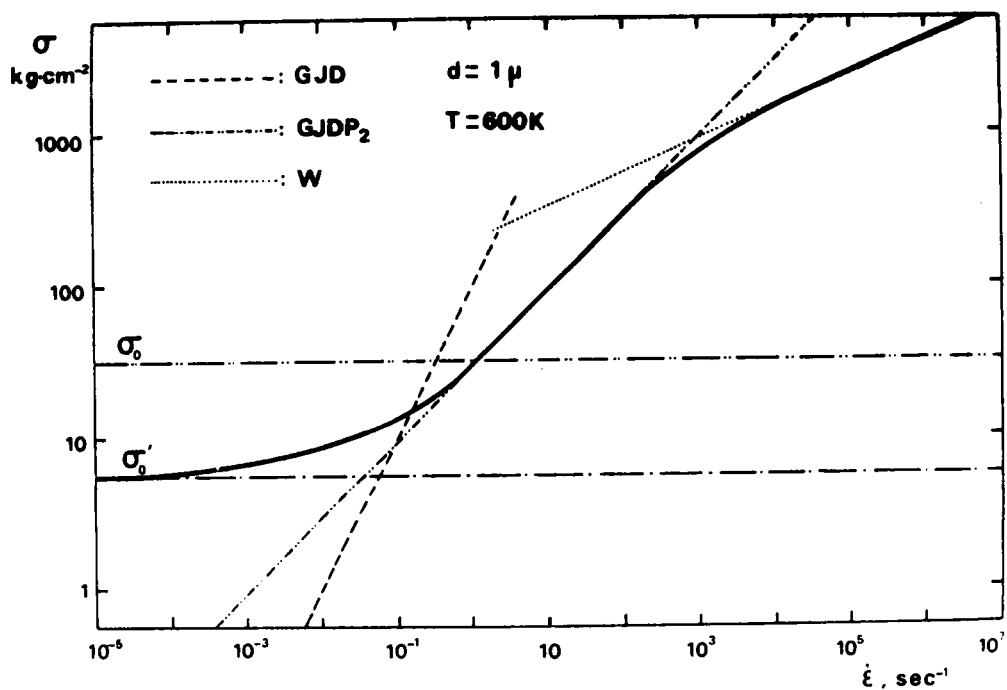


Fig. I. 10. Courbe théorique de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour une taille de grains de 1 micron à 600 K ;  $\sigma_0 > \sigma_0'$

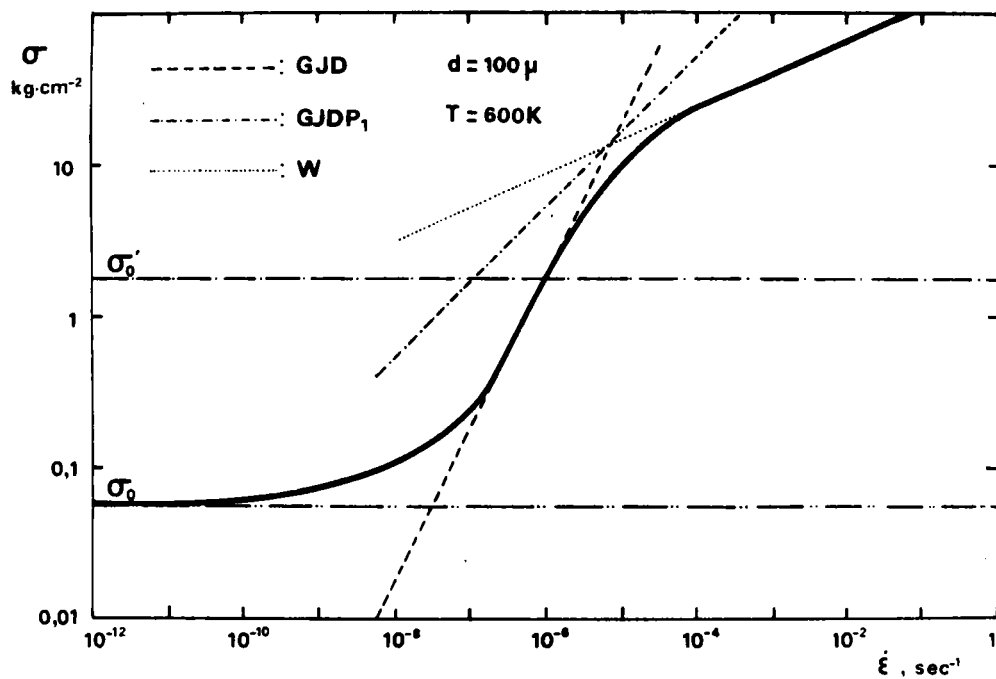


Fig. I. 11. Courbe théorique de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour une taille de grains de 100 microns à 600 K ;  $\sigma_0 < \sigma_0'$

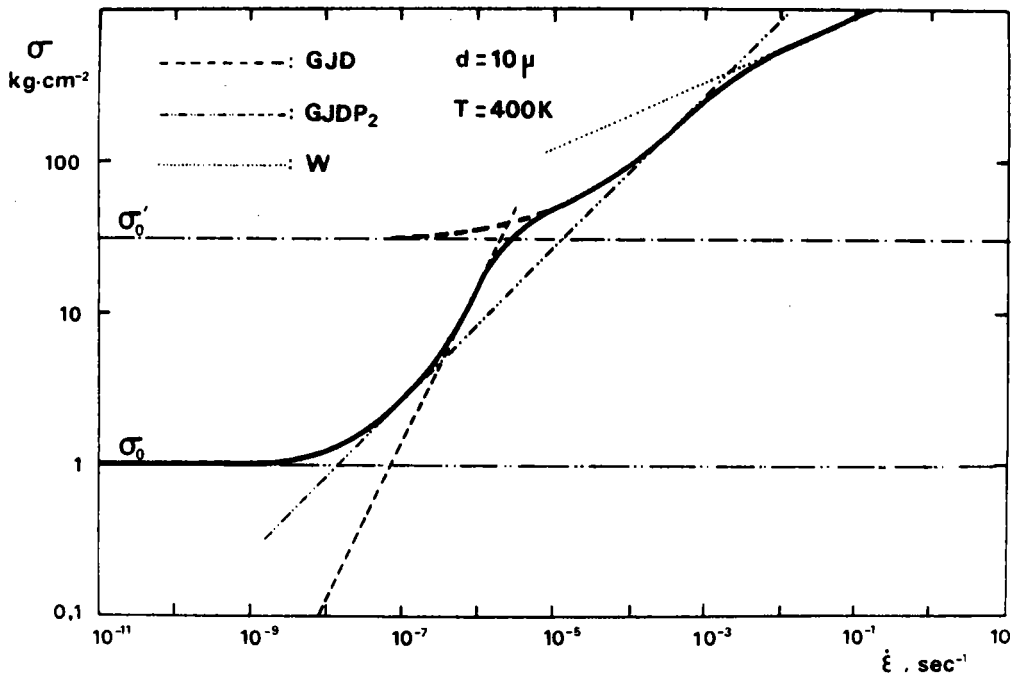


Fig. I. 12. Courbe théorique de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour une taille de grains de 10 microns à 400 K ;  $\sigma_0 < \sigma_0'$

BIBLIOGRAPHIE (CHAPITRE I)

- (1) C.E. PEARSON - J. Inst. Metals, 54 (1934) 111
- (2) D.S. FIELDS - IBM J. Research and Development, 9 (1965) 134
- (3) D.S. FIELDS - Trans. ASM, 60 (1967) 566
- (4) T.H. THOMSON, D.L. HOLT et W.A. BACKOFEN - Met. Eng. Quart., Mai 1970
- (5) T.Y.M. AL-NAIB et J.L. DUNCAN - Int. J. Mech. Sci., 12 (1970) 463
- (6) D. NORTH - Sheet Metal Ind, 47 (1970) N° 1
- (7) B. BAUDELET - Mem. Sci. Rev. Met., 68 (1971) 479
- (8) W. ROSENHAIN, J. L. HAUGHTON et K.E. BINGHAM - J. Inst. Metals, 23 (1920) 261
- (9) A. SAUVEUR - Trans. Amer. Inst. Min. Met., 206 (1924) 928
- (10) F. HARGREAVES - J. Inst. Metals, 39 (1928) 301
- (11) C.H.M. JENKINS - J. Inst. Metals, 40 (1928) 21
- (12) A.A. BOCHVAR et Z.A. SVIDERSKAYA - Izv. Akad. Nauk. SSSR Otdel. Tekh. Nauk., 9 (1945) 821
- (13) A.A. PRESNYAKOV et V.V. CHERVYAKOVA - Russian Metallurgy and Fuels, 1 (1949) 97
- (14) E.E. UNDERWOOD - TMS AIME, 224 (1962) 914
- (15) W.A. BACKOFEN, I.R. TURNER et D.H. AVERY - Trans. ASM, 57 (1964) 980
- (16) R.H. JOHNSON - Met. Revs, 15 (1970) 115
- (17) R.H. JOHNSON et E.C. SYKES - Nature, 209 (1966) 192
- (18) A.C. ROBERTS et A.H. COTTRELL - Phil. Mag, 1 (1956) 711
- (19) G.W. GREENWOOD et R.H. JOHNSON - Proc. Roy. Soc., A 283 (1965) 403
- (20) V. WEISS et R.A. KOT - Wire Journal, (1969)
- (21) B. BAUDELET et M. SUERY - J. Mat. Sci., 7 (1972) 512
- (22) D.A. WOODFORD - Trans. ASM., 62 (1969) 291
- (23) E.W. HART - Acta Met., 15 (1967) 351

- (24) A. CONSIDERE - "Ann. Ponts et Chaussées", 9 (1885) 574
- (25) W.B. MORRISON - Trans AIME, 242 (1968) 2 221
- (26) C.ROSSARD - Rev. Met., 63 (1966) 225
- (27) T.H. ALDEN - J. Aust. Inst. Met., 14 (1969) 207
- (28) T.H. ALDEN - Acta. Met., 15 (1967) 469
- (29) W.A. BACKOFEN - F.J. AZZARTO - G.S. MURTY et S.W. ZEHR  
"Ductility", ASM (1968) 279
- (30) D.L. HOLT - Trans AIME , 242 (1968) 25
- (31) P.J. MARTIN et W.A. BACKOFEN - Trans A.S.M, 60 (1967) 352
- (32) D.L. HOLT et W.A. BACKOFEN - Trans A.S.M, 59 (1966) 755
- (33) S.W. ZEHR et W.A. BACKOFEN - Trans A.S.M, 61 (1968) 300
- (34) T.H. ALDEN - Trans AIME, 236 (1966) 1 633
- (35) S.D. DAHLGREEN - Trans AIME, 242 (1968) 126
- (36) S. FLOREEN - Scripta. Met., 1 (1967) 19
- (37) R.C. GIFKINS - J. Inst. Metals, 95 (1967) 373
- (38) P. CHAUDHARI - Acta Met., 15 (1967) 1 777
- (39) W.B. MORRISON - Trans A.S.M, 61 (1968) 423
- (40) R.J. LINDINGER, R.C. GIBSON et J.H. BROPHY - Trans A.S.M,  
62 (1969) 230
- (41) D.M. WATTS et M.J. STOWELL - J. Mat. Sci, 6 (1971) 228
- (42) D.L. HOLT - Trans AIME, 242 (1968) 741
- (43) D. LEE - Acta. Met, 17 (1969) 1 057
- (44) D.J. DINGLEY - 4th Annual Scanning Electron Microscopy  
Conference, (1970 IITRI, CHICAGO) 329
- (45) A. EBERHARDT - Communication Privée
- (46) R.C. COOK et N.R. RISEBROUGH - Scripta Met., 2 (1968) 487
- (47) W.A. BACKOFEN, G.S. MURTY et S.W. ZEHR - Trans AIME, 242 (1968) 329

- (48) A. KARIM, D.L. HOLT et W.A. BACKOFEN - Trans AIME, 245 (1969) 1131
- (49) B. BURTON - Scripta. Met, 5 (1971) 669
- (50) H.W. HAYDEN, R.C. GIBSON, H.F. MERRICK et J.H. BROPHY -  
Trans A.S.M, 60 (1967) 3
- (51) M.J. STOWELL, J.L. ROBERTSON et B.M. WATTS, J. Mat, Sci, 3 (1969) 41
- (52) K. NUTTALL et R.B. NICHOLSON - Phil Mag, 17 (1968) 1 087
- (53) H.W. HAYDEN et J.H. BROPHY - Trans A.S.M, 61 (1968) 542
- (54) A. BALL et M.M. HUTCHINSON - Met. Sci. J., 3 (1969) 1
- (55) E.U. LEE et E.E. UNDERWOOD - Met. Trans., 1 (1970) 1 399
- (56) T.H. ALDEN - Trans A.S.M, 61 (1968) 559
- (57) W. VICKERS et P. GREENFIELD - J. Nucl. Mat., 24 (1967) 249
- (58) C.M. PACKER, R.H. JOHNSON et O.D. SHERBY - Trans Met. Soc. AIME  
(1968) 2 485
- (59) C.P. CUTLER et J.W. EDINGTON - J. Mat. Sci, 5 (1971) 201
- (60) H. NAZIRI et R. PEARCE - J. Inst. Met., 98 (1970) 71
- (61) K.N. MELTON, J.W. EDINGTON, J.S. KALLEND et C.P. CUTLER -  
Act. Met., à paraître
- (62) C.P. CUTLER et J.W. EDINGTON - Metal Sci. J., 5 (1971) 201
- (63) C. HOMER - Communication Privée
- (64) K. NUTTALL - J. Inst. Metals, 99 (1971) 266
- (65) C.R. BARRETT et W.D. NIX - Acta Met, 13 (1967) 1 247
- (66) J. WEERTMAN - J. Appl. Phys., 26 (1955) 1 273
- (67) J. WEERTMAN - J. Appl. Phys., 28 (1957) 362
- (68) J. WEERTMAN - Trans. A.S.M., 61 (1968) 681
- (69) W. BLUM - P.S.S. (b) 45 (1971) 561
- (70) D. McLEAN - Trans TMS - AIME, 242 (1968) 1 193
- (71) M.F. ASHBY et R.A. VERRALL - Acta. Met., 21 (1973) 149

- (72) H.W. HAYDEN, S. FLOREEN et P.D. GOODELL - Met. Trans.,  
3 (1972) 833
- (73) F.R.N. NABARRO - Bristol Conference on Strength of Solids,  
(1948) 75
- (74) C. HERRING - J. App. Phys., 21 (1950) 437
- (75) R.L. COBLE - J. Appl. Phys., 34 (1963) 1679
- (76) L.M. LIFSHITZ - Soviet Phys. JETP, 17 (1963) 909
- (77) E.J. DAVIES, J.W. EDINGTON, C.P. CUTLER, K.A. PADMANABHAN -  
J. Mat. Sci. 5 (1970) 1091

C H A P I T R E   I I

T E C H N I Q U E S   E X P E R I M E N T A L E S



## II. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### II. 1 CHOIX DES MATERIAUX

Notre choix s'est porté sur un laiton 60/40 obtenu à partir de Cuivre et de Zinc de pureté industrielle. On peut alors immédiatement se poser deux questions :

Pourquoi un laiton 60/40 ?

- Le laiton 60/40 est un alliage peu étudié : les quelques travaux de PRESNYAKOV <sup>(1)</sup> datant de 1959 avaient fait ressortir le caractère superplastique de cet alliage. En même temps que cette étude, d'autres travaux ont été effectués et nous ne manquerons pas d'en faire référence au cours de cet exposé.
- L'alliage présente une structure biphasée  $\alpha$ - $\beta$  jusqu'à une température de 750° C comme le montre le diagramme d'alliage de la figure II.1. Il est bien connu que ce caractère biphasé est favorable à l'apparition d'un comportement superplastique lié à une structure à grains fins.
- Le laiton 60/40 ayant une structure de dislocations décomposées, pour un taux d'érouissage donné le réseau de dislocations est fortement enchevêtré. Il est alors probable que ce matériau a plutôt tendance à recristalliser qu'à se restaurer au cours du recuit qui suit l'érouissage. Ce caractère est favorable au développement d'une recristallisation homogène constituée de petits grains <sup>(2)</sup>.
- Enfin cet alliage est d'un emploi courant industriellement.

Pourquoi pureté industrielle ?

La superplasticité peut présenter et présente déjà dans certains domaines des applications industrielles <sup>(3-8)</sup> et bien que notre étude soit à caractère essentiellement fondamental, nous n'avons pas voulu nous restreindre à l'emploi de matériaux ultrapur.

Les matériaux utilisés pour notre étude proviennent de deux origines afin de pouvoir comparer les résultats obtenus avec des matériaux ayant une composition et une structure légèrement différentes.

- Un laiton de soudobrasure, produit industriellement par la société REBOUD-ROCHE, comprenant des éléments additionnés en faible quantité : Cd, P, Si, Mn, Sn, Ni pour une teneur globale de 0,7 %. L'alliage est fondu à l'air et coulé dans une lingotière de 65 mm de diamètre. Le lingot est porté à 600° C, maintenu à cette température puis filé en barreaux cylindriques de 10 mm de diamètre. Ceux-ci sont trempés dès la sortie de la filière.
- Un laiton U-240 obtenu par fusion à l'air de Cuivre et de Zinc à 99,9 % et préparé par la société TREFIMETAUX. Des lingots de 45 mm de diamètre sont maintenus une heure à 500° C puis filés à cette même température jusqu'à un diamètre de 10 mm. Les barreaux sont trempés dès la sortie de la filière.

## II. 2 DESCRIPTION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Des éprouvettes cylindriques à têtes filetées de 5 à 6 mm de diamètre et de 15 ou 25 mm de longueur utile ont été usinées à partir des barreaux de filage. Tous les essais mécaniques ont été effectués sur une machine de traction INSTRON munie d'un sélecteur à boutons poussoirs permettant de modifier instantanément la vitesse de déplacement de la traverse mobile d'un facteur 2 ou 2,5 pour les sauts de vitesse les plus faibles.

La machine permet d'effectuer des essais à vitesse d'extension  $V$  constante comprise entre 5 microns et 5 cm par minute. Comme nous le verrons plus loin, ces essais sont difficilement exploitables pour les matériaux déformés superplastiquement. Nous avons alors été amenés à réaliser un dispositif électronique d'asservissement du mouvement de la traverse mobile. L'appareil, décrit en Annexe I permet d'effectuer des tractions à vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  constante à  $\pm 0,5\%$  jusqu'à des élongations de 500 % dans un domaine de vitesse compris entre  $10^{-4}$  et  $1 \text{ mm}^{-1}$ .

L'ensemble du dispositif de traction est représenté sur la figure II.2. Il comprend :

- Un four à trois enroulements : un enroulement principal disposé sur toute la longueur du tube central et deux enroulements secondaires placés à chaque extrémité. Les courants de chauffage sont commandés séparément par des alternostats. La mesure et le contrôle de la température sont effectués par deux thermocouples Chromel-Alumel disposés à 50 mm l'un de l'autre de part et d'autre du centre du four. Nous avons ainsi vérifié qu'au cours des essais la différence de température entre ces deux points ne dépassait jamais 5° C. Afin de diminuer ce gradient thermique au niveau de l'éprouvette, celle-ci est placée dans un tube d'acier inoxydable. Comme nous le verrons plus loin, ce tube servira de conduit à l'air comprimé lors de la trempe.
- Deux passages mécaniques en translation refroidis à l'eau et traversés par deux tiges de traction en acier inoxydable. Ces deux passages permettent ainsi d'effectuer des essais sous vide ou sous atmosphère contrôlée. La force de frottement était toujours négligeable devant la charge appliquée dans le domaine de vitesses étudiées.

### II. 3 ESSAIS EFFECTUES

Des essais de traction avec sauts de vitesse ont été effectués dans le but de mesurer le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation  $m \left[ = \frac{\partial \text{Log} \sigma}{\partial \text{Log} \dot{\epsilon}} \right]$

Une éprouvette est déformée à une vitesse  $V_1$  jusqu'à ce qu'un régime permanent soit atteint ; la vitesse est alors augmentée instantanément d'un facteur 2 ou 2,5 soit  $V_2$  puis diminuée à nouveau jusqu'à  $V_1$ . Le diagramme charge-temps de la figure II.3 illustre les variations de charge intervenant au cours de ces changements de vitesse.

Plusieurs méthodes ont été proposées pour déduire de cette courbe

la valeur du coefficient  $m$ .

La première méthode due à BACKOFEN et al. <sup>(9)</sup> consiste à extrapoler la courbe obtenue à vitesse  $V_1$  jusqu'à un point C de telle sorte que les déformations en C et B (correspondant à la charge maximale à la vitesse  $V_2$ ) soient égales. Le coefficient  $m$  est calculé par la formule :

$$m = \frac{\text{Log} \frac{\sigma_B}{\sigma_C}}{\text{Log} \frac{\dot{\epsilon}_B}{\dot{\epsilon}_C}} = \frac{\text{Log} \frac{P_B}{P_C}}{\text{Log} \frac{V_2}{V_1}} \quad \text{II.1}$$

où  $P_B$  et  $P_C$  représentent les charges en B et C respectivement.

Une deuxième méthode proposée par NAZIRI <sup>(10)</sup> et MORRISSON <sup>(11,12)</sup> consiste à calculer  $m$  par l'expression :

$$m = \frac{\text{Log} \frac{\sigma_B}{\sigma_A}}{\text{Log} \frac{\dot{\epsilon}_B}{\dot{\epsilon}_A}} \quad \text{II.2}$$

où A et B sont les points correspondant à la charge maximale pour les vitesses  $V_1$  et  $V_2$ .

HEDWORTH et STOWELL <sup>(13)</sup> proposent d'extrapoler la courbe obtenue lors du changement de vitesse,  $m$  est alors obtenu par l'expression :

$$m = \frac{\text{Log} \frac{P_E}{P_B}}{\text{Log} \frac{V_2}{V_1}} \quad \text{II.3}$$

Nous avons choisi cette troisième méthode de détermination de  $m$  au vu des résultats obtenus par ces auteurs sur un alliage eutectique Al-Cu <sup>(14)</sup>.

Ils ont en effet constaté que les deux premières méthodes conduisent d'une part à des résultats très différents entre elles et d'autre

part à des valeurs de  $m$  différentes lorsque le saut est effectué de  $V_1$  à  $V_2$  ou de  $V_2$  à  $V_1$ .

La détermination de  $m$  par la formule  $m = \frac{\partial \text{Log} \sigma}{\partial \text{Log} \dot{\epsilon}}$  suppose que la

mesure soit faite non seulement à déformation constante mais aussi à structure constante. Il semble que de ce point de vue, la méthode de STOWELL soit la mieux adaptée. Nous verrons cependant dans la discussion que quelque soit la méthode, cette détermination de  $m$  par la technique du saut de vitesse est critiquable et que par conséquent les valeurs obtenues ne peuvent être qu'approximatives.

Dans un essai de traction à vitesse  $V$  constante, au fur et à mesure que la déformation procède, la longueur  $L$  de l'éprouvette augmente et la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon} = \frac{V}{L}$  diminue. Pour les matériaux métalliques usuels, la contrainte d'écoulement étant peu sensible à la vitesse de déformation ( $m = 0,1$ ) et les allongements peu importants, des essais de traction à vitesse  $V$  constante sont parfaitement adaptés. Pour les matériaux déformés superplastiquement, ces essais sont difficilement exploitables. Certains auteurs se sont efforcés de corriger la courbe de traction obtenue dans ces conditions en tenant compte à chaque instant de la valeur de la vitesse de déformation vraie  $\dot{\epsilon}$  et du coefficient  $m$  sensible à cette vitesse. Or cette correction est nécessairement entachée d'erreur car le coefficient  $m$  est déterminé avec très peu de précision (voir ci-dessus et discussion). En revanche très peu de travaux (NEWBURY et JOY <sup>(15)</sup>, WATTS et STOWELL <sup>(16)</sup>...) ont été développés à vitesse de déformation constante malgré l'importance de ces essais pour obtenir des résultats expérimentaux facilement exploitables.

Deux types d'essais ont été effectués à vitesse de déformation constante :

- Des essais limités à des élongations de 100 % pour les raisons que nous verrons plus loin.
- Des essais interrompus à différents taux de déformation en vue de déterminer les caractéristiques de la structure au cours de la déformation.

## II. 4 PRECAUTIONS EXPERIMENTALES

Certaines précautions expérimentales ont été prises d'une part dans un souci de reproductibilité et d'autre part afin d'effectuer les essais dans les meilleures conditions possibles.

### II. 4. 1 Avant l'essai

Les essais de traction à haute température nécessite l'emploi d'un four : le problème est alors d'effectuer la mise en température du four et la mise en place de l'éprouvette de façon reproductible de manière à commencer les essais sur des échantillons de même structure initiale. Dans tous les cas le cycle suivant a toujours été observé :

- Le four est chauffé jusqu'à ce que la température désirée soit obtenue.
- L'éprouvette est placée dans le four ; un vide primaire est alors réalisé avant l'introduction d'Argon en légère surpression.
- L'éprouvette est maintenue sans déformation une heure à la température  $T$  de l'essai. Il s'est avéré que ce temps était largement suffisant pour réhomogénéiser parfaitement la température du four : ce temps sera appelé par la suite "temps de recuit à la température  $T$ ".

### II. 4. 2 Au cours de l'essai

Plusieurs problèmes sont apparus lors des essais du fait même des matériaux et du dispositif expérimental utilisés. Nous les avons rassemblé dans le tableau II.1 en précisant dans chaque cas les précautions nécessaires que nous avons prises pour les éviter au maximum.

PROBLEME	PRECAUTIONS
Oxydation .....	Traction sous vide ou sous atmosphère inerte (Argon)
Dézincification* .....	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Atmosphère inerte</li> <li>- Surpression</li> <li>- Temps de déformation limités</li> <li style="padding-left: 2em;">- Vitesse <math>\dot{\epsilon}</math> relativement élevée</li> <li style="padding-left: 2em;">- Essais limités à 100%</li> </ul>
Déformation homogène .....	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Essais limités à 100 %</li> <li>- Rejet systématique des résultats provenant d'éprouvettes déformées de façon non homogène</li> </ul>
Passages Mécaniques.....	Force de frottement $\ll$ charge appliquée $\longrightarrow \dot{\epsilon} > \dot{\epsilon}_{\text{limite}}$
Zone de température uniforme .....	Essais limités à 100 %

\* Tout échantillon de laiton soumis à un recuit à température élevée se dézincifie. Cela se traduit par l'apparition de pores sur la surface et parfois par une décohésion aux joints de grains. En effet le départ d'atomes de zinc crée des lacunes dans le réseau : celles-ci s'accumulent et forment des cavités à proximité de la surface, introduisant ainsi un paramètre supplémentaire lors des essais mécaniques. DAMIANI <sup>(17)</sup> a montré qu'après un recuit de 3 heures à 600° C sous argon à la pression

de 1 atmosphère, la dézincification était présente sur des distances de l'ordre d'une dizaine de microns, ce qui peut être considéré comme négligeable pour des échantillons de 5 ou 6 mm de diamètre. Ainsi s'expliquent les dispositions prises pour limiter les effets de cette dézincification.

#### II. 4. 3 Après l'essai

L'éprouvette est refroidie par un violent courant d'air comprimé :

- D'une part pour éviter toute évolution de structure susceptible de se produire au cours d'un refroidissement lent.
- D'autre part pour avoir une durée de maintien en température bien déterminée.

#### II. 5 METHODES D'EXAMEN DE LA STRUCTURE

Quatre méthodes d'étude ont été utilisées afin de déterminer les caractéristiques de la structure sur des éprouvettes ayant subi des taux de déformation différents à différentes températures et vitesses de déformation.

##### II. 5. 1 Etudes métallographiques

###### II. 5. 1. 1 REVELATION DE LA STRUCTURE

Des échantillons prélevés sur les différentes éprouvettes ont été tout d'abord polis mécaniquement jusqu'au papier 600 puis électrolytiquement suivant la méthode DISA-ELECTROPOL. Le polissage est effectué sous une tension de 15 Volts pendant 30 secondes avec l'électrolyte D<sub>2</sub>.

- Pour la détermination de la taille des phases essentiellement deux attaques électrolytique et chimique ont été employées.



## 1° Attaque électrolytique DISA-ELECTROPOL

Electrolyte D<sub>2</sub>

Tension : 2 volts

Durée de l'attaque : 5 secondes

Cette attaque permet de révéler les joints de phases mais s'est avérée insuffisante pour une détermination correcte de la taille des phases : Le contraste entre phases  $\alpha$  et  $\beta$  n'étant pas assez accentué.

## 2° Attaque chimique au chlorure cuivreux ammoniacal

Composition du réactif : 10 g NH<sub>4</sub>Cl dans 50 cc d'eau  
6,5 g de CuCl  
17 cc NH<sub>4</sub>OH concentrée

Durée de l'attaque : 3 à 6 secondes

Ce réactif à l'avantage de colorer en noir les cristaux de la phase  $\beta$  et permet de distinguer nettement les deux phases.

- Des essais ont été effectués pour tenter de révéler les joints de grains à la fois dans la phase  $\alpha$  et dans la phase  $\beta$ . Pour celà nous avons utilisé une attaque chimique au chlorure ferrique.

Composition du réactif : 5 cc FeCl<sub>3</sub>  
5 cc HCl  
10 cc H<sub>2</sub>O

Durée de l'attaque : 4 à 8 secondes.

Ce réactif couramment employé pour révéler les joints de grains sur les laitons monophasés nous a donné de mauvais résultats et dans la suite nous ne l'avons pas utilisé.

- Pour l'examen de la sous-structure dans la phase  $\alpha$ , nous avons procédé à l'attaque anodique préconisée par JACQUET <sup>(18)</sup>. La solution d'attaque est une solution à 0,2 % d'hyposulfite de sodium. L'attaque a lieu sous une tension de 10 volts, l'éprouvette sert d'anode, la cathode étant constituée par une plaque d'acier inoxydable. Cette solution doit être renouvelée à chaque attaque en raison de la décomposition rapide de l'hyposulfite. L'attaque produit un dépôt solide brunâtre sur la surface de l'échantillon ; ce dépôt peut être aisément dissout par immersion de 1 à 2 secondes dans l'acide chlorhydrique concentré. Des régions de dissolution sélective apparaissent alors mettant en évidence la configuration des dislocations. Ces régions sont vraisemblablement dûes à un accroissement de réactivité chimique aux points d'émergence des dislocations.

Nous avons vérifié que la sous-structure observée n'était pas due à l'écrouissage résultant du polissage mécanique : elle apparait identique après plusieurs polissages successifs suivis d'attaque.

Cette attaque a été utilisée avec succès sur le laiton U-Z40. En revanche, elle ne conduisit à aucun résultat positif sur le laiton de soudobrasure, la surface de l'échantillon devenant complètement noire après l'attaque et donc inapte à toute observation.

- Nous avons effectué quelques essais pour tenter de révéler une sous-structure éventuelle dans la phase  $\beta$  ; une solution alcoolique de persulfate d'ammonium a alors été utilisée <sup>(19)</sup>. Cette étude n'a pas été poursuivie en raison du peu de résultats positifs obtenus.

#### REMARQUE

Nous venons de voir que certains réactifs couramment utilisés sur les laitons ne nous ont pas toujours donné de résultats satisfaisants. Ces difficultés sont probablement dues d'une part au caractère biphasé du laiton 60/40 et d'autre part aux impuretés (ou additifs) pouvant dans cer-

tains cas donner naissance à des réactions chimiques parasites susceptibles de perturber les essais.

#### II. 5. 1. 2 DETERMINATION DE LA TAILLE DES PHASES

La détermination de la taille des phases a été réalisée en utilisant la méthode des intersections <sup>(20)</sup>. Des lignes ont été tracées sur des micrographies représentatives de la structure des échantillons observés. La longueur moyenne interceptée par chaque phase  $D$  a été mesurée en effectuant une moyenne sur au moins cent intersections.

La forme des phases a été étudiée par des mesures de  $D$  à la fois parallèlement à l'axe de traction ( $D_{//}$ ) et normalement à celui-ci ( $D_{\perp}$ ). La taille réelle des phases peut se déduire de  $D$  par un coefficient géométrique dont nous n'avons pas tenu compte.

#### II. 5. 2 Etudes au microscope électronique par transmission

Le problème essentiel posé par l'amincissement électrolytique d'un matériau biphasé est de trouver un électrolyte qui ne donne pas de dissolution préférentielle de l'une des phases.

La solution de pòlissage électrolytique employée par SAGAT <sup>(21)</sup> sur un laiton 60/40 a été utilisée.

Après découpage à la scie à électroérosion, les échantillons ont été amincis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 300 microns qui chimiquement dans une solution à 80 % d'acide nitrique. La méthode de la fenêtre a été utilisée en procédant à de courtes immersions d'environ 5 secondes dans l'électrolyte suivant sous une tension de 20 V :

133 cc d'acide acétique  
7 cc d'eau distillée  
25 g d'acide chromique

Le rinçage final a été effectué à l'alcool méthylique refroidi.

Les clichés obtenus à l'aide d'un microscope électronique JEM 7 sous une tension de 100 kV sont comparables à ceux réalisés par SAGAT (21). Ils sont de trop mauvaise qualité pour être exploitables (fig. II. 4) et compte tenu de ces résultats, l'étude au microscope électronique n'a pas été poursuivie.

### II. 5. 3 Etude par méthode DEBYE-SCHERRER

Les échantillons ont été observés en utilisant la méthode DEBYE-SCHERRER par réflexion avec une anticathode de cuivre sous 30 kV et 20 mA. Ce travail a été effectué en collaboration avec Mme PETITPAS et M. LABULLE au laboratoire de Rayons X de la Faculté des Sciences de ROUEN. Les réflexions observées sont  $(321)_\beta$ ,  $(420)_\alpha$  et  $(331)_\alpha$  correspondant à des distances réticulaires de 0,788 Å, 0,826 Å et 0,847 Å.

Différentes distances film-échantillon sont employées afin de mieux discerner les détails des taches de diffraction. L'ensemble des conditions expérimentales est indiqué sur le tableau II. 2.

L'aspect des taches obtenues par réflexion permet d'avoir quelques indications sur l'état de cristallisation des échantillons car la taille et la perfection des cristaux modifient l'apparence des anneaux de diffraction.

Avec un collimateur d'environ 1 mm de diamètre et une distance film-échantillon de 25 mm on obtient :

- Des anneaux ponctués si la taille des cristaux est supérieure à 10 microns.
- Des anneaux continus et fins si la taille des cristaux est de l'ordre du micron.
- Des anneaux élargis si la taille des cristaux est inférieure ou de l'ordre de 0,1 micron.

Cette étude vient donc compléter l'étude réalisée par microscopie

TABLEAU II. 2

Distance Film - Echantillon	Raies observées	Rayon des Anneaux	Angle de BRAGG $\theta$
26,5 mm	$(321)_{\beta}$	11 mm	$78^{\circ}$
	$(420)_{\alpha}$	24 mm	$69^{\circ}$
	$(331)_{\alpha}$	31 mm	$65^{\circ} 30$
52 mm	$(321)_{\beta}$	22 mm	
	$(420)_{\alpha}$	50 mm	

optique au moyen de l'attaque anodique à l'hyposulfite de sodium. Elle la supplée même dans le cas du laiton de soudobrasure pour lequel celle-ci s'est révélée impossible. De plus cette méthode à l'avantage de permettre l'observation des deux phases et de donner ainsi quelques renseignements sur les caractéristiques de la phase  $\beta$ .

#### II. 5. 4 Etude de la texture par figures de pôles

On dit qu'il y a texture lorsque les orientations cristallographiques des différents grains constituant le polycristal ne sont pas distribuées de façon alléatoire mais groupées autour de certaines directions privilégiées.

Afin de mettre en évidence l'existence ou non d'une texture et de voir son évolution au cours de la déformation, nous avons réalisé des figures de pôles par la méthode de SCHULZ <sup>(22)</sup> ; nous allons la rappeler brièvement :

Le problème consiste à obtenir expérimentalement la distribution des normales d'une forme de plan  $\{hkl\}$  donné à l'intérieur du polycristal. On place alors l'échantillon de telle manière que la famille de plans  $\{hkl\}$  soit en réflexion de BRAGG pour les rayons X incidents :  $\lambda = 2 d \sin \theta$ . L'échantillon est soumis à deux rotations simultanées : une rotation  $\psi$  de l'échantillon sur lui-même ; la seconde rotation est la déclinaison  $\phi$  (fig. II.5). En projection stéréographique la position d'un plan  $(hkl)$  est représentée par un point P du diagramme de WULFF dont les coordonnées sont fonction de  $\psi$  et de  $\phi$ . A tout point P, on associe alors l'intensité des rayons X diffractés soit  $I_{hkl}$ .

Nous avons effectué les essais sur un goniomètre de texture SIEMENS au Laboratoire de Métallurgie Structurale dirigé par M. le Professeur BARO. La figure de pôles est construite à l'aide du traceur automatique "TEXTUREX" <sup>(23)</sup>. Les échantillons sont irradiés au rayonnement  $\text{CuK}_\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ). Les figures de pôles (220) ont ainsi été déterminées sur les deux phases.

Cette méthode permet d'étudier la répartition statistique des orientations de chacune des phases et de mettre en évidence une rotation éventuelle de celles-ci au cours de la déformation par examen qualitatif des figures de pôles avant et à différentes étapes de la déformation.

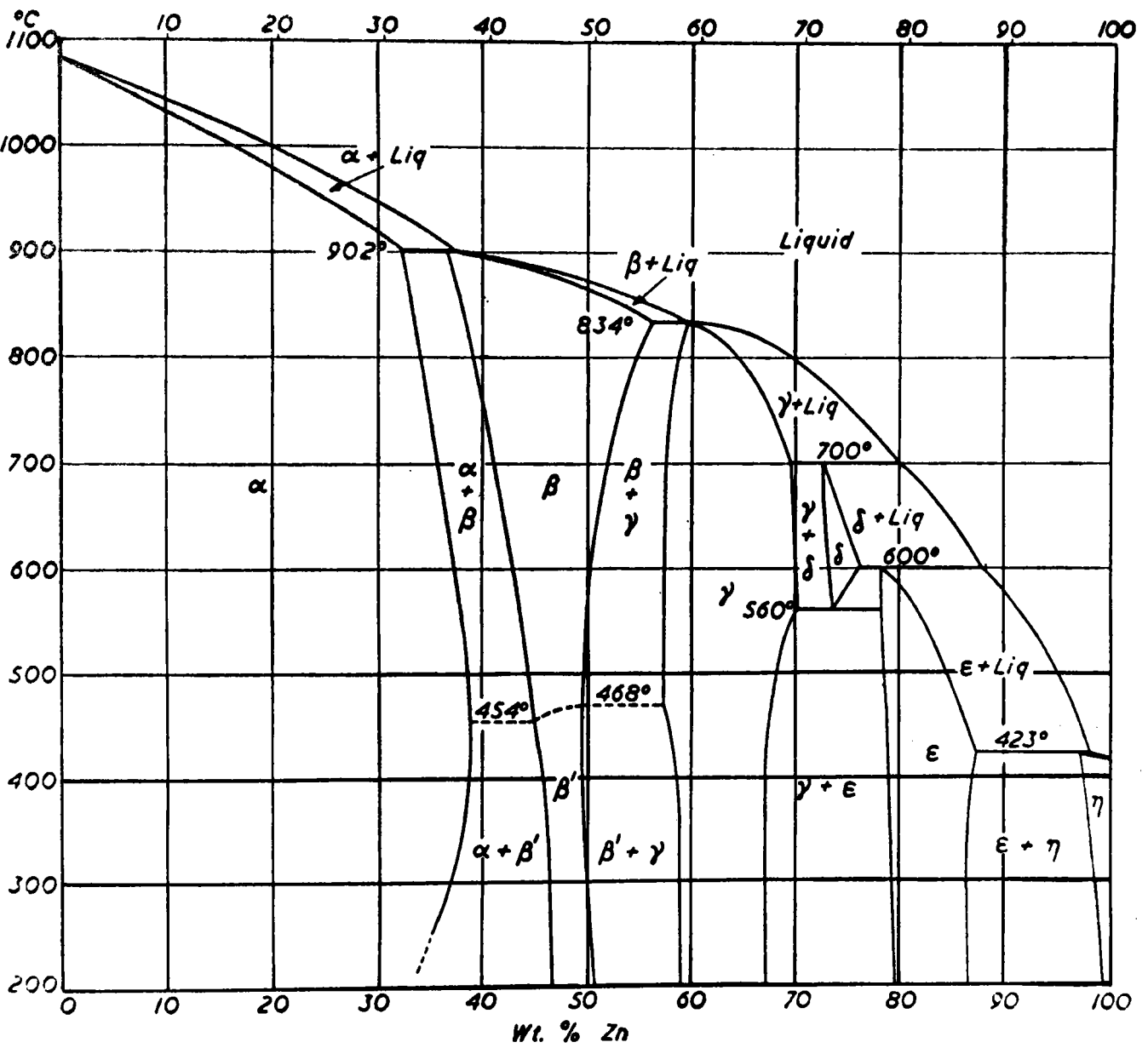


Fig. II.1 : Diagramme d'alliage Cu-Zn

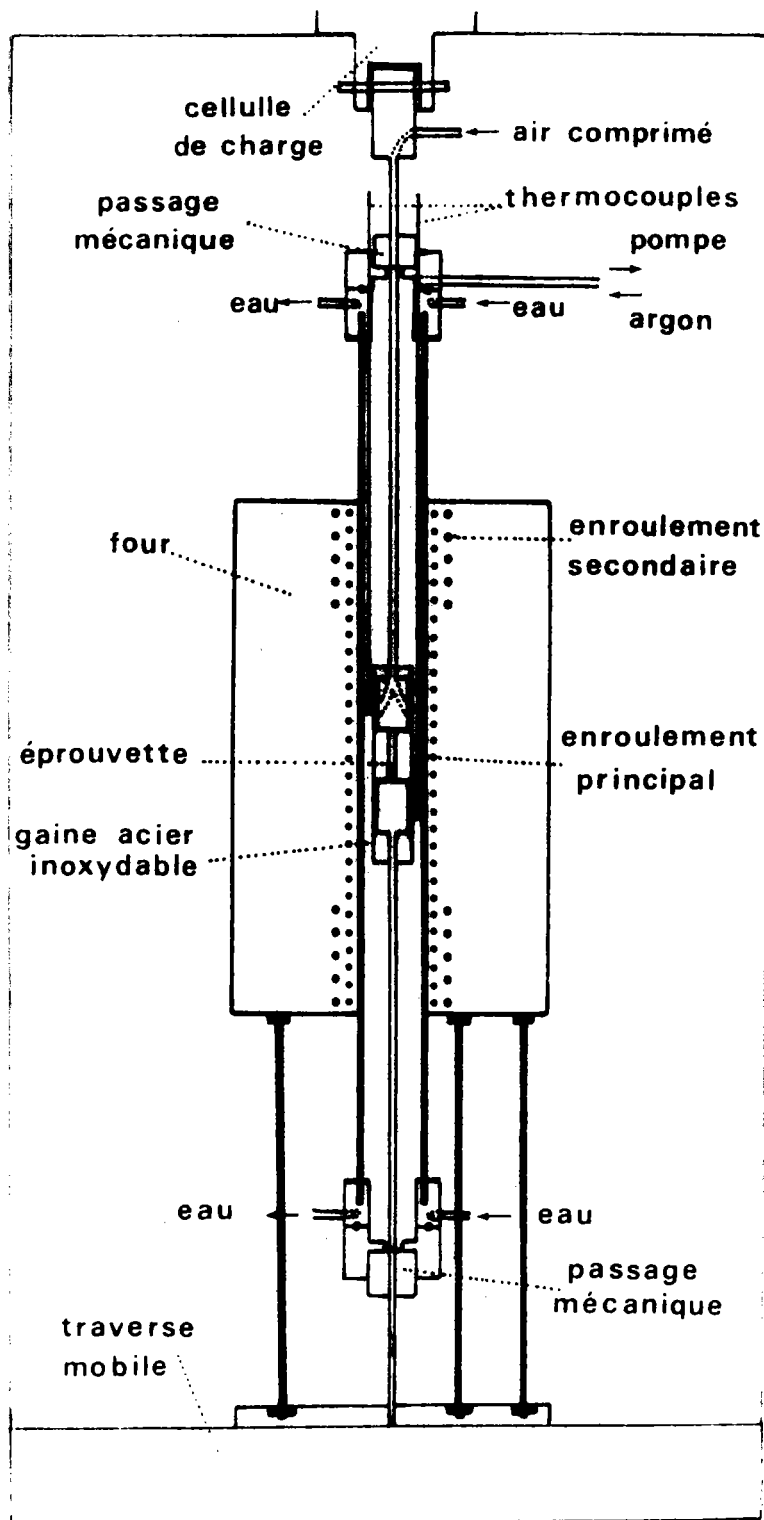


Fig. II.2 : Schéma du dispositif expérimental



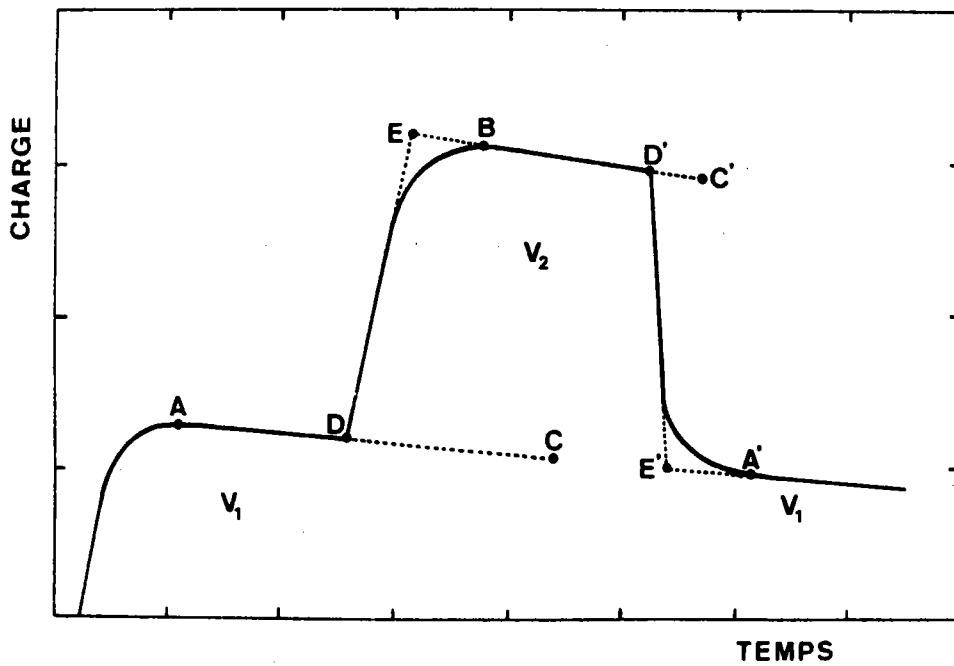


Fig. II.3 : Illustration dans un diagramme charge-temps des variations de charges intervenant au cours d'un saut de vitesse

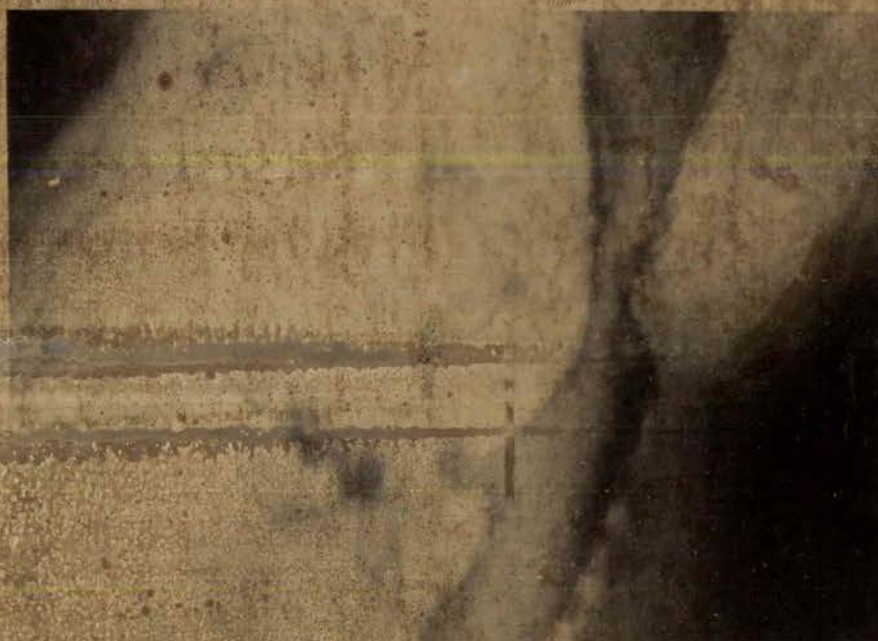


Fig. 11.4 : Micrographies réalisées au microscope électronique par transmission ( $G=50\ 000\times$ )

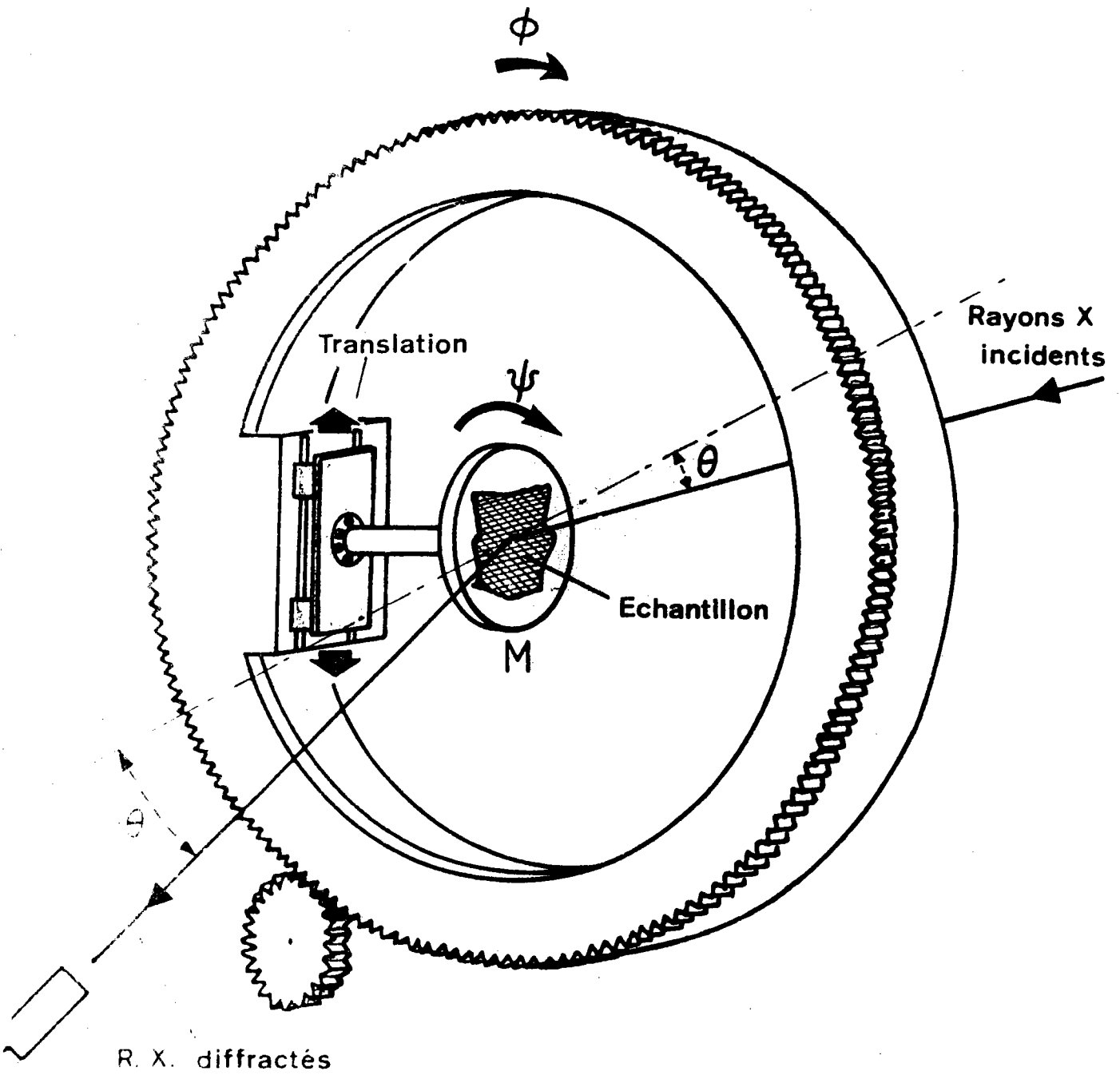


Fig. II.5 : Principe de la méthode de SCHULZ ( D'après  
D. RUER , Thèse Metz 1971 )

BIBLIOGRAPHIE (CHAPITRE II)

- (1) A.A. PRESNYAKOV et V.V. CHERVYAKOVA - Fiz. Metal. Metaloved  
8 (1959) 114
- (2) C.M. SELLARS et W.J. Mc G. TEGART - Int. Met. Rev., 17 (1972) 1
- (3) D.S. FIELDS - I.B.M. J. Research and Development, 9 (1965) 134
- (4) D.S. FIELDS - Trans A.S.M., 60 (1967) 566
- (5) T.H. THOMSON ; D.L. HOLT et W.A. BACKOFEN, Met. Eng. Quart.  
Mai (1970)
- (6) T.Y.M. AL. NAIB et J.L. DUNCAN - Int. J. Mech. Sci.  
12 (1970) 463
- (7) D. NORTH - Sheet Metal Ind, 47 (1970) N° 1
- (8) B. BAUDELET - Mem. Sci. Rev. Met., 68 (1971) 479
- (9) W.A. BACKOFEN, I.R. TURNER et D.H. AVERY, Trans. A.S.M Quart.,  
57 (1964) 980
- (10) H. NAZIRI et R. PEARCE, J.Inst. Metals , 97 (1969) 326
- (11) W.B. MORRISON - Trans. A.S.M., 61 (1968) 423
- (12) W.B. MORRISON - Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968) 2221
- (13) J. HEDWORTH et M.J. STOWELL - J. Mat. Sci., 6 (1971) 1061
- (14) B.M. WATTS et M. J. STOWELL - J. Mat. Sci., 6 (1971) 228
- (15) D.E. NEWBURY et D.C. JOY - Scripta. Met., 4 (1970) 825
- (16) B.M. WATTS et M.J. STOWELL - J. Mat. Sci., 6 (1971) 228
- (17) H. DAMIANI - Thèse Docteur Ingénieur ORSAY (1969)
- (18) P.A. JACQUET - Acta. Met., 2 (1954) 752
- (19) P. GRIFFITHS et C. HAMMOND - Acta. Met., 20 (1972) 935
- (20) J.E. HILLIARD - Metal. Progress, 85 (1964) 99
- (21) S. SAGAT - Thesis, Waterloo (1971)
- (22) L.G. SCHULZ - J.A.P., 20 (1949) 1030
- (23) R. BARO et D. RUER - J. Of Physics E, 3 (1970) 541

C H A P I T R E   I I I

R E S U L T A T S   E X P E R I M E N T A U X

### III. RESULTATS EXPERIMENTAUX

#### III. 1 LAITON DE SOUDBRASURE

##### III. 1.1. Essais Mécaniques

La figure III. 1 représente les variations du coefficient  $m$  de sensibilité à la vitesse de déformation obtenu par la méthode des sauts de vitesse en fonction de la vitesse de déformation pour différentes températures : 490, 550, 600, 700 et 800° C. Ces courbes présentent l'allure générale caractéristique des matériaux superplastiques avec des valeurs maximales de 0,4 à 0,5 pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-2} \text{ mm}^{-1}$ . On constate qu'une augmentation de température conduit à une augmentation de la valeur de  $m$  jusqu'à 700°C. A 800°C, les valeurs de  $m$  sont plus faibles de l'ordre de 0,2 comme c'est le cas pour les matériaux non superplastiques. Ce résultat s'explique par le fait qu'à cette température, le laiton 60/40 subit un grossissement de grains important car il est devenu monophasé (fig. II.1). Ces courbes justifient l'étude plus approfondie que nous avons réalisée à 600° C dans le domaine de vitesse compris entre  $10^{-2}$  et  $4.10^{-1} \text{ mm}^{-1}$  où le matériau présente un comportement superplastique.

Les variations de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour différentes vitesses de déformation  $\dot{\epsilon}$  sont reproduites sur la figure III. 2.

Ces courbes présentent un aspect différent suivant la valeur de la vitesse de déformation :

- Pour les vitesses de déformation élevées, la contrainte d'écoulement décroît en fonction de la déformation.
- Pour les vitesses de déformation faibles, la contrainte d'écoulement augmente et cette augmentation est d'autant plus grande que la vitesse de déformation est plus faible.

Nous avons effectué quelques essais jusqu'à rupture de l'éprouvette et nous n'avons jamais pu obtenir des allongements très importants ( $e_{\text{Max}} \approx 230 \%$ ), malgré les valeurs relativement élevées du coefficient  $m$ .

Ce fait a également été observé par TAPLIN <sup>(1)</sup> sur des alliages cuivreux - laitons et bronzes d'aluminium - : cette faible ductilité est due à la formation de cavités inter-ou intragranulaires qui par coalescence conduisent à la naissances de fissures et à une rupture prématurée.

Nous pouvons avancer d'autres hypothèses susceptibles d'expliquer cette faible ductilité :

- La zone à température uniforme dans le four est vraisemblablement trop réduite et l'existence de points chauds peut favoriser la formation de striction.
- La dézincification devient grande si l'échantillon est maintenu longtemps à 600°C ce qui est nécessaire pour produire des allongements importants à vitesse relativement faible. De plus au cours de la déformation, la section utile de l'éprouvette diminue augmentant ainsi la proportion de zone dézincifiée.
- Le laiton utilisé pour nos essais comporte certains additifs qui peuvent être à l'origine de fissures. Ce dernier point est confirmé par le fait que des allongements de 500 % ont été atteints sur des laitons 60/40 préparés à partir de métaux purs <sup>(2,3)</sup>.

### III. 1.2. Etudes Métallographiques

La structure de l'alliage immédiatement après extrusion est représentée sur la figure III. 3.a. Les phases sont allongées dans le sens du filage, la phase claire correspondant à la phase  $\alpha$ , la phase sombre à la phase  $\beta$ . Après un recuit d'une heure à 600° C, les phases ont grossi, la structure s'est uniformisée mais le caractère directionnel subsiste (fig. III.3.b). On peut illustrer ce caractère par le rapport du diamètre moyen longitudinal au diamètre moyen transversal  $\frac{D_{//}}{D_{\perp}}$  de la phase  $\alpha$ . Après recuit il est égal à 1,4. Tous les essais mécaniques ont ainsi été effectués sur des éprouvettes correspondant à cette structure.

En augmentant le temps de recuit, la taille des phases augmente rapidement au début puis tend à se stabiliser pour des temps importants de

l'ordre de 15 Heures. Cette évolution est représentée sur la figure III. 4.

Les micrographies de la figure III. 3 montrent la difficulté d'étudier l'évolution de la structure en considérant les deux phases ; cette structure peut en effet être assimilée à un ensemble de phases  $\alpha$  dans une matrice  $\beta$  : il semble alors difficile et peu significatif de caractériser son évolution par une étude de la phase  $\beta$ .

La figure III. 5 représente les variations au cours de la déformation des diamètres moyens longitudinal ( $D_{//}$ ) et transversal ( $D_{\perp}$ ) de la phase  $\alpha$  pour deux vitesses  $\dot{\epsilon}$  différentes. Au début de la déformation, les phases s'allongent parallèlement à l'axe de traction ; cet allongement se caractérise par une augmentation de  $D_{//}$  et une diminution de  $D_{\perp}$ , le rapport  $\frac{D_{//}}{D_{\perp}}$  passant par un maximum d'autant plus décalé vers les grandes déformations que la vitesse  $\dot{\epsilon}$  est plus grande. Ensuite la structure évolue pour devenir approximativement équiaxe.

Nous avons reporté au tableau III. 1 les valeurs de  $D_{//f}$  et  $D_{\perp f}$  obtenues après une déformation  $D_D$  de 70 % pour différentes vitesses  $\dot{\epsilon}$ . Il est à remarquer que le rapport  $\frac{D_{//}}{D_{\perp}}$  ne tend pas vers la caractéristique d'une structure équiaxe parfaite mais vers une valeur légèrement supérieure de l'ordre de 1, 1 ; ceci est en accord avec les résultats obtenus dans les mêmes conditions sur l'alliage eutectique Al-Cu <sup>(4)</sup>.

Nous avons mis qualitativement en évidence cette évolution de structure en déformant à une vitesse moyenne  $\dot{\epsilon}$  égale à  $6 \times 10^{-3} \text{ mn}^{-1}$  une éprouvette conique de sorte que chaque portion de l'échantillon subisse des déformations différentes comprises entre 3 et 40 % environ. Des micrographies réalisées sur ces différentes portions montrent ainsi ce passage progressif vers l'état équiaxe au fur et à mesure que le taux de déformation augmente (fig. III 6 a à d). Il faut remarquer que la vitesse de déformation n'est pas la même en tout point de l'échantillon tout en restant cependant dans le domaine superplastique.

A vitesse de déformation faible, apparaît un grossissement des phases  $\alpha$  d'autant plus important que la vitesse  $\dot{\epsilon}$  est plus faible (fig. III c et d).



TABLEAU III. 1

$\dot{\epsilon} \text{ mn}^{-1}$	$D_{//f} (\mu\text{m})$	$D_{\perp f} (\mu\text{m})$	$D_{//f} / D_{\perp f}$
$4 \times 10^{-1}$	$14 \pm 0,5$	$12,7 \pm 0,5$	$1,10 \pm 0,08$
$10^{-1}$	$14,8 \pm 0,5$	$14 \pm 0,5$	$1,06 \pm 0,06$
$4 \times 10^{-2}$	$15,4 \pm 0,5$	$14,5 \pm 0,5$	$1,06 \pm 0,06$
$10^{-2}$	$21,8 \pm 0,5$	$20 \pm 0,5$	$1,09 \pm 0,05$

Il est à noter que ce grossissement n'est pas dû uniquement au temps de maintien de l'échantillon à la température de l'essai ; il est également facilité par la déformation (5-8). Ainsi des éprouvettes ont été déformées de 25 % à 600° C à une vitesse de déformation faible ( $\dot{\epsilon} = 4,2 \times 10^{-3} \text{ mm}^{-1}$ ) : Cette déformation est nécessaire pour rendre approximativement équiaxe la structure des échantillons : la taille moyenne des phases est alors de 21 microns. Ces éprouvettes ont alors été :

- Soit déformées jusqu'à 70 % à la même vitesse de déformation.
- Soit maintenues à la même température pendant le même temps.

Les diamètres moyens des phases  $\alpha$  sont alors respectivement de 34 et 27 microns.

Cette étude microstructurale met donc clairement en évidence l'existence de deux facteurs.

- L'évolution de la forme des phases  $\alpha$  qui deviennent approximativement équiaxes.
- Le grossissement des phases qui est une fonction croissante de la déformation et décroissante de la vitesse de déformation.

### III. 1.3. Etudes des Clichés DEBYE-SCHERRER

Des clichés DEBYE-SCHERRER ont été obtenus avec une série d'échantillons dont les traitements thermomécaniques sont indiqués sur le tableau III. 2.

Cette étude réalisée sur des échantillons déformés à vitesse  $\dot{\epsilon}$  constante égale à  $10^{-2} \text{ mm}^{-1}$  a pour but de tenter de différencier le rôle de chaque phase au cours de la déformation dans le domaine superplastique. L'ensemble des résultats est reporté sur le tableau III. 2.

Echantillon	Recuit à 600 °C	$\dot{\epsilon}$ mn <sup>-1</sup>	$\epsilon$ %	PHASE $\alpha$			PHASE $\beta$		
				Fig.	Aspect	Remarque	Fig.	Aspect	Remarque
A					Flou	Déformation due à l'écrouissage pendant le filage		Flou	Déformation due à l'écrouissage pendant le filage
B	1h			III.7.a	Taches séparées et individualisées	Recristallisation Tailles des phases $\alpha \approx 20 \mu$	III.7a	Taches séparées et individualisées	Recristallisation
C	1h	$10^{-2}$	10		Peu flou	Très faible déformation	III.7c	Nombre de taches nette diminuée	Déformation plastique importante
D	1h	$10^{-2}$	30		Peu flou	Très faible déformation		Toutes les taches sont floues	Déformation plastique très importante
E	1h	$10^{-2}$	70	III.7b	Peu flou Nombre de taches a diminué	Très faible déformation Grossissement des phases	III.7d	Peu flou Nombre de taches a diminué	Recristallisation Grossissement des phases

Tableau III. 2 : Clichés DEBYE - SCHERRER Laiton de Soudobrasure

Après recuit (échantillon B), on observe une recristallisation de la phase  $\alpha$  et de la phase  $\beta$  ; les taches obtenues, initialement floues et mal définies (A) sont nettement séparées et correspondent à une taille de phase de l'ordre de 20 microns (fig. III. 7 a).

Après déformation de 10 et 30 % (C et D) les taches dues à  $\alpha$  sont un peu floues ce qui semble indiquer une très faible déformation de cette phase. Après 70 % (E) le caractère flou demeure, mais le nombre de taches a quelque peu diminué (fig. III. 7 b) conséquence du grossissement de la phase  $\alpha$ .

L'aspect des taches dues à la phase  $\beta$  a été étudié en éloignant l'échantillon du film. Pour une déformation de 10 % (C) le nombre des taches nettes diminue très sensiblement (fig. III. 7 c). Cet effet est plus accentué sur l'échantillon déformé de 30 % (D) pour lequel tous les grains de  $\beta$  semblent avoir subi une déformation plastique. Pour une déformation de 70 % (E), l'anneau dû à  $\beta$  est de nouveau relativement ponctué comme s'il se produisait une recristallisation de cette phase (fig. III.7 d).

## III. 2 LAITON U-Z 40

### III. 2.1. Essais Mécaniques

Les valeurs du coefficient  $m$  sensible à la vitesse de déformation ont été mesurées par la méthode des sauts de vitesse. Bien qu'une étude systématique n'ait pas été réalisée à différentes températures, des valeurs de l'ordre de 0,3 à 0,4 caractéristiques d'un comportement superplastique ont été obtenues à 600° C pour des vitesses de déformation comprises entre  $5 \times 10^{-3}$  et  $10^{-1} \text{ mn}^{-1}$ .

Les courbes contrainte-déformation obtenues à vitesse constante sont représentées sur les figures III 8,9 et 10.

- A 600° C (fig. III. 8) la contrainte décroît au cours de la déformation et cette diminution est d'autant plus importante que la vitesse de déformation est plus grande.

- A 500 et 400° C (fig. III. 9 et 10) le comportement mécanique du matériau est tout à fait différent : la courbe de traction obtenue s'apparente alors à celle des matériaux classiques déformés à chaud. Ceci est confirmé par les faibles valeurs de  $m$  obtenues à ces températures.

L'influence de la température sur la contrainte pour deux vitesses  $\dot{\epsilon}$  est illustrée sur les figures III. 11 et 12. A vitesse donnée, la contrainte est d'autant plus grande que la température est plus basse.

### III. 2.2. Etudes Métallographiques

Les figures III. 13 a et b montrent la structure des échantillons après extrusion. Les phases sont allongées dans le sens du filage ; une attaque anodique à l'hyposulfite de sodium révèle que les bandes  $\alpha$ , apparaissant claire sur les micrographies, sont constituées de petits grains d'environ 2 microns approximativement équiaxes (fig. III. 13 c).

Après un recuit d'une heure à 600° C, les grains constituant les bandes  $\alpha$  grossissent, la longueur de celles-ci diminue et la structure s'apparente alors à celle du laiton de soudobrasure avec toutefois un caractère directionnel beaucoup plus accentué. On relève en particulier la présence de grosses bandes  $\alpha$  pouvant atteindre 100 microns de long et 50  $\mu\text{m}$  de large (fig. III. 13 d) valeurs à comparer à la taille des phases composant les zones intermédiaires entre ces grandes bandes, de l'ordre de 10 microns de large et quelques dizaines de microns de long.

En raison du caractère complexe de cette structure il nous a semblé impossible et peu significatif de la représenter simplement par une mesure de la taille des phases parallèlement et perpendiculairement à l'axe de traction. Aussi nous avons essayé de dégager les traits essentiels de son évolution au cours de la déformation pour différentes vitesses de déformation en nous attachant tout d'abord au comportement des grosses bandes  $\alpha$  et ensuite à celui des zones intermédiaires entre ces bandes.

### III. 2.2.1 EVOLUTION DES BANDES $\alpha$

Pour la simplicité et la clarté de l'exposé nous allons présenter les traits caractéristiques des différentes structures observées en les affectant d'un symbole qui les désignera par la suite (Tableau III. 3). Dans ce tableau figurent également les quelques remarques nécessaires à la bonne interprétation des micrographies. Ces différents symboles permettent alors de représenter les structures obtenues à 600° C sur le laiton U-Z 40 suivant les conditions de déformation (vitesse  $\dot{\epsilon}$  et taux de déformation  $\epsilon$ ) (Tableau III. 4). Le signe + placé en haut et à droite du symbole indique l'intensité du caractère correspondant. Le signe  $\rightarrow$  entre deux symboles indique que le premier caractère est dominant mais marque une tendance vers le second.

L'examen de ce tableau permet de faire quelques constatations :

- La partie du tableau correspondant aux faibles vitesses de déformation et aux grandes déformations est vide car les expériences seraient trop longues et entraîneraient des temps de recuit trop importants et par suite une dézincification non négligeable pouvant perturber les observations (voir § II.4.2)
- L'augmentation de la déformation tend en général à accuser le caractère existant dès les premiers stades de la déformation.
- Une augmentation de la vitesse de déformation tend à provoquer l'apparition d'une sous-structure de plus en plus prononcée allant jusqu'à la formation de cellules et de grains très déchiquetés.

Quelques unes des structures observées sont représentées sur les figures III. 14. et III. 15.

A des températures plus basses, 500 et 400° C, la tendance générale est à la formation d'une structure beaucoup moins homogène après recuit. Après déformation et à faible vitesse  $\dot{\epsilon}$ , les bandes  $\alpha$  tendent vers une

$\epsilon$ % \ $\dot{\epsilon}$ $mn^{-1}$	$5 \cdot 10^{-3}$	$10^{-2}$	$10^{-1}$	1
20	D A	D A $\rightarrow$ GD	D $\rightarrow$ SS GD	SS $\rightarrow$ SG GD <sup>+</sup>
60		D <sup>+</sup> A C	SS GD C	SG <sup>+</sup> GD <sup>+</sup> C
100		D <sup>+</sup> $\rightarrow$ SS A <sup>+</sup> C <sup>+</sup>	SS <sup>+</sup> $\rightarrow$ SG GD <sup>+</sup> C <sup>+</sup>	SG <sup>+</sup> GD <sup>+</sup> C <sup>+</sup>

TABLEAU III. 4

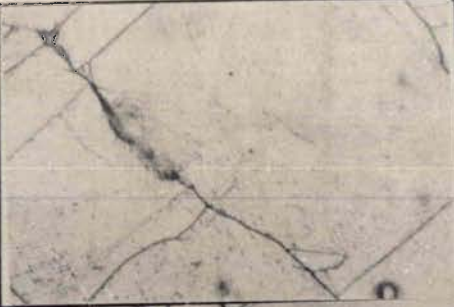

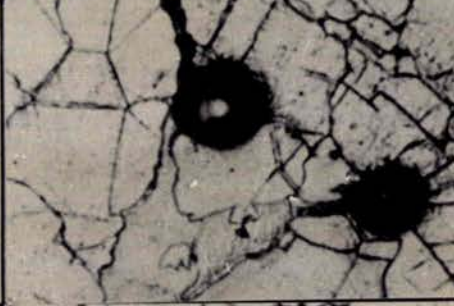
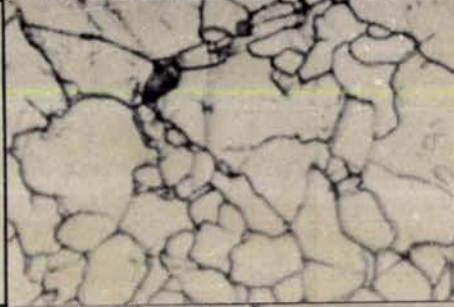


<b>D</b>		<p><b>SOUS-STRUCTURE DIFFUSE</b> les points correspondent aux points d'émergence des dislocations</p>
<b>A</b>		<p><b>JOINTS de GRAINS ARRONDIS et REGULIERS</b></p>
<b>C</b>		<p><b>FORMATION de CAVITES</b> mises en evidence par les taches noires</p>
<b>GD</b>		<p><b>GRAINS DECHIQUETES</b></p>
<b>SS</b>		<p><b>SOUS-STRUCTURE TRES PRONONCEE</b> avec parois de cellules</p>
<b>SG</b>		<p><b>SOUS-GRAINS TRES DESORIENTES</b></p>

TABLEAU III.3



structure du type "G.D" . A plus grandes vitesses, on obtient rapidement une structure "SG" très accentuée. (fig. III. 16. a, b, et c)

### III. 2.2.2 ZONES INTERMEDIAIRES ENTRE LES GROSSES BANDES $\alpha$

A vitesse de déformation faible, le comportement de ces zones s'apparente à celui du laiton de soudobrasure ; les phases tendent à devenir équiaxes mais en raison du caractère très directionnel de celles-ci, une déformation de 70 % semble insuffisante pour rendre la structure totalement équiaxe. Comme pour le laiton de soudobrasure, apparaît un grossissement des phases d'autant plus important que la vitesse de déformation est plus faible. (fig. III. 16. d)

A vitesse plus grande hors du domaine superplastique, le caractère directionnel s'accroît, la structure devient rapidement du type "G.D"

Une diminution de température provoque le même effet qu'une augmentation de vitesse, ce qui confirme qu'à ces températures la déformation présente très peu de caractère superplastique.

### III. 2.3 Etudes des clichés DEBYE-SCHERRER

Des clichés ont été obtenus sur des échantillons dont les traitements thermomécaniques sont indiqués sur le tableau III. 5. Cette étude a été réalisée de manière à :

- Suivre l'évolution des deux phases au cours de la déformation à vitesse  $\dot{\epsilon}$  constante.
- Comparer l'effet de la vitesse de déformation sur le comportement des deux phases pour un taux de déformation donné.

L'ensemble des résultats est reporté sur le tableau III. 5.

Après un recuit d'une heure à 600° C (échantillon B'), les anneaux des deux phases sont très ponctués correspondant à des grains bien individualisés et nettement séparés.

Echantillon	Recuit à 600 °C	$\epsilon$ mn <sup>-1</sup>	e %	PHASE $\alpha$			PHASE $\beta$		
				Fig.	Aspect	Remarque	Fig.	Aspect	Remarque
A'					Flou	Déformation due à l'écroutissage pendant le filage		Flou	Déformation due à l'écroutissage pendant le filage
B'	1h				Ponctué	Recristallisation taille des phases > 20 $\mu$		Ponctué	Recristallisation
C'	1h	10 <sup>-2</sup>	20		Taches bien séparées Certaines s'élargissent	Faible déformation		Ponctué	Très peu de déformation plastique
D'	1h	10 <sup>-2</sup>	60	III.17a	Elargissement des taches	Phases $\alpha$ se divisent en cellules peu désorientées	III.17c	Flou Nombre de taches nettes diminue	Déformation plastique importante
E'	1h	1	20		Anneaux continus Persistence de quelques taches nettes	Formation de cellules qui sont encore peu désorientées		Flou	Déformation Plastique
F'	1h	1	60	III.17b	Anneaux continus et uniformes	Formation de cellules très désorientées taille des cellules < 1 $\mu$	III.17d	Flou	Déformation plastique avec formation de cellules peu désorientées

Tableau III. 5 : Clichés DEBYE - SCHERRER Laiton U-Z 40

## - PHASE $\alpha$

Les observations résultent d'un effet de moyenne sur une certaine surface de l'échantillon et par suite de l'importance des grosses bandes  $\alpha$ , elles peuvent être principalement considérées comme relatives à celles-ci.

A vitesse de déformation faible (C' et D'), l'augmentation de déformation tend à provoquer un élargissement des taches dû vraisemblablement à la formation de sous-grains de plus en plus désorientés. Cependant les anneaux restent encore relativement ponctués. (fig. III. 17. a)

A vitesse de déformation élevée (E' et F') la phase  $\alpha$  est alors entièrement constituée de cellules de taille inférieure au micron totalement désorientées. Les diagrammes montrent alors la formation d'anneaux continus et uniformes. (fig. III. 17. b)

## - PHASE $\beta$

A vitesse de déformation faible (C' et D'), lorsque la déformation augmente, les taches deviennent floues ce qui témoigne d'une déformation relativement importante de cette phase. (fig. 17. c)

A vitesse de déformation élevée (E' et F') ce caractère se retrouve dès le début de la déformation. Lorsque la déformation augmente certains grains semblent se fragmenter en cellules qui restent peu désorientées par rapport au grain initial. (fig. III. 17 d)

### III. 3 COMPARAISON DES RESULTATS EXPERIMENTAUX OBTENUS SUR LES DEUX LAITONS.

#### III. 3.1 Essais Mécaniques

Les essais mécaniques effectués montrent que :

- Les deux alliages présentent un comportement superplastique dans un domaine de vitesse et de température voisin avec cependant des valeurs du coefficient  $m$  légèrement plus faibles dans le cas du laiton U-Z 40.

- La contrainte d'écoulement à la même vitesse de déformation est plus élevée pour le laiton U-Z 40.
- A vitesse de déformation faible, la contrainte d'écoulement augmente au cours de la déformation pour le premier alliage alors qu'elle décroît pour le second.

### III. 3.2 Etudes Métallographiques

La structure du laiton U-Z 40 apparaît plus complexe et moins uniforme que dans le cas du laiton de soudobrasure, on peut y distinguer deux zones :

- Une zone intermédiaire où la structure est assez homogène s'apparentant à celle du premier alliage. Les phases tendent à devenir équiaxes et subissent un grossissement favorisé par la déformation et d'autant plus important que la vitesse de déformation est plus faible.
- Une zone composée de grosses bandes se déformant plastiquement avec formation de cellules et de grains déchiquetés pour les plus grandes vitesses de déformation.

### III. 3.3 Clichés DEBYE-SCHERRER

L'analyse des clichés DEBYE-SCHERRER montre une analogie de comportement de la phase  $\beta$  pour les deux alliages. Celle-ci se déforme plastiquement, les anneaux devenant flous au cours de la déformation.

Pour la phase  $\alpha$ , la comparaison apparaît impossible en raison de la présence des grandes bandes  $\alpha$ .

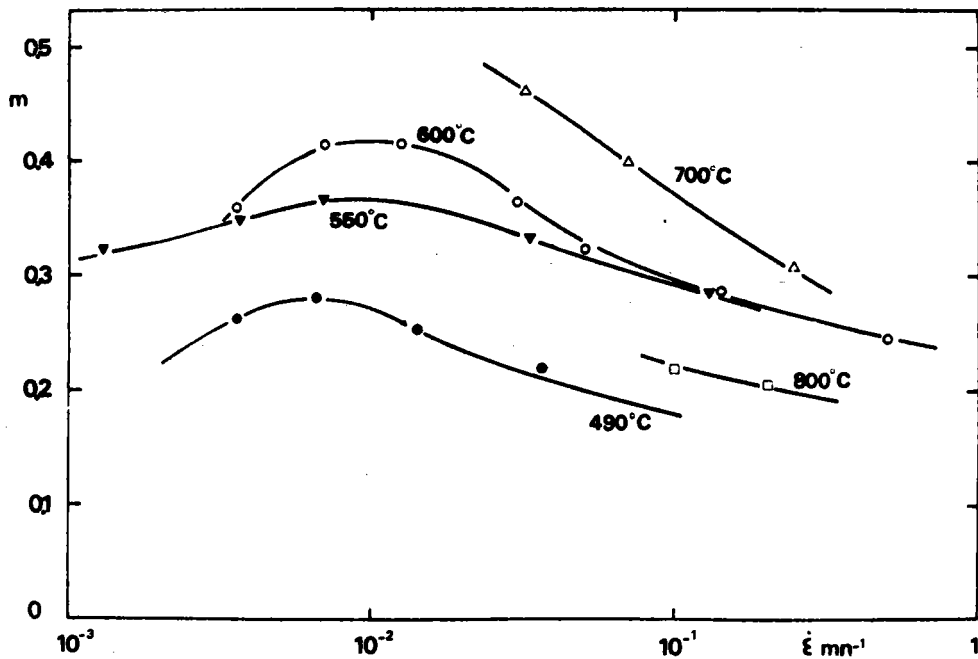


Fig. III. 1 Courbes de variation du coefficient m de sensibilité à la vitesse de déformation à différentes températures. Laiton de soudobrasure

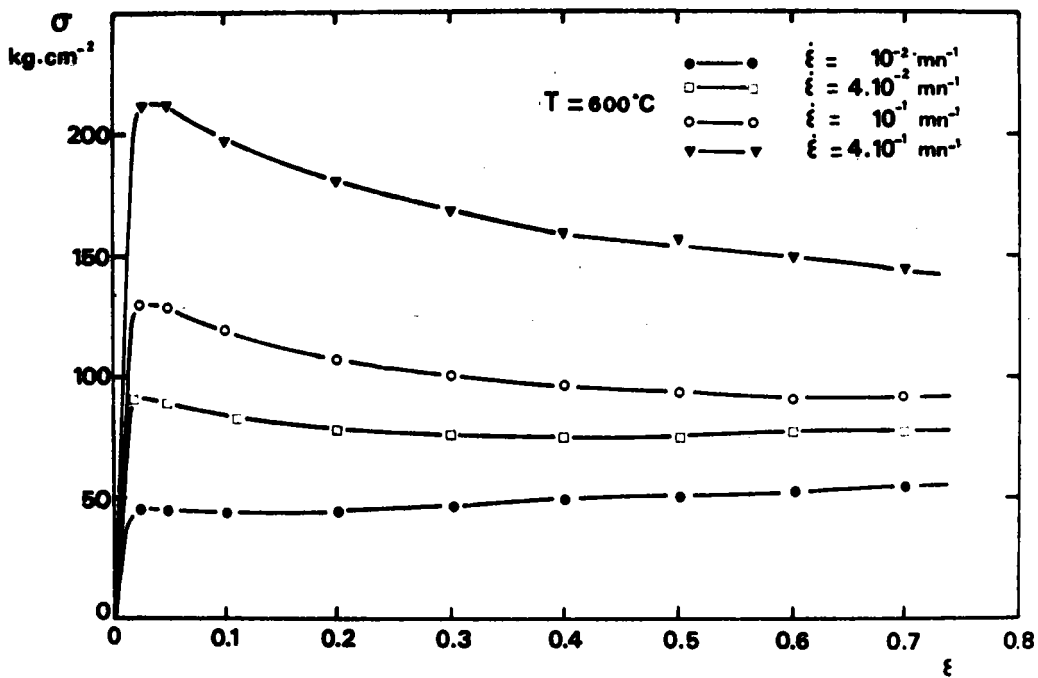


Fig. III. 2 Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déformation. Laiton de soudobrasure.

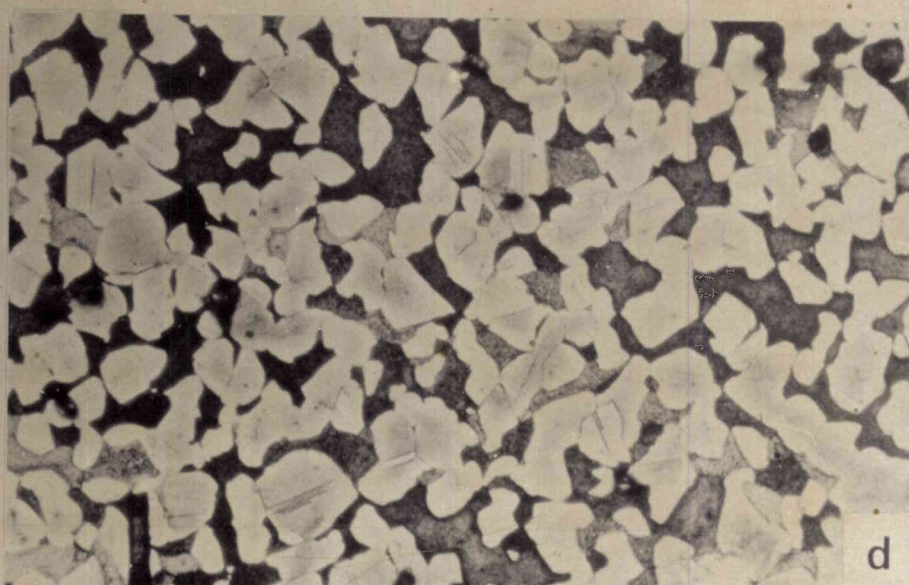
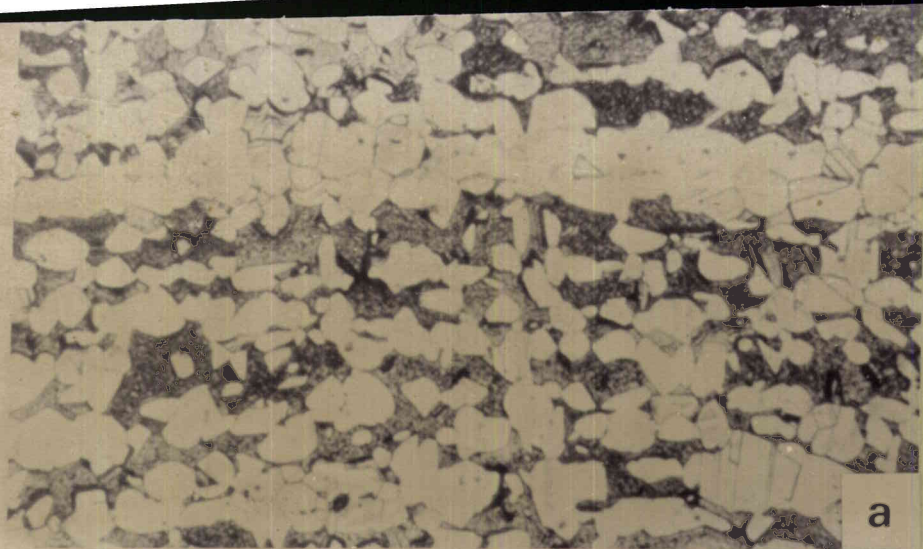


Fig. III. 3 Laiton de soudobrasure - Coupe longitudinale

a) Brut de filage (G = 550)

b) Recuit 1 heure à 600° C (G = 550)

c) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{mn}^{-1}$  - e = 100 % (G = 250)

d) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$  - e = 100 % (G = 250)

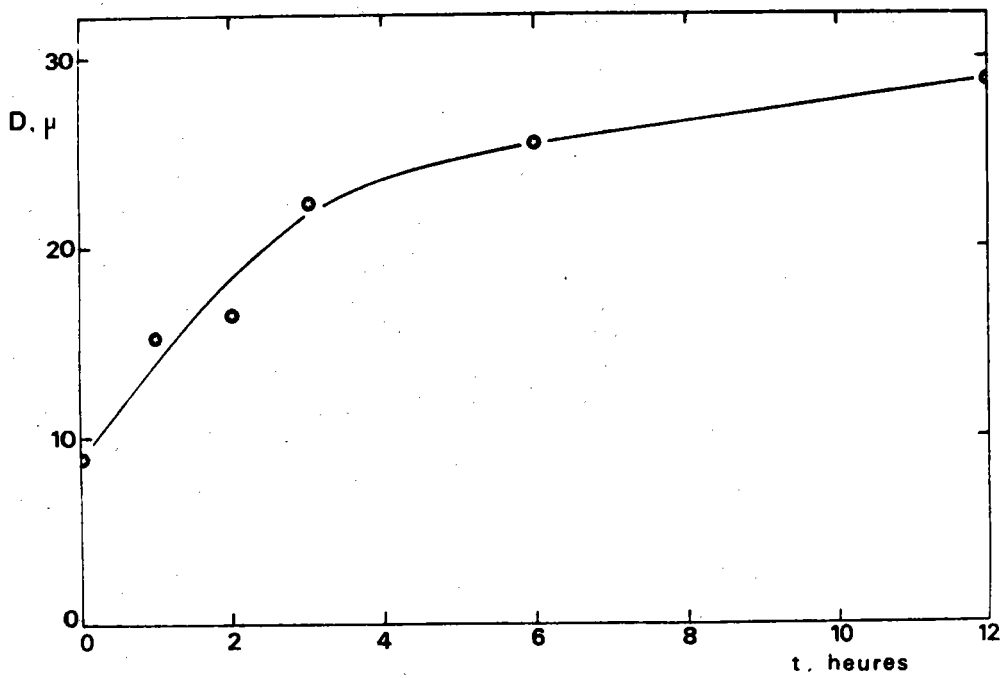


Fig. III. 4 Courbe d'évolution de la taille des phases  $\alpha$  en fonction du temps de recuit. Laiton de soudobrasure.

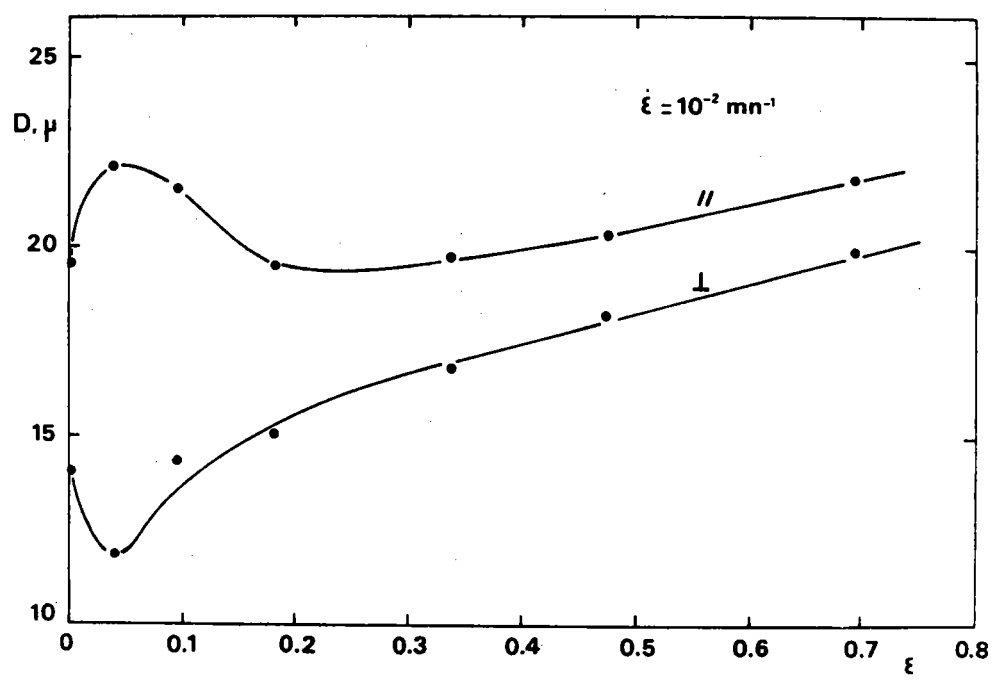
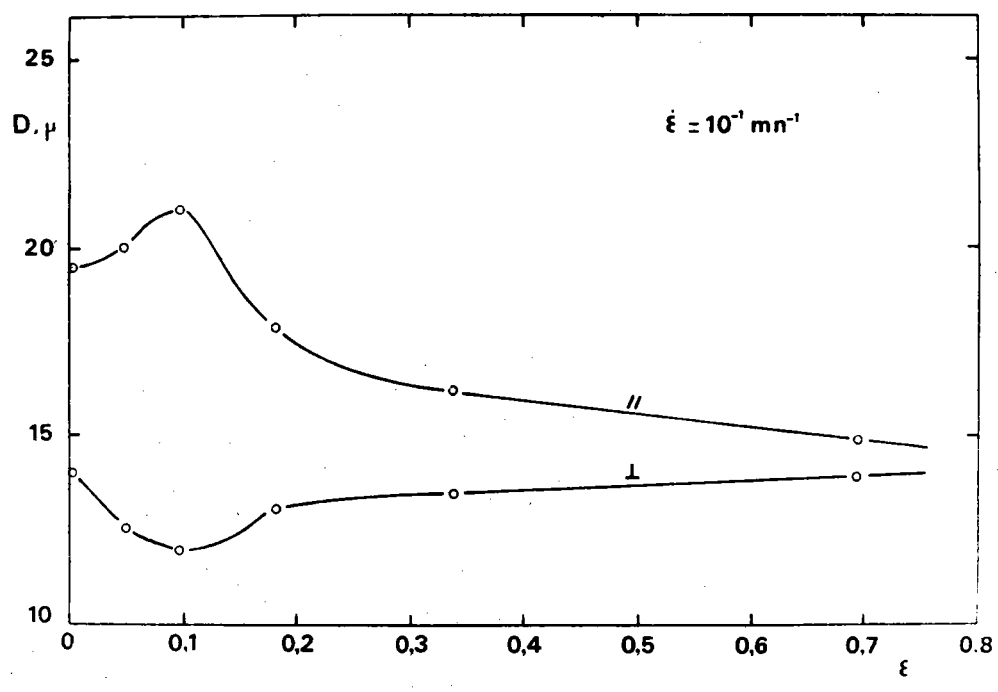
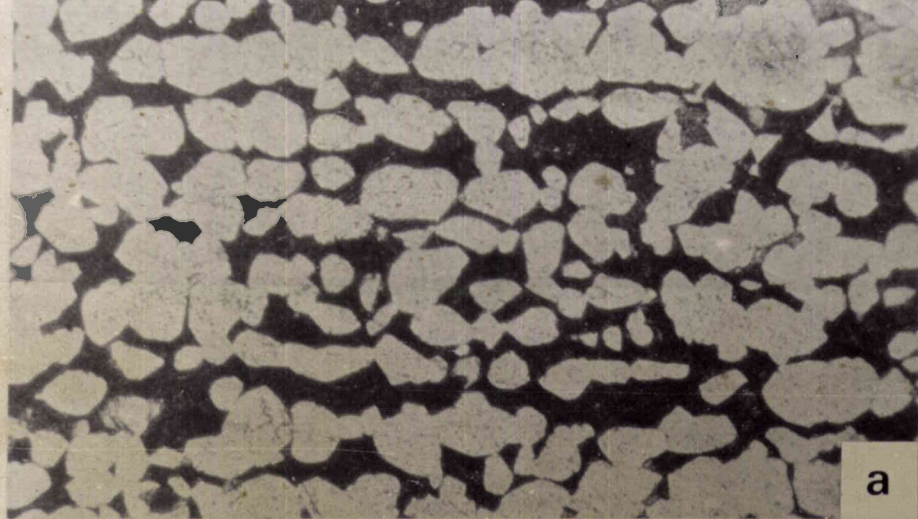
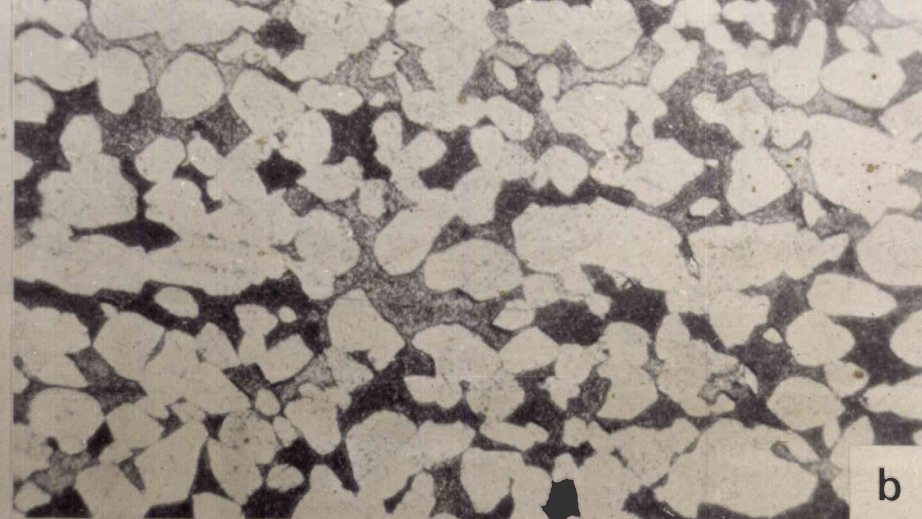


Fig. III. 5 Courbes de variation des diamètres moyens longitudinal ( $D_{//}$ ) et transversal ( $D_{\perp}$ ) en fonction de la déformation Laiton de soudobrasure.

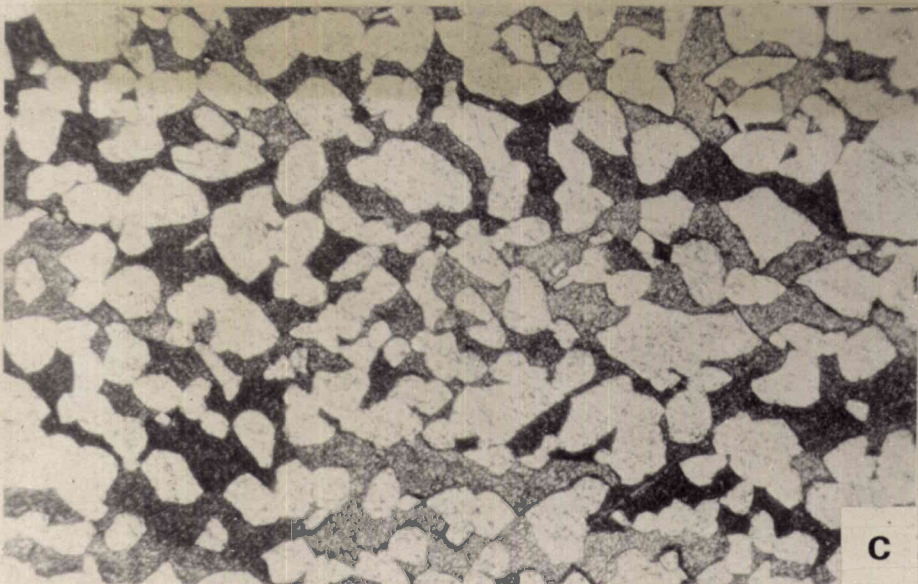




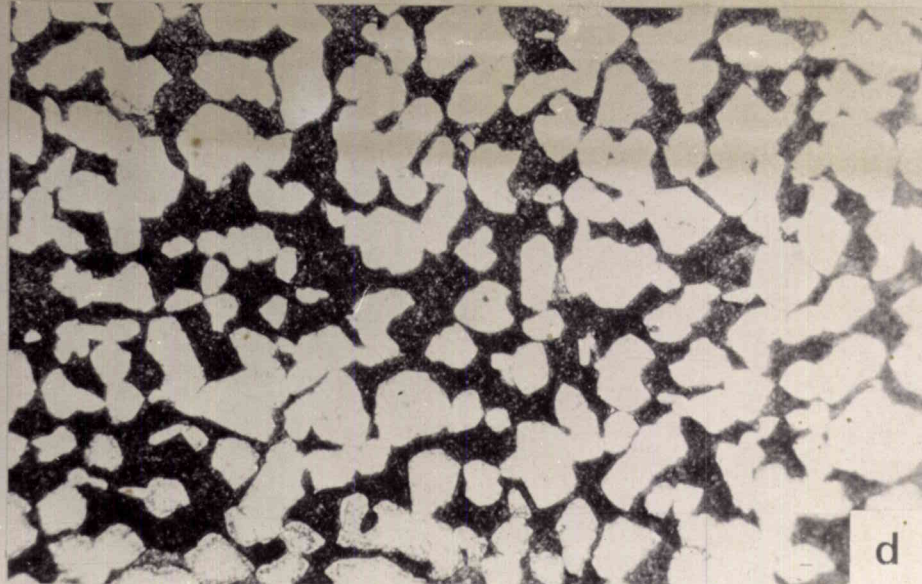
a



b



c



d

Fig. III. 6 Laiton de soudobrasure - Coupe longitudinale - Mise en évidence du passage à l'état équiaxe sur une éprouvette conique déformée à une vitesse moyenne  $\dot{\epsilon}$  égale à  $6 \times 10^{-3} \text{ mn}^{-1}$  -  $G = 250$

a)  $e = 10 \%$

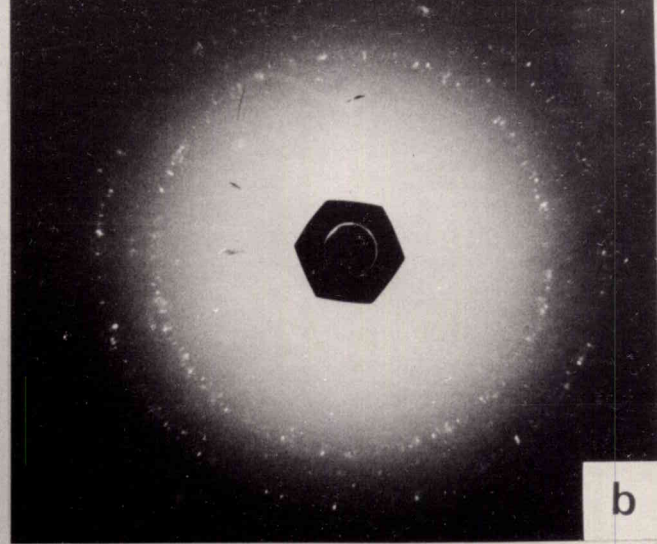
b)  $e = 17 \%$

c)  $e = 23 \%$

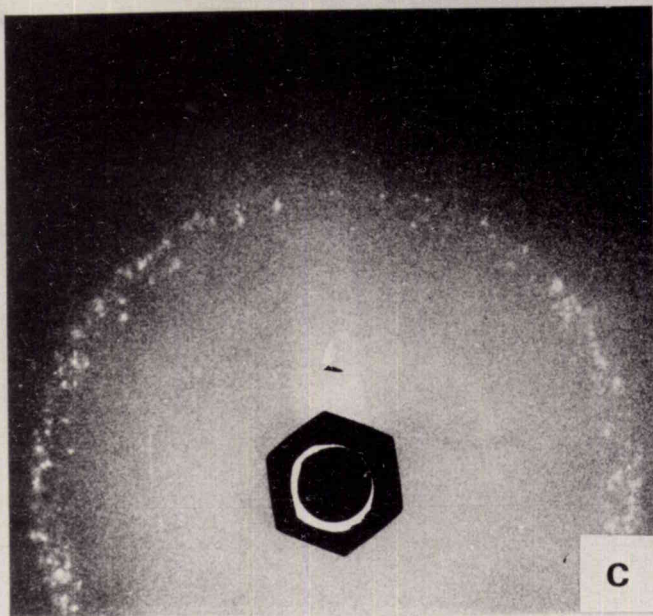
d)  $e = 36 \%$



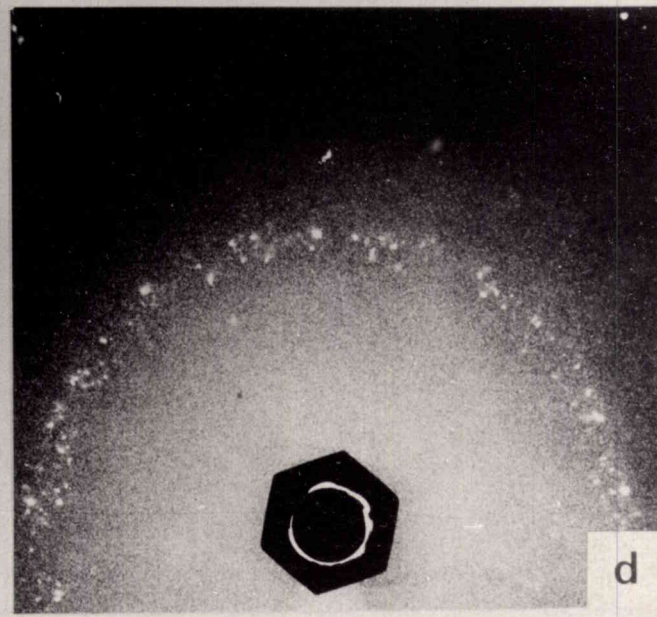
a



b



c



d

Fig. III. 7 Laiton de soudobrasure - Clichés DEBYE-SCHERRER

a) Recuit 1 heure à 600° C

b) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$  -  $\epsilon = 70 \%$

c) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$  -  $\epsilon = 10 \%$  phase  $\beta$

d) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$  -  $\epsilon = 70 \%$  phase  $\beta$

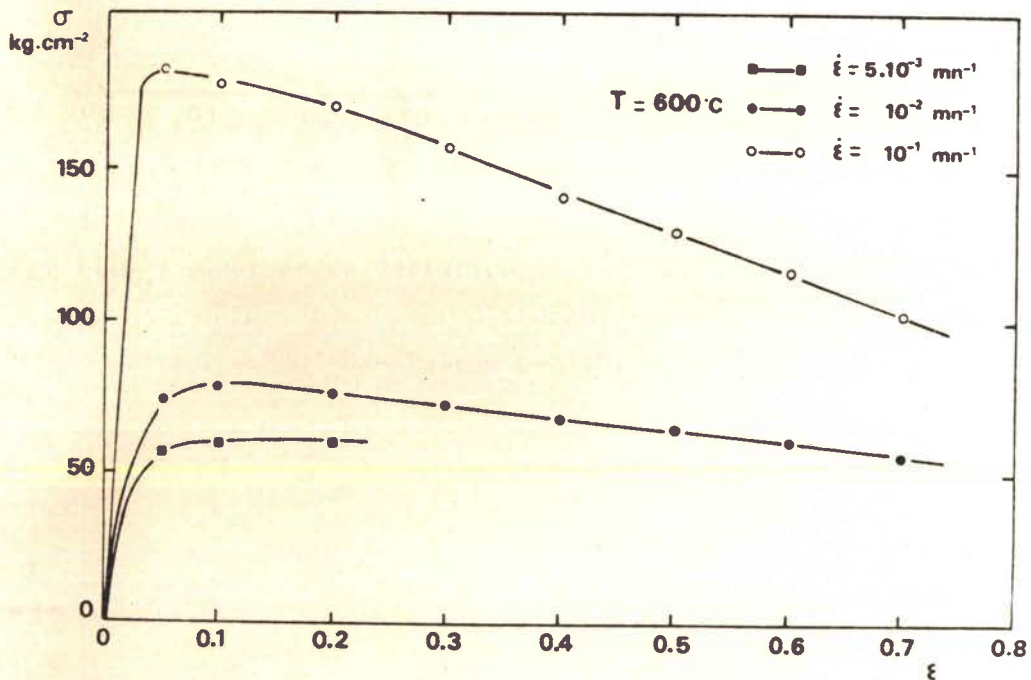


Fig. III. 8 Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déformation  
 $T = 600^\circ\text{C}$  - Laiton U-Z 40.

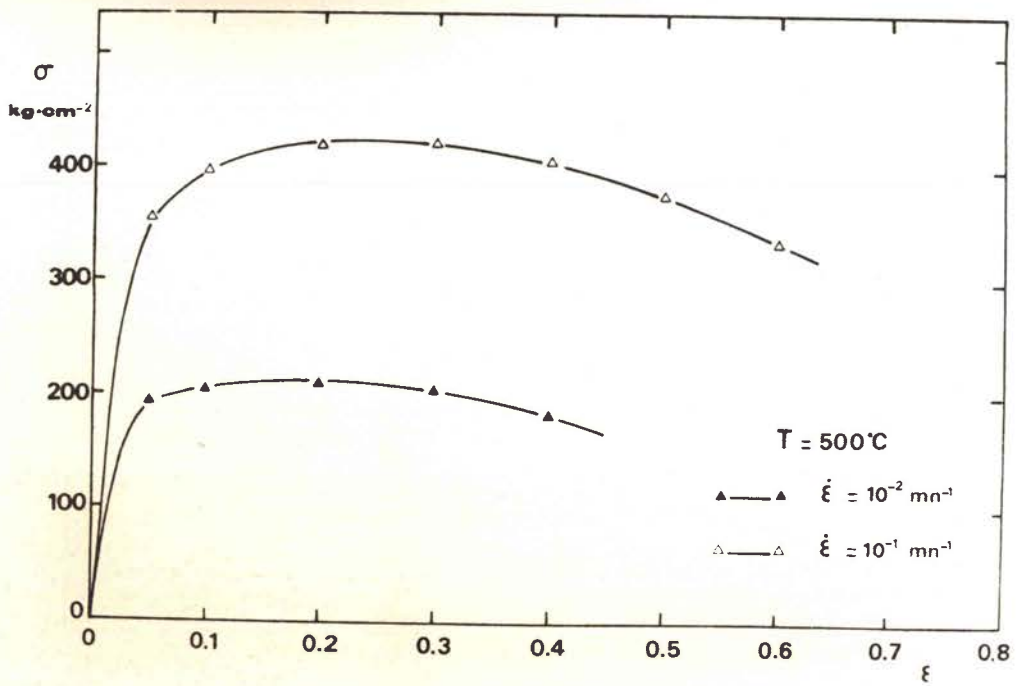


Fig. III. 9 Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déformation  $T = 500^\circ\text{C}$  - Laiton U-Z 40.

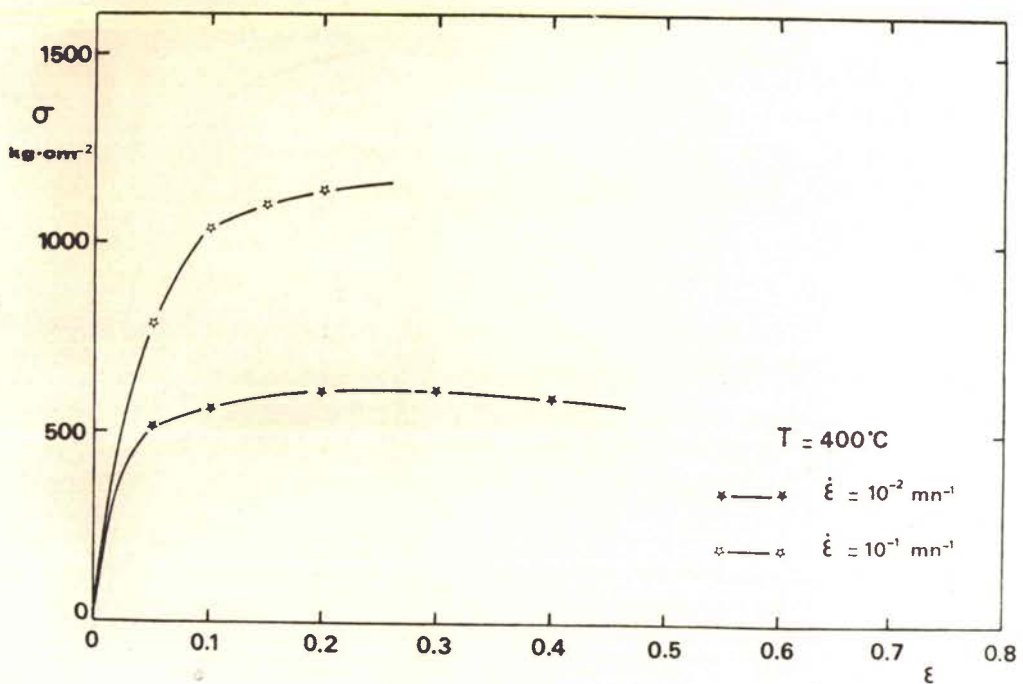


Fig. III. 10 Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes vitesses de déformation  $T = 400^\circ\text{C}$  - Laiton U-Z 40.

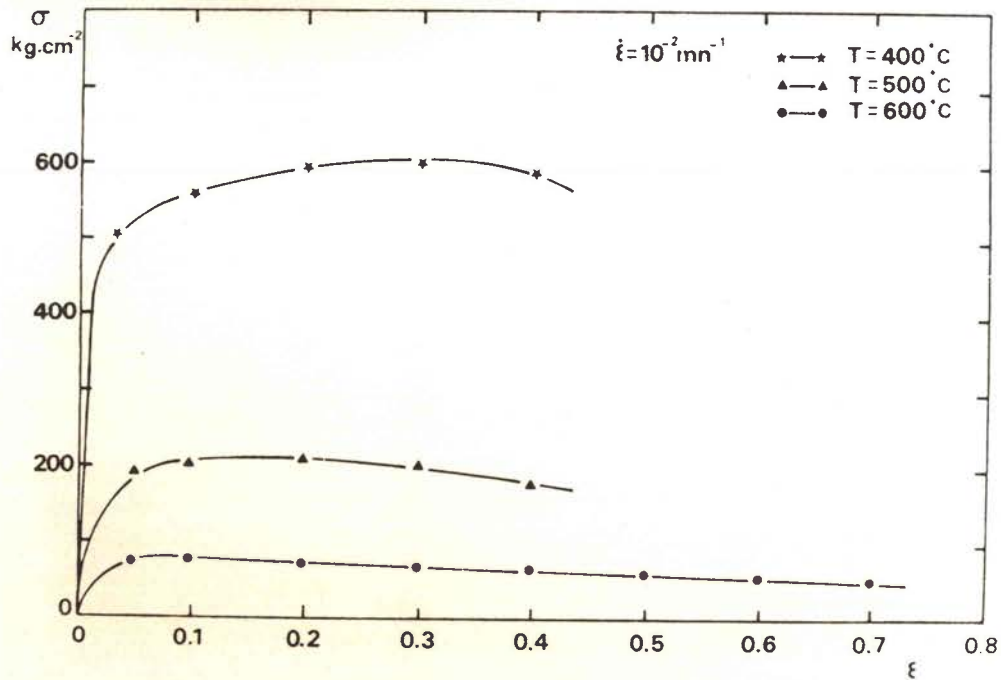


Fig. III. 11 Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes températures.

$$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1} - \text{Laiton U-Z 40}$$

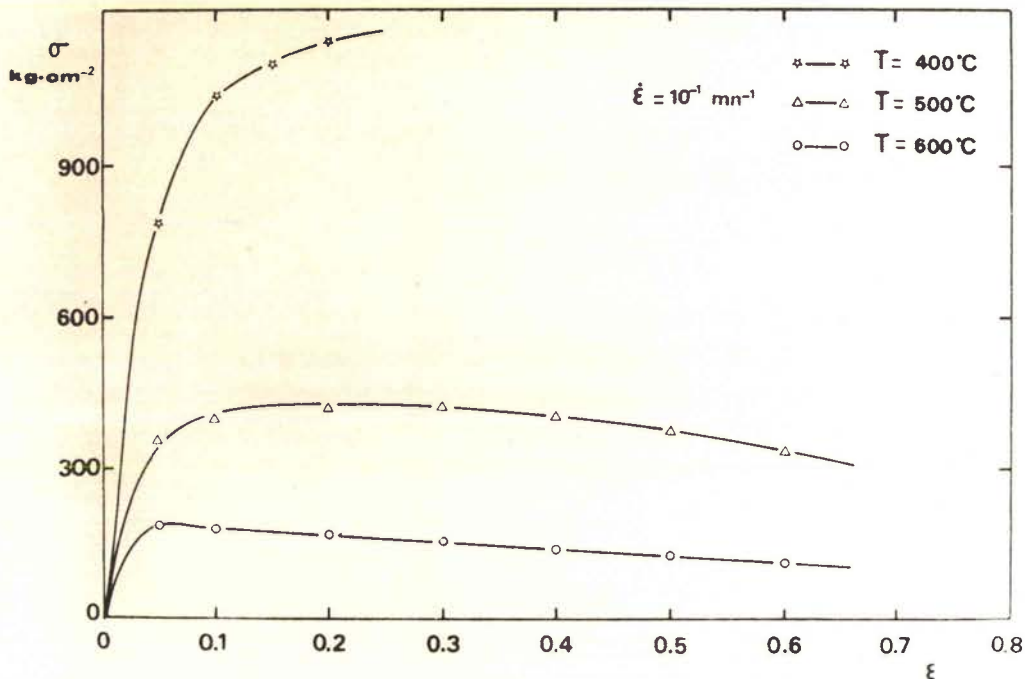


Fig. III. 12 Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes températures.

$$\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{mn}^{-1} - \text{Laiton U-Z 40}$$

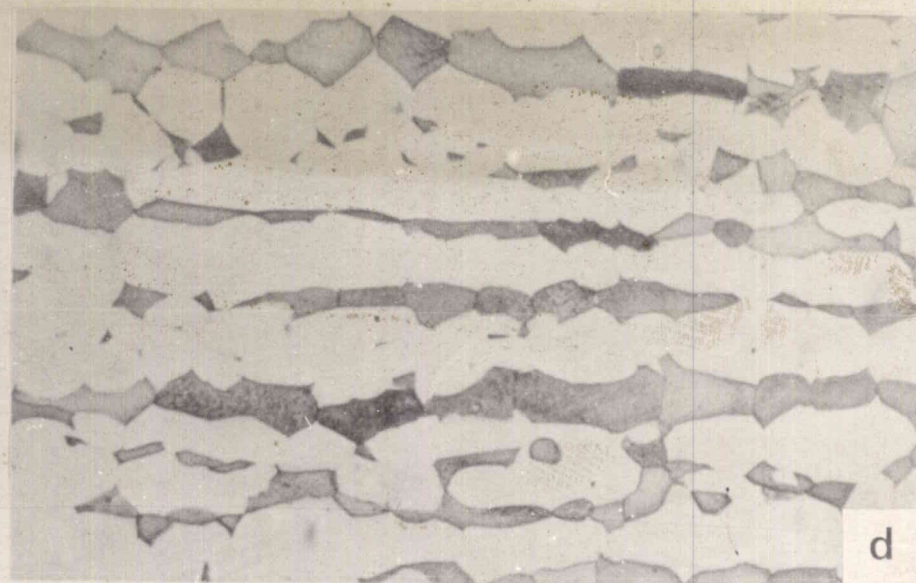
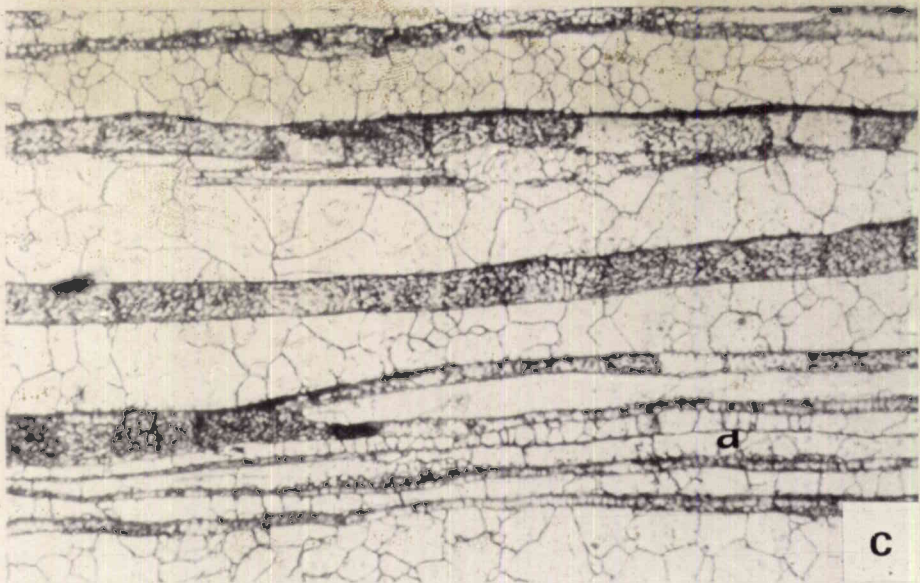


Fig. III. 13 Laiton U - Z 40

a) Brut de filage - Coupe Transversale (G = 250)

c) Brut de filage - Coupe longitudinale (G = 550)

b) Brut de filage - Coupe longitudinale (G = 250)

d) Recuit 1 heure à 600° C - Coupe longitudinale

(G = 550)

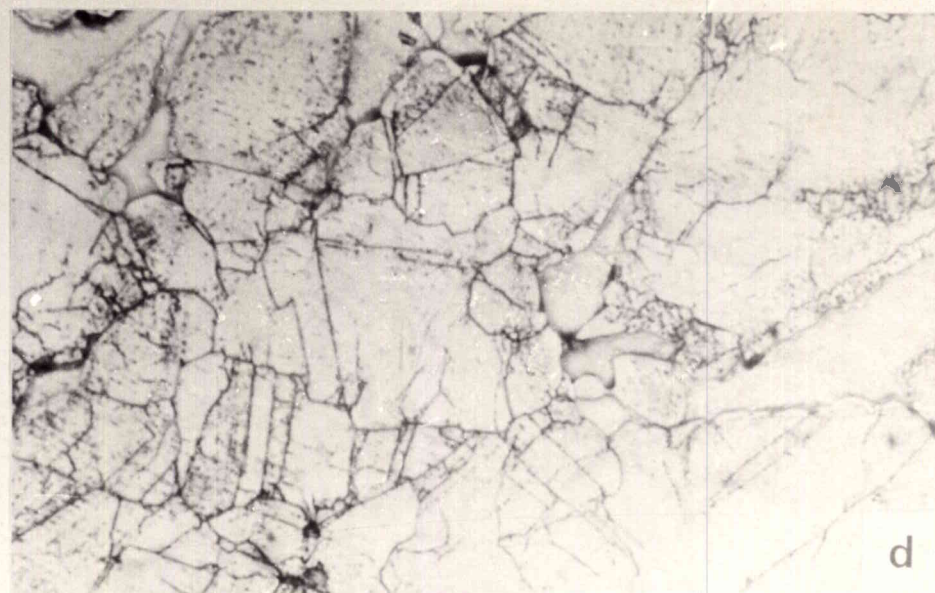
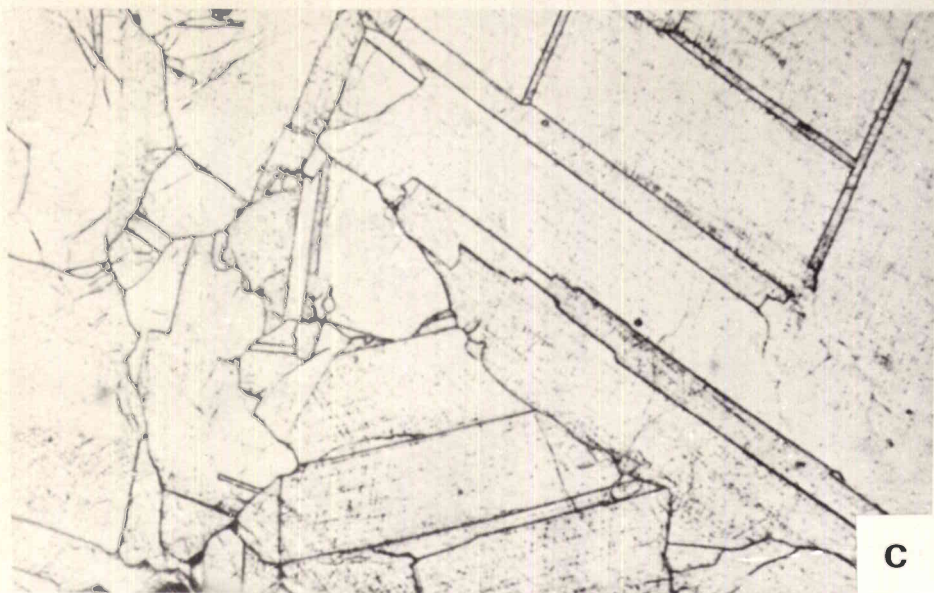
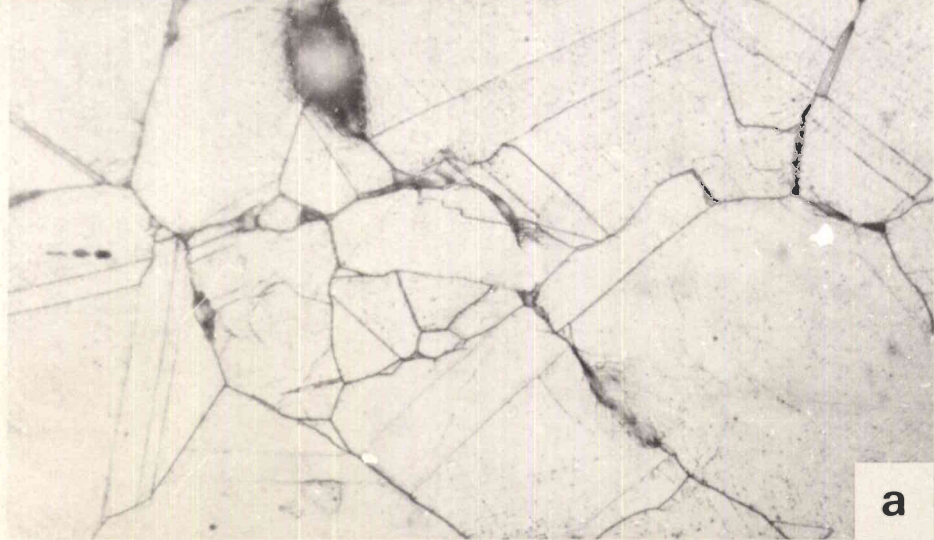


Fig. III. 14 Laiton U-Z 40 - Structure des bandes  $\alpha$  - T = 600° C

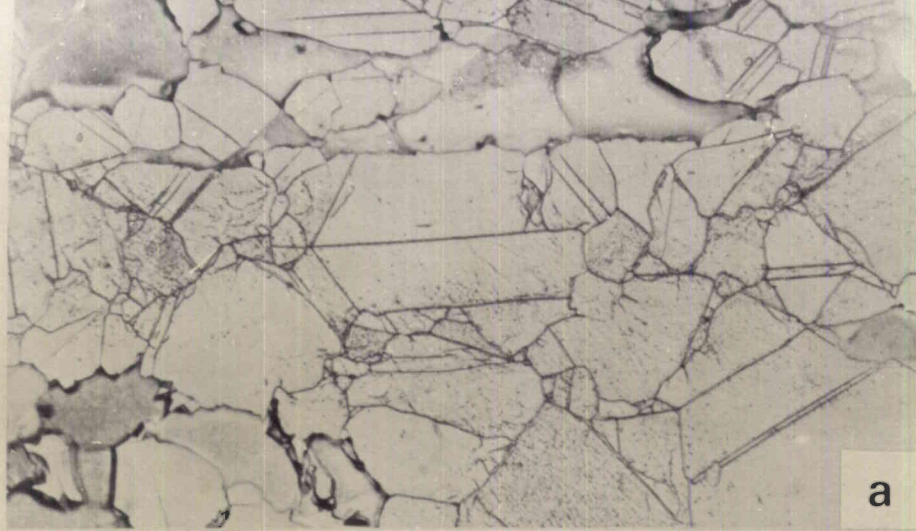
Coupe longitudinale

a) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  - e = 20 % (G = 550)

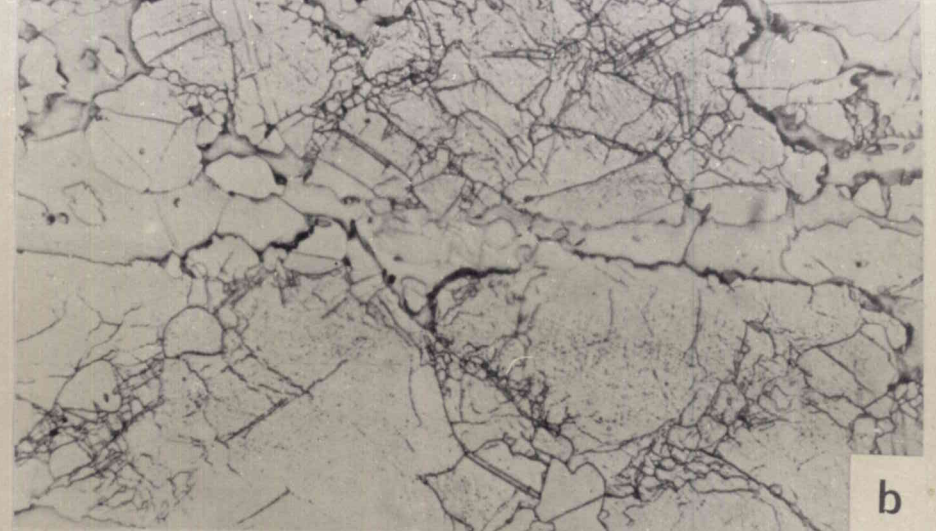
b) Déformé  $\dot{\epsilon} : 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  - e = 20 % (G = 1 000)

c) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ mn}^{-1}$  - e = 20 % (G = 550)

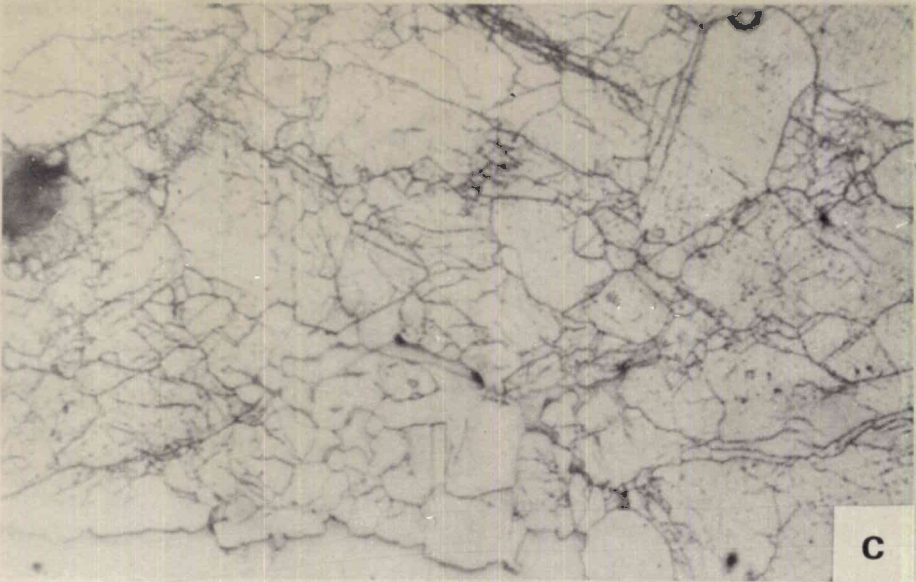
d) Déformé  $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ mn}^{-1}$  - e = 60 % (G = 1 000)



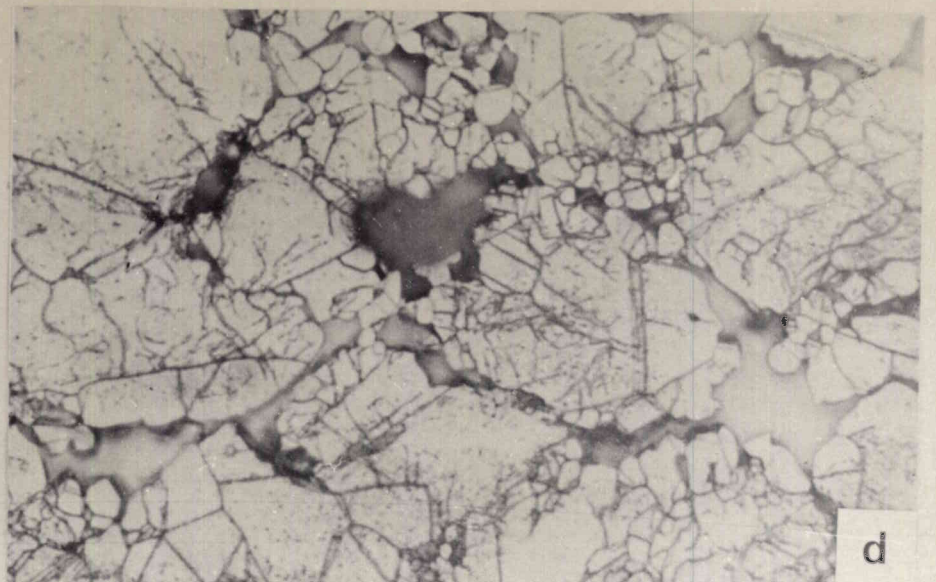
a



b



c



d

Fig. III. 15 Laiton U - Z 40 - Structure des bandes  $\alpha$  -  $T = 600^\circ \text{C}$

Coupe longitudinale

a) Déformé  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ mn}^{-1}$  -  $e = 20 \%$  ( $G = 550$ )

b) Déformé  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ mn}^{-1}$  -  $e = 60 \%$  ( $G = 550$ )

c) Déformé  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ mn}^{-1}$  -  $e = 60 \%$  ( $G = 1000$ )

d) Déformé  $\dot{\epsilon} = 1 \text{ mn}^{-1}$  -  $e = 100 \%$  ( $G = 1000$ )



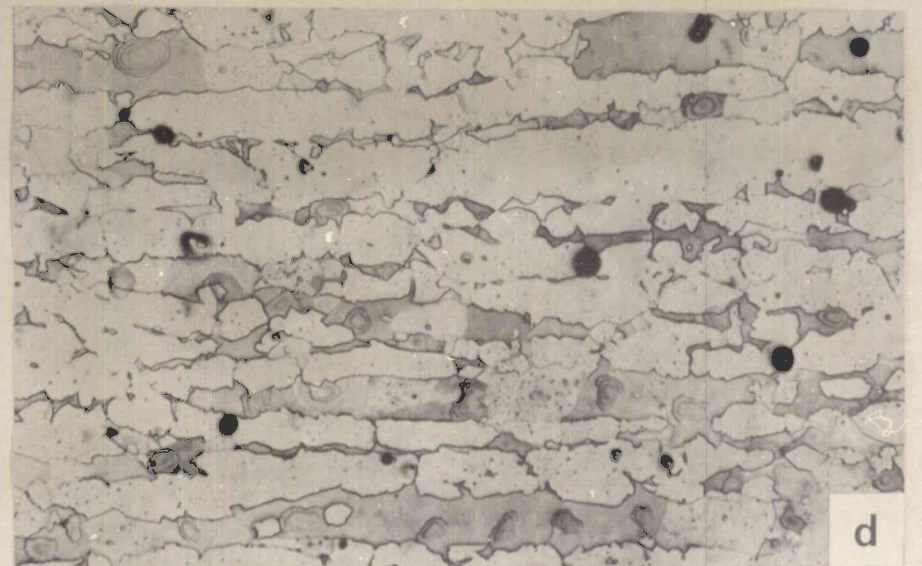
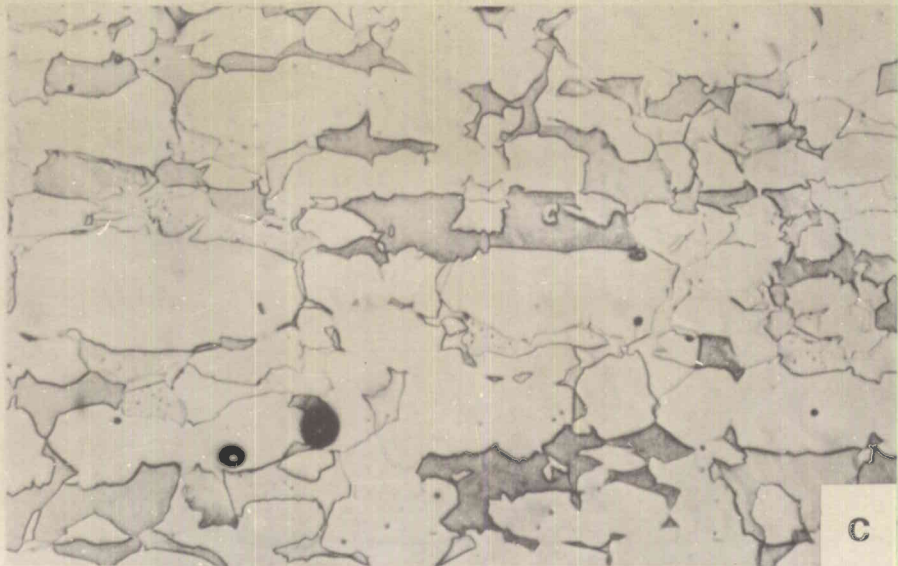
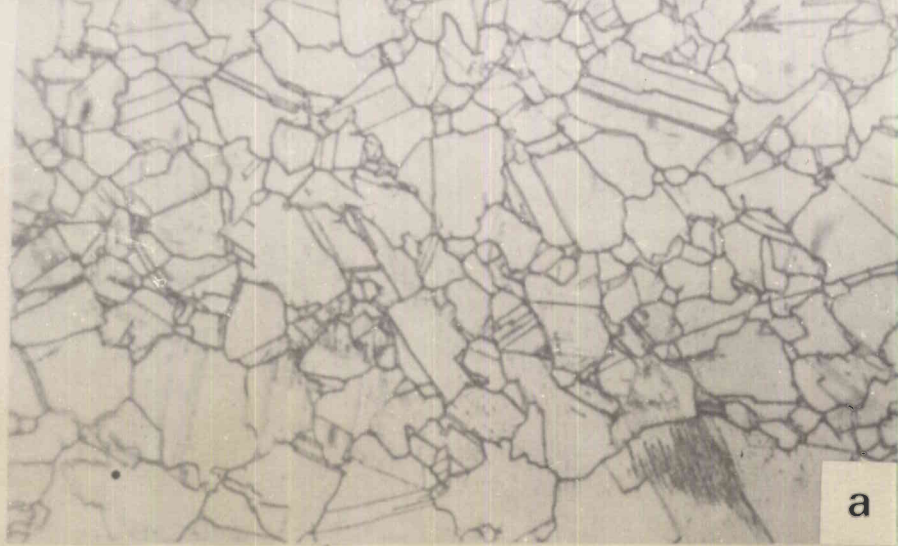
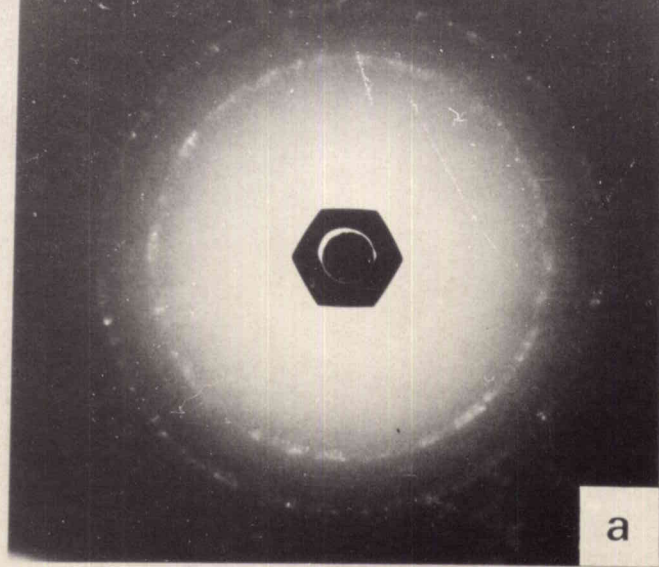
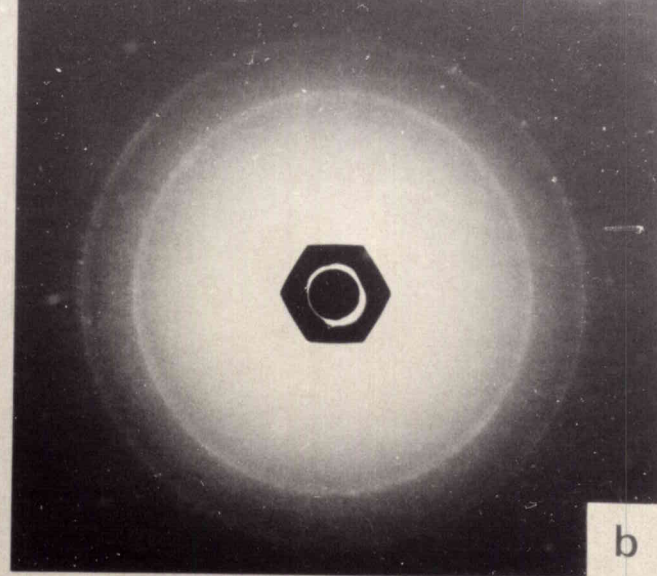


Fig. III. 16 Laiton U - Z 40 - Coupe longitudinale

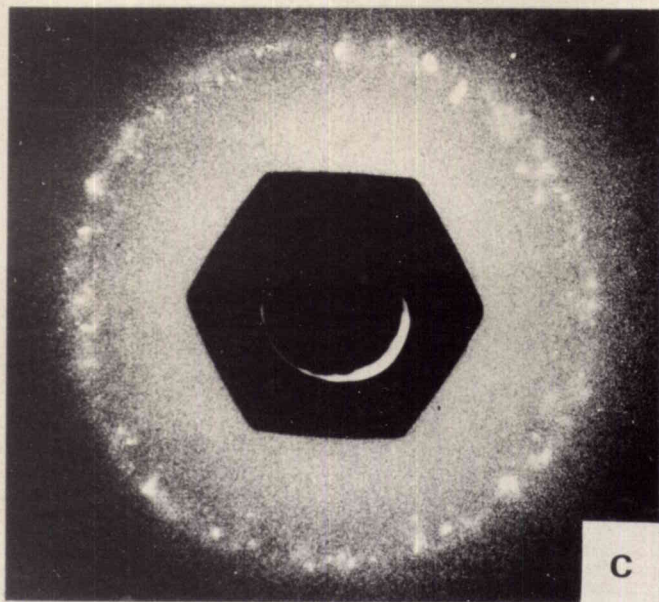
- a) Déformé  $T = 400^{\circ} C - \dot{\epsilon} = 10^{-1} mn^{-1} - e = 20 \%$  bandes  $\alpha$  ( $G=1\ 000$ )  
 b) Déformé  $T = 500^{\circ} C - \dot{\epsilon} = 10^{-1} mn^{-1} - e = 60 \%$  bandes  $\alpha$  ( $G=1\ 000$ )  
 c) Déformé  $T = 600^{\circ} C - \dot{\epsilon} = 10^{-2} mn^{-1} - e = 20 \%$  zones intermédiaires ( $G=550$ )  
 d) Déformé  $T = 600^{\circ} C - \dot{\epsilon} = 10^{-1} mn^{-1} - e = 20 \%$  zones intermédiaires ( $G=550$ )



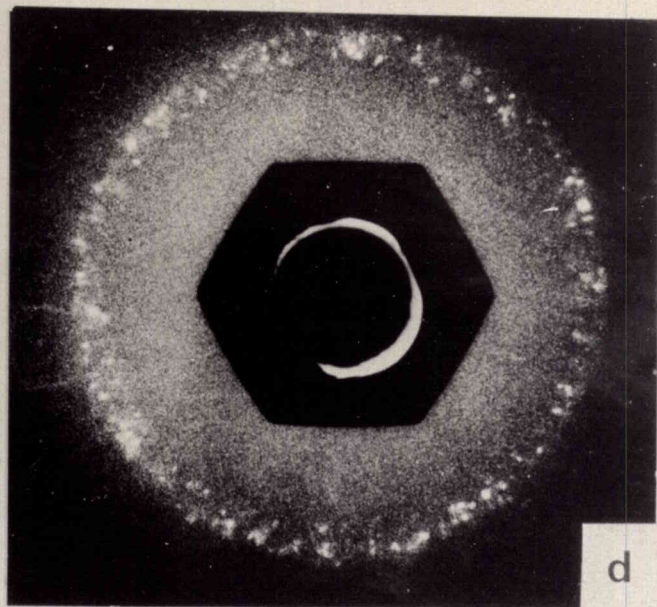
a



b



c



d

Fig. III. 17 Laiton U - Z 40 - Clichés DEBYE-SCHERRER

- a) Déformé  $T = 600^{\circ} \text{C}$  -  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$  -  $e = 60 \%$
- b) Déformé  $T = 600^{\circ} \text{C}$  -  $\dot{\epsilon} = 1 \text{mn}^{-1}$  -  $e = 60 \%$
- c) Déformé  $T = 600^{\circ} \text{C}$  -  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$  -  $e = 60 \%$  (phase  $\beta$ )
- d) Déformé  $T = 600^{\circ} \text{C}$  -  $\dot{\epsilon} = 1 \text{mn}^{-1}$  -  $e = 60 \%$  - (phase  $\beta$ )

- (1) D.M.R. TAPLIN, G.L. DUNLOP, S. SAGAT et R.H. JOHNSON -  
An Interamerican Approach For the Seventies Materials Technology  
1 (1970) 253
- (2) M.S. STAMFORD - Copper, 3 (1969) 10
- (3) S. SAGAT, P. BLENKINSOP et D.M.R. TAPLIN - J. Inst. Metals,  
100 (1972) 268
- (4) B.M. WATTS et M. J. STOWELL - J. Mat. Sci., 6 (1971) 228
- (5) M.A. CLARK et T.H. ALDEN - Acta. Met., 21 (1973) 1195
- (6) D.M. TURNER - Thèse British Columbia (1971)
- (7) S. SAGAT - Thèse Waterloo (1971)
- (8) R.J. LINDINGER, R.C. GIBSON et J. H. BROPHY - Trans. A.S.M.,  
62 (1969) 230

C H A P I T R E IV

D I S C U S S I O N

IV. DISCUSSIONIV. 1 STRUCTURE ET CONTRAINTE D'ECOULEMENT

Les études métallographiques sur les deux laitons nous ont permis de suivre l'évolution de la structure au cours de la déformation dans le domaine superplastique. Nous allons tenter d'interpréter cette évolution et de montrer comment elle influence la contrainte. La structure du laiton U-Z 40 étant très complexe, nous conduirons cette étude sur le laiton de soudobrasure. Nous confirmerons ces résultats par quelques essais complémentaires et nous aborderons le cas du laiton U-Z 40. Enfin nous verrons l'influence de l'évolution de la structure sur les méthodes de détermination du coefficient  $m$  sensible à la vitesse de déformation.

IV. 1.1. Laiton de soudobrasureIV. 1.1.1 INTERPRETATION DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE  
AU COURS DE LA DEFORMATION SUPERPLASTIQUE

L'étude microstructurale a mis en évidence deux facteurs dans l'évolution de la structure :

- Le passage à l'état équiaxe
- Le grossissement des phases

- Passage à l'état équiaxe

Cette évolution de la structure est schématisée sur la figure IV.1a<sup>(1)</sup> Sous l'effet de la contrainte, les phases s'allongent tout d'abord par déformation plastique et se divisent en deux grains qui par réduction d'aire deviennent approximativement équiaxes.

La séparation pourrait se produire au niveau d'un joint dans la phase allongée. Ce joint pourrait soit préexister soit résulter de la transformation d'un sous-joint de faible désorientation en un joint selon un mécanisme de dislocations. La séparation au niveau d'un joint a été mis en évidence au microscope électronique par transmission par TUNG CHU HO sur un alliage Al Cu (fig. IV. 2) <sup>(2)</sup>.

Le rapport  $\frac{D_{//}}{D_{\perp}}$  ne tend pas vers 1 : ce point peut être expliqué par le fait que la détermination de  $D_{//}$  et de  $D_{\perp}$  est faite sur une structure en constante évolution. Certaines phases se divisent encore alors que globalement la structure est devenue approximativement équiaxe.

Cette interprétation est confirmée par l'étude des clichés DEBYE-SCHERRER : on constate en effet que la phase  $\alpha$  subit une faible déformation plastique qui rend flous les anneaux DEBYE-SCHERRER ; celle-ci peut être due à la division des phases au cours de la déformation en particulier importante dans les premiers stades.

#### - Grossissement

Un grossissement des phases apparaît au cours de la déformation et comme nous l'avons vu (§ III. 1.2) il est facilité par la déformation.

En absence de déformation, le moteur du grossissement est la diminution des surfaces de joints et le grossissement semble contrôlé par la diffusion des lacunes. La taille des phases augmente rapidement au début du recuit puis tend à se stabiliser (fig. III.4).

La déformation dans le domaine superplastique fait intervenir le glissement aux joints qui est accompagné de rotation des phases. On peut alors supposer que celle-ci permet la rencontre de phases identiques. Ensuite par diffusion, les phases deviennent équiaxes <sup>(1)</sup> (fig. IV. 1b). Il en résulterait que le grossissement, toutes choses égales par ailleurs, serait d'autant plus grand que la rotation serait plus importante c'est-à-dire que la valeur de  $m$  serait plus élevée. De plus on peut supposer qu'au cours du glissement aux joints, la densité de lacunes est plus élevée au voisinage des joints ce qui augmenterait la vitesse de diffusion. Ces deux effets se conjuguent pour accroître encore la vitesse de grossissement des phases.

Un article très récent <sup>(3)</sup> (septembre 1973) confirme cette interprétation en montrant que l'augmentation relative de taille de grains  $\frac{\Delta D}{D_A}$  (où  $\Delta D$  est la différence entre la taille de grain  $D$  du matériau déformé et celle  $D_A$  du matériau recuit à la même température pendant le temps nécessaire à la déformation) sur un alliage Sn-1 % Bi semble varier comme la valeur de  $m$ . Ils ont de plus montré que  $\frac{\Delta D}{D_A}$  est une fonction linéaire

de la déformation (3).

Il faut cependant remarquer que dans le cas du laiton, la structure est tout à fait différente de l'alliage Sn-1 % Bi où une phase est fortement prépondérante, les précipités de Bi étant situés au niveau des joints de grains.

Notre étude ne visait pas le même but : nous nous préoccupions d'étudier l'influence de la structure sur la contrainte d'écoulement. C'est pourquoi nous avons plus spécialement suivi l'évolution de la taille des phases  $\alpha$  au cours de la déformation en fonction de la vitesse de déformation sans la comparer à  $D_A$ .

Nous avons ainsi montré que la taille des phases est d'autant plus importante à déformation donnée que la vitesse de déformation est plus faible. Ce résultat semble évident car d'une part le temps de maintien à la température de l'essai est plus grand entraînant une diffusion plus importante et d'autre part aux vitesses les plus faibles utilisées, les valeurs de  $m$  sont plus élevées favorisant la rotation et la rencontre des phases.

#### IV. 1.1.2 INFLUENCE DE L'EVOLUTION DE STRUCTURE SUR LA

#### CONTRAINTES D'ECOULEMENT

Nous allons successivement étudier l'influence des deux facteurs caractéristiques de l'évolution de la structure et voir comment ces deux effets peuvent se combiner pour rendre compte des courbes contrainte-déformation observées.

#### - Influence du passage à l'état équiaxe

Le passage des phases à l'état équiaxe étant associé à un mécanisme de déformation plastique par dislocations, la contrainte d'écoulement devrait être voisine de celle que l'on obtiendrait si le matériau était déformé dans le domaine 3. On constate sur la figure IV. 3 que cette valeur est plus élevée à vitesse de déformation donnée que la valeur correspondant à la déformation dans le domaine 2.

Selon cette interprétation, la contrainte devrait passer par un maximum, diminuer puis tendre vers une constante lorsque la structure est devenue équiaxe car dans ce cas, les mécanismes caractéristiques de la déformation superplastique interviennent.

#### - Influence du grossissement

Selon les différents modèles de déformation des matériaux superplastiques, la contrainte est d'autant plus élevée que la taille des grains est plus grande (cf § I.1.1.4) et la loi de variation est du type :

$$\sigma \propto D^{ma} \quad \text{IV. 1}$$

où  $a = 1, 2$  ou  $3$  selon les modèles (4,5).

Sous forme différentielle cette relation peut s'écrire en supposant le produit  $ma$  constant :

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = ma \frac{dD}{D} \quad \text{IV. 2}$$

On constate ainsi que l'augmentation de contrainte est d'autant plus grande que la valeur de  $m$  est plus élevée et le grossissement plus important.

#### REMARQUE

Un calcul effectué en annexe II montre qu'une déformation de l'éprouvette dans les mors peut entraîner une augmentation apparente de la contrainte. Nous avons vérifié lors des essais que cet effet n'intervenait pas en nous assurant que la déformation était toujours concentrée dans la partie utile de l'échantillon.

#### - Effets conjugués

L'évolution de la structure au cours de la déformation modifie le comportement mécanique du matériau. Ainsi au cours d'essais à vitesse de déformation constante, la contrainte subit l'influence de trois facteurs :

- La vitesse de déformation par l'intermédiaire du coefficient  $m$  (relation I.2)



- Le passage des phases à l'état équiaxe : ce processus tend à diminuer la contrainte.
- Le grossissement des phases qui tend à augmenter la contrainte.

Ces deux derniers facteurs ont des importances relatives plus ou moins importantes suivant la vitesse de déformation.

- A vitesse de déformation élevée, la croissance des grains étant faible, le changement de forme des phases (fig. III. 5) entraîne une forte décroissance de la contrainte (fig. III. 2). Il faut remarquer que la contrainte d'écoulement passe par un maximum qui correspond approximativement au maximum du rapport  $\frac{D}{D_1}$  (fig. III.5).

Certains auteurs (6) ont attribué ce maximum au début de l'instabilité plastique. Les précautions expérimentales prises (§ II. 4) nous permettent d'affirmer que ce facteur n'intervenait pas lors des essais.

- A vitesse de déformation faible, la croissance des phases associée à une valeur de  $m$  plus élevée devient le facteur prépondérant ; la contrainte augmente alors au cours de la déformation.
- A vitesse de déformation intermédiaire, ces deux facteurs peuvent s'équilibrer, la contrainte restant approximativement constante.

#### IV. 1.2 Etudes complémentaires

Des études complémentaires ont été réalisées de façon à confirmer l'influence du passage à l'état équiaxe et du grossissement sur la contrainte d'écoulement.

#### IV. 1.2.1 ALLIAGE Cu-7 % P

Des essais de traction à vitesse de déformation constante ont été effectués en collaboration avec G. HERRIOT sur un alliage Cu-7 % P produit par filage à 500° C <sup>(1)</sup>. Cet alliage présente un comportement superplastique à 550° C dans un domaine de vitesses compris entre  $5 \times 10^{-3}$  et  $1 \text{ mn}^{-1}$  avec des valeurs du coefficient  $m$  de l'ordre de 0,5.

Une étude microstructurale montre qu'il présente une structure voisine de celle du laiton de soudobrasure avec des phases allongées dans le sens du filage. Au cours de la déformation, les phases deviennent très rapidement équiaxes et un grossissement important apparaît. L'augmentation de la contrainte due au grossissement et la valeur élevée du coefficient  $m$  (relation IV. 2) masque la diminution de contrainte due au passage à l'état équiaxe et la contrainte augmente au cours de la déformation (fig. IV. 4).

#### IV. 1.2.2 LAITON A STRUCTURE APPROXIMATIVEMENT EQUIAXE

Des études identiques à celles du laiton de soudobrasure ont été effectuées sur un laiton U-Z 40 qui présentait une structure approximativement équiaxe après recuit, la taille des grains étant d'environ 12 microns et le rapport  $\frac{D_{//}}{D_{\perp}}$  de l'ordre de 1,15.

$D_{\perp}$

Un passage peu important à l'état équiaxe associé à un grossissement de phases analogue à celui du laiton de soudobrasure font que la contrainte d'écoulement augmente au cours de la déformation sauf aux plus grandes vitesses de déformation (fig. IV. 5). Dans ce cas, l'augmentation de contrainte due au grossissement est insuffisante pour masquer la diminution due au passage à l'état équiaxe.

#### REMARQUE :

Jusqu'à présent, nous avons considéré uniquement le rôle de la forme des phases caractérisée par le rapport  $\frac{D_{//}}{D_{\perp}}$ . Or il se pourrait qu'un matériau après recuit ne présente pas immédiatement un comportement de type superplastique. En effet la disparition d'aspérités sur les joints

au début de la déformation pourrait entraîner une diminution de la contrainte en rendant plus facile le glissement aux joints. De telles aspérités ont été mises en évidence avant déformation par STOWELL sur l'alliage eutectique Al Cu<sup>(7)</sup>.

Dans le cas du laiton presque équiaxe après recuit, cet effet pourrait se superposer à celui dû au passage à l'état équiaxe.

#### IV. 1.2.3 LAITON DE SOUDOBRESURE PREDEFORME

Une éprouvette a été prédéformée dans le domaine superplastique de 65 % à une vitesse de déformation égale à  $2,5 \times 10^{-2} \text{ mm}^{-1}$  de manière à rendre la structure approximativement équiaxe. Après un arrêt de 1 minute, on constate que : (fig. IV. 6).

- Le maximum ne réapparaît pas, mettant bien en évidence l'influence du passage à l'état équiaxe sur la contrainte.
- La contrainte est plus élevée après l'arrêt qu'avant du fait du grossissement des phases.

#### IV. 1.2.4 ALLIAGE EUTECTIQUE PbSn

Deux types d'essais ont été réalisés sur cet alliage à température ambiante :

- Des essais de fluage à contrainte constante (8)
- Des essais de traction à vitesse de déformation constante.

L'alliage produit par filage présente une structure équiaxe après recuit ; la taille des phases est de l'ordre de 3 microns et demeure constante au cours de la déformation.

Les essais effectués ont alors montré un état transitoire dans les courbes déformation-temps obtenues à contrainte constante (fig. IV.7)

ou contrainte-déformation à vitesse  $\dot{\epsilon}$  constante. Comme précédemment, on peut attribuer cette transition à une évolution de structure permettant un glissement aux joints plus facile. Ensuite apparaît un état stationnaire caractérisé soit par une vitesse  $\dot{\epsilon}$  constante soit par une contrainte constante ; ce résultat est en accord avec le fait que la taille des phases demeure constante au cours de la déformation.

Toutes ces études permettent d'affirmer que le comportement mécanique est influencé par :

- l'évolution de la structure qui permet au matériau de se déformer superplastiquement. Ce processus tend à diminuer la contrainte.
- Le grossissement des phases qui tend à augmenter la contrainte, grossissement d'autant plus important que la vitesse de déformation est plus faible.

#### IV. 1.3 Laiton U-Z 40

##### IV. 1.3.1 EVOLUTION DE LA STRUCTURE AU COURS DE LA DEFORMATION SUPERPLASTIQUE

Nous avons vu (§ III. 2.2) que la structure du matériau après recuit était constituée de deux zones :

- Une zone formée de grosses bandes  $\alpha$  contenant des grains approximativement équiaxes.
- Une zone intermédiaire s'apparentant à celle du laitton de soudobrasure mais avec un caractère directionnel plus accentué.

Après déformation dans le domaine superplastique :

- 1) Les zones intermédiaires évoluent de façon identique mais en raison du caractère très directionnel des phases, une structure équiaxe ne semble pas pouvoir être atteinte même après des taux de déformation de 100 %.

- 2) Les bandes  $\alpha$  gardent leur entité et il n'apparaît pas de glissement aux joints de grains bien que les grains soient équiaxes. Il semble que les joints de grains ne participent pas à la déformation et que seuls les joints de phases  $\alpha - \beta$  interviennent.

La sous-structure qui apparaît pourrait être attribuée à un mode de déformation par dislocations. Ce point est confirmé par les clichés DEBYE-SCHERRER réalisés sur la phase  $\alpha$  (fig. III. 17 a). Ceux-ci deviennent flous au cours de la déformation et semblent alors montrer une déformation plastique de cette phase.

On remarque également que la phase  $\beta$  se déforme plastiquement (fig. III. 17 c).

Cette évolution de la structure met en évidence une déformation à la fois à caractère superplastique et par mécanisme de dislocations.

Afin de confirmer que les figures d'attaque observées sont bien dues à des dislocations, le même matériau a été déformé à des vitesses de déformation plus grandes (ou) à des températures plus basses pour lesquelles les valeurs de  $m$  sont plus faibles, inférieures ou égales à 0,2. Nous avons vu sur le tableau III. 4 que le mécanisme de déformation par dislocations devenait prédominant avec l'apparition de figures d'attaque plus denses et de structures très perturbées avec formation de cellules. Les clichés DEBYE-SCHERRER (fig. III. 17 b et d) ont confirmé ces résultats.

#### IV. 1.3.2 INFLUENCE DE L'EVOLUTION DE LA STRUCTURE SUR LA CONTRAINTE

Au début, la déformation est plus proche de celle d'un matériau classique que d'un matériau superplastique. La contrainte prend alors une valeur très proche de  $\sigma_{DP}$  (fig. IV. 3). Ensuite la contrainte décroît mais, en raison du caractère directionnel très accentué des phases, ne tend pas vers une valeur constante. L'augmentation de contrainte due au grossissement des phases est alors insuffisante pour compenser cette diminution

importante sauf peut-être dans le cas où la vitesse de déformation est très faible.

#### IV. 1.4 Conclusion

La plupart des auteurs qui ont établi des relations entre la contrainte et la vitesse de déformation ont négligé l'influence de la structure en la caractérisant simplement par une taille de "grains". Ceux qui ont tenté de l'étudier se sont généralement limité à l'évolution de cette taille de "grains". Or nous venons de montrer que le problème est en fait beaucoup plus compliqué : la contrainte dépend de plusieurs paramètres liés à la structure du matériau (passage à l'état équiaxe, disparition d'aspérités sur les joints et grossissement des phases). Ainsi pour un matériau déformé à température constante, la contrainte ne peut pas être déterminée simplement par la seule connaissance de la vitesse de déformation, il faut nécessairement y inclure la structure :

$$\begin{aligned}\sigma &= f(\dot{\epsilon}, \text{structure}) \\ \text{structure} &= g(\epsilon, \dot{\epsilon})\end{aligned}\quad \text{IV. 3}$$

#### IV. 1.5 Mesure du coefficient m apparent

Le coefficient  $m$  mesure la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. La détermination de  $m$  par l'expression  $m = \frac{\partial \text{Log } \sigma}{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}$  suppose que la mesure soit effectuée à structure constante (cf relation IV.3). On peut alors se demander quelle sera la signification d'une valeur mesurée du coefficient  $m$  sur un matériau dont la structure évolue au cours de la déformation comme il semble être le cas pour la plupart des matériaux superplastiques.

Trois méthodes essentielles permettent d'atteindre le coefficient  $m$  :

- Pente de la courbe contrainte-vitesse de déformation.
- Méthode des sauts de vitesses
- Méthode de relaxation.

Nous allons principalement discuter des deux premières méthodes car ce sont de loin les plus utilisées par les auteurs pour mesurer le coefficient  $m$ , et définir ainsi le caractère superplastique d'un matériau.

#### IV. 1.5.1 COURBE CONTRAINTE-VITESSE DE DEFORMATION

Cette méthode de mesure de  $m$  consiste à déterminer expérimentalement la courbe contrainte vitesse de déformation et à calculer la pente correspondant à chaque vitesse de déformation. Elle dépend donc de la validité de la courbe  $\sigma - \dot{\epsilon}$ .

Prenons par exemple l'essai de traction à vitesse  $\dot{\epsilon}$  constante. Plusieurs échantillons sont déformés à différentes vitesses et la courbe contrainte-déformation est déterminée pour chacune de ces vitesses. Deux cas peuvent alors se présenter :

- La contrainte demeure constante au cours de la déformation
- La contrainte varie

Dans le premier cas on peut supposer que la structure du matériau n'évolue pas ; la courbe contrainte-vitesse de déformation est alors obtenue en associant à chaque vitesse de déformation, la contrainte correspondant à un taux de déformation quelconque.

Dans le second cas, le problème est beaucoup plus compliqué ; la contrainte dépend de la structure qui évolue au cours de la déformation. On peut tracer différentes courbes  $\sigma - \dot{\epsilon}$  à différents taux de déformation comme le font la plupart des auteurs. Nous avons représenté sur la figure IV. 8, à partir des résultats de la figure III. 2 relatifs au laiton de soudobrasure, les courbes  $\sigma - \dot{\epsilon}$  obtenues à différentes déformations. On remarque d'une part que les valeurs de  $m$  déduites de la pente dépendent de  $\epsilon$  et d'autre part que celles déduites d'une des courbes  $\sigma - \dot{\epsilon}$  n'ont pas de sens car pour chacun des points la structure du matériau est nécessairement différente. Aussi, les courbes  $\sigma - \dot{\epsilon}$  à déformation constante conduisent à des valeurs de  $m$  nécessairement trop faibles puisque la contrainte est d'autant plus augmentée que la vitesse  $\dot{\epsilon}$  est plus faible.

Cette méthode de détermination de  $m$  apparaît donc fortement critiquable du fait du peu de validité de la courbe  $\sigma - \dot{\epsilon}$ . Or tous les modèles aboutissent à une relation liant la contrainte à la vitesse de déformation par l'intermédiaire de  $m$ . Il apparaît alors facile de trouver un modèle et d'ajuster une courbe théorique sur des résultats expérimentaux obtenus par cette méthode.

#### IV. 1.5.2 METHODE DES SAUTS DE VITESSE

Cette méthode a été abordée dans le chapitre II relatif aux "Techniques Expérimentales". Nous allons tout d'abord la rappeler afin de faciliter la discussion.

Une éprouvette est déformée à une vitesse  $V_1$  jusqu'à ce qu'un régime permanent soit atteint; la vitesse est alors augmentée instantanément d'un facteur 2 ou 2,5 soit  $V_2$  puis diminuée à nouveau jusqu'à  $V_1$  (fig. II. 3).

Plusieurs méthodes ont été proposées pour déduire de cette courbe la valeur du coefficient  $m$ . HEDWORTH et STOWELL <sup>(9)</sup> les ont analysées et nous allons tout d'abord reprendre cette étude.

La première méthode due à BACKOFEN et al <sup>(10)</sup> consiste à extrapoler la courbe obtenue à vitesse  $V_1$  jusqu'à un point C de telle sorte que les déformations en C et B (correspondant à la charge maximale à la vitesse  $V_2$ ) soient égales. Le coefficient  $m$  est alors calculé par la formule :

$$m_1 \approx \frac{\text{Log } \frac{\sigma_B}{\sigma_C}}{\text{Log } \frac{\dot{\epsilon}_B}{\dot{\epsilon}_C}} = \frac{\text{Log } \frac{P_B}{P_C}}{\text{Log } \frac{V_2}{V_1}} \quad \text{IV. 4}$$

où  $P_B$  et  $P_C$  représentent les charges en B et C respectivement.



Une deuxième méthode proposée par NAZIRI<sup>(11)</sup> et MORRISSON<sup>(12-13)</sup> consiste à calculer  $m$  par l'expression :

$$m_2 = \frac{\text{Log } \frac{\sigma_B}{\sigma_A}}{\text{Log } \frac{\dot{\epsilon}_B}{\dot{\epsilon}_A}} \quad \text{IV. 5}$$

où A et B sont les points correspondant à la charge maximale pour les vitesses  $V_1$  et  $V_2$ .

HEDWORTH et STOWELL ont constaté sur un alliage Al-Cu que ces deux méthodes conduisaient à des résultats différents entre elles et ces différences apparaissent si on transforme le diagramme charge-temps en diagramme contrainte-déformation à vitesse de déformation constante. Ce point a été également mentionné par NUTTALL<sup>(14)</sup>.

Deux cas peuvent être distingués :

1. La contrainte est indépendante de la déformation quelque soit la vitesse  $\dot{\epsilon}$  (fig. IV. 9a). Les deux méthodes conduisent alors à la même valeur de  $m$ .
2. Dans le cas où la contrainte est influencée par la structure, on peut encore distinguer deux cas.
  - La contrainte diminue quelque soit  $\dot{\epsilon}$  (fig. IV 9b) alors  $m_1 > m_2$ .
  - La contrainte augmente quelque soit  $\dot{\epsilon}$  (fig. IV 9c) alors  $m_1 < m_2$ .

L'avantage de la méthode proposée par BACKOFEN est que les contraintes sont comparées à déformation constante. Cependant, elle nécessite une extrapolation qui peut introduire des erreurs.

La deuxième méthode ne demande pas d'extrapolation mais compare des contraintes qui ne correspondent pas au même taux de déformation.

Ces deux méthodes présentent un inconvénient majeur supplémentaire : elles conduisent toutes deux à des résultats incohérents lorsque les sauts de vitesse sont effectués de  $V_1$  à  $V_2$  ou de  $V_2$  à  $V_1$ . En effet nous avons considéré uniquement le cas de sauts effectués de  $V_1$  à  $V_2$  mais il n'y a aucune raison d'exclure le saut de  $V_2$  à  $V_1$ . Les différents cas que nous avons signalés plus haut conduisent alors à des résultats inversés.

Une troisième méthode a été proposée par HEDWORTH et STOWELL<sup>(9)</sup> : elle consiste à extrapoler la courbe obtenue lors du changement de vitesse ;  $m$  est alors calculé par l'expression :

$$m \approx \frac{\text{Log } \frac{P_E}{P_D}}{\text{Log } \frac{V_2}{V_1}} \quad \text{IV. 6}$$

Selon les auteurs, cette méthode présente l'avantage de conduire à des résultats cohérents pour des sauts de vitesse effectués de  $V_1$  à  $V_2$  ou de  $V_2$  à  $V_1$ . C'est en fait une variante de la méthode 1 les contraintes étant calculées à la même déformation pour la même structure du matériau si on néglige l'influence du changement de vitesse.

L'analyse de ces différentes méthodes nous a montré la difficulté de mesurer la valeur de  $m$ . Il semble que la troisième puisse atteindre une valeur relativement correcte caractéristique de l'état de structure au moment du saut de vitesse. Cependant quelle est la signification physique d'une telle grandeur obtenue sur un matériau dans des conditions particulières (déformation, vitesse de déformation, température, structure) ?

Pour définir un domaine superplastique, il faut nécessairement connaître la variation du coefficient  $m$  en fonction de la vitesse de déformation si on choisit comme critère de superplasticité la valeur élevée du coefficient  $m$ . Le problème est alors de déterminer cette courbe expérimentalement.

Deux méthodes peuvent être utilisées :

- La première consiste sur le même échantillon à effectuer toute une série de sauts de vitesse correspondant aux domaines de vitesses étudiées et à calculer à chaque saut la valeur de  $m$ . Les différents points ne correspondant pas à la même structure du matériau, il apparaît alors impossible et sans signification de tracer cette courbe.
- La deuxième méthode consiste à déformer plusieurs échantillons à des vitesses de déformation différentes et à effectuer le saut de vitesse après un taux de déformation donné. Même si on suppose que les structures des différentes éprouvettes sont identiques avant l'essai, les différentes valeurs mesurées du coefficient  $m$  ne sont pas uniquement caractéristiques de la vitesse de déformation car elles correspondent à des structures différentes pour le matériau.

#### IV. 1.5.3 CONCLUSION

La variation du coefficient  $m$  apparent en fonction de la vitesse de déformation est totalement impossible à déterminer. Comme les valeurs des contraintes limites sont difficiles à atteindre par l'expérience et par le calcul, les valeurs réelles du coefficient  $m$  sont nécessairement mal connues et cette ignorance peut entraîner plusieurs conséquences :

- L'accord entre la théorie et les résultats expérimentaux ne prouvent pas la validité du modèle proposé pour expliquer ces résultats. Ce sont essentiellement les observations qui permettraient de prouver la validité d'un mécanisme de déformation.
- Elle explique le désaccord observé par certains auteurs entre la valeur de  $m$  déduite de la pente de la courbe  $\sigma-\dot{\epsilon}$  et celle obtenue par la méthode des sauts de vitesse même si on néglige l'effet d'une éventuelle non uniformité de déformation.

- Elle explique que l'on peut obtenir des déformations importantes, notamment à grandes vitesses de déformation, pour des valeurs de  $m$  apparemment faibles.

La mesure correcte de  $m$  à différentes vitesses de déformation nécessiterait d'effectuer des opérations complexes de déformation et recuit sur le matériau devenu équiaxe pour amener la structure de celui-ci à une taille égale en supposant qu'aucun autre paramètre n'intervient. Cette méthode paraît évidemment inconcevable dans la pratique.

#### IV. 2 ROLE DES PHASES ET MODELES DE DEFORMATION SUPERPLASTIQUE

##### IV. 2.1. Rôle des phases $\alpha$ et $\beta$ dans le laiton 60/40

Nous limiterons la discussion de cette partie au laiton de soudobrasure car il présente une structure relativement simple.

Les observations au microscope métallographique ont montré que cette structure pouvait être caractérisée par un ensemble de phases  $\alpha$  "baignant" dans une matrice  $\beta$ . Nous avons montré en particulier que l'on pouvait rendre compte de la courbe contrainte-déformation par l'évolution (taille et forme) de la phase  $\alpha$ .

Les observations par la méthode DEBYE-SCHERRER ont également fait apparaître une différence de comportement dans le domaine superplastique. Lorsque la structure est devenue approximativement équiaxe, la phase  $\alpha$  ne semble pas présenter de déformation alors qu'il apparaît une déformation-intracristalline dans la phase  $\beta$ .

Ces observations expérimentales mettent en évidence les rôles différents joués par la phase  $\alpha$  et par la phase  $\beta$  au cours de la déformation dans le domaine superplastique. Elles sont confirmées par une étude de l'évolution de la texture des deux phases. On constate qu'après filage, le laiton de soudobrasure présente une texture de recristallisation (fig. IV.10) Après une déformation importante :

- La texture est réduite
- Cette réduction est plus importante pour la phase  $\alpha$  que pour la phase  $\beta$ .

Ces résultats sont en accord avec des études très récentes réalisées sur d'autres alliages superplastiques PbSn <sup>(15)</sup> et Al - 40 % Zn <sup>(16)</sup> qui font également apparaître une évolution différente pour les deux phases.

#### IV. 2.2. Modèles de déformation superplastique

Les différents modèles proposés pour interpréter le comportement superplastique assimilent le matériau à un ensemble de grains équiaxes et identiques. La déformation a lieu par glissement aux joints accompagné soit de diffusion soit de déformation plastique. Nous avons vu que la structure ne pouvait pas être uniquement caractérisée par la taille des grains mais qu'il fallait tenir compte de leur forme. De plus nous venons de montrer que les phases  $\alpha$  et  $\beta$  évoluent différemment au cours de la déformation superplastique. En conséquence, dans les relations théoriques proposées, il devrait être tenu compte de la taille et de la forme de chacune des phases puisque celles-ci jouent des rôles différents.

Notre étude a montré que la phase  $\beta$  se déformait plastiquement afin de permettre la rotation des phases  $\alpha$  par glissement le long des joints de phase  $\alpha - \beta$ . Il semble donc que, dans le cas du laiton 60/40, il faille rejeter les modèles de déformation superplastique où le glissement aux joints de grains est accompagné de diffusion et retenir plutôt un modèle où le glissement est accompagné de déformation plastique. Notre travail ne permet pas de savoir si les relations proposées par HAYDEN <sup>(17)</sup> (Modèle de glissement aux joints accompagné de déformation plastique. (Cf § I.2.3.2.) sont applicables car :

- Les valeurs mesurées du coefficient  $m$  apparent sont fortement sujettes à discussion.
- L'étude de l'évolution des tailles de phase  $\alpha$  et  $\beta$  n'a pas été réalisée.

D'ailleurs les relations théoriques proposées sont discutables car elles font appel à un certain nombre d'hypothèses "ad hoc" <sup>(18)</sup>.

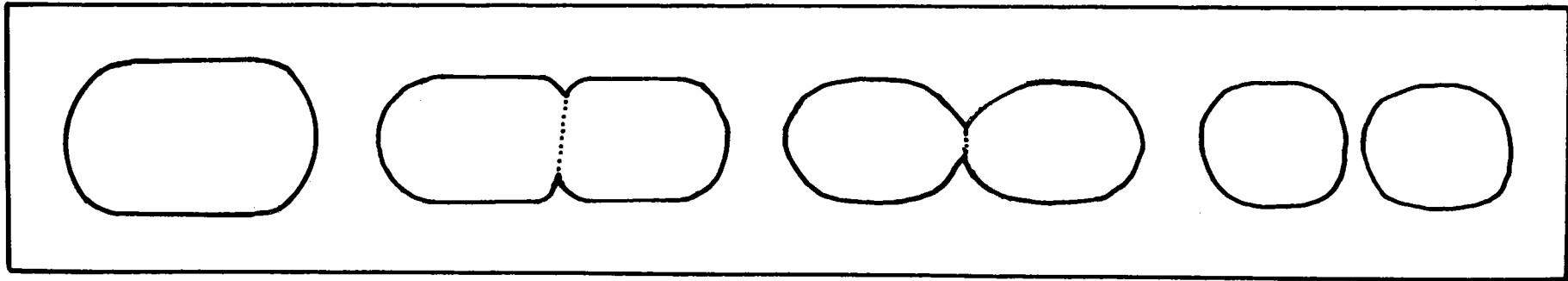


Fig. IV.1 a : Schéma d'évolution de la structure vers l'état équiaxe

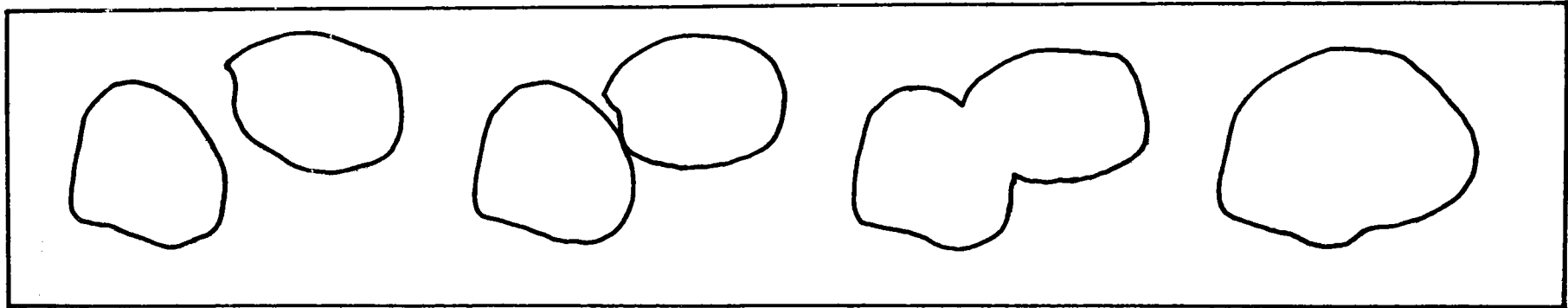


Fig. IV.1 b : Schéma d'évolution de la structure pour le grossissement des phases

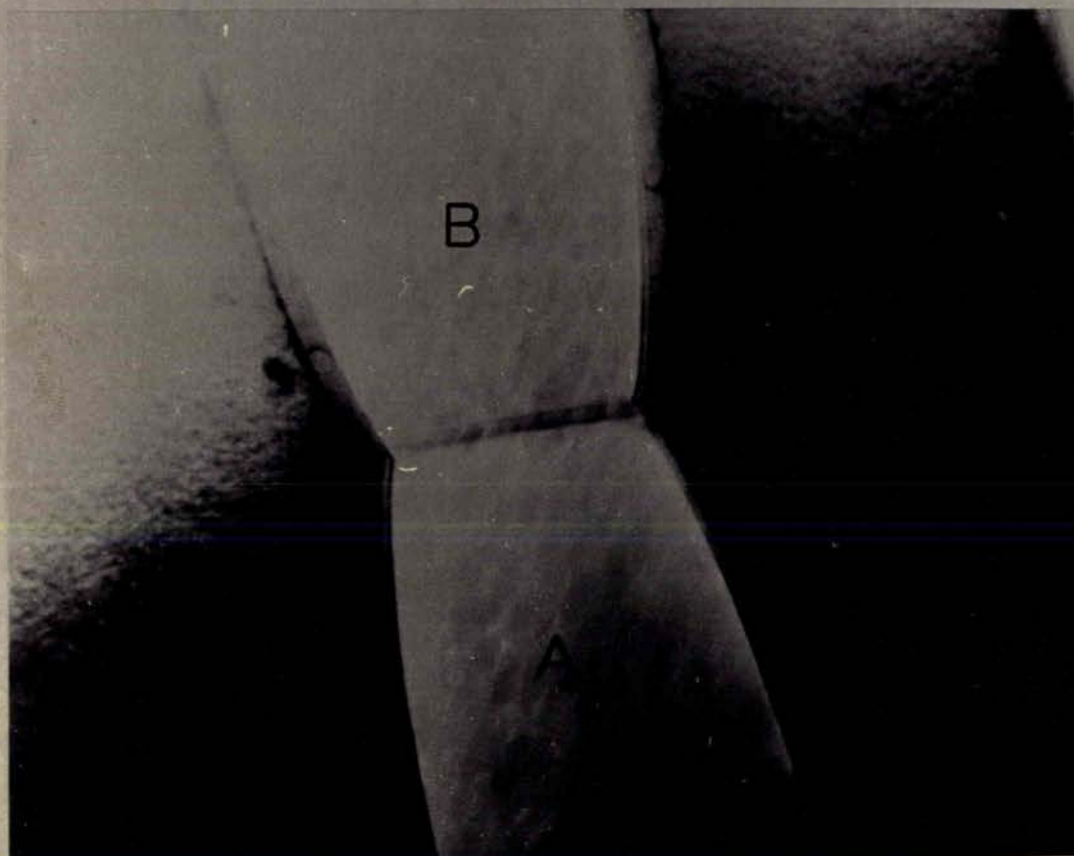


Fig. IV.2 : Micrographie réalisée au microscope électronique par transmission sur un alliage eutectique lamellaire Al-Cu mettant en évidence la séparation au niveau d'un sous-joint<sup>(2)</sup>.

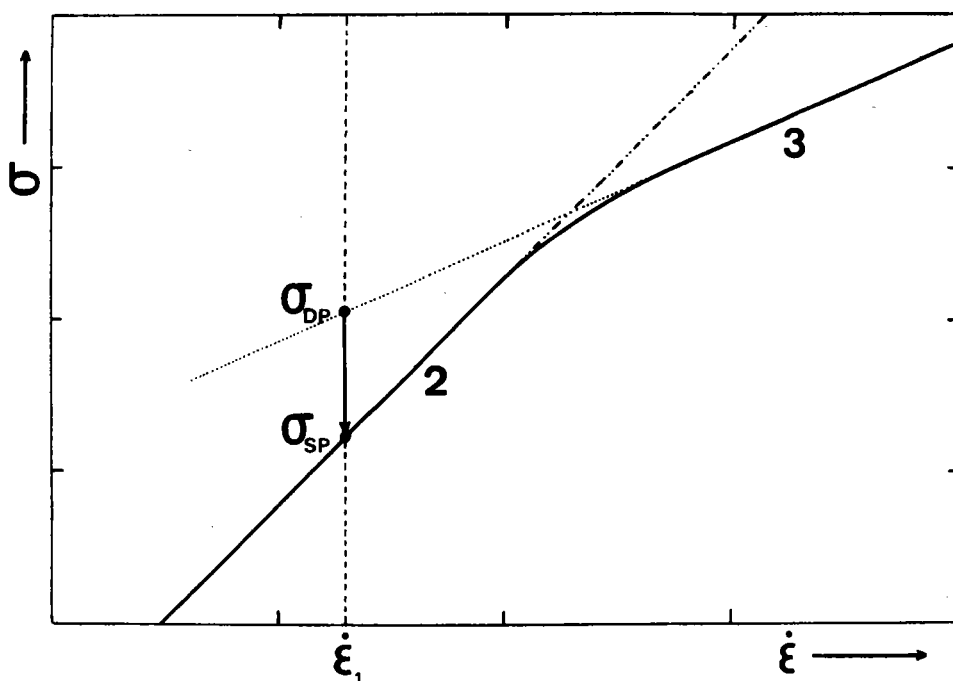


Fig. IV. 3. : Courbe théorique de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation. Mise en évidence, à vitesse  $\dot{\epsilon}$  donnée, de la différence des contraintes correspondant à une déformation dans le domaine 3 et dans le domaine 2.



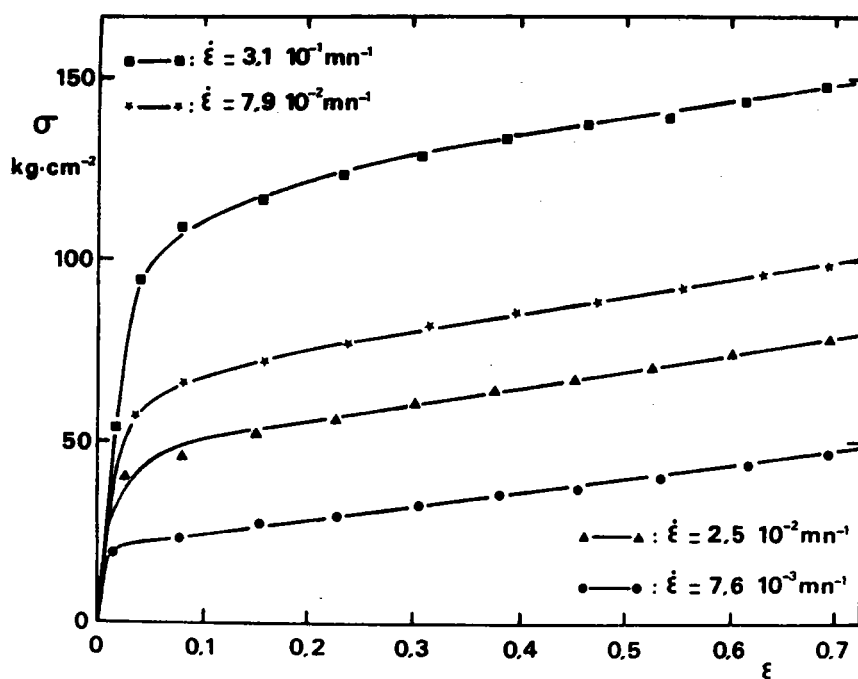


Fig. IV. 4. : Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation à différentes vitesses de déformation-  
Alliage Cu-7 % P.

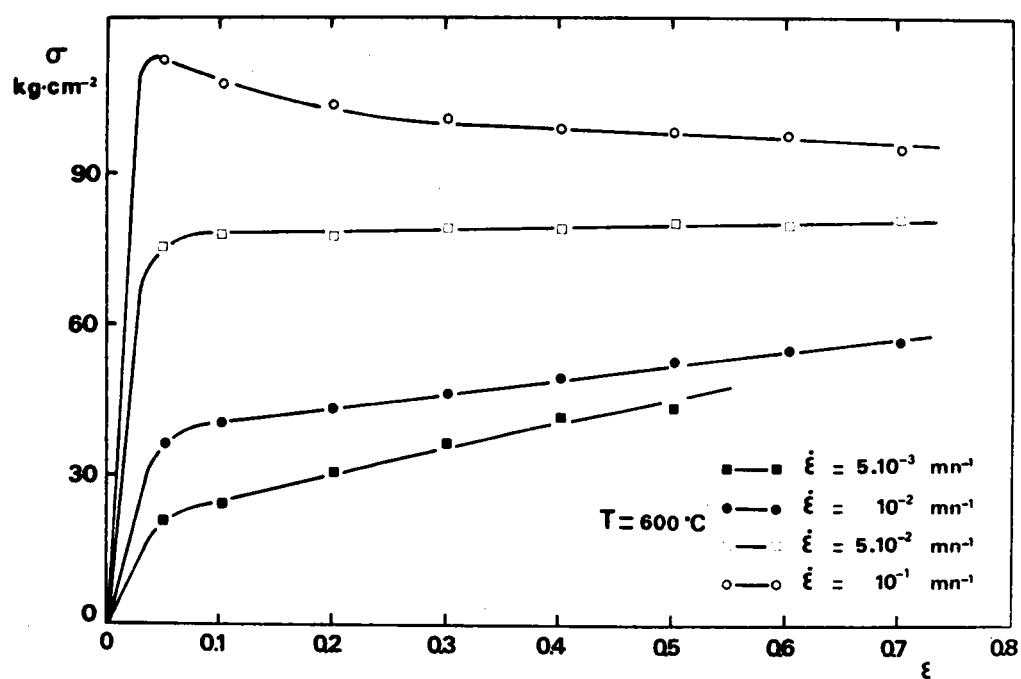


Fig. IV. 5. : Courbes de variation de la contrainte en fonction de la déformation à différentes vitesses de déformation.  
Laiton U - Z 40 à structure équiaxe après recuit.

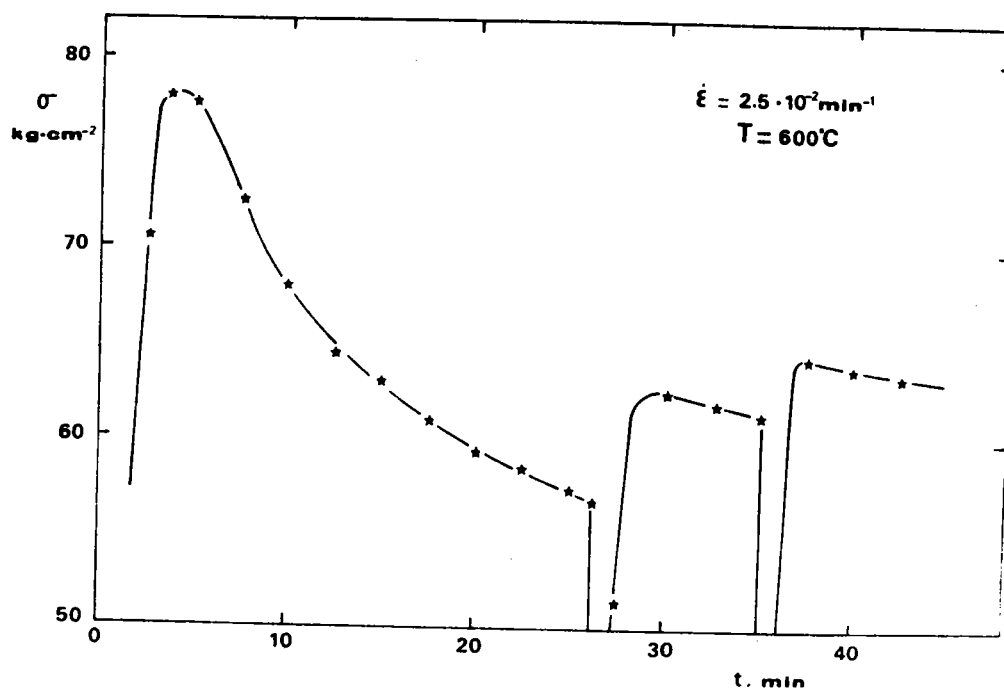


Fig. IV. 6. : Effet d'une interruption d'essai de traction sur la courbe contrainte-temps-Laiton de soudobrasure.

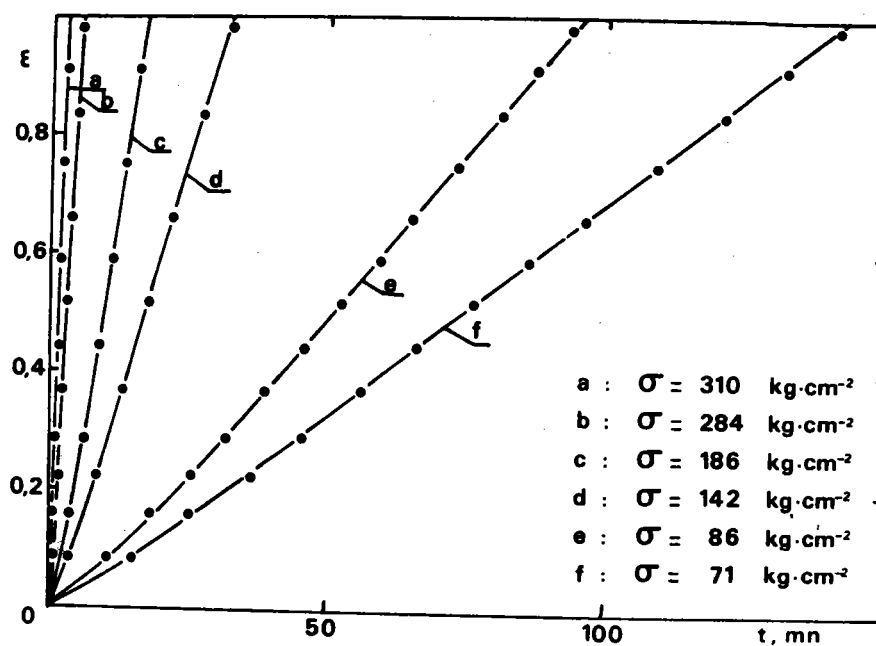


Fig. IV. 7. : Courbes de variation de la déformation en fonction du temps au cours d'essais de fluage à contrainte constante. Alliage eutectique Pb-Sn.

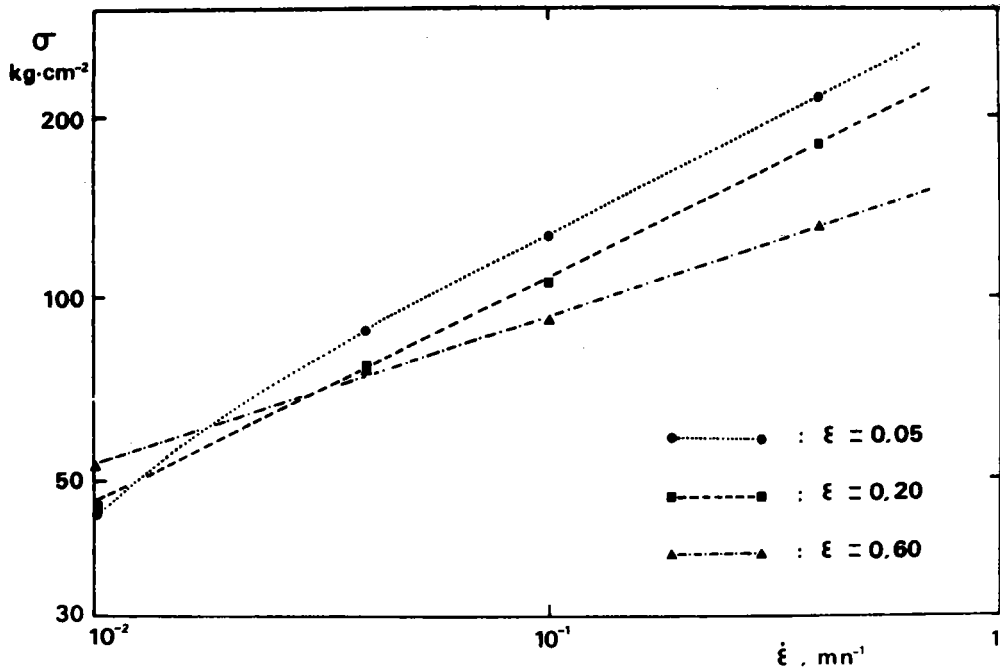


Fig. IV. 8. : Courbes de variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour différentes déformations. Laiton de soudobrasure.

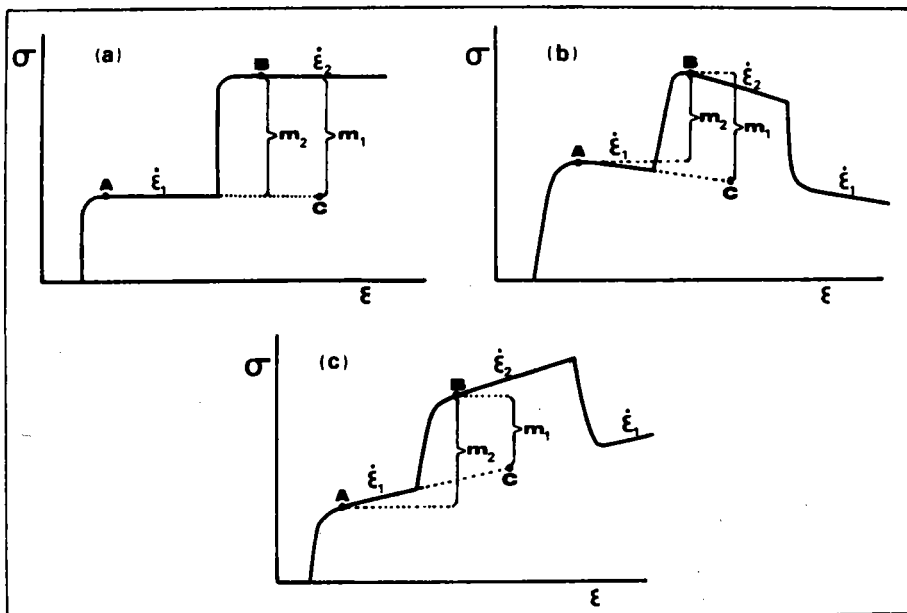


Fig. IV. 9 : Mise en évidence des différences entre les méthodes de BACKOFEN<sup>(10)</sup> et NAZIRI<sup>(11)</sup> pour la détermination de  $m$  par la technique du saut de vitesse.

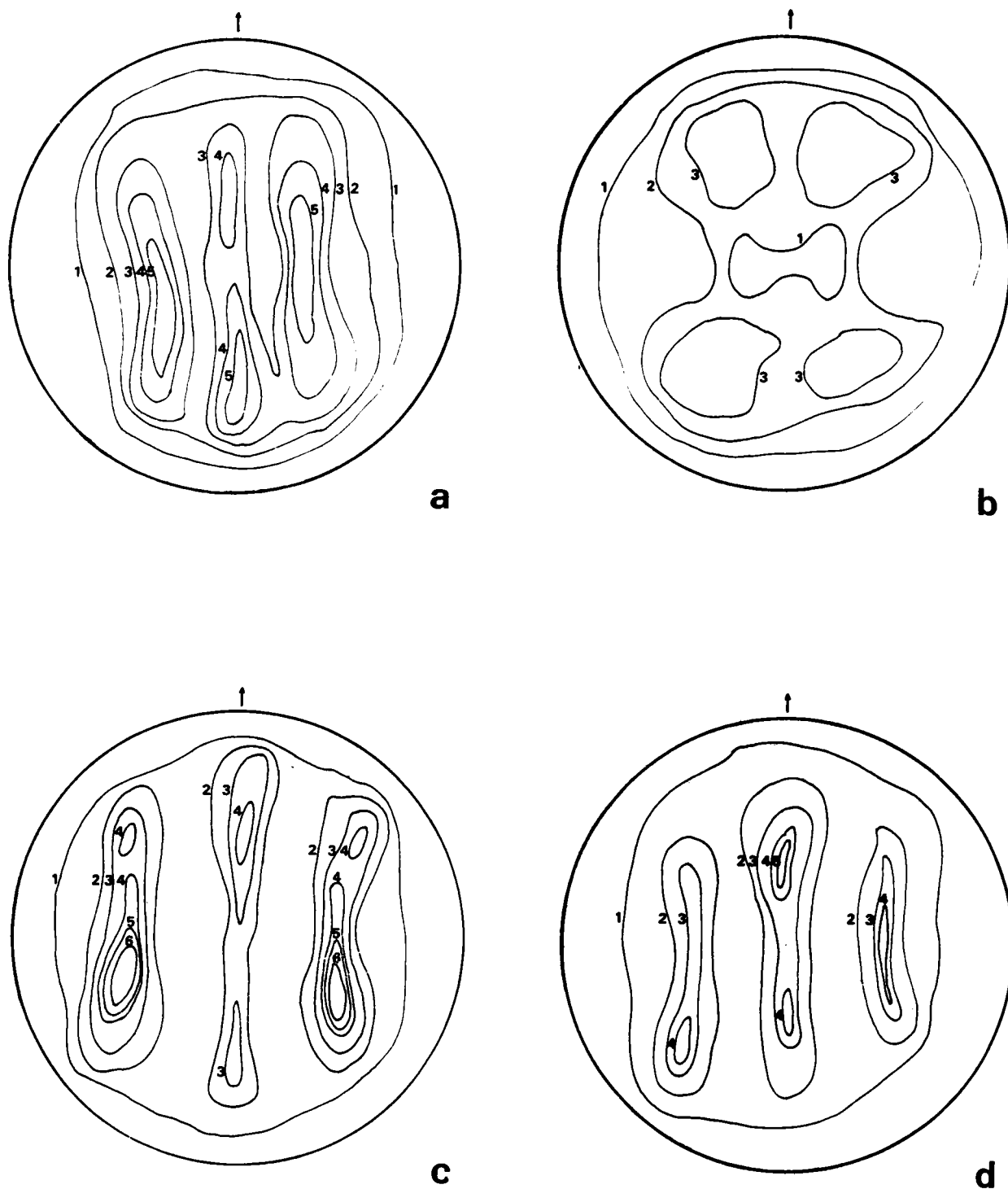


Fig. IV. 10. : Evolution de la texture du laiton de soudobrasure  
Figures de pôles (220)

a) Phase  $\alpha$  - non déformé  
c) Phase  $\beta$  - non déformé

b) Phase  $\alpha$  -  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$   $\epsilon = 70 \%$   
d) Phase  $\beta$  -  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$   $\epsilon = 70 \%$

BIBLIOGRAPHIE (CHAPITRE IV)

- (1) G. HERRIOT, M. SUERY et B. BAUDELET - Scripta. Met., 6 (1972) 657
- (2) E. TUNG CHU HO - Thèse TORONTO (1972)
- (3) M. A. CLARK et T. H. ALDEN - Acta. Met., 21 (1973) 1 195
- (4) P. J. MARTIN et W. A. BACKOFEN - Trans A.S.M., 60 (1967) 352
- (5) D. L. HOLT et W. A. BACKOFEN - Trans A.S.M., 59 (1966) 755
- (6) G. L. DUNLOP et D.M.R. TAPLIN - J. Mat. Sci., 7 (1972) 84
- (7) M. J. STOWELL, J. L. ROBERTSON et B. M. WATTS - Met. Sci. J. 3 (1969) 41
- (8) B. BAUDELET et M. SUERY - J. Mat. Sci., 7 (1972) 512
- (9) J. HEDWORTH et M. J. STOWELL - J. Mat. Sci., 6 (1971) 1 061
- (10) W. A. BACKOFEN, I. R. TURNER et D. H. AVERY - Trans A.S.M.  
Quart., 57 (1964) 980
- (11) H. NAZIRI et R. PEARCE - J. Inst. Metals, 97 (1969) 326
- (12) W. B. MORRISON - Trans A.S.M., 61 (1968) 423
- (13) W. B. MORRISON - Trans. Met. Soc. AIME., 242 (1968) 2 221
- (14) K. NUTTALL - Int. J. Mech. Sci., 13 (1971) 83
- (15) C.P. CUTLER et J.W. EDINGTON - Metal Sci. J., 5 (1971) 201
- (16) K.N. MELTON, J.W. EDINGTON, J.S. KALLEND et C.P. CUTLER-  
Acta Met., à paraître
- (17) H.W. HAYDEN, S. FLOREEN et P.D. GOODELL - Met. Trans.,  
3 (1972) 833
- (18) J. WEERTMAN - Article présenté à " The John E. Dorn Memorial  
Symposium", Cleveland, Ohio, 17 Octobre 1972

C H A P I T R E V

C O N C L U S I O N

L'étude du comportement superplastique du laiton 60/40 a été effectuée. Plusieurs techniques ont été utilisées : essais mécaniques, observations métallographiques, diffraction des rayons X. (DEBYE-SCHERRER et Texture).

Les principaux résultats suivants ont été obtenus :

- La déformation dans le domaine superplastique fait intervenir non seulement la taille mais aussi la forme des phases  $\alpha$ . Celles-ci deviennent équiaxes au cours de la déformation (processus tendant à diminuer la contrainte) et subissent un grossissement d'autant plus important que la valeur du coefficient  $m$  est plus élevée.
- Les valeurs de  $m$  que l'on peut mesurer expérimentalement n'ont pas de sens physique car elles correspondent nécessairement à des structures différentes pour le matériau.
- La déformation a lieu par glissement le long des joints de phase  $\alpha - \beta$ .
- Une différence de comportement des deux phases a été mise en évidence : la phase  $\alpha$  tourne alors que la phase  $\beta$  se déforme plastiquement.
- Le mécanisme de déformation est vraisemblablement du type glissement aux joints accompagné de déformation plastique.

Ces résultats ne permettent pas d'établir des relations liant les différents paramètres (contrainte, vitesse de déformation, taille des phases, température). Il apparaît donc nécessaire d'orienter les recherches vers :

- Les observations in-situ réalisées au microscope optique ou électronique à balayage. Les études permettraient de distinguer les mécanismes de déformation et d'analyser localement les paramètres de la déformation.
- Les études plus développées de l'évolution de la texture afin de discerner les différences de comportement des phases.
- Les études de matériaux superplastiques tels que Al-Cu (cubique - cubique), Al-Zn (cubique - hexagonal), Zn-Cd (hexagonal - hexagonal) afin de mettre en évidence le rôle des phases suivant leur cristallographie.
- Des travaux sur un même matériau pouvant être obtenu sous des formes différentes : avec des phases de petite taille de l'ordre du micron, avec des phases de taille plus grande, avec des phases orientées dans un eutectique lamellaire et également sous la forme d'un "biphase" obtenu par collage par diffusion de deux monocristaux de nature chimique différente. L'étude du glissement aux joints de phases dans ce matériau sous ces différentes formes permettraient de mieux analyser des mécanismes qui accompagnent et éventuellement contrôlent ce glissement.



## ANNEXE I. : PRINCIPE DU DISPOSITIF à $\dot{\epsilon}$ CONSTANT

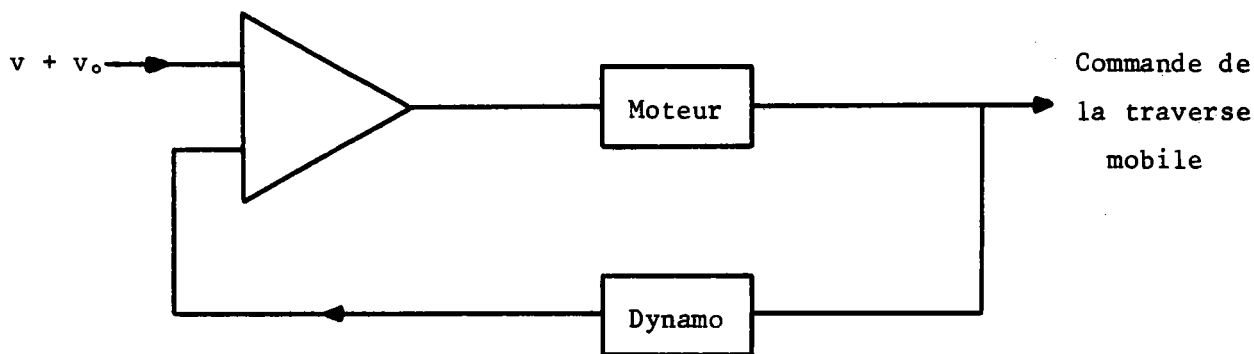
La vitesse de déformation est définie par  $\dot{\epsilon} = \frac{V}{L}$  où  $V$  est la vitesse de déplacement de la traverse mobile et  $L$  la longueur instantanée de l'éprouvette.

$\dot{\epsilon}$  peut être maintenu constant en augmentant la vitesse  $V$  au fur et à mesure que la longueur  $L$  augmente de manière à garder le produit  $V \cdot \frac{1}{L}$  constant.

Sur la machine de traction Instron, la vitesse de la traverse mobile est contrôlée par un servomécanisme commandé par un moteur à vitesse constante par l'intermédiaire d'un réducteur approprié. Pour obtenir une vitesse de déformation constante, le moteur à vitesse constante est remplacé par un moteur à vitesse variable commandé électroniquement.

Le principe en est le suivant :

Une tension  $v$  proportionnelle à l'élongation  $\Delta L$  de l'échantillon est produite par un générateur à courant constant aux bornes d'un potentiomètre linéaire dont le curseur est relié directement à la traverse mobile. Une tension  $v_0$  correspondant à la longueur initiale  $L_0$  de l'échantillon est superposée à la tension  $v$ . La tension totale proportionnelle à la longueur instantanée de l'éprouvette est comparée à la tension produite par une dynamo tachymétrique solidaire du moteur. La différence entre ces deux tensions est amplifiée et alimente le moteur. (Voir schéma électronique au verso)



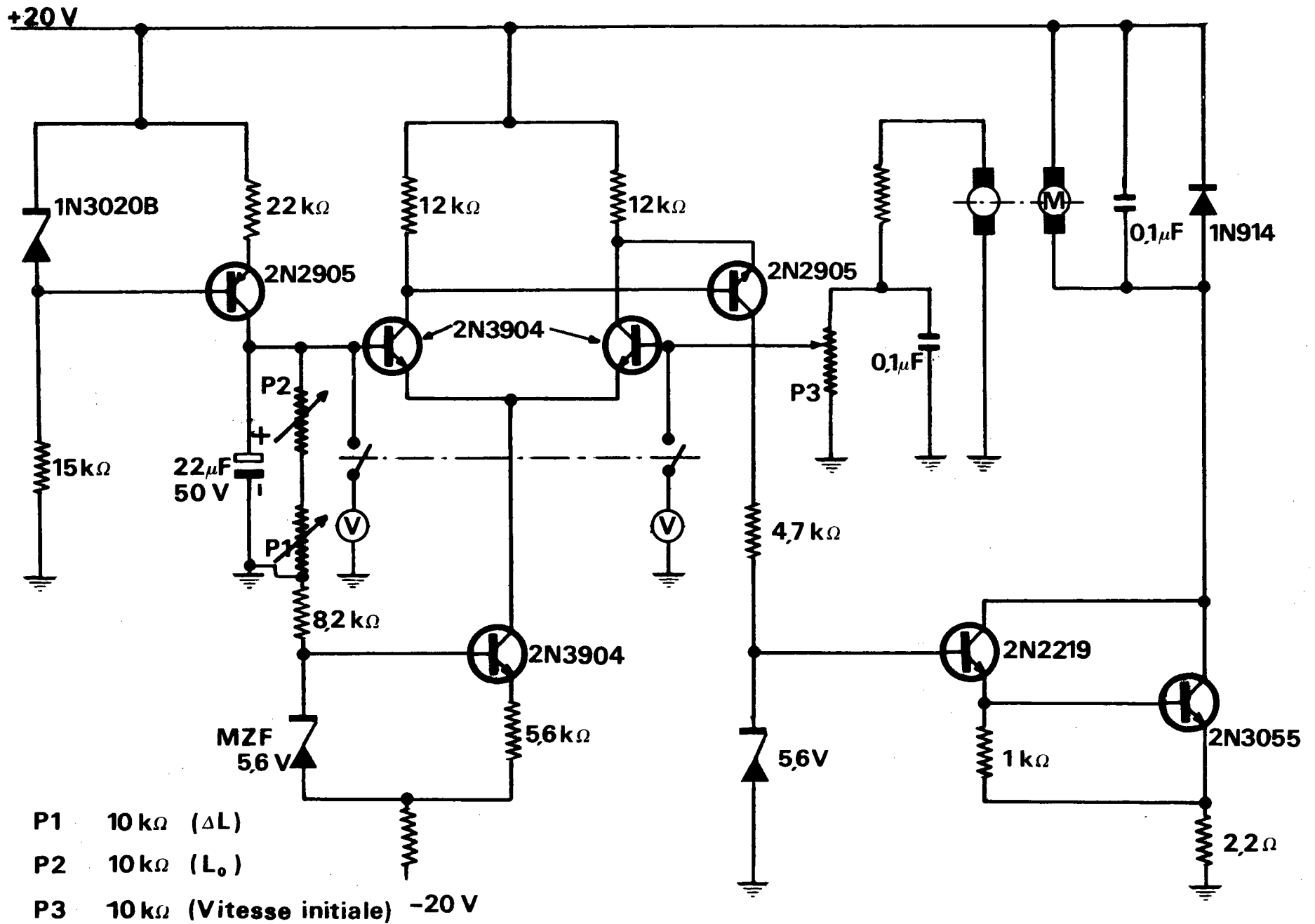


Schéma électronique du dispositif à  $\omega$  constant.

ANNEXE II : Calcul de la contrainte effective lorsque l'éprouvette se déforme dans les mors au cours d'un essai de traction à vitesse de déformation constante. -

-----

Considérons une éprouvette de traction de longueur initiale  $L_0$  et de section initiale  $A_0$ .

$$\sigma_0 = \frac{P}{A_0} \quad (1)$$

$$\dot{\varepsilon}_0 = \frac{V}{L_0} \quad (2)$$

où  $V$  désigne la vitesse de la traverse mobile.

Après une déformation  $e (= \frac{\Delta L}{L})$ , deux cas peuvent être distingués :

- L'éprouvette s'est déformée dans la partie utile.

$$\sigma = \frac{P}{A} = \frac{P}{A_0} \frac{L}{L_0} = \frac{P}{A_0} (1+e) \quad (3)$$

- L'éprouvette s'est déformée sur une longueur supérieure à la partie utile ; soit  $L + \delta L_0$  cette longueur.

$$\sigma' = \frac{P}{A_0} \frac{(L + \delta L_0)}{(L_0 + \delta L_0)} = \frac{PL (1 + \frac{\delta L_0}{L})}{A_0 L_0 (1 + \frac{\delta L_0}{L_0})} \quad (4)$$

Si on suppose  $\frac{\delta L_0}{L}$  et  $\frac{\delta L_0}{L_0}$  petit, on a :

$$\sigma' = \sigma \left( 1 - \frac{\delta L_0}{L_0} \right) \left( \frac{e}{1+e} \right) \quad (5)$$

La vitesse de déformation est alors :

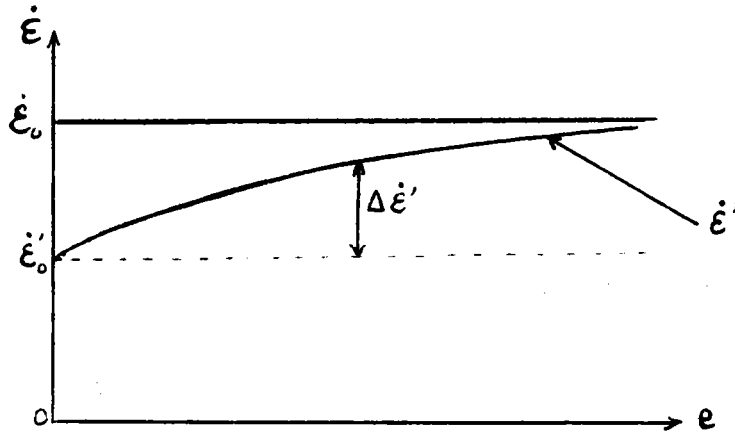
$$\dot{\varepsilon}' = \frac{V}{L + \delta L_0} = \frac{V}{L (1 + \frac{\delta L_0}{L})} = \dot{\varepsilon} \left( 1 - \frac{\delta L_0}{L} \right) \quad (6)$$

ou :

$$\dot{\varepsilon}' = \dot{\varepsilon} \left( 1 - \frac{\delta L_0}{L_0} \right) \left( \frac{1}{1+e} \right) \quad (7)$$

$\sigma'$  et  $\dot{\epsilon}'$  désignent les valeurs de la contrainte et de la vitesse de déformation lorsque l'éprouvette se déforme sur une longueur supérieure de  $\delta L_0$  à la longueur utile.

Nous avons représenté ci-dessous la variation de  $\dot{\epsilon}$  et  $\dot{\epsilon}'$  en fonction de la déformation pour un essai à  $\dot{\epsilon}$  constant.



On constate que  $\dot{\epsilon}'$  augmente au cours de la déformation et tend vers  $\dot{\epsilon}_0$ .

La contrainte au cours d'un essai où la vitesse de déformation effective  $\dot{\epsilon}'$  serait constante, est obtenue au moyen d'une deuxième correction :

$$\Delta \dot{\epsilon}' = \dot{\epsilon}' - \dot{\epsilon}'_0 = \dot{\epsilon} \frac{\delta L_0}{L_0} \frac{e}{1+e} \quad (8)$$

ou :

$$\frac{\Delta \dot{\epsilon}'}{\dot{\epsilon}} = \frac{\delta L_0}{L_0} \frac{e}{1+e} \quad (9)$$

Si on suppose que  $m$  est constant dans le domaine de vitesse considéré et si on assimile  $\dot{\epsilon}$  à  $\dot{\epsilon}'$  et  $\sigma$  à  $\sigma'$ , on obtient :

$$\frac{\Delta \sigma}{\sigma} \approx m \frac{\Delta \dot{\epsilon}'}{\dot{\epsilon}} = \frac{\delta L_0}{L_0} \frac{me}{1+e} \quad (10)$$

$$\sigma'' = \sigma' - \Delta \sigma = \quad (11)$$

$$\sigma'' \approx \sigma \left( 1 - \frac{\delta L_0}{L_0} \right) \frac{e(1+m)}{1+e} \quad (12)$$

$\sigma''$  est la contrainte obtenue au cours d'un essai où  $\dot{\epsilon}'$  serait effectivement constant.

Si  $\sigma''$  est constant, la valeur non corrigée  $\sigma$  augmente au cours de la déformation. Cette augmentation atteint 15 % de sa valeur initiale pour  $e = 100$  %, en supposant  $\frac{\delta L_0}{L_0} = 0,2$  et  $m = 0,5$ .