



**HAL**  
open science

# Métallurgie et rhéologie des alliages superplastiques biphasés

Michel Suéry

► **To cite this version:**

Michel Suéry. Métallurgie et rhéologie des alliages superplastiques biphasés. Matériaux. Université Paul Verlaine - Metz, 1979. Français. NNT : 1979METZ003S . tel-01775609

**HAL Id: tel-01775609**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775609v1>**

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>

Sc/M2  
79/3

# THÈSE

présentée

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

pour obtenir le titre de  
DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

par

**Michel SUÉRY**

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	1979005 S
Cote	S/M <sub>3</sub> 79/3
Loc	

## MÉTALLURGIE ET RHÉOLOGIE DES ALLIAGES SUPERPLASTIQUES BIPHASÉS

Soutenue le 22 Juin 1979 devant le jury composé de:

- |                 |   |
|-----------------|---|
| M. B. ESCAIG    | Université de Lille I                               |
| MM. B. BAUDELET | Université de Metz                                  |
| C. CARABATOS    | Université de Metz                                  |
| J. GITTUS       | United Kingdom Atomic Energy<br>Authority - Preston |
| C. JANOT        | Université de Nancy I                               |
| J.-M. PIERRARD  | I.N.P. de Grenoble                                  |
| M. WINTEMBERGER | Péchiney Ugine Kuhlmann Paris                       |



UNIVERSITE DE METZ

PRESIDENT : M. FERRARI PIERRE

---

U.E.R. "SCIENCES EXACTES ET NATURELLES"

DIRECTEUR : M. RHIN GEORGES

PROFESSEURS

M. LONCHAMP JEAN-PIERRE ..... T.T.P. PHYSIQUE  
M. BARO RAYMOND ..... T. PHYSIQUE  
MADAME CAGNANT DENISE ..... T.T.P. CHIMIE  
M. LERAY JOSEPH ..... P.S.C. PHYSIQUE  
M. BLOCH JEAN-MICHEL ..... T. CHIMIE  
M. KLEIM ROLAND ..... P.S.C. PHYSIQUE  
M. CHARLIER ALPHONSE ..... P.S.C. PHYSIQUE  
M. TAVARD CLAUDE ..... P.S.C. PHYSIQUE  
M. WENDLING EDGAR ..... P.S.C. CHIMIE  
M. BAUDELET BERNARD ..... P.S.C. PHYSIQUE  
M. CERTIER MICHEL ..... P.S.C. PHYSIQUE

MAITRES DE CONFERENCES

M. WEBER JEAN-DANIEL ..... MECANIQUE  
M. CARABATOS CONSTANTIN ..... PHYSIQUE  
M. FALLER PIERRE ..... CHIMIE  
M. RHIN GEORGES ..... MATHEMATIQUES  
MADAME SEC ANTOINETTE ..... MATHEMATIQUES  
M. DAX JEAN-PIERRE ..... MATHEMATIQUES  
M. SCHMITT BRUNO ..... MATHEMATIQUES  
M. PLUVINAGE GUY ..... PHYSIQUE  
M. HEIZMANN JEAN-JULIEN ..... PHYSIQUE  
M. ROUX ANDRE ..... MATHEMATIQUES  
M. HASHIMOTO SATOSHI ..... PHYSIQUE  
M. DURAND DOMINIQUE ..... PHYSIQUE  
M. CHAUVIN ANDRE ..... MATHEMATIQUES

Cette étude a été réalisée au Laboratoire de Physique et de Technologie des Matériaux de l'Université de METZ (Laboratoire Associé au C.N.R.S. N° 155) dans le cadre de contrats de recherche financés par le C.N.R.S. (Actions Thématiques Programmées : Propriétés Mécaniques des Solides et Comportement Mécanique des Solides).

Bernard BAUDELET a animé ce travail. Je tiens à le remercier pour la confiance qu'il m'a toujours accordée et c'est grâce à sa disponibilité, ses encouragements et son enthousiasme que ce travail a pu progresser.

J'exprime toute ma gratitude à :

- Messieurs B. ESCAIG et C. JANOT qui ont bien voulu porter un jugement sur cette étude.
- Messieurs C. CARABATOS , J. GITTUS, J.M. PIERRARD et M. WINTENBERGER pour leur participation à ce jury.

Ce travail doit beaucoup à la collaboration d' André EBERHARDT, je lui exprime ici toute ma reconnaissance.

Je tiens à remercier tous mes collègues chercheurs du Laboratoire pour les nombreuses discussions et l'amical concours qu'il m'ont apporté à maintes reprises.

Je remercie également tous ceux qui ont collaboré à ce travail en particulier :

- Gilles BOUTET et Hervé BEITZ pour leur assistance technique lors de la mise au point des dispositifs expérimentaux.
- Jean Marie HOUZELLE et Gilbert MABILLE pour les travaux d'atelier.
- Madame Michèle MARCELET qui s'est chargée de l'aspect administratif des contrats et Madame Danièle PETITJEAN pour le soin et le dévouement qu'elle a apportés à la présentation de ce texte .
- Mademoiselle PETERSHEIM et François LAVIGNE qui se sont chargés de l'impression de cette thèse.

# TABLE DES MATIERES

	<u>PAGES</u>
<u>I. INTRODUCTION</u> .....	1
<u>II. LOI DE COMPORTEMENT DES LAITONS BIPHASES</u> .....	21
II.1. TECHNIQUES EXPERIMENTALES .....	21
II.1.1. Essais mécaniques .....	21
II.1.2. Etudes métallographiques .....	22
II.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX .....	22
II.2.1. Recherche d'une forme générale pour la loi de comportement	31
II.2.2. Expression de la loi de comportement .....	35
II.2.2.1. Influence de la contrainte : détermination du coeffi- cient n .....	36
II.2.2.2. Influence de la taille des grains de la phase $\beta$ : déter- mination du coefficient a .....	36
II.2.2.3. Influence de la température : Détermination de $Q_\beta$ .....	39
<u>III. DISCUSSION</u> .....	45
III.1. DISCUSSION DE LA FORME DE LA LOI DE COMPORTEMENT .....	45
III.1.1. Valeur du coefficient n .....	45
III.1.2. Valeur du coefficient a .....	47
III.1.3. Valeur de $Q_\beta$ .....	50
III.1.4. Fonction $h(\alpha)$ .....	55
III.2. INFLUENCE DES EVOLUTIONS DE STRUCTURE SUR LA LOI DE COMPORTEMENT .	58
III.2.1. Régime transitoire .....	58
III.2.1.1. Etude structurale .....	58
III.2.1.2. Influence du régime transitoire sur la loi de compor- tement .....	60
III.2.2. Grossissement de la structure .....	64
III.2.2.1. Etude structurale .....	64
III.2.2.2. Influence du grossissement de la structure sur la loi de comportement .....	69

III.2.2.3. Extension à d'autres alliages superplastiques .....	75
III.2.2.4. Conséquences du grossissement des grains : Domaine I .	76
III.2.3. Endommagement .....	86
III.2.3.1. Etude structurale .....	86
III.2.3.2. Influence de l'endommagement sur la loi de comportement	92
III.2.4. Influence combinée des évolutions de structure .....	94
III.2.5. Conséquences des évolutions de structure sur la validité des modèles proposés pour rendre compte du comportement superplastique .....	94
III.3. CONSEQUENCES DE LA LOI DE COMPORTEMENT : MECANISMES DE DEFORMATION DES LAITONS SUPERPLASTIQUES ; GENERALISATION A D'AUTRES ALLIAGES .	96
III.3.1. Rôle de la phase $\alpha$ .....	98
III.3.2. Mécanismes de déformation dans la phase $\beta$ .....	100
III.3.2.1. Domaine superplastique .....	100
III.3.2.2. Etude de la transition entre domaine superplastique et domaine III .....	106
III.3.2.3. Domaine III .....	110
III.3.3. Rôle des interfaces .....	119
III.3.4. Modèle proposé pour la déformation superplastique des laitons .....	123
III.3.5. Extension du modèle à d'autres alliages superplastiques .	136
IV. <u>ASPECTS INDUSTRIELS DE LA SUPERPLASTICITE</u> .....	147
V. <u>CONCLUSION</u> .....	153
<u>ANNEXE I.</u> GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES DANS DES EUTECTIQUES LAMELLAIRES PbSn ET DANS DES BICRISTAUX BIPHASES.....	
<u>ANNEXE II.</u> DETERMINATION DES GRANDEURS CARACTERISTIQUES DE LA STRUCTURE DES LAITONS $\alpha - \beta$ .....	
<u>ANNEXE III.</u> SIMULATION HYDRODYNAMIQUE .....	
<u>ANNEXE IV.</u> DETERMINATION DU COEFFICIENT $n$ DE SENSIBILITE DE LA VITESSE A LA CONTRAINTES DANS LES MATERIAUX SUPERPLASTIQUES .....	
<u>ANNEXE V.</u> GROSSISSEMENT DES GRAINS DANS LES LAITONS $\alpha - \beta$ .....	

## INTRODUCTION

Le terme superplasticité est utilisé pour désigner le comportement de métaux et alliages qui peuvent subir en traction des allongements à la rupture nettement supérieurs à ceux qu'ils atteignent dans les conditions normales de plasticité ; on sait en effet qu'un métal ordinaire soumis à un essai de traction à chaud présente très vite une déformation localisée conduisant à une rupture prématurée. Certaines conditions particulières doivent donc être réunies pour observer un tel comportement :

- le matériau doit présenter une structure à grains fins généralement équiaxes. Cette structure peut être développée par un fort écrouissage et une recristallisation et elle est stabilisée par un contrôle de la composition et de la distribution des phases. Ce sont souvent des alliages eutectiques, eutectoïdes ou qui présentent une structure microduplex; cependant, la superplasticité peut également être observée avec des alliages ayant une phase prépondérante.
- la déformation doit être faite à haute température. La limite généralement admise se situe à  $0,4 T_f$  environ, où  $T_f$  est la température de fusion de l'alliage exprimée en Kelvins.
- la vitesse de déformation doit être faible, de l'ordre ou inférieure à 1 % par minute pour des tailles de grains de l'ordre de 10  $\mu\text{m}$ .

Depuis les premiers travaux russes des années 50 /1-3/, la revue d'UNDERWOOD en 1962 /4/ qui les fit connaître au monde occidental et les recherches sur la ductilité anormale du laiton ultra-écroui effectuées en France par BLANCHARD, WHITWHAM et HERENGUEL /5/ , de très nombreuses études ont été réalisées et périodiquement des articles-revues se sont efforcés d'en faire le point /6-13/. Nous n'établirons pas ici un catalogue des



des matériaux reconnus superplastiques (voir à ce sujet /12/), ni un inventaire bibliographique complet des travaux qui leur ont été consacrés; nous allons nous limiter simplement à l'exposé des caractéristiques essentielles que la majorité des résultats expérimentaux a fait apparaître :

- La contrainte est fortement influencée par la vitesse de déformation. Pour des échantillons de même structure initiale, la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  présente souvent une allure sigmoïdale avec trois régions caractéristiques (Fig. I.1.). Le domaine des vitesses intermédiaires ou domaine II est caractérisé par des valeurs élevées du coefficient  $m$  de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation  $\left( m = \frac{\partial \text{Log } \sigma}{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}} \right)$ . Les domaines I et III respectivement aux faibles et fortes vitesses de déformation correspondent à des valeurs plus faibles. De grandes valeurs du coefficient  $m$  sont une condition nécessaire à l'observation d'un comportement superplastique. Il a été montré en effet que la condition essentielle pour que la déformation reste uniforme tout au long de l'éprouvette de traction est que la sensibilité à la vitesse de déformation ait une valeur élevée, avec cependant des limites différentes suivant les critères /14-18/.

- La température intervient dans la loi de comportement du matériau par l'intermédiaire d'une énergie d'activation souvent inférieure à l'énergie d'autodiffusion en volume.

- La loi de comportement est influencée par la taille des grains : une diminution de celle-ci diminue la contrainte d'écoulement sauf dans le domaine III et déplace le maximum de  $m$  vers les grandes vitesses de déformation (Fig. I.1.).

- Les grains restent équiaxes même après des déformations de plusieurs centaines de pourcents.

- Des glissements aux joints apparaissent et peuvent présenter des amplitudes très importantes.

Différentes relations ont été introduites pour tenter de rendre compte de ce type de comportement et en particulier pour expliquer l'allure sigmoïdale des courbes contrainte-vitesse de déformation. Elles sont déduites de modèles physiques construits à partir d'observations expérimentales.

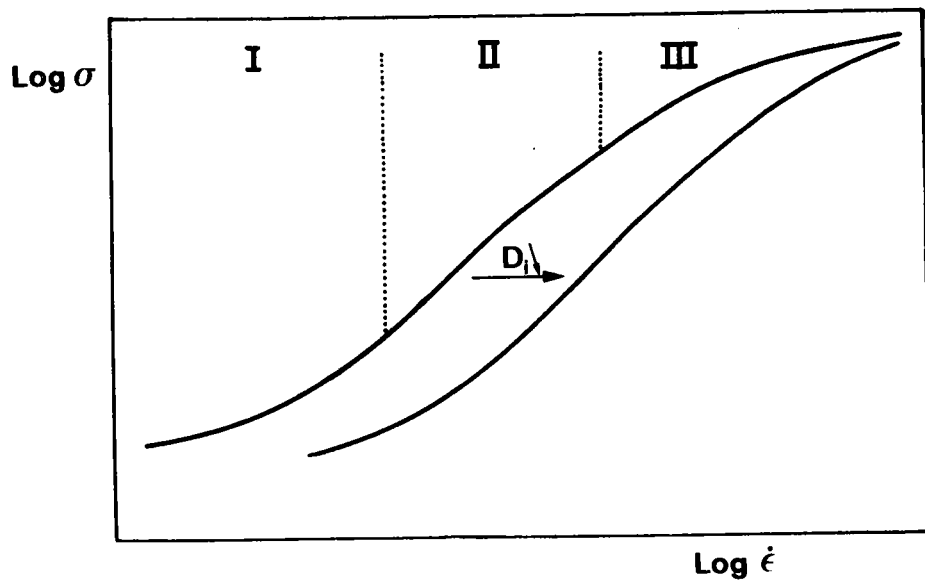


Fig. I.1.

Variation schématique de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation en coordonnées logarithmiques.  
Influence de la taille initiale des grains du matériau.

Cependant, celles-ci sont relativement peu développées et apparaissent souvent contradictoires : le peu d'informations précises n'a pas alors permis à ce jour de confirmer la validité d'un modèle particulier. La tendance actuelle est de considérer qu'il n'existe pas de "théorie unique" de la superplasticité mais plutôt un ensemble de mécanismes possibles dont l'un peut être prédominant pour une certaine classe de matériaux et dans certaines conditions.

Ainsi, de manière à rendre compte de l'allure sigmoïdale des courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$ , celles-ci ont été décomposées en plusieurs tronçons pour lesquels il a été proposé différentes lois de comportement. Il faut remarquer qu'une telle analyse est difficile et qu'elle peut revêtir un certain caractère arbitraire notamment dans les cas où la courbe ne présente pas de parties linéaires très marquées dans le domaine II, mais apparaît plutôt comme une transition entre deux régimes à pente plus faible. En revanche dans le domaine III, tous les résultats ont montré que le comportement d'un matériau superplastique est semblable à celui des matériaux conventionnels déformés à chaud et de ce fait, dans la suite de cette introduction, nous ne considérerons pas ce domaine.

Trois types de lois de comportement ont été souvent proposées :

$$\dot{\epsilon} = A \frac{\sigma^{n_1}}{D_i^a} \exp - \frac{Q}{RT} \quad (\text{I.1.})$$

où  $n_1$ ,  $a$  et  $Q$  sont des constantes.

$$\dot{\epsilon} = B \frac{\sigma^{n_2}}{D_i^a} \exp - \frac{Q(\sigma)}{RT} \quad (\text{I.2.})$$

où  $Q(\sigma)$  est une énergie d'activation dépendant de la contrainte

$$\dot{\epsilon} = C \frac{(\sigma - \sigma_0)^{n_3}}{D_i^a} \exp - \frac{Q}{RT} \quad (\text{I.3.})$$

où  $\sigma_0$  est une contrainte seuil en dessous de laquelle la vitesse de déformation devient nulle.

Ces trois expressions font intervenir un paramètre  $D_i$  qui caractérise la structure du matériau à l'instant initial avant déformation. Ce paramètre est généralement déterminé sur des plans de coupe perpendiculairement

à l'axe des échantillons de traction par une méthode d'interceptions linéaires (cette méthode est décrite dans l'annexe II). Dans le cas de matériaux ayant une phase prépondérante, il représente la taille des grains; pour les matériaux à deux phases en proportion sensiblement égale, il correspond à la taille moyenne des grains de chaque phase.

A partir des relations I.1., I.2. et I.3. et en les combinant, il est possible d'ajuster la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  de deux façons distinctes, soit en considérant des mécanismes de déformation différents pour les domaines I et II, soit un mécanisme unique avec une relation du type I.3.

#### CAS DE MECANISMES DE DEFORMATIONS DIFFERENTS

L'existence de mécanismes de déformation distincts pour les domaines I et II semble confirmer par quelques résultats qui ont mis en évidence un comportement différent dans le domaine I : allongements moins importants /19, 20/, énergie d'activation différente voisine de l'énergie d'autodiffusion en volume, glissement aux joints plus faible /21/, observations de zones dénudées au voisinage des joints et allongement des grains /22/.

Deux analyses peuvent être alors envisagées :

- Les domaines I et II sont assimilés à des portions de droites dans le diagramme  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  : des relations du type I.1. permettent alors de décrire ce comportement. Dans ces conditions, pour le domaine II,  $Q$  a généralement été trouvé voisin de l'énergie d'autodiffusion aux joints, la valeur de  $a$  est comprise entre 1 et 3 et selon cette représentation, la valeur de  $m_1$  ( $= \frac{1}{n_1}$ ) introduite dans la relation I.1. est toujours supérieure ou égale à la pente maximum de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$ . Des valeurs de la pente comprises entre 0,5 et 0,8 ont souvent été obtenues conduisant ainsi à des valeurs de  $m_1$  égales à 0,5 ou 1.

De nombreux auteurs se sont alors efforcés de proposer des modèles permettant de rendre compte de ces différentes valeurs expérimentales /23-28/. Les principaux sont présentés dans le tableau I.1. qui indique pour chacun d'eux le(s) mécanisme(s) mis en jeu en distinguant éventuellement le mécanisme qui contrôle, ainsi que les valeurs prévues pour  $n_1$ ,  $a$  et  $Q$ . Il apparaît que la plupart des combinaisons peuvent être obtenues et que dans ces conditions, n'importe quelle courbe expérimentale peut être ajustée en faisant

MECANISMES	$n_1$	a	Q	AUTEURS
Déformation des grains par dislocations sans cellule contrôlée par la montée dans les joints.	2	1	$Q_J$	HAYDEN GIBSON MERRICK BROPHY /23/
Glissement aux joints de grains par glissement et montée de dislocations le long ou au voisinage du joint.	2	1	$Q_V$ ou $Q_J$	LANGDON /24/
Glissement aux joints de grains contrôlé par une diffusion locale autour des aspérités présentes dans le joint.	1	2	$Q_J$	RAJ et ASHBY /25/
Glissement de groupes de grains avec déformation plastique des grains voisins par dislocations avec empilements contrôlée par la montée dans le joint.	2	2	$Q_J$	BALL et HUTCHISON /26/
Glissement aux joints de grains avec déformation plastique des grains voisins par dislocations avec empilements contrôlée par la montée dans le joint.	2	2	$Q_J$	MUKHERJEE /27/
Glissement aux joints de grains par mouvement de dislocations avec empilements aux joints triples, contrôlée par la montée au joint ou au voisinage de celui-ci.	2	2	$Q_J$	GIFKINS /28/

TABLEAU I.1.

Modèles proposés pour rendre compte du comportement superplastique :

$$\dot{\epsilon} = \frac{A\sigma^{n_1}}{D_i^a} \exp - \frac{Q}{RT}$$

appel à un modèle particulier.

Dans le domaine I, Q a été trouvé plus proche de l'énergie d'auto-diffusion en volume /22, 29, 30/, a est mal connu bien que des valeurs voisines de 2,5 aient été déterminées pour l'alliage eutectoïde ZnAl /31/ et  $m_1$  prend des valeurs voisines de 0,2 à 0,3. Cependant, aucun modèle n'a été proposé dans ce domaine.

- Une variation continue du coefficient m en fonction de la vitesse de déformation et des valeurs élevées de l'énergie d'activation apparente aux faibles contraintes ont amené GIFKINS /28 , 32/ à supposer l'existence aux faibles vitesses d'un mécanisme activé thermiquement avec volume d'activation, ce mécanisme étant du glissement aux joints par mouvement de dislocations contrôlé par le franchissement d'obstacles inhérents à la structure de celui-ci. Le domaine II est alors décrit par une relation du type I.1. avec les mêmes valeurs que précédemment pour les différents paramètres, alors que le domaine I est analysé par une loi du type I.2. dans laquelle  $n_2$  est égal à 1.

CAS D'UN MECANISME UNIQUE

L'existence d'une contrainte seuil  $\sigma_0$  a été avancée par plusieurs auteurs pour expliquer la transition entre domaine II et domaine I et les valeurs de m faibles dans ce domaine /33-35/. En effet, si on admet pour le domaine superplastique que la vitesse de déformation est proportionnelle à  $(\sigma - \sigma_0)$  c'est à dire du type de BINGHAM, ou plus généralement à  $(\sigma - \sigma_0)^n$ , la pente de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  doit diminuer pour tendre asymptotiquement vers 0 lorsque la contrainte appliquée tend vers  $\sigma_0$ . Des valeurs de  $\sigma_0$  obtenues en extrapolant la contrainte à vitesse nulle ont été reportées pour les alliages Mg-Zn-Zr /36/, AlCu /30/ et PbSn /37,38/. Dans ces conditions, le domaine II peut apparaître comme un domaine de transition /39,40/ entre deux domaines à faibles valeurs de m, l'un dû à l'existence de la contrainte seuil  $\sigma_0$ , l'autre étant le domaine III. Cette idée permet d'obtenir des valeurs maximum de m différentes suivant l'étendue du domaine de transition et d'autant plus élevées que l'écart de contrainte est plus important /11/.

Deux modèles principaux faisant intervenir une contrainte seuil ont été proposés :

- Un modèle de glissement aux joints avec accommodation par diffusion en volume ou le long des joints dû à ASHBY et VERRALL/41/. La contrainte seuil résulte de la modification de surface des joints lors d'un processus élémentaire de déformation d'un groupe de 4 grains depuis l'état initial jusqu'à l'état final (Fig. I.2.). La relation obtenue est du type I.3. avec  $n_3 = 1$ ,  $a = 2$  et  $Q$  est égal à l'énergie d'autodiffusion soit en volume, soit aux joints. Ce modèle peut être modifié pour tenir compte d'une réaction d'interface lors du processus de diffusion : il s'introduit alors une contrainte seuil supplémentaire avec changement des valeurs de  $n_3$  et de  $a$  qui passent respectivement à 2 et à 1.

- Un modèle de glissement aux joints de phases dans les matériaux biphasés dû au mouvement des dislocations avec empilements et contrôlé par la montée de celles-ci dans le joint. Dans ce modèle proposé par GITTUS /42/, la contrainte seuil résulte de l'interaction entre les dislocations de joint et les marches inhérentes à la structure de celui-ci. La relation obtenue est du même type que précédemment avec  $n_3 = 2$ ,  $a = 2$  et une énergie d'activation égale à l'énergie d'autodiffusion dans le joint de phases.

L'analyse que nous venons de faire montre qu'il est possible d'expliquer l'allure sigmoïdale des courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  à partir de trois formes principales de la loi d'ARRHENIUS. Cependant, il apparaît également possible d'utiliser d'autres lois ou combinaisons de lois pour ajuster ce genre de résultats expérimentaux. En effet, ceux-ci ont été établis avec comme paramètre de structure la taille initiale des grains ou phases. Ils peuvent alors servir de base à un modèle métallurgique dans la mesure où la structure n'évolue pas au cours de la déformation. En revanche, si la structure est modifiée, elles ne peuvent pas être utilisées dans ce but; elles restent néanmoins valables dans une approche strictement rhéologique en vue d'études de stabilité plastique /18/ ou de mise en forme /43-44/ par exemple. En fait, quelques travaux ont montré clairement que dans de nombreux alliages superplastiques, la structure ne reste pas constante au cours de la déformation. De plus, la plupart de ces matériaux sont biphasés avec des phases de ductilités souvent très différentes : il apparaît alors nécessaire de considérer le rôle de chacune d'elles au cours de la déformation.

*Ce n'est que sur la base des résultats expérimentaux obtenus d'une part en tenant compte de l'évolution de la structure et d'autre part du caractère éventuellement biphasé de l'alliage qu'un modèle physique peut être élaboré*

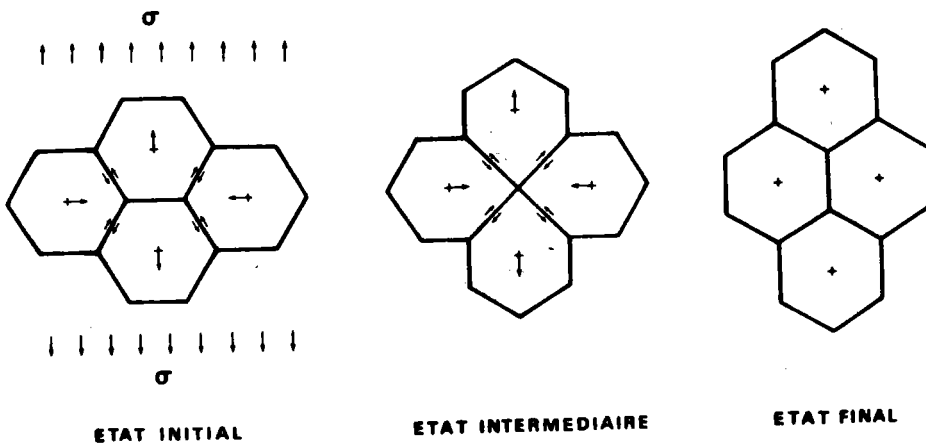


Fig. 1.2.

Mécanisme de déformation d'un groupe de quatre grains dans le modèle de glissement aux joints accompagné de diffusion (ASHBY et VERRALL/41/).



Cette phrase illustre parfaitement l'objet de la présente étude réalisée sur des laitons biphasés dans le domaine  $\alpha$ - $\beta$ . Cependant, pour mener à bien ce travail, il nous est apparu très vite qu'un paramètre important devait être maîtrisé : le comportement mécanique des interfaces à haute température. Aucune étude n'avait été effectuée dans ce domaine : les premiers travaux ont alors porté sur le glissement aux interfaces dans des eutectiques lamellaires PbSn soumis à une contrainte de cisaillement parallèlement aux plans des lamelles. Cependant, les difficultés d'interprétation liées aux inhomogénéités de déformation nous ont conduit à réaliser des bicristaux biphasés de cupro-aluminium et de laiton en utilisant une méthode de diffusion en phase solide. Cette étude a été menée tout d'abord en collaboration avec EBERHARDT /45-50/; elle s'est poursuivie dans le cadre de sa thèse d'Etat. On ne s'étonnera pas dans ces conditions de trouver en Annexe I l'ensemble des résultats que nous avons obtenus lors de ce travail sur le comportement des interfaces ainsi qu'un résumé de la thèse d'EBERHARDT pour ce qui concerne le glissement aux joints de phases dans les bicristaux biphasés de laiton.

Les laitons biphasés ont été choisis pour la présente étude pour de multiples raisons :

- Ce sont des alliages industriels relativement peu étudiés en tant que matériaux superplastiques, bien que reconnus comme tels depuis longtemps /3

- Ils présentent deux phases de duretés très différentes à haute température : à l'inverse du comportement à basse température, la phase  $\alpha$  cubique à faces centrées est dure alors que la phase  $\beta$  cubique centrée est beaucoup plus ductile. Cette caractéristique laisse présager un comportement différent pour chacune d'elles au cours de la déformation superplastique, ce qui constitue un facteur essentiel pour cette étude.

- Ils peuvent être étudiés dans un large domaine de température entre 500 et 700°C environ (Fig. I.3.). De plus, une variation de température entraîne une variation de la proportion relative des phases, ce qui peut permettre l'analyse de l'influence de ce paramètre avec un nombre limité d'alliages de compositions différentes.

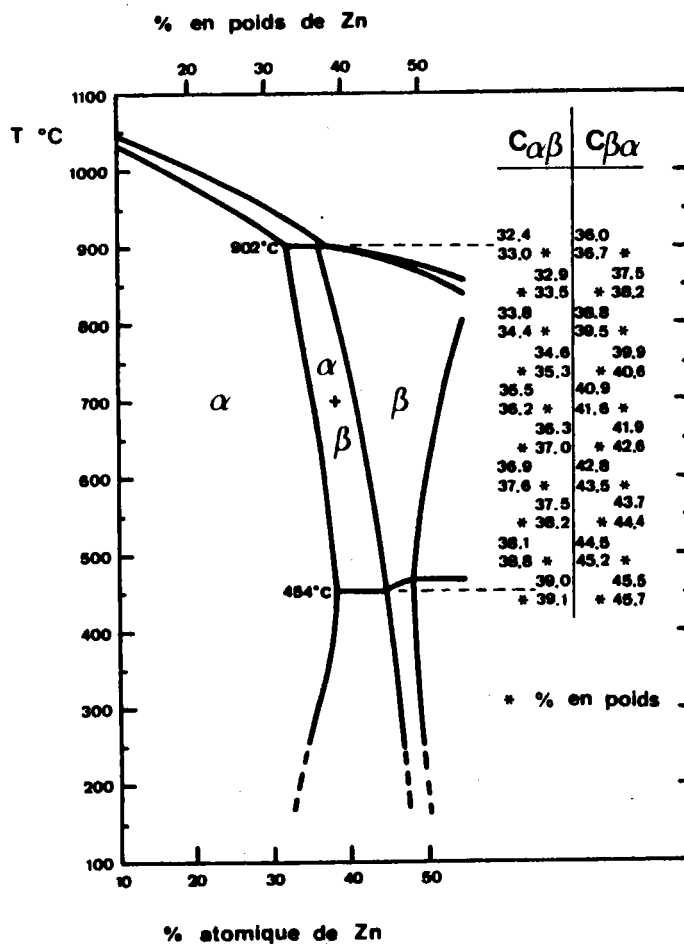


Fig. I.3.

### Diagramme d'alliage CuZn

Les nombres avec astérisques indiquent les concentrations limites en poids  $C_{\alpha\beta}$  et  $C_{\beta\alpha}$  du domaine biphasé, les nombres sans astérisque indiquent les concentrations atomiques.

- Ils présentent des phases à structures de dislocations très décomposées : il est probable que ce matériau a plutôt tendance à recristalliser qu' à se restaurer au cours d'un recuit après écrouissage. Ce caractère est favorable au développement d'une recristallisation homogène à petits grains.

Différents alliages ont été retenus pour ce travail. Leurs compositions, ainsi que la fraction volumique relative de chacune des phases pour une température de 600°C sont reportées dans le tableau I.2.

Après la détermination d'une loi de comportement métallurgique qui tient compte d'une part des évolutions de structure au cours de la déformation et d'autre part du caractère biphasé des alliages, nous discuterons et comparerons cette loi aux autres résultats de la littérature qui concernent plutôt une approche rhéologique de la superplasticité. Nous étudierons ensuite les différentes évolutions qui se manifestent au cours de la déformation, nous analyserons leur influence et nous montrerons comment elles peuvent modifier les paramètres qui interviennent dans la loi de comportement . En prenant comme base une analogie hydrodynamique, nous proposerons alors un modèle permettant de rendre compte du comportement des alliages biphasés. Nous montrerons en quoi il peut être différent de celui des alliages essentiellement monophasés pour lesquels tous les modèles proposés à ce jour ont été élaborés. Enfin, nous envisagerons quelques aspects industriels de la superplasticité axés plus particulièrement vers l'obtention de vitesses de déformation très grandes.

Dans un souci de clarté, nous avons détaché de ce texte et reporté en Annexe un certain nombre d'études qui n'entrent pas directement dans la trame présentée ci-dessus , mais qui sont néanmoins nécessaires pour la compréhension des résultats et des interprétations proposés.

ALLIAGE	CONCENTRATION EN CUIVRE (% pds)	CONCENTRATION EN ZINC (% pds)	FRACTION VOLUMIQUE DES PHASES MESUREE A 600°C	
			$\alpha$	$\beta$
A	58	42	0,24	0,76
B	59,4	40,6	0,455	0,545
C	60,6	39,4	0,63	0,37
D	60,85	39,15	0,71	0,29

TABLEAU I.2. - ALLIAGES UTILISES

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ A.A. BOCHVAR et Z.A. SVIDERSKAYA , Izv. Akad. Nauk. SSSR Otdel. Tekh. Nauk., 9 (1945) 821.
- /2/ A.A. PRESNYAKOV et V.V. CHERVYAKOVA, Russian Metallurgy and Fuels, 1 (1949) 97.
- /3/ A.A. PRESNYAKOV et V.V. CHERVYAKOVA, Fiz. Met. I Metall. 8 (1959) 114.
- /4/ E.E. UNDERWOOD, TMS AIME 224 (1962) 914.
- /5/ P. BLANCHARD, D. WHITWHAM et J. HERENGUEL, VII Colloque de Métallurgie.
- /6/ H.M. WELD, Mines Branch Information circular 1C 235 Department of Energy, Mines and Resources, OTTAWA, Canada.
- /7/ R.H. JOHNSON, Metall. Rev 146, Metals and Materials, 4 (1970) 389.
- /8/ G.J. DAVIES, J.W. EDINGTON, C.P. CUTLER ET K.A. PADMANABHAN, J. Mat. Sci. 5 (1970) 1091.
- /9/ B. BAUDELET, Mem. Sci. Rev. Metall., 68 (1971) 479.
- /10/ D.J. DINGLEY , Physik 1972, 2nd General Conference of EPS, p. 319 (1973) European Physical Society, GENEVE.
- /11/ T.H. ALDEN, Treatise on Materials Science and Technology, Plastic Deformation of Materials, Ed. Arsenault et R.J. (Academic Press) 6 (1975) 225.
- /12/ J.W. EDINGTON, K.N. MELTON et C.P. CUTLER, Progress in Materials Science, 21 (1976) 61.
- /13/ B. BAUDELET, Proceedings of the 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, 1 (1976) 2.
- /14/ E.W. HART, Acta Met., 15 (1967) 351.

- /15/ J.D. CAMPBELL, J. Mech. Phys. Solids, 15 (1967) 359.
- /16/ C. ROSSARD, Rev. Metall. , 63 (1966) 225.
- /17/ P.J. WRAY, J. Appl. Phys., 41 (1970) 3347.
- /18/ J.M. JALINIÈRE, N. CHRISTODOULOU, B. BAUDELET et J.J. JONAS, ASM/AIME, Symposium on "Formability ; Analysis, Modeling and Experimentation"; CHICAGO, Illinois, october 1977.
- /19/ G.L. DUNLOP et D.M.R. TAPLIN, J. Mat. Sci. 7 (1972) 84.
- /20/ H. ISHIKAWA, F.A. MOHAMED et T.G. LANGDON, Phil. Mag. 32 (1975) 1269.
- /21/ M.A. CLARK et T.H. ALDEN, Acta Met. 21 (1973) 1195.
- /22/ T.H. ALDEN, J. Aust. Inst. Met., 14 (1969) 207.
- /23/ H.W. HAYDEN, R.C. GIBSON, H.F. MERRICK et J.H. BROPHY, Trans. Quart. A.S.M. 60 (1967) 3.
- /24/ T.G. LANGDON, Phil. Mag. 22 (1970) 689.
- /25/ R. RAJ et M.F. ASHBY, Met. Trans., 2 (1971) 1113.
- /26/ A. BALL et M.M. HUTCHISON, Metal Sci. J., 3 (1969) 1.
- /27/ A.K. MUKHERJEE, Mater. Sci. Eng. 8 (1971) 83.
- /28/ R.C. GIFKINS, Met. Trans. 7A (1976) 1225.
- /29/ F.A. MOHAMED, S. SHEI et T.G. LANGDON, Acta Met. 23 (1975) 1443.
- /30/ J.R. CAHOON , Metal Sci. 9 (1975) 346.
- /31/ F.A. MOHAMED et T.G. LANGDON, Acta Met. 23 (1975) 117.
- /32/ R.C. GIFKINS, Scripta Met., 10 (1976) 433.
- /33/ D.L. HOLT et W.A. BACKOFEN, Trans. Amer. Soc. Metals, 59 (1966) 755.

- /34/ W.A. BACKOFEN, F. J. AZZARTO, G.S. MURTY et S.W. ZEHR, Ductility, London, (Chapman and Hall) (1967) 279.
- /35/ A. KARIM, Scripta Met., 3 (1969) 887.
- /36/ W.A. BACKOFEN, G.S. MURTY et S.W. ZEHR, Trans. AIME, 242 (1968) 329.
- /37/ B. BURTON, Scripta Met., 5 (1971) 669.
- /38/ A.E. GECKINLI et C.R. BARRETT, J. Mat. Sci., 11 (1976) 510.
- /39/ T.H. ALDEN, Acta Met., 15 (1967) 469.
- /40/ E.W. HART, Acta Met., 15 (1967b) 1545.
- /41/ M.F. ASHBY et R.A. VERRALL, Acta Met. 21 (1973) 149.
- /42/ J.H. GITTUS, J. Eng. Mat. Technol., 99 (1977) 244.
- /43/ A.R. RAGAB et B. BAUDELET, Rev. Phys. Appl., 12 (1977) 15.
- /44/ A.R. RAGAB et B. BAUDELET, Rev. Phys. Appl. 13 (1978) 495.
- /45/ A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, Scripta Met. 9 (1975) 1231.
- /46/ M. SUERY, A. EBERHARDT, B. BAUDELET, M. CAGNON, G. SAUVAGE, J.J. FAVIER et M. TURPIN, Proceedings of the Conference on In-situ Composites - II, LAKEVILLE, U.S.A. (1975).
- /47/ A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, Proceedings of the 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys NANCY (Août - Sept 1976) 1 (1976) 388.
- /48/ M. CAGNON, M. SUERY, A. EBERHARDT et B. BAUDELET, Acta Met. 25 (1977) 71.
- /49/ A. PERIO, J.J. BACMANN, M. SUERY et A. EBERHARDT, Rev. Phys. Appl., 12 (1977) 1197.
- /50/ S. HASHIMOTO, A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, Phil. Mag., 38 (1978) 629.

## II

### LOI DE COMPORTEMENT DES LAITONS BIPHASES

Après un bref exposé des techniques expérimentales, nous présenterons les résultats expérimentaux et l'analyse qui en a été faite en vue de l'établissement d'une loi de comportement.

#### II.1. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

##### II.1.1. Essais mécaniques

Tous les essais mécaniques ont été réalisés sur une machine de traction Instron qui permet d'effectuer des essais à vitesse d'extension constante ou avec des sauts, ainsi que des essais à vitesse de déformation vraie  $\dot{\epsilon}$  constante grâce à un dispositif électronique d'asservissement du mouvement de la traverse mobile. Nous avons décrit par ailleurs ce dispositif /1/. Les essais sont effectués dans un four électrique solidaire de la traverse mobile, la température au niveau de l'éprouvette étant maintenue constante à  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Celle-ci à têtes filetées, de diamètre utile 5 mm, a une longueur utile de 15mm. Plusieurs 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.

- Avant l'essai, l'éprouvette placée dans le four est maintenue 45 minutes sans déformation : ce temps s'est avéré nécessaire pour homogénéiser parfaitement la température.
- Les temps de déformation sont limités à 3 heures environ, afin de minimiser les effets de l'oxydation et de la dézincification : ce phénomène se traduit par l'apparition de pores sur la surface et parfois par une décohésion aux joints de grains . DAMIANI /2/ a montré qu'après un recuit de 3 heures à  $600^\circ\text{C}$ , la dézincification



était présente sur des distances de 10 microns environ, ce qui peut être considéré comme négligeable pour des échantillons de 5 mm.

- Après l'essai, l'éprouvette est refroidie à l'eau en quelques secondes, directement dans le four afin d'éviter toute modification de structure au cours du refroidissement.

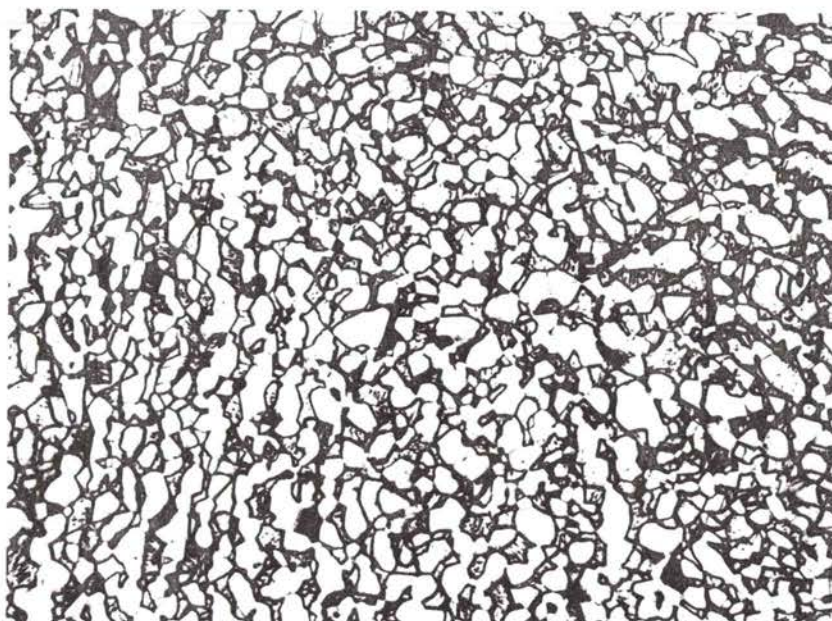
### II.1.2. Etudes métallographiques

Les observations métallographiques sont effectuées à l'aide d'un microscope Reichert après polissage et attaque des échantillons. Ceux-ci sont polis mécaniquement au papier abrasif et à la pâte de diamant, puis électrolytiquement avec l'électrolyte  $D_{31}$  sous une tension de 15 volts environ. L'attaque est ensuite réalisée avec le réactif au chlorure ferrique (50 ml  $FeCl_3$ , 150 ml  $HCl$ , 600 ml  $C_2H_5OH$ ) pendant une vingtaine de secondes. Ce réactif présente l'avantage d'assombrir les grains de la phase  $\beta$  permettant ainsi de distinguer nettement les deux phases.

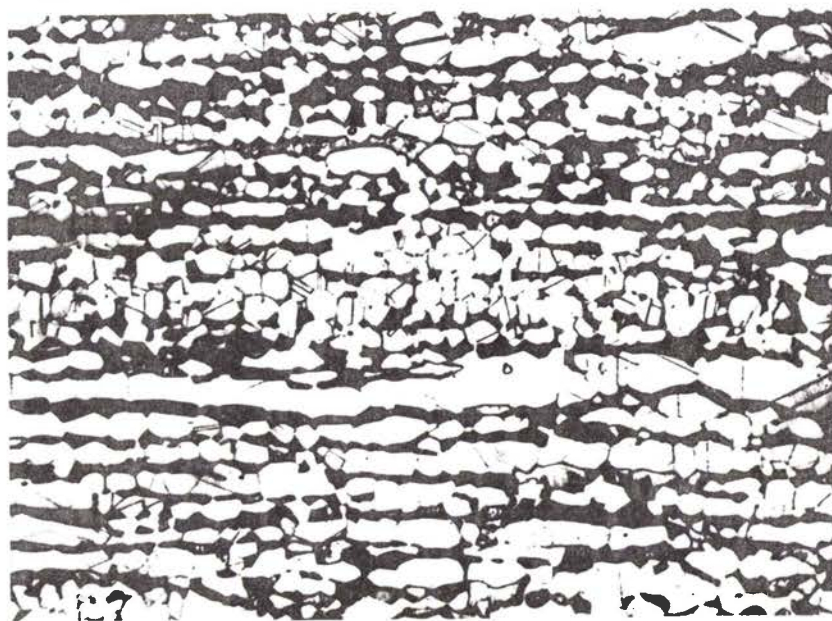
Les mesures des différents paramètres de structure tels que la proportion des phases, la taille moyenne des grains, leur forme... sont effectuées sur des micrographies optiques en utilisant les techniques reportées dans l'annexe II.

## II.2. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Tous les alliages étudiés sont obtenus, à partir d'un lingot coulé, par extrusion à 600°C suivie d'une trempe à l'eau à la sortie de la filière. La structure du matériau brut de filage apparaît alors très écrouie et fortement déchiquetée, les phases étant allongées dans la direction de filage. Cette structure est représentée sur la figure II.1. dans le cas de l'alliage B. Après recuit même de quelques minutes, la recristallisation secondaire s'est produite : la structure est très régulière et les grains ont grossi. Cependant, dans la direction de filage, les phases  $\alpha$  et  $\beta$  sont toujours allongées (Fig. II.2.). Cette structure est celle qui est obtenue après homogénéisation dans le four de traction : elle correspond donc à la structure initiale de l'alliage avant déformation. La figure II.2. donne également les structures des autres alliages avant déformation.



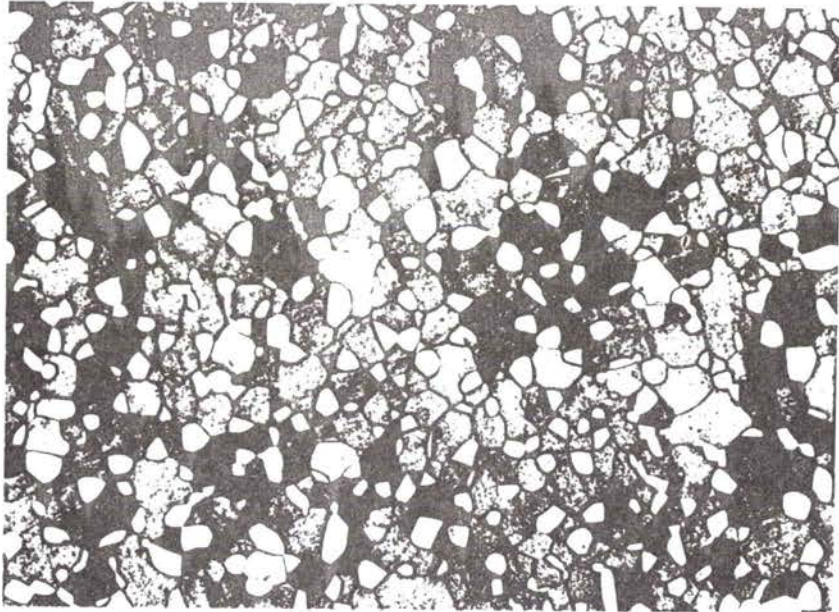
Coupe transversale

20 $\mu$ m

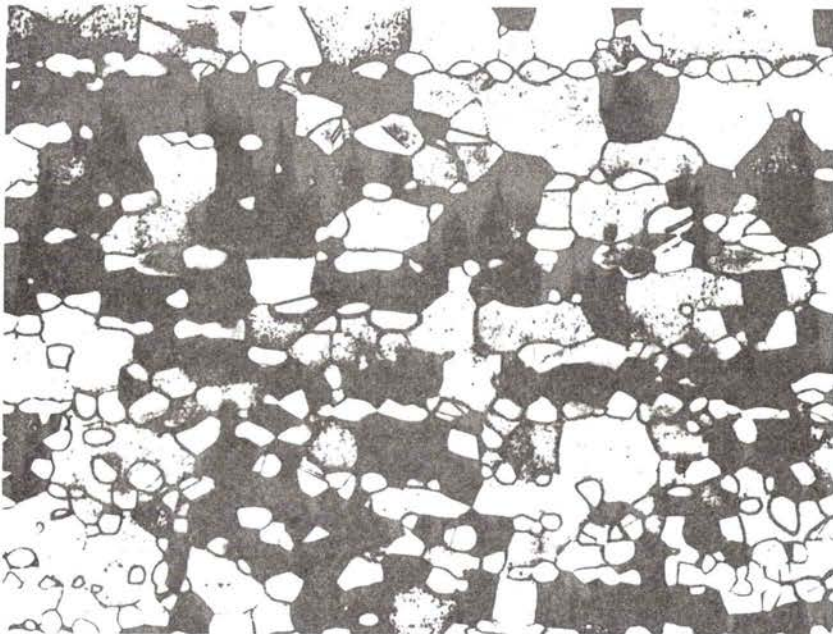
Coupe longitudinale

20 $\mu$ mFig. II.1.

Structure brute de filage pour l'alliage B . La phase  $\alpha$  est claire, la phase  $\beta$  est sombre.



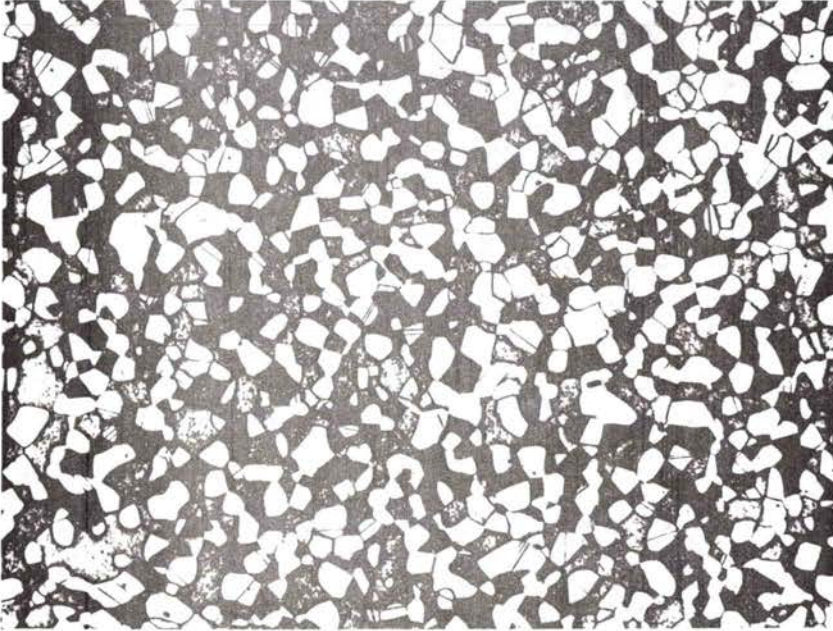
Coupe transversale

50μm

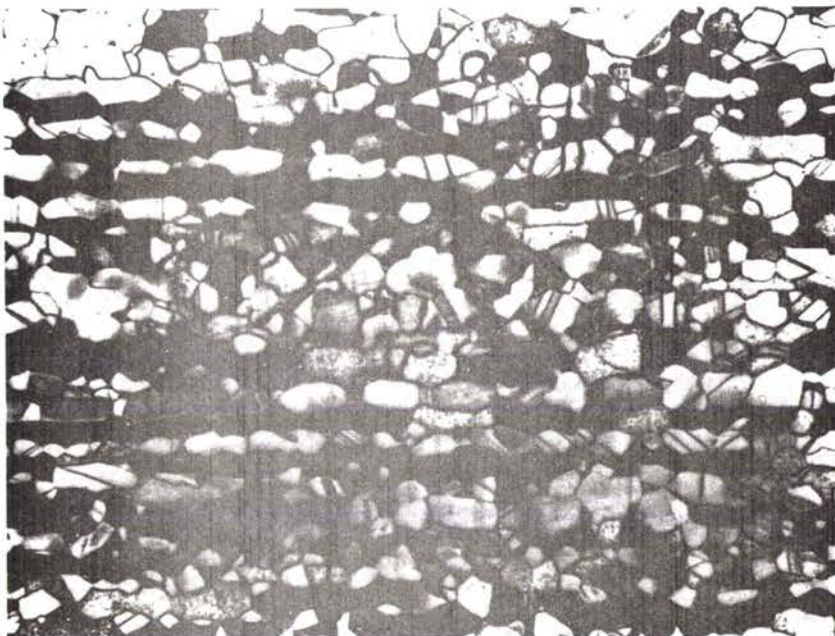
Coupe longitudinale

50μmFig.II.2. a.

Structure de l'alliage A après un recuit d'une heure à 600°C.



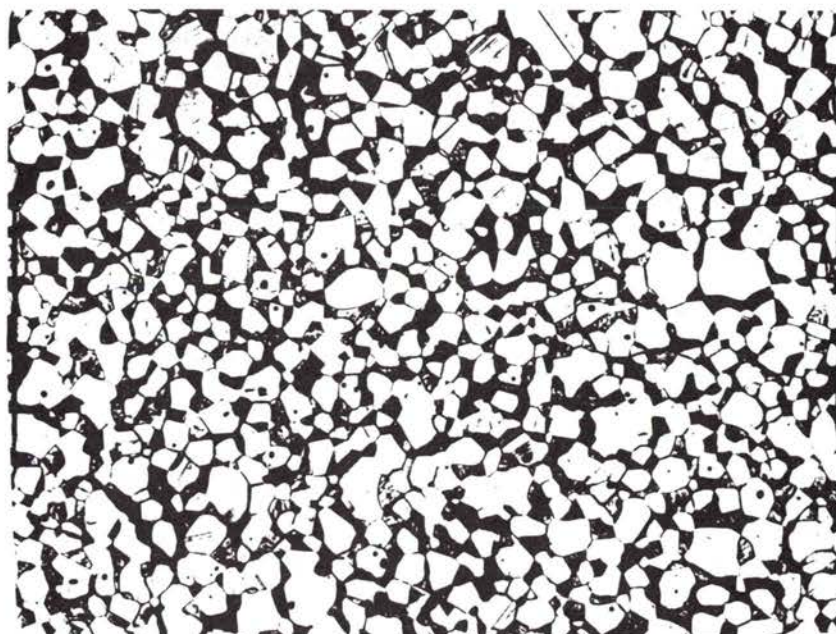
Coupe transversale

50 $\mu$ m

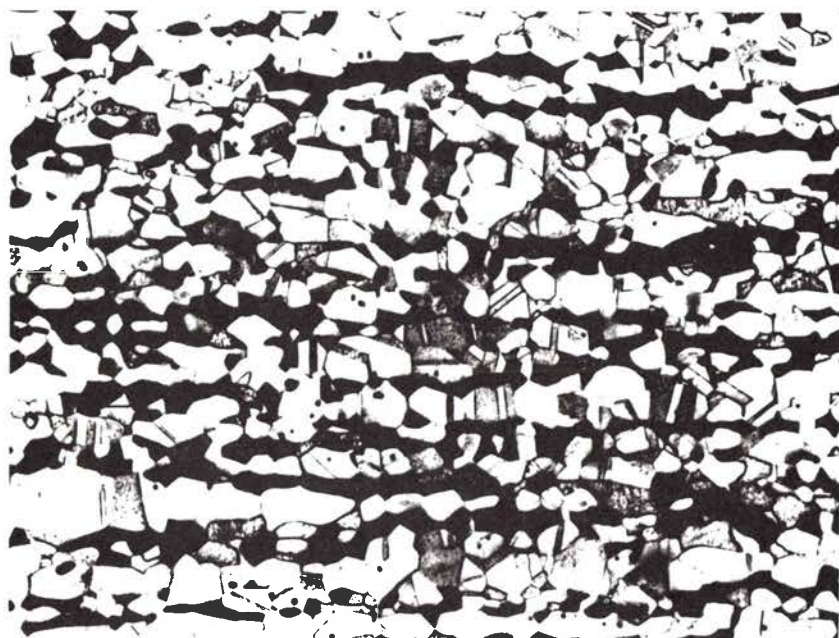
Coupe longitudinale

50 $\mu$ mFig. II.2.b.

Structure de l'alliage B après un recuit d'une heure à 600°C.



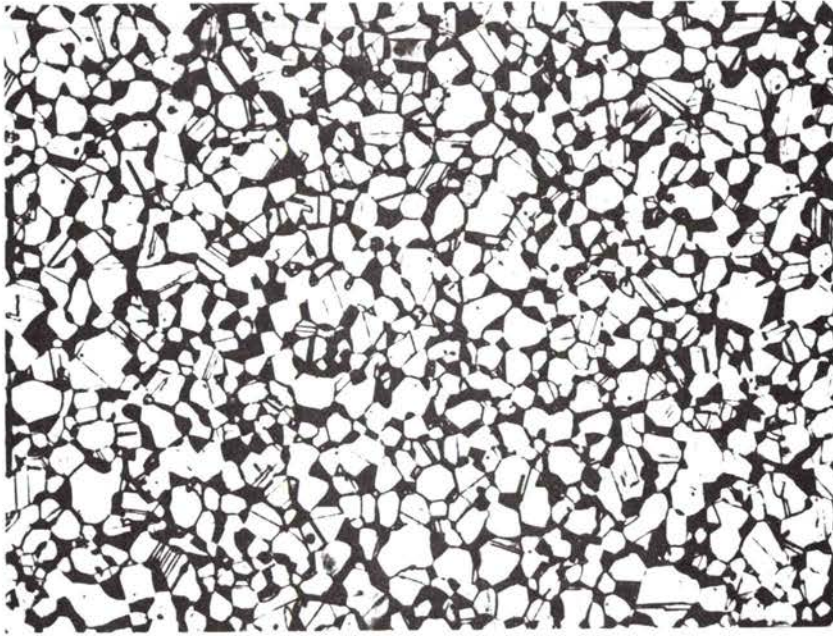
Coupe transversale

50 $\mu$ m

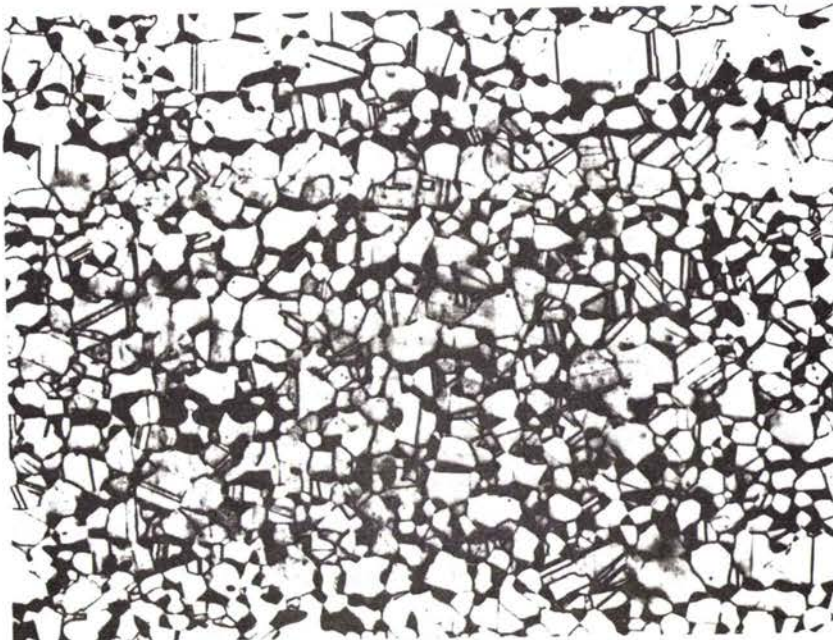
Coupe longitudinale

50 $\mu$ mFig. II.2.c.

Structure de l'alliage C après un recuit d'une heure à 600°C.



Coupe transversale

50 $\mu$ m

Coupe longitudinale

50 $\mu$ mFig. II.2.d.

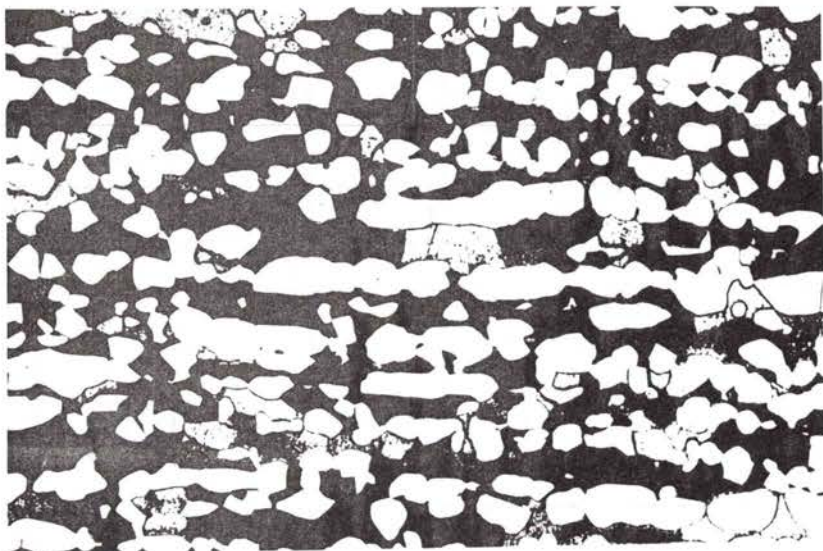
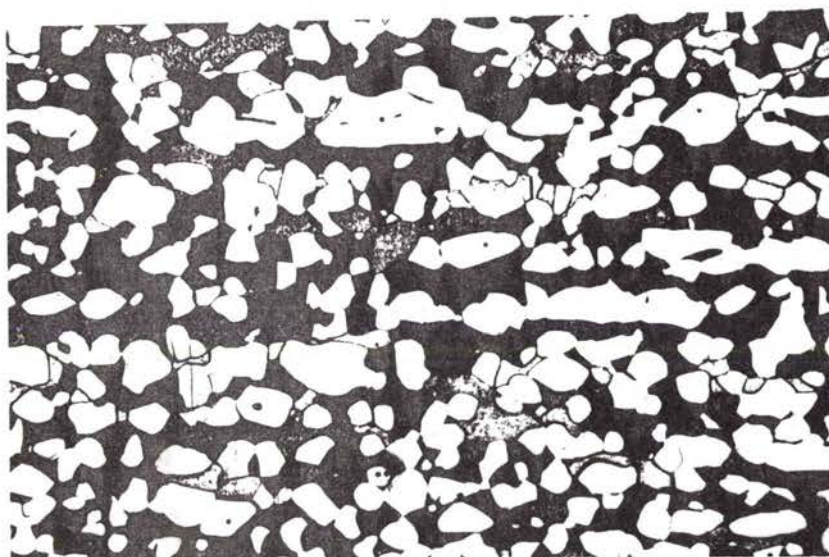
Structure de l'alliage D après un recuit d'une heure à 600°C.

Au cours de la déformation, cette structure évolue :

- Les phases  $\alpha$  initialement allongées et disposées en chapelets tendent à devenir approximativement équiaxes. La figure II.3. montre cette évolution dans le cas de l'alliage B. L'analyse détaillée de cette évolution de structure sera présentée ultérieurement. Il apparaît cependant qu'une déformation de 30 à 40 % est nécessaire pour parvenir à un état approximativement équiaxe pour la phase  $\alpha$ .
- La structure grossit au cours de la déformation (figure II.3.). Il faut 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 favorisé par la déformation. Les caractéristiques de ce grossissement en fonction du temps de recuit (grossissement statique) et en fonction de la déformation (grossissement dynamique) seront présentées ultérieurement.

Cette rapide analyse de la structure et de son évolution au cours de la déformation montre que la recherche d'une loi de comportement mécanique doit nécessairement s'accompagner d'une étude structurale du matériau. Pour étudier cette loi de comportement dans le cas des laitons biphasés, nous obéirons ainsi aux principes suivants :

- Le matériau sera pris à l'état approximativement équiaxe, c'est-à-dire après une déformation vraie de 0,4 . Cette condition permet de nous affranchir de l'évolution du facteur de forme de la phase  $\alpha$ , celle-ci étant supposée alors approximativement sphérique.
- Afin de tenir compte du grossissement, la structure sera caractérisée par des paramètres mesurés immédiatement après déformation, correspondant ainsi à la contrainte en fin d'essai pour une vitesse de déformation et une température données.
- Le caractère biphasé du matériau sera considéré en introduisant des paramètres caractéristiques de chaque phase dans la loi de comportement.


 $\epsilon = 0,15$ 

 $\epsilon = 0,26$ 

 $\epsilon = 0,40$ 

Fig. II.3.

Mise en évidence sur une coupe longitudinale des évolutions de structure au cours de la déformation pour l'alliage B déformé à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$ .



ALLIAGES	T °C	$\alpha$	$\dot{\epsilon}$ mn <sup>-1</sup>	$\sigma$ MPa	$L_{\alpha}$ $\mu$ m	$L_{\beta}$ $\mu$ m
A	600	.235	$2.08 \times 10^{-3}$	2.1	22.7	39.6
A	600	.243	$4.30 \times 10^{-3}$	2.4	19.1	34.3
A	600	.227	$8.28 \times 10^{-3}$	2.95	16	31.5
A	600	.234	$10^{-2}$	3.2	15.9	30.6
A	600	.251	$2.11 \times 10^{-2}$	4	13.7	26.4
A	600	.241	$4.11 \times 10^{-2}$	4.85	11.9	23.5
A	550	.356	$10^{-2}$	4.32	12.7	17
B	600	.447	$2.09 \times 10^{-3}$	2.25	23.2	25.65
B	600	.444	$4.21 \times 10^{-3}$	2.85	19.45	21.9
B	600	.456	$8.46 \times 10^{-3}$	3.65	16.4	18.5
B	600	.468	$10^{-2}$	3.85	15.9	17.75
B	600	.443	$2.12 \times 10^{-2}$	4.6	14.4	15.5
B	600	.472	$4.16 \times 10^{-2}$	6.3	13.2	13.7
B	550	.56	$10^{-2}$	5.45	12.4	11.3
B	650	.36	$10^{-2}$	2.9	21.7	27
B	700	.206	$10^{-2}$	2.43	26.8	54.4
C	600	.621	$2.11 \times 10^{-3}$	3.25	28	20.8
C	600	.621	$4.2 \times 10^{-3}$	3.95	24.10	17.8
C	600	.633	$8.55 \times 10^{-3}$	4.7	19.8	14.1
C	600	.638	$2.07 \times 10^{-2}$	6.35	17.35	12.1
C	600	.623	$4.2 \times 10^{-2}$	8	15.4	11.15
D	600	.716	$2.16 \times 10^{-3}$	3.85	23.7	14.6
D	600	.699	$4.18 \times 10^{-3}$	4.5	20.9	13.5
D	600	.708	$8.39 \times 10^{-3}$	5.5	18	11.5
D	600	.718	$10^{-2}$	5.95	17.6	10.9
D	600	.687	$2.14 \times 10^{-2}$	7.55	14.8	9.4
D	680	.539	$10^{-2}$	3.1	22.5	21.9

TABLEAU II.1.

Résultats expérimentaux utilisés pour la détermination de la loi de comportement des laitons biphasés.

Des essais de traction ont été réalisés sur les différents alliages à 600°C à différentes vitesses de déformation, ainsi qu'à 550, 650, 680 et 700°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ . L'essai a été interrompu par une trempe à l'eau après une déformation vraie égale à 0,4. Les paramètres de structure (proportion de phase  $\alpha$ , taille  $L_\alpha$  et  $L_\beta$  des grains de chaque phase) ont été alors mesurés sur des coupes perpendiculaires à la direction de traction après nous être assuré que la structure était devenue à phases  $\alpha$  équiaxes grâce à des observations sur des coupes longitudinales. Le tableau II.1. regroupe les valeurs numériques obtenues pour les essais réalisés et dont il sera tenu compte pour la recherche de la loi de comportement.

L'établissement d'une telle loi suppose tout d'abord l'obtention d'une forme générale permettant de classer les paramètres qui sont susceptibles d'intervenir, puis la détermination des coefficients qui les affectent.

#### II.2.1. Recherche d'une forme générale pour la loi de comportement

Plusieurs possibilités ont été envisagées pour obtenir la forme générale de la loi de comportement dans le cas de matériaux biphasés:

- la solution idéale est d'augmenter progressivement la proportion de phase  $\alpha$  et d'analyser l'influence de cette présence de phase dure sur la loi de comportement de la phase  $\beta$  seule, à la condition que celle-ci soit superplastique. Une telle voie est tout à fait impossible, car pour des proportions très faibles de phase  $\alpha$ , les grains de la phase  $\beta$  ne peuvent pas être maintenus petits pendant des temps suffisants à haute température et le matériau n'est pas superplastique.

- Une deuxième approche consiste en l'étude théorique du comportement mécanique de matériaux biphasés. De telles études ont été abondamment développées pour la déformation élastique des matériaux composites à fibres ou à particules /3-5/. Récemment, ces travaux ont été étendus au domaine plastique dans le cas des alliages WC-Co, en se limitant toutefois à l'influence de la proportion de la phase dure sur la contrainte et le taux d'écroutissage dans le domaine de déformation à froid /6,7/. De tels résultats ne peuvent s'appliquer au comportement à chaud des laitons biphasés pour lesquels les mécanismes de déformation sont très différents. Ces difficultés nous ont amené à entreprendre un calcul par méthode aux éléments finis

semblable à celui développé pour analyser l'influence du joint lors de la déformation par fluage de matériaux monophasés /8/. Ce calcul réalisé en collaboration avec le Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée\* devrait conduire dans le cas de configurations idéalisées simples à une loi de comportement globale qui prenne en compte les paramètres du matériau biphasé.

- Une troisième approche consiste à considérer le matériau comme un fluide diphasique et à adapter les théories hydrodynamiques développées pour rendre compte de l'écoulement de ce type de fluide. Malheureusement, de telles études ont été essentiellement réalisées dans le cas de fluides newtoniens /9/ et aucun résultat sûr n'a été établi dans le cas de fluide à comportement non newtonien et avec des fractions volumiques importantes de seconde phase.

- L'approche que nous avons utilisée consiste en une simulation du matériau superplastique. Cependant, cette simulation ne peut être valable que si le matériau utilisé présente des caractéristiques analogues à celles du laiton superplastique.

- La phase  $\beta$  dans les conditions de déformation superplastique, c'est-à-dire en présence de phase  $\alpha$  est simulée par un matériau dont la loi de comportement est sensible à la contrainte mais qui contrairement à la phase  $\beta$  est indépendante de tout paramètre dimensionnel. Cette caractéristique permet d'envisager une étude à concentration faible, voire nulle de l'autre phase. Dans ce but, un mélange de vaseline avec une faible proportion de paraffine a été utilisé à la température ambiante.

- La phase  $\alpha$  est simulée par des particules sphériques indéformables (billes de verre) et de petite taille (200 à 600  $\mu\text{m}$ ) de manière à avoir un nombre important de particules dans une section quelconque du matériau. Cette double condition de sphéricité et d'indéformabilité suppose qu'il en est approximativement de même pour les grains de la phase  $\alpha$ . Comme nous l'avons vu, la première condition fait partie des hypothèses de base pour la recherche de la loi de comportement. La figure II.4. est une illustration de la deuxième condition. Elle représente la variation en fonction

---

\* Ecole Nationale Supérieure d'Electricité et de Mécanique - I.N.P.L. NANCY.

de la contrainte à 600°C du rapport  $\dot{\epsilon}_\beta / \dot{\epsilon}_\alpha$  des vitesses de déformations des phases  $\alpha$  et  $\beta$  prises séparément. Pour des contraintes caractéristiques du domaine superplastique ( $\sigma \sim 2$  à 10 MPa), ce rapport est de  $10^5$  environ. Bien que les conditions de déformation dans le matériau biphasé ne puissent être rigoureusement comparées à celles de phases isolées, il apparaît cependant que la phase  $\alpha$  peut être considérée comme quasiment indéformable comparativement à la phase  $\beta$ .

- Avec un tel matériau de simulation, le glissement le long de l'interface bille/vaseline du type frottement collant est certainement facile et n'interviendra pas dans la loi de comportement. En annexe I où sont reportés des résultats de glissement aux interfaces dans des eutectiques lamellaires et dans des bicristaux biphasés, nous montrons que cette condition est également remplie lors de la déformation des laitons biphasés.

Deux techniques (extrusion et poinçonnement) ont été utilisées pour étudier l'influence de la proportion des particules dures sur la loi de comportement. Les conditions expérimentales et les résultats de cette étude sont reportés en annexe III.

Il est montré en particulier que :

- le matériau est sensible à la contrainte avec un exposant  $n$  égal à 5 environ ;
- la valeur de cet exposant n'est pas modifiée par la présence des particules dures ;
- la vitesse de déformation décroît lorsque la fraction volumique des particules augmente.

Ainsi, la loi de comportement du matériau avec particules peut se mettre sous la forme :

$$\dot{\epsilon}_g(p) = f(p) \dot{\epsilon}_m \quad (\text{II.1})$$

où  $\dot{\epsilon}_m$  est la loi de comportement du matériau seul et  $f(p)$  est une fonction de la fraction volumique des particules présentes. La figure II.5 représente

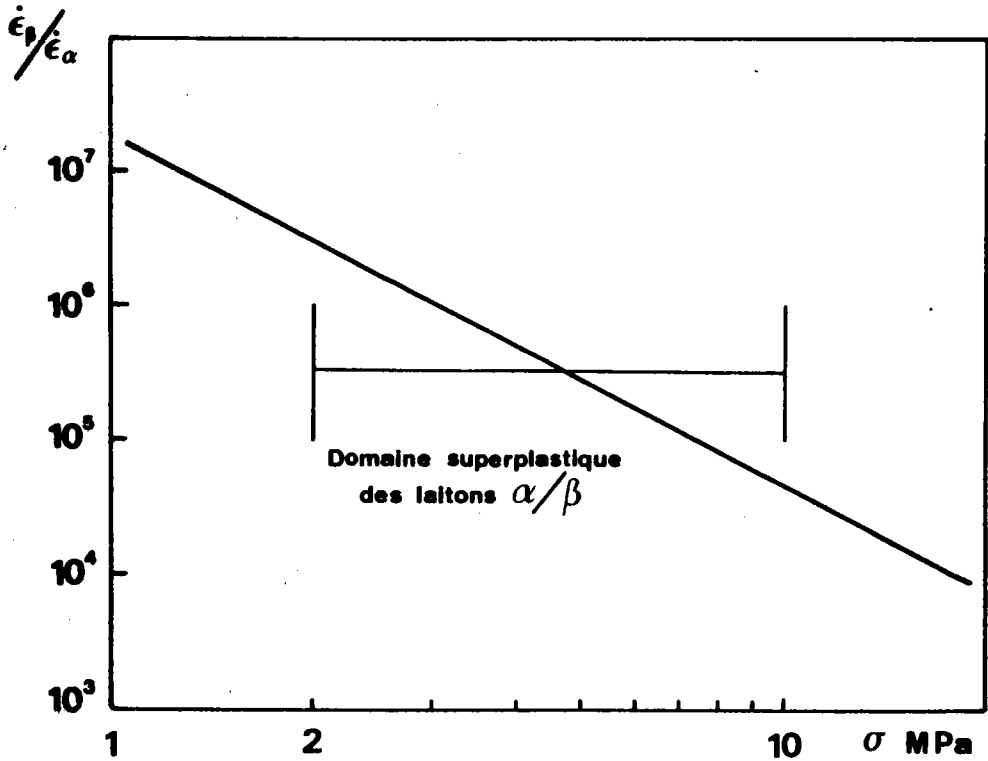


Fig.II.4.

Comparaison des vitesses de déformation à  $600^\circ\text{C}$  pour les phases  $\alpha$  et  $\beta$  du laiton. Dans le domaine superplastique, on peut considérer que la phase  $\alpha$  ne se déforme pas.

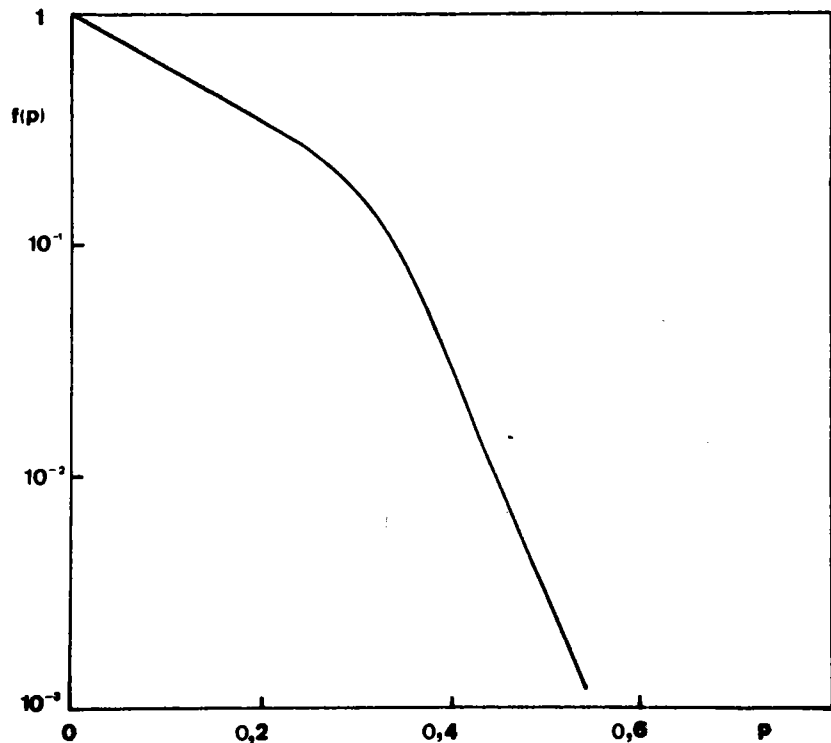


Fig.II.5.

Influence de la fraction volumique de billes de verre sur la vitesse de déformation du mélange vaseline-paraffine.

les variations en échelle semi-logarithmique de la fonction  $f(p)$  déduite des études d'extrusion et de poinçonnement sur le mélange vaseline-paraffine.

### II.2.2. Expression de la loi de comportement

L'étude de simulation montre que la loi de comportement d'un matériau diphasique s'obtient à partir de la loi de comportement de la matrice par une fonction multiplicatrice de la proportion des particules dures. Dans la mesure où cette simulation rend compte du comportement superplastique des laitons biphasés (grains de phase  $\alpha$  assimilés à des particules sphériques indéformables, phase  $\beta$  obéissant à une loi de comportement du type de celle des fluides non-newtoniens, similitude de comportement aux interfaces) la loi de comportement de l'alliage superplastique s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_g = g(\alpha)\dot{\epsilon}_\beta \quad (\text{II.2.})$$

où  $g(\alpha)$  est une fonction de la proportion de phase  $\alpha$  présente dans l'alliage et  $\dot{\epsilon}_\beta$  est la loi de comportement de la phase  $\beta$  en présence de la phase  $\alpha$ . Cette dernière loi peut alors être prise du même type que celle d'un matériau monophasé dans les conditions superplastiques. La forme générale d'une telle loi est :

$$\dot{\epsilon}_\beta = A_\beta \frac{\sigma^n}{L_\beta^a} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{II.3.})$$

où  $A_\beta$  est une constante,  $L_\beta$  est la taille des grains de la phase  $\beta$ ,  $Q_\beta$  est l'énergie d'activation apparente pour la déformation,  $n$  et  $a$  sont des coefficients. La loi de comportement globale s'écrit alors :

$$\dot{\epsilon}_g = h(\alpha) \frac{\sigma^n}{L_\beta^a} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{II.4.})$$

où  $h(\alpha) = A_\beta g(\alpha)$

La détermination des différents coefficients nécessite d'étudier successivement les influences de la contrainte, de la taille des grains de la phase  $\beta$  et de la température sur la vitesse de déformation, les autres grandeurs étant dans chaque cas maintenues constantes.

### II.2.2.1. Influence de la contrainte : détermination du coefficient n

Le coefficient  $n$  qui mesure la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte peut être obtenu selon différentes méthodes. Le problème posé par cette détermination est la comparaison de contraintes et vitesses de déformation à structure constante. En annexe IV, on trouvera la présentation des différentes méthodes, leur étude critique ainsi que les résultats des essais effectués pour déterminer ce coefficient. Il est ainsi montré que :

- le coefficient  $n$  est égal à  $2,0 \pm 0,1$  pour les alliages A, B et C, à 2,5 environ pour l'alliage D qui présente la plus forte proportion de phase  $\alpha$ . Cet alliage ne sera pas considéré lors de l'établissement de la loi de comportement (sauf à des températures supérieures à  $600^\circ\text{C}$  conduisant à des fractions volumiques de phase  $\alpha$  plus faibles). Nous reviendrons sur le cas de cet alliage lors de la discussion.
- la valeur du coefficient  $n$  est indépendante de l'état structural du matériau, qu'il soit à phases  $\alpha$  allongées ou approximativement équiaxes. Ce dernier point sera repris ultérieurement.

Pour les alliages A, B, C, la loi de comportement s'écrit alors :

$$\dot{\epsilon}_g = h(\alpha) \frac{\sigma^2}{L_\beta^a} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{II.5.})$$

### II.2.2.2. Influence de la taille des grains de la phase $\beta$ : détermination du coefficient a

Compte tenu des résultats obtenus précédemment, le coefficient  $a$  peut être déterminé pour chaque alliage A, B, C par la pente de la courbe donnant les variations en échelle logarithmique de la quantité  $\frac{\sigma^2}{\dot{\epsilon}_g}$  en fonction de  $L_\beta$  pour des essais effectués à température constante. Ces courbes sont reproduites sur la figure II.6. Leur pente est égale à 2 pour tous les alliages.

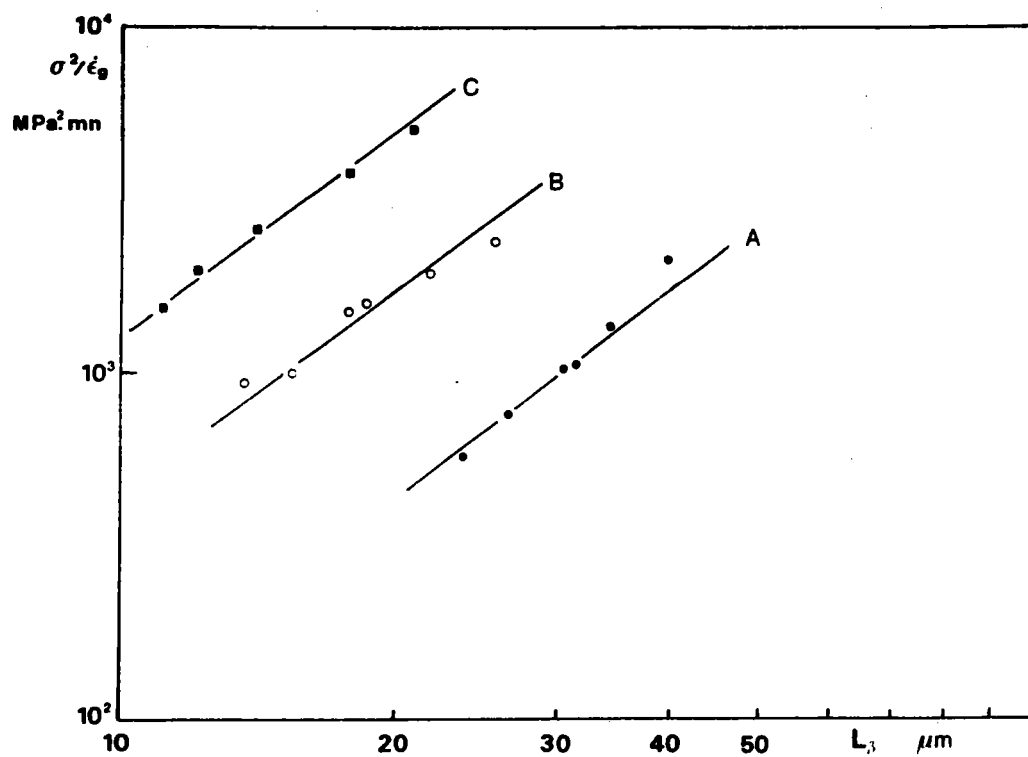


Fig. II.6.

Détermination du coefficient  $a$  donnant l'influence de la taille des grains de la phase  $\beta$  sur la vitesse de déformation pour les alliages A, B, C, déformés à  $600^\circ\text{C}$ .



La vitesse de déformation globale s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_g = h(\alpha) \frac{\sigma^2}{L_\beta} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{II.6.})$$

### II.2.2.3. Influence de la température : détermination de $Q_\beta$

La détermination de l'énergie d'activation apparente nécessite certaines précautions : en effet, un changement de température entraîne une variation de la vitesse de déformation non seulement directement par l'intermédiaire de  $Q_\beta$  mais aussi indirectement par l'intermédiaire de la proportion des phases. Or la fonction  $h(\alpha)$  qui traduit cette influence ne peut être obtenue qu'après détermination de  $Q_\beta$ . Pour lever cette double indétermination, la démarche suivante a été adoptée :

La figure II.7. donne les variations en échelle semi-logarithmique de la quantité  $\frac{\dot{\epsilon}_g L_\beta^2}{\sigma^2} = h(\alpha) \exp - \frac{Q_\beta}{RT}$  en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$  pour les essais réalisés à 600°C sur les alliages A, B et C. La courbe obtenue étant une droite, il apparaît que la fonction  $h(\alpha)$  subit une variation analogue à une translation près pour des valeurs de  $\alpha$  comprises entre 0,2 et 0,6. Or  $h(\alpha)$  s'écrit :

$$h(\alpha) = \frac{\dot{\epsilon}_g L_\beta^2}{\sigma^2} \exp \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{II.7.})$$

Ainsi, à toute valeur de  $Q_\beta$ , correspond une valeur de  $h(\alpha)$  caractéristique de chacun des essais reportés dans le tableau II.1. La valeur de  $Q_\beta$  qui a été retenue est celle qui rend maximum le coefficient de corrélation linéaire entre  $\text{Log } h$  et  $\alpha$ . Cette valeur est égale à  $115 \pm 10 \text{ KJ.mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ . Compte tenu de l'ensemble des résultats, la loi de comportement globale s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_g = h(\alpha) \frac{\sigma^2}{L_\beta} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad \text{où } Q_\beta = 115 \pm 10 \text{ KJ.mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1} \quad (\text{II.8.})$$

La figure II.8. représente les variations en échelle semi-logarithmique de  $h(\alpha)$  en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$  pour tous les essais effectués, c'est à dire pour des valeurs de  $\alpha$  comprises entre 0,2 et 0,63.

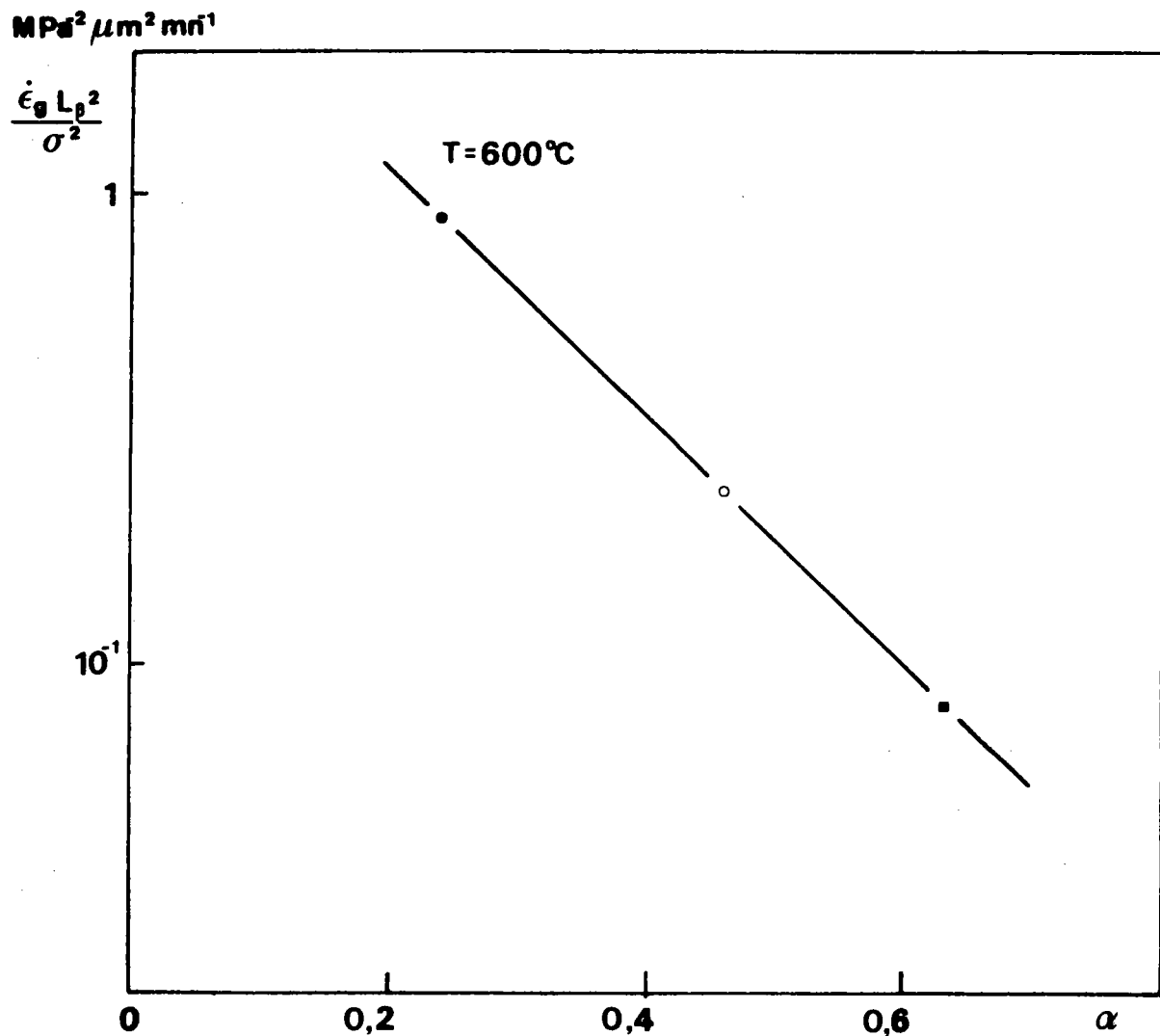


Fig.II.7.

Mise en évidence d'une relation linéaire entre le logarithme de  $\frac{\dot{\epsilon}_g L_g^2}{\sigma^2}$  et la fraction volumique de phase  $\alpha$  pour les alliages A, B, C, déformés à  $600^\circ\text{C}$ .

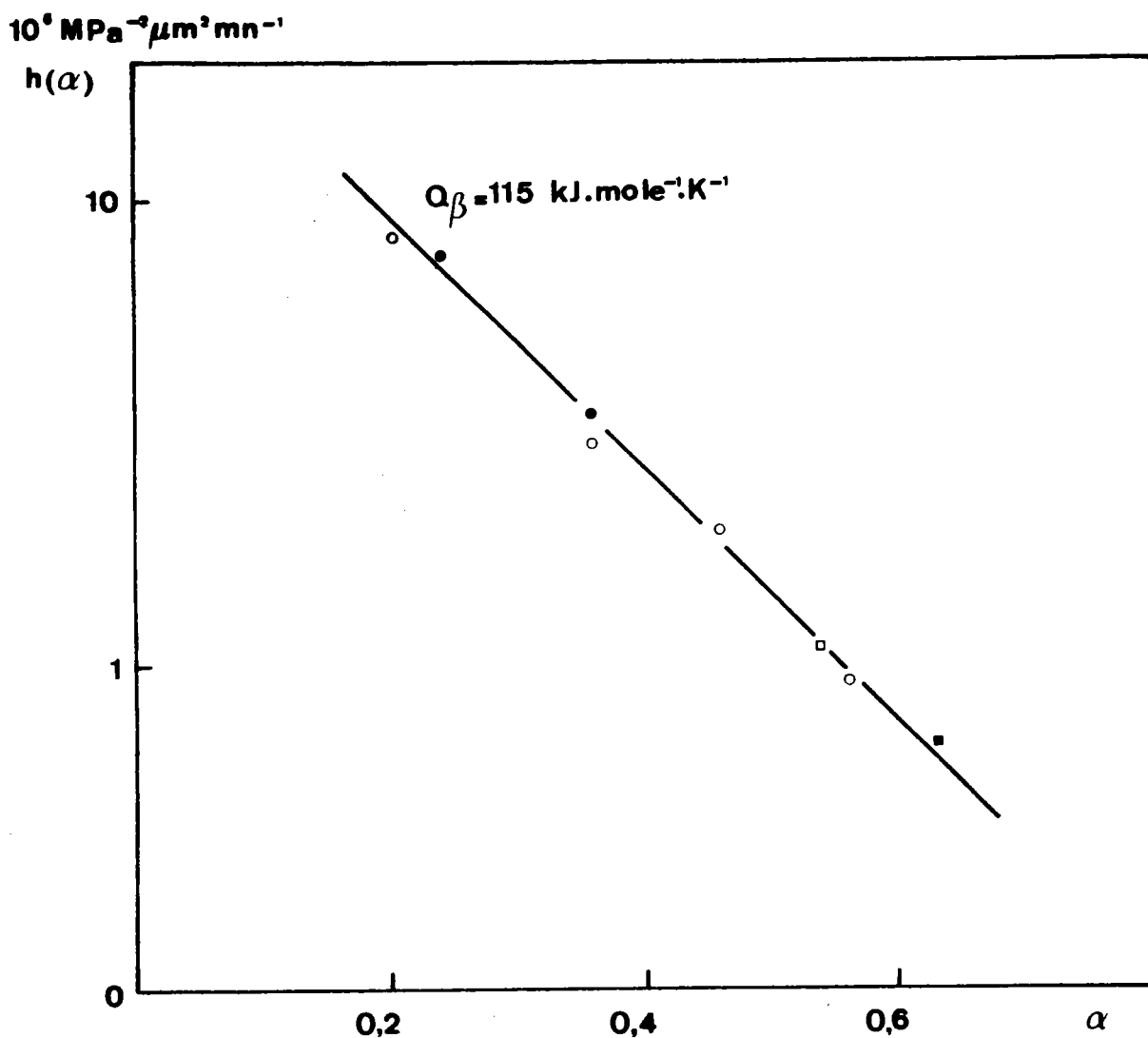


Fig.II.8.

Influence de la fraction volumique de phase  $\alpha$  sur la vitesse de déformation globale des laitons. L'énergie d'activation a été prise égale à  $115 \text{ kJ.mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ .

C'est une fonction qui apparaît fortement décroissante de la proportion de phase  $\alpha$  présente dans l'alliage.

REMARQUE :

Si  $A_\beta$  n'est pas considéré comme une constante dans la relation (II.3.) mais comme une quantité inversement proportionnelle à la température comme il apparaît souvent dans les équations de fluage, la valeur de  $Q_\beta$  est légèrement modifiée, la différence étant négligeable et inférieure à l'erreur expérimentale.

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ M. SUERY, Doctorat de 3<sup>e</sup> Cycle, METZ (1974).
- /2/ H. DAMIANI, Thèse de Docteur Ingénieur, ORSAY (1969).
- /3/ B.D. AGARWAL, J.M. LIFSHITZ et L.J. BROUTMAN, Fibre Science and Technology, 7 (1974) 45.
- /4/ B.D. AGARWAL et L.J. BROUTMAN, Fibre Science and Technology, 7 (1974) 63.
- /5/ D. TURHAN, Acta Mechanica, 28 (1977) 219.
- /6/ B. KARLSSON et B.O. SUNDSTRÖM, Mat. Sci. Eng. 16 (1974) 161.
- /7/ B. SUNDSTRÖM, Mat. Sci. and Eng. 12 (1973) 265.
- /8/ F.W. CROSSMAN et M.F. ASHBY, Acta Met. 23 (1975) 425.
- /9/ I.R. RUTGERS, Rheologica Acta, 2 (1962) 305.

## III

### DISCUSSION

La loi établie précédemment pour rendre compte du comportement superplastique des laitons biphasés l'a été dans le cas d'une structure équiaxe et en tenant compte de l'évolution de la taille des grains au cours de la déformation. De telles démarches n'ont été que très rarement suivies et il apparaît alors nécessaire dans un premier temps de discuter et de comparer cette loi avec les autres résultats de la littérature. Ensuite, nous étudierons en détail les différentes évolutions de structure qui se produisent au cours de la déformation et nous analyserons comment ces évolutions peuvent modifier les paramètres intervenant dans la loi de comportement. Nous montrerons en particulier que le grossissement des grains permet d'interpréter les principales caractéristiques attribuées au domaine I (cf. Introduction). Nous aborderons alors plus précisément les mécanismes de déformation superplastique des laitons biphasés en nous attachant principalement à l'étude du rôle de la phase  $\alpha$ , des mécanismes de déformation de la phase  $\beta$ , de la transition entre le domaine superplastique et le domaine III, et de l'influence des interfaces. Enfin, en prenant comme base l'analogie hydrodynamique, nous proposerons un modèle susceptible de rendre compte de la déformation superplastique de ces alliages.

#### III.1. DISCUSSION DE LA FORME DE LA LOI DE COMPORTEMENT

Afin de discuter de la loi de comportement, nous allons successivement envisager les différents paramètres qui interviennent et comparer leurs valeurs à celles qui sont généralement proposées dans la littérature.

##### III.1.1. Valeur du coefficient $n$

La vitesse de déformation est proportionnelle au carré de la contrainte d'écoulement : ce résultat semble être une caractéristique du comportement superplastique des alliages biphasés pour peu que la détermination

du coefficient  $n$  soit effectuée correctement, c'est à dire en comparant les contraintes et vitesses de déformation à structure constante (cf. Annexe IV). Ainsi, dans les alliages Ni-Fe-Cr /1/, ZnAl /2-8/, AlCu /9/ (dans certaines conditions) et les aciers au CrNi /10/ pour lesquels la structure est relativement stable au cours de la déformation, de même que dans les alliages CuP /11/ et TA6V /12/ pour lesquels il a été tenu compte du grossissement des grains, la valeur du coefficient  $n$  est égale à 2 et apparaît constante sur une assez large gamme de vitesses de déformation. En revanche, dans le cas des alliages superplastiques essentiellement monophasés, c'est à dire présentant une faible fraction volumique de seconde phase, la valeur du coefficient  $n$  apparaît généralement plus faible et voisine de l'unité (Fig . 13 page 243, Réf. /13/). Ce résultat sera repris et discuté ultérieurement.

Le coefficient  $n$  est indépendant de l'état structural du matériau : sa valeur au début de la déformation correspondant à une structure à phases  $\alpha$  allongées est égale à celle qui est observée après déformation lorsque celles-ci sont devenues approximativement équiaxes. Ce résultat est différent de ceux qui ont été obtenus dans le cas des aciers inoxydables /14/, des alliages IN744 et FeCu /15/ et des aciers /16/ pour lesquels le coefficient  $n$  diminue depuis une valeur voisine de 3 jusqu'à une valeur égale à 2 environ. Ces derniers cas sont à rapprocher des observations effectuées sur l'alliage AlCu à l'état brut de coulée qui dans des conditions favorables de température et de vitesse de déformation développe une structure à grains équiaxes /17,18/; cette transition est associée à une diminution de la valeur du coefficient  $n$  qui passe ainsi de 5 à 2 environ après une déformation de 40 %. De telles observations ont également été réalisées sur un alliage de titane soudé /19/. Ainsi, ce type de comportement apparaît dans des alliages biphasés dont la phase dure entièrement ou partiellement connectée au début de la déformation se sépare et devient approximativement équiaxe. Dans le cas des laitons et pour des fractions volumiques de phase  $\alpha$  inférieures à 0,6 environ, les phases  $\alpha$ , bien que allongées au début de la déformation, n'apparaissent pas connectées; une déformation du matériau peut alors s'effectuer dans la phase  $\beta$  avec réarrangement de la phase  $\alpha$  sans déformation appréciable de celle-ci. Pour des fractions volumiques plus grandes et donc dans le cas de l'alliage D, la phase  $\alpha$  est partiellement connectée et le reste au cours de la déformation en subissant toutefois un certain réarrangement. La valeur du coefficient  $n$  est alors plus grande, voisine de 2,5, et elle ne diminue pas

au cours de la déformation. On constate plutôt une légère tendance à l'augmentation en fin de déformation. Ce point sera repris ultérieurement.

### III.1.2. Valeur du coefficient a

La vitesse de déformation apparaît inversement proportionnelle au carré de la taille des grains de la phase déformable  $\beta$ , ou compte tenu de la valeur du coefficient  $n$  la contrainte d'écoulement est proportionnelle à cette même taille pour des essais à vitesse de déformation constante. Ce résultat obtenu indirectement à partir des courbes de traction après détermination du coefficient  $n$  a été confirmé directement sur l'alliage B. Pour celà, la démarche suivante a été adoptée : des éprouvettes de traction de cet alliage ont subi tout d'abord une prédéformation de 0,4 à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ , de manière à développer une structure à phases  $\alpha$  équiaxes; des recuits différents de durée comprise entre 20 minutes et 16 heures ont alors été effectués sur les différents échantillons, directement dans le four de traction, puis la déformation a été poursuivie de quelques pourcents nécessaires à l'établissement d'un régime permanent pour la contrainte d'écoulement. L'essai a été interrompu par une trempe à l'eau et les paramètres de la structure ont alors été déterminés. La figure III.1. représente les variations de cette contrainte d'écoulement en fonction de la taille des grains de la phase  $\beta$ . La courbe obtenue est une droite qui passe par l'origine. Cette proportionnalité contrainte-taille des grains de la phase déformable a été également observée sur des aciers dans le domaine de coexistence des phases ferrite-austénite /10,20/.

Nous avons montré en Annexe II que dans le cas des laitons, la taille des grains de la phase  $\alpha$  est proportionnelle à celle des grains de la phase  $\beta$ , le facteur de proportionnalité dépend de la fraction volumique de phase  $\alpha$ . ( $L_\alpha = k(\alpha) L_\beta$ ). Ainsi, toute combinaison linéaire de  $L_\alpha$  et  $L_\beta$ , soit  $L = xL_\alpha + yL_\beta$ , est proportionnelle à  $L_\beta$  :  $L = (xk(\alpha) + y)L_\beta$ . La loi de comportement peut alors s'écrire :

$$\dot{\epsilon}_g = j(\alpha) \frac{\sigma^2}{L^2} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad \text{où} \quad j(\alpha) = h(\alpha) [xk(\alpha) + y]^2$$

Cette loi est comparable du point de vue de l'influence de la "taille des grains" à celles qui ont été proposées jusqu'alors, entre autres pour les alliages biphasés, et qui ne différencient pas le rôle de chacune des phases au cours de la déformation. En effet, des valeurs égales à 2

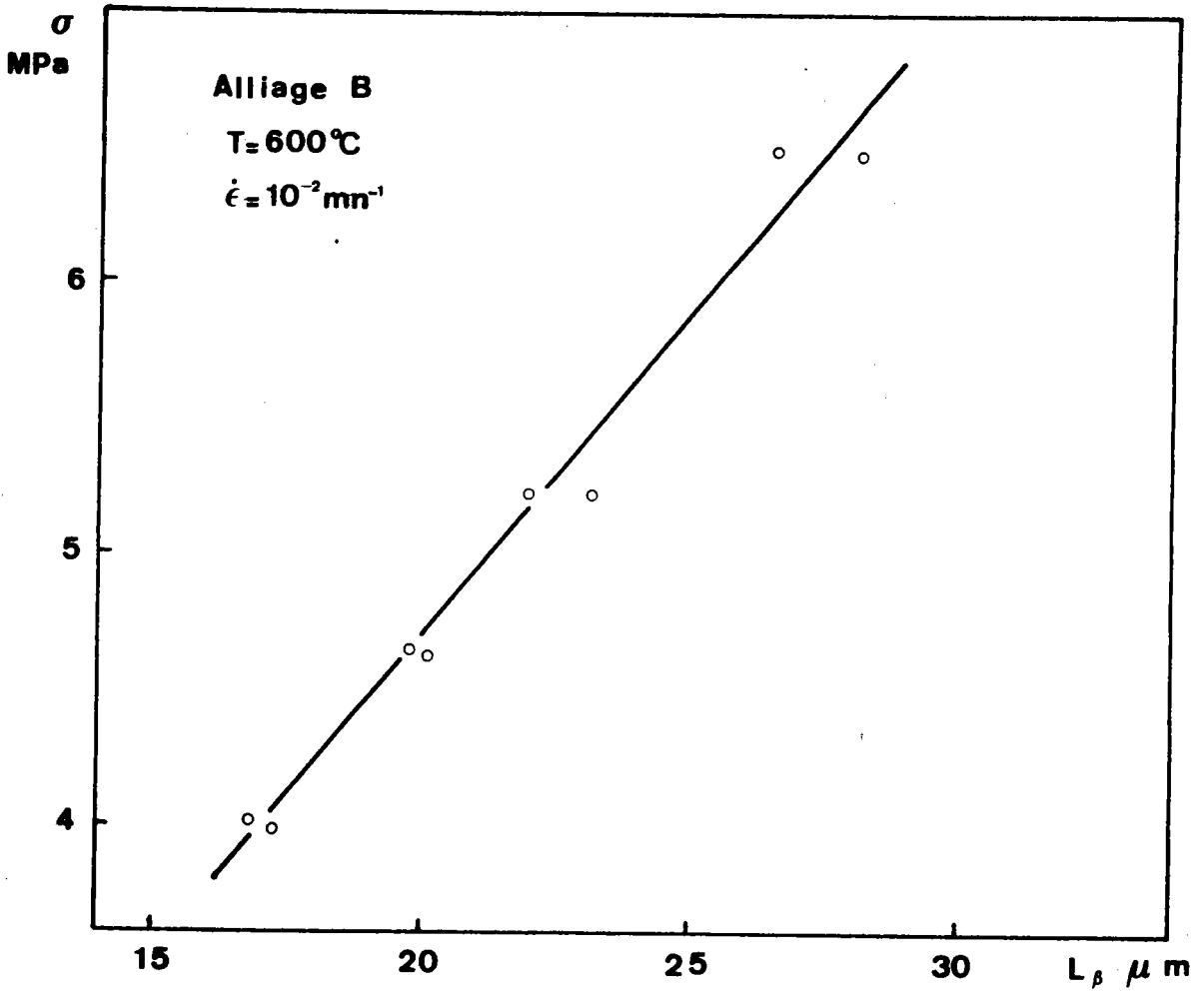


Fig.III.1.

Mise en évidence de la proportionnalité entre la contrainte et la taille des grains de la phase  $\beta$  pour l'alliage B déformé de 0.4 à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$  et après différents temps de recuit.



pour le coefficient  $a$  ont souvent été déterminées [3,5,17,21] ; cependant, elles traduisent généralement l'influence de la taille initiale des grains sur la vitesse de déformation. Cette influence doit être identique à celle que nous avons trouvée dans le cas d'alliages à structure particulièrement stable. En revanche si la structure évolue, nous montrerons ultérieurement qu'elle doit être différente de celle que l'on obtient lorsqu'on tient compte du grossissement des grains comme nous l'avons fait lors de l'établissement de la loi de comportement.

### III.1.3. Valeur de $Q_\beta$

L'énergie d'activation apparente pour la déformation des laitons  $\alpha/\beta$  est égale à  $115 \pm 10 \text{ KJ} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ . Cette valeur apparaît voisine de l'énergie de diffusion en volume du cuivre ou du zinc dans la phase  $\beta$  ( $Q_{V\beta} \approx 105 \text{ KJ} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  à  $600^\circ\text{C}$ ) et très différente de celle correspondant à la phase  $\alpha$  ( $Q_{V\alpha} = 155 \text{ KJ} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  à  $600^\circ\text{C}$ ). Ces valeurs ont été tirées de la thèse de EBERHARDT [23/Annexe III.p.24] d'après ADDA et PHILIBERT [24/ (Figure III.2) . De plus, la valeur obtenue pour l'énergie d'activation apparaît proche de celle qui est déterminée pour le fluage de la phase  $\beta$  polycristalline: La figure III.3. représente les courbes contrainte-vitesse de déformation en coordonnées logarithmiques pour des laitons  $\beta$  à 47,6 % en poids de zinc déformés à différentes températures. Ces courbes ont été obtenues à partir d'essais de traction à vitesse de déformation constante. Elles sont indépendantes de la taille des grains du matériau. L'exposant de la contrainte qui varie peu avec la température est proche de 3 en accord avec des résultats obtenus par d'autres auteurs [25-29/]. L'énergie d'activation qui se déduit des courbes précédentes dans une représentation  $\text{Log } \dot{\epsilon} - \frac{1}{T}$  à contrainte constante est égale à  $102 \text{ KJ} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  (figure III.4. Une valeur semblable a également été obtenue par BROWN et LENTON [27/ et DELOBELLE et OYTANA [28/]. Ces derniers ont cependant trouvé que pour des contraintes faibles l'énergie d'activation décroît pour atteindre  $50 \text{ KJ} \cdot \text{mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$  à 1 MPa. Ce résultat contradictoire avec le précédent n'a pas été interprété par les auteurs. La valeur de l'énergie d'activation pour le fluage de la phase  $\beta$  apparaît toutefois inférieure à celle qui a été déterminée dans le domaine superplastique. Il faut remarquer cependant que cette valeur correspond à une teneur en zinc de 47,6 % en poids, c'est à dire supérieure à celle qui existe dans les laitons biphasés dans ce domaine de température (45,2 % à  $500^\circ\text{C}$  et 40,6 % à  $750^\circ\text{C}$ ); il n'est pas étonnant alors

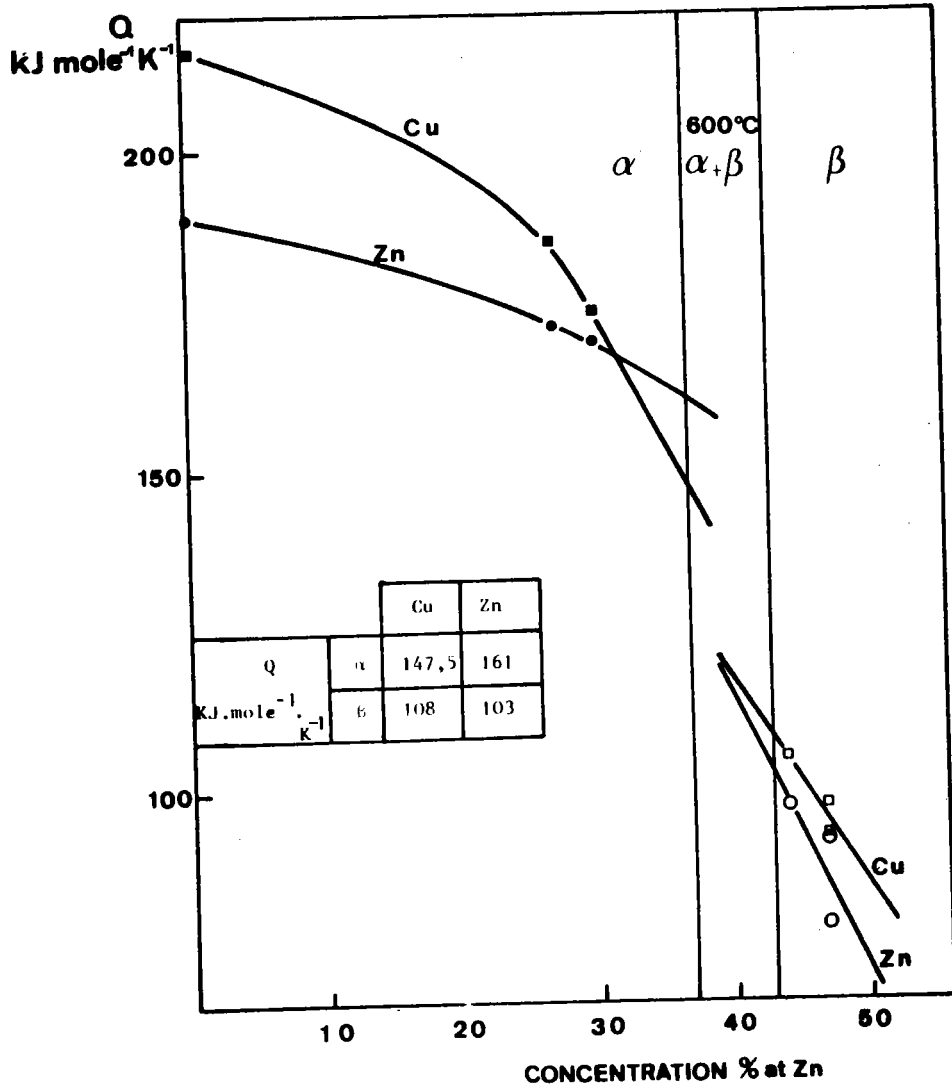


Fig. III.2.

Energie d'activation pour la diffusion du cuivre et du zinc dans les phases  $\alpha$  et  $\beta$  du laiton. Valeur extrapolées à  $600^{\circ}\text{C}$  pour les concentrations limites données par le diagramme d'équilibre.

D'après A. EBERHARDT (23).

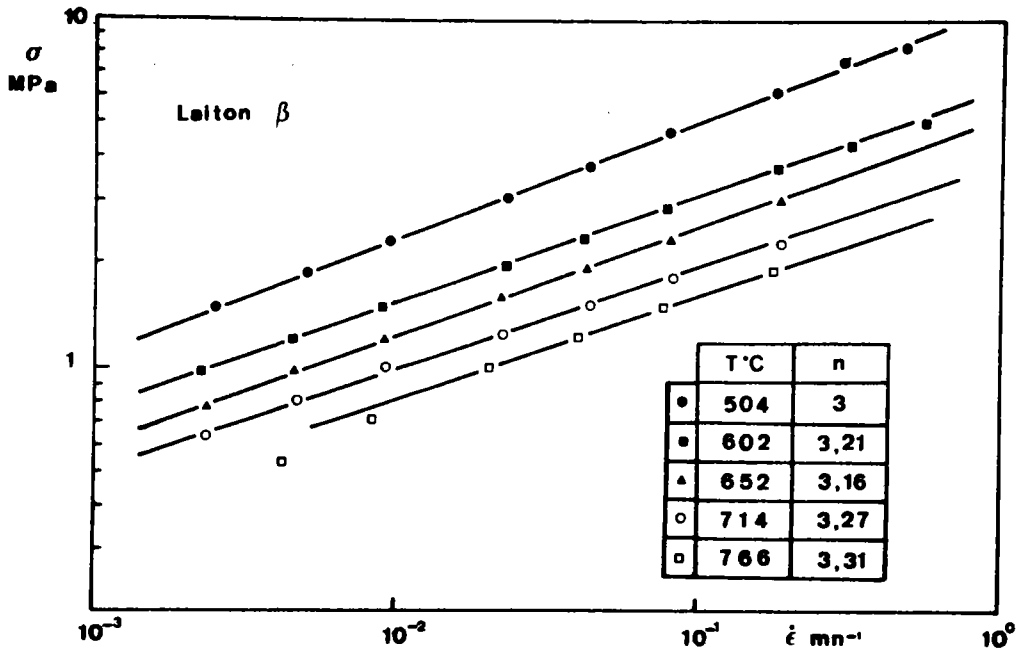


Fig.III.3.

Variation de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour un laiton  $\beta$  à 47,6 % en poids de zinc déformé à différentes températures.

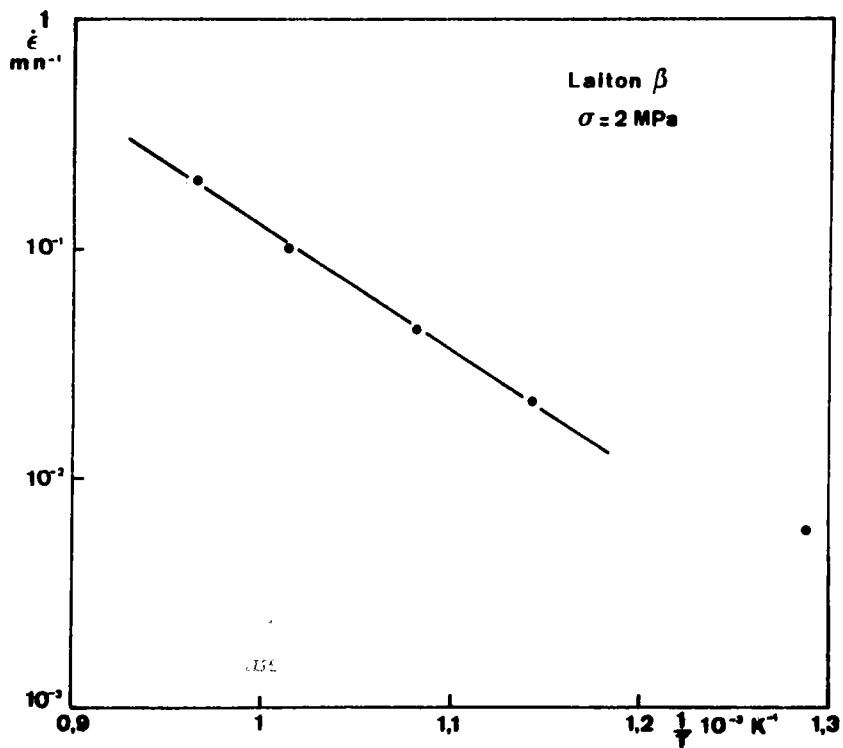


Fig.III.4.

Détermination de l'énergie d'activation pour la déformation du laiton  $\beta$  à 47,6 % en poids de zinc.

de trouver une énergie d'activation plus faible; on constate en effet que l'énergie de diffusion en volume du cuivre et du zinc diminue lorsque la concentration en zinc augmente (cf. Figure III.2.).

Ces résultats confirment l'hypothèse selon laquelle c'est la phase  $\beta$  qui se déforme et qui contrôle la vitesse de déformation globale des laitons biphasés dans le domaine superplastique et ce jusqu'à des fractions volumiques de phase  $\alpha$  voisines de 0,6 . Un résultat analogue a été obtenu dans le cas d'alliages CuP : l'énergie d'activation déterminée rigoureusement, c'est à dire à structure constante a été trouvée égale à l'énergie d'autodiffusion en volume dans la phase riche en cuivre la plus ductile /11/.

Cette détermination de l'énergie d'activation va à l'encontre de celle qui est habituellement effectuée : Pour un alliage de structure initiale donnée, le logarithme de la vitesse de déformation est porté en fonction de l'inverse de la température pour une contrainte donnée. Une telle démarche néglige à la fois les évolutions de structure au cours de la déformation ainsi que la variation de la fraction volumique des phases avec la température. Cependant, ce dernier effet n'est important que pour des alliages dont les phases sont de ductilités très différentes et dont la fraction volumique dépend fortement de la température.

Dans le cas des laitons qui réunissent ces deux caractéristiques, l'effet est essentiel : La figure III.5. donne les variations du logarithme de la quantité  $\frac{\dot{\epsilon} L^2}{\sigma^2}$  en fonction de l'inverse de la température pour tous les essais effectués sur l'alliage B et qui sont reportés sur le tableau II.1. On constate que la courbe obtenue est une droite dont la pente conduit à une énergie d'activation égale à  $207 \text{ KJ.mole}^{-1} . \text{K}^{-1}$ , c'est à dire très différente de celle qui est obtenue en tenant compte des variations de la proportion des phases avec la température. La figure III.5. donne également pour l'alliage B les variations de la quantité  $\frac{\dot{\epsilon} L^2}{\sigma^2}$  en fonction de l'inverse de la température pour les essais effectués à une vitesse de déformation égale à  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ . La pente de cette courbe, qui apparaît encore comme une droite, obtenue en négligeant l'influence à la fois de la proportion des phases et de l'évolution de la structure est alors égale à  $74 \text{ KJ.mole}^{-1} . \text{K}^{-1}$ . Le fait d'obtenir toujours une variation linéaire sur un graphe d'ARRHENIUS peut paraître à priori surprenant ou fortuit. Il faut remarquer cependant que la

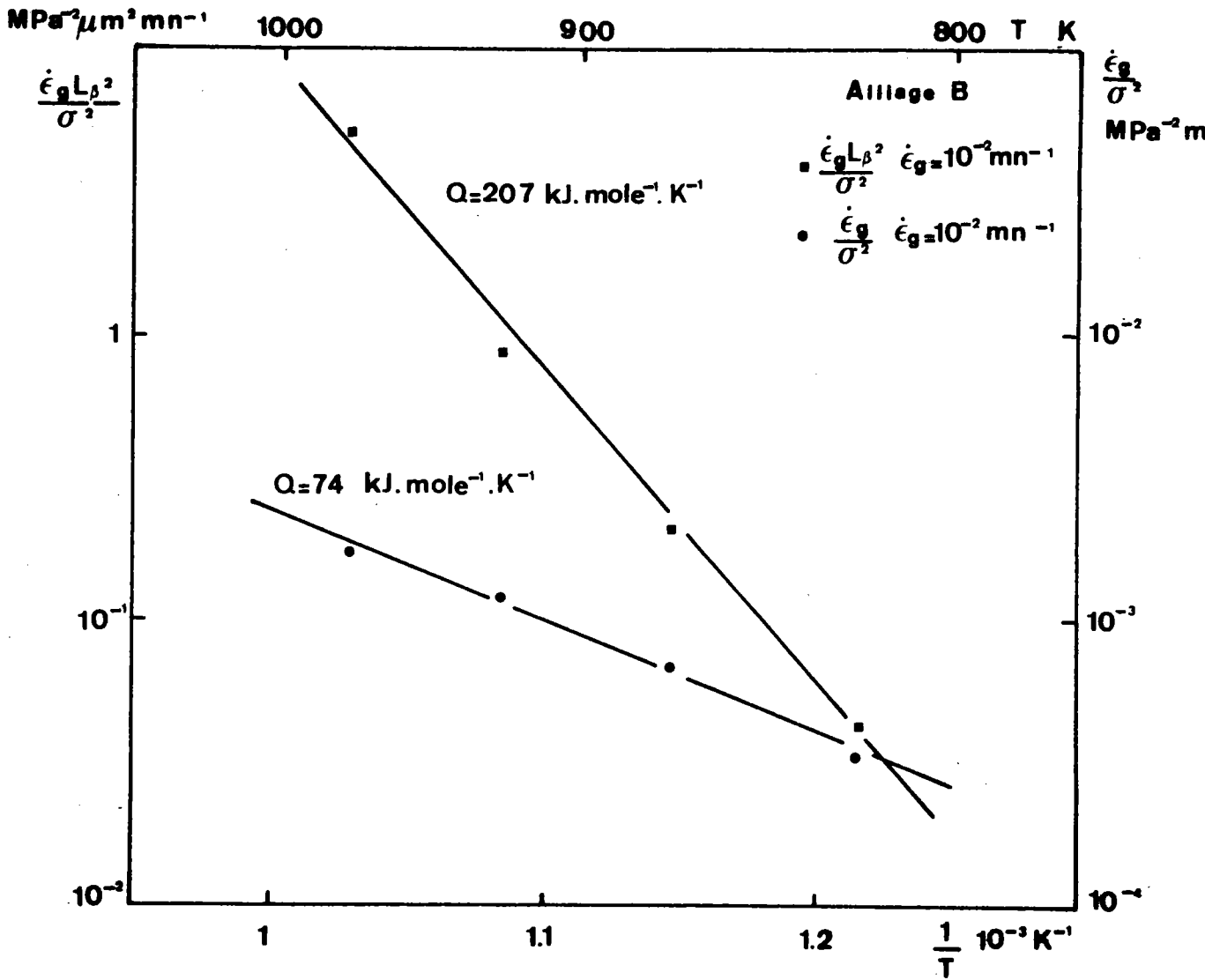


Fig.III.5.

Courbes utilisées pour déterminer l'énergie d'activation apparente pour la déformation de l'alliage B lorsque les évolutions de structure ne sont prises en compte.

fonction  $h(\alpha)$  présente en fonction de  $\alpha$  une variation linéaire en coordonnées semi-logarithmiques (Fig.II.8.) et que  $\alpha$  lui-même, déterminé par la règle des segments inverses sur le diagramme d'équilibre, dépend à peu près linéairement de la température. De plus, le grossissement des grains de la phase  $\beta$  est un phénomène activé thermiquement qui peut donc se représenter dans un diagramme d'ARRHENIUS. Nous étudierons plus en détail cet effet du grossissement des grains sur la mesure de l'énergie d'activation.

Cette détermination de l'énergie d'activation dans le cas d'alliages présentant une variation de la proportion des phases avec la température. pose un autre problème : en effet, des variations de températures nécessaires à cette détermination entraînent des variations des compositions des phases présentes dans l'alliage et donc des variations des énergies de diffusion du cuivre et du zinc dans chacune des phases. Ainsi, entre 550°C et 700°C (correspondant au domaine de température utilisé) la concentration en zinc de la phase  $\beta$  varie de 44,4 à 41,6 % en poids entraînant une augmentation de  $Q_{V\beta}$  qui passe de 101 KJ.mole<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> à 112 KJ.mole<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup> environ (Fig. III.2.). Cet effet relativement important ne dépasse toutefois pas l'erreur expérimentale inhérente à la détermination de l'énergie d'activation apparente telle qu'elle a été effectuée.

#### III.1.4. Fonction $h(\alpha)$

La vitesse de déformation de l'alliage biphasé est d'autant plus faible que la fraction volumique de phase  $\alpha$  est plus importante. La fonction  $h(\alpha)$ , qui traduit cette influence et dont les variations sont représentées sur la figure II.8., présente certaines caractéristiques :

- elle est indépendante de la taille des grains de cette phase dans le domaine exploré, c'est à dire pour des tailles comprises entre 10 et 25 microns environ (tableau II.1.); seul intervient sa fraction volumique. Ce résultat tend à prouver que le rôle de la phase  $\alpha$  est essentiellement mécanique, celle-ci ne contrôlant pas la vitesse de déformation dans le domaine superplastique.
- elle dépend très fortement de la fraction volumique de phase  $\alpha$  : un tel comportement ne peut être rapproché de ce qu'on obtiendrait en appliquant une loi des mélanges à un matériau constitué d'une

phase  $\beta$  déformable et d'une phase  $\alpha$  quasiment rigide. Dans ce cas en effet la vitesse de déformation décroît linéairement en fonction de la fraction volumique de la phase dure. Il faut remarquer cependant qu'une telle loi ne pourrait s'appliquer que pour des valeurs de  $\alpha$  faibles, c'est à dire tant que les phases  $\alpha$  peuvent être considérées comme isolées sans interaction entre elles. Malheureusement, comme nous l'avons vu, la vérification d'une telle loi est impossible, car pour des proportions très faibles de phase  $\alpha$ , le matériau n'est plus superplastique. Pour des proportions plus grandes, les interactions entre phases dures ne peuvent plus être considérées comme négligeables, et la vitesse de déformation décroît fortement. Cette décroissance est à rapprocher de celle qui est obtenue sur le matériau de simulation chargé de billes de verre. Sur la figure III.6. sont reportées les variations de  $g(\alpha)$  (relation II.2.) et de  $f(p)$  en fonction respectivement des proportions de phase  $\alpha$  et de particules. Pour obtenir  $g(\alpha)$ , la fonction  $h(\alpha)$  a été extrapolée jusqu'à une valeur de  $\alpha$  nulle, soit  $h(0)$  en supposant une variation linéaire dans le diagramme de la figure II.8. pour des valeurs de  $\alpha$  inférieures à 0,2.  $g(\alpha)$  est alors déterminée par la relation  $g(\alpha) = \frac{h(\alpha)}{h(0)}$ . Ces variations apparaissent sensiblement analogues pour des valeurs de  $\alpha$  (ou  $p$ ) inférieures à 0,30. Au delà de 0,30, la décroissance de  $f(p)$  apparaît plus rapide : les particules tendent alors à former un édifice de plus en plus compact, faisant ainsi décroître très fortement la vitesse de déformation. Pour l'alliage superplastique en revanche, les grains de phase  $\alpha$  peuvent s'agglomérer facilement jusqu'à des proportions supérieures à 60 %, sans pour autant constituer une structure rigide. Au delà de cette valeur, la comparaison ne peut plus être réalisée, le matériau perdant ses caractéristiques superplastiques, comme c'est le cas pour l'alliage D.

Cette similitude de comportement valide l'hypothèse selon laquelle un alliage superplastique biphasé dont les phases sont de ductilités très différentes se comporte comme un fluide non-newtonien présentant une certaine fraction volumique de particules indéformables. Cette analogie servira de base à la discussion générale du comportement des alliages biphasés présentée dans la troisième partie de ce chapitre.

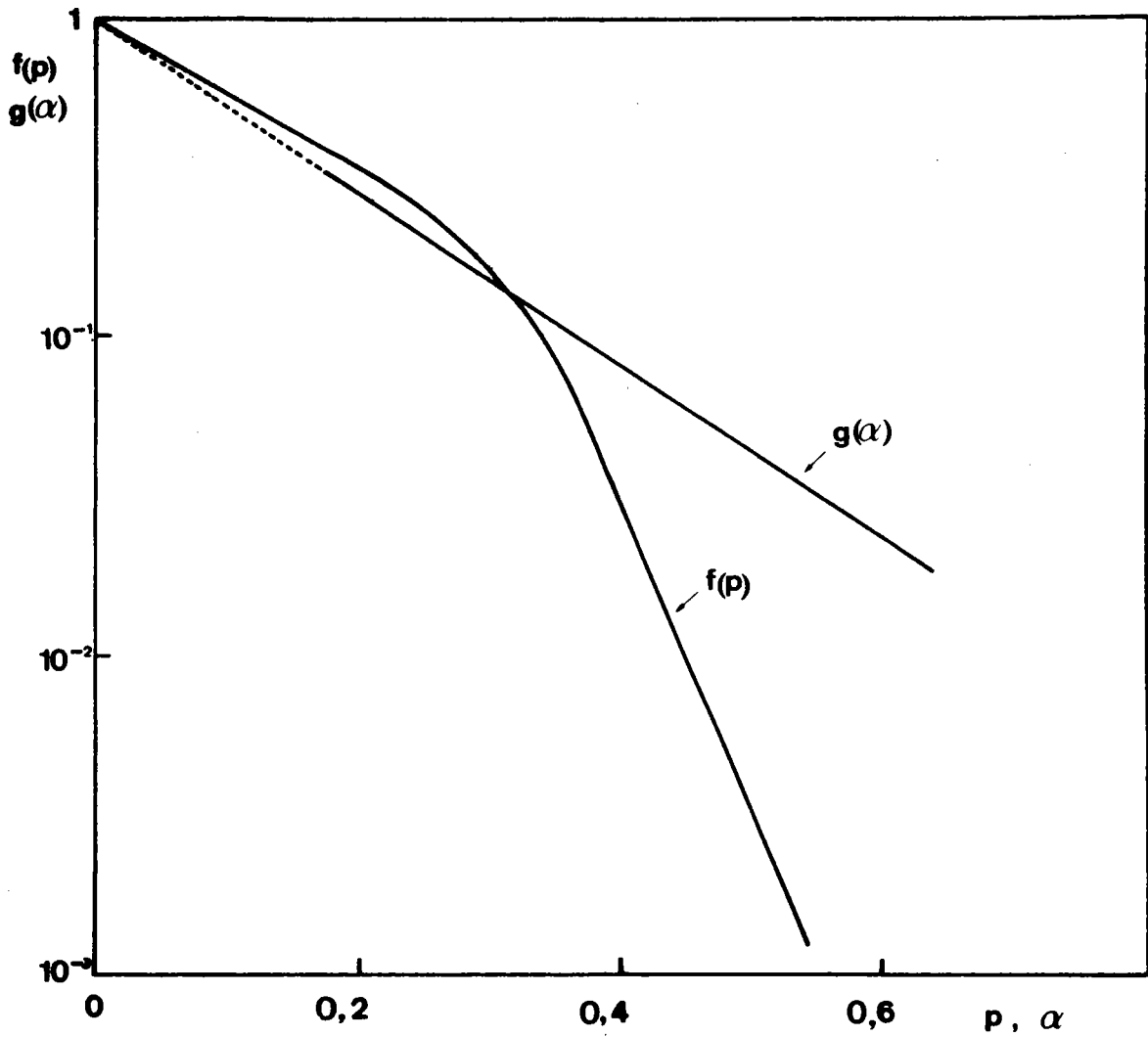


Fig.III.6.

Comparaison des fonctions  $f(p)$  et  $g(\alpha)$  donnant les influences sur la vitesse de déformation de la fraction volumique respectivement de particules pour le matériau de simulation et de phase  $\alpha$  pour le laiton.



Une telle influence de la proportion de phase dure n'a jamais été clairement établie, hormis dans le cas d'alliages CuP pour lesquels il a été montré qu'une relation linéaire entre la vitesse de déformation et la fraction volumique de phase dure  $\text{Cu}_3\text{P}$  rend compte de leur comportement superplastique [11]. Cette différence d'influence de la phase dure n'est pas expliquée.

### III.2. INFLUENCE DES EVOLUTIONS DE STRUCTURE SUR LA LOI DE COMPORTEMENT

Nous allons étudier les différentes évolutions de structure qui se manifestent au cours de la déformation superplastique, puis nous analyserons comment ces évolutions peuvent modifier les paramètres intervenant dans la loi de comportement. Dans ce but, nous allons considérer l'évolution qui se manifeste au début de la déformation dans un régime transitoire (passage à l'état équiaxe) et celle qui se produit tout au long de la déformation en un régime pseudo-permanent (grossissement de la structure et endommagement). La réalité est cependant plus complexe car les deux évolutions sont davantage simultanées.

#### III.2.1. Régime transitoire

##### III.2.1.1. Etude structurale

L'étude de l'évolution de la structure au cours de ce régime a été réalisée plus particulièrement sur l'alliage C, mais nous avons vérifié que cette évolution était identique pour les autres alliages. La figure III.7. représente les variations au cours de la déformation des dimensions longitudinales et transversales  $D_{\alpha//}$  et  $D_{\alpha\perp}$  des phases  $\alpha$  lors d'essais de traction effectués à des vitesses de déformation égales à  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$  et  $10^{-1} \text{mn}^{-1}$ . A l'état initial, le rapport  $\frac{D_{\alpha//}}{D_{\alpha\perp}}$  est égal à 1,4. Au début de la déformation, les phases  $\alpha$  s'allongent parallèlement à l'axe de traction, cet allongement se caractérise par une augmentation de  $D_{\alpha//}$  et une diminution de  $D_{\alpha\perp}$ , le rapport  $\frac{D_{\alpha//}}{D_{\alpha\perp}}$  passant par un maximum qui apparaît d'autant plus décalé vers les grandes déformations que la vitesse  $\dot{\epsilon}$  est plus grande [29]. Ensuite, la structure évolue pour devenir à phases  $\alpha$  approximativement équiaxes, le rapport  $\frac{D_{\alpha//}}{D_{\alpha\perp}}$  tendant toutefois vers une valeur légèrement supérieure à 1 et voisine de 1,1. Ceci est en accord avec d'autres résultats obtenus dans des

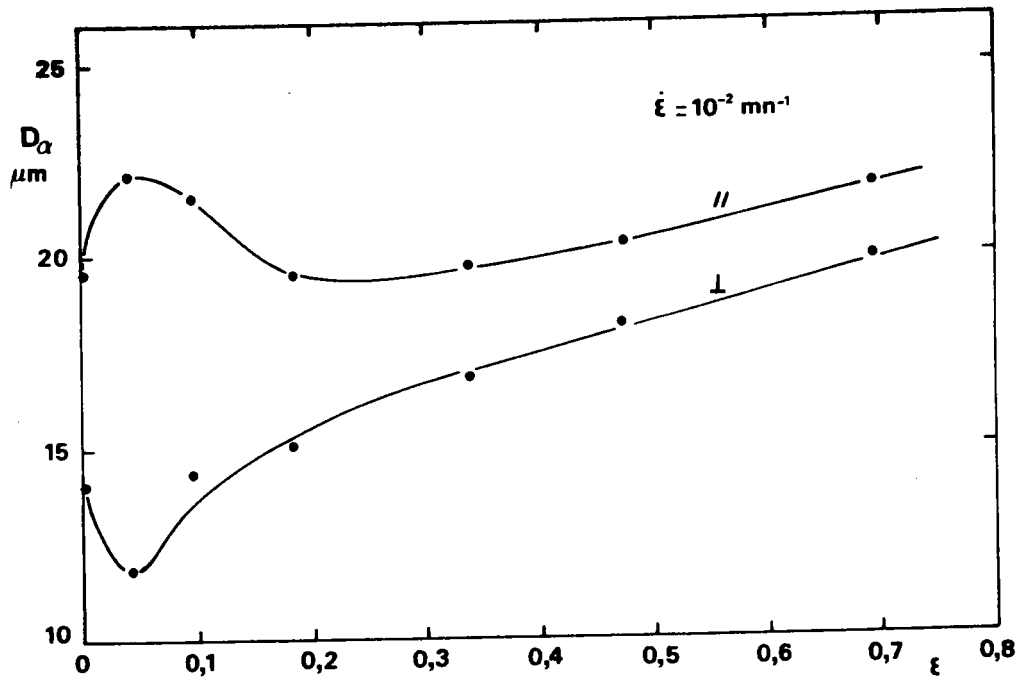
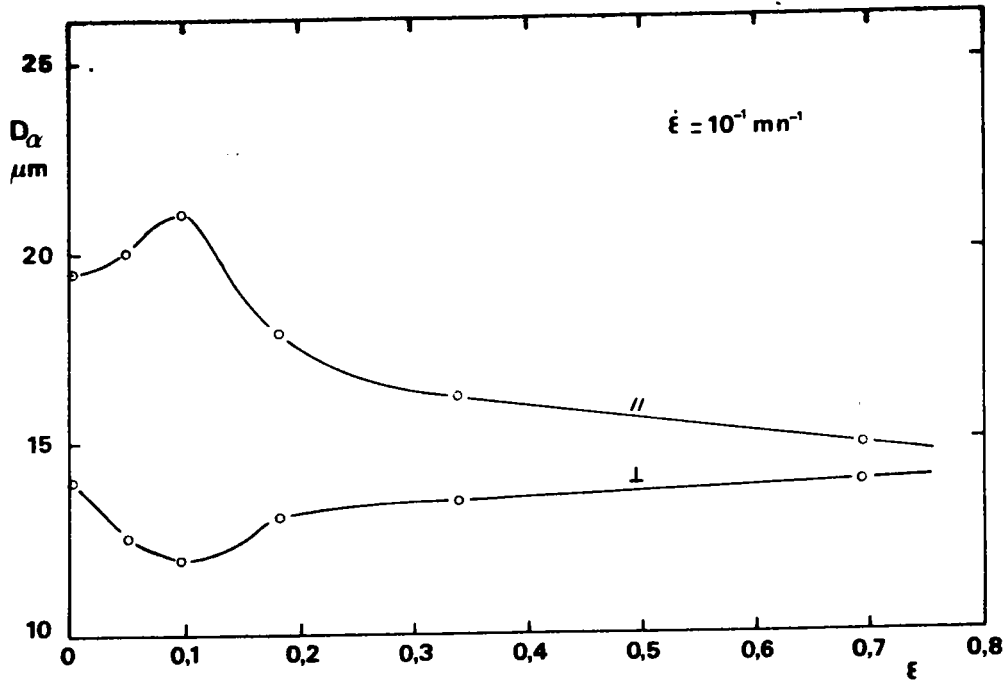


Fig.III.7.

Evolutions des dimensions longitudinales et transversales des phases  $\alpha$  en fonction de la déformation pour l'alliage C déformé à vitesse de déformation constante à  $600^\circ\text{C}$ .

conditions semblables de déformation sur l'alliage eutectique AlCu /30/.

Parallèlement à ces études métallographiques, des clichés DEBYE-SCHERRER ont été réalisés sur chacune des phases à différentes étapes de la déformation. Ce travail a été effectué en collaboration avec le Laboratoire de Rayons X de l'Université de ROUEN. L'analyse des clichés fait apparaître que /31/ :

- le passage à l'état équiaxe de la phase  $\alpha$  observé en microscopie optique entraîne une déformation élastique de la phase  $\alpha$  et plastique de la phase  $\beta$ . Ce résultat est cohérent, compte-tenu des ductilités comparées des deux phases à haute température. De plus, il confirme l'hypothèse de quasi-indéformabilité de la phase  $\alpha$ .
- Ce passage à l'état équiaxe ne s'accompagne pas d'une augmentation importante du nombre de grains de la phase  $\alpha$  montrant ainsi qu'il s'effectue par séparation des phases  $\alpha$  initialement allongées au niveau de joints de grains préexistants.

Cette évolution de structure nécessite donc une déformation de 30 % environ pour s'effectuer et ceci quelle que soit la vitesse de déformation dans le domaine superplastique et quelle que soit la fraction volumique de phase  $\alpha$  présente dans l'alliage. Une telle déformation s'est avérée nécessaire pour nous affranchir des variations du facteur de forme de la phase  $\alpha$ . Il faut remarquer cependant que ce passage à l'état équiaxe de la phase  $\alpha$  ne s'accompagne pas nécessairement d'une évolution analogue pour la phase  $\beta$  en particulier pour l'alliage A qui présente la plus forte fraction volumique de cette phase. Ce résultat sera repris ultérieurement.

### III.2.1.2. Influence du régime transitoire sur la loi de comportement

Le passage à l'état équiaxe de la phase  $\alpha$  comme nous l'avons vu n'intervient pas sur la valeur du coefficient  $n$ .

Son influence se manifeste sur la contrainte d'écoulement d'une part par l'intermédiaire de la phase  $\alpha$  qui doit se déformer élastiquement avant de se séparer et d'autre part par l'intermédiaire de la phase  $\beta$  dont

l'écoulement est certainement plus difficile en présence de phases  $\alpha$  allongées. Cette hypothèse est confirmée par quelques études de simulation réalisées avec des particules indéformables non sphériques qui mettent en évidence une diminution de la vitesse de déformation par rapport au matériau présentant la même proportion de particules sphériques. Ainsi, ce passage à l'état équiaxe au cours d'essais à vitesse de déformation constante entraîne une diminution de la contrainte d'écoulement; celle-ci passe tout d'abord par un maximum qui correspond approximativement au maximum du rapport  $\frac{D_{\alpha//}}{D_{\alpha\perp}}$  et diminue ensuite pour tendre vers une valeur constante. Cette évolution apparaît clairement sur la figure III.8. qui représente les variations de la contrainte en fonction de la déformation pour l'alliage C déformé à 600°C à des vitesses de déformation de  $10^{-2}$  et  $10^{-1} \text{mn}^{-1}$ . Il faut noter que le maximum de la contrainte n'apparaît pas dans le cas où l'alliage présente une structure initiale équiaxe ou dans le cas où l'alliage a été prédéformé en vue de générer ce type de structure. La figure III.9. illustre ce dernier point. L'alliage C a été déformé de 65 % à une vitesse de déformation de  $2,5 \times 10^{-2} \text{mn}^{-1}$ ; l'essai a alors été interrompu puis repris après 10 minutes à la même vitesse de déformation : on constate alors que la contrainte d'écoulement suit une évolution analogue à celle qu'elle avait avant l'arrêt de la déformation.

Un tel comportement mécanique au début de la déformation est à rapprocher de celui d'alliages qui présentent initialement une structure à phases  $\alpha$  connectées. Dans ce cas également, le régime transitoire est associé à une contrainte plus élevée que dans l'état équiaxe, mais dans un rapport beaucoup plus grand, environ 20 pour l'alliage eutectique AlCu /18/, 3 pour l'alliage de titane TA6V /19/. Cependant, ce changement de structure est accompagné d'une diminution du coefficient  $n$ , contrairement au cas des laitons étudiés où les phases  $\alpha$  ne sont pas connectées.

Toutes ces observations montrent que dans le cas d'une structure non équiaxe au départ, mais qui tend à le devenir :

- une déformation d'environ 30 % est nécessaire pour atteindre un régime pseudo-permanent à structure approximativement équiaxe pour la phase  $\alpha$ . Ce résultat a également été obtenu sur un laiton  $\alpha/\beta$  à 3 % de Fe /32/.

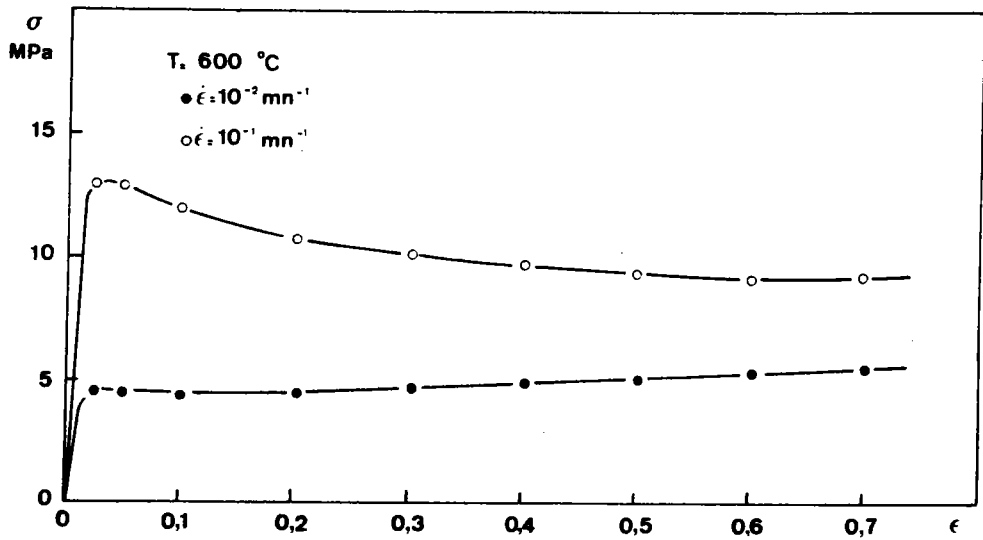


Fig.III.8.

Variations de la contrainte en fonction de la déformation pour l'alliage C déformé à  $600^\circ\text{C}$  à  $10^{-2}$  et  $10^{-1} \text{ mn}^{-1}$ .

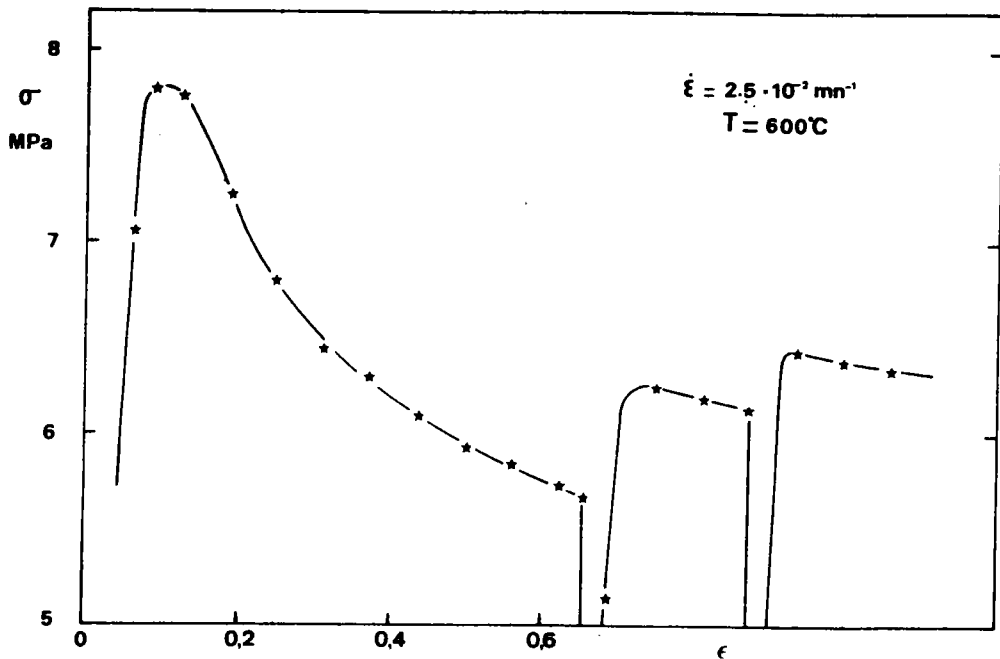


Fig.III.9.

Influence d'un arrêt de la déformation sur la courbe contrainte déformation dans le cas de l'alliage C déformé à  $600^\circ\text{C}$  à une vitesse de déformation de  $2,5 \times 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ .

- la contrainte est plus élevée au début de la déformation.
- la valeur du coefficient rhéologique  $n$  mesurée au début de la déformation est la même que celle obtenue au cours du régime pseudo-permanent dans le cas où la structure n'est pas connectée; elle est plus grande que celle obtenue au cours de ce régime lorsque la structure apparaît enchevêtrée .

Ces conclusions sont importantes et ont pour conséquences que toutes les fois qu'on étudie la loi de comportement d'un matériau pour des déformations inférieures à 30 % environ, celle-ci n'est pas caractéristique du régime pseudo-permanent et doit comporter un terme lié au facteur de forme de la phase  $\alpha$  . Ceci pourrait expliquer en partie le stade I qui est souvent observé dans la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  . En effet, celle-ci peut être obtenue de deux façons distinctes :

- soit sur un même échantillon par une série de sauts de vitesses croissants ou décroissants et dans ce cas, la contrainte est déterminée pour des taux de déformation différents.
- soit sur plusieurs échantillons de même structure initiale déformés à différentes vitesses de déformation. La courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  est alors tracée pour une déformation donnée qui est généralement petite compte tenu des vitesses de déformation très faibles qu'il est nécessaire d'atteindre.

Dans le premier cas et pour des sauts croissants, les déformations obtenues au début de l'essai sont faibles, le régime transitoire n'est pas dépassé et la contrainte est alors plus élevée que celle qui est mesurée pour la même vitesse de déformation en régime pseudo-permanent. Il en résulte un relèvement apparent de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  aux faibles vitesses donnant ainsi l'illusion d'une domaine à pente plus faible (domaine I). Ce relèvement de la courbe est analogue à celui observé sur l'alliage PbSn et qui a été attribué à l'existence d'une contrainte seuil en dessous de laquelle la vitesse de déformation est nulle /33/. En revanche, pour les sauts de vitesse décroissants, il est possible de déformer suffisamment l'échantillon aux

vitesse les plus grandes, de manière à dépasser le régime transitoire. On devrait alors obtenir aux vitesses les plus faibles une contrainte caractéristique de l'état approximativement équiaxe à condition d'une part que pour ces vitesses les plus faibles les connections entre phases ne se reforment pas et d'autre part qu'aucune autre évolution de structure ne se manifeste alors (cf. paragraphe III.2.2.).

La détermination de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  à partir de plusieurs échantillons se heurte aux mêmes difficultés que précédemment. Pour des déformations faibles, la contrainte est plus élevée qu'en régime pseudo-permanent et on assiste alors à un relèvement de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$ . Cependant, dans le cas des laitons, ce relèvement conduit à une valeur du coefficient  $n$  identique à celle qui est observée en régime pseudo-permanent. En revanche, dans le cas de structures connectées, ce relèvement conduit à une valeur du coefficient  $n$  plus élevée, égale à 3 par exemple pour l'alliage IN-744 /15/. La figure III.10 illustre l'évolution des courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  en fonction de la déformation dans le cas de cet alliage.

L'étude du régime transitoire fait ainsi apparaître les difficultés d'obtention d'une loi de comportement à caractère métallurgique pour un matériau superplastique déformé seulement de quelques pourcents. Elle justifie le fait d'avoir considéré uniquement le matériau à l'état approximativement équiaxe, c'est à dire ayant subi une déformation supérieure ou égale à

### III.2.2. Grossissement de la structure

#### III.2.2.1. Etude structurale

Le grossissement de la structure qui apparaît au cours de la déformation superplastique a été étudié sur chacun des alliages essentiellement à la température de 600°C et pour la phase  $\beta$  dont la taille intervient dans la loi de comportement. Il présente un certain nombre de caractéristiques principales :

\* il est induit par la déformation. Ainsi, une éprouvette déformée dans le domaine superplastique présente après déformation une taille de grains supérieure à celle d'un échantillon recuit à la même température

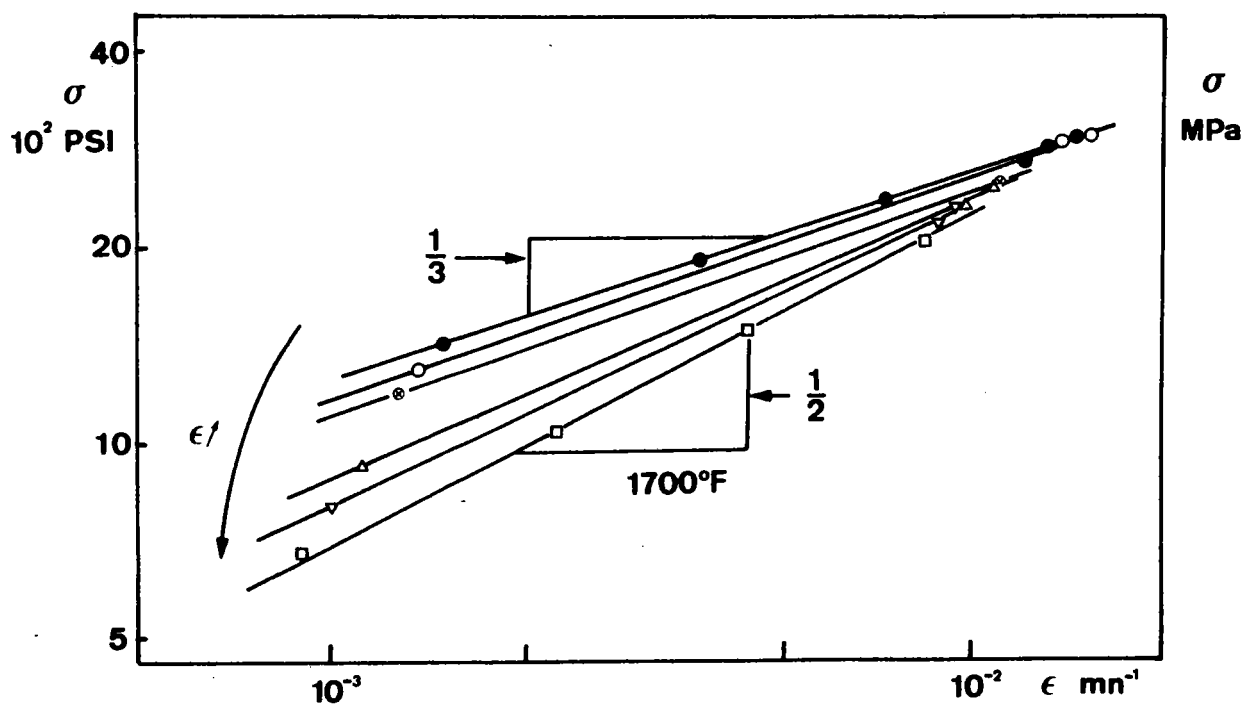


Fig.III.10.

Effet de la déformation sur l'allure des courbes contrainte-vitesse de déformation pour un échantillon de IN744 présentant initialement une structure à phases allongées.

D'après HAYDEN et coll (15).



pendant le même temps. Les caractéristiques du grossissement en fonction du temps de recuit sont présentées dans l'annexe V. Il faut noter que cette étude a été effectuée sur des échantillons présentant une structure initiale non équiaxe : pour cette raison, elle ne se veut pas à caractère fondamental; elle a simplement pour but de préciser les évolutions en vue d'une comparaison avec les résultats obtenus au cours de la déformation. La figure III.11. illustre cette augmentation de taille de grains de la phase  $\beta$  induite par la déformation dans le cas de l'alliage A déformé à 600°C. Un tel effet de la déformation a été souvent observé /9, 14, 32, 34-40/ mais peu d'études quantitatives ont été réalisées /11, 12, 18, 29, 30, 41, 42/. Dans le cas de l'alliage Sn 1% Bi, cette croissance accélérée serait due selon les auteurs à une production élevée de lacunes au niveau des joints au cours de la déformation superplastique /42/ avec un maximum de grossissement dans le domaine où le coefficient de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation est le plus élevé.

\* Le grossissement augmente avec le taux de déformation pour une vitesse de déformation donnée. Cette influence peut être caractérisée par une quantité de la forme  $\left. \frac{\delta \text{Log } L_{\beta}}{\delta \text{Log } \dot{\epsilon}} \right|_{\dot{\epsilon}_g, T, \alpha}$ . La figure III.12. représente les

variations en coordonnées logarithmiques de la taille des grains de la phase  $\beta$  en fonction de la déformation pour l'alliage B déformé à 600°C à une vitesse de déformation égale à  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  jusqu'à des taux de déformation compris entre 0,25 et 1. La pente de la courbe conduit à une valeur de  $\left. \frac{\delta \text{Log } L_{\beta}}{\delta \text{Log } \dot{\epsilon}} \right|_{10^{-2}, 600^{\circ}\text{C}, 0,455}$  égale à 0,22.

\* Pour un taux de déformation donné, le grossissement est d'autant plus important que la vitesse de déformation est plus faible. Cette évolution apparaît sur la figure III.13. qui représente les variations en coordonnées logarithmiques de la taille des grains de la phase  $\beta$  en fonction de la vitesse de déformation à 600°C pour tous les essais reportés dans le tableau II.1., c'est à dire pour une déformation égale à 0,4. Les courbes obtenues sont des droites dont les pentes définissent les quantités  $\left. \frac{\delta \text{Log } L_{\beta}}{\sigma \text{Log } \dot{\epsilon}_g} \right|_{\epsilon, T, \alpha}$  égales à - 0,2 pour les alliages B et C et - 0,175 pour l'alliage A. Il est à noter que ces quantités tendent vers 0 lorsque la vitesse de déformation augmente.

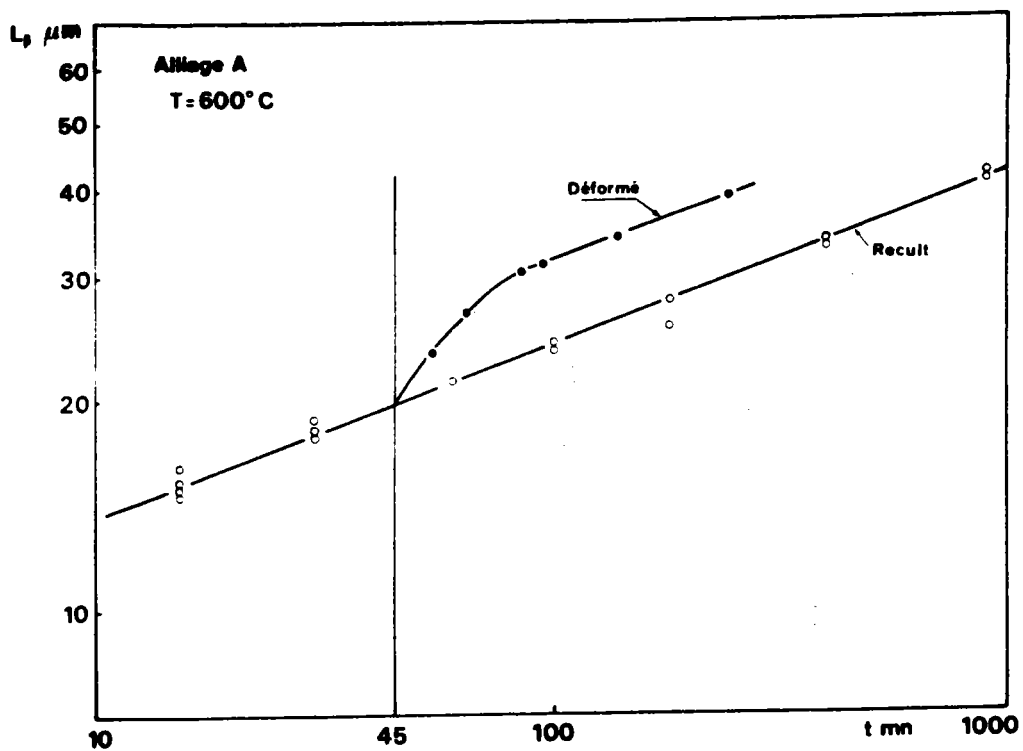


Fig.III.11.

Mise en évidence de l'effet de la déformation sur la cinétique de croissance des grains pour l'alliage A à 600°C.

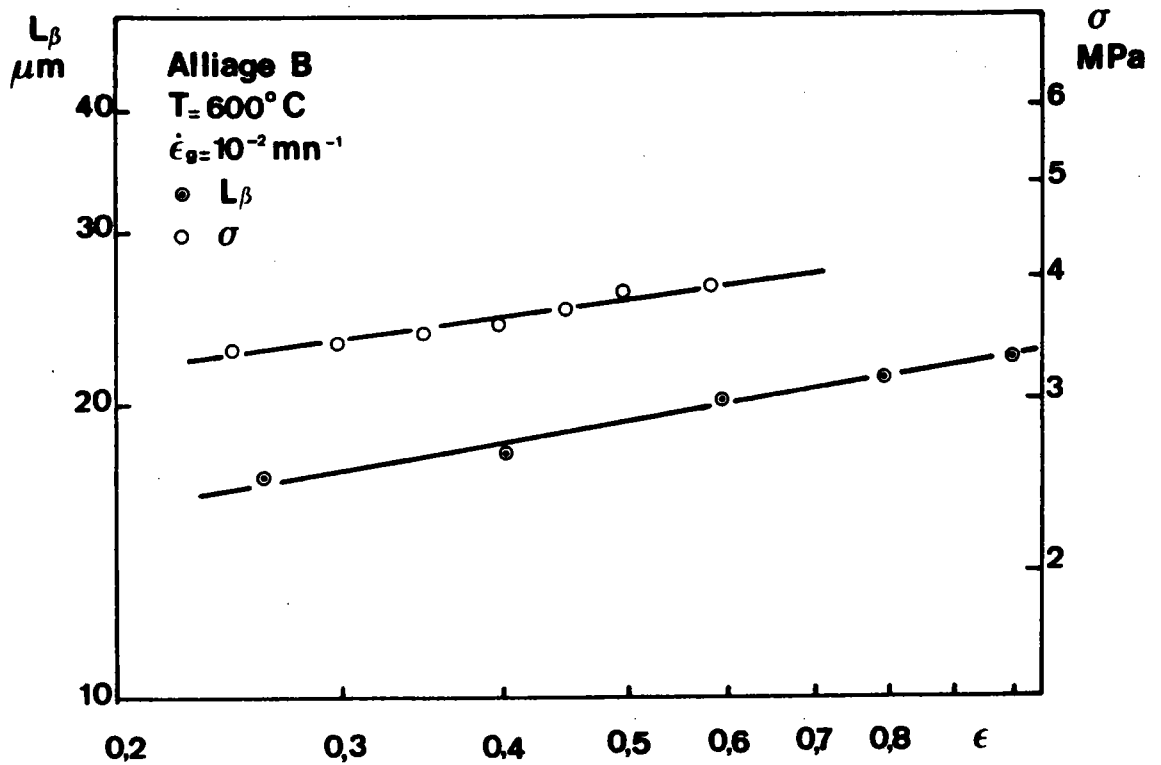


Fig. III.12.

Influence de la déformation sur la taille des grains de la phase  $\beta$  et sur la contrainte d'écoulement pour l'alliage B déformé à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$ .

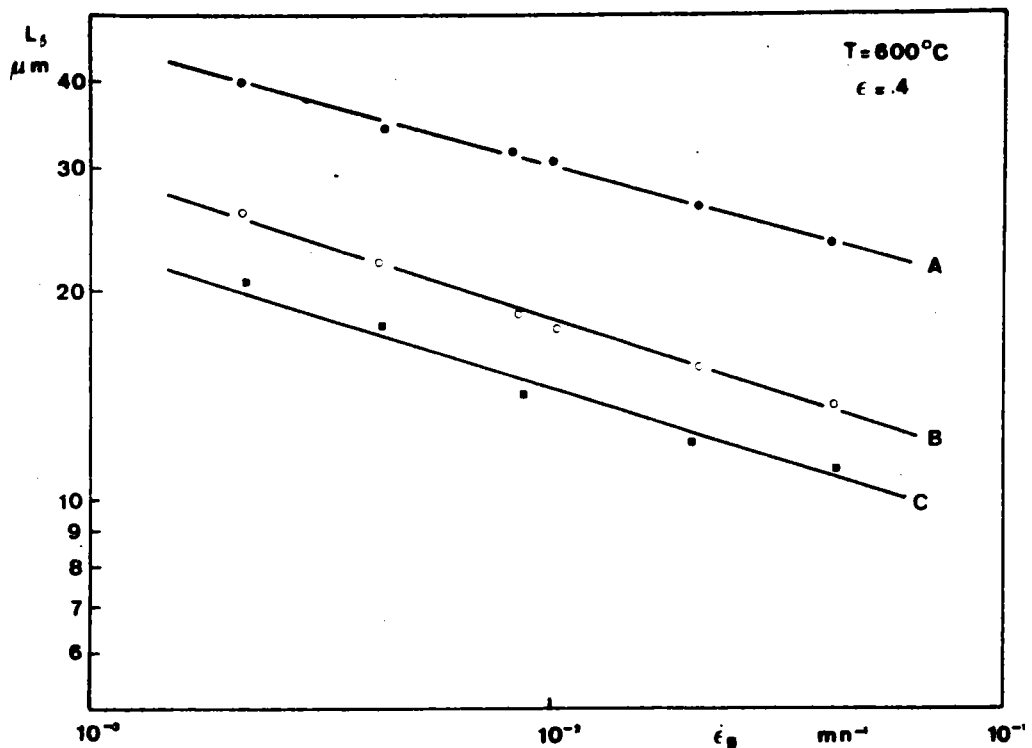


Fig. III.13.

Mise en évidence de l'effet de la vitesse de déformation sur le grossissement des grains de la phase  $\beta$  pour les alliages A, B, C, à  $600^\circ\text{C}$ .

- Le grossissement des grains augmente avec la température; cette influence est difficile à caractériser, car de même que pour la détermination de l'énergie d'activation apparente pour la déformation (cf. paragraphe II.2.2.3.) une variation de température entraîne une variation de la proportion des phases et donc une variation de la taille des grains de chacune des phases conformément à la figure A.II.2. présentée dans l'annexe II. Dans la suite, nous considérons la quantité négative  $R \left[ \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \frac{1}{T}} \right]_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, \alpha}$  dont la

valeur dépend de la fraction volumique de phase  $\alpha$ . A partir des valeurs du tableau II.1. il est possible d'estimer cette quantité dans le cas où  $\epsilon = 0,4$ ,  $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  et  $\alpha = 0,36$  en comparant les tailles  $L_{\beta}$  pour l'alliage A déformé à  $550^{\circ}\text{C}$  et pour l'alliage B déformé à  $650^{\circ}\text{C}$ . On trouve alors

$$R \left[ \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \frac{1}{T}} \right]_{0,4; 10^{-2}; 0,36} = - 29 \text{ KJ.mole}^{-1} . \text{K}^{-1}$$

D'une façon plus générale, la taille des grains de la phase  $\beta$  dépend de l'histoire thermomécanique subie par le matériau et les différentes quantités caractérisant le grossissement ont été déterminées pour un chemin de déformation donné qui est ici l'essai à vitesse de déformation constante. On constate en effet que la taille des grains mesurée après un essai conduisant à la même déformation soit à vitesse constante soit avec des sauts de vitesse est différente de celle qui est mesurée après un essai à vitesse de déformation constante. En particulier lors d'essais avec sauts de vitesses de déformation répétés entre  $6,7 \times 10^{-3}$  et  $1,3 \times 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ , conduisant à une vitesse de déformation moyenne égale à  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ , la taille des grains de la phase  $\beta$  est plus faible ( $= 18,1 \mu\text{m}$ ) que celle correspondant à la même déformation ( $= 0,7$ ) à vitesse de déformation constante, soit  $20,7 \mu\text{m}$ .

### III.2.2.2. Influence du grossissement de la structure sur la loi de comportement

Les résultats expérimentaux font apparaître des variations importantes de la taille des grains de la phase  $\beta$  avec la déformation, la vitesse de déformation et la température. Or ce paramètre intervient de façon prépondérante dans la loi de comportement des laitons biphasés : nous nous proposons d'étudier dans quelle mesure ce grossissement de la structure peut, si on n'en tient pas compte, modifier les coefficients intervenant dans la

loi de comportement. Pour cette analyse, nous supposons qu' à l'état initial, la structure est approximativement équiaxe et qu'elle est caractérisée par une taille de grains  $L_{\beta i}$ .

Sous forme incrémentale, la loi de comportement peut s'écrire :

$$\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g = \delta \text{Log} h(\alpha) + n \delta \text{Log} \sigma - a \delta \text{Log} L_{\beta} - \frac{Q_{\beta}}{R} \delta \left( \frac{1}{T} \right) \quad (\text{III.1.})$$

ou encore :

$$\delta \text{Log} \sigma = \frac{1}{n} \delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g + \frac{a}{n} \delta \text{Log} L_{\beta} + \frac{Q_{\beta}}{nR} \delta \left( \frac{1}{T} \right) - \frac{1}{n} \delta \text{Log} h(\alpha) \quad (\text{III.2.})$$

or  $L_{\beta} = L_{\beta}(L_{\beta i}, \epsilon, \dot{\epsilon}_g, T, c)$  où  $c$  désigne la concentration en zinc par exemple de l'alliage considéré.

Ce paramètre apparaît en effet mieux adapté que la fraction volumique de phase  $\alpha$  pour caractériser les laitons biphasés dans la mesure où  $\alpha$  dépend à la fois de la concentration et de la température.

$$\begin{aligned} \text{Ainsi } \delta \text{Log} L_{\beta} &= \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \epsilon} \Bigg|_{\dot{\epsilon}_g, T, c, L_{\beta i}} \delta \text{Log} \epsilon + \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g} \Bigg|_{\epsilon, T, c, L_{\beta i}} \delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g \\ &+ \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \frac{1}{T}} \Bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, c, L_{\beta i}} \delta \left( \frac{1}{T} \right) + \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta c} \Bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, T, L_{\beta i}} \delta c \\ &+ \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} L_{\beta i}} \Bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, T, c} \delta \text{Log} L_{\beta i} \end{aligned} \quad (\text{III.3.})$$

$$\text{de même : } \delta \text{Log} h(\alpha) = \frac{\delta \text{Log} h(\alpha)}{\delta \alpha} \left\{ \left( \frac{\delta \alpha}{\delta c} \right)_T \delta c + \left( \frac{\delta \alpha}{\delta \frac{1}{T}} \right)_c \delta \left( \frac{1}{T} \right) \right\} \quad (\text{III.4.})$$

la relation (III.2.) devient alors :

$$\begin{aligned} \delta \text{Log} \sigma &= \frac{a}{n} \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \epsilon} \Bigg|_{\dot{\epsilon}_g, T, c, L_{\beta i}} \delta \text{Log} \epsilon + \frac{1}{n} \left\{ 1 + a \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g} \Bigg|_{\epsilon, T, c, L_{\beta i}} \right\} \delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g \\ &+ \frac{1}{nR} \left\{ Q_{\beta} + aR \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \frac{1}{T}} \Bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, c, L_{\beta i}} - R \frac{\delta \text{Log} h(\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta \frac{1}{T}} \right)_c \right\} \delta \left( \frac{1}{T} \right) \\ &+ \frac{1}{n} \left\{ a \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta c} \Bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, T, L_{\beta i}} - \frac{\delta \text{Log} h(\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta c} \right)_T \right\} \delta c \\ &+ \frac{a}{n} \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} L_{\beta i}} \Bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, T, c} \delta \text{Log} L_{\beta i} \end{aligned} \quad (\text{III.5.})$$

Si on ne tient pas compte de l'évolution de la taille des grains au cours de la déformation et en supposant que la loi de comportement est de la même forme que précédemment, on peut écrire :

$$\delta \text{Log} \sigma = \frac{1}{n^*} \delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g + \frac{a^*}{n^*} \delta \text{Log} L_{\beta i} + \frac{Q_{\beta}^*}{n^* R} \delta \left( \frac{1}{T} \right) - \frac{1}{n^*} \delta \text{Log} h^* (\alpha) \quad (\text{III.6.})$$

ou encore en remplaçant  $\delta \text{Log} h^* (\alpha)$

$$\delta \text{Log} \sigma = \frac{1}{n^*} \delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g + \frac{1}{n^* R} \left\{ Q_{\beta}^* - R \frac{\delta \text{Log} h^* (\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)_c} \right) \right\} \delta \left( \frac{1}{T} \right) - \frac{1}{n^*} \frac{\delta \text{Log} h^* (\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta c} \right)_T \delta c + \frac{a^*}{n^*} \delta \text{Log} L_{\beta i} \quad (\text{III.7.})$$

Dans ces relations  $n^*$ ,  $a^*$ ,  $Q_{\beta}^*$ , et  $h^* (\alpha)$  sont les grandeurs rhéologiques qui seraient déterminées en considérant la structure initiale comme paramètre .

La comparaison des relations (III.5.) et (III.7.) permet de mettre en évidence l'influence de l'évolution de la structure sur la loi de comportement. Cette influence se traduit par :

$$* \text{ Un écoulement apparent de coefficient } \left. \frac{a}{n} \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \epsilon} \right|_{\dot{\epsilon}_g, T, c, L_{\beta i}}$$

Compte tenu des valeurs trouvées pour  $a$  et  $n$ , ce coefficient est égal à  $\frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \epsilon}$ . Dans le cas de l'alliage B déformé à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ , la valeur trouvée, égale à 0,22 (Fig.III.12.) apparaît proche de celle qui est mesurée lors de la déformation à froid des métaux et qui résulte dans ce cas de l'augmentation de la densité des dislocations. Sur la figure III.12. sont reportées également les variations en coordonnées logarithmiques de la contrainte en fonction de la déformation pour l'alliage B. Le coefficient d'écrouissage moyen mesuré entre des déformations de 0,3 et 0,6 est alors égal à 0,2, valeur tout à fait équivalente à celle déduite de l'analyse théorique. Cet écoulement apparent est observé toutes les fois qu'un grossissement des grains se manifeste et il est d'autant plus grand que la vitesse de déformation est plus faible /9, 29, 30, 41/.

\* Une valeur apparente du coefficient de sensibilité à la contrainte

$$\dot{n}^* = \frac{n}{1+a \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g}} \bigg|_{\epsilon, T, c, L_{\beta i}} = \frac{2}{1+2 \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g}} \bigg|_{\epsilon, T, c, L_{\beta i}} \quad (\text{III.8.})$$

Cette valeur de  $n^*$  qui se tient pas compte du grossissement apparaît toujours supérieure à  $n$ . Elle tend cependant vers  $n$  lorsque la vitesse de déformation augmente, en restant dans le domaine superplastique. La Fig. III.14. donne les variations en coordonnées logarithmiques de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour les alliages A, B, C déformés à 600°C jusqu'à une déformation égale à 0,4. Les pentes des courbes obtenues sont comprises entre 3 et 3,3 en accord avec les valeurs  $n^*$  déduites de la relation (III.8.), compte tenu des valeurs précédemment déterminées pour  $\frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g} \bigg|_{\epsilon, T, c, L_{\beta i}}$

respectivement - 0,175, - 0,2 et - 0,2.

$$\frac{1}{n} \left\{ Q_{\beta}^* - R \frac{\delta \text{Log} h}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)_c} \right) \right\} = \frac{1}{n} \left\{ Q_{\beta} + aR \frac{\delta \text{Log} L_{\beta}}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)} \bigg|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, c, L_{\beta i}} - R \frac{\delta \text{Log} h(\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)_c} \right) \right\} \quad (\text{III.9.})$$

Cette énergie d'activation est quasi-impossible à évaluer, étant donné la complexité de l'expression qui la définit dans le cas tout à fait général où il n'est tenu compte ni de l'évolution de la taille des grains ni de la variation de la proportion des phases avec la température. Cependant, il a été montré expérimentalement lors de la discussion de la loi de comportement (paragraphe III.1.3.) que des valeurs très différentes pour l'énergie d'activation peuvent être obtenues dans ce cas. Dans un certain nombre d'alliages pour lesquels la proportion des phases n'évolue pas avec la température, seul le grossissement des grains peut perturber la mesure de l'énergie d'activation. Dans le cas des laitons, ce facteur agit de façon considérable : une estimation de cet effet peut être obtenue en comparant les quantités  $\frac{\dot{\epsilon}_g}{\sigma^2}$  pour l'alliage A déformé à 550° à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  et pour l'alliage B déformé à 650°C à la même vitesse de déformation (la fraction volumique de phase  $\alpha$  étant égale à 0,36 pour les deux alliages - cf. tableau II. L'énergie d'activation apparente qui s'en déduit alors est égale à 52 KJ.  $\text{mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ , c'est à dire voisine de la moitié de l'énergie d'activation déterminée de façon rigoureuse. De telles valeurs ont été souvent obtenues et

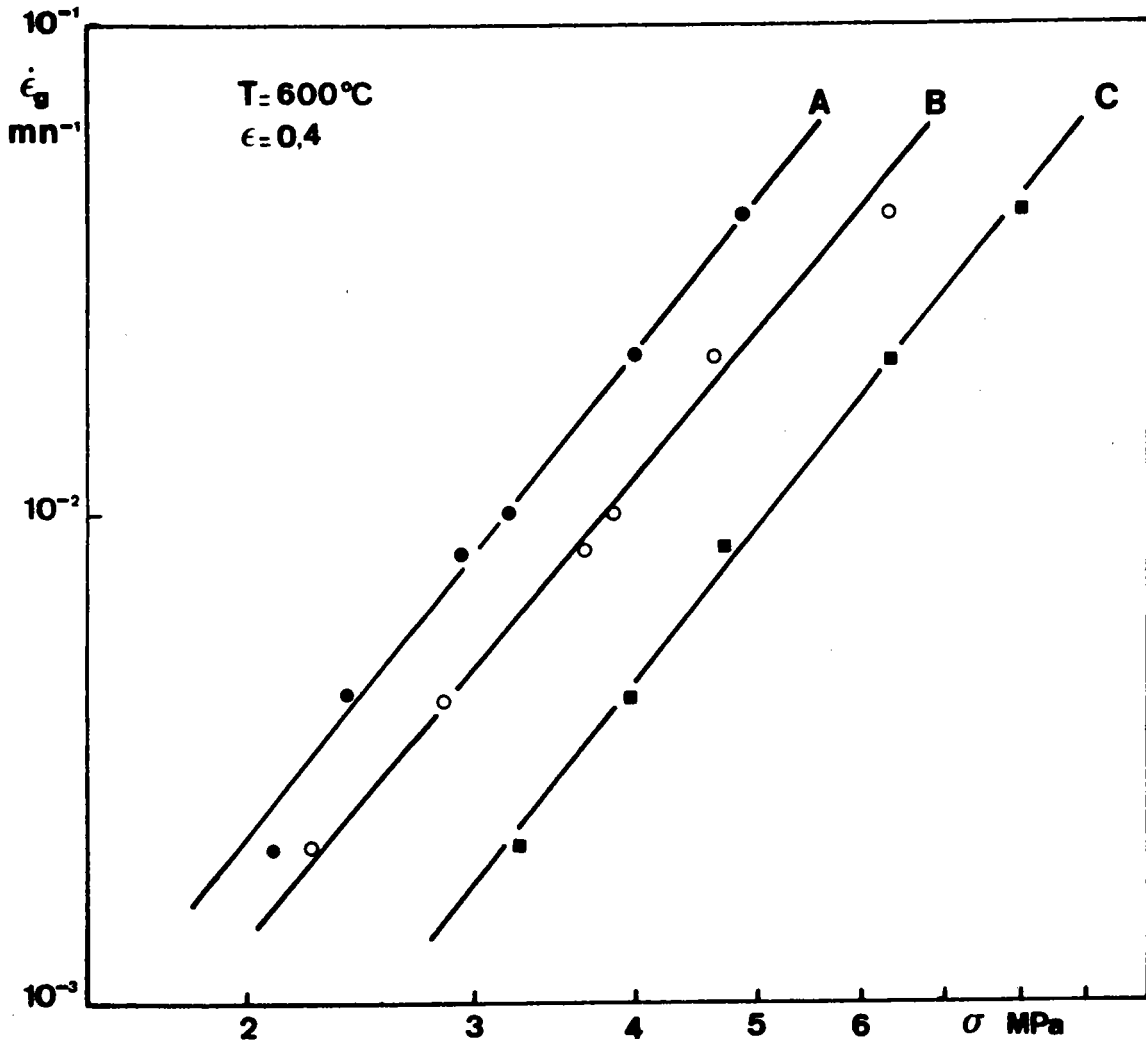


Fig. III.14.

Variations de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte pour les alliages A, B, C, après une déformation de 0,4.



attribuées à une diffusion aux "joints". Cependant, les auteurs ne précisent pas s'il s'agit de joints de grains de l'une des phases ou de l'autre, ou encore des joints de phases. Nous pouvons alors émettre quelques réserves quant à la validité de ces résultats compte tenu d'une part de l'ignorance actuelle des mécanismes de diffusion aux joints de phases et d'autre part de la manière dont ils ont été établis.

\* Une influence différente de la proportion de phase  $\alpha$  sur la loi de comportement selon l'expression :

$$-\frac{1}{n^*} \frac{\delta \text{Log} h^*(\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta c} \right)_T = \frac{1}{n} \left\{ a \frac{\delta \text{Log} L_\beta}{\delta c} \Big|_{\varepsilon, \dot{\varepsilon}_g, T, L_{\beta i}} - \frac{\delta \text{Log} h(\alpha)}{\delta \alpha} \left( \frac{\delta \alpha}{\delta c} \right)_T \right\} \quad (\text{III.10.})$$

\* Une valeur apparente du coefficient  $a^*$  telle que :

$$\frac{a^*}{n^*} = \frac{a}{n} \frac{\delta \text{Log} L_\beta}{\delta \text{Log} L_{\beta i}} \Big|_{\varepsilon, \dot{\varepsilon}_g, T, c} \quad (\text{III.11.})$$

En admettant une loi de proportionnalité entre la taille  $L_\beta$  et la taille initiale  $L_{\beta i}$ , nous obtenons, compte tenu de la relation (III.8.) :

$$a^* = \frac{a}{1+a} \frac{\delta \text{Log} L_\beta}{\delta \text{Log} \dot{\varepsilon}_g} \Big|_{\varepsilon, T, c, L_{\beta i}} = \frac{2}{1+2} \frac{\delta \text{Log} L_\beta}{\delta \text{Log} \dot{\varepsilon}_g} \Big|_{\varepsilon, T, c, L_{\beta i}} \quad (\text{III.12.})$$

Cette valeur de  $a^*$  est toujours supérieure à  $a$  ; elle tend vers  $a$  lorsque la vitesse de déformation augmente. Cependant, aucun essai n'a été effectué sur un alliage à structure équiaxe présentant des tailles de grains initiales différentes en vue de confirmer cette valeur de  $a^*$ .

### III.2.2.3. Extension à d'autres alliages superplastiques

L'ensemble de ces résultats montre que le grossissement des grains qui se produit au cours de la déformation superplastique des laitons biphasés modifie les paramètres caractéristiques intervenant dans la loi de comportement

et ce d'autant plus que ce grossissement est plus important, c'est à dire que la vitesse de déformation est plus faible.

Cette analyse peut s'appliquer parfaitement à d'autres alliages superplastiques pour lesquels l'évolution de la structure est tout aussi prépondérante et qui présente une loi de comportement du même type que précédemment. De plus, pour certains d'entre eux, la proportion des phases est indépendante de la température, ce qui simplifie l'analyse théorique. Ainsi, sur le tableau III.1. sont reportées des valeurs pour les quantités

$$\left. \frac{\delta \text{Log} D}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}} \right|_{\dot{\epsilon}, T} \quad \text{et} \quad \left. \frac{\delta \text{Log} D}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g} \right|_{\dot{\epsilon}, T} \quad \text{calculées à partir des résultats publiés (D représente la taille des grains)}$$

sur quelques alliages superplastiques /30, 41, 42/ et dans des conditions particulières de déformation. Nous avons également reporté les valeurs théoriques calculées sur l'alliage Sn 1% Bi à partir du modèle de grossissement de grains proposé par CLARK et ALDEN /42/. Sur le tableau figurent aussi les valeurs de  $n^*$  et de  $a^*$  qui s'en déduisent (relation III.8. et III.10.) en prenant pour  $n$  et  $a$  des valeurs égales à 2. Il apparaît ainsi, comme dans le cas des laitons, des valeurs de  $n^*$  plus grandes que  $n$  mais qui tendent vers  $n$  lorsque la vitesse de déformation augmente dans le domaine superplastique. La figure III.15. donne à titre d'exemple les variations du coefficient  $m^*$  ( $= \frac{1}{n^*}$ ) en fonction de la vitesse de déformation pour l'alliage Sn 1% Bi en prenant pour  $m$  une valeur égale à 0,5 comme dans le cas des alliages biphasés. Une telle valeur n'est peut-être pas justifiée comme nous le verrons plus loin.

#### III.2.2.4. Conséquences du grossissement des grains : Domaine I

Les modifications apportées aux paramètres intervenant dans la loi de comportement par le grossissement des grains permettent d'interpréter les principales caractéristiques du domaine I qui se manifeste dans la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  aux très faibles vitesses de déformation et qui a été observé aussi dans le cas des laitons biphasés/43/. En effet, l'existence de ce domaine a souvent été prouvée par :

- Une courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  sigmoïdale. Or, comme nous l'avons vu, la détermination de cette courbe peut se faire soit par sauts de vitesse sur le même échantillon, soit à partir d'échantillons déformés à des vitesses

ALLIAGE TEMPERATURE	$\dot{\epsilon}$ $mn^{-1}$	$\epsilon_1$	$\epsilon_2$	$D_1$ $\mu m$	$D_2$ $\mu m$	$\frac{\delta \text{Log} D}{\delta \text{Log } \dot{\epsilon}, T}$		
Cu-7P 550°C	$7,6 \times 10^{-3}$	0,04	0,70	9,7	19	0,23		
	$2,5 \times 10^{-2}$	0,10	0,70	9,7	14,6	0,21		
	$7,9 \times 10^{-2}$	0,18	0,70	9,7	13,5	0,24		
	$3,1 \times 10^{-1}$	0,30	0,70	9,7	12,1	0,26		
CuAl 520°C	$3,6 \times 10^{-3}$	0,43	1,56	10	14,5	0,29		
	$3,6 \times 10^{-2}$	0,40	1,42	10	11,5	0,11		
	$3,6 \times 10^{-1}$	0,51	1,83	7	7,5	0,05		
Sn 1% Bi 20°C expérimental	$10^{-2}$	0,15	1	2	4,5	0,43		
	$10^{-1}$	0,10	1	2	2,3	0,06		
	1	0,10	1	2	2	0		
Sn 1% Bi 20°C théorique	$10^{-5}$	0,10	1	7	22	0,50		
	$10^{-4}$	0,10	1	3,1	8,2	0,42		
	$10^{-3}$	0,10	1	2,3	5,1	0,35		
	$10^{-2}$	0,10	1	2,25	4,7	0,32		
	$10^{-1}$	0,10	1	2,25	4,6	0,31		
ALLIAGE TEMPERATURE	$\epsilon$	$\dot{\epsilon}_1$ $mn^{-1}$	$\dot{\epsilon}_2$ $mn^{-1}$	$D_1$ $\mu m$	$D_2$ $\mu m$	$\frac{\delta \text{Log} D}{\delta \text{Log } \dot{\epsilon}, T}$	$n^*$	$a^*$
Cu-7P 550°C	0,70	$7,6 \times 10^{-3}$	$2,5 \times 10^{-2}$	19	14,6	-0,22	3,57	3,57
	0,70	$2,5 \times 10^{-2}$	$7,9 \times 10^{-1}$	14,6	13,5	-0,07	2,33	2,33
	0,70	$7,9 \times 10^{-2}$	$3,1 \times 10^{-1}$	13,5	12,1	-0,12	2,63	2,63
CuAl 520°C	1	$3,6 \times 10^{-3}$	$3,6 \times 10^{-2}$	12	7,5	-0,20	3,38	3,38
	1	$3,6 \times 10^{-2}$	$3,6 \times 10^{-1}$	7,5	7,5	0	2	2
Sn 1% Bi 20°C expérimental	1	$10^{-2}$	$10^{-1}$	4,5	2,3	-0,29	4,76	4,76
	1	$10^{-1}$	1	2,3	2	-0,06	2,27	2,27
Sn 1% Bi 20°C théorique	1	$10^{-5}$	$10^{-4}$	22	8,2	-0,43	14	14
	1	$10^{-4}$	$10^{-3}$	8,2	5,1	-0,21	3,40	3,40
	1	$10^{-3}$	$10^{-2}$	5,1	4,7	-0,04	2,15	2,15
	1	$10^{-2}$	$10^{-1}$	4,7	4,6	-0,01	2,04	2,04
	1	$10^{-1}$	1	4,6	4,6	0	2	2

Tableau III.1. - Mise en évidence du grossissement et de son influence sur la loi de comportement pour quelques alliages superplastiques. Les valeurs sont calculées d'après les résultats publiés /30, 41, 42/.

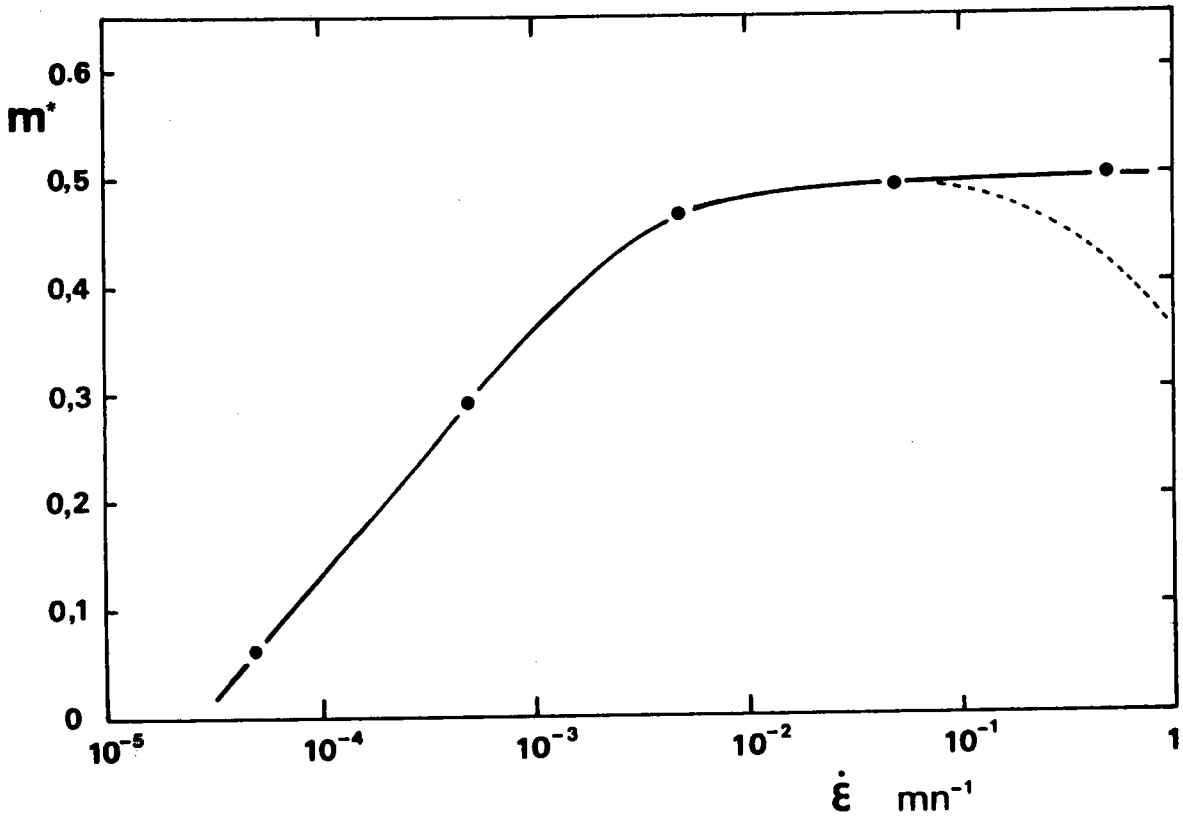


Fig.III.15.

Variation théorique du coefficient rhéologique  $m^*$  ( $= \frac{1}{n^*}$ ) avec la vitesse de déformation pour l'alliage Sn 1% Bi. Les valeurs sont calculées à l'aide de la relation III.8. avec  $n = 2$  et  $a = 2$ , et en utilisant les valeurs de la quantité  $\left( \frac{\delta \text{Log } D}{\delta \text{Log } \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T}$  déduites du modèle de grossissement des grains de CLARK et ALDEN (42). Le domaine des grandes vitesses de déformation pour lequel le coefficient rhéologique  $m^*$  décroît (en pointillés sur la figure), n'est pas pris en compte dans le calcul.

différentes. Dans les deux cas, l'augmentation de contrainte due au grossissement relève la courbe aux vitesses les plus faibles, lui donnant une allure sigmoïdale caractéristique. Ce résultat a été clairement mis en évidence dans le cas de l'alliage eutectique AlCu à taille de grains initiale petite pour lequel un grossissement apparaît aux faibles vitesses /9/. En revanche, pour des tailles de grains un peu plus grandes et donc plus stables, la pente des courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  reste constante sur un grand domaine de vitesses de déformation (Fig.III.16.). Cette diminution de la pente aux faibles vitesses est cohérente avec des valeurs du coefficient  $n^*$  plus élevées conformément à l'analyse théorique précédente.

De la même façon, la détermination par la technique des sauts de vitesses de la courbe de variation du coefficient  $n$  en fonction de la vitesse de déformation est influencée par le grossissement /44/. Nous avons discuté en Annexe IV les différentes méthodes d'obtention de ce coefficient. Nous avons montré en particulier que la technique de relaxation de contrainte permet d'obtenir des valeurs de  $n$  à structure constante, étant donné les très faibles évolutions de structure qui interviennent au cours de la relaxation.

- Des allongements plus faibles que ceux qui sont obtenus dans le domaine superplastique /36, 45/. Ce résultat s'explique par les valeurs plus élevées du coefficient rhéologique  $n^*$  et non  $n$  dans ce domaine (relation III.8.) (Fig. III.17.). En effet, l'expérience /2, 16, 36, 43, 46 - 49/ et les études de stabilité plastique /50-53/ montrent que la striction apparaît pour des taux de déformation d'autant plus importants que la valeur du coefficient  $n^*$  est plus faible. De même, l'analyse de la déformation en système de contraintes biaxées met en évidence également la forte influence du coefficient  $n^*$  en tant que facteur stabilisant pour la déformation /54-58/.

- Une énergie d'activation différente de celle trouvée dans le domaine superplastique. Or l'analyse faite montre qu'il est possible à partir d'une valeur constante pour l'énergie d'activation  $Q_\beta$  d'obtenir une valeur  $Q_\beta^*$  qui varie avec la vitesse de déformation. Dans le cas d'alliages biphasés dont la proportion des phases est approximativement constante avec la température, la relation III.9. devient, compte tenu de (III.8.) :

$$Q_\beta^* = \frac{Q_\beta + aR \left. \frac{\delta \text{Log} L_\beta}{\delta \left( \frac{1}{T} \right)} \right|_{\epsilon, \dot{\epsilon}_g, L_{\beta i}}}{1 + a \left. \frac{\delta \text{Log} L_\beta}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}_g} \right|_{\epsilon, T, L_{\beta i}}} \quad (\text{III.13.})$$

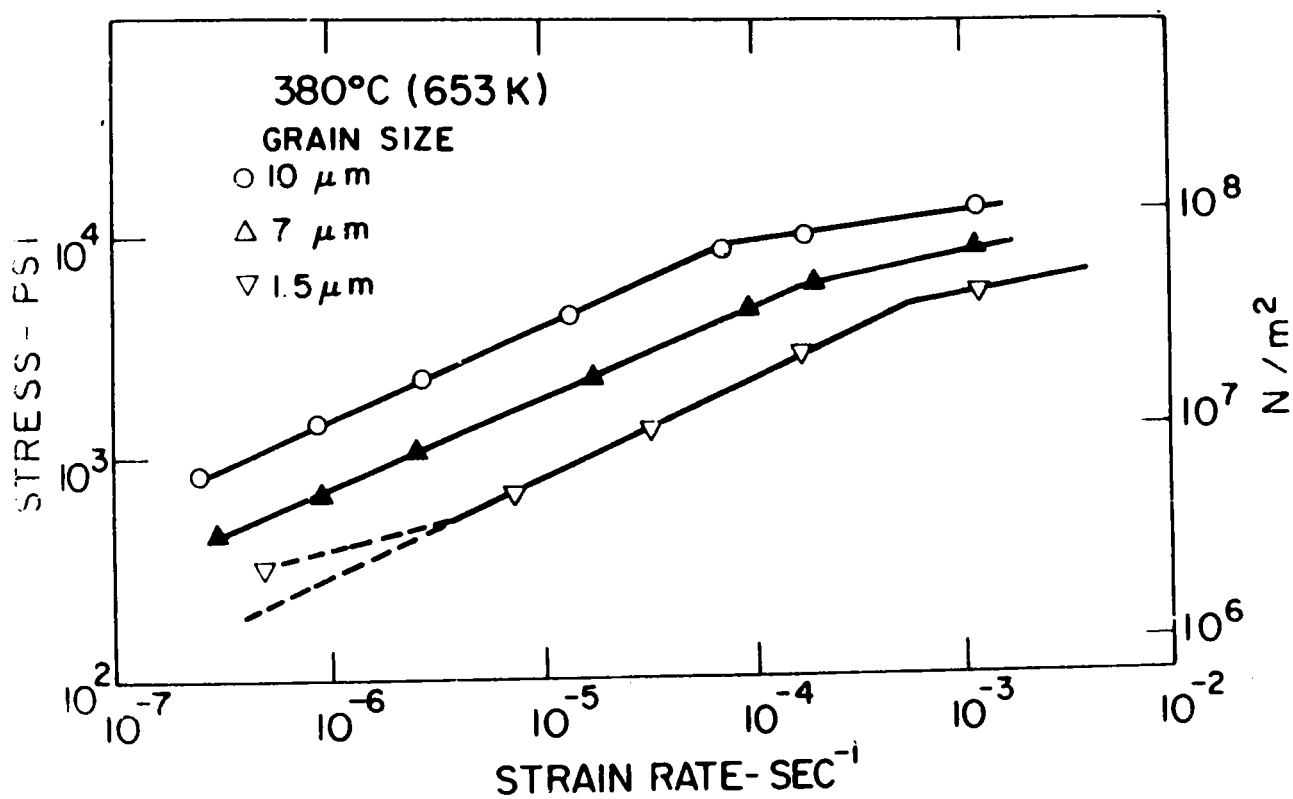


Fig.III.16.

Effet du grossissement des grains sur l'allure des courbes contrainte - vitesse de déformation à 380°C pour un alliage eutectique AlCu à différentes tailles de grains initiales. Les points sont obtenus après 15 % de déformation (d'après RAI et GRANT [9]).

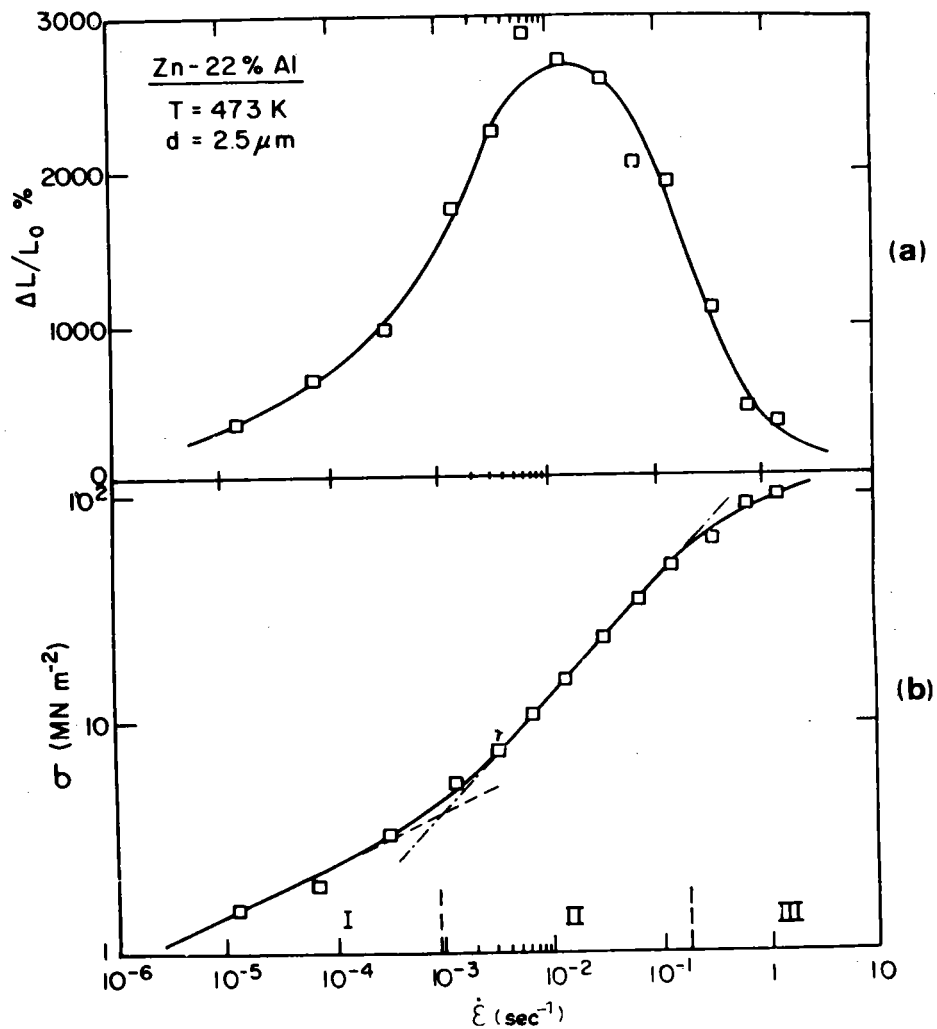


Fig.III.17.

a) Allongement à rupture en fonction de la vitesse de déformation à 200°C pour un alliage eutectoïde ZnAl à taille de grains initiale de 2,5  $\mu\text{m}$ .

b) Courbe correspondante de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation. D'après ISHIKAWA, MOHAMED, et LANGDON (45).

De telles variations de l'énergie d'activation ont été en particulier observées dans le cas d'aciers au CrNi /10/.

- Une influence différente de la taille initiale des grains sur la vitesse de déformation. Ainsi, des valeurs du coefficient  $a^*$  égales à 2,6 ont été mesurées sur l'alliage AlCu pour lequel un grossissement apparaît /59/. Ces valeurs supérieures à 2 sont tout à fait comparables à celles déduites de l'analyse précédente (cf. tableau III.1.)

- Un glissement aux joints moins important que celui généralement observé dans le domaine superplastique /42, 60/. Il faut cependant remarquer que le domaine I correspond à des vitesses de déformation très faibles et qu'en conséquence les mesures sont effectuées pour des déformations petites pour lesquelles le matériau n'a peut-être pas encore dépassé le régime transitoire.

Ainsi, le grossissement des grains au cours de la déformation superplastique permet de rendre compte des caractéristiques essentielles qui sont attribuées au domaine I; c'est à dire : valeurs élevées du coefficient rhéologique  $n^*$ , allongements moins importants, énergie d'activation différente et influence différente de la taille initiale des grains. Cette constatation s'ajoute à celle qui a été faite précédemment lorsque le matériau est déformé sans dépasser le régime transitoire. Elle justifie l'étude de la loi de comportement faite en tenant compte des variations de la taille des grains au cours de la déformation.

Cette analyse concernant le grossissement des grains et son influence sur la loi de comportement est confirmée par certains résultats expérimentaux obtenus avec des matériaux superplastiques à structure particulièrement stable : absence d'écrouissage apparent /61,62/, absence de domaine I et valeur du coefficient  $m$  constante et égale à 0,5 sur un large domaine de vitesse de déformation /9,62/, allongements importants même aux vitesses les plus faibles /9/. Ainsi, la figure III.18. donne les variations de la déformation en fonction du temps pour des essais que nous avons effectués à contrainte constante sur un alliage eutectique PbSn. Les vitesses de déformation apparaissent alors constantes jusqu'à des déformations égales à 1 environ mettant ainsi en évidence l'absence d'écrouissage sur cet alliage.



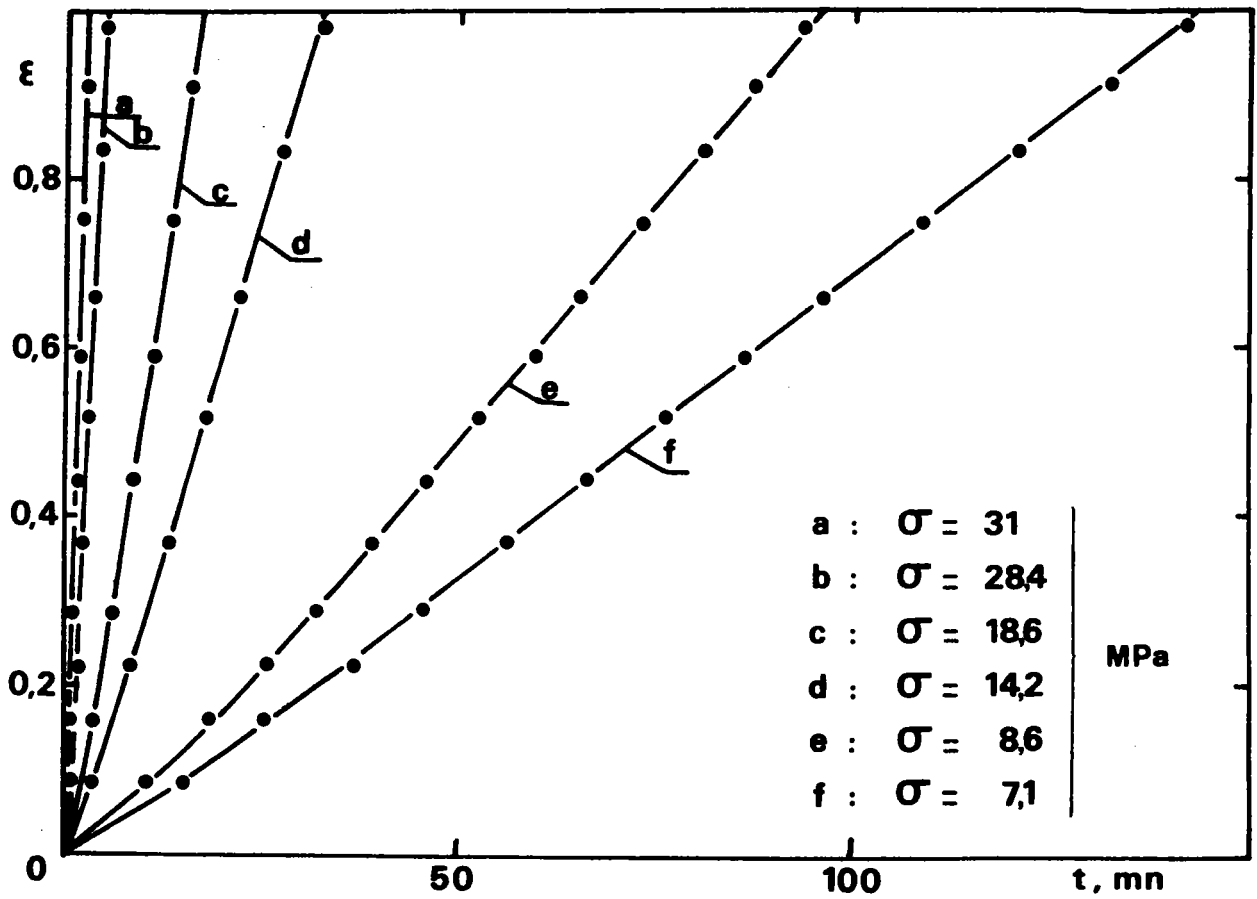


Fig.III.18.

Mise en évidence de vitesses de déformation constantes sur un alliage eutectique PbSn déformé à contrainte constante à température ambiante.

Le domaine I apparaît ainsi comme conséquence des évolutions de structure qui se manifestent au cours de la déformation : passage à l'état équiaxe et (ou) grossissement des grains; il n'est cependant pas impossible d'envisager d'autres mécanismes permettant d'expliquer ce domaine.

### III.2.3. Endommagement

#### III.2.3.1. Etude structurale

Les études métallographiques effectuées en vue de la détermination des paramètres de structure révèlent un phénomène d'endommagement du matériau au cours de la déformation dont le taux dépend de l'alliage, de la vitesse de déformation et de l'amplitude de la déformation. Cet endommagement se manifeste par la présence de cavités approximativement équiaxes généralement associées à la présence de joints de grains et de joints de phases. La figure III.19 montre une section polie d'un échantillon de l'alliage B déformé de 170 % à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ . Bien qu'aucune étude systématique ni quantitative n'ait été réalisée, l'observation des micrographies permet de mettre en évidence les principales caractéristiques suivantes :

- Les cavités n'apparaissent généralement pas distribuées de façon tout à fait uniforme sur toute la section de l'échantillon. La figure III.20. relative à l'alliage précédent montre ainsi une densité plus importante de cavités au centre de la section que dans la périphérie. Cette différence de densité provient sans doute d'un certain état de contrainte dépressif au centre des échantillons, lié à la géométrie cylindrique de ceux-ci. Un tel fait n'a cependant pas été signalé par HUMPHRIES et RIDLEY /63/, bien que leurs échantillons soient de géométrie identique .

- Les cavités se forment essentiellement au niveau des interfaces  $\alpha$ - $\beta$ , entièrement dans la phase  $\beta$  ou aux joints triples  $\alpha$ - $\alpha$ - $\beta$ . Sur la figure III.19. sont indiquées par les lettres a, b, c respectivement ces trois types de sites. Il faut cependant remarquer que le site exact est difficile à localiser par le fait que la cavité a dû croître avant d'être visible au microscope métallographique. Ces observations sont tout à fait en accord avec les résultats publiés concernant la déformation des laitons dans le domaine superplastique /32, 43, 63-65/, mais aussi dans le domaine du fluage /66/.



Fig.III.19.

Mise en évidence de la cavitation sur l'alliage B déformé de 170 % à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$

- a- cavité à l'interface  $\alpha-\beta$
- b- cavité à l'intérieur des grains de la phase  $\beta$
- c- cavité au joint triple  $\alpha-\alpha-\beta$ .

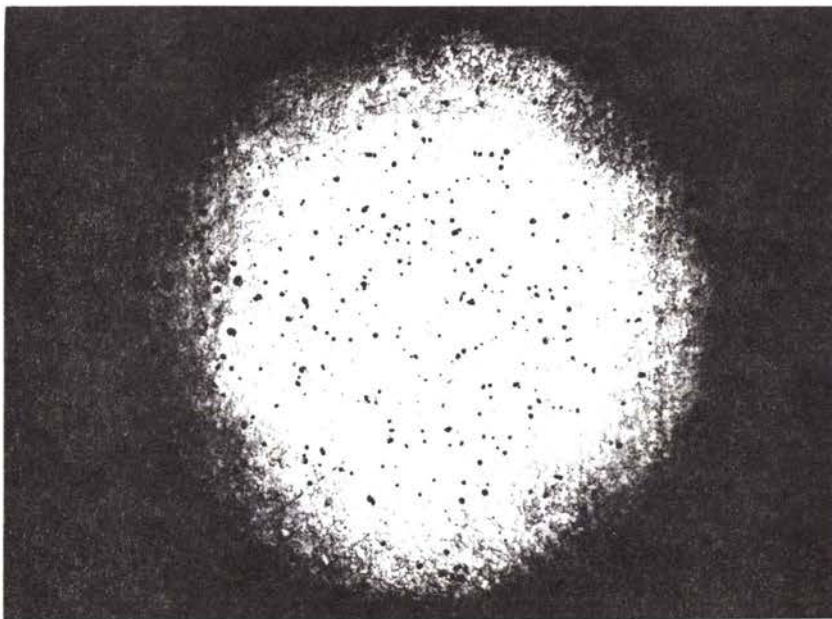


Fig.III.20.

400 μm

Mise en évidence d'une distribution non uniforme de cavités sur la section d'un échantillon d'alliage B déformé de 170 % à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ .

- Le taux de cavitation est d'autant plus important que la proportion de phase  $\alpha$  présente dans l'alliage est plus grande. Cet effet de la fraction volumique a été étudié par CHANDRA, JONAS et TAPLIN /64/ pour des fractions volumiques de phase  $\alpha$  supérieures à 0,5 et attribué à une grande facilité de restauration aux joints de grains  $\beta/\beta$  qui représentent une surface relative certainement d'autant plus grande que la proportion de phase  $\alpha$  est plus faible. La figure III.21. tirée de /64/ montre cet effet de la proportion des phases sur la fraction volumique des cavités déterminée optiquement en fonction de la déformation pour différents alliages déformés à 600°C à une vitesse de déformation de  $4,6 \times 10^{-2} \text{mn}^{-1}$ . Les courbes montrent que le taux de cavitation ne devient appréciable que pour des allongements supérieurs à 50 %, sauf pour les alliages présentant une proportion de phase  $\alpha$  supérieure à 0,6 environ. Cependant, ce taux de cavitation apparaît très supérieur à celui qui a été déterminé par HUMPHRIES et RIDLEY sur un laiton 60/40 ( $\alpha = 0,58$ ) déformé à 600°C par mesure de la variation de la densité /63/. La fraction volumique ne dépasse en effet pas 5 % après un allongement de 200 % à la même vitesse de déformation. Il semble que les mesures optiques tendent à surestimer considérablement le taux de cavitation effectif, cette surestimation étant liée vraisemblablement aux attaques préférentielles lors du polissage des échantillons malgré les précautions prises /67/.

- Le taux de cavitation augmente avec la déformation et avec la vitesse de déformation, comme le montrent les courbes des figures III.21 et III.22, cette dernière représentant les variations de la fraction volumique des cavités en fonction de la vitesse de déformation pour des laitons 60/40 déformés à 600°C jusqu'à des taux de déformation de 150 % et pour des "tailles de grains" initiales de 11,3  $\mu\text{m}$  et 15  $\mu\text{m}$ . Ces courbes sont tirées de /63/. Ces effets de la déformation peuvent être caractérisés, de même que pour le grossissement des grains par des paramètres positifs du type

$$\left. \frac{\delta \text{Log} V_c}{\delta \text{Log} \epsilon} \right|_{\dot{\epsilon}, \alpha} \quad \text{et} \quad \left. \frac{\delta \text{Log} V_c}{\delta \text{Log} \dot{\epsilon}} \right|_{\epsilon, \alpha} \quad \text{où } V_c \text{ est la fraction volumique des cavités}$$

Cependant, ils sont difficilement discernables des effets de tailles de grains il a été montré parallèlement que le taux de cavitation augmente avec la taille des grains du matériau; cette influence s'ajoute alors à l'effet intrinsèque de la déformation (la taille des grains augmentant avec le taux

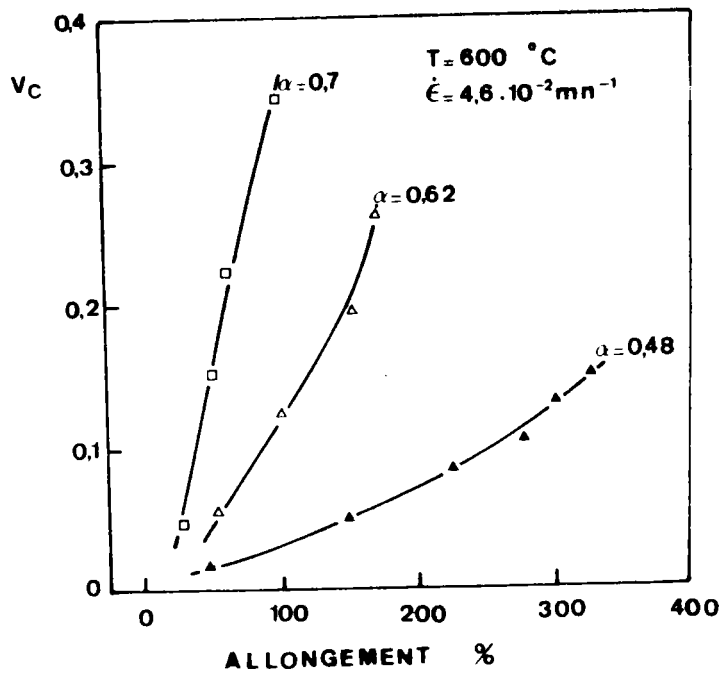


Fig.III.21.

Influence de la déformation et de la proportion des phases sur la fraction volumique de cavités pour différents laitons déformés à  $600^\circ\text{C}$ , à une vitesse de déformation de  $4,6 \cdot 10^{-2} \text{mn}^{-1}$ .  
D'après CHANDRA, JONAS et TAPLIN (64).

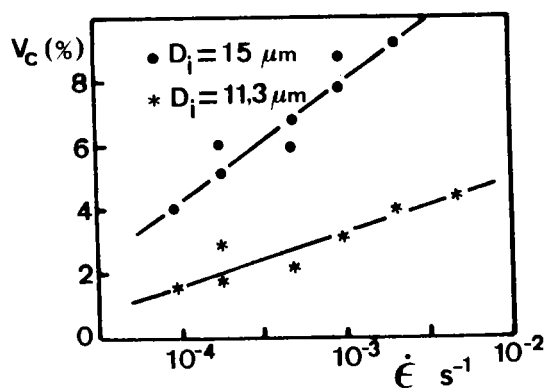


Fig.III.22.

Influence de la vitesse de déformation et de la taille initiale des grains sur la fraction volumique de cavités dans un laiton 60/40 déformé à  $600^\circ\text{C}$  de 150 %.  
D'après HUMPHRIES et RIDLEY (63).

de la déformation mais s'oppose à celui de la vitesse de déformation (le grossissement des grains étant d'autant plus important que la vitesse de déformation est plus faible).

- L'effet de la température n'a pas été mis en évidence sur nos alliages. Certains auteurs l'ont étudié dans le cas du laiton 60/40 /63/. Ils ont ainsi montré que le volume des cavités formé pour un taux et une vitesse de déformation donnés est d'autant plus faible que la température est plus élevée. Cependant, l'effet intrinsèque de la température, comme précédemment celui de la déformation ou de la vitesse de déformation, est difficile à isoler : une augmentation de celle-ci conduit à une augmentation de la "taille moyenne des grains" et donc comme il a été vu précédemment à une augmentation du taux de cavitation; mais elle conduit aussi à une diminution de la proportion de phases  $\alpha$  (non prise en compte par les auteurs) et donc à une diminution très importante de la cavitation.

Ces études apparaissent tout à fait typiques d'une approche rhéologique par opposition à une approche métallurgique pour laquelle l'effet de la température sur le taux de cavitation serait étudié pour un allongement et une vitesse de déformation donnés en maintenant constants tous les autres paramètres, en particulier dans ce cas la taille des grains et la proportion des phases. Une telle étude visant à l'effet intrinsèque de ces différents paramètres est envisagée pour la suite de ce travail.

En conclusion, il apparaît que ce phénomène est fortement influencé par la proportion volumique de phases  $\alpha$  présente dans l'alliage : dans notre cas, il ne devient important pour les alliages A, B, C que pour des taux de déformations grands supérieurs à 100 % environ dans le domaine des vitesses de déformation étudiées. En revanche, pour l'alliage D, il se manifeste pour des allongements plus faibles inférieurs à 50 % lorsque la vitesse de déformation est assez élevée. C'est ce phénomène de cavitation qui a limité les vitesses de déformation maxima imposées à cet alliage à  $2.10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  (tableau II.1.). Cet aspect structural de l'endommagement associé à la présence des joints de grains et des joints de phases sera repris dans la troisième partie de la discussion.

### III.2.3.2. Influence de l'endommagement sur la loi de comportement

L'effet de l'endommagement sous forme de cavités supposées approximativement sphériques a été étudié théoriquement par JONAS et BAUDELET /53/. Ils ont ainsi montré que la génération de cavités tend d'une part à diminuer le coefficient d'écrouissage (dans le cas de matériaux superplastiques sans grossissement de grains, cet effet se traduit par un adoucissement du matériau) et d'autre part à diminuer le coefficient  $m^*$  de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation (ou augmenter  $n$ ) conduisant ainsi à une localisation plus rapide de l'écoulement /53/ et donc à des allongements à rupture plus faibles. Un tel adoucissement ainsi qu'une légère augmentation du coefficient  $n^*$  mise en évidence par des essais de relaxation à différents taux de déformation ont été observés dans le cas de l'alliage D. Ainsi, la figure III.23. donne les variations de la contrainte et du coefficient  $n^*$  en fonction de la déformation pour un échantillon déformé à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ .

Un autre effet de l'endommagement apparaît clairement dans le cas de l'alliage D. La figure III.24. donne les variations de la contrainte en fonction de la déformation pour un échantillon déformé jusqu'à rupture à une vitesse de déformation de  $6,45 \times 10^{-3} \text{ mn}^{-1}$ . Cette courbe présente une augmentation très importante de la contrainte dans le dernier stade de la déformation. Un tel phénomène a été également observé par d'autres auteurs dans les laitons /32, 43, 64/ ainsi que dans les alliages Cu-Ni-Zn /68/. L'explication donnée est la suivante : la matière présente entre les cavités peut être assimilée à une microéprouvette présentant une striction qui se développe après une certaine déformation de la même manière que se développent les strictions diffuses sur la surface extérieure. Dès que la déformation superplastique dans ces régions n'est plus possible, la contrainte d'écoulement augmente localement et la déformation continue dans une autre partie de l'échantillon. Un tel processus se poursuit jusqu'à ce qu'une série de cavités commence à croître préférentiellement (dans une zone à forte proportion de phase  $\alpha$ ) conduisant à un alignement de celles-ci dans une direction perpendiculaire à la contrainte appliquée. L'échantillon se rompt alors sans striction apparente.

Pour les faibles proportions de phase  $\alpha$ , un tel phénomène n'apparaît pas, la rupture est alors parfaitement ductile sans augmentation de la contrainte en fin d'essai.

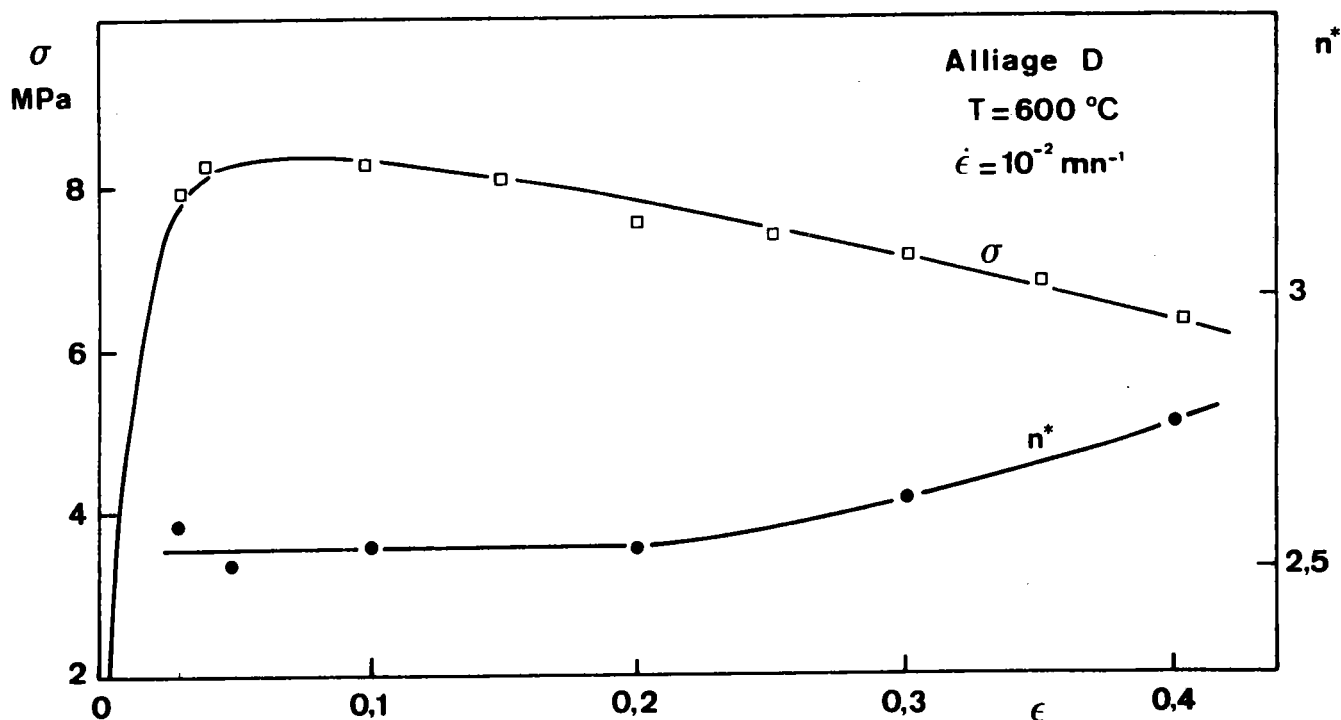


Fig.III.23.

Effet de l'endommagement sur la contrainte et le coefficient  $n$  déterminés à différents taux de déformation pour l'alliage D déformé à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ .

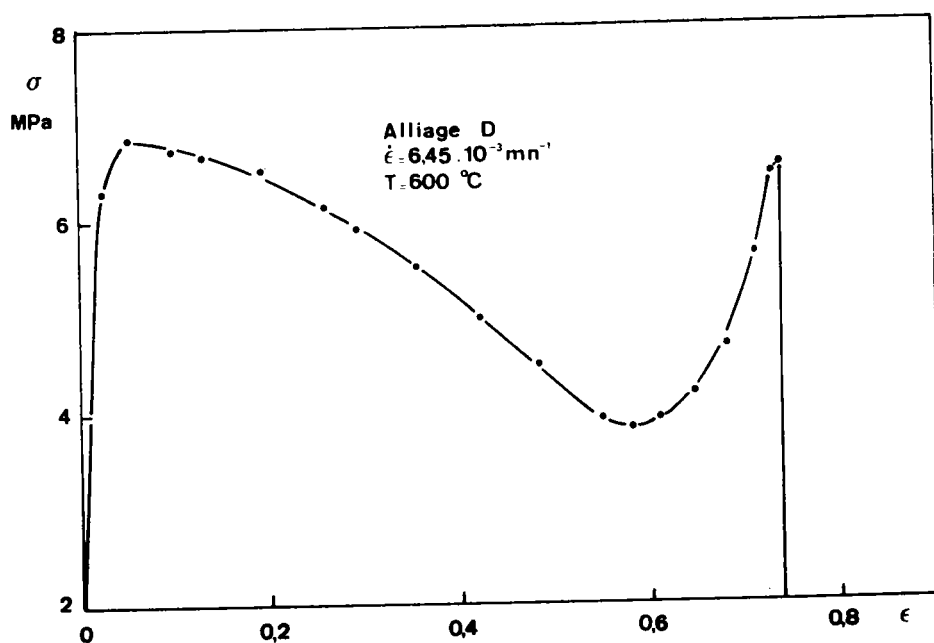


Fig.III.24.

Courbe contrainte-déformation pour l'alliage D déformé jusqu'à rupture à 600°C à une vitesse de déformation de  $6,45 \times 10^{-3} \text{ mn}^{-1}$ .



### III.2.4. Influence combinée des évolutions de structure

Dans toute l'étude précédente, nous avons envisagé séparément et comme processus successifs le passage à l'état équiaxe de la phase  $\alpha$  en régime transitoire, et en régime pseudo-permanent le grossissement des grains et l'endommagement progressif du matériau. En fait, ces évolutions sont simultanées, de sorte qu'il est difficile de comparer l'analyse théorique faite dans chacune des cas et les résultats expérimentaux. Ainsi, comme nous l'avons vu, le passage à l'état équiaxe conduit à un adoucissement alors que le grossissement tend à augmenter la contrainte et à diminuer la valeur du coefficient  $m^*$ . La figure III.25. montre les courbes  $\sigma$ - $\epsilon$  obtenues sur l'alliage C déformé à 600°C à différentes vitesses de déformation.

- A vitesse de déformation élevée, la croissance des grains étant faible, le passage à l'état équiaxe (Fig. III.7.) entraîne une forte décroissance de la contrainte d'écoulement.
- A vitesse de déformation faible, la croissance des grains devient le facteur prépondérant : la contrainte augmente alors au cours de la déformation.
- A vitesse de déformation intermédiaire, ces deux facteurs peuvent s'équilibrer, donnant ainsi l'apparence d'un régime permanent.

De plus, le phénomène d'endommagement surtout perceptible pour les fortes proportions de phase  $\alpha$ , tend à faire diminuer à la fois la contrainte d'écoulement et la valeur du coefficient  $m^*$ . Cet effet est alors analogue du point de vue de la stabilité plastique à celui provoqué par le grossissement et il rend encore plus difficile la comparaison entre les résultats tirés de l'analyse théorique et les résultats expérimentaux.

### II.2.5. Conséquences des évolutions de structure sur la validité des modèles proposés pour rendre compte du comportement superplastique

Tous les modèles proposés pour rendre compte du comportement superplastique et en particulier des courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  supposent, comme nous l'avons vu dans l'introduction, le matériau monophasé et dont la structure est caractérisée par un paramètre correspondant à l'état initial avant

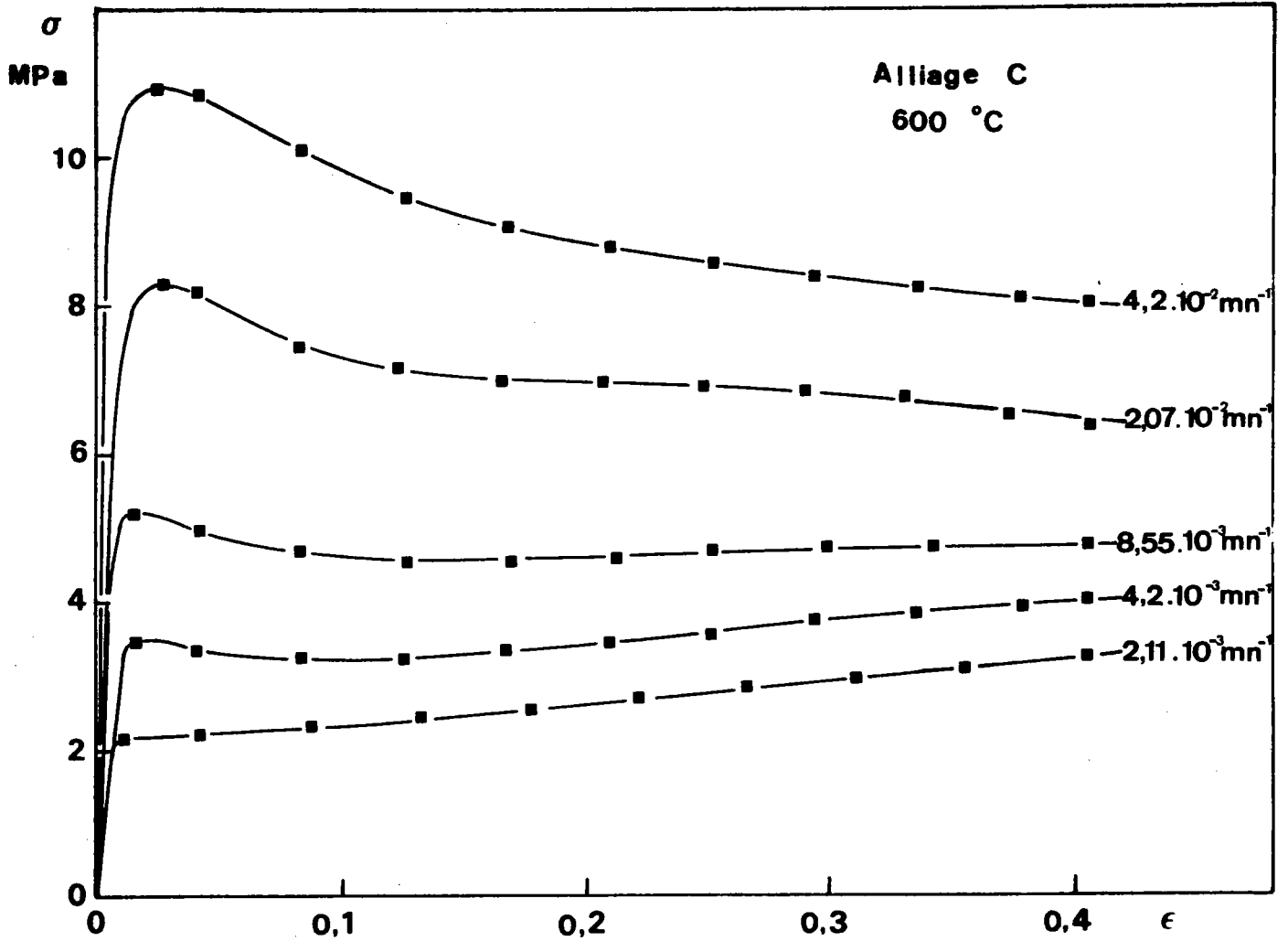


Fig. III.25.

Variation de la contrainte en fonction de la déformation pour l'alliage C déformé à différentes vitesses de déformation : influence combinée du passage à l'état equiaxe et du grossissement des grains.

déformation. Or cette structure évolue et les courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  sont généralement obtenues pour des états de structure différents. Ce type de courbe est tout à fait typique d'une approche strictement rhéologique par opposition à l'approche métallurgique que nous avons suivie. Dans ces conditions, il apparaît dénué de sens de tenter d'ajuster ce genre de résultats expérimentaux par une loi qui fait intervenir une taille de grains initiale  $D_i$  ou même une taille  $D$  constante. Cependant, ces différents modèles du type glissement aux joints avec accommodation soit par mécanisme de dislocations soit par diffusion apparaissent suffisamment adaptables pour permettre l'interprétation de lois de comportement obtenues en tenant compte de l'évolution de la structure. En effet, il est clair que l'ajustement et (ou) la modification des paramètres qui interviennent dans les modèles permettent toujours d'obtenir une expression sur mesure qui ajuste les résultats expérimentaux. Ainsi la figure III.26. reproduit différentes courbes contrainte-vitesse de déformation obtenues en combinant les vitesses de déformation déduites de deux modèles proposés pour rendre compte du comportement superplastique : un modèle de glissement aux joints avec accommodation par diffusion dû à ASHBY et VERRALL/69/ et un modèle de glissement aux joints avec accommodation par dislocations dans les grains voisins suggéré par HAYDEN et col./15/. Dans le domaine III, une relation proposée par WEERTMAN a été utilisée /70/. Ces courbes présentent alors des allures différentes du fait simplement de l'attribution de valeurs différentes aux deux contraintes seuils  $\sigma_0$  et  $\sigma'_0$  qui apparaissent dans les expressions donnant la vitesse de déformation. Nous ne prétendons pas que les modèles ainsi développés n'aient aucune justification ni soient dépourvus de sens physique, mais nous voulons simplement attirer l'attention sur le fait que l'accord entre un modèle et une loi de comportement expérimentale souvent rhéologique ne constitue en aucune façon une preuve que les processus invoqués dans le modèle soient ceux qui entrent réellement en jeu.

### III.3. CONSEQUENCES DE LA LOI DE COMPORTEMENT : MECANISMES DE DEFORMATION DES LAITONS SUPERPLASTIQUES ; GENERALISATION A D'AUTRES ALLIAGES

L'étude de la loi de comportement des laitons biphasés montre que la déformation superplastique d'alliages présentant une phase dure dans une matrice ductile peut être assimilée à l'écoulement d'un fluide diphasique contenant des particules quasi-indéformables. Cependant, alors que dans le fluide, ces particules ne jouent qu'un rôle de perturbation dans l'écoulement

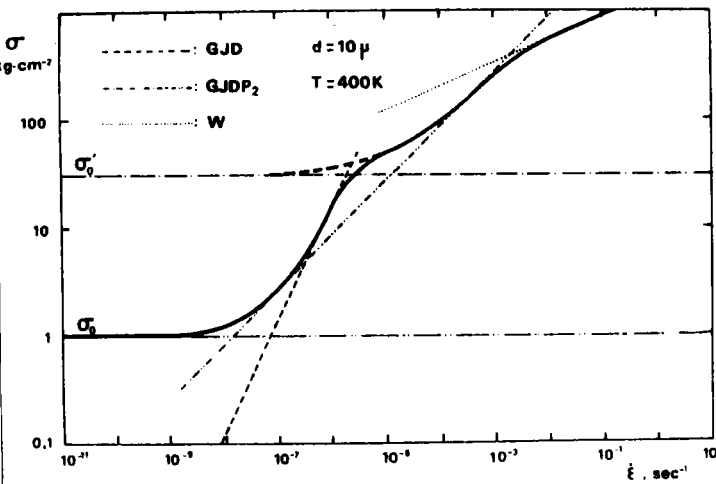
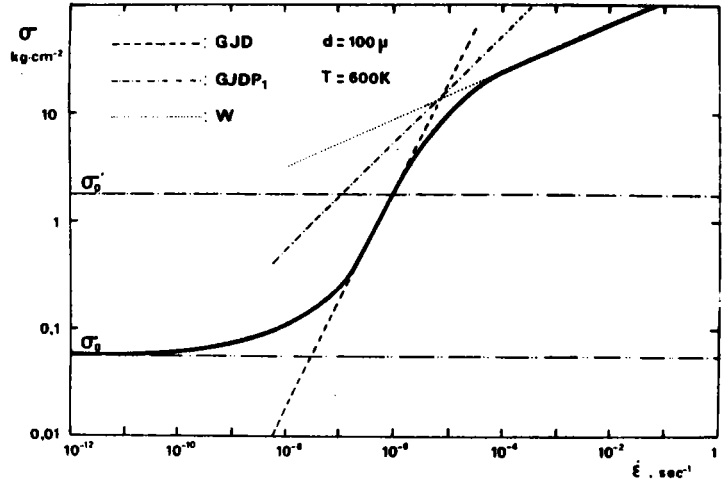
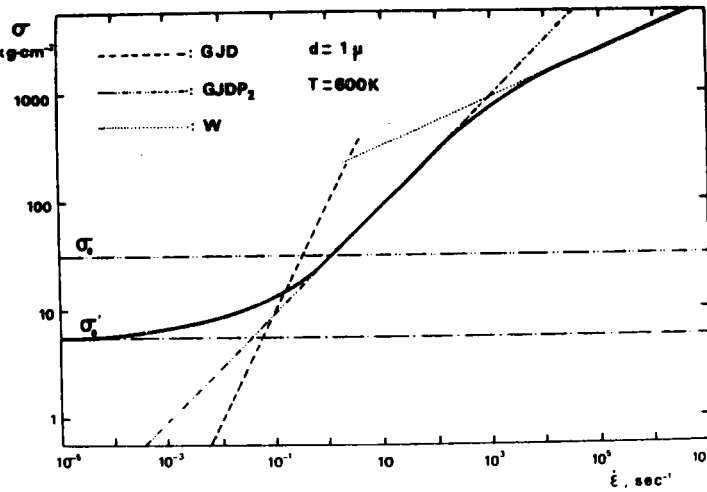


Fig. III.26

Courbes théoriques contrainte-vitesse de déformation obtenues en combinant les lois de comportement données par différents modèles proposés pour rendre compte des domaines II et III. Influence des contraintes seuils.

Valeurs utilisées pour les différents coefficients

$$K_1 = 0,015 \text{ cm}$$

$$\nu = 0,33$$

$$\alpha = 5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-2}$$

$$\delta = 2b = 6,4 \times 10^{-8} \text{ cm}$$

$$\mu = 2,14 \times 10^5 \text{ kg} \times \text{cm}^{-2}$$

$$k = 1,38 \times 10^{-16} \text{ dyne} \times \text{cm} \times \text{K}^{-1}$$

$$c = 0,7$$

$$\Omega = cb^3$$

$$b = 3,2 \times 10^{-8} \text{ cm}$$

$$D_v = D_{ov} \exp \left( -\frac{Q_v}{kT} \right) \begin{cases} D_{ov} = 1 \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1} \\ Q_v = 1 \text{ eV} \end{cases}$$

$$D_j = D_{oj} \exp \left( -\frac{Q_j}{kT} \right) \begin{cases} D_{oj} = 2 \times 10^{-2} \text{ cm}^2 \times \text{sec}^{-1} \\ Q_j = 0,5 \text{ eV} \end{cases}$$

Glissement aux joints avec diffusion (ASHBY et VERRALL /69/)

$$\dot{\epsilon}_{GJD} = \frac{100 \Omega}{kTd^2} (\sigma - \sigma_0) D_v \left( 1 + \frac{3,3 \delta D_j}{d D_v} \right)$$

Glissement aux joints avec déformation plastique (HAYDEN et col./15/).

$$\dot{\epsilon}_{GJDP_1} = \left( \frac{K_1}{d} + 1 \right) \frac{24\pi (1-\nu) D_j b^3 \sigma (\sigma - \sigma_0)}{d^2 \mu kT}$$

$$\dot{\epsilon}_{DJDP_2} = \left( \frac{K_1}{d} + 1 \right) \frac{6\pi (1-\nu) D_v b^2 \sigma (\sigma - \sigma_0)}{10 d \mu kT}$$

Fluage (WEERTMAN /70/).

$$\dot{\epsilon}_w = \alpha D_v \left( \frac{\sigma}{\mu} \right)^{4,5} \frac{\mu \Omega}{kT}$$

sans modifier la loi de comportement intrinsèque de celui-ci, les phases dures dans l'alliage interviennent non seulement par un effet mécanique, mais aussi en introduisant des interfaces dont le rôle peut être essentiel dans les mécanismes de déformation de la phase ductile. Nous allons ainsi successivement envisager le rôle de la phase  $\alpha$ , celui de la phase  $\beta$  c'est à dire les mécanismes de déformation possibles de cette phase et le rôle des interfaces. Nous envisagerons également la transition entre domaine superplastique et fluage (domaine III) car elle permet de tirer des enseignements très utiles pour la compréhension des mécanismes. Enfin, nous proposerons un modèle de déformation pour les laitons dans le domaine superplastique.

### III.3.1. Rôle de la phase $\alpha$

La phase  $\alpha$ , comme nous l'avons vu, intervient directement dans la loi de comportement par l'intermédiaire de sa fraction volumique en diminuant considérablement la vitesse de déformation. La figure III.6. qui donne les variations de  $g(\alpha)$  traduit cette influence. Inversement, pour une vitesse de déformation globale donnée, cette présence de phase  $\alpha$  impose des vitesses très grandes dans la phase  $\beta$  et d'autant plus que sa fraction volumique est plus importante et que les phases  $\alpha$  sont moins équiaxes. Il en résulte alors d'une part une augmentation de la contrainte d'écoulement et d'autre part, pour des vitesses de déformations grandes ou des proportions de phase  $\alpha$  importantes, la possibilité de générer des cavités dans les grains  $\beta$  très fortement sollicités et au voisinage des interfaces  $\alpha$ - $\beta$ . De tels sites de cavitation ont en effet été observés (paragraphe III.2.3.1.).

Pour des proportions de phases  $\alpha$  très grandes, un autre facteur apparaît : les grains de phase  $\alpha$  deviennent connectés, la valeur du coefficient  $n$  augmente et le matériau n'est plus superplastique. Ce caractère non superplastique de la phase  $\alpha$ , même à petit grains, a été confirmé en déformant des alliages à 36 % en poids de zinc dans les premiers instants de la recristallisation obtenue pour un chauffage à induction très rapide après un important écrouissage à froid. La rupture du type intergranulaire intervient dans ce cas après seulement quelques pourcents d'allongement\*.

---

\* C. HOMER - Communication privée.

La phase  $\alpha$  apparaît indéformable dans le domaine superplastique : les études DEBYE - SCHERRER ont en effet montré que le passage à l'état équiaxe en régime transitoire se fait par déformation élastique et séparation des phases  $\alpha$  initialement allongées au niveau de joints de grains préexistants. Nous pouvons envisager deux modes de séparation : par glissement et c'est alors sous l'action d'une contrainte de cisaillement ou (et) par "rupture intergranulaire" sous l'effet d'une contrainte normale. CHANDRA, JONAS et TAPLIN /65/ ont montré par des mesures de déchaussements de grains en surface sur un laiton présentant des proportions égales de phase  $\alpha$  et  $\beta$ , que le glissement aux joints de grains  $\alpha$ - $\alpha$  est difficile, son amplitude ne dépassant pas un micron pour une déformation totale de l'échantillon de 15 % (La taille des grains de chaque phase étant de 30  $\mu\text{m}$  environ). Cette quasi-absence de glissement aux joints justifie le caractère non superplastique des laitons  $\alpha$ . Un tel mécanisme apparaît alors insuffisant pour expliquer le passage à l'état équiaxe de la phase  $\alpha$ . De plus, pour des fractions volumiques importantes, cette séparation des grains doit s'effectuer de façon continue même au delà du régime transitoire; de telles séparations nécessitent des accommodations très importantes dans la phase  $\beta$ . Si celles-ci ne peuvent s'effectuer totalement, soit parce que la vitesse de déformation est trop élevée, soit parce que la proportion de phase  $\alpha$  est trop grande, des cavités se forment alors au niveau des joints triples  $\alpha$ - $\alpha$ - $\beta$ . De telles cavités ont également été très fréquemment observées.

Les considérations précédentes sur le rôle de la phase  $\alpha$  apparaissent essentiellement mécaniques : sa présence diminue la vitesse de déformation globale, son indéformabilité et son inaptitude au glissement aux joints imposent des accommodations très importantes dans la phase  $\beta$  conduisant dans les cas extrêmes où elles ne peuvent se faire à un endommagement progressif du matériau.

Le rôle de la phase  $\alpha$  est également métallurgique : elle réduit la taille des grains de la phase  $\beta$  et inhibe le grossissement de ceux-ci au cours de la déformation. Il a été montré en effet dans l'annexe V que la croissance des grains dans les laitons biphasés suit une loi en  $t^{1/4}$  au cours d'un recuit isotherme de durée  $t$ , cette loi étant toutefois quelque peu accélérée par la déformation (Fig.III.11.). Ce grossissement est cependant beaucoup moins rapide que celui observé dans les alliages monophasés : la loi dans ce cas étant en  $t^{1/2}$ . Cette condition de stabilité de la taille des grains de la phase  $\beta$  est essentielle pour observer un comportement superplastique.

Ainsi, pour des proportions faibles de phase  $\alpha$ , inférieures à 20 % dans le cadre de nos essais, le matériau n'est plus superplastique. Les grains de la phase  $\beta$  grossissent très vite et l'alliage présente les caractéristiques d'une déformation dans le domaine III. La figure III.27. représente la courbe de traction de l'alliage A déformé à 650°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  : la fraction volumique de phase  $\alpha$  est alors égale à 0,09 environ. La contrainte apparaît approximativement constante jusqu'à une déformation égale à 0,4 malgré l'augmentation de la taille des grains de la phase  $\beta$  qui passe de 55  $\mu\text{m}$  environ après un recuit de 45 minutes (le temps nécessaire pour l'homogénéisation en température avant l'essai) à 76  $\mu\text{m}$  à la fin de l'essai, c'est à dire à dire après 40 minutes de déformation. Cette non-dépendance de la contrainte vis à vis de la taille des grains constitue une des caractéristiques qui différencie le domaine III du domaine superplastique : dans ce domaine en effet, comme nous l'avons vu, la contrainte est proportionnelle à la taille des grains.

La phase  $\alpha$  par sa présence introduit des interfaces -. Leur rôle peut être très important lors de la déformation : c'est pourquoi nous leur consacrerons un paragraphe particulier.

### III.3.2. Mécanismes de déformation dans la phase $\beta$

La phase  $\beta$  intervient de façon prépondérante dans la loi de comportement : elle contrôle la vitesse de déformation globale d'une part par l'intermédiaire de sa taille de grains et d'autre part par l'intermédiaire de l'énergie d'activation dont la valeur apparaît caractéristique de cette phase.

Afin de préciser les mécanismes de déformation de cette phase, nous allons successivement envisager le domaine superplastique, la transition entre domaine superplastique et domaine III et enfin le domaine III lui-même.

#### III.3.2.1. Domaine superplastique

La phase  $\alpha$  limite la taille des grains de la phase  $\beta$  : dans ces conditions, la déformation de celle-ci s'effectue sans cellules à parois de dislocations ; en effet, pour les contraintes caractéristiques du domaine superplastique, la taille des sous-grains susceptible de se former

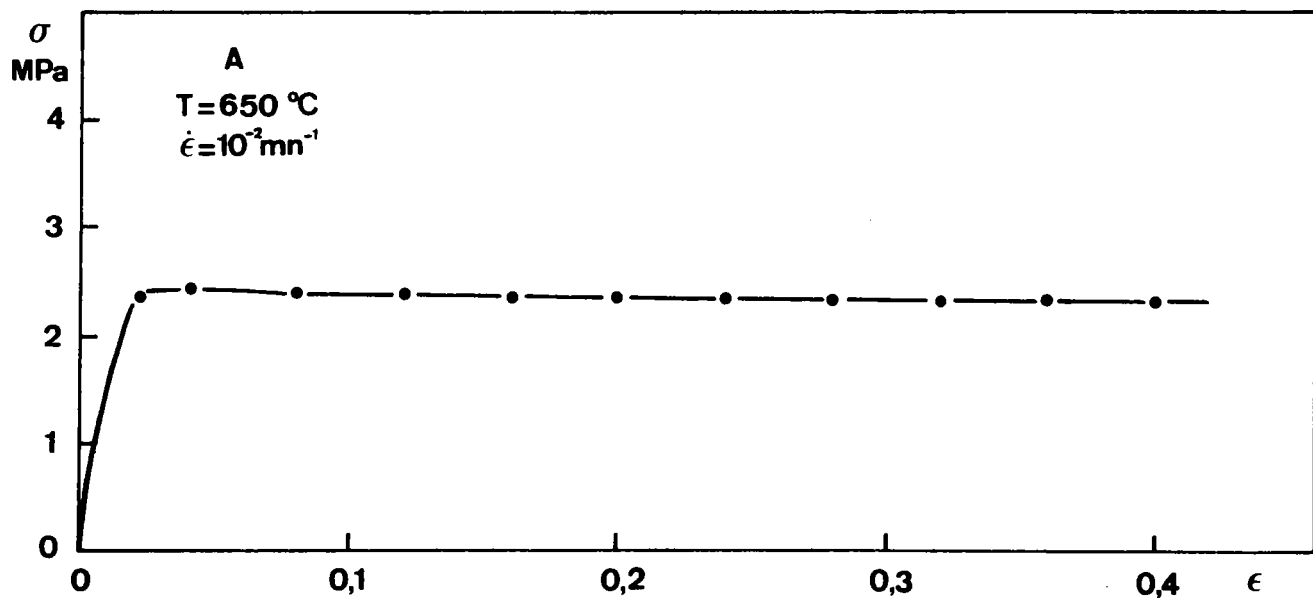


Fig.III.27.

Courbe contrainte-déformation pour l'alliage A déformé à 650°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$ . La contrainte reste constante au cours de la déformation ce qui est caractéristique d'une déformation dans le domaine III.



serait supérieure à la taille des grains de cette phase. On peut alors envisager différents mécanismes dans le cas d'une déformation sans cellules et pour un matériau à taille de grains petite; ce sont essentiellement des mécanismes de glissement aux joints avec accommodation soit par mouvement de dislocations ( BALL et HUTCHISON /3/, MUKHERJEE /72/, HAYDEN et col./15/, GIFKINS /73/) soit par diffusion (ASHBY et VERRALL /69/). Ces différents modèles ont déjà été présentés dans l'Introduction ; ils conviennent bien pour expliquer la déformation superplastique des alliages quasi-monophasés. Ils rendent compte en effet :

- du glissement aux joints de grains fréquemment observé par microscopie optique ou à balayage /74/;
- du maintien équiaxe des grains, même après plusieurs centaines de pourcents d'allongement /42,74/;
- de la valeur du coefficient de sensibilité à la contrainte proche de 2 ou plus souvent de 1 dans le cas de ces alliages (/13/ figures 13 et 14). Il faut rappeler à ce sujet que la valeur du coefficient  $n$  mesurée par la pente des courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  est généralement plus élevée que la valeur réelle mesurée à structure constante (cf. paragraphe III.2.2.2.) confirmant ainsi la prédominance de lois de comportement avec  $n = 1$  dans le cas de ces alliages.
- d'une énergie d'activation pour la déformation voisine de l'énergie d'autodiffusion aux joints de grains (Sn 5% Bi /75,76/, Pb 5% Cd /77/, Cd 5% Pb /75/, Zn 0,2% Al /78/.

De tels modèles qui pourraient éventuellement expliquer la déformation de la phase  $\beta$  seule si elle pouvait présenter un comportement superplastique à petits grains ne semblent pas pouvoir rendre compte de la déformation de la phase  $\beta$  en présence de la phase  $\alpha$ . Cette déformation présente en effet un certain nombre de caractéristiques incompatibles avec celles qui ont été énumérées précédemment.

- Il n'y a pas ou peu de glissement aux joints de grains  $\beta$ - $\beta$ . CHANDRA, JONAS et TAPLIN /65/ ont mesuré les amplitudes de glissement aux différents types de joints ( $\alpha$ - $\beta$ ,  $\alpha$ - $\alpha$  et  $\beta$ - $\beta$ ) dans un laiton

présentant des proportions approximativement égales de chacune des phases ; ils ont ainsi montré que les vitesses de glissement aux joints  $\alpha$ - $\beta$  sont 1,5 fois plus grandes que celles mesurées aux joints  $\alpha$ - $\alpha$  , et 2,5 fois celles des joints  $\beta$ - $\beta$  . Une telle absence de glissement aux joints de grains de la phase la plus ductile a également été observée très récemment sur l'alliage eutectique PbSn /60/.

- Les grains de la phase  $\beta$  ne sont pas nécessairement équiaxes au cours de la déformation superplastique. La figure III.28. est une micrographie prise sur une section longitudinale d'un alliage A déformé de 0,4 à 600°C à une vitesse de déformation de  $4,3 \times 10^{-3} \text{ mn}^{-1}$  dans le domaine superplastique. Les grains  $\beta$  apparaissent allongés dans le sens de la déformation, le rapport des dimensions longitudinales et transversales de ces grains  $\frac{L_{\beta//}}{L_{\beta\perp}}$  étant environ égal à 1,5. Ce caractère non équiaxe apparaît nettement dans le cas des alliages A. Pour les autres alliages, l'augmentation de la proportion de phase  $\alpha$  et la redistribution de celle-ci au cours du régime transitoire suppriment ce caractère allongé pour les grains de la phase  $\beta$  .
- La valeur du coefficient de sensibilité à la contrainte a été trouvée égale à 2 lorsqu'on tient compte de l'évolution de la taille de grains au cours de la déformation; elle est supérieure à 2 lorsqu'on néglige cette évolution.
- L'énergie d'activation pour la déformation est proche de celle correspondant à une diffusion en volume du cuivre et du zinc.

Ces différences fondamentales entre alliages monophasés et phase  $\beta$  dans les laitons superplastiques montrent que les mécanismes de déformation de cette phase sont certainement différents de ceux qui ont été proposés pour expliquer le comportement superplastique de ces alliages malgré une identité du point de vue taille de grains.

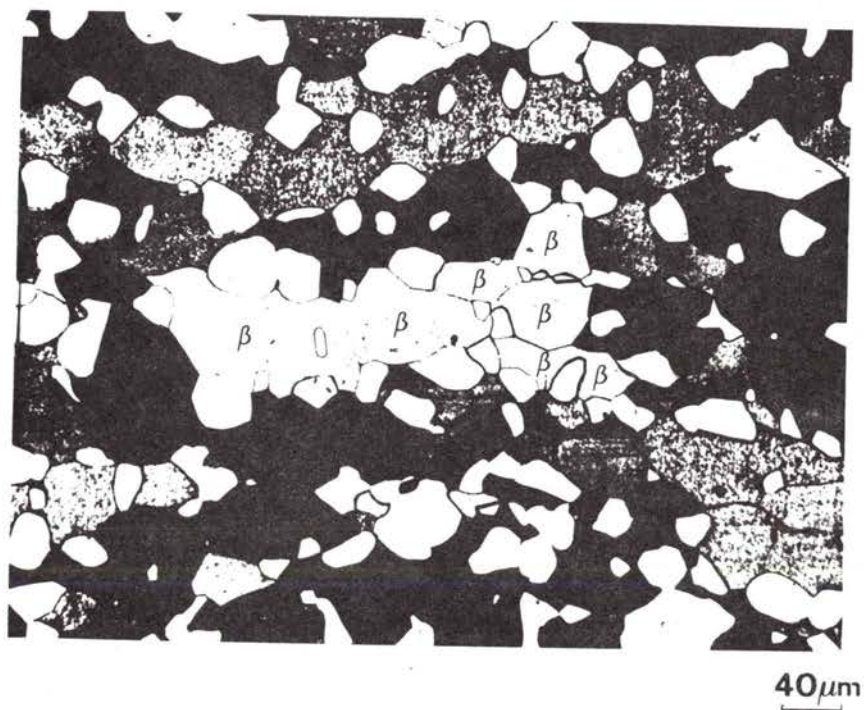


Fig. III.28.

Micrographie prise sur une coupe longitudinale d'un échantillon d'alliage A déformé à 600°C de 0,4 à une vitesse de déformation de  $4,3 \times 10^{-3} \text{ mn}^{-1}$ . Mise en évidence de grains  $\beta$  allongés dans le domaine des déformations superplastiques. Tous les grains de la phase  $\alpha$  sont clairs, sauf ceux qui sont notés  $\beta$ .

### III.3.2.2. Etude de la transition entre domaine superplastique et domaine III.

Afin de compléter l'étude qui a été faite dans le domaine superplastique et de comprendre l'origine de la transition entre ce domaine et le domaine III, des essais de traction avec sauts de vitesse ont été effectués sur chacun des alliages à 600°C dans le domaine des grandes vitesses de déformation comprises entre  $5 \cdot 10^{-2}$  et  $1 \text{ mn}^{-1}$ . La figure III.29. représente les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation dans ce domaine. Les courbes sont approximativement parallèles et la mesure de la pente conduit à une valeur du coefficient de sensibilité à la contrainte (que nous désignerons par  $n'$  dans ce domaine) égale à 4 environ. De plus, des essais effectués sur des matériaux recuits avant déformation montrent que les courbes sont indépendantes de la taille des grains de chacune des phases. Ce résultat est tout à fait caractéristique d'une déformation dans le domaine III. L'énergie d'activation a également été estimée en comparant les quantités  $\frac{\dot{\epsilon}_g}{\sigma^4}$  pour l'alliage A déformé à 550°C et pour l'alliage B déformé à 650°C (la proportion de phase  $\alpha$  est égale à 0,36 dans les deux cas - cf. Tableau II.1.) à une vitesse de déformation de  $1 \text{ mn}^{-1}$ . La valeur obtenue est comprise entre 116 et 123  $\text{KJ.mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ , c'est à dire très proche de celle qui a été déterminée dans le domaine superplastique. Dans la suite, nous prendrons pour les deux domaines une valeur égale à  $115 \text{ KJ.mole.K}^{-1}$ .

Ainsi, dans le domaine III, la loi de comportement des laitons s'écrit, en supposant comme précédemment que la phase  $\alpha$  ne se déforme pas (Fig. II.4.):

$$\dot{\epsilon}_g(\text{III}) = h'(\alpha) \sigma^4 \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{III.14.})$$

où  $h'(\alpha)$  est une fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$  présente dans l'alliage. L'étude de cette fonction sera effectuée dans le paragraphe suivant.

A partir de la loi de comportement déterminée dans le domaine superplastique  $\dot{\epsilon}_g = h(\alpha) \frac{\sigma^2}{L_\beta^2} \exp - \frac{Q_\beta}{RT}$ , il est possible de représenter en échelle logarithmique les variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages A, B, C à 600°C et pour une taille de grains  $L_\beta$  donnée. Ces courbes sont représentées sur la figure III.29 pour

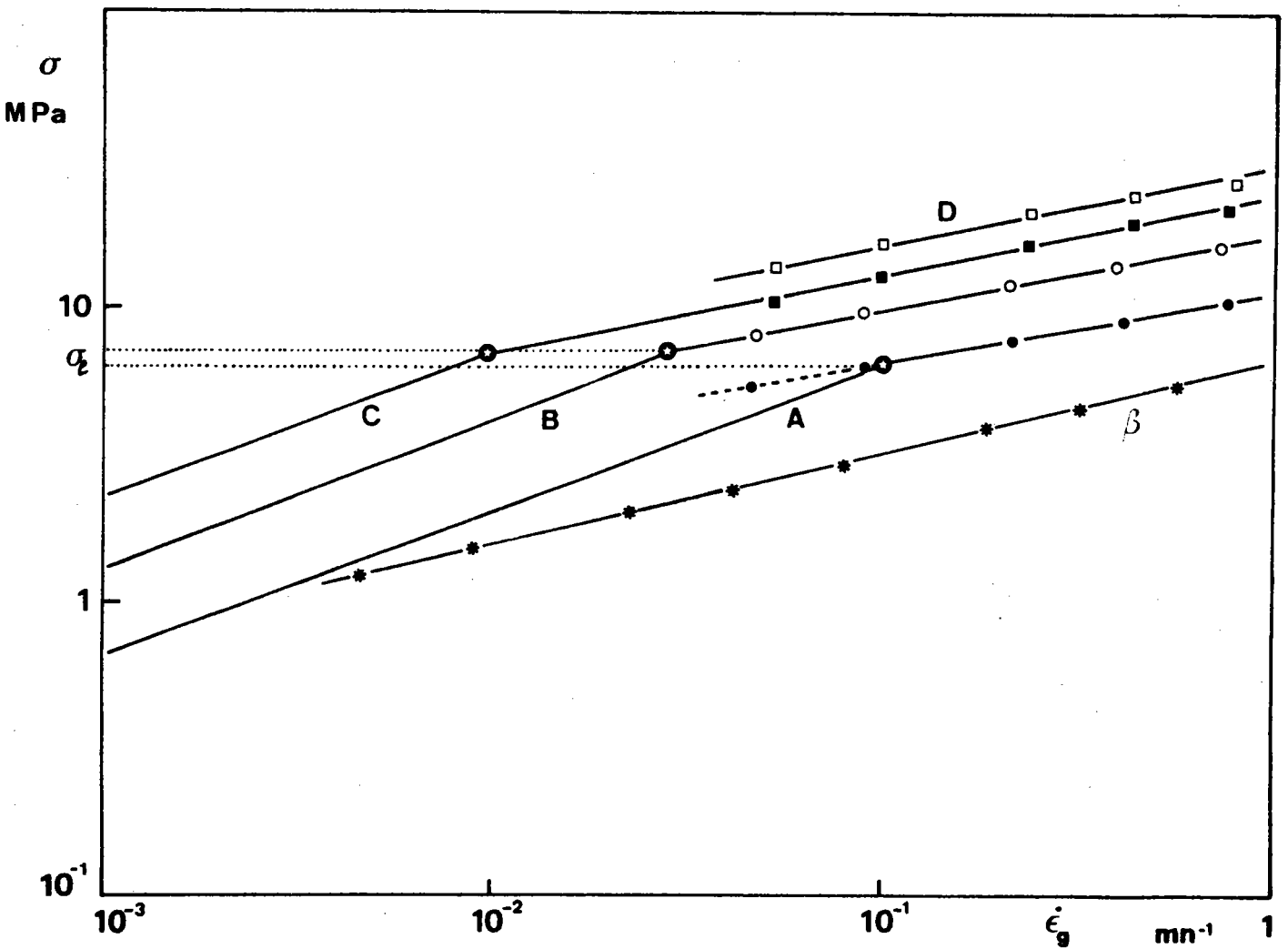


Fig.III.29.

Variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages A, B, C, D à  $600^\circ\text{C}$  dans le domaine superplastique et dans le domaine III. Les courbes du domaine III ont été obtenues directement par des essais de traction avec sauts de vitesses pour chacun des alliages et pour le laiton  $\beta$ . Les courbes du domaine superplastique ont été déterminées à partir de la loi de comportement pour une taille  $L_\beta$  égale à  $20 \text{ nm}$ . La portion en pointillé de la courbe correspondant à l'alliage A a été obtenue en déformant un échantillon de taille de grain  $\beta$  supérieure à  $20 \mu\text{m}$ .

$L_\beta = 20 \mu\text{m}$ . Il apparaît alors que la transition entre domaine superplastique et domaine III s'effectue à contrainte  $\sigma_\lambda$  constante, indépendante de la proportion de phase  $\alpha$  présente dans les différents alliages.

Ce résultat est en parfait accord avec les observations qui ont montré que cette transition s'effectue lorsque des sous-grains peuvent se former dans la phase ductile /3, 59/, lorsque leur taille théorique  $d$  devient inférieure à la taille des grains  $L_\beta$  de cette phase. En effet, la taille  $d$  des sous-grains est généralement reliée à la contrainte par la relation :

$$d = A \mu b \sigma^q \quad (\text{III.15.})$$

où  $A$  est une constante,  $\mu$  est le module de cisaillement ( $\approx 8000 \text{ MPa}$  pour la phase  $\beta$  à  $600^\circ\text{C}$ ),  $b$  le vecteur de BÜRGERS ( $\approx 2,55 \cdot 10^{-4} \mu\text{m}$ ) et  $q$  est un coefficient négatif dont la valeur a souvent été trouvée égale à  $-1$ . Dans le cas du laiton  $\beta$ , EBERHARDT a montré que la sous-structure qui apparaît au voisinage de l'interface de bicristaux biphasés sollicités en cisaillement sous forte contrainte obéit à une loi  $d = A' \mu b \tau^{-1}$  où  $\tau$  est la cisssion appliquée et  $A'$  est une constante égale à 110 environ /23/.

L'équivalence des contraintes en cisaillement et en traction conduit à :

$$\sigma = \sqrt{3} \tau$$

de sorte que la constante  $A$  dans l'équation III.15 serait égale à  $A' \sqrt{3}$ , soit 190 environ pour la phase  $\beta$  seule. Dans le cas des alliages A, B et C, la contrainte de transition est égale à  $7 \text{ MPa}$  pour une taille  $L_\beta$  de  $20 \mu\text{m}$  : elle conduit à une constante  $A$  égale à 70 environ. Un tel écart entre la valeur déterminée pour la phase  $\beta$  seule et pour les alliages  $\alpha$ - $\beta$  peut s'expliquer par des concentrations de contraintes existant dans la phase  $\beta$  du fait de la présence de la phase  $\alpha$ . Un tel résultat a également été trouvé dans le cas d'alliages AlCu /59/. D'autres facteurs peuvent également intervenir : il a été admis que des sous-grains peuvent se former dans la phase  $\beta$  dès que leur taille théorique devient inférieure à la taille des grains de cette phase. En fait, il semble plus raisonnable d'envisager leur formation lorsque leur taille théorique est plus petite qu'une certaine fraction de la taille des grains. De plus, la valeur mesurée pour  $L_\beta$  par la méthode des interceptions linéaires ne correspond pas à la taille spatiale

des grains : il convient de la multiplier par 1,74 environ. Cette modification va précisément dans le sens de ce qui a été dit précédemment. De plus, la constante A est du même ordre de grandeur que celles obtenues à partir de compilation par WEERTMAN /70/ (A = 100) et BIRD et col. /79/ (A = 20). La figure III.30 donne les variations de la taille des sous-grains en fonction de la contrainte appliquée conformément à la relation III.15

Il faut remarquer que la transition entre domaine superplastique et domaine III ne s'effectue plus à contrainte constante lorsqu'on remplace dans la loi de comportement la taille  $L_\beta$  par celle des grains de la phase  $\alpha$  donnée par  $L_\alpha = k(\alpha) L_\beta$  (cf. Annexe II) (Figure III.31). Ce résultat confirme l'hypothèse d'une transition contrôlée uniquement par la phase  $\beta$ .

Ainsi, la loi de comportement superplastique  $\dot{\epsilon}_g = h(\alpha) \frac{\sigma^2}{L_\beta^2} \exp - \frac{Q_\beta}{RT}$

s'identifie à la loi de comportement dans le domaine III

$\dot{\epsilon}_{g(III)} = h'(\alpha) \sigma^4 \exp - \frac{Q_\beta}{RT}$  simplement en remplaçant la taille  $L_\beta$  par une grandeur inversement proportionnelle à la contrainte appliquée.

### III.3.2.3. Domaine III

Comme nous l'avons vu, le domaine III apparaît lorsque la taille des sous-grains remplace la taille des grains de la phase  $\beta$  dans la loi de comportement superplastique. Nous pouvons alors écrire :

$$\dot{\epsilon}_{g(III)} = h'(\alpha) \frac{\sigma^2}{[d(\sigma)]^2} \exp - \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{III.16.})$$

où  $d(\sigma)$  est la taille des sous-grains générés pour une contrainte  $\sigma$  selon la relation III.15. Cependant, pour cette dépendance en contrainte, il est nécessaire de considérer l'histoire thermomécanique subie par le matériau; il a été montré en effet expérimentalement que la taille des sous-grains décroît après un incrément de contrainte, alors qu'elle reste plus stable après un décrement de celle-ci /80,81/. Pour nos essais effectués par sauts de vitesse à valeur croissante (et donc à contrainte croissante), la taille  $d(\sigma)$  diminue au cours des sauts successifs et la valeur de l'exposant de la contrainte est égale à 4. Pour des sauts décroissants en revanche, il est possible d'admettre que la structure reste constante, conduisant alors à une valeur de l'exposant égale à 2.

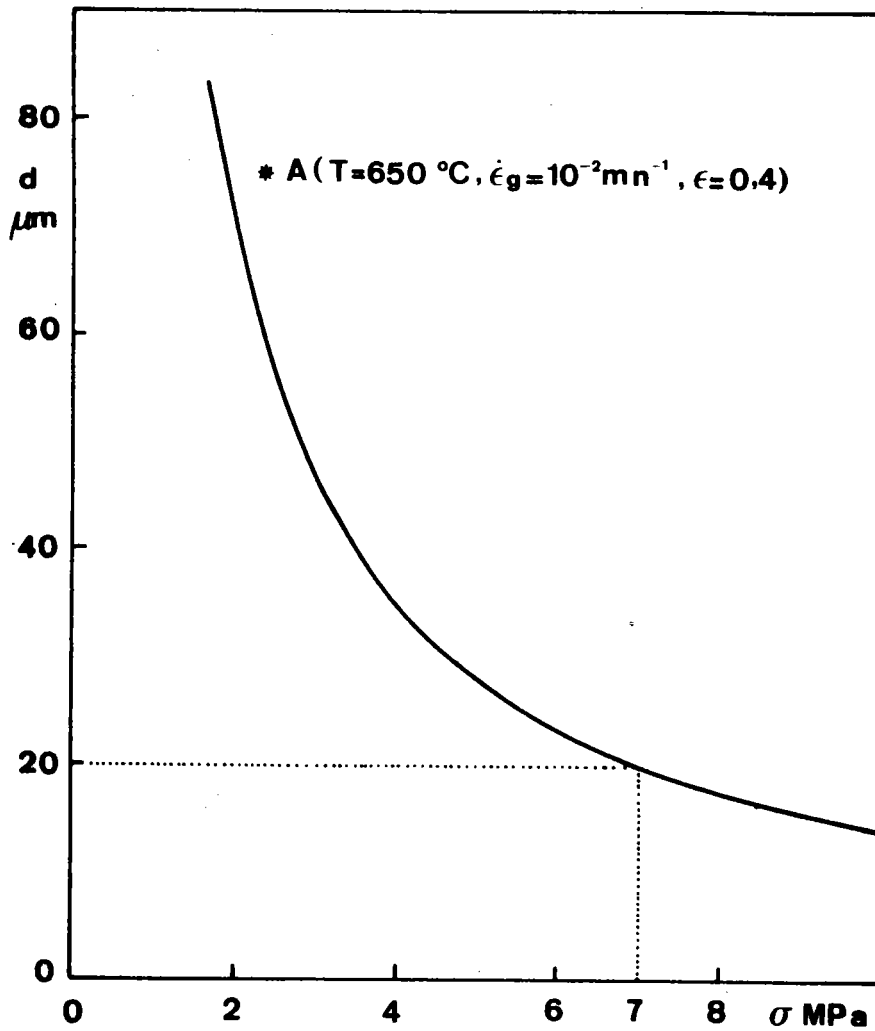


Fig.III.30.

Variation de la taille des sous-grains en fonction de la contrainte appliquée selon la relation III.15. Cette taille est égale à  $20\ \mu\text{m}$  pour une contrainte de  $7\text{ MPa}$ .



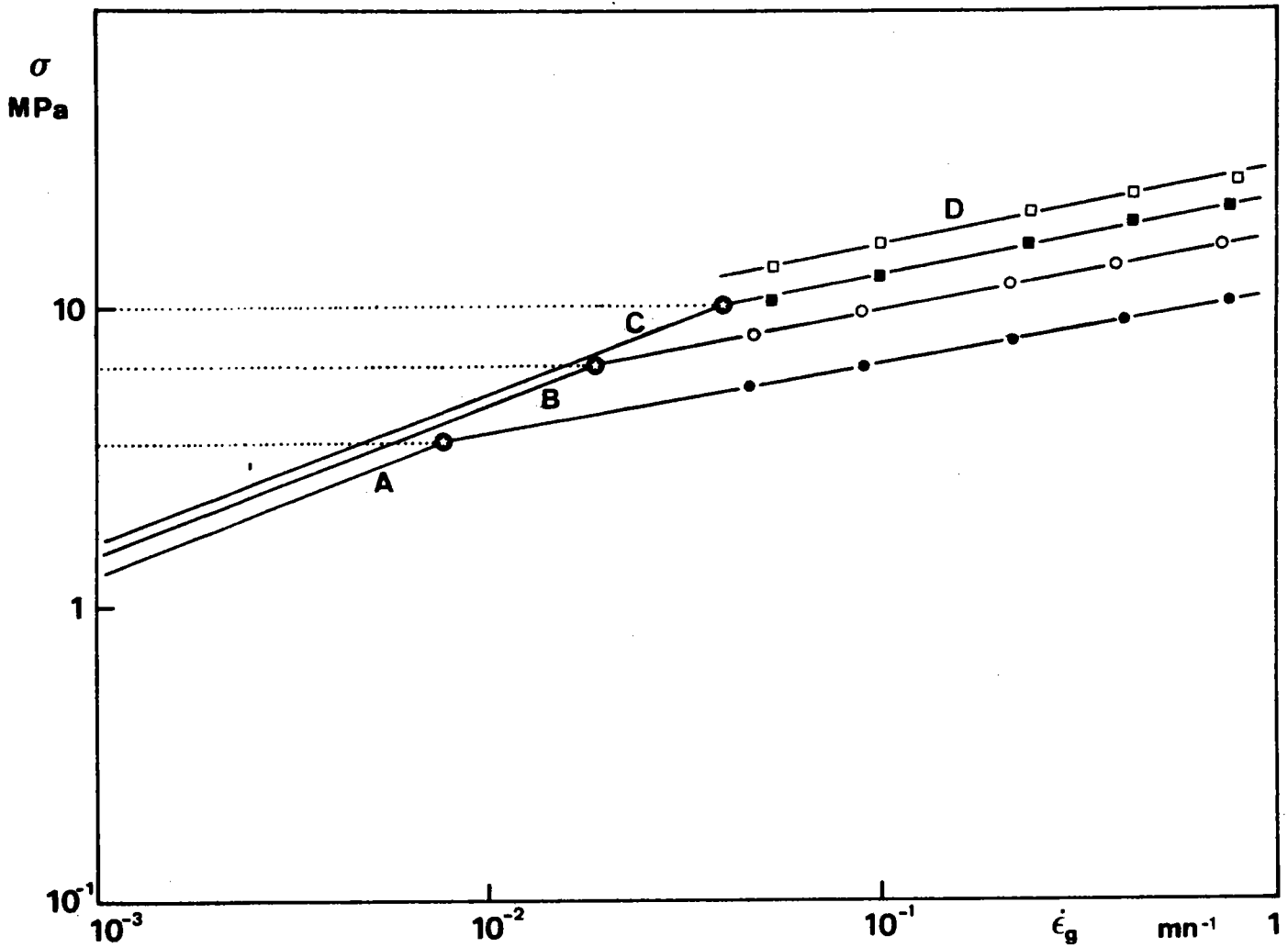


Fig.III.31.

Variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages A, B, C, D à 600°C dans le domaine superplastique et dans le domaine III. Les courbes du domaine III ont été obtenues directement par des essais de traction avec sauts de vitesses pour chacun des alliages. Les courbes du domaine superplastique pour  $L_\alpha = 20$  mn ont été déterminées à partir de la loi de comportement en remplaçant  $L_\beta$  par  $(L_\alpha/k(\alpha))$  (relation A.II.7. annexe II).

Quelques essais ont été effectués en vue de confirmer cette valeur en particulier sur des échantillons d'alliage B déformés à 650°C dans un domaine de vitesses compris entre  $2 \times 10^{-1}$  et  $1 \text{ mn}^{-1}$ . Lors d'un saut de vitesse à valeur décroissante, on constate alors que la contrainte décroît instantanément puis augmente ensuite jusqu'à une valeur constante caractéristique de la vitesse après le saut (Figure III.32.). On peut alors définir deux coefficients de sensibilité à la contrainte, l'un  $n'_1$  mesuré immédiatement après le saut, l'autre  $n'$  en régime stationnaire. Les valeurs trouvées pour  $n'_1$  sont toujours comprises entre 2,5 et 3 alors que les valeurs de  $n'$  sont égales à 4 environ, c'est à dire proches de celles qui ont été déterminées lors de sauts de vitesses à valeur croissante. Ce résultat confirme qualitativement la dépendance en contrainte prévue par la relation III.16. Cependant, il apparaît que dans le cas des laitons, la taille des sous-grains ne reste pas constante après un saut de vitesse à valeur décroissante, contrairement aux observations de PONTIKIS et POIRIER /81/. La différence vient peut être du fait que la taille des cellules générées dans les laitons dans ce domaine de vitesses de déformation est certes plus petite que la taille des grains de la phase  $\beta$ , mais dans un rapport relativement faible. Dans ces conditions, un réarrangement de cette sous-structure peut s'opérer beaucoup plus facilement lors d'un saut de contrainte à valeur décroissante que dans le cas de monocristaux ou de polycristaux à gros grains pour lesquels la taille des sous-grains est très inférieure à la taille des "grains". Les valeurs supérieures à 2 trouvées pour  $n'_1$  pourraient résulter du fait que le saut instantané n'est pas effectué à sous-structure rigoureusement constante.

Cette influence de la taille des sous-grains sur la vitesse de déformation en fluage va à l'encontre de celle qui a été déterminée dans un certain nombre de matériaux mono- et polycristallins /81-83/ : la relation trouvée est en effet du type :

$$\dot{\epsilon} \propto d^{x-y} \sigma^x$$

où  $x$  est compris entre 5 et 9 et  $y$  entre 3 et 5.

Elle conduit à un coefficient positif de sensibilité de la vitesse de déformation à la taille des sous-grains.

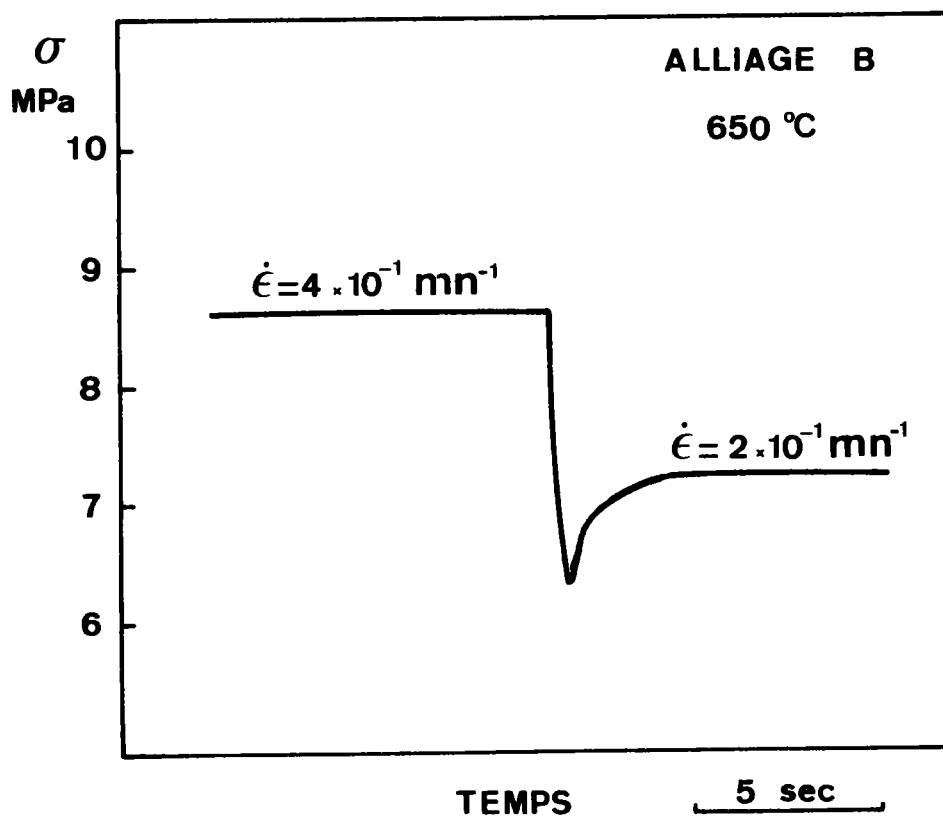


FIG. III.32.

Evolution de la contrainte en fonction du temps lors d'un saut de vitesse à valeur décroissante effectué sur un échantillon d'alliage B déformé dans le domaine III à 650°C.

Cette controverse concernant l'influence de la taille des sous-grains dans le fluage pose à nouveau le problème de la détermination d'une loi de comportement à structure constante ou qui tient compte des évolutions de celle-ci au cours de la déformation. La situation dans le domaine III apparaît en effet analogue à celle qui existe dans le domaine superplastique, la taille des sous-grains remplaçant la taille des grains. Cependant, il n'est pas impossible que d'autres paramètres puissent intervenir dans ce domaine.

Compte tenu des relations III.15 et III.16, la fonction  $h'(\alpha)$  donnant l'influence de la proportion de phase  $\alpha$  sur la vitesse de déformation dans le domaine III s'écrit :

$$h'(\alpha) = \frac{h(\alpha)}{(A\mu b)^2} = 5,1 \times 10^{-5} h(\alpha) = \frac{\dot{\epsilon}_g^{(III)}}{\sigma^4} \exp \frac{Q_\beta}{RT} \quad (\text{III.17.})$$

Cette relation montre que la fraction volumique de phase  $\alpha$  intervient dans la loi de comportement dans le domaine III de la même manière qu'elle intervient sur la vitesse de déformation dans le domaine superplastique. Ainsi :

$$\dot{\epsilon}_g^{(III)} = g(\alpha) \dot{\epsilon}_\beta^{(III)} \quad (\text{III.18.})$$

où  $\dot{\epsilon}_\beta^{(III)}$  est la loi de comportement de la phase  $\beta$  en présence de la phase  $\alpha$ .

L'identité de comportement entre les deux domaines permet de compléter la courbe  $h(\alpha)$ , déterminée dans le domaine superplastique, pour des valeurs de  $\alpha$  inférieures à 0,2, pour lesquelles comme nous l'avons vu, le matériau n'est plus superplastique. Ainsi, pour l'alliage A déformé de 0,4 à 650°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  ( $\alpha$  étant égal à 0,09), la taille des grains de la phase  $\beta$  est égale à 76  $\mu\text{m}$ , c'est à dire supérieure à la taille théorique des sous-grains pour une contrainte en fin d'essai de 2,35 MPa ( $d = 60 \mu\text{m}$  - Fig. III.30.). De la relation III.17. et compte tenu de la valeur de  $Q_\beta$ , on tire :

$$h(0,09) = 22,6 \times 10^6 \text{ MPa}^{-2} \mu\text{m}^2 \text{ mn}^{-1}$$

Cette valeur est proche de celle que l'on peut déduire en extrapolant la courbe  $h(\alpha)$  de la figure II.8. pour une valeur de  $\alpha$  égale à 0,09 (Fig. III.33.)

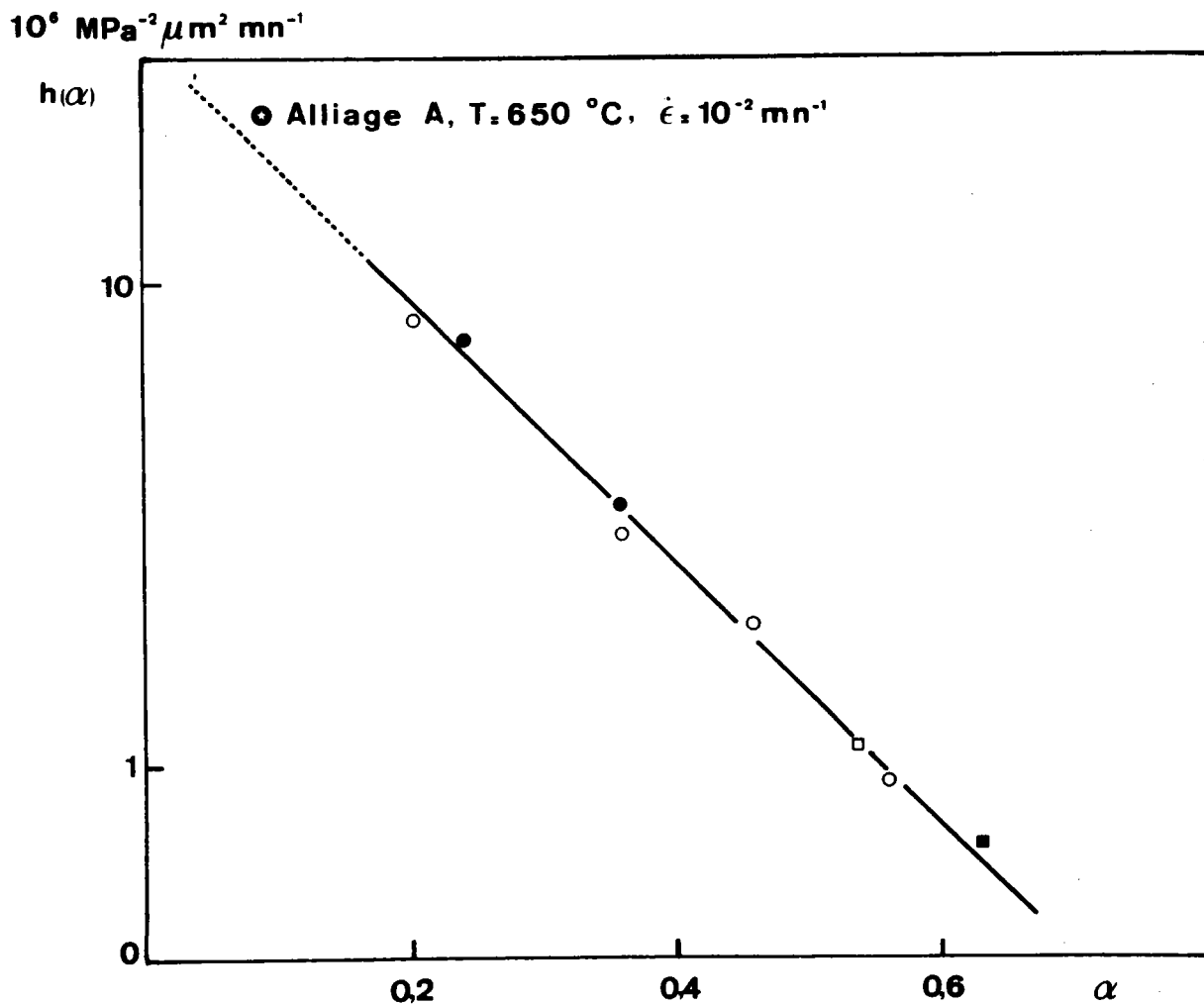


Fig. III.33.

Influence de la fraction volumique de phase  $\alpha$  sur la vitesse de déformation globale des laitons. La courbe correspond au domaine superplastique (Fig. II.8.). Le point pour  $\alpha = 0,09$  obtenu dans le domaine III est très proche de celui qu'on peut déduire en extrapolant la courbe précédente pour des valeurs de  $\alpha$  faibles.

### III.3.3. Rôle des interfaces

L'étude du glissement aux interfaces a été largement abordée dans l'annexe I et avant d'envisager le rôle particulier qu'ils peuvent jouer dans des matériaux biphasés à petits grains, nous allons rappeler brièvement les résultats obtenus lors de la déformation par cisaillement de bicristaux biphasés de laiton : cette étude constitue la thèse d'EBERHARDT /23/, aux préliminaires de laquelle nous avons travaillé (cf. Annexe I).

- Pour des contraintes très faibles ( $< 0,6$  MPa) le glissement se fait sans déformation appréciable de la phase  $\beta$  : un modèle de glissement aux joints avec accommodation par diffusion proposé par RAJ et ASHBY /84/ et adapté aux bicristaux biphasés rend bien compte de la loi de comportement observée.

- Pour des contraintes plus fortes, la vitesse de glissement est proportionnelle au carré de la contrainte, la phase  $\beta$  se déforme plastiquement et la notion de glissement en tant que déplacement relatif de deux entités rigides le long de leur interface commune perd toute signification : la mesure du déplacement résulte de la déformation par cisaillement d'une couche limite au voisinage de l'interface. Ce mécanisme lorsqu'il est libre de s'effectuer conduit à une vitesse de déformation très grande dont le modèle précédent ne permet plus de rendre compte. En effet, pour une contrainte de 2 MPa, la vitesse de glissement est égale à  $250 \mu\text{m}/\text{mn}$ , ce qui conduit à une vitesse de déformation de  $25 \text{mn}^{-1}$  si on admet que la zone qui se déforme a une largeur de  $10 \mu\text{m}$  environ. Dans la réalité, la largeur de cette couche est certainement bien inférieure. La loi de comportement en  $\sigma^2$  a été interprétée en faisant appel à des empilements de dislocations soit dans le joint de phases, soit dans la phase  $\beta$  à l'intérieur d'une zone voisine de l'interface. De plus, la déformation plastique de la phase  $\beta$  induit des défauts géométriques dans le plan de l'interface dont l'origine pourrait être attribuée à la montée des dislocations avec transformation de phases locale.

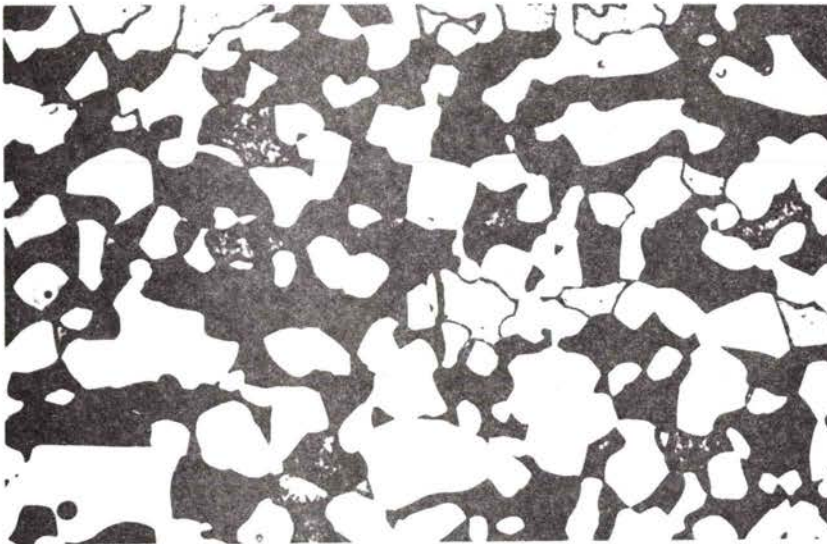
Dans le cas des alliages biphasés et dans le domaine superplastique, le premier mécanisme ne semble pas devoir intervenir au cours de la déformation en raison d'une part du domaine de contraintes pour lequel il apparaît et d'autre part de la dépendance linéaire en contrainte qu'il prévoit. En revanche, le deuxième mécanisme semble pouvoir s'appliquer parfaitement ;

l'observation montre en effet que la phase  $\beta$  subit des déformations très intenses au voisinage des grains  $\alpha$  sans glissement réel ni déformation de la phase  $\alpha$  /66/. De plus, les contours des grains de phase  $\alpha$  apparaissent très perturbés par la déformation. La figure III.34.a. est une micrographie d'un échantillon d'alliage B déformé de 0,4 à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$ . La figure III.34.b. montre un échantillon du même alliage après une déformation de 0,8. On constate que les grains  $\alpha$  présentent des irrégularités de contours de quelques microns de périodes analogues à celles observées dans le plan de l'interface des bicristaux biphasés. Dans ce cas cependant, l'expérience montre que d'une part ces aspérités ne dépendent pas de la déformation mais sont caractéristiques d'un état stationnaire et que d'autre part leur importance augmente avec la contrainte. Cette dernière caractéristique est vraie dans le cas des laitons superplastiques (Figure III.34.c.), mais il apparaît que la déformation intervient également dans l'amplitude des ondulations. La différence avec les bicristaux biphasés tient peut être au fait que ceux étudiés par EBERHARDT n'étaient pas à l'équilibre thermodynamique, l'interface qui progresse continuellement jouant alors un rôle dans leur processus d'annihilation.

Ces observations concernant le développement de perturbations sur les contours des grains de la phase  $\alpha$  ne sont pas en accord avec celles de STOWELL sur un alliage eutectique AlCu, qui avait plutôt remarqué une certaine érosion des grains par la déformation /85/.

La présence de ces aspérités pourrait expliquer l'endommagement qui apparaît au niveau des interfaces  $\alpha$ - $\beta$  comme résultant d'une déformation très intense de la phase  $\beta$  au voisinage de celles-ci. Cette cavitation devrait alors être d'autant plus importante que la vitesse de déformation est plus grande, ce qui est conforme aux observations effectuées (cf. paragraphe III.2.3.1.).

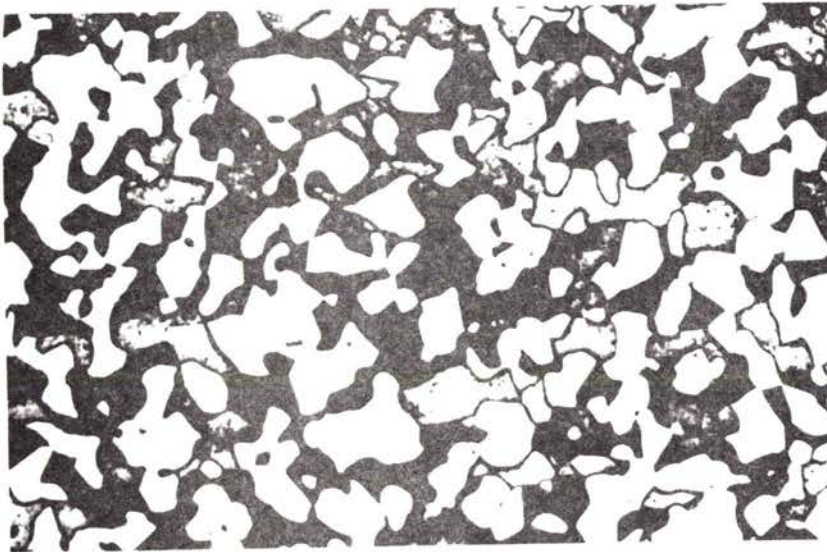
Ces aspérités créées aux interfaces semblent associées à la déformation plastique de la phase  $\beta$  et par analogie avec les bicristaux biphasés, nous pouvons supposer que cette déformation s'effectue par mouvement de dislocations. EBERHARDT a imaginé différents processus d'interaction entre une dislocation de matrice et un joint de phase. Cependant, l'indéformabilité de la phase  $\alpha$  ne permet pas d'envisager un mécanisme de franchissement de l'interface, mais plutôt la formation d'empilements avec montée de la



(a)

$$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$$

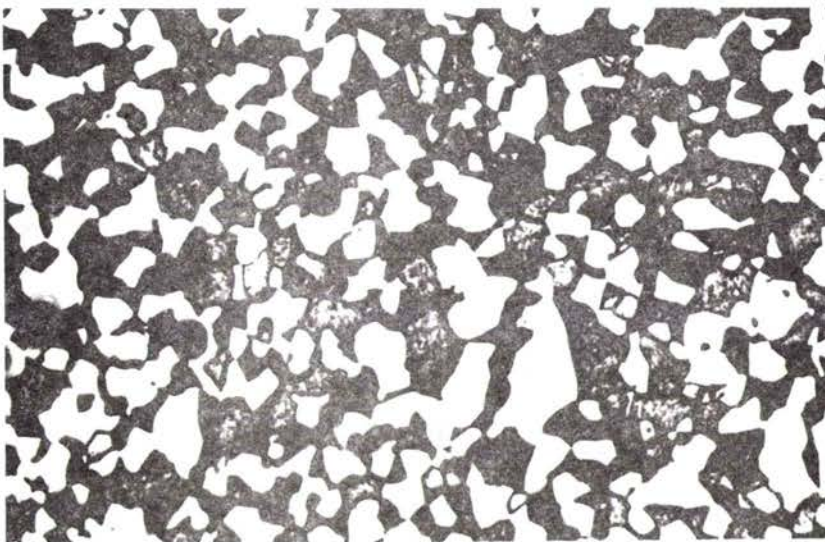
$$\epsilon = 0,4$$

30 $\mu\text{m}$ 

(b)

$$\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{mn}^{-1}$$

$$\epsilon = 0,8$$

40 $\mu\text{m}$ 

(c)

$$\dot{\epsilon} = 1,2 \times 10^{-1} \text{mn}^{-1}$$

$$\epsilon = 0,4$$

30 $\mu\text{m}$ 

Fig. III.34.

Mise en évidence de l'effet de la déformation et de la vitesse de déformation sur l'aspect des grains de phase  $\alpha$  dans le cas de l'alliage B déformé à 600°C.



dislocation de tête soit dans le joint de phase soit dans une zone très voisine de celui-ci, cette montée se faisant par diffusion avec transformation de phases locale, nécessaire pour expliquer la formation et le développement des aspérités.

En conclusion et à la lumière des résultats obtenus dans le cas des bicristaux biphasés, le glissement aux joints de phases ne semble pas être le mécanisme de déformation prépondérant dans les laitons superplastiques : il apparaît résulter d'une déformation plastique intense d'une couche limite au voisinage de l'interface et qui ne peut contrôler la vitesse de déformation globale. Le joint de phase ou plutôt le caractère indéformable de la phase  $\alpha$  entraînerait la formation d'empilements de dislocations dans la phase  $\beta$  dans une zone proche de l'interface. Dans la suite, nous envisagerons également le cas où il n'y aurait pas d'empilement.

#### II.3.4. Modèle proposé pour la déformation superplastique des laitons

Rappelons tout d'abord brièvement les principales caractéristiques de la déformation des laitons biphasés dont il est nécessaire de rendre compte :

1. La vitesse de déformation est proportionnelle au carré de la contrainte et inversement proportionnelle au carré de la taille des grains de la phase  $\beta$  .
2. L'énergie d'activation est voisine de l'énergie d'autodiffusion dans la phase  $\beta$  .
3. La déformation se fait sans cellule à parois de dislocations, la transition entre domaine superplastique et domaine III s'effectuant lorsque des sous-grains peuvent se former dans la phase  $\beta$  .
4. Le "glissement" aux joints de phases ne contrôle pas la déformation.
5. Le glissement aux joints de grains  $\beta$ - $\beta$  est très peu important et les grains de la phase  $\beta$  ne sont pas nécessairement équiaxes au cours de la déformation.

6. La phase  $\alpha$  limite la taille des grains  $\beta$  mais joue un rôle essentiellement mécanique : les interactions entre grains  $\alpha$  diminuent considérablement la vitesse de déformation. Rappelons que cette influence fait par ailleurs l'objet d'une étude théorique en collaboration avec le Laboratoire d'Energétique et de Mécanique Théorique et Appliquée de l'ENSEM à NANCY.

Dans ces conditions, nous allons uniquement envisager la loi de comportement de la phase  $\beta$  en présence de la phase  $\alpha$ . Considérons deux grains de phase  $\alpha$  présentant des aspérités et séparés par des grains  $\beta$  de taille  $L_\beta$  (Fig. III.35.). Nous supposons que la déformation de la phase  $\beta$  est due au glissement des dislocations pendant un temps  $t_g$  et qu'elle est contrôlée par la montée de celles-ci pendant un temps  $t_m$ . Nous faisons donc l'hypothèse que le glissement est très rapide comparé à la montée et que  $t_g$  est négligeable devant  $t_m$ . Si  $h$  désigne la distance que la dislocation doit parcourir en montée avant de s'annihiler ou de franchir un obstacle et  $V_m$  la vitesse de montée, le temps pendant lequel la dislocation participe à la déformation est :

$$t = t_m = \frac{h}{V_m} \quad (\text{III.19.})$$

Dans le cas de la figure III.35, deux types d'obstacles au glissement des dislocations sont à considérer : le joint de grain que nous pouvons caractériser par un temps  $t_J$  et l'interface caractérisée par  $t_I$ . La dislocation rencontrant ces deux types d'obstacles, le temps total sera alors la somme  $t_J + t_I$ . Deux cas simples peuvent être envisagés : ou bien  $t_J \gg t_I$ , la déformation est alors contrôlée par le temps de montée aux joints de grains  $\beta$ , ou bien  $t_I \gg t_J$  et c'est alors le temps de montée à l'interface qui impose la vitesse de déformation.

Si  $L$  est la distance moyenne parcourue en glissement par la dislocation, la déformation produite est :  $\epsilon = \frac{b}{L}$  et la vitesse de déformation s'écrit :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\epsilon}{t} = \frac{bV_m}{Lh} \quad (\text{III.20.})$$

Selon FRIEDEL /86/, la vitesse de montée contrôlée par la diffusion le long d'un joint ou d'une interface est donnée par :

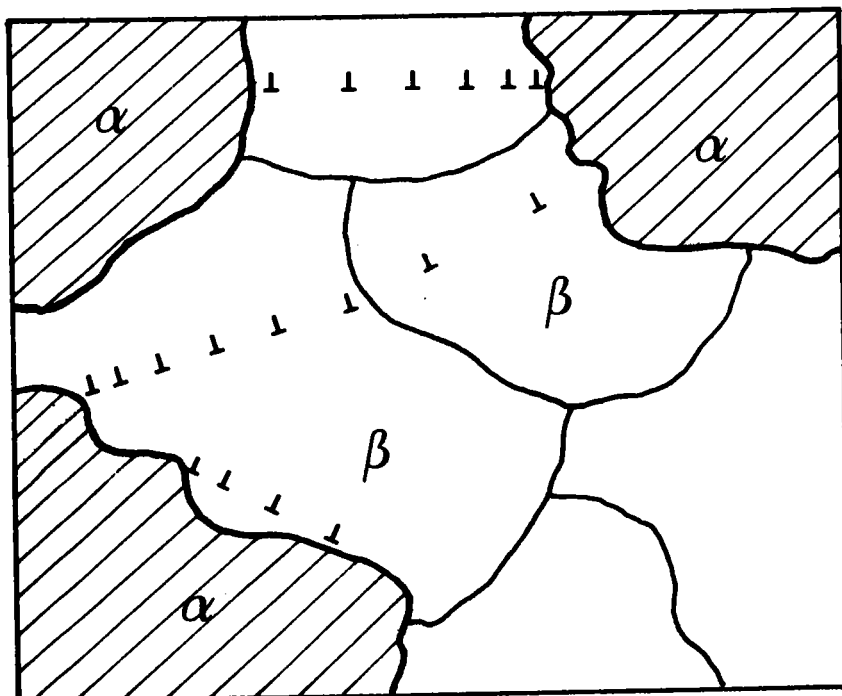


Fig. III.35.

Illustration schématique des mouvements de dislocations intervenant dans la phase  $\beta$  en présence de grains  $\alpha$  présentant des aspérités.

$$v_m = \frac{D}{h} \exp \left\{ \frac{\sigma_e b^3}{kT} - 1 \right\} \quad (\text{III.21.})$$

où  $D$  est le coefficient de diffusion correspondant et  $\sigma_e$  la contrainte efficace s'exerçant sur la dislocation qui monte .

Pour des contraintes  $\sigma_e$  petites, la vitesse de montée devient :

$$v_m = \frac{D \sigma_e b^3}{hkT} \quad (\text{III.22.})$$

Deux cas peuvent encore être envisagés : les dislocations glissent dans leur plan sans former d'empilements et dans ce cas  $\sigma_e = \sigma$ ; ou les dislocations s'empilent sur l'obstacle et dans ce cas la contrainte locale sur la dislocation située en tête d'empilement a pour expression /86/ :

$$\sigma_e = \frac{2\ell}{\mu b} \sigma^2 \quad (\text{III.23.})$$

où  $\ell$  est la longueur de l'empilement et  $\mu$  le module de cisaillement.

Dans le premier cas et compte tenu de (III.20.) et (III.22.), nous obtenons :

$$\dot{\epsilon} \propto \frac{D\sigma}{h^2L} \quad (\text{III.24.})$$

Dans le secons cas,  $\dot{\epsilon}$  s'écrit :

$$\dot{\epsilon} \propto \frac{D\ell\sigma^2}{h^2L} \quad (\text{III.25.})$$

Ces expressions font intervenir trois paramètres dimensionnels difficiles à évaluer : la longueur de l'empilement, la hauteur de montée et la distance de glissement. Nous pouvons cependant admettre que :

- la distance de glissement est égale à la distance entre obstacles qui imposent le temps de montée.
- la longueur de l'empilement est proportionnelle à cette même distance.
- la hauteur de montée est proportionnelle à la distance entre obstacles rencontrés au cours de la montée et ne dépend pas directement

de la contrainte appliquée. Par exemple dans le domaine super-plastique, la hauteur de montée le long de l'interface sera prise proportionnelle à la taille des grains; dans le domaine III, elle deviendra proportionnelle à la taille des sous-grains.

Le tableau III.2. résume les différentes situations. Les relations obtenues font intervenir des coefficients de diffusion soit aux joints de grains  $\beta$ - $\beta$  soit aux interfaces. Généralement, l'énergie d'autodiffusion aux joints de grains est environ égale à la moitié de l'énergie d'autodiffusion en volume. Pour les interfaces, il n'existe actuellement aucune donnée numérique relative à ce type de diffusion : nous pouvons cependant supposer raisonnablement que, dans le cas du laiton dont la phase  $\alpha$  est quasiment indéformable, celle-ci s'effectue préférentiellement dans la phase  $\beta$  aux abords immédiats de l'interface, conduisant ainsi à une énergie d'activation proche de celle correspondant à une diffusion en volume. Cette hypothèse est confirmée par une mesure de l'énergie d'activation pour le glissement dans le cas des bicristaux biphasés de laiton /23/: la valeur obtenue ( $113 \text{ KJ.mole}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ ) correspond tout à fait à celle qui a été déterminée dans le cas de nos alliages. De plus, sur des couples AgCu /87/ et AgFe /88/, il a été montré qu'une valeur élevée de l'énergie d'activation est caractéristique d'une diffusion aux joints de phases par opposition aux joints de grains.

L'examen du tableau III.2. et la comparaison des relations obtenues avec celle que nous avons déterminée expérimentalement font apparaître que :

- les interfaces constituent véritablement les obstacles au mouvement des dislocations, les joints de grains  $\beta$ - $\beta$  n'intervenant pas en tant que tels.
- la présence d'empilements est nécessaire pour obtenir une dépendance de la vitesse de déformation en  $\sigma^2$  et  $L_\beta^{-2}$ , comme le laissaient prévoir les résultats sur les bicristaux biphasés.

En explicitant la vitesse de déformation, nous obtenons :

$$\dot{\epsilon} = \frac{2b^3 D_I \sigma^2}{\mu k T L_\beta^2} = \frac{2b^3 D_{OI} \sigma^2}{\mu k T L_\beta^2} \exp - \frac{Q_I}{kT} \quad (\text{III.26.})$$

MECANISME QUI CONTROLE	MONTEE AUX JOINTS DE GRAINS $t_J \gg t_I$ $D = D_J$		MONTEE AUX INTERFACES $t_I \gg t_J$ $D = D_I$	
	PAS D'EMPILEMENT	EMPILEMENTS	PAS D'EMPILEMENT	EMPILEMENTS
CONFIGURATION DE DISLOCATIONS				
RELATION DE BASE POUR $\dot{\epsilon}$	$\frac{D_J \sigma}{h^2 L}$	$\frac{D_J \ell \sigma^2}{h^2 L}$	$\frac{D_I \sigma}{h^2 L}$	$\frac{D_I \ell \sigma^2}{h^2 L}$
VALEURS DES PARAMETRES	$\ell$			
	$h$	$L_\beta$	$L_\beta$	$L_\beta$
	$L$	$L_\beta$	$L_\beta$	$\lambda_\beta \propto L_\beta$ (*)
VITESSE DE DEFORMATION	$\propto \frac{D_J \sigma}{L_\beta^3}$	$\propto \frac{D_J \sigma^2}{L_\beta^2}$	$\propto \frac{D_I \sigma}{L_\beta^3}$	$\propto \frac{D_I \sigma^2}{L_\beta^2}$

TABLEAU III.2. : Mécanismes de déformation possibles de la phase  $\beta$  du laitton biphasé dans le domaine superplastique.

(\*)  $\lambda_\beta$  désigne la distance entre interfaces  $\alpha$ - $\beta$  ou libre parcouru moyen dans la phase  $\beta$  (relation A.II.8. - Annexe II).

cù  $Q_I$  est l'énergie d'activation pour la diffusion à l'interface. Cette expression conduit à des valeurs de la vitesse de déformation en accord raisonnable avec les valeurs expérimentales compte tenu des approximations et des incertitudes sur les différents coefficients qui interviennent.

REMARQUE : Sur la figure III.35., du fait de la présence d'aspérités, nous pouvons envisager un mouvement de dislocations entre deux interfaces d'un même grain  $\alpha$  au lieu de l'envisager entre deux grains différents. Ce mécanisme est alors analogue à celui décrit par EBERHARDT : il conduit à une vitesse de "glissement" résultant d'une déformation locale de la phase  $\beta$  située au niveau supérieur des aspérités (la phase  $\beta$  située entre deux défauts ne se déformant pas). Ce mécanisme, comme nous l'avons vu, peut s'effectuer à des vitesses importantes, il ne peut pas alors contrôler la vitesse de déformation.

Ce modèle de conception tout à fait classique aboutit à une relation analogue à celle qui a été proposée par GITTUS /89/ dans un modèle de glissement aux joints de phases contrôlé par la montée ou aux relations établies par BALL et HUTCHISON /3/, MUKHERJEE /72/, HAYDEN /15/ et GIFKINS/73/ si on remplace dans celles-ci le coefficient d'autodiffusion aux joints de grains par le coefficient aux joints de phases. Cependant, il présente un certain nombre de différences fondamentales avec les précédents :

- Il considère le "glissement aux joints de phases" comme résultant de la déformation de la phase  $\beta$  et non comme un mécanisme intrinsèque.
- Le glissement aux joints de grains  $\beta$ - $\beta$  n'intervient pas dans la déformation : ce type de joints ne constituant pas un obstacle prépondérant au mouvement des dislocations.
- Seule la déformation de la phase  $\beta$  est considérée : celle-ci s'effectuant par dislocations avec formation d'empilements dans cette phase au voisinage du joint.
- Le domaine III apparaît comme une continuité du comportement superplastique.

Appliquons en effet le même modèle au cas d'une déformation avec cellules à parois de dislocations dans la phase  $\beta$ . Outre les interfaces et les joints de grains, nous avons alors à considérer comme obstacles au mouvement des dislocations les parois de cellules que nous caractérisons par un temps de franchissement  $t_{SJ}$ . Cependant, dans ce cas la vitesse de montée s'écrit selon FRIEDEL /86/ :

$$v_m = \frac{D_v \sigma b^3}{\ell_d kT} \quad \text{où} \quad \ell_d = \frac{b}{2\pi} \text{Log} \frac{R}{b} \quad (\text{III.27.})$$

où  $D_v$  est le coefficient d'autodiffusion en volume et  $R$  est le rayon d'un cylindre entourant la dislocation et sur lequel la concentration en lacunes est égale à la concentration d'équilibre thermique loin de la dislocation. En prenant pour  $R$  la demi-taille des grains  $\beta$  on trouve alors  $\ell_d \approx 1,5b$ .

Nous pouvons alors dresser un tableau identique à celui du cas superplastique en adoptant les mêmes hypothèses sur la distance de glissement, la hauteur de montée et la longueur d'empilement éventuel (Tableau III.3.); de plus, nous pouvons remplacer  $d$  par  $A\mu b\sigma^{-1}$  (relation III.15.)

L'examen du tableau fait apparaître que seule la relation  $\dot{\epsilon} \propto D_I \sigma^4$  est conforme à la loi de comportement expérimentale dans ce domaine. Ainsi, de même que dans le domaine superplastique :

- les interfaces sont les obstacles au glissement des dislocations, les sous-joints n'intervenant pas en tant que tels au cours de la déformation.
- la présence d'empilements est nécessaire pour expliquer la dépendance en contrainte sur la vitesse de déformation.
- l'énergie d'activation correspond à une diffusion à l'interface.

La comparaison des deux dernières colonnes des tableaux III.2. et III.3. montrent que la loi de comportement des laitons biphasés dans le domaine III découle de la loi de comportement superplastique en remplaçant une hauteur de montée proportionnelle à la taille des grains du laiton  $\beta$  par une grandeur proportionnelle à la taille des sous-grains générés dans cette phase.



MECANISME QUI CONTROLE		MONTEE AUX JOINTS DE GRAINS		MONTEE DANS LES SOUS-JOINTS		MONTEE AUX INTERFACES	
		$t_J \gg t_I$ $t_J \gg t_{SJ}$	$D = D_J$	$t_{SJ} \gg t_I$ $t_{SJ} \gg t_J$	$D = D_V$	$t_I \gg t_J$ $t_I \gg t_{SJ}$	$D = D_I$
CONFIGURATION DE DISLOCATIONS		PAS D'EMPILE- MENT	EMPILEMENTS	PAS D'EMPILE- MENT	EMPILEMENTS	PAS D'EMPILE- MENT	EMPILEMENTS
RELATION DE BASE POUR $\dot{\epsilon}$		$\frac{D_J \sigma}{h^2 L}$	$\frac{D_J \ell \sigma^2}{h^2 L}$	$\frac{D_V \sigma}{hL}$	$\frac{D_V \ell \sigma^2}{hL}$	$\frac{D_I \sigma}{h^2 L}$	$\frac{D_I \ell \sigma^2}{h^2 L}$
VALEURS DES PARAMETRES	$\ell$		$L_\beta$		$d$		$\lambda_\beta \propto L_\beta^{(*)}$
	$h$	$d$	$d$	$d$	$d$	$d$	$d$
	$L$	$L_\beta$	$L_\beta$	$d$	$d$	$\lambda_\beta \propto L_\beta^{(*)}$	$\lambda_\beta \propto L_\beta^{(*)}$
VITESSE DE DEFORMATION		$\propto \frac{D_J \sigma}{d^2 L_\beta}$	$\propto \frac{D_J \sigma^2}{d^2}$	$\propto \frac{D_V \sigma}{d^2}$	$\propto \frac{D_V \sigma^2}{d}$	$\propto \frac{D_I \sigma}{d^2 L_\beta}$	$\propto \frac{D_I \sigma^2}{d^2}$
VITESSE DE DEFORMATION AVEC $d = A\mu b\sigma^{-1}$		$\propto \frac{D_J \sigma^3}{L_\beta}$	$\propto D_J \sigma^4$	$\propto D_V \sigma^3$	$\propto D_V \sigma^3$	$\propto \frac{D_I \sigma^3}{L_\beta}$	$\propto D_I \sigma^4$

**TABLEAU III.3.** : Mécanismes de déformation possibles de la phase  $\beta$  du laiton biphasé dans le domaine III.

(\*)  $\lambda_\beta$  désigne la distance entre interfaces  $\alpha$ - $\beta$  ou libre parcours moyen dans la phase  $\beta$  (relation A.II.8. - Annexe II).

Il faut remarquer que la dépendance en taille des sous-grains en  $d^{-2}$  est la dépendance naturelle résultant de considérations géométriques simples et en l'absence d'hypothèses "ad hoc" comme l'ont montré WEERTMANN /90/, STOKER et ASHBY /91/ et POIRIER /92/. Rappelons qu'elle est qualitativement en accord avec celle qui a été déterminée lors de sauts de vitesses à valeur décroissante dans le domaine III.

Le modèle que nous venons de développer repose sur un certain nombre d'hypothèses difficiles à vérifier expérimentalement et surtout :

- la présence d'empilements de dislocations : on sait en effet que la décharge de l'échantillon et le refroidissement de celui-ci associés à l'amincissement en vue d'études au microscope électronique à transmission, peuvent modifier considérablement les configurations de dislocations existant à haute température. De plus, des observations in-situ au microscope électronique à transmission n'auraient pas de sens, car le comportement superplastique d'un matériau biphasé est une propriété de volume concernant un grand nombre de grains  $\alpha$  et  $\beta$ . Des observations au microscope électronique à haute tension seront néanmoins effectuées sur des bicristaux biphasés pour lesquels la présence d'empilements est également envisagée.

- la diffusion aux joints de phases : cette détermination nécessite en effet des bicristaux biphasés de laiton à l'équilibre thermodynamique. De tels bicristaux ont pu être obtenus récemment /93/ et les mesures de diffusion devraient permettre de préciser les énergies d'activation correspondantes.

L'expression que nous avons établie théoriquement ne prend pas en compte la fraction volumique de phase  $\alpha$  et la diminution de vitesse de déformation qui résulte de son augmentation. Nous avons vu en effet que le rôle de la phase  $\alpha$  sur la loi de comportement est essentiellement mécanique, analogue à celui de particules rigides lors de l'écoulement d'un fluide diphasique. Cette analogie hydrodynamique est en accord avec les observations effectuées lors de la déformation des laitons biphasés qui mettent en évidence des évolutions de texture différentes pour les deux phases /31/, celle de la phase  $\alpha$  a tendance à disparaître rapidement, alors que celle de la phase  $\beta$  évolue plus lentement et conserve certaines composantes en accord avec un mécanisme de déformation plastique par dislocations. En effet, les

phases  $\alpha$  sont animées de mouvements de rotation résultant de couples créés par l'écoulement plastique. Cette similitude est de plus renforcée en ce qui concerne le comportement aux interfaces qui apparaît comme un frottement de "couche limite" plutôt qu'un déplacement en bloc de deux entités le long de leur interface commune.

### III.3.5. Extension du modèle à d'autres alliages superplastiques

Le modèle proposé pour rendre compte de la loi de comportement des laitons biphasés suppose une phase  $\alpha$  quasi-indéformable et dont le glissement aux joints de grains ne peut se faire facilement. Ces deux caractéristiques conduisent à un endommagement relativement important du matériau, d'autant plus important que la fraction volumique de phase dure est plus grande.

D'autres alliages sont connus pour présenter ce type de comportement; nous citerons en particulier les bronzes d'aluminium /94/, les alliages Cu-Ni-Zn /68/, les aciers à structure microduplex ferrite-austénite /16/ et les alliages Fe-Ni-Mo /95,96/. Pour ces alliages également, les allongements à la rupture sont relativement faibles et ne dépassent généralement pas 300 à 500 %. De même que les laitons, ils sont caractérisés par la présence de deux phases  $\alpha/\beta$  ou  $\alpha/\gamma$  dont l'une est beaucoup plus dure que l'autre et dont le glissement aux joints de grains est certainement difficile. Il nous apparaît alors que le modèle proposé peut s'appliquer parfaitement à ce type d'alliages.

Un autre matériau devrait également entrer dans cette catégorie : le composite WC-Co. Il présente en effet une phase Co ductile à haute température avec une taille de grains très petite d'environ 2  $\mu\text{m}$  et une phase en carbure totalement indéformable et très anguleuse. Comme pour le laiton, la déformation devrait alors être contrôlée par la phase  $\beta$  avec des mécanismes superplastiques, comme peuvent le laisser prévoir les valeurs élevées du coefficient  $m$  /97/. Une étude est actuellement en cours, en collaboration avec le Laboratoire de Cristallographie et Chimie du Solide de l'Université de CAEN dans le cadre d'un contrat A.T.P. du C.N.R.S. Elle devrait permettre d'apporter des compléments sur le rôle de la phase dure et les mécanismes de déformation d'une phase ductile à taille de grains très petite.

Une deuxième catégorie de matériaux superplastiques peut être envisagée : ce sont des alliages eutectiques tels que PbSn, SnBi, CdZn, MgAl et eutectoïdes tels que ZnAl pour lesquels les allongements à rupture obtenus sont très importants, souvent supérieurs à 1000 %. Deux facteurs essentiels les différencient en effet des précédents :

- Les deux phases sont de duretés relativement peu différentes. On peut supposer dans ces conditions que la déformation globale du matériau n'est pas seulement confinée dans la phase la plus ductile, l'autre phase pouvant également s'accommoder de certaines déformations qui retardent la formation des cavités.

- Ces alliages peuvent présenter des glissements importants au niveau des joints de grains de la phase la plus dure. En effet, il a été montré par des mesures de déplacements de traits repères aux différents joints dans un alliage eutectique PbSn que le glissement aux joints de la phase riche en étain était largement plus important que le glissement au niveau des interfaces, le glissement aux joints de la phase riche en plomb étant quant à lui totalement inexistant /60/. De plus, les métaux qui constituent ces alliages sont réputés superplastiques lorsqu'ils sont alliés à un autre métal en très faible pourcentage en vue de stabiliser la taille des grains : Sn-2% Pb, Sn 5% ou 1% Bi, Mg-0,5% Zr, Zn-0,2% Al, Zn-0,1% Ni-0,04%Mg; On sait alors que pour ces alliages, le glissement aux joints est une des caractéristiques du comportement superplastique.

Cette deuxième classe de matériaux ne doit pas présenter une loi de comportement fondamentalement différente de celle qui a été obtenue dans le cas des laitons : on peut supposer en effet que la présence des interfaces impose toujours des empilements de dislocations dans la phase la plus ductile conduisant alors à la même dépendance en contrainte et en taille de grains pour la vitesse de déformation. Cependant, si on considère l'exemple de l'alliage eutectique PbSn, l'énergie d'activation trouvée correspond approximativement à la moitié de l'énergie d'autodiffusion dans la phase riche en étain ou dans la phase riche en plomb /62/. Une telle énergie pourrait être attribuée à une diffusion aux joints de grains, mais il n'est pas impossible de penser qu'elle puisse également être associée à une diffusion aux joints de phases dans le cas particulier de deux phases présentant des énergies d'autodiffusion semblables.

Il existe une troisième classe de matériaux superplastiques : ce sont précisément ceux dont il a été question ci-dessus et qui présentent une phase nettement prépondérante. Supposons que le modèle proposé puisse s'appliquer à ce type d'alliages :

- Dans le domaine superplastique, seul le joint de grains constitue un obstacle au mouvement des dislocations ; la loi de comportement est alors donnée par l'une des deux premières colonnes du tableau III.2. La dépendance en contrainte et en taille de grains trouvée pour ces alliages et en particulier pour l'alliage Sn-5% Bi /74/ nous conduit à retenir plutôt la première relation, soit  $\dot{\epsilon} \propto \frac{D_J \sigma}{L_\beta^3}$  où  $L_\beta$  désigne ici la taille des grains.

- Dans le domaine III, la vitesse de déformation peut être contrôlée par la montée soit aux joints de grains, soit aux sous-joints : elle est alors donnée par l'une des quatre premières colonnes du tableau III.3. Cependant, la non-dépendance en taille de grains et une énergie d'activation en volume dans ce domaine imposent les deux relations  $\dot{\epsilon} \propto \frac{D_V \sigma}{d^2}$  ou  $\dot{\epsilon} \propto \frac{D_V \sigma^2}{d}$ . Il faut remarquer qu'elles s'identifient à la relation  $\dot{\epsilon} \propto D_V \sigma^3$  si on admet toujours une proportionnalité en  $\sigma^{-1}$  pour la taille des sous-grains. Cette loi de comportement est celle qui a été déterminée dans le cas du laiton polycristallin ; Cependant, les métaux purs ou faiblement alliés ne présentent généralement pas en fluage une loi de comportement en  $\sigma^3$ , mais plutôt une loi en  $\sigma^5$  : ils constituent ce qui est habituellement appelée la classe des métaux par opposition à la classe des alliages /98/. Le modèle proposé ne permet pas alors d'en rendre compte à moins d'envisager un certain nombre d'hypothèses "ad hoc" qui permettraient d'augmenter l'exposant de la contrainte : citons par exemple une influence différente de la contrainte sur la taille des sous-grains ou l'introduction de paramètres dimensionnels dépendant de la contrainte /99/.

Ainsi, il n'apparaît plus possible, contrairement au cas des alliages superplastiques biphasés, d'envisager pour les alliages quasi-monophasés une continuité de comportement à la transition entre domaine superplastique et domaine III. Si nous supposons en effet que les mécanismes de déformation sont les mêmes pour les deux domaines, nous sommes amenés à considérer des sites de montée différents, au joint de grains pour le domaine superplastique, au sous-joint dans le domaine III. Cependant, il est plus raisonnable d'envisager des mécanismes différents : c'est à dire le glissement

de dislocations contrôlé par la montée dans le domaine III et dans le domaine superplastique un mécanisme de glissement aux joints de grains tel que ceux qui ont été proposés par GIFKINS /73/ ou ASHBY et VERRALL /69/, l'un devenant prédominant suivant le domaine de sollicitation imposée du matériau.

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ H.W. HAYDEN, R.C. GIBSON, H.F. MERRICK et J.H. BROPHY, Trans. Quart., A.S.M., 60 (1967) 3.
- /2/ W.A. BACKOFEN, I.R. TURNER et D.H. AVERY, Trans. Quart. A.S.M., 57 (1964) 980.
- /3/ A. BALL et M.M. HUTCHISON, Metal Sci. J., 3 (1969) 1.
- /4/ T.H. ALDEN et H.W. SCHADLER, Trans A.I.M.E., 242 (1968) 825.
- /5/ D.L. HOLT, Trans. A.I.M.E., 242 (1968) 25.
- /6/ H. NAZIRI, R. PEARCE, J. Inst. Metals, 101 (1973) 197.
- /7/ H. NAZIRI, R. PEARCE, M. HENDERSON-BROWN et K.F. HALE, J. Microsc., 97 (1973) 229.
- /8/ M.L. VAYDA, K. LINGA MURTY et J.E. DORN, Acta Met., 21 (1973) 1615.
- /9/ G. RAI et N.J. GRANT, Met. Trans., 6A (1975) 385.
- /10/ H. HILDEBRAND, G. MICHALZIK et B. SIMMEN, Metals Technol., Jv (1977) 32.
- /11/ G. HERRIOT, B. BAUDELET et J.J. JONAS, Acta Met., 24 (1976) 687.
- /12/ A. ARIELI et A. ROSEN, Met. Trans. 8A (1977) 1591.
- /13/ T.H. ALDEN, Treatise on Materials Science and Technology, Vol. 6., Plastic Deformation of Materials, Ed. Arsenault R.J. (Academic Press) (1975) 225.
- /14/ C.I. SMITH, B. NORRIGATE et N. RIDLEY, Met. Sci., 5 (1976) 182.
- /15/ H.W. HAYDEN, S. FLOREEN et P.D. GODDELL, Met. Trans., 3 (1972) 833.
- /16/ W.B. MORRISON, Trans. Quart. A.S.M., 6 (1968) 423.
- /17/ D.L. HOLT et W.A. BACKOFEN, A.S.M. Trans. Quart., 59 (1966) 755.

- /18/ S. HORI, N. FURISHIRO et S. KAWAGUCHI, Proceedings of the Nineteenth Japan Congress of Materials Research, KYOTO (1976) .
- /19/ C. HOMER, J.P. LECHTEN et B. BAUDELET, Met. Trans. 8A (1977) 1191.
- /20/ Y. TANAKA et K. IKAWA, J. Japan Inst. Metals, 40 (1976) 375.
- /21/ <sup>9</sup>P.J. MARTIN et W.A. BACKOFEN, ASM Trans. Quart. 60 (1967) 352.
- /22/ P.D. GOODELL, S. FLOREEN et H.W. HAYDEN, Met. Trans., 3 (1972) 833.
- /23/ A. EBERHARDT, Doctorat d'Etat, METZ (1979).
- /24/ Y. ADDA et J. PHILIBERT, La diffusion dans les Solides, P.U.F.PARIS (1966).
- /25/ P. GRIFFITHS et C. HAMMOND, Acta Met., 20 (1972) 935.
- /26/ C. OYTANA, A. MERMET et P. DRUOT, Mat. Sci. Eng. 14 (1974) 89.
- /27/ N. BROWN et D.R. LENTON, Acta Met., 17 (1969) 669.
- /28/ P. DELOBELLE et C. OYTANA, Mem. Sci. Rev. Met. (1976) 293.
- /29/ M. SUERY et B. BAUDELET, J. Mat. Sci., 8 (1973) 363.
- /30/ B.M. WATTS et M.J. STOWELL, J. Mat. Sci., 6 (1971) 228.
- /31/ M. SUERY, B. BAUDELET, B. LABULLE et C. PETIPAS, Scripta Met., 8 (1974) 703.
- /32/ S. SAGAT et D.M.R. TAPLIN, Acta Met., 24 (1976) 307.
- /33/ B. BURTON, Scripta Met., 5 (1971) 669.
- /34/ S.W. ZEHR et W.A. BACKOFEN, Trans. Quart. A.S.M., 61 (1968) 300.
- /35/ D. LEE et W.A. BACKOFEN, Trans. A.I.M.E., 239 (1967) 1034.
- /36/ G.L. DUNLOP et D.M.R. TAPLIN, J. Mat. Sci., 7 (1972) 316.



- /37/ P. CHAUDHARI, *Acta Met.*, 15 (1967) 1777.
- /38/ R. KOSSOWSKI et J.A. BECHTOLD, *Trans. A.I.M.E.*, 242 (1968) 716.
- /39/ C.P. CUTLER et J.W. EDINGTON, *Met. Sci. J.*, 5 (1971) 201.
- /40/ P. DUCHEYNE et P. DE MEESTER, *J. Mat. Sci.*, 9 (1974) 129.
- /41/ G. HERRIOT, M. SUERY et B. BAUDELET, *Scripta Met.*, 6 (1972) 657.
- /42/ M.A. CLARK et T.H. ALDEN, *Acta Met.*, 21 (1973) 1195.
- /43/ S. SAGAT, P. BLENKINSOP et D.M.R. TAPLIN, *J. Inst. Metals*, 100 (1972) 268.
- /44/ K. NUTTALL, *Inst. J. Mech. Sci.*, 13 (1971) 83.
- /45/ H. ISHIKAWA, F.A. MOHAMED et T.G. LANGDON, *Phil. Mag.*, 32 (1975) 1269.
- /46/ D.A. WOODFORD, *Trans. Quart. A.S.M.*, 62 (1969) 291.
- /47/ S.D. DAHLGREN, *Trans. A.I.M.E.*, 242 (1968) 126.
- /48/ K. MATUKI et M. YAMADA, *J. Japan Inst. Metals*, 37 (1973) 448.
- /49/ T.G. LANGDON, *Scripta Met.*, 11 (1977) 997.
- /50/ E.W. HART, *Acta Met.*, 15 (1967a) 351.
- /51/ J.D. CAMPBELL, *J. Mech. Phys. Solids*, 15 (1967) 359.
- /52/ J.J. JONAS, R.A. HOLT et C.E. COLEMAN, *Acta Met.*, 24 (1976) 911.
- /53/ J.J. JONAS et B. BAUDELET, *Acta Met.*, 25 (1977) 43.
- /54/ F. JOVANE, *Int. J. Mech. Sci.*, 10 (1968) 403.
- /55/ D.L. HOLT, *Int. J. Mech. Sci.*, 12 (1970) 491.
- /56/ G.C. CORNFIELD et R.H. JOHNSON, *Int. J. Mech. Sc.* 12 (1970) 479.

- /57/ J.P. LECHTEN, J.C. PATRAT et B. BAUDELET, Rev. Phys. Appl., 12 (1977) 7.
- /58/ Z. MARCINIAK, K. KUCZYNSKI et T. POKORA, Int. J. Mech. Sci., 15 (1973) 789.
- /59/ R.D. SCHMIDT-WHITLEY, Z. Metallkunde, 64 (1973) 552.
- /60/ R.B. VASTAVA et T.G. LANGDON, Acta Met., 27 (1979) 251.
- /61/ K. SURGES, M. Sci. Thesis, University of British Columbia (1969).
- /62/ B. BAUDELET et M. SUERY, J. Mat. Sci., 7 (1972) 512.
- /63/ C.W. HUMPHRIES et N. RIDLEY, J. Mat. Sci., 13 (1978) 2477.
- /64/ T. CHANDRA, J.J. JONAS et D.M.R. TAPLIN, J. Aust. Inst. Metals, 20 (1975) 220.
- /65/ T. CHANDRA, J.J. JONAS et D.M.R. TAPLIN, J. Mat. Sci., 13 (1978) 2380.
- /66/ I.C. ELLIOTT et B. WILSHIRE, Scripta Met., 12 (1978) 661.
- /67/ G.J. COCKS et D.M.R. TAPLIN, Metallurgia, 75 (1967) 82.
- /68/ D.W. LIVESEY et N.R. RIDLEY, Met. Trans., 9A (1978) 519.
- /69/ M.F. ASHBY et R.A. VERRALL, Acta Met., 21 (1973) 149.
- /70/ J. WEERTMAN, Trans. A.S.M., 61 (1968) 681.
- /71/ M. SUERY et B. BAUDELET, J. Mat. Sci., 10 (1975) 1022.
- /72/ A.K. MUKHERJEE, Materials Sci. and Eng., 8 (1971) 83.
- /73/ R.C.GIFKINS, Met. Trans., 7A (1976) 1225.
- /74/ T.H. ALDEN, Acta Met., 15 (1967) 469.
- /75/ T.H. ALDEN, J. Aust. Inst. Metals, 14 (1969) 207.
- /76/ H.E. CLINE et T.H. ALDEN, Trans. Metal. Soc. A.I.M.E., 239 (1967) 710.

- /77/ T.H. ALDEN, Trans. A.S.M., 61 (1968) 599.
- /78/ R.C. COOKE, M.Sci. Thesis, University of British Columbia (1969).
- /79/ J.E. BIRD, A.K. MUKHERJEE et J.E. DORN, International Conference on Quantitative Relation between Properties and Microstructure (July 27-Aug.1, 1969) HAIFA, Israël.
- /80/ O.D. SHERBY, J. FRENKEL, J. NADEAU et J.E. DORN, Trans. Am. Inst. Min. Engrs, 200 (1954) 275.
- /81/ V. PONTIKIS et J.P. POIRIER, Phil. Mag. 32 (1975) 577.
- /82/ S.L. ROBINSON et O.D. SHERBY, Acta Met., 17 (1969) 109.
- /83/ S.L. ROBINSON, C.M. YOUNG et O.D. SHERBY, J. Mat. Sci. 9 (1974) 341.
- /84/ R. RAJ et M.F. ASHBY, Met. Trans., 2 (1971) 1113.
- /85/ M.J. STOWELL, J.L. ROBERTSON et B.M. WATTS, Met. Sci. J., 3 (1969) 41.
- /86/ J. FRIEDEL, "Dislocations" (1964) Oxford (Pergamon Press).
- /87/ F. PERINET, Doctorat de 3<sup>o</sup> Cycle, ORSAY (1974).
- /88/ A. BONDY, P. REGNIER et V. LEVY, Scripta Met., 5 (1971) 345.
- /89/ J.H. GITTUS, J. Eng. Mat. and Technol., 99 (1977) 244.
- /90/ J. WEERTMAN, John E.Dorn Memorial Symposium, CLEVELAND, Ohio, (Oct. 17. 1972).
- /91/ R.L. STOCKER et M.F. ASHBY, Scripta Met., 7 (1973) 115.
- /92/ J.P. POIRIER, Plasticité à haute température des solides cristallins, Ed. EYROLLES, PARIS (1976) 131.
- /93/ S. HASHIMOTO, A. EBERHARDT et B. BAUDELET, soumis pour publication.

- /94/ G.L. DUNLOP, E. SHAPIRO, D.M.R. TAPLIN et J. CRANE, *Met. Trans.* 4 (1973)2039.
- /95/ C.I. SMITH et N. RIDLEY, *Metals Tech.*, 1 (1974) 191.
- /96/ C.W. HUMPHRIES et N. RIDLEY, *J. Mat. Sci.*, 9 (1974) 1429.
- /97/ J.J. SMITH ET J.D. WOOD, *Acta Met.*, 16 (1968) 1219.
- /98/ O.D. SHERBY et P.M. BURKE, *Prog. Mat. Sci.*, 13 (1967) 325.
- /99/ W. BLUM, *Phys. Stat. Sol. (b)* 45 (1971) 561.

## IV

## ASPECTS INDUSTRIELS DE LA SUPERPLASTICITE

Les propriétés superplastiques apparaissent très séduisantes en principe pour toutes les opérations de mise en forme qui exigent une grande stabilité plastique et lorsqu'on désire produire des pièces en petite série. De plus, les contraintes d'écoulement sont relativement faibles, ce qui constitue un avantage non négligeable en ce qui concerne les outillages. Cependant, malgré ces avantages, la superplasticité n'est pas encore aussi utilisée industriellement qu'elle pourrait l'être. Cela tient essentiellement au fait que les vitesses de déformation qu'on doit utiliser sont assez faibles dans les conditions de superplasticité classique, c'est à dire pour des tailles de grains d'une dizaine de microns environ.

Un pas important a été franchi dans le domaine des vitesses de déformation en utilisant le caractère transitoire de certains alliages superplastiques /1/. Si on imagine en effet un processus permettant d'obtenir de manière temporaire des tailles de grains très petites inférieures au micron, on peut alors atteindre des vitesses de déformation très élevées. En effet, dans le cas des laitons biphasés, la vitesse limite  $\dot{\epsilon}_l$  entre le domaine superplastique où le coefficient  $n$  est égal à 2 et le domaine III où le coefficient  $n'$  est égal à 4, varie fortement avec la taille des grains  $L_\beta$  :

$$\dot{\epsilon}_l \propto L_\beta^{-\frac{an'}{n'-n}}$$

Pour des valeurs de  $a$  égales à 2, l'exposant de  $L_\beta$  est égal à -4. La difficulté est de parfaitement synchroniser les opérations qui développent cette structure fine temporaire et celles qui permettent de mettre en forme dans des conditions de superplasticité. Lorsque cette synchronisation est difficile, il est possible de tremper le matériau après la première opération et de le réchauffer rapidement au moment de la mise en forme.

Un procédé de filage-étirage dans des conditions de superplasticité temporaire sur un alliage de cuivre est actuellement utilisé industriellement par une société française. La première opération permet de développer une structure très fine et le caractère superplastique transitoire de cette structure est utilisé au cours de l'étirage. Des réductions de plus de 1000 % ont ainsi été obtenues sans formation de striction.

Nous pouvons envisager un autre aspect de cette superplasticité à grande vitesse; considérons en effet le cas des laitons biphasés. La loi de comportement que nous avons établie fait apparaître que la vitesse de déformation à contrainte et température données est d'autant plus grande que la taille des grains de la phase  $\beta$  est plus faible; cependant, elle diminue considérablement lorsque la proportion de phase  $\alpha$  augmente. Ces deux facteurs sont totalement contradictoires : en effet, pour une taille de grains  $L_\alpha$  donnée, une réduction de la taille des grains de la phase  $\beta$  s'accompagne nécessairement d'une augmentation de la fraction volumique de phase  $\alpha$  (Fig. A.II.2. - Annexe II). Néanmoins, il est possible d'envisager une valeur de  $\alpha$  optimum pour laquelle la vitesse de déformation dans le domaine superplastique est la plus élevée. La figure IV.1. donne les variations de la vitesse de déformation en fonction de  $\alpha$  pour une contrainte de 5 MPa à 600°C et pour différentes tailles de grains  $L_\alpha$ . Ces courbes sont tracées d'après les données des figures II.8. et A.II.2. Elles montrent que la vitesse de déformation passe effectivement par un maximum pour une valeur de  $\alpha$  proche de 0,3, ce maximum apparaissant toutefois très peu accentué. Il faut remarquer que la vitesse de déformation augmente lorsque la taille des grains diminue.

Le raisonnement que nous venons de faire est parfaitement valable lorsqu'on considère des alliages à l'équilibre thermodynamique, c'est à dire ayant subi une recristallisation complète à haute température. Dans ces conditions, la phase  $\beta$  apparaît sous forme de grains dont la taille est étroitement liée à celle des grains de la phase  $\alpha$  et la seule possibilité pour augmenter la vitesse de déformation est d'obtenir des grains  $\alpha$  également petits dans des conditions de superplasticité temporaire.

Le problème qui se pose alors est l'obtention de grains  $\beta$  très petits indépendamment des grains  $\alpha$  dans un état nécessairement hors d'équilibre. Une telle structure peut être développée par précipitation par un

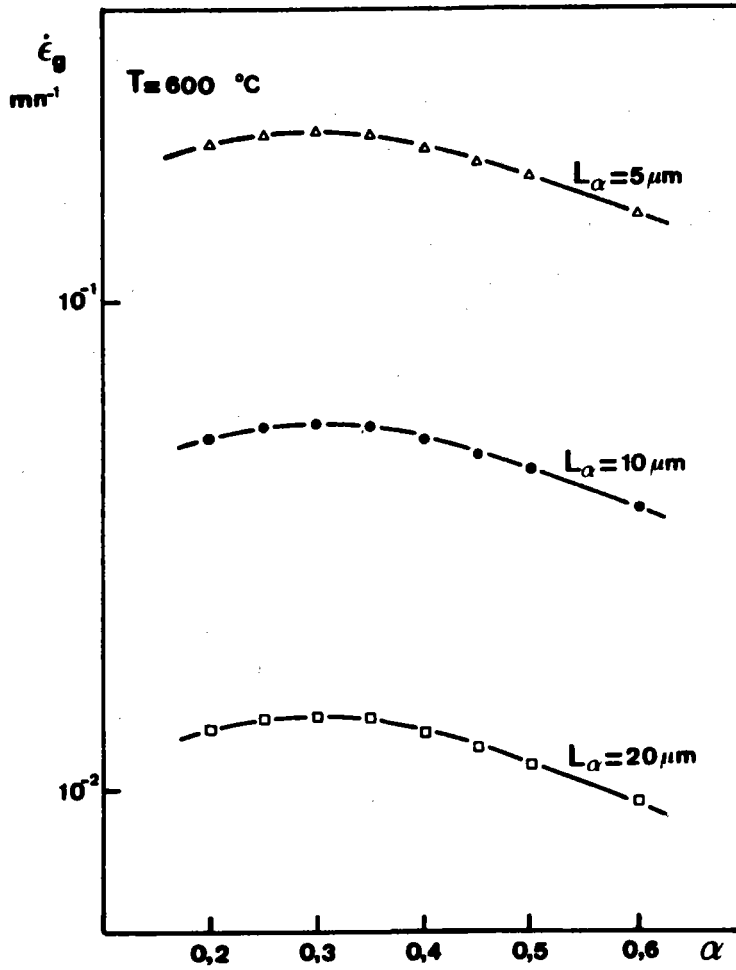


Fig. IV.1.

Variation de la vitesse de déformation globale des laitons en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$  pour différentes tailles de grains  $\alpha$ . Ces courbes sont tracées d'après les données des figures II.8. et A.II.2.

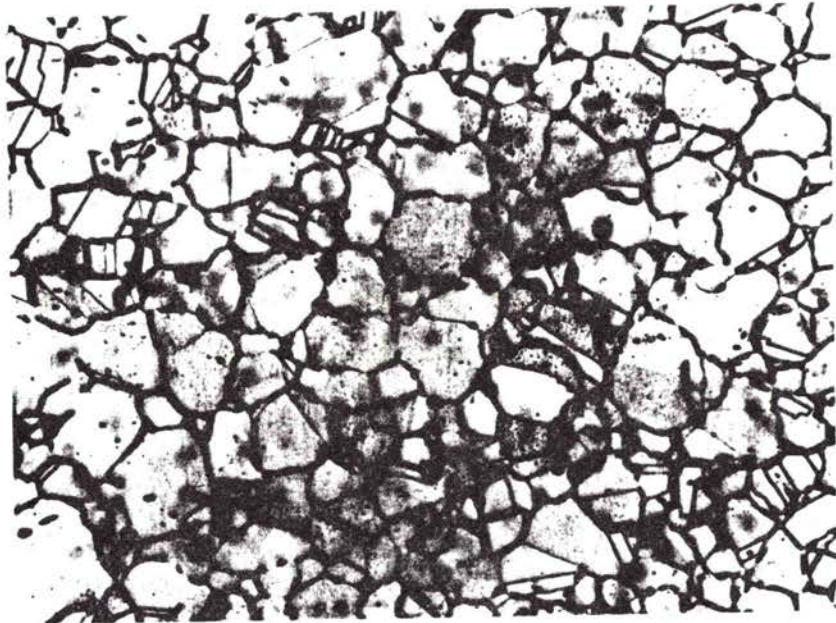


Fig. IV.2.\*

20μm

Structure d'un laiton  $\alpha$  UZ36 après traitement thermique de quelques secondes dans le domaine biphasé à  $790^{\circ}\text{C}$ . La structure consiste en grains  $\alpha$  entourés presque totalement d'un liseré de phase  $\beta$ .

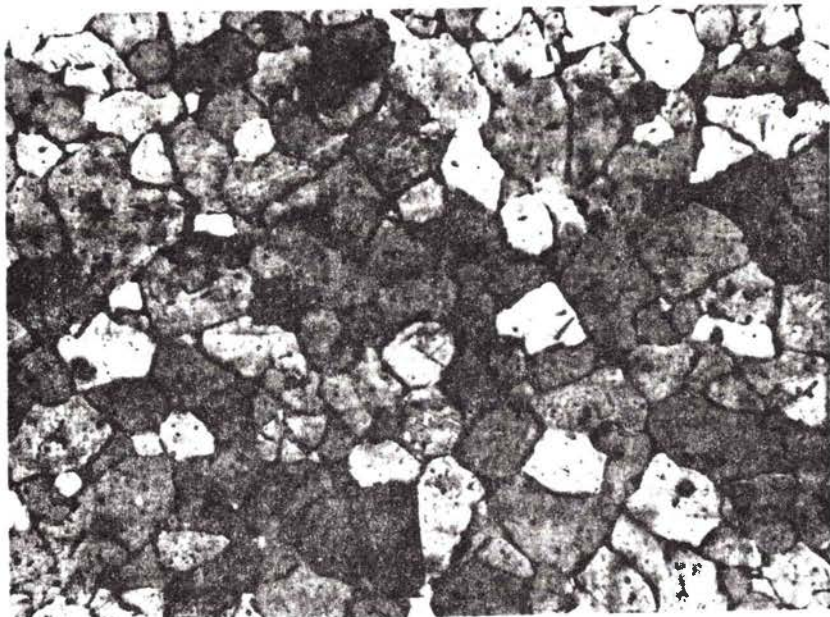


Fig. IV.3.

20μm

Structure d'un alliage de Zircalloy 4 après traitement thermique dans le domaine biphasé  $\alpha/\beta$  à  $850^{\circ}\text{C}$ .



traitement thermique rapide dans le domaine biphasé  $\alpha$ - $\beta$  sur un alliage initialement monophasé  $\alpha$  fortement écroui à froid. Ainsi, par chauffage à induction à 790°C en 3 secondes et maintien de 2 secondes à cette température avant trempe à l'eau sur un laiton UZ36, la structure consiste en grains  $\alpha$  entourés presque totalement d'un liseré de phase  $\beta$  d'épaisseur égale à 1 micron environ et non sous forme de grains individuels (Fig. IV.2.). Malgré la très forte proportion de phase  $\alpha$  (voisine de 0,9) et la taille relativement grande de ses grains (environ 15  $\mu\text{m}$ ), le matériau présente un comportement superplastique caractérisé par des valeurs de  $n$  voisines de 2, des allongements uniformes dépassant 200 % à des vitesses de déformation de 3  $\text{mn}^{-1}$  environ. Ce caractère superplastique peut s'expliquer par l'absence de connexions entre grains  $\alpha$  qui dans les conditions normales apparaissent pour des fractions volumiques de phase  $\alpha$  supérieures à 0,6. Nous avons également observé ce comportement sur un alliage de Zircalloy 4 préalablement recuit dans le domaine  $\alpha$  et porté à 850°C en vue d'obtenir une précipitation de phase  $\beta$  aux joints de grains (Fig. IV.3.).

Ces applications industrielles de la superplasticité ont fait l'objet d'une prise de brevet, en collaboration avec C. HOMER et B. BAUDELET, déposé le 31 janvier 1979 sous le N° 79.03155 par la Société Pechiney-Ugine-Kuhlmann.

Les recherches actuelles s'orientent vers l'obtention de structures permettant des vitesses de déformation très grandes et l'étude des propriétés mécaniques correspondant à ces structures. On peut alors penser que l'avenir des matériaux superplastique est lié à l'automatisation de procédés qui permettent de synchroniser les opérations qui développent ces structures et celles qui les utilisent pour la mise en forme.

#### BIBLIOGRAPHIE

- /1/ B. BAUDELET, Metals and Materials, Fev. 1974, p. 117.

## V

## CONCLUSION

L'étude du comportement superplastique des laitons a été effectuée avec le souci de tenir compte à la fois de leur nature biphasée et des évolutions de structure qui se manifestent au cours de la déformation. Différents alliages présentant des proportions variables de chacune des phases ont été utilisés. Il a été alors montré que la loi de comportement d'un tel matériau dont la caractéristique microstructurale essentielle est de pouvoir être assimilé à des grains durs de phase  $\alpha$  "noyés" dans une matrice  $\beta$  ductile est analogue à celle d'un fluide diphasique contenant une certaine fraction volumique de particules indéformables. Un tel comportement traduit le rôle essentiellement mécanique de la phase dure, alors que la phase ductile se déforme plastiquement avec une vitesse de déformation proportionnelle au carré de la contrainte, inversement proportionnelle au carré de sa taille de grains et avec une énergie d'activation proche de l'autodiffusion.

Cette loi de comportement, déterminée en tenant compte des évolutions de structure au cours de la déformation, en particulier du passage à l'état équiaxe pour la phase  $\alpha$  et du grossissement, peut alors servir de base à l'établissement d'un modèle physique. Elle apparaît différente de celle obtenue en considérant la structure initiale de l'alliage comme paramètre et qui constitue une approche rhéologique très utile pour des études de stabilité plastique ou de mise en forme par exemple.

Le modèle qui a été développé s'appuie sur des observations microstructurales effectuées sur les alliages eux-mêmes lors de leur comportement superplastique ainsi que sur des résultats obtenus lors de la déformation par cisaillement de bicristaux biphasés. Ce modèle, fondé sur l'analogie hydrodynamique, considère le glissement aux joints de phases comme résultant d'une déformation plastique intense de la phase ductile au voisinage du joint et non comme un mécanisme intrinsèque. Cette déformation pourrait

s'effectuer par mouvements de dislocations avec formation d'empilements au niveau des interfaces et être contrôlée par la montée dans ou au voisinage immédiat de l'interface.

Dans ces conditions, le domaine III correspondant aux grandes vitesses de déformation apparaît comme une continuité du comportement superplastique. La transition s'effectue lorsque des cellules à parois de dislocations peuvent se former dans la phase ductile, c'est à dire lorsque leur taille théorique devient plus petite que la taille des grains de cette phase. Une telle continuité de comportement observée dans le cas des alliages superplastiques biphasés ne peut plus être envisagée pour les alliages quasi monophasés. Pour ceux-ci en effet, des mécanismes différents doivent être considérés, l'un devenant prédominant suivant le domaine de sollicitation imposé au matériau.

Cette approche hydrodynamique de l'écoulement superplastique permet de rendre compte d'un certain nombre d'observations expérimentales qui ont mis en évidence des rotations de la phase dure et des évolutions différentes de la texture des deux phases au cours de la déformation. Elle explique également le phénomène d'endommagement important qui se manifeste comme résultat soit de la formation d'aspérités le long des interfaces par suite de la déformation de la phase ductile, soit des déformations très intenses subies par cette phase pour des alliages à forte fraction volumique de phases dures.

Le problème qui a été abordé lors de cette étude est un élément de celui plus général de la déformation à chaud des alliages biphasés, qu'ils présentent ou non un comportement superplastique. Il nous semble qu'il s'agit là d'un champ d'action très intéressant, surtout d'un point de vue fondamental pour lequel très peu d'études ont été effectuées. En effet, les mécanismes de déformation de la phase ductile, le rôle des interfaces en tant qu'obstacles aux dislocations, l'origine de la cavitation dans ces matériaux ainsi que l'étude théorique de l'influence d'une phase dure sur l'écoulement d'une autre plus ductile constituent autant de voies de recherche qu'il nous apparaît nécessaire d'approfondir.

D'un point de vue plus appliqué, une étude de procédés permettant

l'obtention de tailles de grains très fines ou de structures particulières conduisant à des vitesses de déformation très grandes peut présenter un certain intérêt industriel dans les problèmes de mise en forme.

## ANNEXE I

GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES DANS DES EUTECTIQUES  
LAMELLAIRES PbSn ET DANS DES BICRISTAUX BIPHASES

Un des aspects importants de la déformation à chaud des matériaux monophasés ou polyphasés est le déplacement macroscopique des grains les uns par rapport aux autres le long de leur joint commun. Ce mécanisme de glissement aux joints peut représenter une part importante de la déformation plastique à chaud et de nombreux travaux ont été consacrés à son étude essentiellement dans le cas de matériaux polycristallins. Cependant, dans ce cas, l'analyse est rendue difficile du fait de l'état de contrainte régnant dans chaque joint, du grand nombre de joints qui interviennent et dont les glissements doivent être accommodés aux joints triples et de l'existence de déformations intracristallines. De plus, les observations sont limitées à la surface et elles ne reflètent alors que très imparfaitement le rôle des joints de grains en volume. L'utilisation de joints relativement plans et parallèles entre eux dans des eutectiques lamellaires apporte une simplification importante au problème. Ainsi, dans une première partie, nous allons exposer les résultats obtenus lors de la déformation d'eutectiques lamellaires PbSn soumis à un cisaillement simple parallèlement aux plans des lamelles. Ensuite, nous présenterons ceux relatifs aux bicristaux biphasés de laiton. Ils constituent pour l'essentiel la thèse de A. EBERHARDT /1/.

I. GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES DANS DES EUTECTIQUES LAMELLAIRES PbSn

L'étude de ce glissement a été réalisée sur un alliage eutectique PbSn préparé par solidification orientée par J.J. FAVIER à l'Ecole des Mines de PARIS /2/. Un contrôle de la courbure du front de solidification permet d'obtenir des grains de plusieurs millimètres à l'intérieur desquels les lamelles sont parallèles à quelques degrés près, les phases étant toutes deux monocristallines d'orientation parfaitement définie /3/. Des plaquettes de 1,5 mm de large et 0,2 mm d'épaisseur découpées dans les échantillons

## A.I.2.

massifs de manière à ce que les lamelles soient normales à la surface, sont soumises à une cisssion  $\tau_a$  dans le plan des lamelles et parallèlement à la surface. Par suite de la géométrie des éprouvettes et de l'amplitude relativement faible des déplacements, cette cisssion  $\tau_a$  reste constante lorsqu'une charge  $P$  est appliquée au dispositif expérimental. Le déplacement au niveau des joints  $U_{gj}$  est mesuré en fonction du temps aux microscopes optique ou électronique à balayage par déplacement de traits repères tracés sur la surface des échantillons (Fig. A.I.1,a,b,c) .

On constate alors que :

- Il apparaît un glissement au niveau des joints; cependant, pour un échantillon donné et une cisssion appliquée donnée, l'amplitude du déplacement dépend fortement du joint considéré : certains joints ne présentant aucun glissement perceptible , alors que parfois de grands glissements séparent des blocs de lamelles. Ceci pourrait être dû à la présence de joints plans singuliers n'ayant pas une microstructure semblable à celle des joints à l'intérieur des blocs eutectiques bien réguliers. De tels joints singuliers ont en effet été observés dans les eutectiques PbSn /3/ et Al-Al<sub>2</sub>Cu /4/.

- Dans chacune des phases, l'écartement entre traits repères demeure constant au cours de la déformation : ces observations montrent ainsi que la déformation intralamellaire peut être considérée comme négligeable.

- Malgré la disparition quasi totale du trait repère dans la phase riche en plomb, liée à la difficulté de tracer correctement des repères fins au travers de deux phases présentant des ductilités différentes, celui-ci conserve après glissement la même orientation, ce qui montre que le glissement est localisé à l'interface ou dans une zone très voisine de celui-ci.

Quelques courbes de variations du déplacement  $U_{gj}$  en fonction du temps sont représentées sur les figures A.I.2.a et b, afin de mettre en évidence d'autres caractéristiques de la déformation :

- Sous charge  $P$  constante (correspondant à une cisssion  $\tau_a$  constante égale à environ 5 MPa dans les conditions de l'expérience) un régime permanent est atteint rapidement.

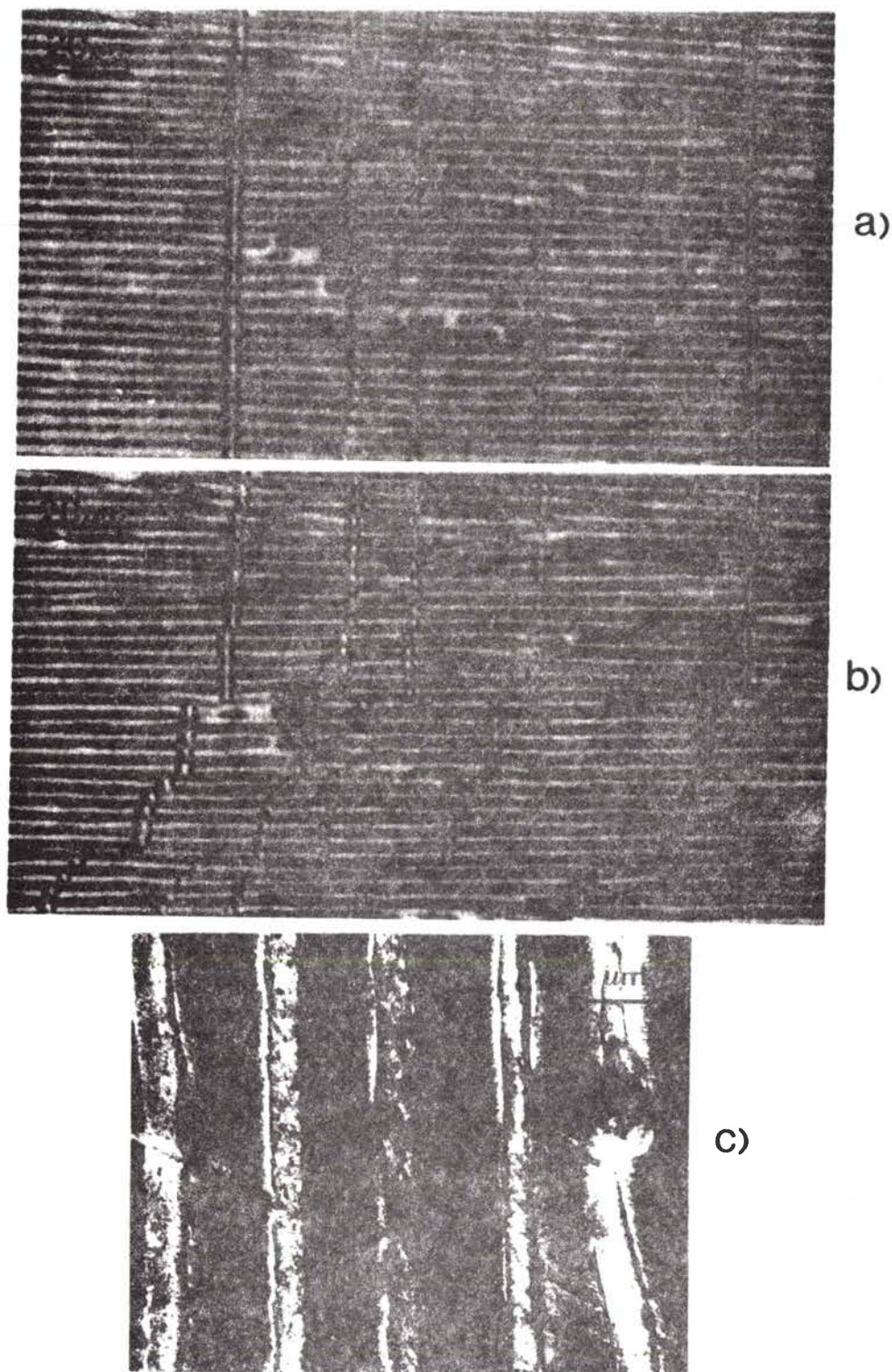


Fig. A.I.1.

**Eutectique lamellaire PbSn de période lamellaire 3 microns**

Observation au microscope optique. Les lamelles sont horizontales.  
 La phase riche en étain est claire.

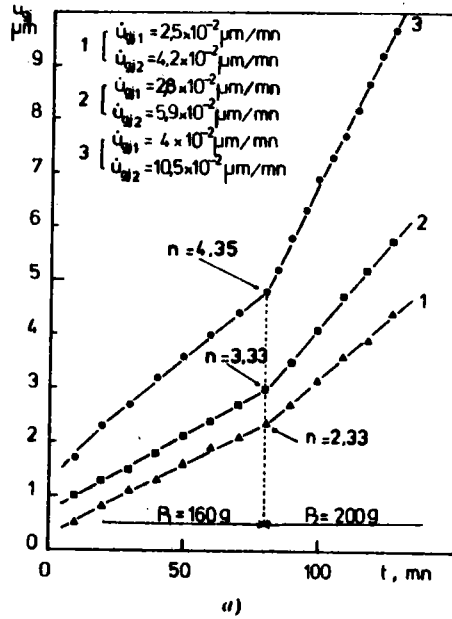
a) avant déformation

b) la même zone après déformation sous charge constante à température ambiante. Mise en évidence de la déformation par déplacement des traits repères verticaux.

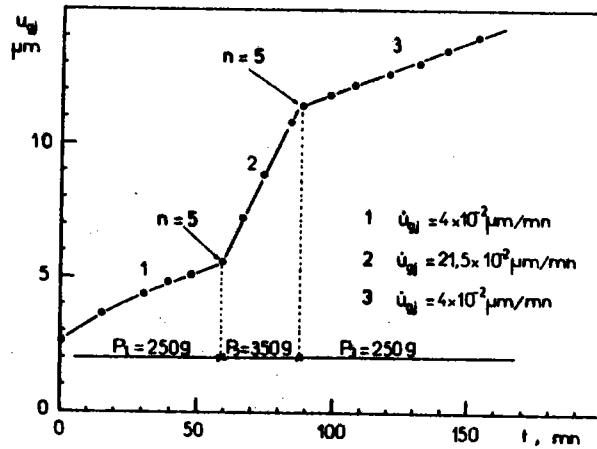
Observation au microscope électronique à balayage

c) Détails d'une zone déformée. Les lamelles sont verticales.

La phase riche en étain apparaît plus sombre.



a)



b)

Fig.A.I.2.

Courbes de variation du déplacement  $U_{gj}$  de traits repères en fonction du temps pour différents joints de phases de l'eutectique lamellaire PbSn. L'origine des temps correspond au début des observations et non au début de la sollicitation par cisaillement.

a) saut de charge à valeur croissante

b) sauts de charge à valeur croissante et décroissante



- En considérant une relation du type  $\dot{U}_{gj} \propto \tau_a^n$ , il apparaît une grande dispersion dans les valeurs mesurées du coefficient  $n$  par la méthode des sauts de charge (fig. A.I.2.a). Des valeurs comprises entre 2 et 10 ont ainsi été obtenues.

- Pour un joint donné, lorsque le régime permanent est établi, la vitesse de glissement  $\dot{U}_{gj}$  est caractéristique de la cission appliquée (fig. A.I.2.b).

La valeur la plus faible du coefficient  $n$  semble apparaître lorsque le plan des lamelles est bien parallèle à la direction de cisaillement imposée par la machine, alors que les valeurs les plus élevées se manifestent toutes les fois que volontairement on introduit un angle de quelques degrés entre le plan des lamelles et la direction de cisaillement. Dans le premier cas, la déformation intragranulaire est très peu sollicitée et le glissement peut alors s'effectuer facilement avec une très faible accommodation dans la phase la plus ductile, riche en plomb. La valeur de l'exposant  $n$  est alors analogue à celle qui est obtenue lors de la déformation superplastique et qui est caractéristique de niveaux de contraintes relativement faibles dans la phase ductile.

Dans le second cas, le glissement ne peut s'effectuer sans une accommodation importante dans la phase riche en plomb sous des niveaux de contraintes plus élevées et donc vraisemblablement avec apparition de cellules à parois de dislocations. Ces valeurs élevées du coefficient  $n$  ont été confirmées par des essais de traction effectués dans le sens des lamelles sur le même eutectique lamellaire : il a été trouvé que la vitesse de déformation varie en fonction de la contrainte avec un exposant compris entre 9 et 13 environ /5/, montrant bien ainsi que de telles valeurs doivent être associées à des déformations intralamellaires importantes. Dans ce cas en effet, le glissement aux joints de phases n'est plus possible et la contrainte est beaucoup plus élevée que précédemment ( $10 < \sigma < 40$  MPa).

Les dispersions dans les valeurs des vitesses de cisaillement mesurées au niveau des interfaces à cission donnée ainsi que dans celles du coefficient  $n$  peuvent donc être attribuées aux différences de morphologie des interfaces qui induisent des accommodations plastiques intralamellaires différentes suivant le joint considéré. Les difficultés de mesure associées

aux difficultés d'interprétation dans ces études de glissement aux interfaces ont motivé la recherche de configurations plus simples permettant l'approche du glissement sur un joint unique séparant deux phases de natures chimiques différentes.

## II. GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES DANS DES BICRISTAUX BIPHASES DE LAITON

La réalisation de ces bicristaux est fondée sur un résultat classique de la diffusion en système polyphasé. Lorsque deux métaux purs A et B non miscibles en toute proportion sont pressés l'un contre l'autre et portés à haute température, toutes les phases intermédiaires prédites par le diagramme d'équilibre apparaissent. Si on utilise comme matériaux de départ non plus les métaux purs A et B mais deux phases  $\alpha$  et  $\beta$  consécutives d'un diagramme d'équilibre, il y a création par diffusion d'une nouvelle phase  $\beta$  dans la phase mère  $\alpha$  et apparition d'une nouvelle interface  $\alpha$ - $\beta$  exempte d'impuretés et d'oxydes (fig. A.I.3.). Cette technique a été utilisée pour la préparation de bicristaux biphasés de CuAl et de laiton en phase  $\alpha$  et  $\beta$  /6,7/. L'interface ainsi produite apparaît plane dans le cas de monocristaux, mais présente dans le cas d'une phase  $\alpha$  polycristalline des aspérités au niveau des joints triples  $\alpha$ - $\alpha$ - $\beta$  ou  $\beta$ - $\beta$ - $\alpha$ .

La détermination des orientations mutuelles des phases dans le laiton a été menée en collaboration d'une part avec S. HASHIMOTO, A. EBERHARDT et B. BAUDELET pour les aspects expérimentaux /8/ et d'autre part avec A. PERIO, J.J. BACMANN et A. EBERHARDT pour les aspects théoriques /9/ par la méthode du réseau "O" de BOLLMANN /10/. Cette méthode essentiellement géométrique repose sur la recherche des points de coïncidence entre les réseaux de chacune des phases supposés interprétés avec une orientation mutuelle donnée l'interface devant passer par le maximum de zones de bon accord. Il a été alors montré par cette méthode que les relations d'orientation les plus probables sont voisines des orientations classiques dans les systèmes CC - CFC, c'est à dire de KURDJUMOV-SACHS (K-S), de NISHIYAMA-WASSERMANN (N-W), de NISHIYAMA-WASSERMANN Inverse (N-W-I) et d'une relation intermédiaire appelée Th située entre K-S d'une part et N-W et N-W-I d'autre part. Le tableau A.I.1. donne pour chacune de ces orientations mutuelles, la correspondance existant entre les directions cristallographiques des deux réseaux, CFC pour la phase  $\alpha$  et CC pour la phase  $\beta$  .

L'étude expérimentale a été réalisée par la méthode de LAUE en

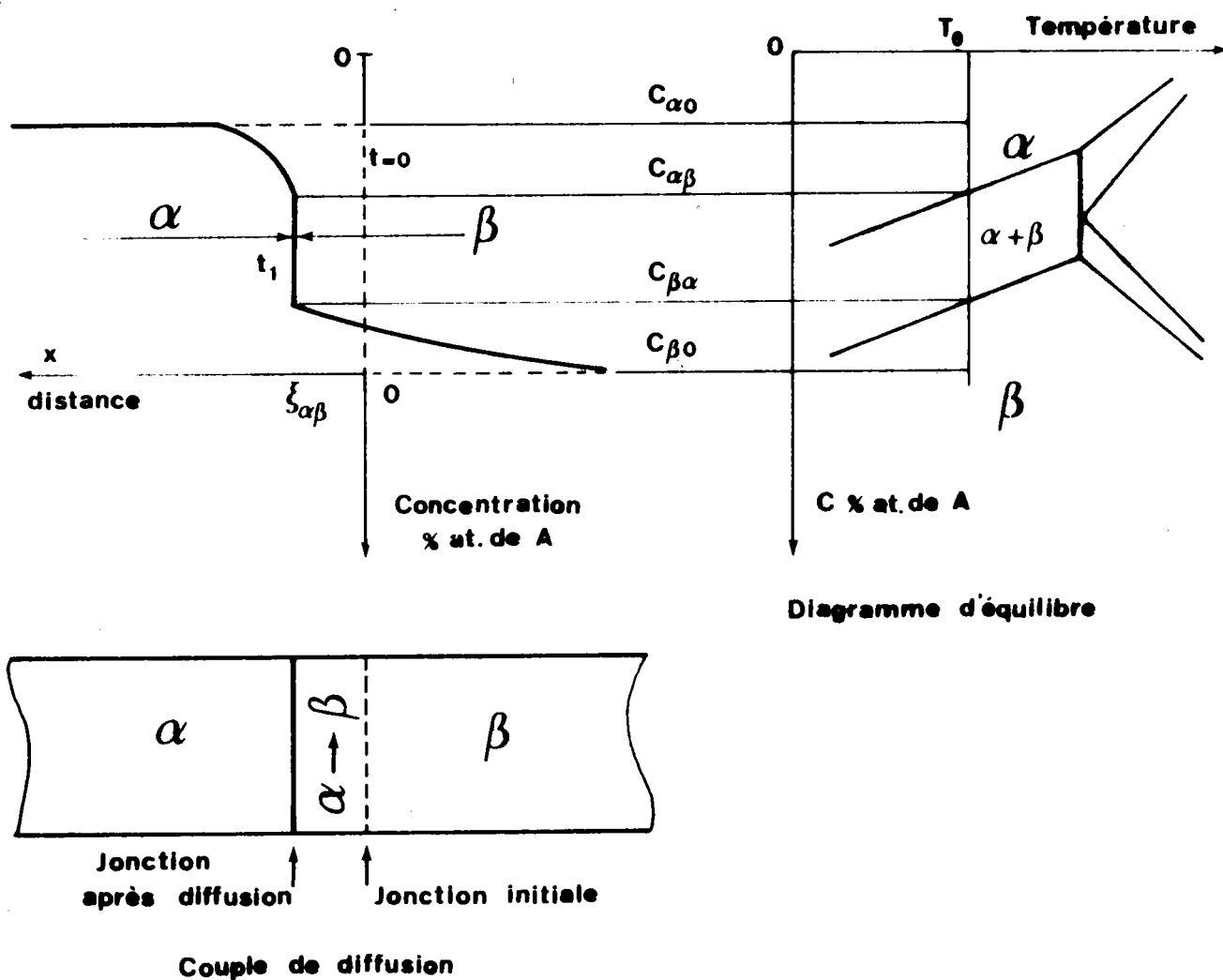


Fig. A.I.3.

Principe de la méthode de diffusion en phase solide utilisée pour la préparation des bicristaux biphasés à partir de deux phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

TYPE	CORRESPONDANCE ENTRE LES DIRECTIONS CRISTALLOGRAPHIQUES		ANGLE DE DEVIATION
	$\alpha$ (CFC)	$\beta$ (CC)	
K-S	$\begin{matrix} 1 & 1 & \bar{1} \\ \bar{1} & 0 & \bar{1} \\ \bar{1} & 2 & \bar{1} \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0 & 1 & \bar{1} \\ \bar{1} & 1 & \bar{1} \\ 2 & 1 & \bar{1} \end{matrix}$	 - - -
N-W	$\begin{matrix} \bar{1} & 1 & \bar{1} \\ 1 & 1 & 0 \\ \bar{1} & 1 & 2 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0 & 1 & \bar{1} \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 1 \end{matrix}$	 - - -
N-W-I	$\begin{matrix} \bar{1} & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \end{matrix}$	$\begin{matrix} \bar{1} & 1 & 1 \\ 1 & \bar{1} & 0 \\ 1 & \bar{1} & 2 \end{matrix}$	 - - -
BAIN	$\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & \bar{1} \\ 0 & 1 & 1 \end{matrix}$	 - - -
Th.	$\begin{matrix} 1 & \bar{1} & 1 \\ 1 & 1 & 0 \\ \bar{1} & 0 & 1 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0 & \bar{1} & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ \bar{1} & 1 & 1 \end{matrix}$	 2,5° 3,2° 3,2°

TABLEAU A.I.1.

Relations d'orientations classiques observées entre une phase CC et une phase CFC.

considérant différents plans d'interface de bas indice pour la phase mère  $\alpha$ . Il a été montré que :

- pour un plan d'interface du type  $(111)_\alpha$ , l'orientation Th est la plus probable suivie par les orientations N-W et K-S.
- pour un plan d'interface du type  $(011)_\alpha$  ou  $(001)_\alpha$  les orientations mutuelles sont respectivement N-W et K-S, N-W-I ou Th.
- L'orientation relative des phases ne peut pas être imposée : elle dépend du choix du plan de l'interface et est indépendante de l'orientation initiale de la phase  $\beta$ . Une telle caractéristique ne permet pas alors d'envisager une étude du glissement à l'interface en fonction de ce paramètre. Seule l'orientation du plan de l'interface par rapport à la phase  $\alpha$  peut être imposée et servir de paramètre dans l'étude d'une propriété.

Les essais de glissement qui ont été effectués sur ces bicristaux biphasés sont relatifs à la même orientation mutuelle des phases et au même plan cristallographique pour l'interface. L'étude concerne plus particulièrement l'influence de la morphologie de l'interface sur la vitesse stationnaire de cisaillement ainsi que le rôle de l'interaction de la déformation plastique des phases adjacentes avec le joint de phases.

EBERHARDT /1/ a ainsi montré que :

- Après un phénomène perturbateur dû à la dézincification, le régime stationnaire de glissement est très étendu (plusieurs millimètres de déplacement relatif) et la déformation peut être poursuivie jusqu'à séparation complète des deux phases au niveau de l'interface.
- La vitesse de glissement  $v$  est très élevée (0,1 mm/mn pour une cisssion appliquée  $\tau$  dans le plan de l'interface de 1 MPa)
- le comportement en cisaillement qui peut s'exprimer à partir d'une loi puissance  $v = A \tau^n$  comprend trois domaines :

Pour les contraintes faibles ( $\tau < 0,6$  MPa), le glissement se fait sans déformation appréciable de la phase ductile  $\beta$  et la vitesse est proportionnelle à la cisssion appliquée ( $n = 1$ ) (fig. A.I.4.). Un modèle de glissement aux joints contrôlé par diffusion permet de rendre compte de ce comportement. Une mesure de l'énergie d'activation dans ce domaine conduit à une valeur proche de l'énergie d'autodiffusion dans la phase  $\beta$ .

Pour les contraintes supérieures à 2 MPa, l'exposant de la contrainte est voisin de 3. La déformation devient rapide et consiste essentiellement en un cisaillement homogène de la phase  $\beta$ . La valeur de  $n$  est en accord avec les résultats concernant la déformation plastique à haute température de la phase  $\beta$  polycristalline.

Pour les contraintes intermédiaires ( $0,6 < \tau < 2$  Mpa), la déformation plastique de la phase  $\beta$  contrairement au domaine des faibles contraintes n'est plus négligeable et elle intervient de deux manières distinctes : d'une part en augmentant la vitesse apparente de glissement et d'autre part en interagissant directement avec le joint de phases : cette interaction se traduit par une augmentation de la densité des défauts géométriques présents dans le plan de l'interface (fig. A.I.5.). La loi de comportement s'exprime maintenant sous la forme  $v = B \lambda \tau^n$  avec  $n \approx 2$ . La période  $\lambda$  des défauts géométriques a été trouvée constante pour des essais de cisaillement effectués par sauts de contraintes à valeur décroissante, alors qu'elle diminue avec la contrainte suivant une loi en  $\tau^{-0,5}$  pour des sauts de contraintes à valeurs croissantes. Il en résulte alors dans ce cas une valeur apparente de l'exposant de la contrainte voisin de 1,5 en accord avec les observations expérimentales (fig. A.I.4.).

Ces essais à morphologie d'interface "constante" ou "variable" montrent que dans ce domaine, la vitesse de glissement intrinsèque est proportionnelle au carré de la cisssion appliquée. Le mécanisme de diffusion précédent ne permet plus de rendre compte d'une telle loi de comportement. Il est alors nécessaire d'envisager une accommodation plastique faisant intervenir le déplacement de dislocations contrôlé par la montée soit dans le joint de phases, soit dans la phase  $\beta$  à l'intérieur d'une zone voisine de l'interface. Dans ces conditions, le glissement macroscopique résulte d'une déformation locale de la phase  $\beta$  située au niveau supérieur des aspérités présentes dans le plan de l'interface avec une loi en  $\tau^2$ . Des observations des surfaces libres des

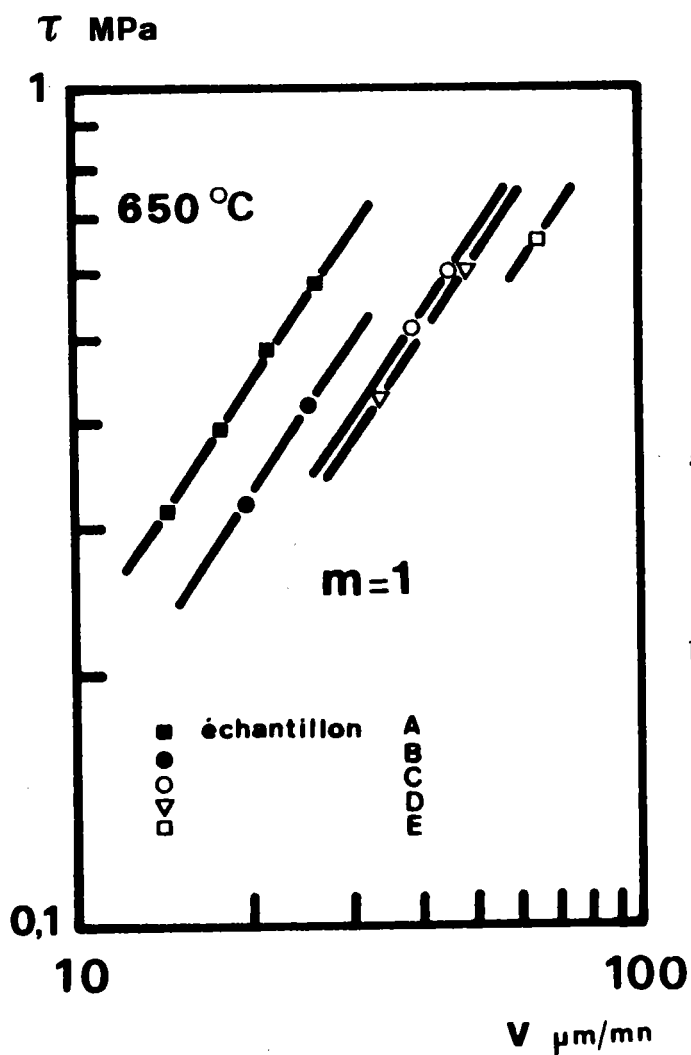
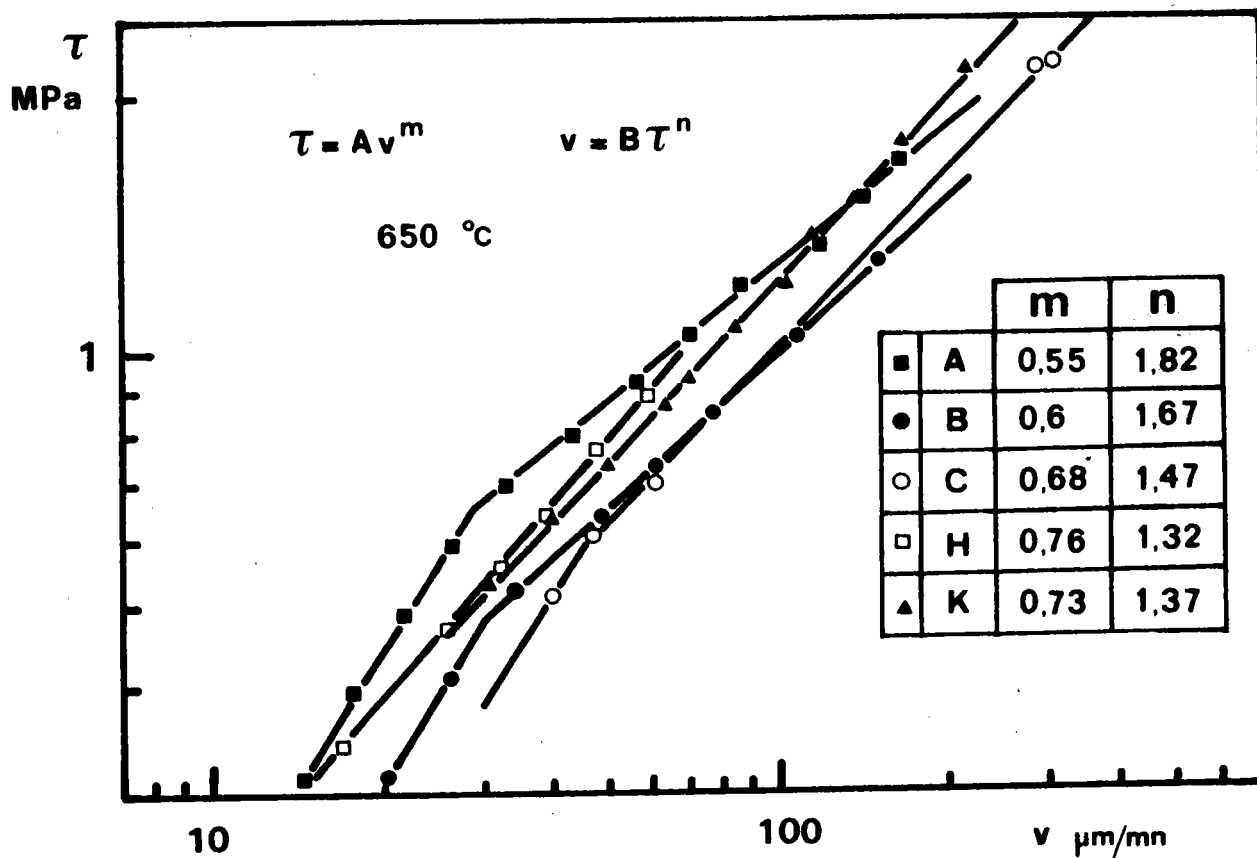
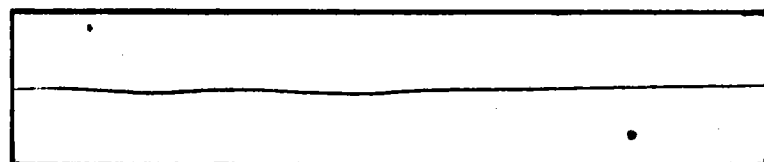


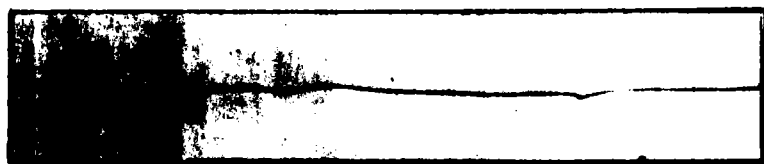
Fig. A.I.4.

a) Loi de comportement en cisaillement de bicristaux biphasés de laiton pour différents échantillons.

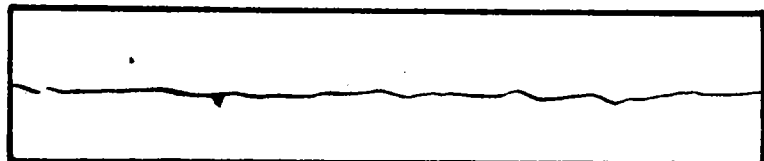
b) Pour les faibles contraintes, la vitesse est proportionnelle à la cisssion appliquée. (La pente correspondant à l'échantillon E a été déterminée par sauts de contrainte).  
D'après EBERHARDT /1/.



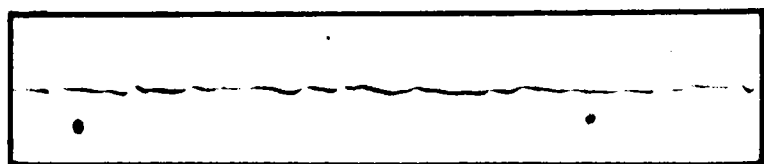
a



b



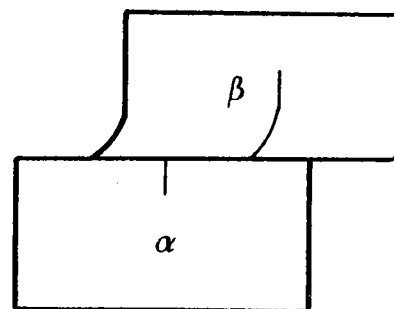
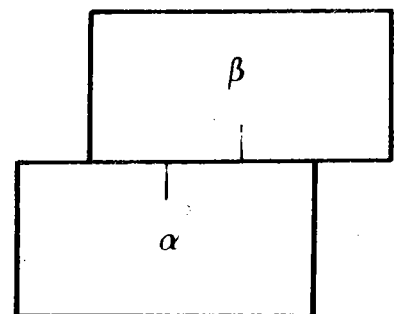
c



d



e



$\tau$ MPa	Période des défauts $\lambda(\mu\text{m})$	Fig.
0,39	65	a
0,56	40	b
1,26	6	c
2	5	d
3	4	e

Fig. A.I.5.

Evolution de la période des défauts géométriques contenus dans le plan du joint de phases en fonction de la cisssion appliquée.

D'après EBERHARDT /1/.



phases  $\alpha$  et  $\beta$  générées après cisaillement confirment cette dernière hypothèse. La surface libre  $\beta$  présente en effet un ensemble de sillons parallèles à la direction de glissement et espacés d'une distance égale à la période des aspérités, alors que la surface libre  $\alpha$  est recouverte uniformément de phase  $\beta$  dont l'épaisseur est de 1 micron environ. Une succession de polissages électrolytiques fait apparaître des îlots  $\alpha$  qui constituent les parties supérieures des aspérités contenues dans le plan du joint de phases. La forme de ces îlots montre que les défauts géométriques sont probablement associés à la déformation plastique de la phase  $\beta$  selon un processus de glissement de dislocations contrôlé par la montée avec transformation de phase locale. Cependant, un tel mécanisme n'a pu être vérifié expérimentalement.

L'ensemble de cette étude concernant le glissement aux joints de phases montre que ce mécanisme est quasi impossible à observer de manière intrinsèque, tant dans les eutectiques lamellaires que dans les bicristaux biphasés, étant donné la non planéité des joints. Il nécessite une accommodation pour s'effectuer et dans les deux cas que nous avons considérés, celle-ci contrôle la vitesse de déformation.

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ A. EBERHARDT, Doctorat d'Etat, METZ (1979).
- /2/ M. SUERY, A. EBERHARDT, B. BAUDELET, M. CAGNON, G. SAUVAGE, J.J. FAVIER et M. TURPIN, Proceedings of the Conference on In-Situ Composites II, LAKEVILLE, U.S.A. (1975).
- /3/ B. LABULLE et C. PETIPAS, J. Crystal Growth, 28 (1975) 279.
- /4/ R. BONNET, Doctorat d'Etat, Grenoble (1974).
- /5/ M. CAGNON, M. SUERY, A. EBERHARDT et B. BAUDELET, Acta Met., 25 (1977) 71.
- /6/ A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, Scripta Met., 9 (1975) 1231.
- /7/ A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, Proceedings of the "4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys", NANCY, 30 août - 3 septembre 1976, 1, 388.
- /8/ S. HASHIMOTO, A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, Phil. Mag., 38 (1978) 629.
- /9/ A. PERIO, J.J. BACMANN, M. SUERY et A. EBERHARDT, Rev. Phys. Appl., 12, (1977) 1197.
- /10/ W. BOLLMANN, "Crystal Defects and Crystalline Interfaces", Springer - Verlag, BERLIN (1970).

## ANNEXE II

DETERMINATION DES GRANDEURS CARACTERISTIQUES  
DE LA STRUCTURE DES LAITONS  $\alpha - \beta$ 

L'étude de la structure en volume d'un alliage ne peut se faire qu' à partir de coupes planes à travers un ou plusieurs échantillons représentatifs de cet alliage. La microstructure est observée dans le plan de coupe après polissage et attaque. Le choix des plans de coupe dépend de la répartition des phases dans l'alliage étudié. Si la structure est homogène, des plans de coupe au hasard donneront une image représentative de l'aspect microscopique de l'échantillon. Si la structure est hétérogène comme c'est le cas des alliages obtenus par filage ou laminage, il est nécessaire de tenir compte des orientations spécifiques des phases dans l'échantillon étudié.

Plusieurs techniques sont proposées pour la mesure des paramètres caractéristiques de la structure d'un alliage. Nous utiliserons la méthode des interceptions linéaires consistant à mesurer la longueur totale de grains de chaque phase interceptée par un réseau de lignes parallèles, soit  $(L_T)_\alpha$  et  $(L_T)_\beta$  (Fig. A.II.1.). Pour obtenir les longueurs de lignes interceptées par les phases  $\alpha$  et  $\beta$  par unité de longueur de ligne, il suffit de diviser les quantités précédentes par la longueur totale  $L_T$  des lignes du réseau : on obtient aussi les quantités :

$$(L_L)_\alpha = \frac{(L_T)_\alpha}{L_T} \quad (\text{A.II.1.})$$

$$\text{et} \quad (L_L)_\beta = \frac{(L_T)_\beta}{L_T} \quad (\text{A.II.2.})$$

La mesure est effectuée sur un analyseur d'images semi-automatique KONTRON par pointage des intersections des joints de grains avec les lignes du réseau.

## A.II.2.

Pour chaque détermination, un minimum de 500 interceptions a été mesuré sur une micrographie optique agrandie au format 13 x 18.

### 1. DETERMINATION DE LA PROPORTION DES PHASES (FRACTION VOLUMIQUE)

La mesure de la fraction volumique est fondée sur l'utilisation du théorème de ROSIWAL qui exprime que la fraction linéaire de tout constituant  $\alpha$  d'un agrégat polycristallin mesurée sur une section plane représentative est égale à sa fraction volumique :

$$\alpha = (V_V)_\alpha = (L_L)_\alpha = \frac{(L_T)_\alpha}{L_T} \quad (\text{A.II.3.})$$

de même  $\beta = (V_V)_\beta = (L_L)_\beta = \frac{(L_T)_\beta}{L_T} \quad (\text{A.II.4.})$

### 2. DETERMINATION DE LA TAILLE DES GRAINS

La taille de grains est un paramètre important qui intervient dans de nombreuses relations en métallurgie physique. Malheureusement, il est impossible d'en trouver une définition unique et sa valeur dépend de la méthode de mesure utilisée. Selon SMITH /1/ une structure monophasée peut être décrite par deux paramètres qui sont obtenus par des mesures métallographiques sur un plan de section.

- une mesure linéaire reliée à la taille des grains : "la distance moyenne à travers un grain".
- un indice numérique relatif à la forme du grain : "le rapport des longueurs du périmètre et de la ligne interceptée".

Dans le cas d'un matériau biphasé, il est possible d'appliquer les mêmes principes à chacune des phases ; nous obtenons ainsi pour la distance moyenne à travers un grain  $\alpha$  :

$$L_\alpha = \frac{(L_L)_\alpha}{(N_L)_\alpha} \quad (\text{A.II.5.})$$

où  $(N_L)_\alpha$  est le nombre de grains  $\alpha$  par unité de longueur de ligne.

de même  $L_\beta = \frac{(L_L)_\beta}{(N_L)_\beta} \quad (\text{A.II.6.})$

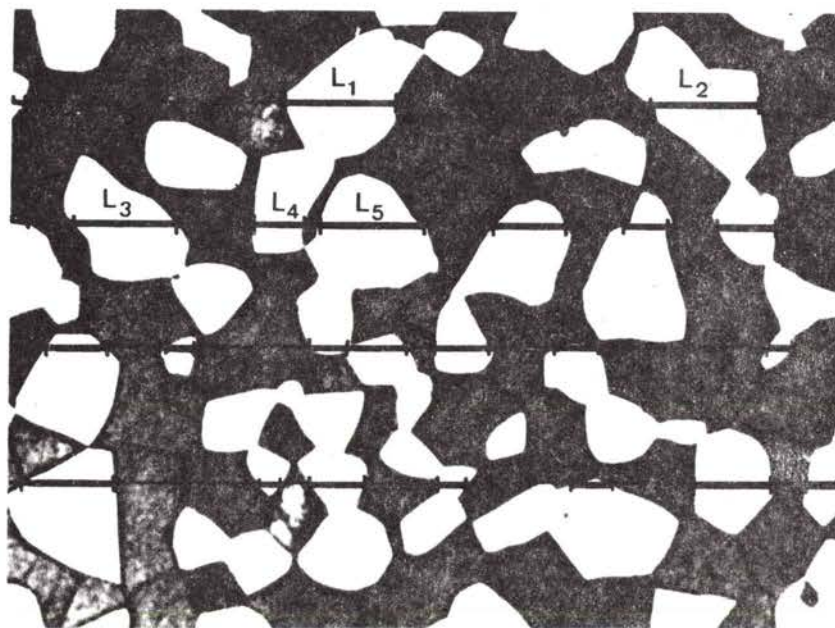


Fig.A.II.1.

Illustration de la méthode des interceptions linéaires. La longueur moyenne interceptée par les grains de la phase  $\alpha$  est calculée par les relations A.II.1. et A.II.5. où  $(l_p)_\alpha = L_1 + L_2 + \dots + L_n$

Ces grandeurs constitueront dans la suite les tailles de grain  $L_\alpha$  et  $L_\beta$ .  
 $L_\alpha$  et  $L_\beta$  sont liés entre eux par la relation :

$$L_\alpha = \frac{(L_L)_\alpha}{(N_L)_\alpha} \frac{(N_L)_\beta}{(L_L)_\beta} L_\beta = \frac{\alpha}{1-\alpha} \frac{(N_L)_\beta}{(N_L)_\alpha} L_\beta = k(\alpha)L_\beta \quad (\text{A.II.7.})$$

La figure A.II.2. donne les variations de  $k(\alpha)$  en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$  à partir de mesures effectuées sur les différents alliages déformés ou recuits à différentes températures. La taille des grains apparaît alors d'autant plus grande comparativement à celle des grains  $\beta$  que la proportion  $\alpha$  est plus grande. Elles sont égales pour une fraction volumique égale à 0,5.

Remarque :

La structure des laitons peut être assimilée à des grains  $\alpha$  ou des agglomérats de grains  $\alpha$  dans une matrice  $\beta$ . Dans ces conditions, on définit souvent le libre parcours moyen dans la phase  $\beta$  ou distance moyenne entre phases  $\alpha$ .

$$\lambda_\beta = \frac{1-(L_L)_\alpha}{(N_L)_\alpha} = \frac{1-\alpha}{\alpha} L_\alpha \quad (\text{A.II.8})$$

La variation du coefficient  $k'(\alpha) = \frac{\alpha}{1-\alpha} = \frac{L_\alpha}{\lambda_\beta}$  est également représentée sur la figure A.II.2. Les deux courbes diffèrent du facteur  $\frac{(N_L)_\beta}{(N_L)_\alpha}$  qui traduit simplement la façon dont sont distribués les grains  $\alpha$  et  $\beta$  le long d'une ligne du réseau.

Toutes les mesures de taille de grains ont été effectuées sur des plans de coupe perpendiculaires à la direction de filage des échantillons, cette direction coïncidant avec la direction de traction.

### 3. DETERMINATION DE LA FORME DES PHASES

Pour caractériser la forme des phases, en particulier celle de la phase  $\alpha$  après filage et recuit, nous n'avons pas retenu l'indice de SMITH pour des raisons de commodité d'interprétation. La taille des phases  $\alpha$ ,  $D_\alpha$ , a été déterminée par la méthode des interceptions linéaires sur des coupes longitudinales, parallèlement à l'axe de traction ( $D_{\alpha//}$ ) et perpendiculairement à celui-ci ( $D_{\alpha\perp}$ ). Le rapport  $\frac{D_{\alpha//}}{D_{\alpha\perp}}$  a alors été déterminé. Un tel paramètre a également été utilisé par d'autres auteurs /2/.

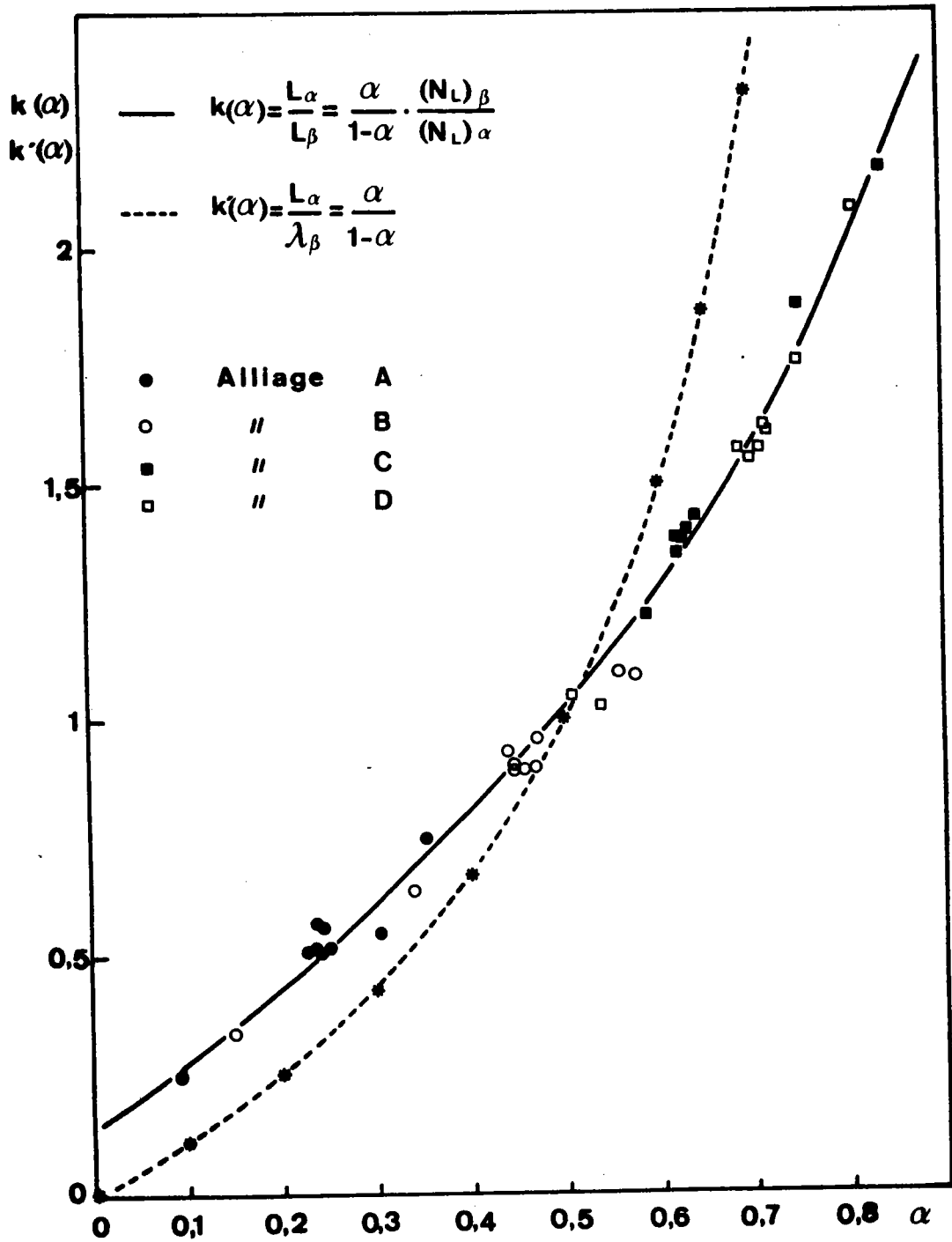


Fig.A.II.2.

Relations entre la taille des grains  $\beta$  et la taille des grains  $\alpha$ .  
 Comparaison avec le libre parcours moyen dans la phase  $\beta$ .

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ C.S. SMITH et L.G. GUTTMAN, Trans. AIME, 197 (1953) 81.
- /2/ B.M. WATTS et M.J. STOWELL, J. Mat. Sci., 6 (1971) 228.



## ANNEXE III

## SIMULATION HYDRODYNAMIQUE

Pour la détermination de la loi de comportement du matériau de simulation et l'étude de l'influence des particules dures, deux types d'essais mécaniques ont été utilisés : le filage direct et l'essai de poinçonnement, car ils présentent l'avantage de pouvoir être mis en oeuvre facilement pour des matériaux mous difficiles à solliciter en traction ou compression. De plus, des études récentes ont montré qu'il existait une correspondance entre les caractéristiques mécaniques déduites de ces essais et celles obtenues par les essais classiques de traction ou de compression /1,2/.

1. ETUDE PAR POINÇONNEMENT

L'essai de poinçonnement est un essai de pénétration pour lequel le pénétrateur est un barreau cylindrique à extrémité plane. Il présente un certain nombre d'avantages par rapport aux essais classiques : contrainte constante à charge constante, déformation stable, possibilité d'effectuer plusieurs essais à contrainte ou température différentes sur un même échantillon. Pour un matériau obéissant à une loi de comportement du type  $\dot{\epsilon} = K\sigma^n$ , il a été montré par une méthode aux éléments finis que la vitesse de poinçonnement en régime stationnaire pouvait se mettre sous la forme /3/ :

$$V_p = 2a K \left( \frac{\sigma_p}{\ell} \right)^n \quad (\text{A.III.1.})$$

où  $a$  est le rayon du poinçon,  $\sigma_p$  est la contrainte de poinçonnement ( $= F_p / \pi a^2$ ,  $F_p$  étant la force appliquée sur le poinçon),  $\ell$  est un coefficient dépendant du matériau qui caractérise l'étendue de la zone affectée par la déformation sous le poinçon. Cet essai apparaît donc équivalent du point de vue équation, à un essai de fluage en compression sur une éprouvette de hauteur  $2a$  et de section  $\ell \pi a^2$ .

### A.III.2.

Les essais ont été effectués à 20°C avec un poinçon de 15 mm de diamètre dans une gamme de contraintes de poinçonnement comprises entre 1 et  $6 \times 10^{-2}$  MPa, le matériau étudié étant placé dans un récipient de hauteur 50 mm et de diamètre 80 mm, c'est à dire suffisamment grand par rapport aux dimensions du piston utilisé.

La figure A.III.1. représente les variations en fonction du temps du déplacement du piston lors d'un essai effectué à contrainte de poinçonnement constante pour le matériau seul et pour les matériaux présentant des proportions en volume croissant de billes de verre (la contrainte de poinçonnement doit être augmentée lorsque la proportion augmente de manière à garder une vitesse approximativement constante). Les courbes obtenues présentent trois parties : après un régime transitoire d'amplitude 1 mm environ, la vitesse de poinçonnement est approximativement constante jusqu'à 5 mm environ. Lorsque le piston continue à s'enfoncer, la vitesse augmente alors pour atteindre un nouveau régime stationnaire d'amplitude plus grande. Au-delà d'une profondeur de pénétration d'environ 15 mm, l'effet du fond du récipient commence à se faire sentir et la vitesse de poinçonnement décroît à nouveau. Seul a été considéré pour la suite le domaine de pénétration correspondant aux vitesses stationnaires. Sur la figure A.III.2. sont reportées les variations en coordonnées logarithmiques de la vitesse de poinçonnement en fonction de la contrainte pour le matériau seul et pour les matériaux présentant des proportions en volume croissant de billes de verre.

Les courbes montrent que :

- le matériau est sensible à la contrainte avec une valeur du coefficient  $n$  constante et égale à  $5,5 \pm 0,2$  dans le domaine étudié, c'est à dire pour des vitesses de poinçonnement comprises entre 1 et 300 mm/mn correspondant à des vitesses de déformation comprises entre  $6 \cdot 10^{-2}$  et  $20 \text{ mn}^{-1}$  environ.
- la présence des billes de verre ne modifie pas la valeur du coefficient  $n$ . Cependant, la vitesse de poinçonnement décroît fortement lorsque la fraction volumique des particules augmente.

Ces deux résultats conduisent à la conclusion que pour le matériau présentant une proportion  $p$  de particules, la loi de comportement globale s'écrit :

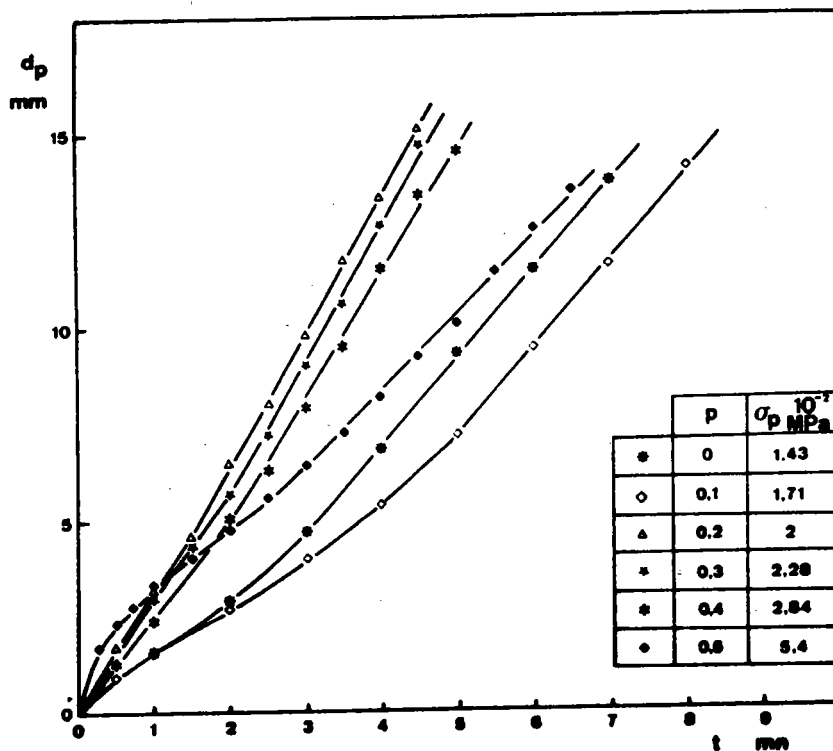


Fig. A.III.1.

Courbes de variation du déplacement du poinçon en fonction du temps pour des essais à contrainte de poinçonnement constante.

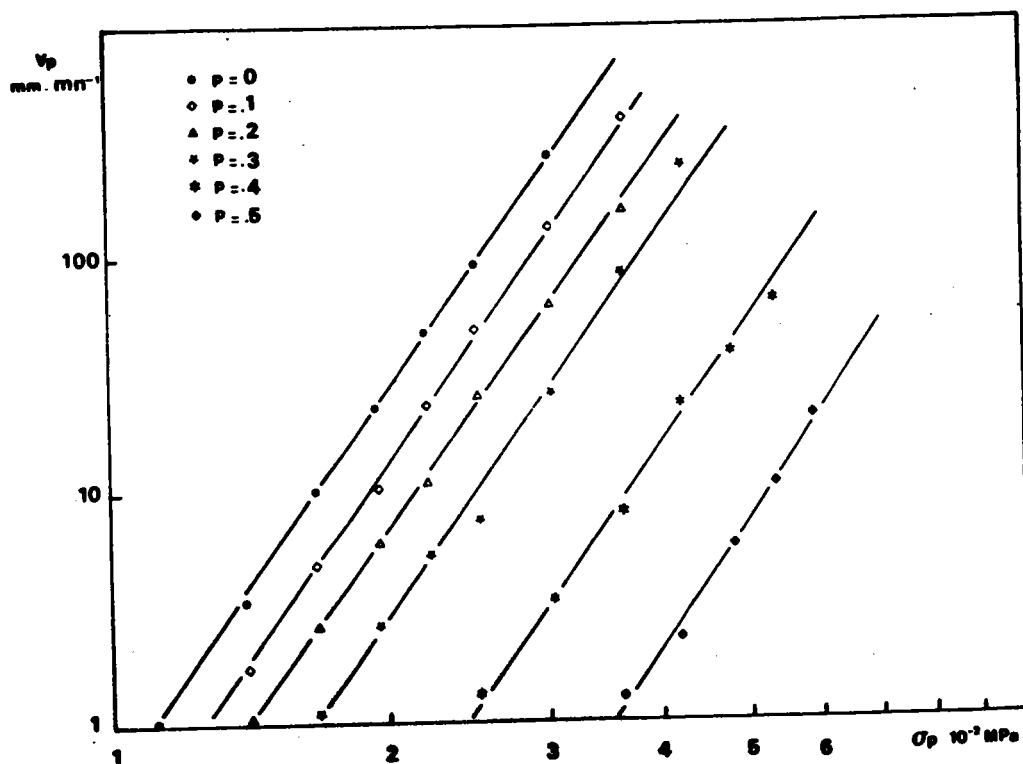


Fig. A.III.2.

Relations entre la vitesse de poinçonnement et la contrainte pour le matériau de simulation présentant des proportions variables de billes de verre.

$$\dot{\epsilon}_g(p) = f(p) \dot{\epsilon}_m \quad (\text{A.III.2.})$$

où  $f(p)$  est une fonction de la proportion  $p$  et  $\dot{\epsilon}_m$  est la loi de comportement du matériau sans particules soit :

$$\dot{\epsilon}_m = K(o) \sigma^n$$

Nous pouvons alors écrire :

$$f(p) = \frac{K(p)}{K(o)} = \frac{V_p(p)}{V_p(o)} \left( \frac{l(p)}{l(o)} \right)^n = r(p) \left( \frac{l(p)}{l(o)} \right)^n \quad (\text{A.III.3.})$$

La figure A.III.3. représente les variations de la quantité  $r(p)$  en fonction de la fraction volumique  $p$  de particules.

## 2. ETUDE PAR FILAGE

L'essai de filage a été utilisé pour la détermination de la loi de comportement du matériau de simulation malgré les difficultés théoriques liées au calcul de la contrainte de filage en fonction des caractéristiques géométriques de l'outillage et des caractéristiques du matériau. Cependant, il a été montré récemment que pour un matériau obéissant à une loi de comportement du type  $\dot{\epsilon} = K\sigma^n$ , l'expression analytique de la vitesse du filage prend la forme /2/ :

$$V_F = K\sigma_F^n \phi(G, \mu, n) \quad (\text{A.III.4.})$$

où  $\sigma_F$  est la contrainte de filage et  $\phi(G, \mu, n)$  est une fonction des facteurs géométriques, du coefficient  $\mu$  de frottement du matériau sur l'outillage et du coefficient  $n$ . Cette relation ne permet pas de déterminer facilement le coefficient  $n$  si celui-ci n'est pas constant dans le domaine des vitesses de déformation imposées au matériau. En effet, la fonction  $\phi(G, \mu, n)$  apparaît fortement dépendante de la valeur de  $n$  : la figure A.III.4. représente les variations en coordonnées semi-logarithmiques de  $\phi$  en fonction de  $n$  pour différentes valeurs de  $\mu$  et dans les conditions de nos essais. La courbe obtenue montre que  $\phi$  décroît lorsque le coefficient  $n$  augmente et d'autant plus que le coefficient  $\mu$  est plus important. Ce type d'essai apparaît donc réservé à des matériaux dont le coefficient  $n$  est

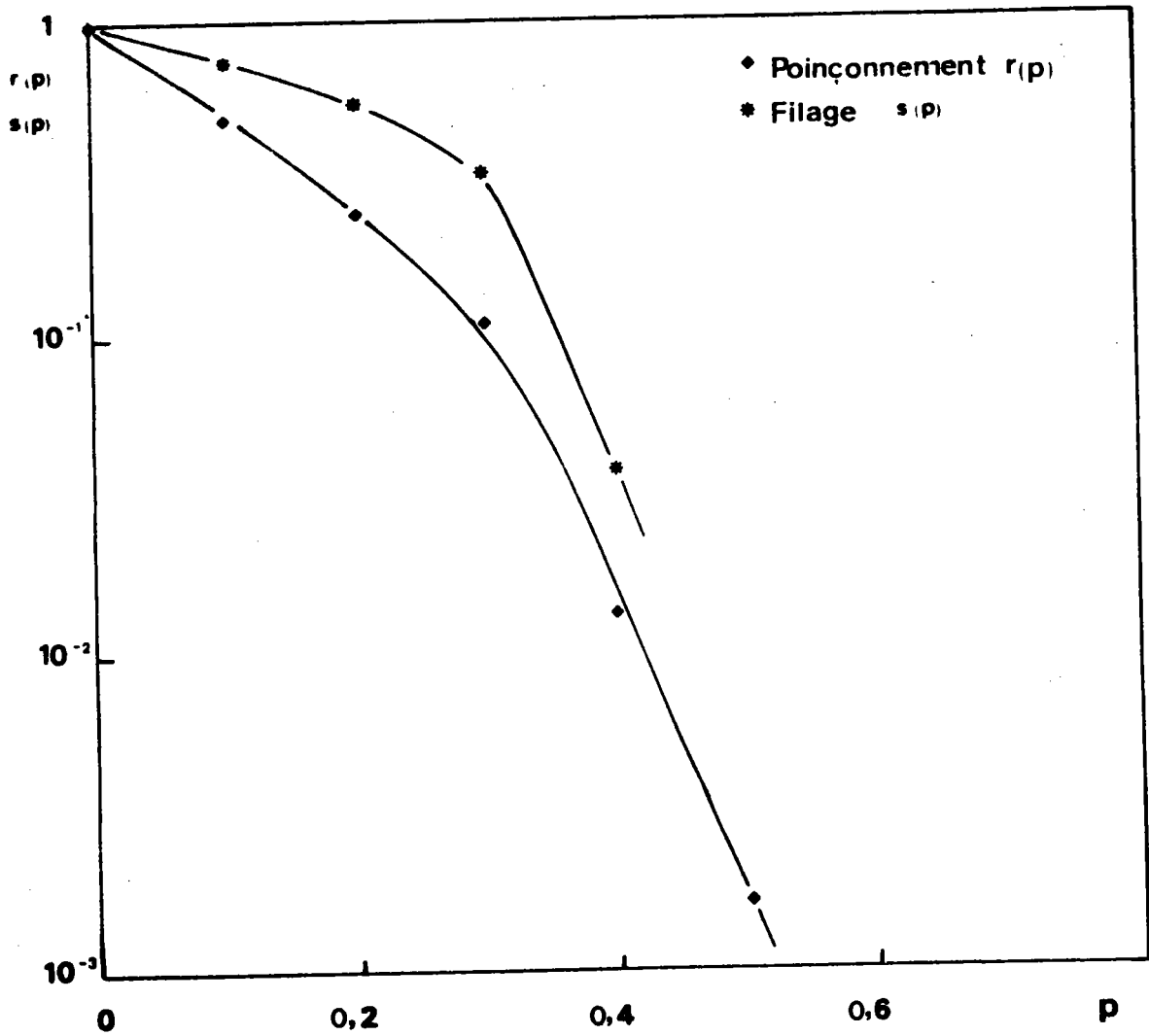


Fig. A.III.3.

Variations des fonctions  $r(p)$  et  $s(p)$  définies par les relations A.III.3 et A.III.6. en fonction de la fraction volumique de billes de verre.

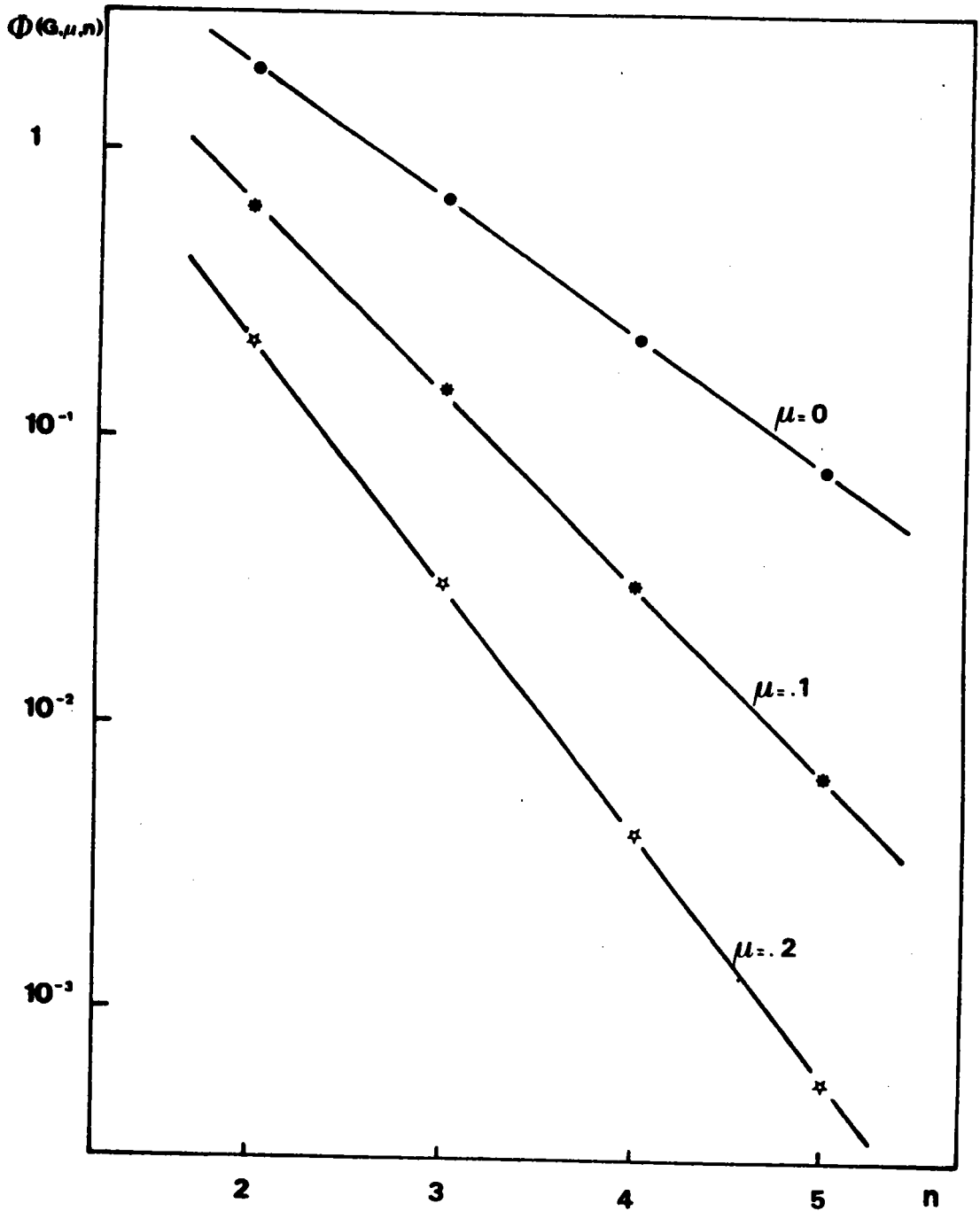


Fig. A.III.4.

Influence du coefficient de frottement sur la relation entre  $\phi$  ( $G, \mu, n$ ) et  $n$ .

constant sur un grand domaine de vitesse de déformation. En effet, la vitesse de déformation locale imposée au matériau en un point où le diamètre de la filière est  $D$  est donnée par /4/ :

$$\dot{\epsilon}_D = \frac{4V_F D_F^2 \operatorname{tg} \alpha}{D^3} \quad (\text{A.III.5.})$$

où  $D_F$  est le diamètre de sortie et  $\alpha$  le demi-angle de la filière. Cette vitesse de déformation est alors comprise entre  $\frac{4V_F D_F^2 \operatorname{tg} \alpha}{D_o^3}$  et  $\frac{4V_F \operatorname{tg} \alpha}{D_F}$

où  $D_o$  est le diamètre initial de la filière. Dans nos essais où  $D_o = 32$  mm,  $D_F = 6,5$  mm et  $\alpha = 30^\circ$ , ce domaine s'étend de  $3 \times 10^{-3} V_F$  à  $0,36 V_F$ . Ainsi, pour une vitesse de filage donnée, la vitesse de déformation locale varie dans un rapport supérieur à 100 au fur et à mesure que le matériau progresse dans la zone de déformation.

Dans le cas où  $n$  est approximativement constant dans le domaine de sollicitation, il peut être obtenu par la pente de la courbe donnant en coordonnées logarithmiques les variations de la vitesse de filage en fonction de la contrainte. De telles courbes sont représentées sur la figure A.III.5. pour des essais effectués à vitesse de filage constante grâce à la machine de traction pour le matériau seul et pour les matériaux présentant des proportions en volume croissantes de billes de verre. Ces courbes montrent que :

- Dans un domaine de vitesse de filage compris entre 5 et 200 mm/mn (correspondant à un domaine de vitesses de déformation compris entre  $1,5 \times 10^{-2}$  et  $72 \text{ mn}^{-1}$ ) le matériau est sensible à la contrainte avec une valeur de  $n$  constante et égale à 4,5 environ.
- Le coefficient  $n$  n'est pas modifié par la présence de billes de verre. Cependant, la vitesse de filage apparaît d'autant plus faible que la fraction volumique de particules est plus importante.

Ces résultats montrent que, de même que pour les essais de poinçonnement, la vitesse de déformation globale s'écrit :

$$\dot{\epsilon}_g(p) = f(p) \dot{\epsilon}_m$$

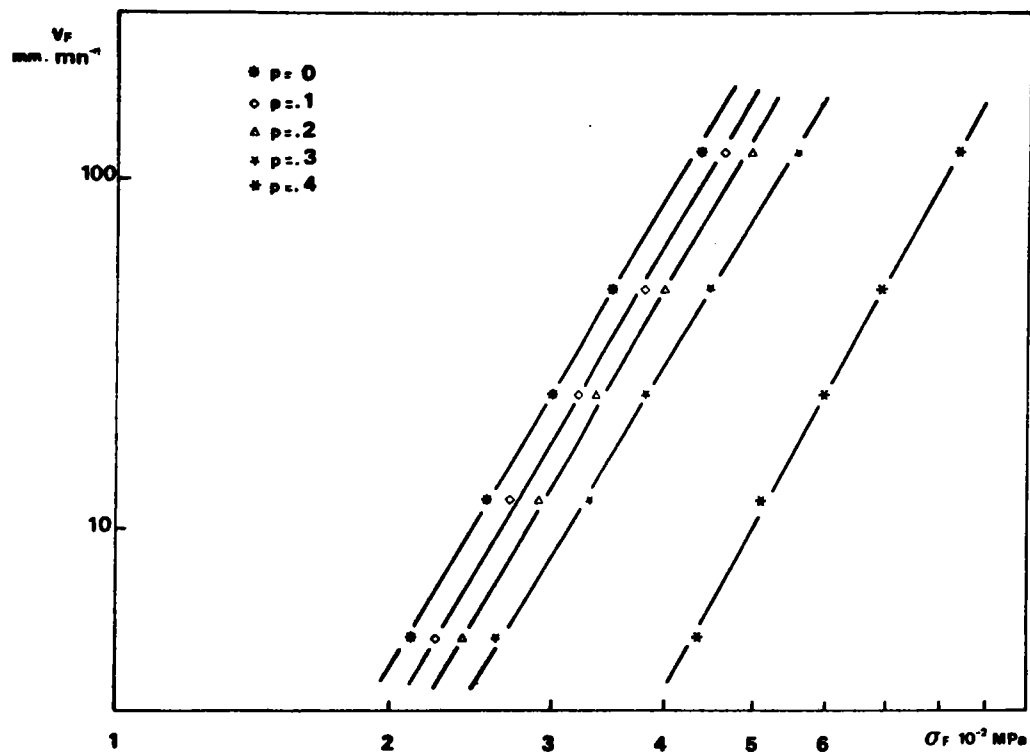


Fig. A.III.5.

Relations entre la vitesse de filage et la contrainte pour le matériau de simulation présentant des proportions variables de billes de verre.



$$\text{où } f(p) = \frac{K(p)}{K(o)} = \frac{V_F(p)}{V_F(o)} \frac{\phi(G, \mu, n)_{p=0}}{\phi(G, \mu, n)_p} \quad (\text{A.III.6.})$$

La figure A.III.3 représente les variations de la quantité  $s(p) = \frac{V_F(p)}{V_F(o)}$  en fonction de la fraction volumique  $p$  de particules.

### 3. DISCUSSION

Les résultats des études de filage et de poinçonnement montrent que le mélange vaseline-paraffine est sensible à la contrainte avec des valeurs de  $n$  comprises entre 4,5 et 5,5 dans un domaine de vitesse de déformation compris entre  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$  et  $10^2 \text{ mn}^{-1}$  environ. De plus, ce coefficient n'est pas modifié par la présence des billes de verre, la vitesse de sollicitation en revanche étant diminuée au fur et à mesure que leur fraction volumique augmente comme le montrent les courbes de la figure A.III.3. Ces courbes mettent en évidence des variations assez différentes pour les fonctions  $r(p)$  et  $s(p)$  : cependant, elles ne traduisent l'influence de la proportion des particules sur la vitesse de déformation que dans la mesure où les quantités  $l$  et  $\phi$  sont indépendantes du matériau, c'est à dire dans ce cas de la fraction volumique de billes de verre.

- Dans les essais de poinçonnement,  $l$  caractérise l'étendue de la zone affectée par la déformation sous le poinçon. Bien que cette zone n'ait pas été mesurée expérimentalement, les essais effectués montrent une augmentation de l'étendue de celle-ci avec la proportion  $p$  de particules liée à l'augmentation de la viscosité du matériau. Si on suppose une variation linéaire,  $l(p)$  s'écrit :

$$l(p) = l(o) (1 + \gamma p) \quad (\text{A.III.7.})$$

La fonction  $f(p)$  prend alors la forme :

$$f(p) = r(p) (1 + \gamma p)^n \quad (\text{A.III.8.})$$

ou en passant aux logarithmes :

$$\text{Log } f(p) = \text{Log } r(p) + n \text{ Log } (1 + \gamma p) \quad (\text{A.III.9.})$$

En supposant  $\gamma p$  petit, on obtient :

$$\text{Log } f(p) \simeq \text{Log } r(p) + n\gamma p$$

(A.III.10.)

La courbe donnant les variations de la fonction  $f(p)$  apparaît donc décalée de la courbe expérimentale  $r(p)$  d'une quantité d'autant plus grande que la fraction volumique de billes de verre est plus importante. La figure A.III.6. illustre la correction à apporter à  $r(p)$  pour obtenir  $f(p)$  en supposant seulement une augmentation de 3 % de l'étendue de la zone affectée par la déformation par fraction de 10 % de la proportion des particules.

- Dans les essais de filage, la fonction  $\phi$  dépend du coefficient de frottement du matériau sur l'outillage et sa variation est mise en évidence sur les courbes de la figure A.III.4. C'est une fonction fortement décroissante de  $\mu$  et pour étudier son influence sur la courbe expérimentale  $s(p)$ , nous allons examiner les conditions expérimentales dans lesquelles sont effectués les essais. Le filage est réalisé à vitesse constante par l'intermédiaire d'un piston solidaire de la cellule de mesure de charge ... Deux paramètres interviennent alors : le frottement du piston sur les parois du conteneur (qui n'est pas pris en compte dans la fonction  $\phi$ ) qui est indépendant du matériau, mais dont l'effet considéré comme négligeable est relativement d'autant plus important que la force nécessaire au filage est plus faible, et celui du matériau sur l'ensemble de l'outillage, caractérisé par  $\mu$ , qui est d'autant plus grand que le matériau adhère davantage aux parois, c'est à dire qu'il contient une proportion plus petite de billes de verre. Dans ces conditions, et compte tenu de la figure A.III.4., la quantité  $\frac{\phi(p=0)}{\phi(p)}$  est inférieure à l'unité et décroît au fur et à mesure que  $p$  augmente. La fonction  $f(p)$  doit donc se situer en-dessous de la courbe expérimentale  $s(p)$  et la figure A.III.6. illustre qualitativement la correction qui doit être apportée à  $s(p)$  pour obtenir  $f(p)$ .

Ainsi, les essais effectués en filage et poinçonnement permettent d'obtenir une estimation des variations de la fonction  $f(p)$  : en effet, les valeurs réelles se situent certainement entre les valeurs expérimentales obtenues par poinçonnement d'une part et celles déduites des essais de filage d'autre part. La figure A.III.6. représente en coordonnées semi-logarithmiques l'évolution probable de  $f(p)$  en fonction de la fraction volumique de particules.

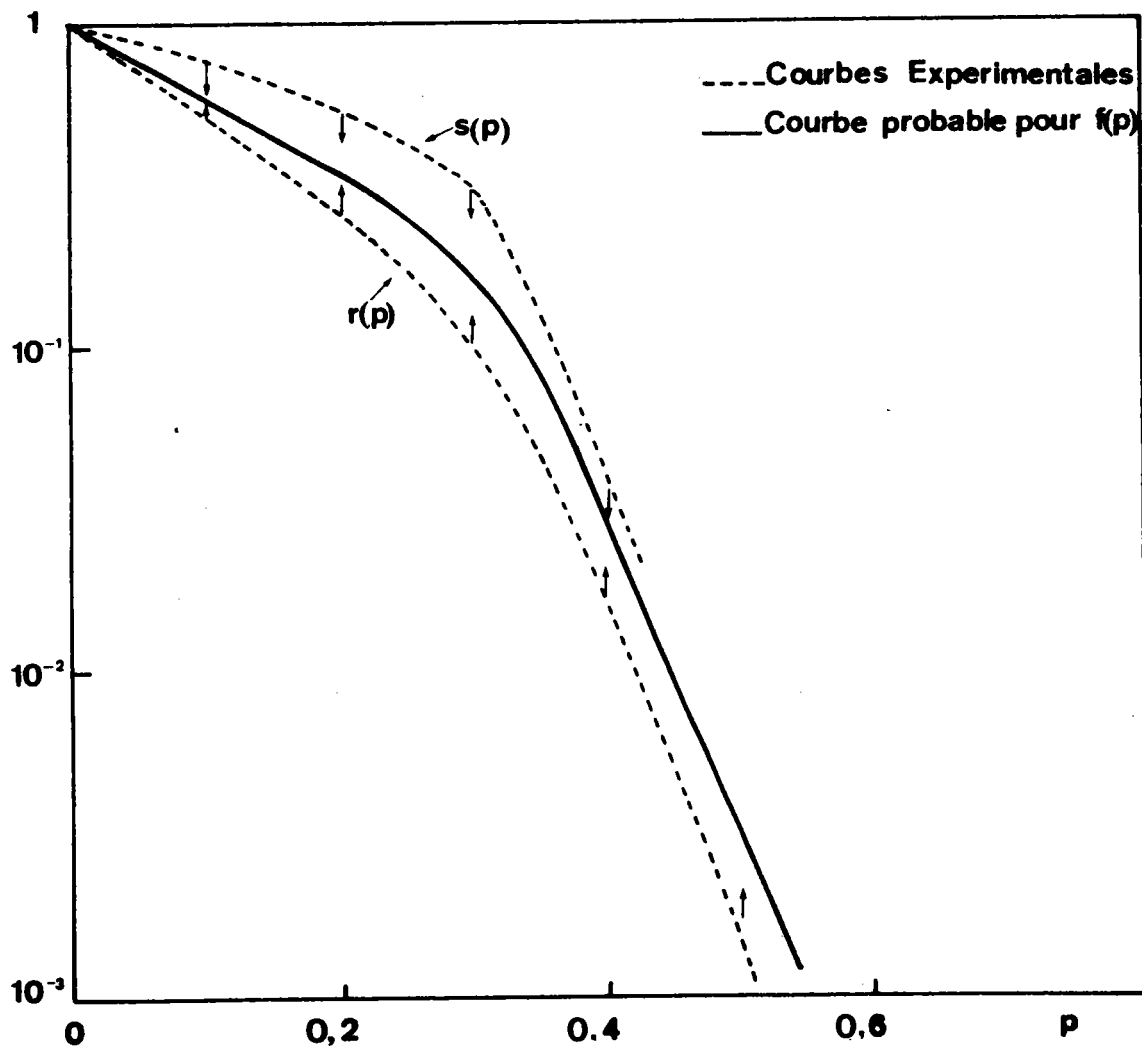


Fig. A.III.6.

Variation probable de la fonction  $f(p)$  en fonction de  $p$  déduite des courbes expérimentales.

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ E.C. YU et J.C.M. LI, *Phil. Mag.*, 36 (1977) 811.
- /2/ A.R. RAGAB et B. BAUDELET, *Rev. Phys. Appl.*, 12 (1977) 15.
- /3/ S.N.G. CHU et J.C.M. LI, *J. Mat. Sci.*, 12 (1977) 2200.
- /4/ W.A. WONG et J.J. JONAS, *Trans. AIME*, 242 (1968) 2271.

## ANNEXE IV

DETERMINATION DU COEFFICIENT  $n$  DE SENSIBILITE DE LA VITESSE  
A LA CONTRAINTE DANS LES MATERIAUX SUPERPLASTIQUES

Le coefficient  $n$  qui mesure la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte d'écoulement ou plutôt son inverse  $m$  est considéré, au même titre que l'allongement à la rupture, comme une caractéristique essentielle du comportement superplastique. Il n'est pas étonnant dans ces conditions qu'un certain nombre d'articles ait été consacré à sa détermination. Trois méthodes essentielles permettent d'atteindre ce coefficient :

- la méthode des sauts de vitesse;
- la méthode fondée sur la comparaison des contraintes d'écoulement lors d'essais de traction sur plusieurs échantillons à différentes vitesses de déformation;
- la méthode de relaxation.

### 1. METHODE DES SAUTS DE VITESSE

La figure A.IV.1. est une représentation schématique d'un essai type utilisé pour la détermination du coefficient  $m$ . 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  $V_1$ . Cette procédure peut être répétée soit à des taux de déformation différents : on étudie alors l'évolution du coefficient  $m$  pour une vitesse donnée en fonction de la déformation, soit pour des vitesses différentes permettant aussi d'atteindre la variation de ce coefficient en fonction de la vitesse. Une variante de cette méthode consiste à effectuer des sauts de vitesses de déformation (soit dans l'exemple de la figure  $\dot{\epsilon}_1, \dot{\epsilon}_2, \dot{\epsilon}_1$ ).

Cinq méthodes ont été proposées pour déduire de cette courbe la valeur du coefficient  $m$  :

METHODE I :

Cette méthode due à BACKOFEN /1/ consiste à extrapoler la courbe obtenue à vitesse  $V_1$  jusqu'à un point C, de telle sorte que les déformations en C et F (correspondant à la charge maximale à la vitesse  $V_2$ ) soient égales. Le coefficient  $m$  est calculé en utilisant l'équation :

$$m_1 = \frac{\text{Log } P_F/P_C}{\text{Log } V_2/V_1} \quad \text{où } P_F \text{ et } P_C \text{ représentent les charges en F et C respectivement.}$$

METHODE II :

Cette deuxième méthode a été proposée par NAZIRI /2/ et MORRISON /3, 4/ : elle consiste à comparer les points correspondant à la charge maximale pour les vitesses  $V_1$  et  $V_2$  :

$$m_2 = \frac{\text{Log } \sigma_F/\sigma_A}{\text{Log } \dot{\epsilon}_F/\dot{\epsilon}_A}$$

METHODE III : /5/

La courbe à vitesse  $V_2(V_1)$  est extrapolée jusqu'au point E(I).  $m$  est calculé par l'expression :

$$m_3 = \frac{\text{Log } P_E/P_B}{\text{Log } V_2/V_1} \quad \text{ou} \quad \frac{\text{Log } P_G/P_I}{\text{Log } V_2/V_1} \quad \text{pour le saut décroissant}$$

METHODE IV : /5/

La valeur de  $m$  peut être calculée en utilisant les valeurs de la charge immédiatement avant et après la charge.

$$m_4 = \frac{\text{Log } P_D/P_B}{\text{Log } V_2/V_1} \quad \text{ou} \quad \frac{\text{Log } P_G/P_H}{\text{Log } V_2/V_1}$$

METHODE V :

Cette dernière méthode a été proposée récemment par ARIELI et ROSEN /6/. Elle consiste à calculer la contrainte et la vitesse de

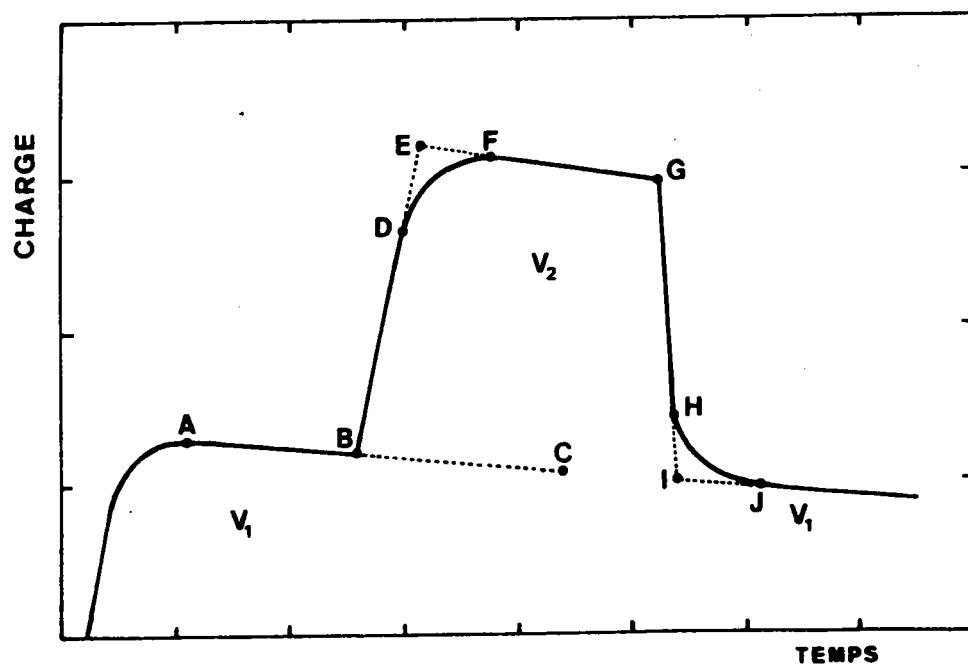


Fig. A.IV.1.

Représentation schématique d'un essai type utilisé pour la détermination du coefficient  $m$  de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation par la méthode des sauts de vitesses.

déformation pour différents points pris au hasard sur la courbe charge-déplacement. La pente de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  est ainsi déterminée donne la valeur du coefficient  $m$  soit  $m_5$ .

HEDWORTH et STOWELL /5/ , NUTTALL /7/, ARIELI et ROSEN /6/, EDINGTON, MELTON et CUTLER /8/, ont comparé les valeurs de  $m$  obtenues par ces différentes méthodes. Les conclusions de ces auteurs apparaissent plus ou moins contradictoires, mais les résultats montrent néanmoins que la valeur du coefficient  $m$  dépend de la méthode utilisée pour sa détermination et de la façon dont sont conduits les essais. En effet, il apparaît que toutes ces méthodes souffrent d'un ou plusieurs des inconvénients suivants :

- Comparaison de contraintes pour des taux de déformation différents donc des structures différentes (cf. paragraphe III.2.) (méthode II et V).
- Nécessité d'extrapolations conduisant à des résultats différents suivant l'évolution croissante ou décroissante de la courbe charge-déplacement (I,III).
- Valeurs de  $m$  incohérentes suivant la nature du saut de vitesses (I,II) et son amplitude croissante (I,II) ou décroissante (III,IV)/6/.
- Localisation très imprécise du point obtenu immédiatement après le saut, liée à l'élasticité du dispositif de traction (IV).

Compte tenu de ces inconvénients et de la dispersion des résultats qui en résulte, cette méthode de sauts de vitesse n'a pas été utilisée pour la détermination du coefficient  $m$  dans le domaine superplastique.

## 2. COURBE CONTRAINTE - VITESSE DE DEFORMATION

Cette méthode de mesure du coefficient  $m$  consiste à déterminer expérimentalement la courbe contrainte-vitesse de déformation et à en calculer la pente pour chacune des vitesses. Elle dépend donc de la validité de la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$ . La méthode V exposée précédemment permet cette détermination. Cependant, en général, la courbe est obtenue en déformant plusieurs échantillons à des vitesses de déformation différentes et pour lesquels la courbe contrainte-déformation est déterminée. Deux cas peuvent alors être envisagés :



#### A.IV.6.

- 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 : la valeur de  $m$  est alors indépendante de la déformation.

Dans le second cas, le problème est beaucoup plus compliqué : la structure évolue au cours de la déformation et influence la contrainte d'écoulement (cf.paragraphe III.2.4)On peut alors tracer différentes courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  pour différents taux de déformation comme le font la plupart des auteurs. Nous avons représenté sur la figure A.IV.2. pour différentes déformations les courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  obtenues à partir d'essais de traction effectués sur l'alliage B à 600°C et dont les caractéristiques sont reportées dans le tableau II.1. On remarque que les valeurs de  $m$  déduites de la pente de ces courbes dépendent de  $\epsilon$ . De plus, celles qui sont obtenues à partir d'une des courbes n'ont pas de sens, car pour chacun des points la structure du matériau est nécessairement différente (bien que les déformations soient identiques). Cependant, pour des taux de déformation faibles, on peut supposer que quelle que soit la vitesse de déformation la structure du matériau n'a pas encore évolué et qu'elle correspond à la structure initiale. Sur la figure A.IV.2 est reportée également la courbe  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  correspondant au point où la charge passe par un maximum lors de l'essai de traction, pour une déformation de 5 % environ. La pente de cette courbe est égale à 0,5, ce qui conduit à une valeur du coefficient  $n$  égale à 2. La figure A.IV.3. représente les courbes  $\text{Log } \sigma - \text{Log } \dot{\epsilon}$  obtenues de cette façon pour chacun des alliages. La valeur de  $n$  est aussi égale à 2 pour les alliages A et C et à 2,5 pour l'alliage D. Il faut remarquer que ces valeurs sont obtenues sur des alliages à structures non équiaxes puisque déformées seulement de quelques pourcents.

### 3. METHODE DE RELAXATION

Cette méthode consiste à mesurer la relaxation de la charge appliquée à une éprouvette de traction pour une vitesse de déformation donnée

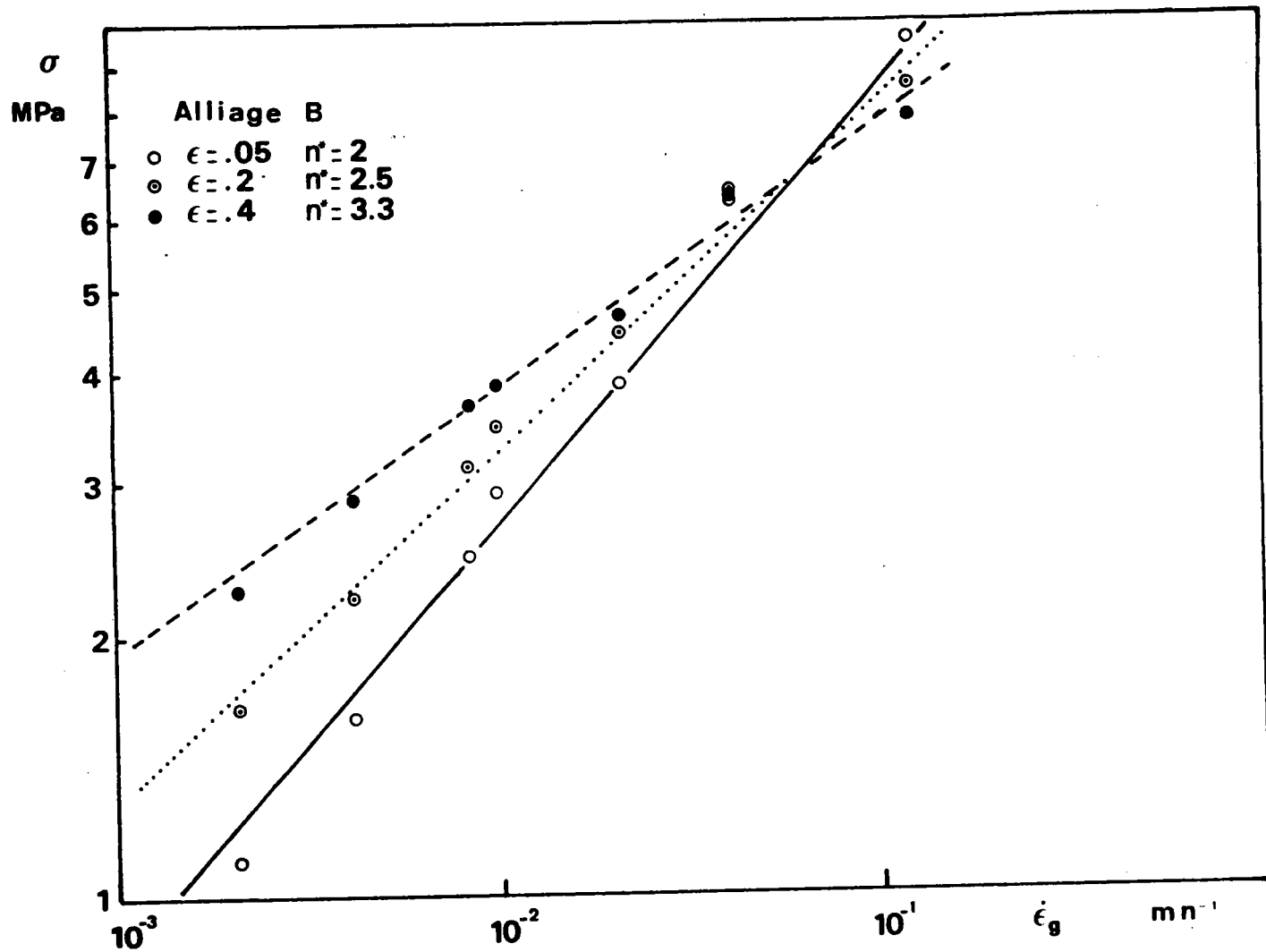


Fig. A.IV.2.

Variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour l'alliage B déformé à 600°C jusqu'à différents taux de déformation. Les différentes valeurs obtenues pour le coefficient  $n^*$  sont le résultat de la comparaison de structures différentes.

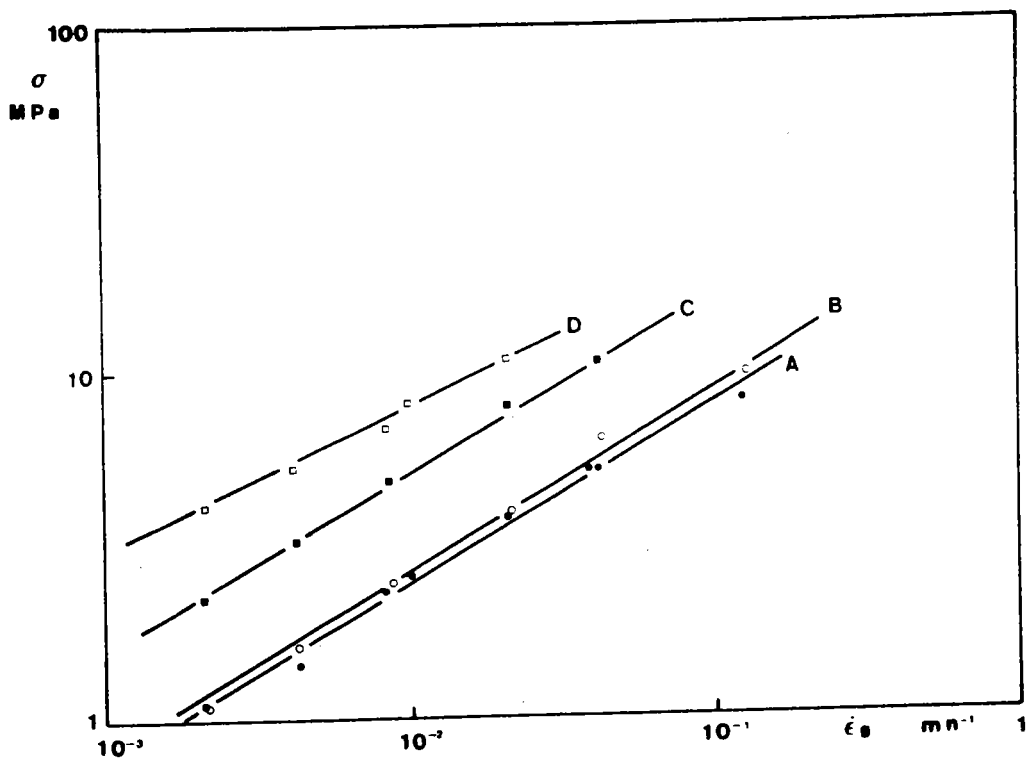


Fig. A.IV.3.

Variations de la contrainte en fonction de la vitesse de déformation pour les alliages A, B, C, D déformés dans le domaine superplastique. La contrainte correspond au maximum de la courbe contrainte-déformation.

lorsque la traverse de la machine est brutalement arrêtée /9,10/. La déformation élastique de l'échantillon et de la machine est alors compensée par la déformation plastique dans l'éprouvette, de sorte que :

$$\dot{\sigma} = - E \dot{\epsilon} \quad (\text{A.IV.1.})$$

où E est le module d'YOUNG effectif de l'ensemble échantillon-machine. Pour un matériau superplastique sensible à la vitesse et pour lequel la structure reste constante,

$$d \text{Ln} \sigma = m d \text{Ln} \dot{\epsilon} \quad (\text{A.IV.2.})$$

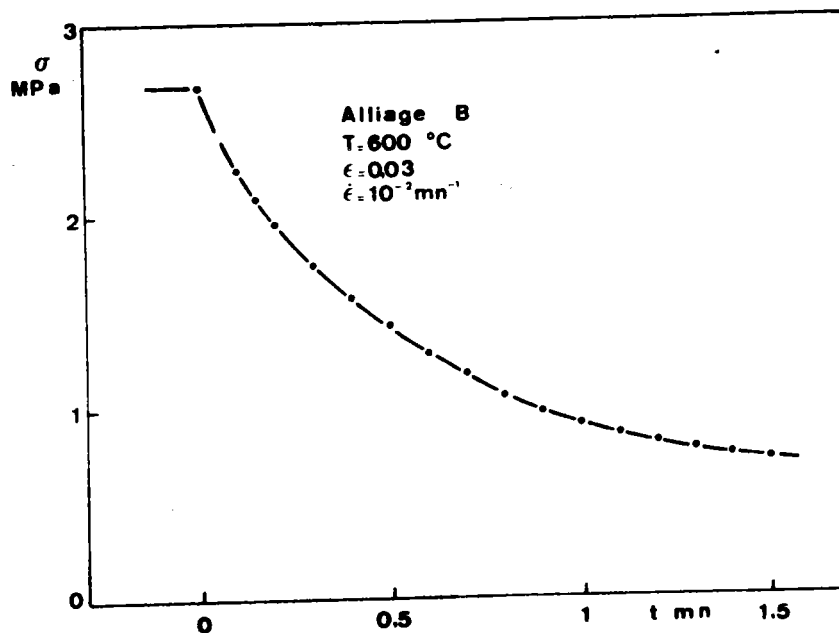
L'équation A.IV.1. devient :

$$d \text{Ln}(-\dot{\sigma}) = \frac{1}{m} d \text{Log} \sigma = n d \text{Ln} \sigma \quad (\text{A.IV.3.})$$

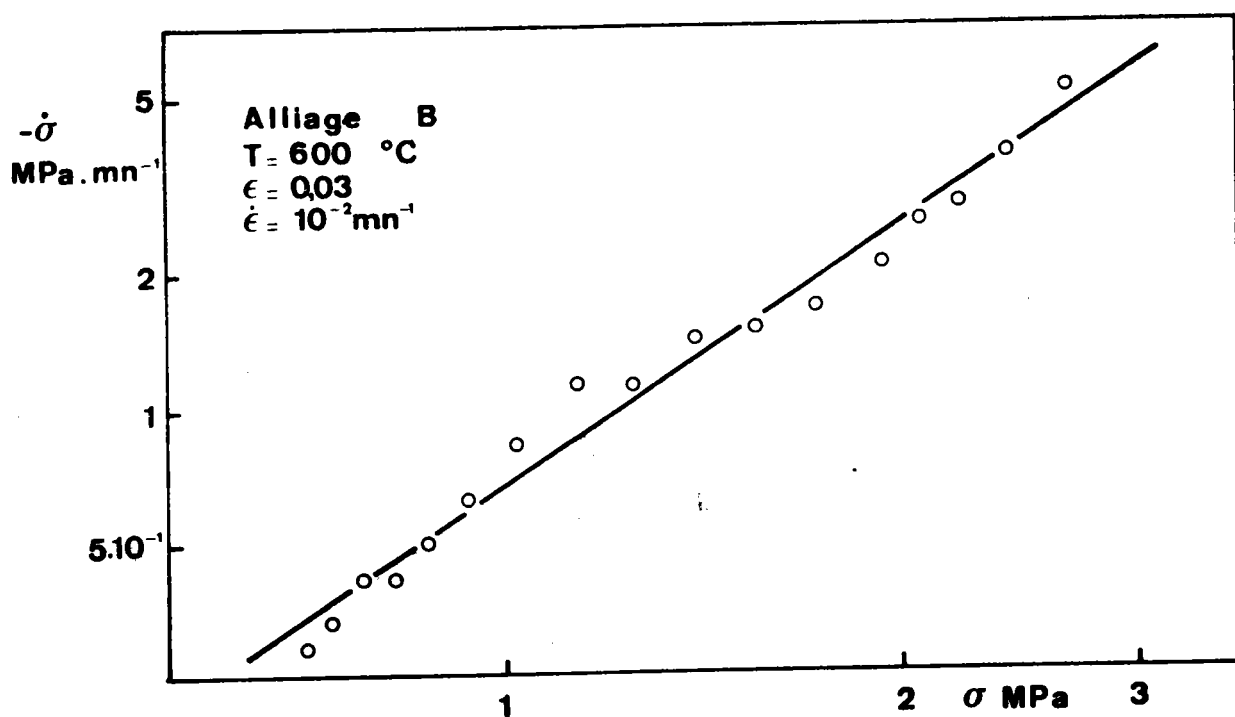
La valeur du coefficient n apparaît alors comme la pente de la courbe donnant la vitesse de relaxation  $(-\dot{\sigma})$  en fonction de la contrainte  $\sigma$  en échelle logarithmique. La validité de cette détermination repose sur le fait que la structure reste approximativement constante au cours de l'essai étant donné les très faibles déformations mises en jeu. De plus, il a été montré que, lorsque la déformation est interrompue, la structure continue à grossir, mais à une vitesse beaucoup plus faible que pendant la déformation /11/.

La figure A.IV.4a. est un exemple type de relaxation obtenue sur l'alliage B après déformation de 3 % à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$ . La valeur de n qui s'en déduit (Fig.A.IV.4b.) est égale à 2. Des valeurs identiques ont été obtenues sur l'alliage A et sur l'alliage C avec une erreur de  $\pm 0,1$ . En revanche, la valeur de n apparaît plus élevée (voisine de 2,5 à 2,6) pour l'alliage D. Ces résultats sont tout à fait en accord avec ceux obtenus précédemment par la pente des courbes  $\sigma-\dot{\epsilon}$ .

Des essais de relaxation ont été effectués sur les différents alliages après des taux de déformation variables (3,5, 10, 20, 30, 40 %) à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{mn}^{-1}$ . Il apparaît alors qu'aux erreurs expérimentales près, la valeur du coefficient n reste constante au



(a)



(b)

Fig. A.IV.4.

- a) Courbe de relaxation de contrainte obtenue sur l'alliage B après déformation de 3 % à 600°C à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{ mn}^{-1}$ .
- b) Evolution de la vitesse de relaxation en fonction de la contrainte en coordonnées logarithmiques.

cours de la déformation, voisine de 2 pour les alliages A, B, C, voisine de 2,5 pour l'alliage D : elle est donc indépendante de l'état structural du matériau, qu'il soit à phases  $\alpha$  allongées ou approximativement équiaxes.

BIBLIOGRAPHIE

- /1/ W.A. BACKOFEN, I.R. TURNER et D.H. AVERY, Trans. ASM Quart, 57 (1964) 980.
- /2/ H. NAZIRI et R. PEARCE, J. Inst. Metals, 97 (1969) 326.
- /3/ W.B. MORRISON, Trans. ASM, 61 (1968) 423.
- /4/ W.B. MORRISON, Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968) 2221.
- /5/ J. HEDWORTH et M.J. STOWELL, J. Mat. Sci., 6 (1971) 1061.
- /6/ A. ARIELI et A. ROSEN, Scripta Met., 10 (1976) 471.
- /7/ K. NUTTALL, Int. J. Mech. Sci., 13 (1971) 83.
- /8/ J.W. EDINGTON, K.N. MELTON et C.P. CUTLER, Progress in Materials Science, 21 (1976) N° 2, 61.
- /9/ E.W. HART, Acta Met., 15 (1967) 351.
- /10/ H.W. NAYDEN et J.H. BROPHY, Trans. ASM, 61 (1968) 542.
- /11/ M.A. CLARK et T.H. ALDEN, Acta Met., 21 (1973) 1195.

## ANNEXE V

GROSSISSEMENT DES GRAINS DANS LES LAITONS  $\alpha/\beta$ 1. INTRODUCTION

L'étude du grossissement des grains dans les métaux purs et les alliages monophasés a fait l'objet de nombreux travaux. Généralement, la cinétique de croissance des grains est exprimée au moyen de la relation proposée par BECK et al /1/ :

$$L^{1/p} - L_i^{1/p} = Kt \quad \text{A.V.1.}$$

où  $L_i$  est la taille initiale des grains et  $L$  est la taille des grains après un recuit isotherme de durée  $t$ .  $K$  est une fonction de la température de la forme  $K = K_0 \exp - \frac{Q_a}{RT}$  où  $Q_a$  est l'énergie d'activation apparente de croissance des grains. Lorsque  $L_i$  peut être considérée comme négligeable, cette relation devient :

$$L = (Kt)^p = K_0^p \exp \left( - p \frac{Q_a}{RT} \right) t^p \quad \text{A.V.2.}$$

Le coefficient  $p$  a généralement été trouvé voisin de  $\frac{1}{2}$  pour la plupart des matériaux et en particulier pour l'alliage superplastique Sn-1% Bi /2/.

Dans le cas des alliages biphasés, les études ont essentiellement porté sur la cinétique de croissance de précipités lorsque ceux-ci sont en proportion volumique relativement faible par rapport à la matrice. Des lois du type précédent ont alors été trouvées avec cependant des valeurs différentes pour le coefficient  $p$  suivant le mécanisme qui contrôle la croissance /3/.

$p = \frac{1}{2}$  attribué à un mécanisme de grossissement contrôlé par une réaction d'interface précipité-matrice /4,5/.

$p = \frac{1}{3}$  pour une diffusion en volume dans l'une ou l'autre phase /4,5/.

$p = \frac{1}{4}$  pour une diffusion le long des joints de grains de la matrice /6,7/.

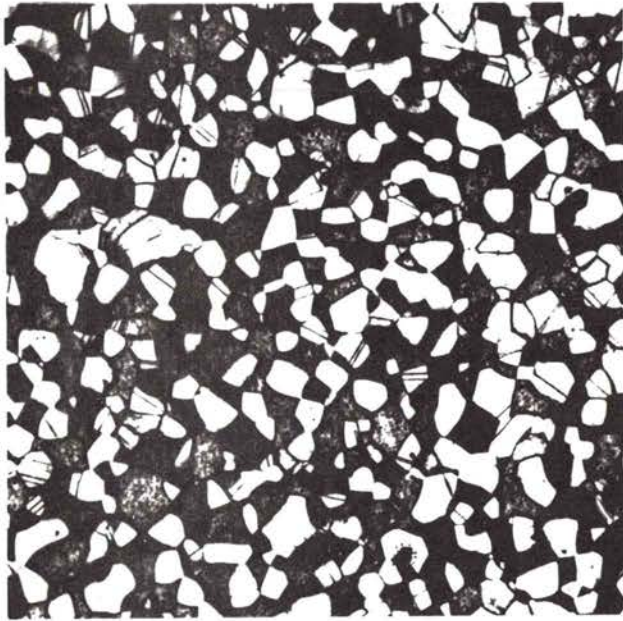
Très peu d'études ont été réalisées dans le cas d'alliages biphasés dont les phases sont en proportions approximativement égales. Une étude partielle réalisée sur un laiton 60/40 a cependant montré qu'une loi du type précédent avec  $p = \frac{1}{4}$  rend compte du grossissement des grains sans toutefois distinguer les deux phases /8/. Nous nous proposons donc d'apporter un complément à cette étude d'une part par l'influence de la proportion des phases et d'autre part par la détermination de l'énergie d'activation apparente du phénomène. Cependant il faut remarquer qu'elle a été effectuée sur des structures non équiaxes dont le facteur de forme peut évoluer au cours du recuit. Elle ne constitue donc pas une étude fondamentale de la cinétique de croissance des grains dans les alliages biphasés; simplement elle doit permettre de préciser les évolutions en vue d'une comparaison ultérieure avec les cinétiques mesurées au cours de la déformation.

Les mesures de tailles de grains ont été effectuées après polissage sur des coupes perpendiculaires à l'axe des échantillons par la méthode des interceptions linéaires décrite en annexe II. Après recuit, les échantillons sont trempés à l'eau afin d'éviter tout phénomène de précipitation au refroidissement. Les cinétiques de grossissement ont été essentiellement mesurées sur chacun des alliages à 600°C (correspondant à la température des essais de déformation) ainsi qu'à 500, 550, 650 et 700°C pour l'alliage C en vue d'une étude directe de l'influence de la proportion des phases. De plus, des recuits d'une heure à différentes températures ont été effectués sur chaque alliage afin d'estimer l'énergie d'activation apparente du grossissement.

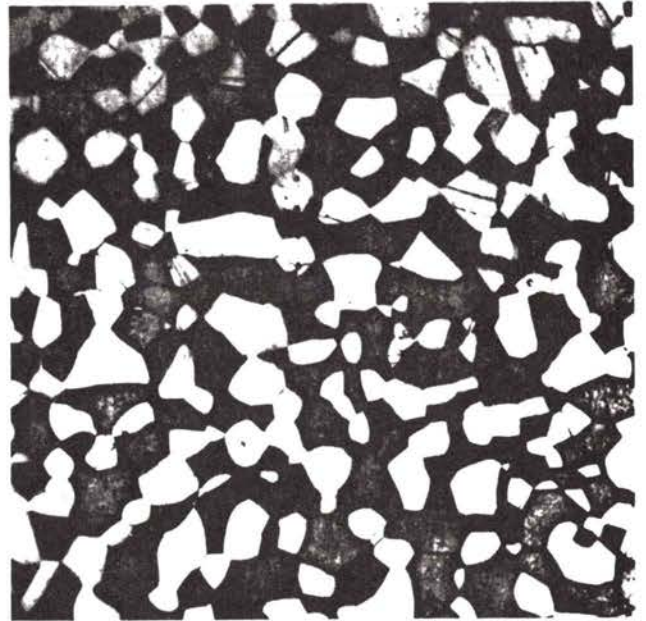
## 2. CINETIQUE DE CROISSANCE DES GRAINS A 600°C

Cette cinétique a été déterminée sur chacun des alliages et à titre d'exemple, les micrographies de la figure A.V.1. montrent cette croissance des grains pour l'alliage C après recuit à 600°C de 60, 180, 400 et 900 minutes. On notera la présence de macles dans la phase  $\alpha$  qui apparaît en clair sur les micrographies.

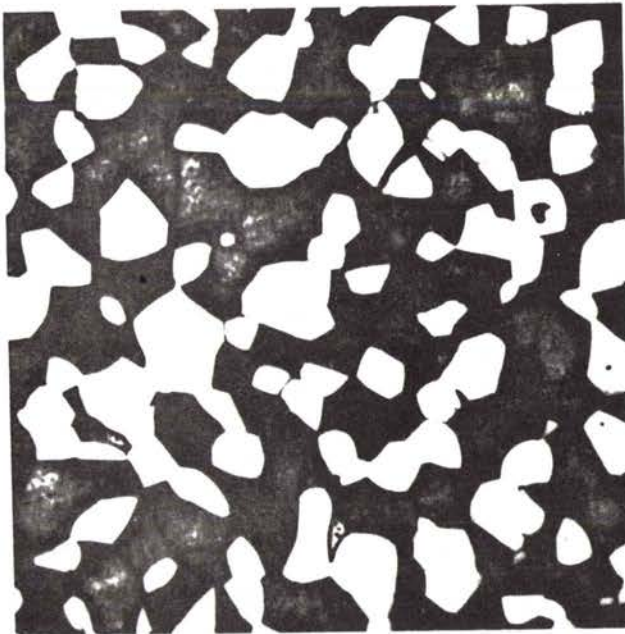




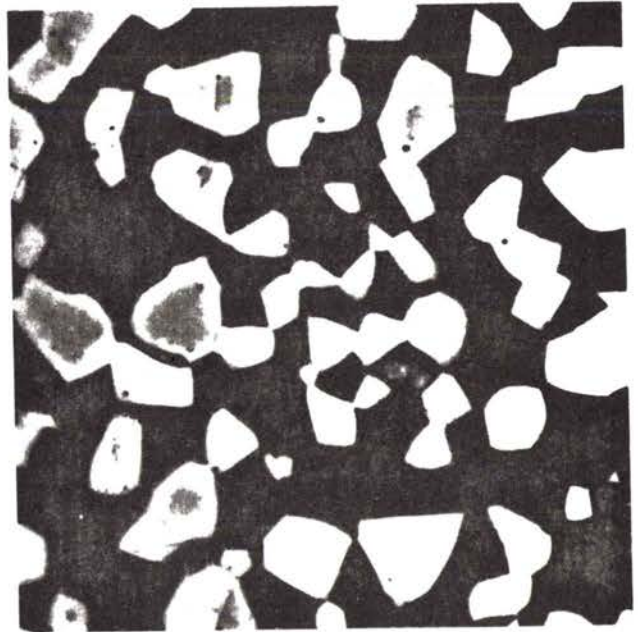
60 mn



180 mn



400 mn



900 mn

40 μmFig. A.V.1.

Micrographies obtenues sur une coupe transversale d'échantillons d'alliage B après différents temps de recuit.

Les figures A.V.2., 3, 4 et 5 représentent les variations en coordonnées logarithmiques des tailles de grains  $L_\alpha$  et  $L_\beta$  en fonction du temps de recuit à 600°C pour les différents alliages. La pente des courbes obtenues apparaît proche de 0,25 pour les grains de la phase présentant la plus grande fraction volumique, qu'elle soit  $\alpha$  ou  $\beta$  ; elle apparaît légèrement plus forte, comprise entre 0,25 et 0,30 pour les grains de la phase minoritaire. Ce résultat semble en contradiction avec la courbe présentée en annexe II et qui donne l'évolution du rapport  $\frac{L_\alpha}{L_\beta} = k(\alpha)$  en fonction de la fraction volumique de phase  $\alpha$ . Cependant, cette courbe a été tracée essentiellement pour des temps de recuit courts caractéristiques de la plupart des essais de traction et il n'est pas impossible qu'elle soit légèrement modifiée pour des temps de recuits plus importants d'environ 16 heures. Deux hypothèses peuvent être avancées pour expliquer la croissance plus rapide des grains de la phase minoritaire :

- La première tient à l'évolution du facteur de forme de celle-ci au cours du recuit. NICHOLS et al /9/ ont calculé la cinétique d'évolution de quelques formes simples parmi lesquelles le cylindre infiniment long. Ils ont aussi montré qu'une perturbation sinusoïdale des génératrices du cylindre s'amplifie au cours du temps conduisant au morcellement de celui-ci pour peu que la longueur d'onde de ces oscillations soit supérieure à la circonférence du cylindre. Il en résulte alors sur une coupe transversale une taille apparente plus grande que celle qui serait mesurée à facteur de forme constant et d'autant plus que la sphéroïdisation progresse. Il faut remarquer que selon la théorie développée par NICHOLS, ce phénomène évolue exponentiellement dans le temps et qu'il ne peut à lui seul expliquer le passage à l'état équiaxe observé au cours de la déformation pendant le régime transitoire. Il se superpose simplement à l'effet de la déformation.

- La deuxième hypothèse tient au fait que la loi de grossissement de précipités sans interaction a généralement été trouvée en  $t^{1/3}$  : il est alors possible d'envisager un passage progressif d'une loi en  $t^{1/4}$  pour les fortes fractions volumiques à une loi en  $t^{1/3}$  lorsque la fraction volumique de la phase considérée décroît. Cette hypothèse apparaît justifiée dans la mesure où le coefficient  $n$  apparaît d'autant plus proche de  $1/3$  que la fraction volumique est plus faible.

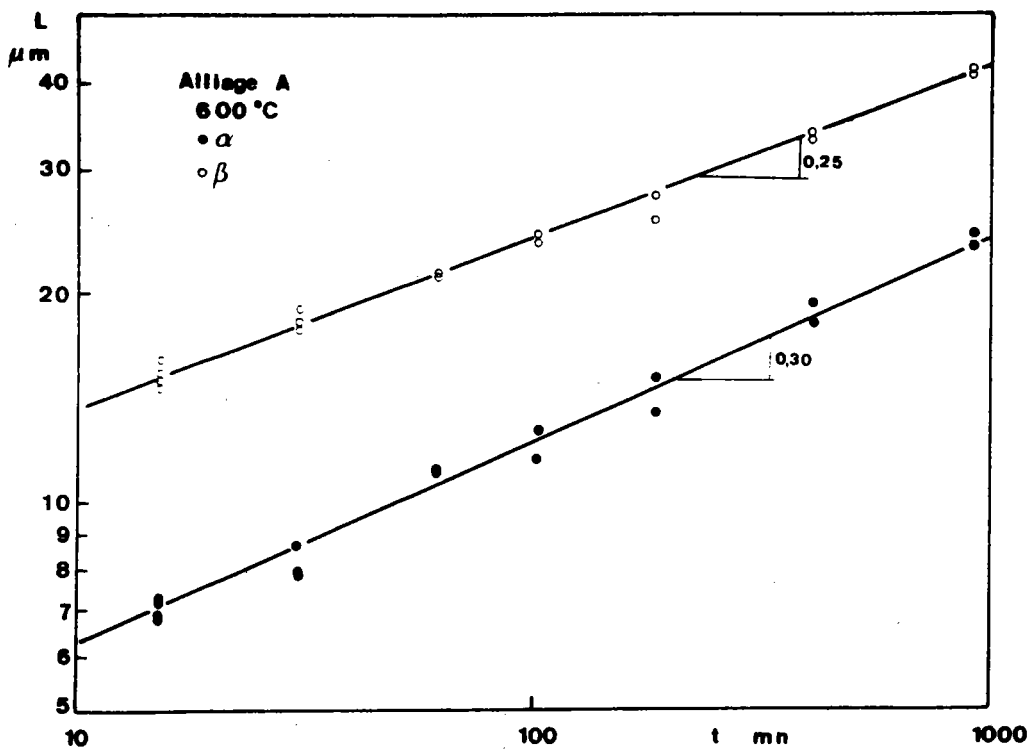


Fig. A.V.2.

Cinétique de croissance des grains  $\alpha$  et  $\beta$  pour l'alliage A recuit à 600°C.

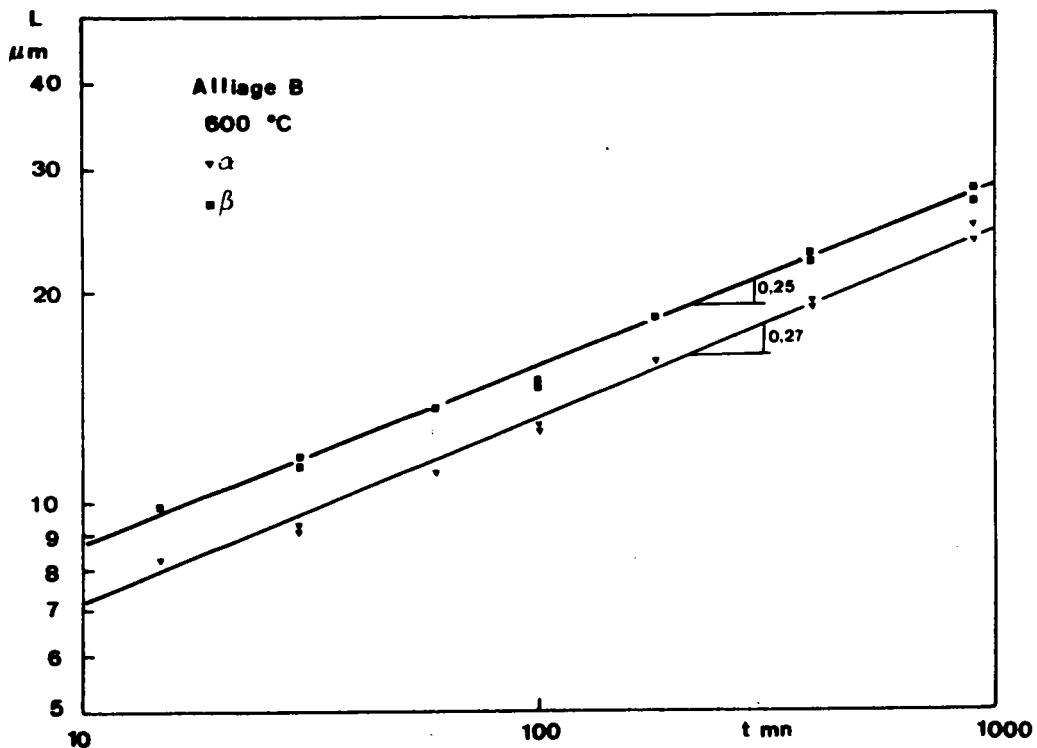


Fig. A.V.3.

Cinétique de croissance des grains  $\alpha$  et  $\beta$  pour l'alliage B recuit à 600°C.

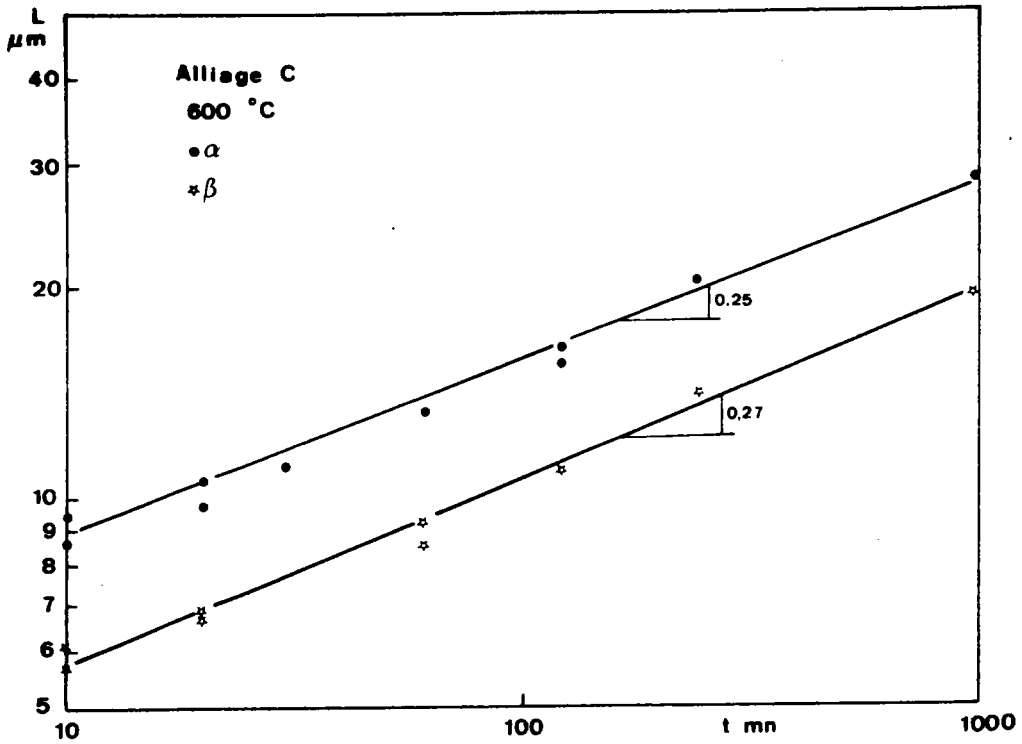


Fig. A.V.4.

Cinétique de croissance des grains  $\alpha$  et  $\beta$  pour l'alliage C recuit à 600°C.

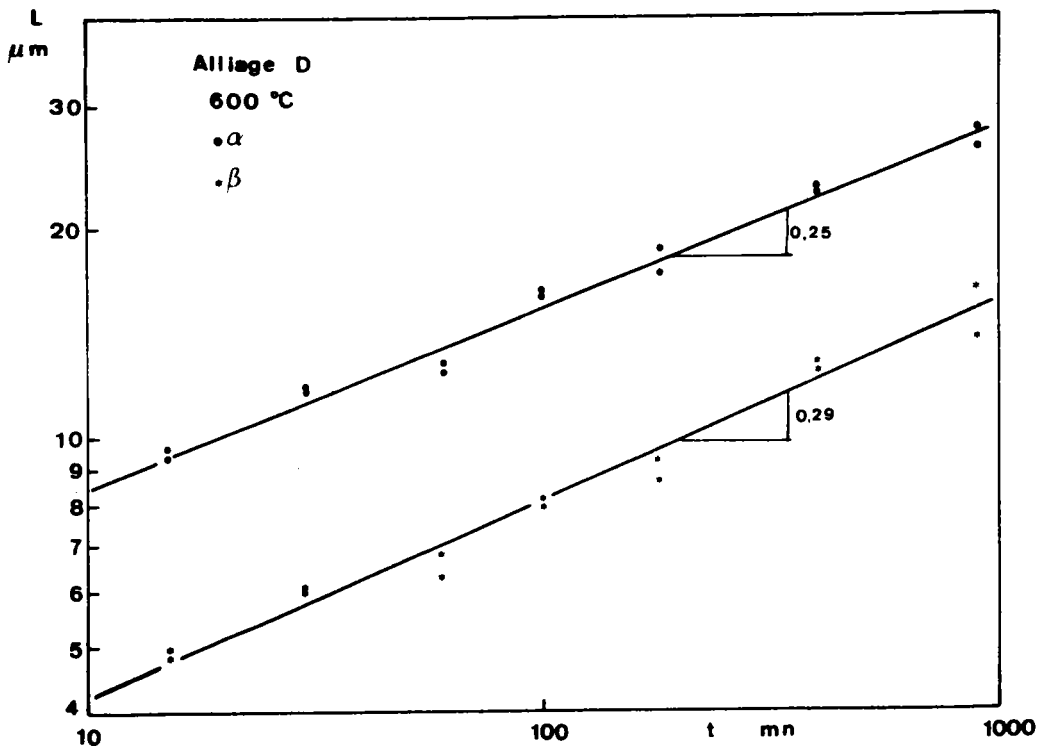


Fig. A.V.5.

Cinétique de croissance des grains  $\alpha$  et  $\beta$  pour l'alliage D recuit à 600°C.

### 3. CINÉTIQUE DE CROISSANCE DES GRAINS POUR L'ALLIAGE C RECUIT A DIFFÉRENTES TEMPERATURES

Les cinétiques de croissance précédentes ont été obtenues à température constante pour des alliages de concentrations en zinc différentes conduisant aussi à des fractions volumiques de phases variables. Une variation analogue de la proportion des phases peut être réalisée sur un alliage de composition donnée en effectuant des recuits à différentes températures. Ainsi, pour l'alliage C, des recuits à 500, 550, 600, 650 et 700°C conduisent à des fractions volumiques de phases  $\alpha$  respectivement égales à 0,83, 0,75, 0,63, 0,56 et 0,52. Avec cet alliage, la phase  $\alpha$  reste donc la phase prédominante dans ce domaine de températures.

La figure A.V.6. représente les variations en coordonnées logarithmiques de la taille des grains de la phase  $\alpha$  en fonction du temps de recuit à ces différentes températures. Les courbes obtenues sont approximativement parallèles avec une pente égale à 0,25, ce qui confirme les résultats précédents pour la phase prédominante.

La figure A.V.7. représente les variations analogues pour la phase  $\beta$ . Pour toutes ces températures, la phase  $\beta$  est minoritaire et la pentes des différentes courbes apparaît proche de 0,25 avec une tendance toutefois à des valeurs plus élevées comprises entre 0,25 et 0,30. Cependant, dans ce cas la différence apparaît moins nettement que précédemment.

### 4. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE SUR LE GROSSISSEMENT DES GRAINS

Les figures A.V.6. et A.V.7. mettent très nettement en évidence l'influence de la température de recuit sur le grossissement des grains. Pour un même temps de recuit, la taille des grains est d'autant plus grande que la température est plus élevée. Cette évolution se traduit par une énergie d'activation apparente  $Q_a$ , qui peut être déterminée à partir de la droite d'ARRHENIUS  $\text{Log } L = f\left(\frac{1}{T}\right)$ . La pente de cette droite vaut  $pQ_a$  (relation A.V.2.) où  $p$  est l'exposant du temps dans la loi  $L = (kT)^p$ .

Cependant, dans le cas des laitons, une augmentation de température s'accompagne également d'une variation de la proportion relative des deux phases. Ainsi, à partir des figures A.V.6. et A.V.7., il est possible de

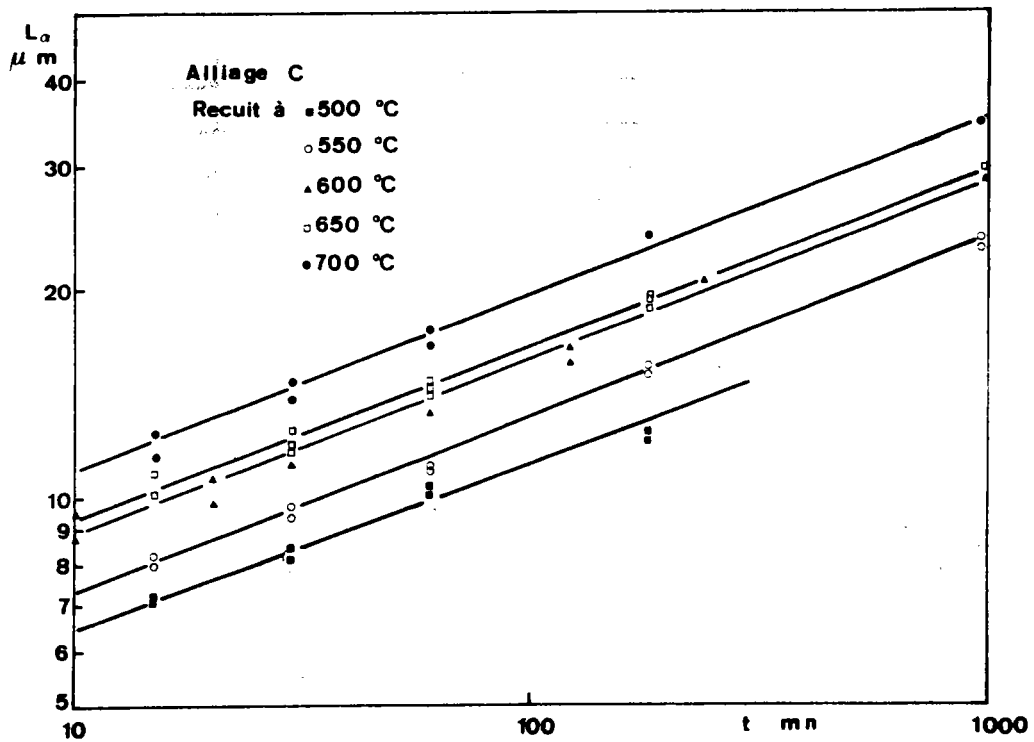


Fig. A.V.6.

Cinétique de croissance des grains  $\alpha$  pour l'alliage C recuit à différentes températures.

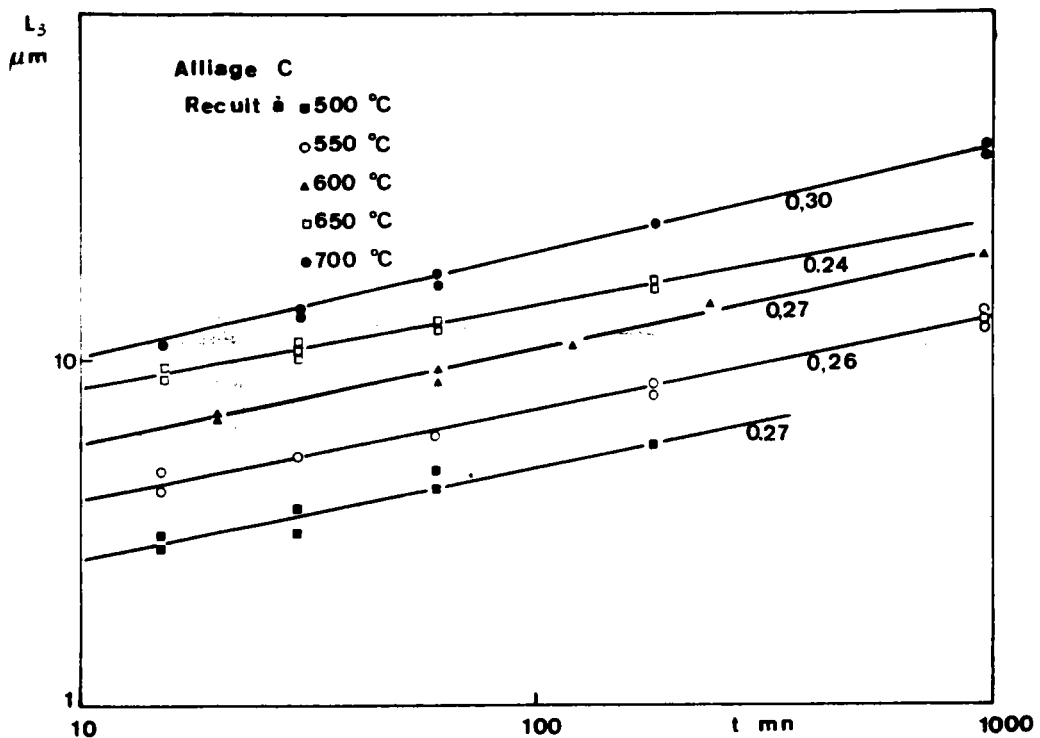


Fig. A.V.7.

Cinétique de croissance des grains  $\beta$  pour l'alliage C recuit à différentes températures.

tracer des courbes donnant l'évolution du logarithme de la taille des grains de chaque phase en fonction de l'inverse de la température (figure A.V.8.). Ces courbes conduisent pour la croissance des grains  $\alpha$  à une énergie d'activation apparente égale à  $65 \text{ KJ.mole}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et pour celle des grains de la phase  $\beta$  à une valeur de  $174 \text{ KJ.mole}^{-1}.\text{K}^{-1}$  en prenant pour  $p$  une valeur moyenne égale à 0,25 dans chacun des cas. Ces valeurs très différentes ne peuvent être significatives d'un mécanisme de croissance de grains. De plus, elles correspondent à des fractions volumiques différentes de phase  $\alpha$ .

La détermination correcte de l'énergie d'activation nécessite de comparer les tailles de grains sur différents alliages recuits pendant un temps donné à des températures conduisant à la même proportion des phases. Une telle étude n'a pas été effectuée; cependant, il est possible d'obtenir une estimation de cette énergie d'activation de la manière suivante : un recuit d'une heure à  $700^\circ\text{C}$  sur l'alliage C conduit à une proportion de phase voisine de 0,5 et dans ces conditions, la taille  $L_\alpha$  apparaît égale à  $L_\beta$  conformément aux résultats de la figure A.II.2 présentée en annexe II. Pour des températures plus basses, la taille  $L_\alpha$  est supérieure à la taille  $L_\beta$  et ce, d'autant plus que la température est plus faible; il est alors possible d'estimer la taille  $L_\alpha$  ( $= L_\beta$ ) à ces températures pour une fraction volumique de phase égale à 0,5 en prenant la moyenne arithmétique des tailles réelles  $L_\alpha$  et  $L_\beta$  données par les courbes de la figure A.V.8. L'énergie d'activation déduite de la pente de cette courbe est alors égale à  $110 \text{ KJ.mole}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Cette valeur apparaît très proche de l'énergie d'activation qui a été déterminée pour la déformation superplastique. Il semble donc que ce soit également la diffusion en volume du cuivre et du zinc dans la phase  $\beta$  qui contrôle les mécanismes de croissance des grains dans les laitons biphasés.

## 5. CONCLUSION

L'étude présentée a permis de déterminer les cinétiques de croissance des grains des différents alliages en vue d'une comparaison avec celles qui sont observées au cours de la déformation superplastique. Cette croissance suit une loi en  $t^{1/4}$  pour la phase prédominante alors que l'exposant apparaît légèrement plus élevé pour la phase minoritaire. Cependant, des réserves doivent être émises quant aux conclusions de ces observations étant donné le caractère non équiaxe des structures dont le facteur de forme peut évoluer au cours du recuit.

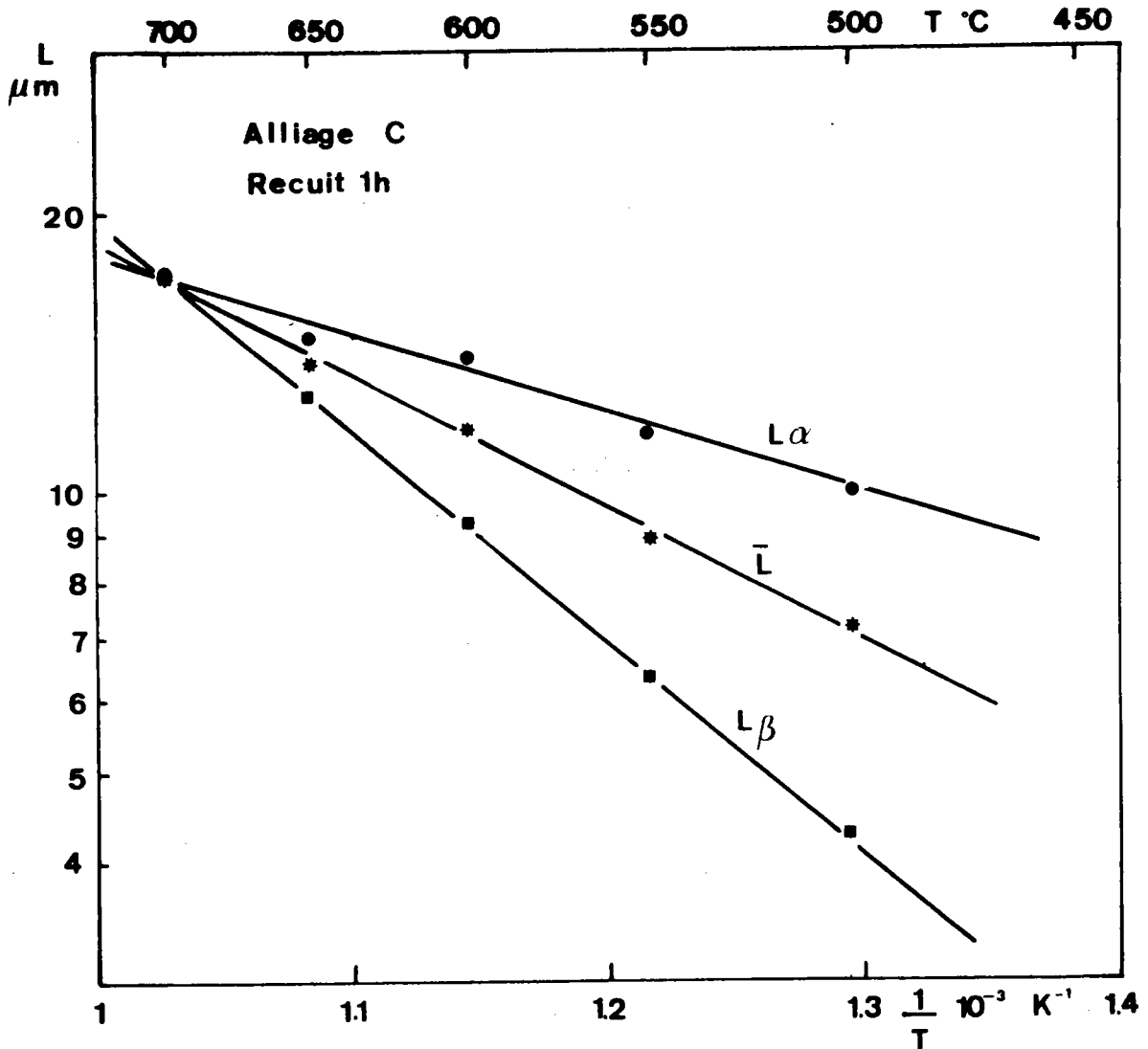


Fig. A.V.8.

Détermination de l'énergie d'activation apparente pour le grossissement des grains. Cas de l'alliage C recuit une heure à différentes températures. La courbe pour  $\bar{L}$  est obtenue en faisant pour chaque température la moyenne arithmétique des tailles  $L_\alpha$  et  $L_\beta$ .



L'énergie d'activation apparente déterminée à proportion de phase constante est approximativement égale à l'énergie d'auto-diffusion dans la phase  $\beta$ . Cette phase semble donc contrôler le grossissement des grains comme elle contrôle la déformation dans le domaine superplastique. Cependant, ces résultats n'apparaissent pas suffisants pour préciser le mécanisme de grossissement des grains dans les systèmes biphasés lorsque les phases sont en proportions approximativement égales.

#### BIBLIOGRAPHIE

- /1/ P.A. BECK, J.C. CRAMER, L.J. DENER et M.L. HOLZWORTH , Trans. AIME, 175 (1948) 372.
- /2/ M.A. CLARK et T.H. ALDEN, Acta Met., 21 (1973) 1195.
- /3/ M. MacLEAN, Metal Science, 12 (1978) 113.
- /4/ I.M. LIFSHITS et V.V.SLYOZOV, J.P.C.S., 19 (1961) 35.
- /5/ C. WAGNER, Zeit. Electrochem., 65 (1961) 581.
- /6/ M.V. SPEIGHT, Acta Met., 16 (1968) 133.
- /7/ H.O.K. KIRCHNER, Met. Trans., 2 (1971) 2861.
- /8/ K. MADER et E. HORNBOGEN, Scripta Met. 8 (1974) 979.
- /9/ F.A. NICHOLS et W.W. MULLINS, Trans. AIME, 233 (1965) 1840.