



HAL
open science

Contribution à l'étude de la pliabilité des alliages Zn-Cu-Ti à basse température

Yacouba Galledou

► **To cite this version:**

Yacouba Galledou. Contribution à l'étude de la pliabilité des alliages Zn-Cu-Ti à basse température. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1992. Français. NNT : 1992METZ016S . tel-01775977

HAL Id: tel-01775977

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775977>

Submitted on 24 Apr 2018

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

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



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

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

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

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

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA PLIABILITE DES ALLIAGES Zn-Cu-Ti A BASSE TEMPERATURE

PAR
Yacouba GALLEDOU

THESE

soutenu le 4 mars 1992 à l'U.F.R. MIM-Sciences de
l'université de Metz, en vue de l'obtention du grade de

**Docteur de l'université de METZ
en sciences de l'ingénieur - option mécanique/matériaux**

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	19920575
Cote	S/M ₃ 92/16
Loc	Magasin

JURY

M ^{me}	M. J. PHILIPPE	professeur à l'université de Metz.....	Directeur de thèse
MM	C. ESLING	professeur à l'université de Metz	}Rapporteurs
	J. FOCT	professeur à l'université de Lille	
	R. SCHWARZER	professeur à l'univ. de Clausthal (Allemagne)	
	A. BESSIERES	maître de conférences à l'université de Metz	}Examineurs
	M. HUMBERT	maître de conférences à l'université de Metz	
	J. WEGRIA	directeur de recherche à la s ^{té} Vieille-Montagne	

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE I - CARACTERISATION DES ALLIAGES DE ZINC	2
I-1 Les alliages de zinc	
I-1.1 Elaboration	
I-1.2 Applications	
I-2 Les alliages zinc-cuivre-titane (Zn-Cu-Ti)	
I-2.1 Influence des éléments d'addition	
I-2.1.1 Composition	
I-2.1.2 Solidification	
I-2.1.3 Propriétés	
I-2.1.4 Microstructures de solidification	
I-3 Influence des conditions de laminage sur les caractéristiques mécaniques	
I-4 Conclusion	
Références	
CHAPITRE II - MECANISMES DE DEFORMATION ET TEXTURES DANS LE ZINC	13
II-1 Mécanismes de déformation	
II-1.1 Glissement	
II-1.2 Maclage	
II-1.3 Déformation du zinc et de ses alliages	
II-2 Textures	
II-2.1 Texture de déformation	
II-2.2 Texture de recristallisation	
II-2.3 Evolution théorique des textures de déformation	
II-3 Conclusion	
Références	

CHAPITRE III - TRANSITION DUCTILE-FRAGILE24

III-1 Paramètres influençant la température de transition ductile-fragile

- III-1.1 Taille du grain
- III-1.2 Forme du grain
- III-1.3 Teneur en impuretés
- III-1.4 Taux d'écroissage
- III-1.5 Effet de la vitesse de sollicitation
- III-1.6 Nature de la contrainte

III-2 La TTDF dans les métaux hexagonaux

III-3 Conclusion

Références

CHAPITRE IV - METHODES EXPERIMENTALES UTILISEES34

IV-1 Méthodes d'observation et d'analyse

- IV-1.1 Préparation des échantillons
- IV-1.2 Microscope optique
- IV-1.3 Microscope électronique à balayage
- IV-1.4 Goniomètre de textures

IV-2 Caractérisation des propriétés mécaniques

IV-2.1 Critères d'emboutissabilité

- IV-2.1.1 Détermination des courbes limites
 - IV-2.1.1.1 Mesures des déformations
 - IV-2.1.1.2 Courbes limites à rupture
 - IV-2.1.1.3 Courbes limites à striction

IV-2.2 Détermination des coefficients d'anisotropie et d'écroissage

- IV-2-2.1 Coefficient d'anisotropie
- IV-2-2.2 Coefficient d'écroissage

IV-2.2 Essais de traction

IV-2.3 Essais d'expansion biaxiale

IV-2.4 Essais de pliage

Références

CHAPITRE V - PRESENTATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX46

V-1 Introduction

V-2 Matériaux utilisés

V-3 Textures et évolution de textures

V-3.1 Textures initiales

V-3.2 Evolution de textures durant l'essai de traction

V-3.3 Textures de laminage à froid

V-3.4 Textures de recristallisation

V-3.5 Modélisation de l'évolution de la texture

V-4 Microstructures

V-4.1 Microstructures des tôles de départ

V-4.2 Microstructures des alliages laminés et écrouis

V-4.4 Microstructures des alliages recristallisés

V-5 Caractérisation des propriétés mécaniques

V-5.1 Essais de traction

V-5.2 Essais d'expansion biaxiale

V-5.3 Essais de pliage

V-6 Etude statistique des mécanismes de déformation

V-7 Modes de ruptures

V-8 Mesures d'orientation individuelle

**CHAPITRE VI - INTERPRETATION ET ANALYSE DES
RESULTATS EXPERIMENTAUX87**

VI-1 Analyse de la texture et de son évolution

VI-2 Exploitation des résultats issus des essais mécaniques

VI-2.1 Traction

VI-2.1 Domaine des allongements répartis

VI-2.2 Domaine striction-rupture

VI-2.2 Expansion biaxiale

VI-2.3 Pliage

VI-2.3.1 Analyse des modes de ruptures

VI-2.3.2 Analyse des modes de ruptures en pliage

VI-3 Optimisation de la texture

VI-4 Conclusion

Références

CONCLUSION GENERALE.....	97
--------------------------	----

ANNEXES

Annexe I - Méthodes d'analyse des textures.....	99
Annexe II - Théorie d'Armstrong.....	103
Annexe III - Méthodes de détermination de l'apparition de la striction....	107
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	113

*à la mémoire de mon père
à ma mère
à toute ma famille*

P R E F A C E

Le présent travail a été effectué au laboratoire de métallurgie des matériaux Polycristallins (LM2P) de l'institut supérieur de génie mécanique et productique de l'université de Metz.

J'exprime ma sincère gratitude à Monsieur le Professeur C. ESLING, directeur du LM2P, pour l'accueil qu'il m'y a réservé et pour avoir bien voulu se joindre au jury.

Je tiens, tout particulièrement, à remercier Madame le Professeur Marie Jeanne PHILIPPE de l'université de Metz. Je lui suis reconnaissant de m'avoir accordé sa confiance et de m'avoir fait bénéficier de son expérience et de sa compétence. La bienveillante attention qu'elle a accordée à cette étude et le temps qu'elle a consacré à me guider dans mon travail ont été décisifs pour sa réalisation.

En acceptant d'être rapporteurs de ma thèse et membres du jury, les Professeurs C. ESLING de l'université de Metz, J. FOCT de l'université de Lille et R. SCHWARZER de l'université de Clausthal (Allemagne) me font un grand honneur. Je leur exprime mes vifs remerciements.. Il en va de même pour Messieurs A. BESSIERES et M. HUMBERT, tous deux de l'université de Metz, qui ont bien voulu participer au jury. Je suis également honoré que la présidence soit revenue au Professeur J. FOCT

Ce travail n'a pu être concrétisé qu'à partir des matériaux fournis par la société Vieille-Montagne. Que le Docteur J. WEGRIA, à travers lui Vieille-Montagne, trouve ici l'expression de ma vive reconnaissance.

Enfin, mes sincères remerciements vont à mes camarades étudiants chercheurs et à tout le personnel du LM2P pour leur soutien et, surtout leur compréhension durant toutes ces années passées en leur compagnie.

INTRODUCTION

L'industrie du bâtiment est l'un des domaines d'application des alliages zinc-cuivre-titane (Zn-Cu-Ti). Ils y sont utilisés en raison de leur excellente résistance à la corrosion, de leur malléabilité et surtout de leur très bonne résistance au fluage.

Lorsque ces alliages sont destinés à la toiture, l'une des plus importantes qualités demandée est leur bon comportement au pliage. Pour être mieux utilisés dans les régions très froides, ces alliages doivent, en outre, avoir une bonne pliabilité à des températures aussi basses que possible.

L'aptitude au pliage des alliages Zn-Cu-Ti est une caractéristique mécanique primordiale qui dépend de la température. A l'heure actuelle, la pliabilité de ces alliages est très bonne aux températures supérieures à 7°C. En dessous de cette température, on observe généralement une fragilisation du métal pendant son utilisation.

Les études antérieures sur certains aspects fondamentaux de la déformation plastique des alliages Zn-Cu-Ti avaient montré le rôle important que jouent la texture cristallographique et la vitesse de déformation dans le processus de déformation et de rupture de ces alliages.

Le présent travail a pour but de contribuer à la mise en évidence des paramètres structuraux qui régissent l'aptitude au pliage des alliages Zn-Cu-Ti. Ceci en vue d'améliorer, dans le respect des consignes d'élaboration de coulée et de laminage, leur pliabilité à très basse température. Nous disposons pour cela de deux tôles d'alliage Zn-Cu-Ti de même composition, mais présentant des pliabilités différentes à 4°C. Ces tôles se différencient, en fait, par leur texture.

Pour aborder le problème de la pliabilité de ces tôles à basse température, il convenait donc de chercher à comprendre leur comportement sous diverses sollicitations, à différentes vitesses de déformation et températures.

Les trois premiers chapitres sont consacrés à un rappel des connaissances actuelles de la métallurgie physique des alliages Zn-Cu-Ti, des mécanismes de déformation et textures des matériaux de structure hexagonale compacte, ainsi qu'à la transition ductile-fragile. Pour une caractérisation aussi complète que possible, nous avons, au chapitre IV, dégagé les méthodes expérimentales qui permettent une approche plus précise de l'aptitude au pliage du zinc et de ses alliages. Ainsi pour caractériser l'état structural des échantillons, nous avons utilisé le microscope optique, le microscope électronique à balayage et la diffraction des rayons X. Quant à la caractérisation de l'aptitude à la déformation et à la rupture de ces alliages, nous les avons soumis à des essais de traction, d'expansion biaxiale et de pliage. Les propriétés mécaniques ont été déterminées, les faciès de ruptures examinés et analysés. Les résultats ainsi obtenus sont présentés au chapitre V et enfin interprétés puis analysés dans le chapitre VI.

CHAPITRE I CARACTERISATION DES ALLIAGES DE ZINC

I-1 LES ALLIAGES DE ZINC

L'utilisation principale du zinc dans l'industrie découle de ses propriétés électrochimiques particulières (par exemple la protection de l'acier par galvanisation). La faible valeur de la résistance mécanique du zinc et son excellente tenue à la corrosion atmosphérique ont entraîné, au XIX^e siècle, son développement, sous forme de produits laminés, pour les couvertures de bâtiments. A l'heure actuelle, les utilisations des alliages de zinc sont très diverses. Dans l'industrie du bâtiment par exemple, on utilise essentiellement les alliages de type Zn-Cu-Ti. Car tout en conservant une bonne ductilité et une meilleure stabilité lors des changements de conditions atmosphériques, les alliages Zn-Cu-Ti présentent, par rapport au zinc non allié, l'avantage d'une résistance au fluage plus élevée.

I-1.1 Elaboration

La modernisation des installations industrielles a conduit à des unités de production qui intègrent, dans la majorité des cas, une fonderie par coulée continue et une étape de première transformation par laminage conduisant à des produits ou à des barres, dénommés semi-produits. L'étape de seconde transformation vise à l'obtention des pièces finies par diverses techniques (emboutissage, profilage, matriçage...).

Les produits corroyés sont essentiellement caractérisés par l'anisotropie de leurs caractéristiques mécaniques due à la structure hexagonale compacte du zinc et à la texture cristallographique introduite par les opérations de mise en forme. L'emboutissabilité des alliages de zinc est très sensible à la texture de laminage et à la vitesse de déformation, que ce soit en expansion ou en rétreint. Les alliages les plus performants, selon Piccinin et al. (1977), sont ceux qui contiennent du plomb et du cadmium, ou ceux au cuivre sans titane. Compte tenu de la forte valeur de l'énergie d'activation des processus de déformation, la résistance à la déformation diminue très rapidement lorsque la température s'élève. Contrairement aux autres métaux usuels, le zinc dont les caractéristiques mécaniques sont très sensibles à la température et à la vitesse de déformation ne possède pas de limite élastique vraie (Wégria et al., 1970).

I-1.2 Applications

Le tableau [I-1] donne quelques valeurs des caractéristiques mécaniques des alliages de zinc les plus courants et leurs domaines d'utilisation. Les alliages de zinc utilisés dans l'industrie se classent en cinq (5) grandes familles :

Type d'alliage	Utilisations principales	Composition chimiques % en masse	Résistance à la traction R _m (Mpa)		Allongement à rupture λ (%)		Limite d'élasticité R _{0,2} (MPa)		Module d'élasticité en traction (MPa)		Dureté Vickers HV	Vit. de fluage sous 70 MPa en 10E-4 %/h SL
			SL	ST	SL	ST	SL	ST	SL	ST		
Zinc pur	Galvanoplastie	Zn = 99,995	130	140	70	50	50	70	50000	57000	38	10000
Au cuivre	Emboutissage Estampage	Cu=0,005-Ti=0,007	115	152	63	36	79	106	60000	70000	37	130000
	Emboutissage Repoussage	Cu=0,018-Ti=0,015	119	156	59	34	84	118	62000	75000	38	100000
titane	Bâtiment	Cu =0,17-Ti =0,08	166	227	37	18	135	190	92000	115000	56	3
	Fusibles	Cu =0,6-Ti =0,15	199	265	36	13	167	232	100000	120000	70	0,3
	Bardages	Cu =0,9-Ti =0,17 Mg = 0,01	230	290	34	12	190	250	100000	120000	78	0,5
Au plomb	Bâtiment	Pb = 0,65	118	146	68	42	70	90	43000	48000	38	200000
	cadmium	Embout. Piles	Pb =0,35-Cd =0,02	144	158	63	36	95	100	75000	77000	44
Au magnésium aluminium	Photogravure	Al = 0,1-Mg = 0,05	270	335	25	12	185	255	80000	100000	90	7000

SL sens de laminage ; ST sens travers

Tableau [I-1] : Caractéristiques mécaniques des alliages de zinc laminés à chaud (à température ambiante), d'après Racek.

- le zinc pur non allié qui sert essentiellement à la fabrication d'anodes (galvanoplastie) ou de fils (métallisation).

- les alliages à l'aluminium pour leurs propriétés superplastiques, ou sous forme de fils.

- les alliages au magnésium-aluminium pour les plaques destinées à la photo gravure.

- les alliages au plomb

- les alliages au cuivre-titane

Ces deux derniers sont essentiellement utilisés pour le bâtiment.

Nous limiterons la suite de ce chapitre à l'étude des alliages Zn-Cu-Ti qui font l'objet du présent travail.

I-2 LES ALLIAGES Zn-Cu-Ti

Heine et Zwicker (1962) ont montré que l'addition simultanée de cuivre et de titane ne paraît avoir aucune influence sur la solubilité de ces éléments dans le Zinc. Selon Wégria (1985), la structure de solidification d'une brame de l'alliage Zn-Cu-Ti produite par coulée continue est fonction des teneurs en cuivre et en titane. En effet, ses travaux montrent que, lorsque les teneurs en éléments d'addition augmentent, la structure basaltique fait progressivement place à une structure équiaxe et simultanément un affinement très marqué du grain est observé. Cette évolution structurale peut s'expliquer par l'action germinante du titane et par un accroissement de l'intervalle de solidification lorsqu'on augmente la teneur en Cuivre.

I-2.1 Influence des éléments d'addition

Les éléments d'addition permettent d'améliorer l'aptitude à la mise en forme et les caractéristiques mécaniques de l'alliage.

I-2.1.1 Composition

Le cuivre en solution solide diminue le module d'élasticité des alliages Zn-Cu. En effet, l'addition du cuivre dans le zinc agit pour augmenter la résistance à la traction et pour diminuer la déformation à rupture (Cosse et al., 1977 ; Racek et al., 1977).

L'addition du titane dans le zinc améliore sa contrainte de fluage, sans véritablement changer sa formabilité (Cosse et al., 1977). Dans un alliage Zn-

Cu-Ti, les teneurs de plus de 0,15% de Ti conduisent à une perte de ductilité, et celles inférieures à 0,10% de Ti sont insuffisantes pour améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage (Racek et al., 1977). En effet, les caractéristiques de ductilité et de déformation des tôles Zn-Cu-Ti sont attribuables à la répartition et à la morphologie des précipités. Les précipités $TiZn_{15}$ agissent pour augmenter la résistance d'écoulement pendant la déformation (Lutts et al., 1967 ; Viatour et al., 1973). La phase η (composé $Cu_{15}Zn_{85}$), occasionnellement trouvée dans les alliages Zn-Cu-Ti, est nuisible à la formabilité de ces alliages (Piccinin et al., 1977). Cela est sans doute dû à sa dureté élevée et à sa grande taille.

I-2.1.2 Solidification

La figure [I-1] reprend deux coupes isothermes à 20 et 180°C, du diagramme d'équilibre Zn-Cu-Ti proposé par Heine et Zwicker (1962). Rappelons qu'une étude menée par ces deux auteurs montre que l'addition simultanée de cuivre et de titane ne semble avoir aucune influence sur la solubilité de ces éléments dans le zinc solide. Ainsi, l'analyse des diagrammes binaires Zn-Cu (figure I-2) et Zn-Ti (figure I-3) permet d'avancer des prévisions qualitatives sur le déroulement de la solidification :

La solubilité maximale du cuivre dans le zinc (figure I-2) est d'environ 2,7% à la température de 424°C (température d'une réaction péritectique). Lors de l'abaissement de la température, cette solubilité diminue, ce qui se traduit par la précipitation de la phase ϵ , composé intermétallique de structure hexagonale compacte dont les paramètres cristallins valent : $a = 2,742 \text{ \AA}$; $c = 4,294 \text{ \AA}$ (Pearson, 1967), soit $c/a = 1,566$.

Pour une teneur en cuivre inférieure à 0,8%, on n'obtient, par solidification, qu'une seule phase solide (zinc contenant du cuivre en solution solide). En principe, il ne peut se former de phase ϵ à la solidification. Cependant le refroidissement du solide peut conduire à la précipitation du cuivre en sursaturation sous forme de phase ϵ .

La solubilité du titane dans le zinc (figure I-3) est très faible : elle est inférieure à 0,02% à 400°C d'après Gebhardt (1941), et selon Anderson et al. (1944), elle est, à la même température, inférieure à 0,015%. En ce qui concerne l'eutectique se formant à 418°C, les teneurs en titane trouvées dans la bibliographie sont très variables :

- 0,12% de titane d'après Anderson et al. (1944) (fig. 3a)
- 0,23% de titane d'après Heine et Zwicker (1962) (fig. 3b)
- 0,45% de titane d'après Rennhack et Conard (1966) (Fig. 3c).

Ces disparités sont vraisemblablement dues au fait que les diagrammes d'équilibre ont été tracés dans des conditions de solidification s'écartant sensiblement des conditions idéales d'équilibre. En effet, Bleus et al. (1967)

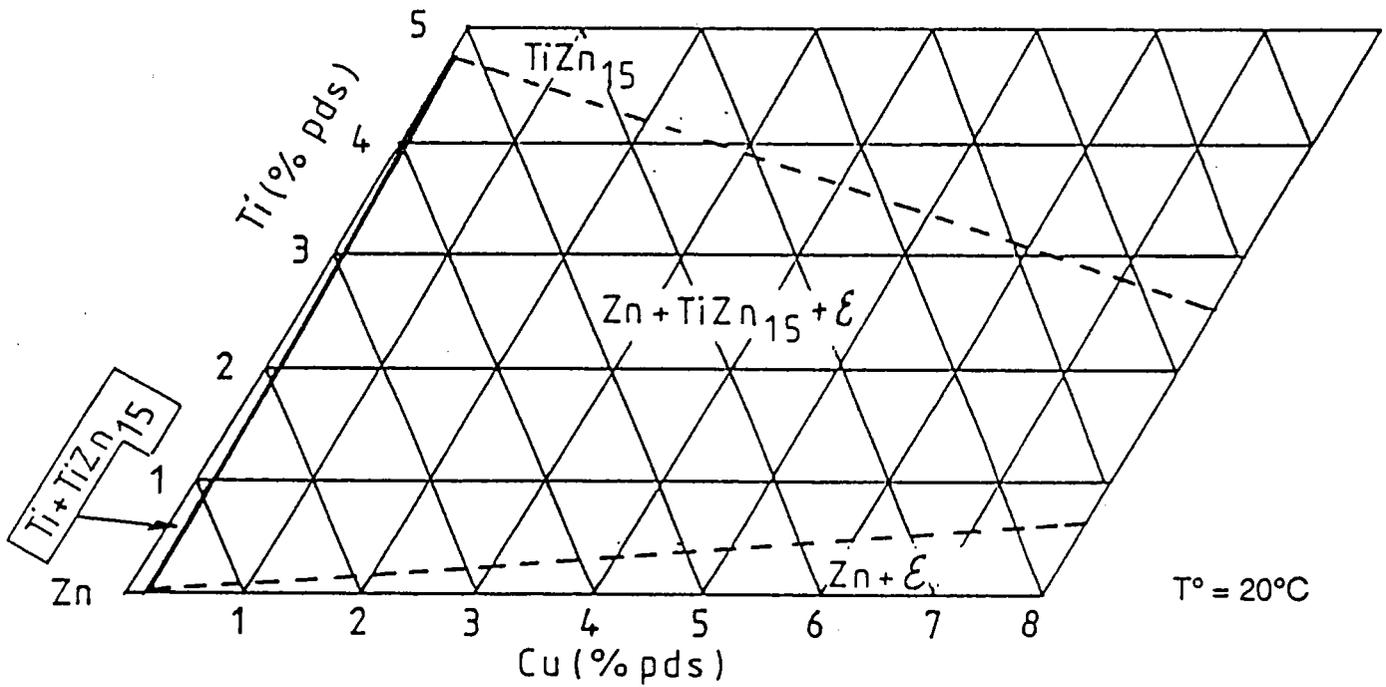
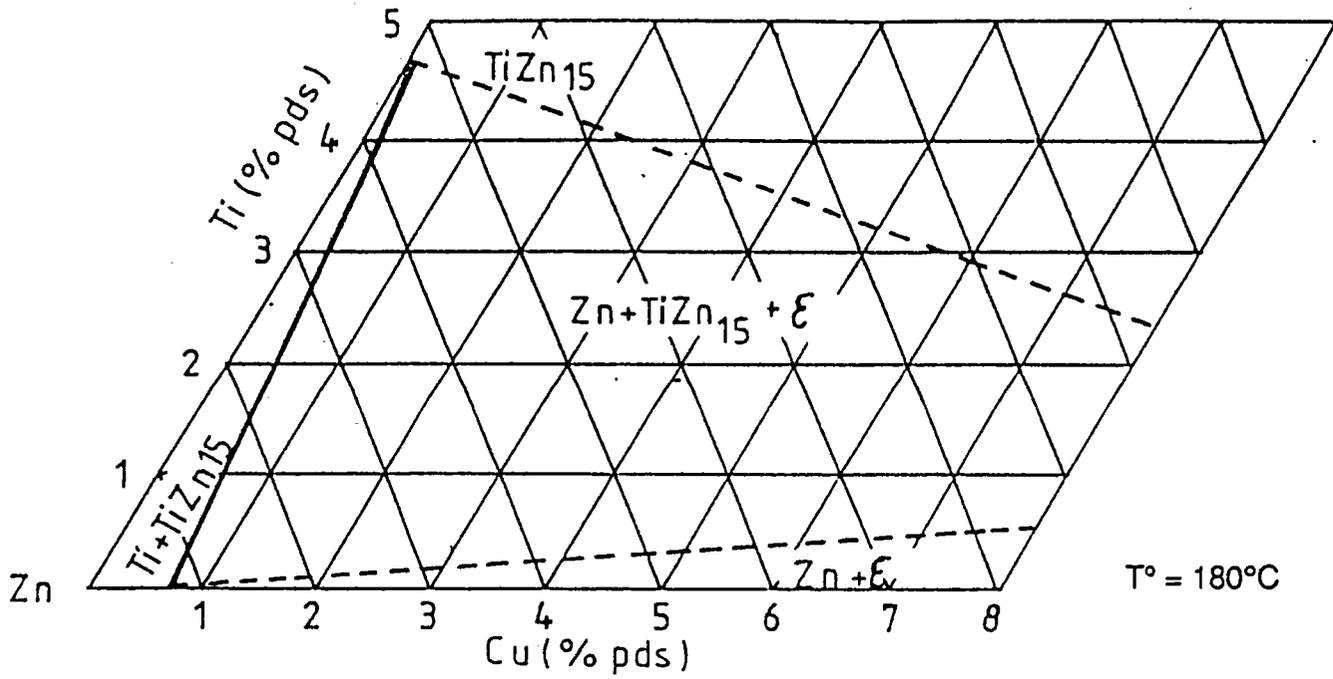


Fig. [I-1] : Diagramme ternaire Zn-Cu-Ti. Coupes isothermes (180 et 20°) dans le coin riche en zinc.

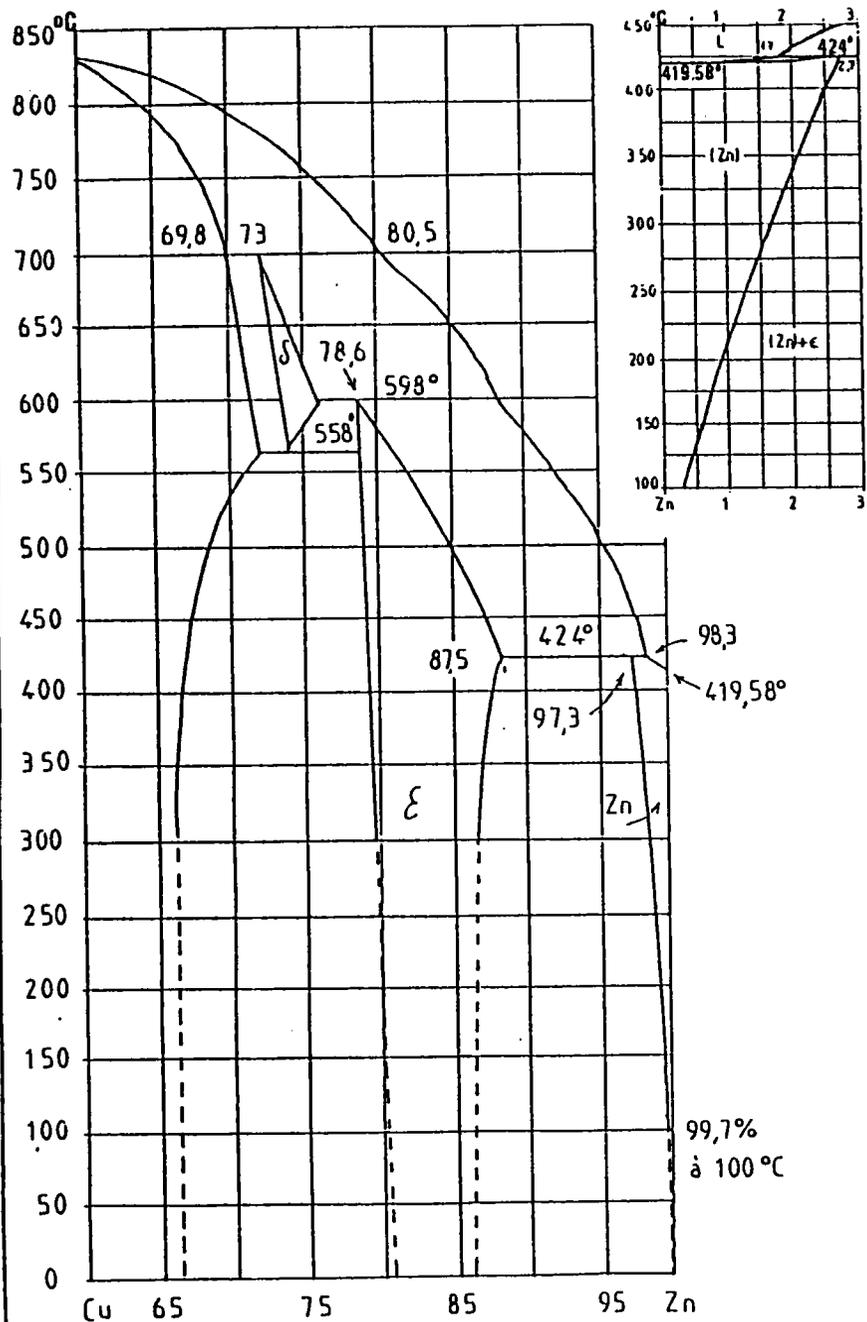


Fig. [I-2] : Diagramme d'équilibre Zn-Cu (coté riche en zinc), d'après D.T. Hawkins

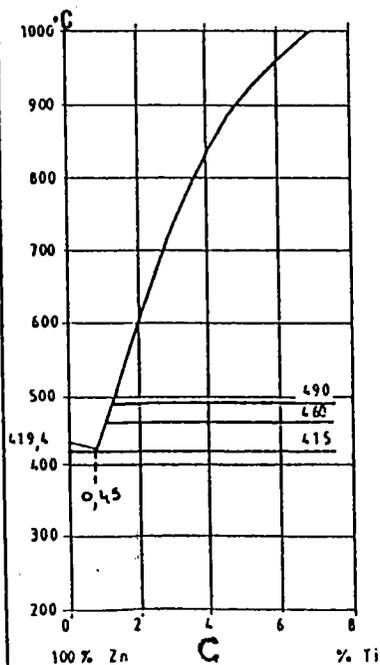
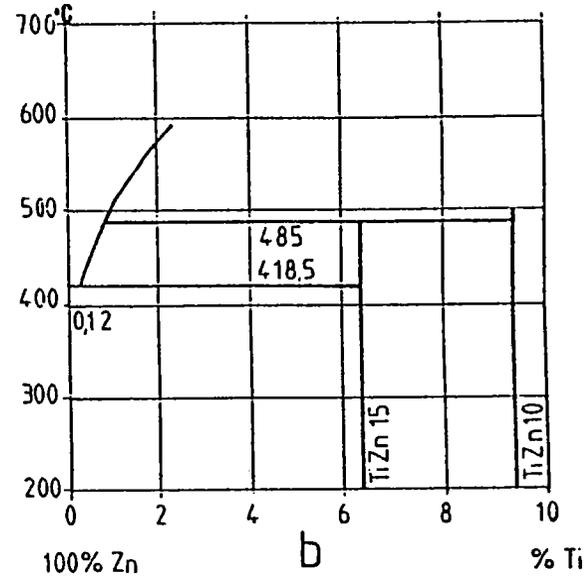
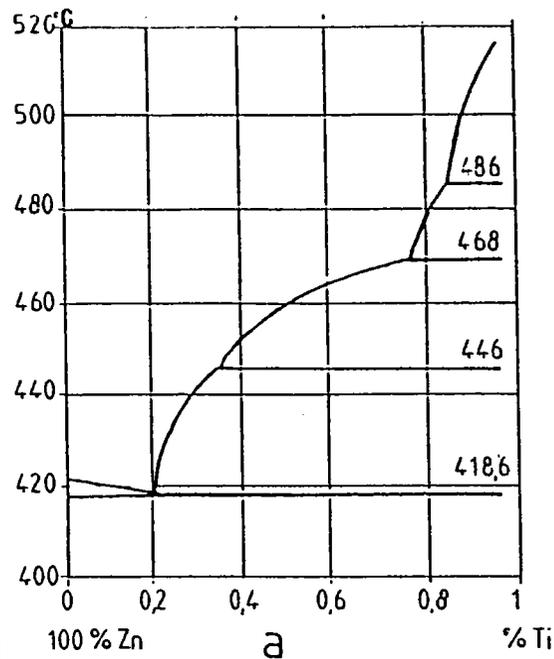
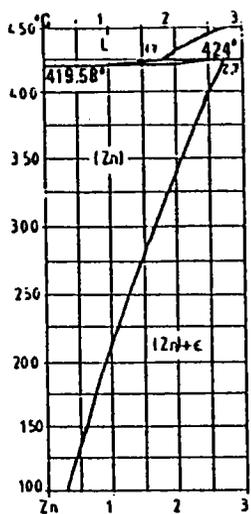


Fig. [I-3] : Diagramme d'équilibre Ti-Zn :
 a : d'après Heine et Zwicker (1962).
 b : d'après Anderson et al. (1944).
 c : d'après Rennack et Conrad (1966).

ont montré, lors d'une étude de la structure de solidification d'alliage Zn-Cu-Ti, que la diminution de la vitesse de solidification augmente la quantité de structure eutectique. Autrement dit l'hypoeutectique d'un alliage se renforce avec l'accroissement de la vitesse de solidification. Ceci correspond à un "déplacement" de la teneur eutectique vers les teneurs les plus élevées en titane. Selon Wégria (1985), la composition eutectique à l'équilibre est proche de 0,12% et croît vers 0,45% au fur et à mesure que la vitesse de solidification augmente.

Le mécanisme général de formation d'une structure eutectique a été étudié par Chalmers (1963) : dans un système eutectique, le solide en équilibre avec le liquide est un solide à deux phases qui a la même composition moyenne que le liquide. Autrement dit, dans le système eutectique, le liquide peut se solidifier sans changer de composition.

Dans le cas de l'eutectique zinc-titane, une des phases de l'eutectique est un composé intermétallique (TiZn_{15}), tandis que l'autre est une solution solide saturée. TiZn_{15} est un composé intermétallique à grande maille de réseau cubique à structure complexe avec comme paramètre réticulaire $a = 12,085 \text{ \AA}$ (Lutts et al., 1967). Ce cas n'est pas unique dans les alliages de zinc : à titre d'exemple, ZrZn_{14} ($a = 14,11 \text{ \AA}$) et La-Zn_{13} ($a = 12,09 \text{ \AA}$) (Landelli et Palenzona, 1967).

Saillard et al. (1981) ont étudié de manière complète le même type de composé en lui attribuant une formule TiZn_{16} avec comme paramètres réticulaires : $a = 7,720 \text{ \AA}$; $b = 11,449 \text{ \AA}$; $c = 11,755 \text{ \AA}$, soit $c/a = 1,523$.

Pour une teneur en titane inférieure à 0,15%, l'incertitude qui pèse sur la valeur de la composition de l'eutectique amène à considérer deux cas :

- pour un liquide hypoeutectique, le premier solide formé sera la phase Zn contenant très peu de titane en solution. Il se développera jusqu'à ce que le liquide restant atteigne la composition nécessaire à la solidification d'une structure eutectique Zn- TiZn_{15} .

- pour un liquide hypereutectique, un processus de solidification analogue se déroulera, avec une solidification primaire de TiZn_{15} en lieu et place du zinc.

I-2.1.3 Propriétés

Les conditions de solidification d'un alliage et sa teneur en éléments d'addition ont, en général, une influence notable sur les caractéristiques du produit coulé. Ces caractéristiques sont liées à un ou plusieurs facteurs susceptibles d'avoir de l'importance sur les propriétés d'utilisation de l'alliage (Flemings, 1974). Ces facteurs sont :

- la texture (statistique d'orientation des grains)
- la macrostructure (caractéristiques morphologiques des grains)
- la microstructure (taille et répartition des phases à l'intérieur du grain)
- la ségrégation (hétérogénéité de composition).

En fait, la déformation mécanique et un éventuel recuit ne permettent pas toujours d'éliminer complètement les caractéristiques de solidification du lingot (par exemple les hétérogénéités d'ordre géométrique ou d'ordre chimique). En outre les conditions de mise en forme dépendent aussi de la structure de coulée.

I-2.14 Microstructures de solidification

Les résultats (tableau I-2) des observations faites par Wégria (1985) à l'échelle de la macrostructure ont permis, en partant de la périphérie d'un lingot brut de coulée jusqu'au coeur, de distinguer trois structures :

- une structure de peau à grains très fins, à faible extension spatiale, qui provient du refroidissement brutal du liquide en contact de la paroi froide de la lingotière.

- une structure à grains allongés, appelée structure basaltique, qui est créée par le déplacement continu d'un front de solidification de la peau vers le coeur sous l'action du flux de chaleur évacuée par la lingotière.

- une structure à grains équiaxes, au centre du lingot, qui apparaît lorsque le liquide restant n'est plus surchauffé et qui se forme par croissance de multiple grains solides au sein du liquide.

Repères	% Cu	%Ti	Zone équiaxe	Zone basaltique
A	0,05	0,05	10% grains moyens	90% grains moyens
B	0,30	0,11	60% grains moyens	40% grains fins
C	0,30	0,15	75% grains fins	25% grains fins
D	0,80	0,15	100% grains fins	%

Tableau [I-2] : Influence des teneurs en cuivre et en titane sur la solidification, d'après Wégria (1985).

L'examen du tableau [I-2] qui reprend ces observations, permet de formuler les remarques suivantes :

- lorsque la teneur en titane est faible, la structure est en majorité basaltique à gros grains

- la teneur en cuivre paraît avoir une influence faible, voire négligeable. La taille du grain basaltique ou équiaxe s'est légèrement affinée pour l'alliage à plus forte teneur en cuivre.

- l'augmentation de la teneur en titane, entraîne une augmentation de la quantité de la zone équiaxe dans la brame. En outre le grain de la zone basaltique et/ou de la zone équiaxe s'affine en général.

Ces observations montrent également que la taille des cristaux de zinc ne varie pratiquement pas en fonction des teneurs en cuivre ou en titane. Par contre, d'après les diagrammes d'équilibre, la proportion d'eutectique croît avec la teneur en titane. Simultanément la taille du grain évolue d'une section polyédrique à une section arrondie.

I-3 INFLUENCE DES CONDITIONS DE LAMINAGE SUR LES CARACTERISTIQUES MECANIKUES

Pour de nombreux métaux et alliages (y compris le zinc) on observe entre la contrainte appliquée σ , la température T et la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ une relation du type :

$$\dot{\epsilon} = A \cdot e^{(B \cdot \sigma)} \cdot e^{\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right)} \quad (I-1)$$

cette relation peut se mettre sous la forme :

$$\sigma = \frac{-1}{B} \ln A + \frac{1}{B} \ln \dot{\epsilon} + \frac{Q}{B R T} \quad (I-2)$$

De cette relation, on s'attendre à une proportionnalité entre la résistance à la rupture (σ), le logarithme de la vitesse ($\dot{\epsilon}$) et l'inverse de la température (T). A et B sont des constantes dépendant du matériau étudié (Jaoul, 1965 ; Poirier, 1976).

La simulation du laminage industriel sur un train de laboratoire repose sur l'étude du paramètre Z de Zener-Hollomon (1944). Ce paramètre fait intervenir la vitesse de déformation (donc la vitesse de laminage et le taux de réduction) et la température selon la relation:

$$Z = \varepsilon \cdot e^{\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right)} \quad (1-3)$$

avec, dans le cas du laminage :

$$\dot{\varepsilon} = V \cdot \sqrt{\frac{2}{D(h_0 - h_1)}} \cdot \text{Ln} \left(\frac{h_0}{h_1} \right) \quad (1-4)$$

où V est la vitesse de laminage ; Q , l'énergie d'activation ; R , la constante des gaz parfaits ; D , diamètre des cylindres ; h_0 , h_1 les épaisseurs du produit avant et après laminage.

Les deux types de laminage (industrie et laboratoire) peuvent être considérés comme équivalents, du point de vue métallurgique, lorsque les paramètres Z correspondants sont égaux ou très voisins (Wégria, 1985). Le passage par des appareils de simulation permet donc, en examinant l'effet des différents paramètres (température, vitesse de déformation, taux de corroyage, composition et état structural du zinc et de ses alliages) de transposer dans la pratique industrielle, les conditions expérimentales déterminées en laboratoire. Cette simulation peut se faire, moyennant certaines hypothèses, par l'intermédiaire d'essais de traction, de compression ou encore de torsion.

La vitesse de déformation, utilisée dans l'essai de traction, joue un rôle analogue à celui de l'inverse de la température. Son influence sur la résistance est indépendante de la composition. Elle reste la même que l'alliage soit laminé à chaud ou à froid, que l'éprouvette soit prélevée dans le sens long ou travers (Racek et al., 1977).

Comme l'acier, le zinc et ses alliages ont une transition entre le domaine de rupture-ductile et rupture-fragile à relativement basse température et pour une forte vitesse de déformation. Les conditions de traitement thermomécanique au laminage sont, en général, choisies pour abaisser aux environs de 5°C la température de transition des alliages de zinc (Wégria et Foct, 1984).

I-4 CONCLUSION

Ce premier chapitre bibliographique a permis de résumer l'essentiel des caractéristiques des alliages zinc-cuivre-titane, notamment en ce qui concerne l'influence des additions de cuivre et de titane.

Les produits zinc, dont les caractéristiques mécaniques sont sensibles à la température et à la vitesse de déformation ne possèdent pas de limite élastique vraie.

L'addition de 0,10 à 0,15% de titane semble donner des meilleurs résultats pour les alliages Zn-Cu-Ti. En effet, au delà de 0,15% de Ti, la quantité de composé intermétallique présente favorise la germination et la croissance de

fissures qui conduisent à une rupture prématurée. Les teneurs inférieures à 0,10% de Ti sont insuffisantes pour améliorer les caractéristiques mécaniques.

La taille des cristaux de zinc ne varie pratiquement pas en fonction des teneurs en cuivre ou en titane.

REFERENCES : CHAPITRE I

- ANDERSON E.A., BOYLE E.S., RAMSEY P.N. (1944) *Trans. Aime* 156, 278.
- BLEUS J., LERUSSE A., WEGRIA J. (1967) *Rap. int. CRM, NF 3 / 67-Zn 22*.
- CHALMERS B. (1963) *Métallurgie générale*, édit. Dunod.
- COSSE P., D'HAeyer R., COUTSOURADIS D. et HABRAKEN L. (1977)
ILZRO Report NF 6177 - Zn 156.
- FLEMINGS M. (1974) *Solidification processing*, Mc Graw-Hill.
- GEBHARDT E. (1941) *Z. Metallkde* 33, 355.
- HEINE W., ZWICKER U. (1962) *Z. Metallkde* 53, 386.
- JAOL B. (1976) "Etude de la plasticité et application aux métaux" Dunod.
- LUTTS A., WEGRIA J. et LERUSSE A. (1967) *ILZRO Rap. NF 16177 - Zn166*.
- PEARSON W.B. (1967) "Handbook of lattice spacings and structures of metals" Oxford Press.
- PICCININ A., WEGRIA J., RACEK R. (1977) "Study of drawable zinc alloys"
Rap. CRM 51, p. 23-30.
- POIRIER J.P. (1976) "Plasticité à haute température des solides cristallins"
Eyrolle.
- RACEK R., WEGRIA J., PICCININ A. (1977) *Rap. CRM 2-17/77 Zn 152 - 166*.
- RENNHACK E.H., CONARD G.P. (1966) *Trans. Aime* 236 - 941.
- SAILLARD M., DEVELEY G., BECLE C., MOREAU J.M., PACCARD D. (1981)
Acta Cryst. B 37, 224
- VIATOUR P., LEHNERT R. et WEGRIA J. (1973) *CRM Rep. NF 6 - 73 - Zn127*.
- WEGRIA J. et HABRAKEN L. (1970) *Rep. CRM met.* p. 22, 49.
- WEGRIA J., FOCT J. (1984) "Aspects structuraux de l'aptitude au pliage d'alliages Zn-Cu-Ti" *Mem. Sci. Rev.* p. 145-55.
- WEGRIA J. (1985) *Thèse Dr. ing. CRM*
- ZENER C., HOLLOMON J.H. (1944) *J. Appl. phys.*, 15 (11), 22.

CHAPITRE II MECANISMES DE DEFORMATION ET TEXTURES DANS LE ZINC

II-1 MECANISMES DE DEFORMATION

L'étude des propriétés mécaniques des métaux est essentiellement celle de leurs propriétés plastiques. Le comportement plastique des métaux hexagonaux est influencé par la valeur du rapport c/a des axes cristallographiques. Ceux pour lesquels c/a est assez grand (cf tableau II-1), se déforment principalement sur le plan basal. Cependant, pour certains types de sollicitations ou dans certaines conditions de température, d'autres mécanismes peuvent intervenir : le glissement sur les plans pyramidaux, le maclage ou le fluage intergranulaire.

II-1.1 Glissement

La déformation plastique est, à l'échelle microscopique, généralement due au mouvement des dislocations par glissement.

Le glissement se produit, en général, suivant des plans d'indices cristallographiques peu élevés. Il est caractérisé par un cisaillement du réseau cristallin, selon un plan et une direction donnés, qui provoque la translation des atomes. Il se traduit, sur la surface de l'éprouvette, par l'apparition de lignes rectilignes, parallèles et nettes (Diehl, 1956).

Taylor (1938), après Von Mises, considère que pour qu'un métal polycristallin soit capable de subir une déformation générale homogène sans apparition de fissures, au moins cinq systèmes de glissements indépendants sont nécessaires.

Groves et Kelly (1963) ont analysé et répertorié (cf. tableau II-2) les modes indépendants de systèmes de glissement dans les cristaux hexagonaux compacts. D'une manière générale, quatre modes de glissements ont été observés dans les métaux hexagonaux compacts (Patridge, 1967). Ce sont (figure II-1) :

- le glissement basal $(0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$
- le glissement prismatique $(10\bar{1}0) \langle 11\bar{2}0 \rangle$
- le glissement pyramidal de première espèce $(10\bar{1}1) \langle 11\bar{2}0 \rangle$
- le glissement pyramidal de deuxième espèce $(11\bar{2}2) \langle 11\bar{2}3 \rangle$.

Remarquons que seul le glissement pyramidal de deuxième espèce possède une direction située en dehors du plan de base. Ce glissement permet une accommodation aux joints de grains. Par conséquent, il est le seul à satisfaire les conditions de Taylor (continuité de déformation). Ceci explique l'intérêt des études qui lui ont été consacrées, notamment par Price (1960/61), Damiano et al. (1969), Paton et Backhofen (1970), Stohr et Poirier (1972), Akhtar (1973/76) et par Minonishi et al. (1982).

Métal	c/a	Ta/Ti ^a	Tt/Ti ^b	Plan de Glissement	Plan de Glissement	Plan de Maillage
				Primaire	Secondaire	
Co	1,6235	0,17	0,39	0001	(11 $\bar{2}$ 2) (10 $\bar{1}$ 1)	(10 $\bar{1}$ 2) (11 $\bar{2}$ 1)
Cd	1,8856	0,5		0001	(11 $\bar{2}$ 2) (10 $\bar{1}$ 1) (10 $\bar{1}$ 0)	(10 $\bar{1}$ 2)
Zn	1,8563	0,43		0001	(11 $\bar{2}$ 2) (10 $\bar{1}$ 0) (10 $\bar{1}$ 1)	(10 $\bar{1}$ 2)
Be	1,568	0,19	0,98	0001	(10 $\bar{1}$ 0) (11 $\bar{2}$ 2)	(10 $\bar{1}$ 2) (11 $\bar{2}$ 4)
Mg	1,623	0,32		0001	(11 $\bar{2}$ 2) (10 $\bar{1}$ 0) (10 $\bar{1}$ 1)	(10 $\bar{1}$ n)
Hf	1,5811	0,12	0,80	(10 $\bar{1}$ 0)	(0001) (10 $\bar{1}$ 1) (11 $\bar{2}$ 2)	(10 $\bar{1}$ 2) (11 $\bar{2}$ n)
Ti	1,5873	0,15	0,60	(10 $\bar{1}$ 0)	(10 $\bar{1}$ 1) (0001)	(10 $\bar{1}$ 2) (11 $\bar{2}$ n)
Zr	1,5931	0,14	0,53	(10 $\bar{1}$ 0)	(10 $\bar{1}$ 1) (0001) (11 $\bar{2}$ 2)	(10 $\bar{1}$ 2) (11 $\bar{2}$ n)

^a Ta=Température ambiante, Ti=Température de fusion, Tt=Température de transformation

Tableau [II-1] : Eléments cristallographiques de glissement et de maillage observés dans différents matériaux hexagonaux.

Direction	Plan	Eléments cristallographique	Nombre de modes indépendants
\bar{a}	Plans de bases	(0002) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
	Plans prismatiques	(1 $\bar{1}$ 00) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
	Plans pyramidaux	(1 $\bar{1}$ 01) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$	4
$\bar{c} + \bar{a}$	Plans pyramidaux	(hkil) $\langle 11\bar{2}\bar{3} \rangle$	5
Maillage		(k) $\langle \eta \rangle$	0,5

^a voir détail des éléments tableau [I-3a]

Tableau [II-2] : Modes de déformation indépendants dans les métaux hexagonaux, d'après Groves et Kelly (1963).

K1	K2	n1	n2	S
{1012}	{1012}	$\pm \langle 1011 \rangle$	$\pm \langle 1011 \rangle$	$\pm 1/3 \langle 1210 \rangle$
{1011}	{1013}	$\langle 1012 \rangle$	$\langle 3032 \rangle$	$1/3 \langle 1210 \rangle$
{1122}	{11 $\bar{2}$ 4}	$1/3 \langle 1123 \rangle$	$1/3 \langle 2243 \rangle$	$\langle 1100 \rangle$
{1121}	{0002}	$1/3 \langle 1126 \rangle$	$1/3 \langle 1120 \rangle$	$\langle 1100 \rangle$

Tableau [II-2a] : Eléments cristallographiques du maillage dans les HC.

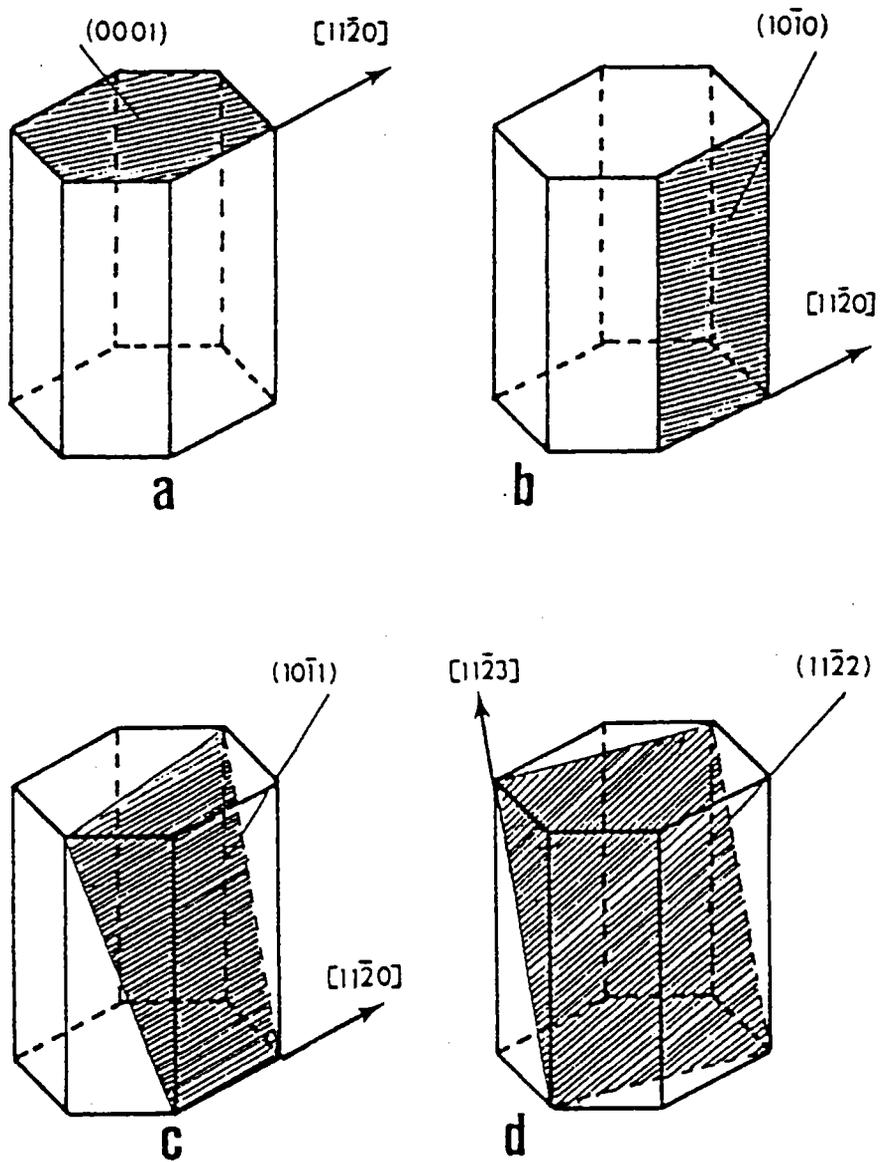


Fig. [II-1] : Systèmes de glissement dans la structure HC :

- a) glissement basal
- b) glissement prismatique
- c) glissement pyramidal de 1^o espèce
- d) glissement pyramidal de 2^o espèce.

La facilité relative des systèmes de glissement basal et prismatique dépendrait, selon Regnier et Dupouy (1970), de la facilité relative de dissociation des dislocations de type a dans les plans basal et prismatique, donc des valeurs relatives des énergies de défaut d'empilement correspondantes. La facilité de glissement sur un système est une propriété isoélectronique (Legrand, 1984). L'auteur établit un lien à l'entourage électronique dans la couche de valence.

II-1.2 Maclage

Dans le cas des métaux hexagonaux pour lesquels le nombre de possibilités de glissement est réduit, le maclage est un mode de déformation important. Le maclage sur le plan principal ne crée pas de déformation importante. Il intervient plutôt pour modifier l'orientation du cristal afin de faciliter le glissement. D'après Eppelsheimer et Gould (1956), tous les métaux hexagonaux possèdent, sous des contraintes appropriées, le mode de maclage $(10\bar{1}2) \langle 10\bar{1}1 \rangle$. Ce système est unique dans le zinc, le cadmium et le Beryllium.

Dans le maclage, les atomes subissent une translation par cisaillement du réseau, parallèlement au plan de macle et selon une direction dite de maclage. Les éléments de maclage sont définis, selon la convention de Johnson par (figure II-2) :

- le plan de macle k_1
- la direction de macle η_1
- le deuxième plan non distordu k_2 avant déformation et k'_2 après
- la direction de cisaillement η_2 par rapport à k_2 et se transforme en η'_2 après maclage.
- le taux de cisaillement $S = 2 \cotg 2\phi$ où 2ϕ est l'angle entre k_1 et k_2

On distingue, d'une manière générale, deux types de maclage qui diffèrent par leurs modes de formation :

- les macles de croissance, formées au cours de la recristallisation du métal avec des points stables, bords parallèles et droits.
- les macles de déformation (ou macles mécaniques) pour lesquelles, sous l'effet d'une contrainte, les atomes de la partie maclée se sont déplacés parallèlement à la direction de cisaillement.

Pour les matériaux hexagonaux, le taux de cisaillement au cours du maclage est fonction du rapport c/a (figure II-3). Dans le cas où les plans de macle est du type $(10\bar{1}2)$, ce taux est égal à :

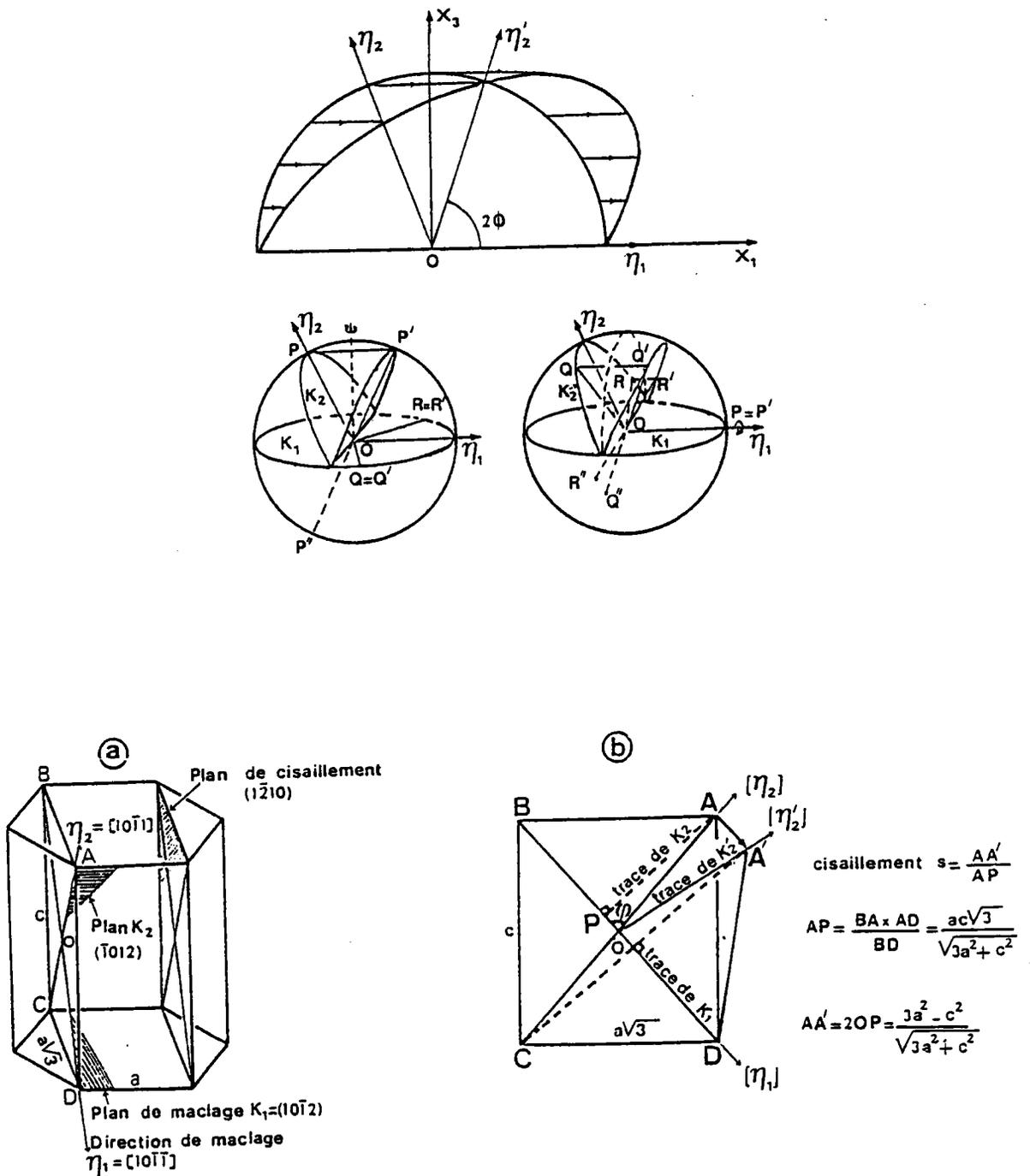


Fig. [II-2] : Définition des éléments géométriques du maillage.
 a) macles et plans de cisaillement dans les HC.
 b) calcul du cisaillement de maillage.

$$S = \frac{3 - (c/a)^2}{(c/a) \sqrt{3}}$$

Ainsi, pour $c/a = \sqrt{3}$, le taux de cisaillement est nul. En effet, le plan de maclage fait un angle de 45° avec le plan de base et constitue un plan de symétrie. Selon que les valeurs de c/a sont supérieures ou inférieures à $\sqrt{3}$, les cisaillements sont dans des directions opposées, mais leurs valeurs restent faibles.

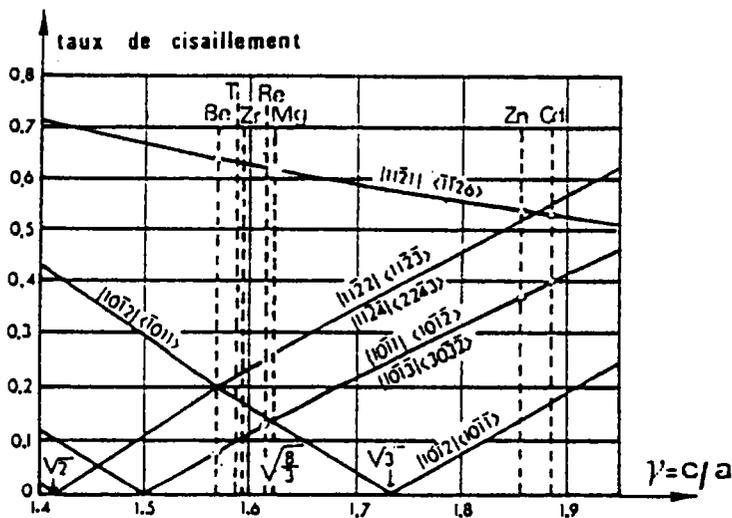


Figure [II-3] : Variation du taux de cisaillement en fonction du rapport c/a pour différents modes de maclage des matériaux HC.

II-1.3 Déformation du zinc et de ses alliages

La ductilité du zinc et de ses alliages s'explique par la superposition de plusieurs modes de déformation :

- le glissement basal qui est le système prédominant.
- le glissement dans les systèmes prismatiques et pyramidaux, qui devient d'autant plus actif que la température de déformation est élevée.
- le maclage, en général à température modérée, entraîne une déformation de 7% de la partie maclée et une modification de l'orientation du cristal activant le glissement basal (Mahajan et Williams, 1973).

cristal activant le glissement basal (Mahajan et Williams, 1973).

- la formation de bandes de pliage lors de la déformation dans la direction $\langle 0001 \rangle$.

L'existence du maclage, plus particulièrement du glissement entraîne, même pour un matériau initialement isotrope, la formation de textures cristallographiques qui sont les principales sources du comportement anisotrope.

II-2 TEXTURES

Un métal présente une texture ou une orientation préférentielle si l'orientation des grains n'est pas aléatoire. La présence d'une texture dans un matériau, représentée par la fonction de distribution des orientations (cf annexe I), entraîne, à des degrés divers une anisotropie de la plupart des propriétés physiques et mécaniques du solide polycristallin (Coulomb, 1970).

Le comportement anisotrope des matériaux polycristallins est dû à la nature anisotrope des monocristaux et à l'arrangement des cristallites dans un échantillon. Il est à l'origine même de l'intérêt porté à la texture cristallographique. La texture se relève ainsi comme une des caractéristiques les plus importantes des matériaux. En effet, la connaissance de la texture est essentielle pour la compréhension et les prévisions des propriétés physico-chimiques des matériaux polycristallins.

L'influence d'une texture sur les propriétés plastiques est très marquée dans les matériaux hexagonaux car les possibilités de glissement, dans ces métaux, sont inférieures à celles des métaux cubiques (Penelle, 1975).

D'une manière générale, il a été montré que la déformation plastique (glissement plastique) a lieu sur le système de glissement (plan et direction) pour lequel la contrainte de cisaillement résolue est la plus grande. Ceci permet déjà de pressentir l'influence de la texture sur le type de glissement effectivement actif. En effet, du point de vue de la déformation du zinc, rappelons que trois systèmes de déformation doivent être pris en considération : le glissement sur les plans de base, le glissement sur les plans pyramidaux de deuxième espèce et le maclage.

II-2.1 Texture de déformation

Au cours de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, la déformation des divers grains est accompagnée d'une rotation de leur réseau cristallin vers un certain nombre d'orientations stables. Ces positions stables sont les orientations préférentielles de la texture de déformation (Parnière, 1978). Pour un matériau donné, elles dépendent des mécanismes de la déformation plastique et du type de déformation.

Dans le cas des matériaux de structure hexagonale, la texture dépend du rapport c/a des axes cristallographiques. Ainsi les textures de laminage pour ces matériaux peuvent être classées en trois familles en fonction de c/a :

- $c/a \approx 1,633$ (Mg, Co) : la texture a comme orientation préférentielle (0001) $\langle 21\bar{1}0 \rangle$.
- $c/a > 1,633$ (Zn, Cd) : on observe que l'orientation préférentielle correspond à des grains tels que le plan (0001) est tourné d'environ 20° à 25° autour de $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ parallèle à la direction transverse.
- $c/a < 1,633$ (Zr, Ti, Be) : l'orientation préférentielle correspond à des grains tels que (0001) est tourné d'environ 30° à 35° autour de $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ parallèle à la direction de laminage.

II-2.2 Texture de recristallisation

Pendant le recuit, la microstructure, en particulier la texture de déformation, est généralement profondément modifiée (Adda et al., 1979). La texture de recristallisation dépend de nombreux facteurs :

- texture de déformation
- paramètres de recuit et en particulier vitesse de chauffage
- phénomènes métallurgiques susceptibles d'interférer avec la recristallisation (précipitation...).

Dans le cas du zinc, la texture de recristallisation peut être décrite par une direction $\langle 0001 \rangle$ inclinée à $\pm 30^\circ$ de la normale au plan de laminage dans la direction de laminage; la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ est parallèle à la direction de laminage (Dillamore et Roberts, 1965). Cette texture se déduit de la texture de laminage du zinc par simple rotation de 30° autour de $\langle 0001 \rangle$.

II-2.3 Evolution théorique des textures de déformation

Lorsque l'on connaît les mécanismes de déformation plastique, les modèles de déformation des métaux cubiques, et en particulier le modèle de Taylor, permettent de prévoir avec une assez bonne précision les textures de déformation (Parnière, 1978). Pour un matériau donné, la texture de déformation observée étant une conséquence de la déformation subie, cette possibilité de détermination théorique permet d'utiliser les textures comme moyen d'analyse des déformations subies par le métal au cours d'une opération de formage (Parnière, 1978).

Dans le cas des matériaux de structure hexagonale, Gil sevellano et al. (1985) puis Bunge et al. (1985) ont développé un logiciel de plasticité basé sur le modèle de Taylor. Ce modèle, utilisé par Philippe et al. (1989), permet à partir de figures de pôles, de prédire l'évolution de texture de laminage des matériaux hexagonaux.

II-3 CONCLUSION

Ce chapitre a permis d'analyser succinctement les mécanismes de déformation intervenant dans les métaux de structure hexagonale compact (dont le zinc) et aussi de caractériser la texture cristallographique de ces matériaux.

La ductilité du zinc et de ses alliages s'explique par la superposition de plusieurs modes de déformation. Le système prédominant est le glissement basal.

L'étude de certains aspects fondamentaux de la déformation plastique d'un alliage Zn-Cu-Ti a permis de mettre en évidence deux paramètres essentiels intervenant dans la déformation et la rupture de cet alliage : la texture cristallographique et la vitesse de déformation.

REFERENCES : CHAPITRE II

- ADDA Y., DUPOUY J. M., PHILIBERT J., QUERE Y. (1979) "éléments de métallurgie physique" t. 5 doc. CEN Saclay n° 23 mars 1979.
- AKHTAR A. (1973) J. Nucl. Mat. 47, 79.
- AKHTAR A. (1976) Script. Met. 10, 365.
- BUNGE H.J., WAGNER F., WELCH P., VAN HOUTTE P. (1985) J. Phys. Lett. 46 L1109
- COULOMB P. (1978) "Textures dans les métaux de réseau cubique" Dunod.
- DAMIANO V.V., HANAFEE J.E., LONDON G.J. et INOUE N. (1969) Trans. AIME 245, 637.
- DIEHL J. (1956) Z. Metallkde 47, 331.
- DILLAMORE I.L. et ROBERTS W.T. (1965) Met. Rev. 10, p. 271.
- EPPELSHEIMER D.S., GOULD D.S. (1956) J. Inst. Metals pp 85 - 158.
- GIL SEVILLANO J., VAN HOUTTE P., AERNOUDT E. (1980) Prog. Sc. 25, 69.
- GROVES G.W., KELLY A. (1963) Phil. Mag. Vol. 8 877 - 887.
- LEGRAND B. (1984) Thèse de 3^e cycle Paris 6.
- MAHAJAN S. et WILLIAMS D.F. (1973) "Deformation twinning in metals and alloys" Met. Rev. 18 n° 173 p. 43-61.
- MINONISHI Y., ISHIOKA S., KOIWA M. et MOROZUMI S. (1982) Phys. stat. sol. 71, 253.
- PANIERE P. (1978) "Analyse théorique de la formation des textures de déformation. Application." Mem. Sci. Rev. Met. p. 713-31.
- PARTRIDGE P.G. (1967) Int. Met. Rev. 12, 169.
- PATON N.E. et BACKOFEN W.A. (1979) Met. Trans. 1, 2839.
- PENELLE R. (1975) "Mise en forme des métaux et alliages" éd. CNRS.
- PHILIPPE M.J., MELLAB F.E., WAGNER F., ESLING C. et HOCHEID B. (1989) J. Phys. vol. 1 pp. 135-141.

PRICE P.B (1960) Phil. Mag. 5, 873.

REGNIER P. et DUPOUY (1970) Phys. stat. sol. 39, 79.

STOHR J.F. et POIRIER J.P. (1972) Phil. Mag. 25, 1313.

TAYLOR G.I. (1938) J. Inst. Met. 1938, 62, 307.

CHAPITRE III : TRANSITION DUCTILE-FRAGILE

Les théories développées par Cottrell (1958) et par Petch (1958) dans le cas des métaux de structure cubique centrée ont permis de comprendre le phénomène de la transition ductile-fragile et de prévoir son apparition lorsque le matériau est soumis à divers types de sollicitations. Les résultats d'autres chercheurs qui ont poursuivi ces études ont été résumés et complétés par Gouzou (1966/69). Ces travaux sont, en général, fondés sur la théorie de la rupture fragile publiée par Stroh (1957) ainsi que sur l'analyse de la limite élastique et de la rupture ductile présentée par Hall (1951) et Petch (1953).

La température de transition ductile-fragile (TTDF) correspond à la température pour laquelle la charge à rupture σ_F est égale à la charge à la limite élastique σ_y . Plusieurs paramètres permettent de la modifier.

III-1 PARAMETRES INFLUENCANT LA TTDF

III-1.1 Taille du grain

L'examen de la figure [III-1] montre qu'une diminution de la taille du grain produit une augmentation de la limite élastique σ_y et une augmentation encore plus marquée de la contrainte de rupture σ_F . La figure [III-1a] illustre graphiquement la loi de Petch, selon laquelle la charge appliquée varie comme $d^{-1/2}$, si d est le diamètre moyen des grains. Sur la figure [III-1b] où sont portées les évolutions de σ_y et σ_F avec la température, on observe qu'une diminution de la taille de grain provoque un abaissement sensible de la température de transition ductile-fragile (TTDF).

La transition est atteinte lorsque, pour un diamètre de grain critique d^* , on a $\sigma_y = \sigma_F$. Ainsi, comme le montre la figure [III-1] :

- Pour $d < d^*$ (domaine des températures $<$ TTDF), des microfissures peuvent se former dès que la contrainte atteint σ_y , mais il est nécessaire d'augmenter, par consolidation, la contrainte jusqu'à σ_F pour que la rupture se propage.

- Pour $d > d^*$ (domaine des températures $>$ TTDF), il faut dépasser σ_F et atteindre σ_y pour provoquer la rupture.

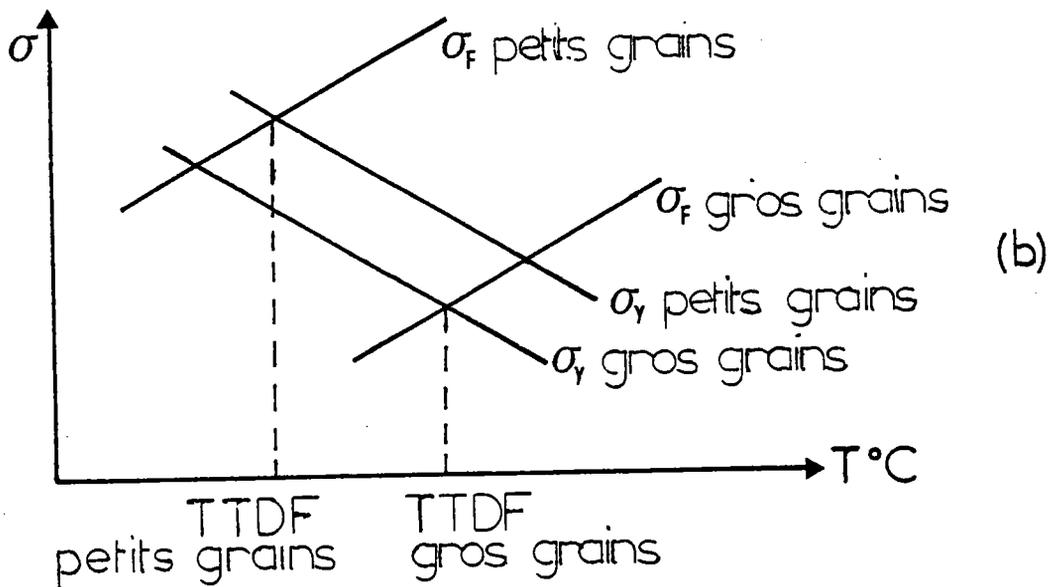
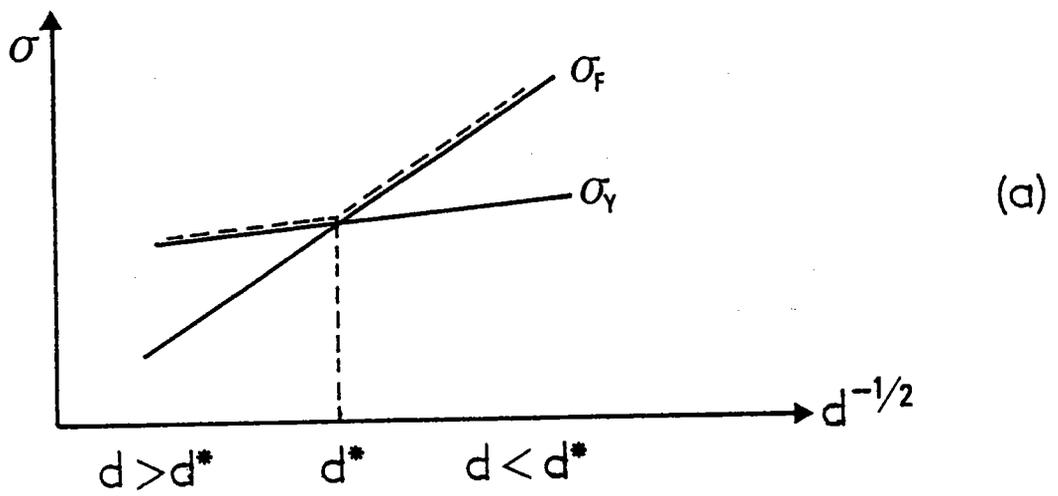


Fig. [III-1] : Evolution de la limite élastique σ_y et de la contrainte de rupture σ_F avec :
 a) la taille du grain
 b) la température

III-1.2 Forme du grain

La forme du grain a une influence non négligeable à la fois sur la TTDF et sur les faciès de rupture.

Lorsqu'une fissure rencontre un obstacle constitué par un joint de grains, elle peut, soit traverser le joint et se propager par clivage dans le grain adjacent, soit se propager le long de ce joint de grains. La traversée du joint de grains nécessite une énergie supplémentaire d'autant plus élevée que la désorientation au niveau de l'obstacle entre la fissure et le plan de clivage ou le joint est importante. Elle est maximum pour une désorientation $\theta = 90^\circ$ qui correspond à un changement de direction de propagation à angle droit (figure. III-2) :

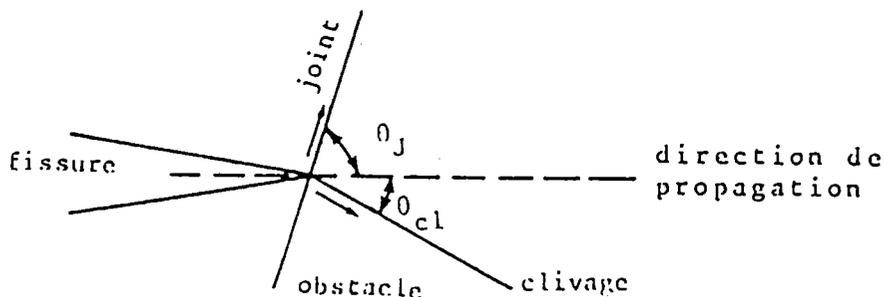


Fig. [III-2] : Influence de l'orientation du grain et du plan de clivage lors du franchissement d'un obstacle par la microfissure.

La propagation dépend donc des orientations relatives des plans de clivage et des joints de grains par rapport à la direction moyenne de propagation. Rappelons que les ruptures fragiles se propagent très rapidement sous des contraintes décroissantes selon des plans de clivage (rupture transgranulaire) ou des joints de grains (rupture intergranulaire).

Dans les cristaux HC à basse température, la rupture se produit par clivage. Le zinc peut être clivé dès la température ambiante, plus ou moins facilement suivant son orientation, mais à -195°C sa rupture procède toujours par clivage suivant les plans cristallographiques (0001) (Bénard et al., 1984). Dans une structure équiaxe, les plans de clivage et les joints de grains ont statistiquement toutes les orientations possibles alors que dans une structure fibreuse, les joints de grains (joints de fibre) sont préférentiellement orientés (Lhuire, 1984).

Les faciès de rupture et les températures de transition ductile-fragile sont donc fortement dépendants de l'état structural du matériau.

III-1.3 Teneur en impuretés

Les impuretés réparties uniformément dans les grains ont une influence sur la rupture par clivage. En effet, en réduisant les mobilités de dislocations (par durcissement de solution solide, épinglage de dislocation par les interstitiels...), elles augmentent la limite élastique. Dans ce cas le travail de déformation plastique associée à la rupture est réduite et la germination ainsi que la propagation des microfissures sont favorisées. En conséquence, la TTDF est sensiblement augmentée. Par contre, la ségrégation d'atomes d'impuretés aux joints peut y abaisser l'énergie superficielle et faciliter ainsi la naissance des fissures intergranulaires (Aust et al., 1968).

La réduction de ce travail de déformation facilite donc la rupture intergranulaire et provoque une augmentation importante de la TTDF. L'influence des impuretés sur la limite élastique est, selon Regnier (1970), plus forte dans les métaux HC que dans les métaux cubique à faces centrées.

III-1.4 Taux d'écroissage

L'effet de l'écroissage sur la température de transition des métaux cubiques centrés et en particulier du fer et du molybdène a été étudié par Aust et al. (1968). L'écroissage produit, en général, trois effets :

- un effet de "drainage des impuretés" qui permet d'abaisser la TTDF.
- une augmentation de la limite élastique qui favorise la rupture fragile.
- la création d'une sous-structure cellulaire dont les "sous-joints" sont constitués d'enchevêtrement de dislocations. C'est probablement ce mécanisme de diminution de la taille du grain qui provoque l'abaissement de la TTDF avec le taux d'écroissage.

Cette étude de la variation de la TTDF en fonction du taux d'écroissage a mis en évidence trois stades.

Adda et al. (1979) ont analysé et répertorié plusieurs modèles qui permettent de préciser les divers mécanismes microscopiques et de rendre ainsi compte de certains résultats expérimentaux. Nous résumons l'exposé de ces auteurs en nous limitant au cas des monocristaux de structure hexagonale :

- Dans le premier stade, le glissement facile correspond à l'écoulement plastique lamellaire où un seul système de glissement macroscopique est actif (Cottrell, 1953). Le taux d'écroissage est faible, sauf au début de la déformation. Lorsque l'on diminue la température, on augmente l'étendue du stade I, mais le durcissement ne varie pratiquement pas (Alers et al., 1958).

- Le stade II du durcissement linéaire est associé à l'activité des systèmes de glissement secondaires pour lesquels la contrainte appliquée résolue n'est pas la plus élevée (Clarebrough et Hargreaves, 1959).

La fin du stade II correspond au glissement dévié des dislocations : l'étendue de ce stade de déformation est d'autant plus courte que la température du métal est plus élevée. L'origine du stade II correspond à la formation d'obstacles qui limitent le libre parcours moyen des dislocations principales (Steeds et Hazzledine, 1964 ; Steeds, 1966 ; Kovacs et Zsoldes, 1973).

La fin du stade I et le début du stade II correspond à une transition qui transforme la distribution des dislocations très anisotropes du stade I en une distribution uniforme du stade II (Adda et al., 1979).

- La transition du stade II au stade III est associée à un processus de revenu dynamique qui est contrôlé par un glissement dévié important des dislocations (Seeger et al., 1963). L'apparition du stade III est un phénomène activé thermiquement qui a lieu à une contrainte et à une température d'autant plus importantes que l'énergie de défaut d'empilement est plus élevée.

III-1.5 Effet de la vitesse de sollicitation

L'effet de la vitesse de sollicitation sur la TTDF est donnée par la relation de Chilton et Wronski (1969) :

$$\exp(-\dot{\epsilon}^{0,09}) = k (\epsilon_0 - 0,3 T_f) \quad (\text{III-1})$$

où k et ϵ_0 sont des constantes ; $\dot{\epsilon}$ la vitesse de sollicitation et T_f la TTDF en degré kelvin.

La TTDF est d'autant plus élevée que la sollicitation mécanique est plus brutale. Ainsi l'essai de résilience sur éprouvettes entaillées donne des valeurs plus élevées de la TTDF que les essais de torsion, de flexion ou de traction. Cet effet s'explique par le fait qu'une vitesse de sollicitation élevée produit une augmentation de la limite élastique. La zone de déformation plastique en tête de microfissure est réduite, ce qui provoque une augmentation de la fragilité.

III-1.6 Nature de la contrainte (effet des entailles)

La diminution de la ductilité est due aussi à la concentration et à la triaxialité des contraintes locales. Elles sont engendrées par la présence de l'entaille, c'est à dire d'une déformation située à la racine d'un défaut, d'une entaille mécanique ou d'un changement de section. Ces contraintes, en diminuant les contraintes de cisaillement favorables à la déformation plastique, abaissent l'énergie d'initiation de la fracture et rendent plus facile la propagation des fissures à travers l'échantillon (Dorlot et al., 1984). La propagation des fissures dépend énormément de la forme de l'extrémité de l'entaille.

La figure [III-3] illustre graphiquement la variation de la limite élastique et de la résistance à la traction à diverses températures, pour diverses géométries d'une éprouvette soumise à une traction. Alors que la limite d'élasticité $R_{e0,2}$ n'est guère influencée par la géométrie, la résistance à la traction R_m dépend grandement de l'acuité de l'entaille.

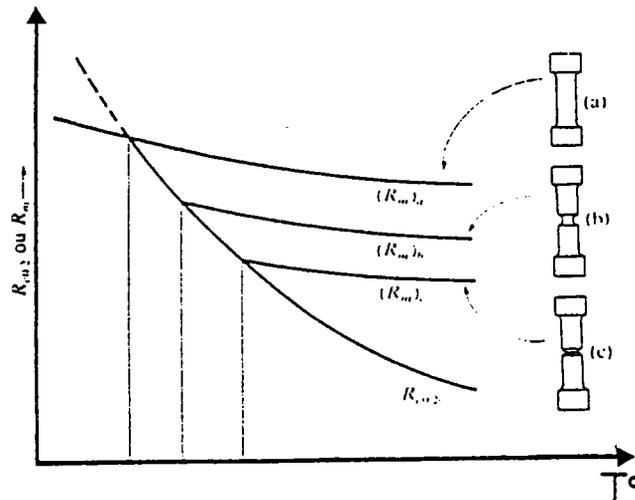


Fig. [III-3] : Influence d'une entaille sur la variation de la résistance de traction, en fonction de la température, d'après Dorlot et al.

III-2 LA TTDF DANS LES METAUX HEXAGONAUX

La transition ductile-fragile des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte (HC) présente de nombreuses similitudes avec celle observée par Cottrell et Petch (1958) dans le cas des aciers et des métaux de structure cubique centrée.

Un certain nombre de métaux HC présentent une transition assez brutale d'un comportement ductile à un comportement fragile, lorsque l'on diminue la température d'essai de traction réalisé dans des conditions habituelles de vitesse de déformation (Agnor et Shank, 1950 ; Greenwood et Quarrel, 1953/54 ; Risebrough et al., 1967 ; Armstrong, 1968 ; Sastry et al., 1970 ; Agrawal et al., 1973).

Armstrong (1968) a établi une théorie du comportement ductile-fragile des métaux HC (cf. annexe II). Ainsi, la température critique de transition (T_c) issue de cette théorie est donnée par la relation :

$$T_c = \lambda + \mu d^{1/2} \quad (\text{III-2})$$

avec :

$$\lambda = \frac{1}{\beta} \text{Ln} \left[\frac{C (\alpha m)^2 m^* G b B}{(1 - \nu) k_F^2} \right] \quad ; \quad \mu = \frac{2 (\alpha m \tau_c^b - \sigma_{0F})}{\beta k_F}$$

où α et C , des constantes ; G , le module de cisaillement ; ν , le coefficient de Poisson ; b , le vecteur de Burgers.

Les paramètres structuraux mis en évidence par cette relation sont :

- la taille du grain d
- l'orientation préférentielle par l'intermédiaire des facteurs de Schmit m , de Sachs m^* et de la scission critique τ_c^b pour le glissement basal.
- les caractéristiques de résistance mécanique et de ductilité du matériau considéré, par l'intermédiaire de σ_{0F} et k_F
- le glissement à l'intérieur des grains : σ_{0y}
- le mécanisme accommodateur aux joints de grains : B et β .

Il en résulte qu'il faut, pour aborder le problème de la pliabilité des alliages Zn-Cu-Ti, faire un choix parmi les diverses possibilités découlant de cette théorie. Les paramètres les plus importants sont la texture cristallographique et la mobilité des dislocation.

III-3 CONCLUSION

Ce chapitre a permis d'analyser la transition ductile-fragile des métaux, en général. Ceci afin de mettre en évidence les paramètres structuraux qui influencent la température de transition ductile-fragile.

La transition ductile-fragile des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte présente de nombreuses similitudes avec celle de métaux de structure cubique centrée.

Des déformations plastiques localisées associées à des relaxations des contraintes peuvent, dans le cas des métaux, provoquer à la fois la germination d'une microfissure et opposer une résistance à sa propagation. La rupture d'échantillons polycristallins sous une contrainte de rupture σ_F fait alors intervenir trois étapes qui peuvent être critiques. Ce sont les étapes de germination, de propagation et de franchissement d'obstacle.

La température pour laquelle la contrainte de rupture σ_F est égale à la limite élastique σ_y correspond à la TTDF. Les paramètres qui permettent de modifier cette température sont essentiellement la taille et la forme des grains, le taux d'écrouissage, la teneur en impuretés, la vitesse de déformation et la nature de la contrainte.

REFERENCES : CHAPITRE III

- ADDA Y., DUPOUY J. M., PHILIBERT J., QUERE Y. (1979) "éléments de métallurgie physique" t. 5 doc. CEN Saclay n° 23 mars 1979.
- AGNOR T. J., SHANK M.E. (1950) J. Appl. Phys. 21 , 939.
- AGRAWAL S.P., SARGET G.A., CONRAD H. (1973) Met. Trans., 4A, 2613.
- ALERS G.A., ARMSTRONG R.W., BECHTOLD J.H. (1958) T. AIME 212, 523
- ALERS G.A., NEIGHBOURS J.R. (1958) J. Phys. Chem. Sol. 7, 58
- ARMSTRONG R.W. (1968) Acta. Met., 16, 347.
- AUST K.T., HANNEMAN R.E., NIESSAN P. et WESTBROOK J.H. (1968) Act. Met., vol. 16, p. 291-301.
- BENARD J., MICHEL A., PHILIBERT J., TALBOT J. (1984) Mét éd. Masson.
- CHILTON A.C., WRONSKI A. (1969) J. Less common metals 15, p.59 -73.
- CLAREBOURGH L.M., HARGREAVES M.E. (1959) Progr. Met. Phys. 8, 1
- COTTRELL A.H., (1953) "Dislocations and plastic flow in crystals" Oxford Pres
- COTTRELL A.H. (1958) Trans. AIME 212, 192.
- DORLOT J.M., BAILON J.P., MASOUNAVE J. (1984) "Des matériaux" éd. école polytechnique Montréal.
- GOUZOU J. (1966) "Problèmes fondamentaux de la déformation et de la rupture de l'acier" Publ. CRM, Liège.
- GOUZOU J. (1969) "Problème de la déformation plastique à traction mono-axée des aciers doux." Publ. CRM, Liège.
- GREENWOOD J.W., QUARRELL A.G. (1953-54) J. Inst. Met. 82, 551.
- HALL E.D. (1951) Proc. Phys. Soc. B 64, 747.
- KOVACS I., ZSOLDOS L. (1973) Dislocations and plastic deformation, Int. series Monogr. in Nat. Phil. vol. 6, Pergamon Press.
- LHUIRE E. (1984) Thèse de 3è cycle INPL-NANCY.
- PENELLE R. (1975) "Mise en forme des métaux et alliages" éd. CNRS.

PETCH N.J. (1953) J. Iron Steel Inst. 173, 25.

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

REGNIER P. et DUPOUY (1970) Phys. stat. sol. 39, 79.

RISEBROUGH N.R., TEGHTSOONIAN E. (1967) Can. J. Phys. 45, 591.

SASTRY D.H., PRASAD Y., VASU K.I. (1970) Met. Trans. 1, 1827.

SEEGER A., MADER S., KRON MULLER H. (1963) "Electrom microscopy and strength of cristals, interscience."

STEEDS J.W., HAZZLEDINE P.M. (1964) Disc. Far. Soc. 38, 103.

STEEDS J.W. (1966) Proc. Roy. Soc. A292, 343.

STROH A.N. (1957) Adv. Phys. 6, 418.

CHAPITRE IV METHODES EXPERIMENTALES UTILISEES

IV-1 METHODES D'OBSERVATION ET D'ANALYSE

IV-1.1 Préparation des échantillons

Le polissage mécanique du zinc est une opération délicate. En effet, le zinc, métal de bas point de fusion, recristallise à basse température. Il faut donc, au cours du polissage, éviter tout écrouissage qu'on risque de ne pas voir car l'échantillon recristallisera et la structure observée ne sera pas la structure réelle.

Après enrobage de l'échantillon avec une résine polymérisant à froid et polissage mécanique sur papiers abrasifs (1000, 1200, 2400, 4000), on effectue un polissage au diamant sur feutres 6 μ , 3 μ , 1 μ et ensuite on procède à une attaque chimique avec le réactif d'attaque suivant :

200 g de CrO₃
27 g de Na₂SO₄ pour un litre d'eau distillée.
54 ml de HNO₃

Les échantillons sont plongés dans la solution pendant 30 secondes et rincés. Ils sont ensuite plongés pendant 1 seconde dans une solution neutralisante de KOH, rincés, puis séchés.

IV-1.2 Microscope optique

Les micrographies optiques ont été réalisées à partir d'un microscope optique type Zeiss Axiophot.

IV-1.3 Microscope électronique à balayage (MEB)

Les faciès de rupture ont été examinés au microscope électronique à balayage (MEB) à l'aide des microscopes Jeol JSM 35c. Leur très grande profondeur de champ en font des appareils parfaitement adaptés à la caractérisation des modes de ruptures.

IV-1.4 Goniomètre de textures

Les figures de pôles ont été déterminées à l'aide d'un goniomètre de textures, type SIEMENS D5000, à berceau ouvert, automatisé avec périphériques.

IV-2 CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANIQUES

La simulation du laminage industriel par les essais mécaniques (traction, compression ou torsion) permet, en examinant l'effet de différents paramètres (température, vitesse de déformation, taux de corroyage, état structural...) de transposer, dans la pratique industrielle, les conditions expérimentales déterminées en laboratoire.

La connaissance des caractéristiques mécaniques déduites de l'essai de traction peut être insuffisante, puisque des ruptures peuvent être obtenues en dessous de la limite élastique dans des conditions particulières qui rendent le métal fragile. Les facteurs fragilisants sont :

- la triaxialité des contraintes
- l'abaissement de la température
- l'augmentation de la vitesse de déformation

La détermination de la courbe de consolidation (ou d'écrouissage) se fait aisément à partir de la courbe de traction tant que $\epsilon \leq n$. Pour les déformations plus élevées, la striction se forme et les contraintes ne sont plus uniformes dans la section de l'éprouvette. L'essai de traction ne permet ainsi que de tracer une partie de la courbe de consolidation.

L'essai d'expansion biaxiale qui met en évidence l'importance, pour l'emboutissabilité des coefficients d'anisotropie moyen et d'écrouissage complétera donc les essais de traction.

Enfin, le pliage qui comporte une contrainte de compression et une contrainte de traction sera également analysé.

IV-2.1 Critères d'emboutissabilité

Les divers essais d'emboutissage mettent en évidence l'importance pour l'emboutissabilité, en dehors des caractéristiques mécaniques classiques (limite d'élasticité, résistance à la traction), les coefficients d'anisotropie moyen et d'écrouissage en traction. Ces deux coefficients donnent des renseignements qualitatifs pour classer les matériaux selon le type d'emboutis et les conditions opératoires.

L'utilisation des méthodes de visualisation des déformations en surface à l'aide des grilles déposées sur les tôles permet de déterminer une courbe limite d'emboutissage.

Cette courbe, basée sur la mesure directe des déformations ϵ_1 , ϵ_2 des emboutis, peut servir de critère quantitatif pour la prédiction de l'apparition d'une striction ou d'une rupture sur les tôles embouties.

IV-2.1.1 Détermination des courbes limites

La courbe limite de formage représente la limite supérieure de formage d'une tôle sans qu'il y ait apparition de rupture dans la pièce formée. (Keeler, 1965 ; Goodwin, 1968). Cette courbe limite de formage à rupture (CLFR) est insuffisante car le phénomène de ductilité est précédé d'une instabilité plastique donnant lieu à une bande de striction localisée. La courbe limite de formage à striction (CLFS) a été donc introduite (Keeler, 1968 ; Yoshida et al., 1968) pour marquer la limite supérieure de formage d'une tôle sans qu'il y ait développement d'une instabilité plastique localisée.

Ces courbes sont conventionnellement représentées dans l'espace des déformations principales $\varepsilon_1, \varepsilon_2$ dans le plan de la tôle (ε_1 étant la plus grande des deux déformations). Les différents points des CLF sont expérimentalement déterminées à partir des mesures sur réseau de cercles pour les essais suivants (type IRSID)

- Traction simple ISO 50
- Traction plane (ou pliage)
- Essai Jovignot circulaire
- Essai Jovignot elliptique.

L'étude des essais décrits ci-dessus permet, comme le montre la figure [IV-1], de balayer la zone en déformation où la striction et la rupture se trouvent dans le domaine compris entre :

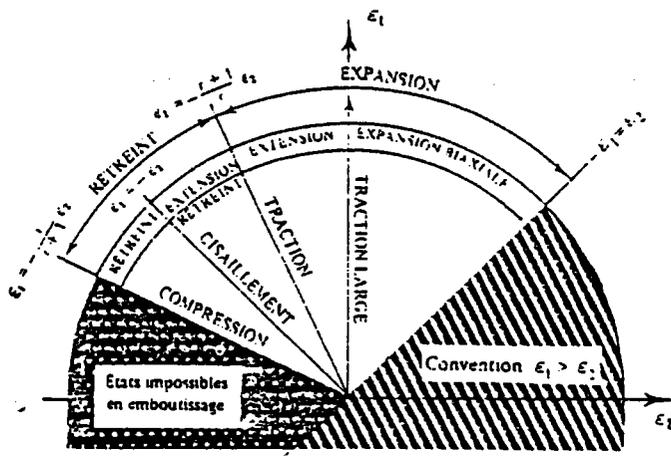
$$\varepsilon_1 = -\frac{r}{r+1} \varepsilon_2 \quad \text{et} \quad \varepsilon_1 = \varepsilon_2 \quad \text{avec} \quad \varepsilon_1 > 0 \quad (\text{IV-1})$$

où r est le coefficient d'anisotropie.

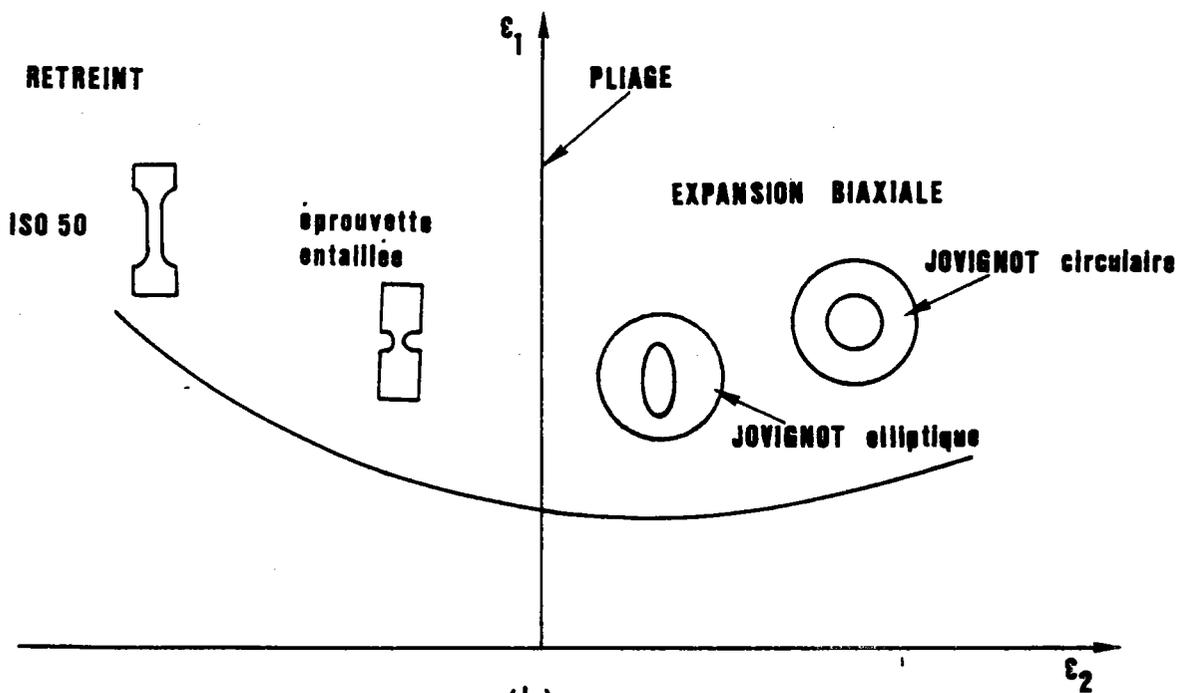
Les essais de type ISO 50 permettent de définir les striction et rupture suivant le chemin de déformation : $\varepsilon_1 = -\varepsilon_2 \cdot r / (r + 1)$.

Les éprouvettes entaillées TPE décrivent le cadran $\varepsilon_1 > 0 ; \varepsilon_2 < 0$ compris entre la limite en traction ISO 50 et le pliage ($\varepsilon_1 > 0 ; \varepsilon_2 = 0$).

Les essais d'expansion biaxiale de type Jovignot permettent de balayer le cadran $\varepsilon_1 > 0, \varepsilon_2 > 0$. L'expansion biaxiale symétrique suit le chemin de déformation $\varepsilon_1 = \varepsilon_2$ avec $\varepsilon_1 > 0$.



(a)



(b)

Figure [IV-1] :

- a) Etat de déformation
- b) Types d'éprouvettes correspondant aux différentes parties de la courbe limite.

IV-2.1.1.1 Mesures des déformations

Pour pouvoir mesurer les déformations dans deux directions, on utilise une grille. Généralement, cette grille a une maille circulaire, ce qui permet de connaître les directions principales des déformations. Ces grilles sont déposées sur les flans (éprouvettes) par procédé photographique. Ce qui donne une bonne finesse de trait.

En mesurant les longueurs l_1 et l_2 des axes des ellipses issus d'un cercle de diamètre l_0 , on peut calculer ε_1 et ε_2 :

$$\varepsilon_1 = \ln \left(\frac{l_1}{l_0} \right) \quad ; \quad \varepsilon_2 = \ln \left(\frac{l_2}{l_0} \right) \quad (\text{IV-2})$$

L'erreur sur les déformations est estimée à $\Delta\varepsilon = \pm 0,005$ mm pour la méthode de mesure avec un épiscopes de grossissement 20.

IV-2.1.1.2 Courbes limites à rupture

L'amorce de la rupture est un phénomène localisé. En effet, une fois la striction apparue en un endroit de l'éprouvette, la déformation continue seulement dans cette zone fortement localisée et la rupture intervient à cet endroit. Ainsi pour bien définir les valeurs des déformations à rupture, deux conditions s'imposent :

- Le cercle à mesurer est celui où la rupture a démarré
- La rupture doit passer par le centre de l'ellipse.

Si ces deux conditions sont réalisées, les mesures sont homogènes, les déformations reproductibles et la relation (IV-2) est utilisée.

IV-2.1.1.3 Courbes limites à striction

Contrairement à l'amorce de rupture, l'amorce de striction locale est difficile à déterminer. La striction localisée est peu visible sur les emboutis en déformation biaxiale alors qu'elle est très importante pour l'essai de traction. Les différentes méthodes (méthodes : Veerman, 1971-72 ; Hecker, 1972 ; Kobayashi, 1972 et leurs variantes), de détermination cherchent à cerner avec plus de précision possible le point d'apparition de la striction donnant le niveau de la courbe limite à striction.

Pour notre étude, nous avons choisi la méthode de Bragard (décrite en annexe III) qui permet d'utiliser les mêmes éprouvettes que celles utilisées

pour les mesures à rupture (économie d'éprouvettes). Variante de la méthode Veerman, cette méthode consiste à étudier la répartition des déformations dans la zone critique d'un embouti juste avant l'apparition de la striction.

IV-2.2 Détermination des coefficients d'anisotropie et d'écroutissage

Les connaissances sur les relations entre les propriétés des tôles minces (épaisseur inférieure à 3 mm) et l'aptitude à l'emboutissage ont beaucoup évolué depuis la distinction entre les principaux modes de déformation (expansion et rétreint) et l'introduction des paramètres intrinsèques que sont les coefficients d'anisotropie "r" (ou de Lankford) et d'écroutissage "n".

IV-2.2.1 Coefficient d'anisotropie

A la suite des travaux de Lankford et al. (1950), l'anisotropie des propriétés mécaniques d'une tôle est habituellement caractérisée par le coefficient d'anisotropie normale. Ce coefficient est numériquement égal au rapport des déformations rationnelles, en largeur et en épaisseur d'une éprouvette de traction (Grumbach, 1976) :

$$r = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_3} \quad (IV-3)$$

En général, La valeur de r dépend de la direction de prélèvement de l'éprouvette par rapport à la direction de laminage. On caractérise ainsi l'aptitude au rétreint d'une tôle par son "coefficient moyen d'anisotropie normale" \bar{r} qui indique la résistance de la tôle à l'amincissement dans un emboutissage profond, soit

$$\bar{r} = \frac{r_{0^\circ} + 2 r_{45^\circ} + r_{90^\circ}}{4} \quad (IV-4)$$

On introduit aussi, par la relation [IV-5], la notion de dispersion de r dans le plan, appelée "anisotropie plane" qui représente la variation de r suivant la direction de découpe de l'éprouvette (Mäde et al., 1968).

$$\Delta r = \frac{r_{0^\circ} + r_{90^\circ} - 2r_{45^\circ}}{2} \quad (IV-5)$$

Dans ces relations, les indices désignent l'angle de la direction de prélèvement par rapport à la direction de laminage.

Une valeur $\bar{r} = 1$ correspond à un métal isotrope, et une valeur supérieure à l'unité traduit une résistance à l'amincissement d'autant plus forte que r sera élevé.

Le coefficient r reflète bien le comportement du métal dans un emboutissage avec rétreint (Blickwede, 1970). L'amplitude des cornes d'emboutissage est liée à l'anisotropie plane Δr (Siener, 1972).

Nous avons, pour des raisons pratiques, utilisé une méthode de mesure mise au point par Guillaume et al. (1981) : un réseau très fin de 5 droites orthogonales à l'axe de l'éprouvette plane, est déposé par procédé photographique. Il permet la mesure de la longueur avant et après traction entre 5 et 12% d'allongement. Les variations d'épaisseur et de largeur sont simultanément déterminées au niveau de ces droites.

IV-2.2.2 Coefficient d'écrouissage

Les études expérimentales, citées par Jalinier (1981), indiquent qu'un coefficient d'écrouissage "n" accru traduit un gain de ductilité uniforme. Ceci entraîne une élévation des courbes limites d'emboutissage à striction et à rupture.

En traçant la courbe $\sigma(\epsilon)$, on obtient la courbe de consolidation dite "courbe rationnelle". Parmi les multiples expressions analytiques proposées pour représenter cette courbe (Voce, 1948 ; Marciniak, 1979), nous retiendrons la relation de type Hollomon qui permet une déduction directe de "n" intervenant dans la relation :

$$\sigma = k \cdot \epsilon^n \quad \text{d'où}$$
$$n = \frac{d\sigma}{d\epsilon} \cdot \frac{\epsilon}{\sigma} \quad \text{(IV-6)}$$

avec σ : la contrainte de traction
 ϵ : la déformation vraie correspondante
 k : constante.

Une étude détaillée de la détermination du coefficient "n" a été faite par Grumbach et Pomey (1965). La valeur obtenue pour n dépend de la direction de prélèvement de l'éprouvette. On est amené, comme pour le coefficient d'anisotropie r , à définir un coefficient d'écrouissage moyen par la relation (Crussard et al., 1961) :

$$\bar{n} = \frac{n_{0^\circ} + 2n_{45^\circ} + n_{90^\circ}}{4} \quad (\text{IV-7})$$

Le coefficient n dépend très peu de la texture des tôles. Il dépend principalement de la composition chimique et de la microstructure de la tôle (Parnière et Sanz, 1975).

IV-2.3 Essais de traction

Les principales caractéristiques qu'il est d'usage de mesurer au cours d'un essai de traction sont la limite élastique, la résistance, l'allongement et la striction. L'essai de traction permet, en plus, la détermination des coefficients d'anisotropie r et d'écroissage n , utilisés pour caractériser l'emboutissabilité des tôles. Mais pour des déformations élevées où apparaît la striction, les contraintes ne sont plus uniformes. Ceci limite l'utilisation des courbes de traction pour la détermination de la courbe de consolidation.

Nous avons effectué des essais de traction simple suivant les directions de découpe des tôles (figure IV-2). La machine de traction utilisée est du type Zwick automatisée, équipée d'une chambre d'ambiance permettant de travailler à des températures allant de -170°C à $+350^\circ\text{C}$. Les essais sur éprouvettes entaillées permettent de caractériser, plus sûrement que l'essai de traction usuelle, la tendance éventuelle des matériaux métalliques à la déchirure brutale, et notamment en mode semi-fragile de cette déchirure.

IV-2.4 Essais d'expansion biaxiale Jovignot

Habituellement utilisés pour déterminer les caractéristiques des tôles en relation avec leur emboutissabilité, ces essais permettent de couvrir tout le domaine de l'expansion et donc de compléter les essais de traction.

Un flan est bloqué entre une matrice (circulaire ou elliptique) et un serre-flan (figure IV-3). Un fluide sous pression P gonfle le flan. Au fur et à mesure du gonflement la flèche croît. Un tel essai, en supprimant le poinçon, donc les frottements poinçon-tôle, permet d'étudier le comportement de la tôle en sollicitations biaxiales. Le rayon "a" d'encastrement est suffisamment important afin que le pôle soit la zone de contrainte maximale où, par conséquent, se produit toujours la rupture.

Ce type d'essai dans lequel prédominent les déformations en expansion, met en évidence, pour ces déformations, l'importance du coefficient d'écroissage n , et la faible importance du coefficient d'anisotropie moyen r . En effet l'augmentation du coefficient d'écroissage favorise l'expansion biaxiale.

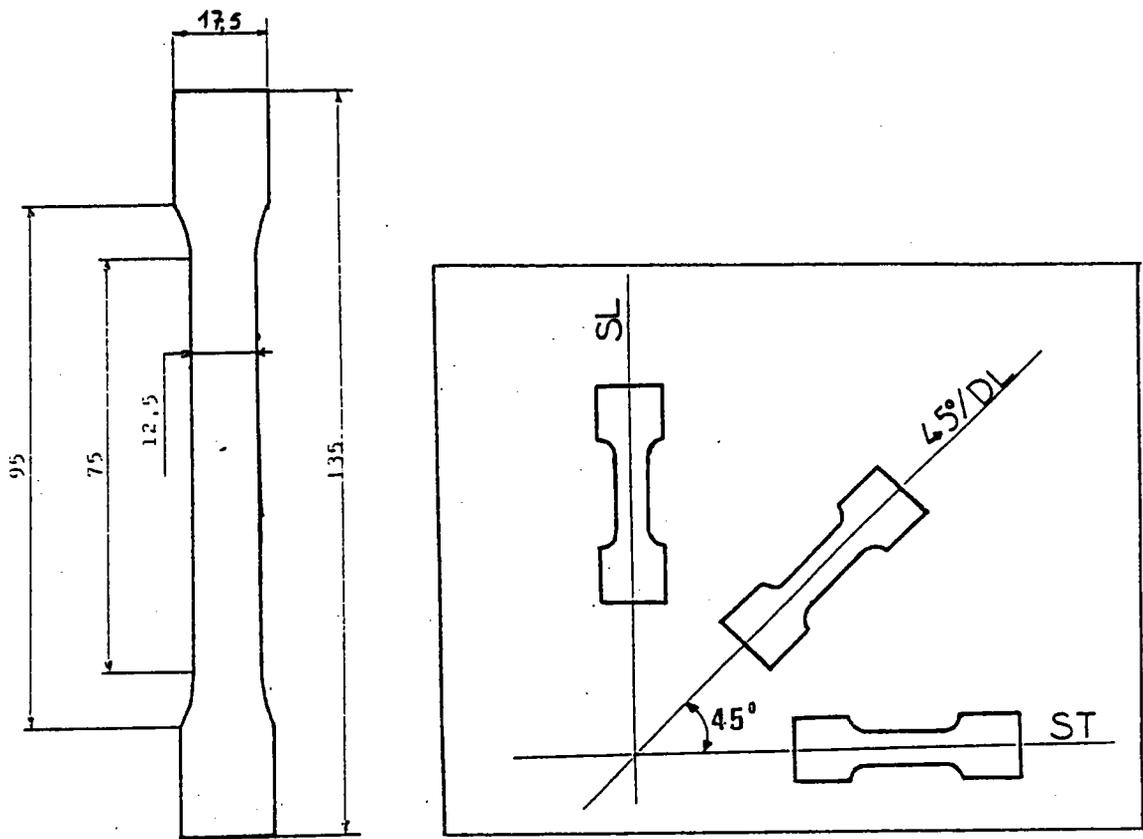


Fig. [IV-2] : Dimensions et sens de prélèvement de l'éprouvette ISO 50.

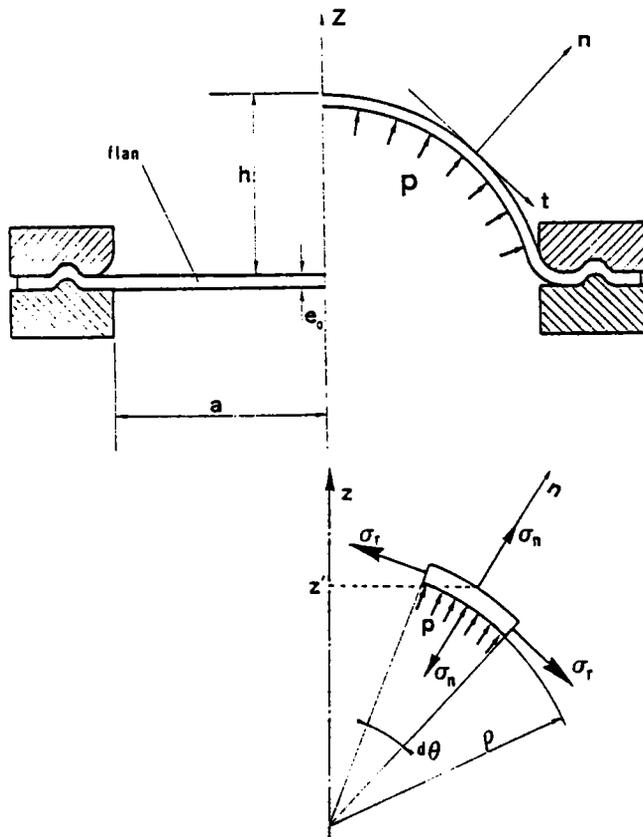


Fig. [IV-3] : Schéma d'un essai d'expansion biaxiale Joviot.

IV-2.5 Essais de pliage

Le critère qualité du matériau, pour ce type d'essai, se ramène à un rayon de pliage minimal exprimé en fonction de l'épaisseur. En effet, dans l'épaisseur de la tôle, la face du flan en contact avec le poinçon travaille en compression, la face opposée en traction.

Selon Martin (1977), la principale difficulté du pliage consiste à maîtriser le retour élastique qui apparaît systématiquement si la zone écrouie est relativement localisée (par exemple rayon de pliage). C'est en fait la maîtrise du retour élastique qui conditionne, avec la qualité de l'outillage, la précision des pièces. Des abaques résultant des travaux de Bouhelier et al. (1974) permettent de calculer les efforts développés lors du pliage.

IV-2.5.1 Pliage maillet

La caractérisation de l'aptitude au pliage maillet des alliages Zn-Cu-Ti a été faite dans des conditions conformes aux normes du C.E.P.Z. (Comité Européen des Producteurs de Zinc) :

- prépliage des échantillons dont les dimensions minimales sont fixées (la large prise parallèlement au sens de laminage présente le cas le plus défavorable). Ce prépliage avant essai évite un réchauffement des échantillons. Le réchauffement a lieu lorsque, après refroidissement de l'échantillon, l'essai de prépliage est réalisé à la température ambiante.

- mise à la température choisie pour l'essai pendant une heure. Cette mise à température est réalisée dans l'enceinte où se trouvent également l'enclume et le maillet.

De plus, seules les bandes dont l'épaisseur est constante sont examinées. Pour avoir une similitude avec le pliage maillet, 25 cm de plis par bande doivent pouvoir être observés (Moreau et al., 1989).

La qualité de la tôle, du point de vue pliabilité, est basée sur l'aspect du pli après l'essai qui vient d'être décrite succinctement :

- l'échantillon présente une bonne pliabilité si, après l'essai, au plus trois à quatre amorces de rupture y sont observées.

- l'échantillon présente une mauvaise pliabilité si plus de six amorces de rupture y sont observées.

REFERENCES : CHAPITRE IV

- BLICKWEDE D.J. (1970) "New knowledge about sheet steel" ASM éd. Metals.
- BOUHELIER C., DEGAS G. et MARTIN R. (1974) "le pliage en U des tôles minces" Mém. techn. CETIM n° 20.
- BRAGARD Á., BARET J.C., BONNARENS H., "A simplified technique to determine the FLD at the onset of necking" IDDRG, Amsterdam Doc. DDR WGI/21 / 72.
- CRUSSARD C., POMEY G., LAJEUNESSE D., Melle ANGELLI (1961) "Influence de l'anisotropie des tôles sur la déformation plastique en sollicitation uni et biaxiales". Mem. Sc. R. Mét. 58 n°3 pp 183-202.
- GOODWIN G.M. (1968) Met. Ital. 8, 767.
- GRUMBACH M., POMEY G. (1965) Mém. Sci. Rev. Mét., 62, 343
- GRUMBACH M. (1976) "Propriétés d'emploi des aciers : l'essai de traction" Collection IRSID - OTUA.
- GUILLAUME M.J., GONCALVES J.J., BEAUVAIS C., HOCHEID B. (1981) Mem. Sc. Rev. Met. 78 n° 9 491 - 499.
- HECKER S.S. (1972) "A simple forming limit curve technique and results on aluminium alloys." IDDRG meeting Amsterdam p. 5-1 et 5-8.
- JALINIER J.M. (1981) "Mise en forme et endommagement." Th. Dr. Ing. Metz.
- KEELER S.P. (1965) Sheet Metal Ind. 42, 683.
- KEELER S.P. (1968) Sheet Metal Ind. 42, 673.
- KEEMOLA et NIEMINEN (1974) Metall. Trans. 1863.
- KOBAYASHI T., ISHIGAKI H., ABE T. (1972) "Effect of strain ratios on the deforming limit of steel sheet and its application to actual pross. forming." IDDRG meeting, Amsterdam p. 8-1 à 8-4.
- LANKFORD W.T., SNYDER S.C., BAUSCHER J.A. (1950) Tr. ASM 42 1197.
- MÄDE W., KREISSIG R., BENSCH V. (1968) Wissenschaftliche Zeitschrift der Technischen Hochschule otto von Guericke, Magdeburg p. 557.
- MARCINIAK Z. (1979) Inst. J. Mech. Sci. 21, 609.

- MARTIN R. (1976) "Formage à la presse" éd. techn. de l'ingénieur M 700-1.
- MOREAU J.M. et NISZCZOTA A. (1989) Rap. interne Vieille-Montagne
- PANIERE P., SANZ G. (1975) "Appréciation des caractéristiques d'emboutissabilité des tôles minces, mise en forme des métaux et alliages." édit. C.N.R.S.
- SIENER P. (1972) Thèse CNAM, Metz.
- VEERMAN C.C. (1972) "Determination and application of the FLC- onset of localized necking" IDDRG meeting Amsterdam p. 19-1 à 19-4.
- VEERMAN C.C., HARTMAN L., PEELS J.J., NEVE P.F. (1971) "Determination of appearing and admissible strains in cold reduced sheets." Sheet Met. Indust. pp. 678 - 694.
- VOCE E. (1948) J. Inst. Met. 74, 537.
- YOSHIDA K., ABE K., MIYAUCHI K., NAKAGAWA T. (1968) Met. Ital. 8

CHAPITRE V PRESENTATION DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

V-1 INTRODUCTION

Pour aborder le problème de la pliability du zinc et de ses alliages à basse température, nous avons, d'abord, cherché à comprendre le comportement de ces alliages sous diverses sollicitations : traction simple, expansion biaxiale. Nous extrapolons ces résultats au problème du pliage que nous abordons par la suite. Ceci pour essayer de comprendre les raisons qui font que le clivage est facile pour certaines orientations.

Les tôles que nous avons reçues sont travaillées en dernières passes de laminage à chaud et les grains sont équiaxes. Après avoir vérifié leur texture initiale, nous avons cherché à définir l'évolution de la texture par laminage à froid et recristallisation. Ceci afin de définir une texture optimale.

Pour définir l'effet de certains mécanismes sur l'évolution des textures de laminage et aussi pour définir les combinaisons des mécanismes intervenant lors de la déformation plastique des alliages Zn-Cu-Ti, nous avons utilisé un modèle de plasticité de type Taylor. L'utilisation d'un tel modèle permet de prédire l'évolution de la texture.

Enfin pour comprendre comment la recristallisation s'initie et se développe, nous avons également étudié les microstructures et les textures de recristallisation après différents recuits.

Dans ce chapitre V nous ne faisons qu'une présentation des résultats expérimentaux obtenus. L'analyse et l'interprétation de ces résultats sont faites dans le chapitre VI.

V-2 MATERIAUX UTILISES

Les deux tôles de zinc utilisées pour notre étude ont été fournies par la société Vieille-Montagne. Il s'agit des tôles référencées 80126 (Zn.6) et 80203 (Zn.3) en provenance du Laminoir de Laux Viviez. Les conditions d'élaboration des deux tôles Zn.3 et Zn.6 sont reprises dans le tableau ci-dessous :

Tôles	%Cu	%Ti	taux (%) finition	T° (C) sortie
Zn.3	0,169	0,075	51	121
Zn.6	0,160	0,076	55	107

V-3 TEXTURES ET EVOLUTION DE TEXTURES

L'étude qualitative de la texture de chaque échantillon a été faite à partir de la fonction de textures et des figures de pôles. Pour obtenir ces figures de pôles, nous avons, par polissage gradué, atteint le plan moyen des tôles sur lequel les figures de pôles ont été mesurées. Nous avons ainsi obtenu une évaluation de la texture de la fibre moyenne.

V-3.1 Calcul de la fonction de texture

Nous avons calculé la fonction de texture relative de chaque échantillon par la méthode des figures de pôles incomplètes (3). Cette méthode donne des résultats équivalents et dans bien des cas meilleurs que ceux fournis par la méthode des figures de pôles complètes qui nécessitent de réaliser une partie des mesures de diffraction en transmission. Il est alors nécessaire d'effectuer des corrections analytiques délicates et des ajustements de normes qui conduisent néanmoins à des erreurs souvent importantes. Dans le cadre de ce travail, les fonctions de texture ont été développées en série jusqu'à un rang $l = 16$. Pour tester la qualité de la détermination de la fonction de texture, les figures de pôles sont recalculées (à partir de la fonction de texture) et comparées avec les figures de pôles expérimentales. Les écarts ont été quantifiés grâce aux coefficients d'erreurs suivants :

$$RP(hkl) = \frac{100}{NT} \sum_k \frac{|P_{h_i}^{\text{exp}}(Y_k) - P_{h_i}^{\text{rec}}(Y_k)|}{P_{h_i}^{\text{exp}}(Y_k)}$$

Pour les valeurs $P_{h_i}^{\text{exp}}(Y_k) \geq 0,01$

$$RP1(hkl) = \frac{100}{NT} \sum_k \frac{|P_{h_i}^{\text{exp}}(Y_k) - P_{h_i}^{\text{rec}}(Y_k)|}{P_{h_i}^{\text{exp}}(Y_k)}$$

Pour les valeurs $P_{h_i}^{\text{exp}}(Y_k) \geq 1$

V-3.2 Textures initiales

Pour les deux échantillons, les figures de pôles de l'axe c présentent des maxima dans le sens long à une vingtaine de degrés de la direction normale (figure V-1).

Le tableau [V-1] rassemble l'ensemble des résultats de texture. Les coefficients d'erreurs RP et RP1 moyen ainsi que les indices de texture J définis par $J = \int f^2(g)dg$ qui mesure l'acuité des textures sont reportés.

tôles	C_2^{00}	ReC_2^{00}	RP	RP1	J
Zn.3	1,7274	0,5414	11%	5,6%	4,48
Zn.6	2,2675	0,5267	10,7%	5,25%	6

Tableau [V-1] : résultats de texture initiale des échantillons Zn.3 et Zn.6

Ce tableau indique que les mesures ont été effectuées avec une bonne précision moyenne. Les indices de texture montrent que la texture de l'échantillon Zn.6 semble plus marquée que celle de l'échantillon Zn.3.

En comparant ces figures de pôles avec celles correspondantes d'un échantillon laminé à froid où les axes c (normales aux plans de base) sont parfaitement à 20° de DN dans DL et les directions normales au plan (1010) parfaitement dans DT. Nous remarquons que la texture de l'échantillon Zn.6 est plus proche de la texture de laminage que celle de Zn.3 et que ce dernier est donc moins écroui (les directions normales au plan 10 $\bar{1}$ 0 s'éloignent de DT et les axes c s'évalent).

V-3.3 Evolution de texture durant l'essai de traction

Nous avons réalisé les figures de pôles des échantillons Zn.3 et Zn.6 tractionnés à -10°C à 500 mm/mn. En observant l'évolution des axes c (normales aux plans de base), nous pouvons constater :

- en traction SL (figure V-3a) : les axes c sont à 20° de DN dans DL. Les directions <10 $\bar{1}$ 0> ne sont plus aussi fortement orientés sens travers que lors du laminage, mais sont plus étalés autour de l'axe c (fibre d'axe c). Ces deux évolutions sont semblables pour les deux cas de texture Zn.3 et Zn.6, mais le phénomène est beaucoup plus marqué pour Zn.6.

- l'évolution en sens travers (figure V-3b) conduit à un étalement des axes c. Les pics se dédoublent même dans le cas de Zn.3 alors que les directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ s'alignent avec le nouveau sens travers dans Zn.6.

- une traction à 45° de DL (figure V-3c) change peu les maximums des axes c (renforcés, en particulier pour Zn.6). Cependant, la grande différence entre Zn.3 et Zn.6 concerne les axes c qui sont préalablement inclinés à plus de 45° de DN dans DL. Après traction, ces axes c se retrouvent dans la direction de traction, ce qui explique la différence entre les deux figures (00.2).

V-3.4 Texture de laminage à froid

Pour réaliser le laminage à froid de 0 à 80% de déformation, nous avons laminé nos tôles à 0°C. Nous avons vérifié, en microscopie, qu'après ces opérations, toutes les structures étaient écrouies. En effet, la recristallisation des alliages Zn-Cu-Ti débutent à des températures peu élevées (après 10 mn à 60°C). Nous observons, qu'à ces taux de déformation :

les axes c des échantillons laminés sens long (fig. V-4a) se trouvent à 20° de DN dans le plan DN-DL et les directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ sont dans DT. Mais on observe également des pics dont les axes c sont dans DL avec des directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT.

les axes c des échantillons laminés sens travers (fig. V-4b) ont tourné et sont dans le plan DN-DL (par rapport au nouveau sens de laminage). Ils sont centrés entre 10° et 45° de DN (maximum à 30° de DN). De plus une partie des axes c est dans DL avec des directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT.

V-3.4 Textures de recristallisation

Après laminage à froid, nous avons voulu regarder l'évolution de texture après recristallisation. La recristallisation des alliages Zn-Cu-Ti est complète à 200°C au bout d'une heure de recuit.

Les figures de pôles des échantillons laminés sens long et recristallisés sont reprises à la figure [V-5a]. Celles des échantillons laminés sens travers et recristallisés sont reprises à la figure [V-5b]. Nous constatons sur ces figures :

- pour l'échantillon laminé SL et recuit : un étalement des axes c. Mais ces axes restent centrés sur l'orientation 20° de DN dans DN-DL. Les directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT sont étalés. On observe également la disparition des pics avec $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans le plan DN-DL.

- pour l'échantillon laminé ST et recuit : la disparition les axes c dans DL et ceux qui étaient centrés à 30° de DN se déplacent. Le maximum après

recuit est à 50° dans le plan DN-DL. On note également un étalement des directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$.

L'étude de la recristallisation montre que celle-ci a lieu au coeur de la tôle et qu'elle entraîne une modification de la texture comme suit :

- les pics avec les directions $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DN-DL disparaissent les premières .

- dans le cas d'une texture avec axe c à 20° de DN-DL, après recuit les pics s'étalement mais reste centrée à 20° de DN. Alors que lorsque, au laminage, ces pics sont centrés à 30° de DN (ou plus). Ils subissent, en plus de l'étalement, une rotation vers DL (l'inclinaison augmente).

En résumé, nous pouvons dire que les textures initiales des alliages Zn-Cu-Ti sont pour l'échantillon Zn.6 plus proches de la texture de laminage à froid sens long que la texture de l'échantillon Zn.3.

L'étude des textures de laminage nous donne ainsi une idée de l'évolution de texture pendant les traitements thermomécaniques. Afin de maîtriser et/ou de réaliser les textures que l'on cherchera à obtenir, nous avons procédé à une modélisation de l'évolution de la texture.

V-3.5 Modélisation de l'évolution de la texture

La simulation de l'évolution de la texture lors du laminage à froid est basée sur le modèle de Taylor.

Ce modèle est utilisé dans le cas où l'évolution de la microstructure pendant la déformation rend valide l'hypothèse selon laquelle la déformation du grain est similaire à celle de l'échantillon. Dans le cas des alliages Zn-Cu-Ti, les hypothèses de ce modèle sont respectées et les conditions de déformation de ces alliages font que l'on utilise la version "full constrained". En effet, les grains étant entourés de composés TiZn15 (plus durs que la matrice), il n'y a pas de relaxation lors de la déformation de ces alliages.

Différents essais ont été faits pour obtenir les textures simulées. Les résultats montrent que le maillage a toujours pour effet de diminuer l'intensité de la texture et d'étalement les pics des figures de pôles. L'utilisation des rapports de scissions critiques suivants :

$$\frac{\tau_{\text{prismatique}}}{\tau_{\text{basal}}} = 15 ; \frac{\tau_{\text{pyr. 1}^{\text{me}} \text{ esp.}}}{\tau_{\text{basal}}} = 30 ; \frac{\tau_{\text{pyr. 2}^{\text{me}} \text{ esp.}}}{\tau_{\text{basal}}} = 10 \text{ et } \frac{\tau_{\text{basal}}}{\tau_{\text{basal}}} = 1$$

ont permis l'obtention, sur les figures de pôles (0002), de quatre pics. Ces derniers correspondent bien, comme le montre la figure [V-6], aux figures de

pôles (dans le sens long) expérimentales mesurées pour les échantillons Zn-Cu-Ti déformés à 80% par laminage à froid.

La figure [V-7] illustre graphiquement les glissements et maclage dont les facteurs d'orientation ont été calculés dans les cas suivants :

- texture idéale où la direction $\langle 0002 \rangle$ // DN et la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ // DT
- orientation idéale où la direction $\langle 0002 \rangle$ est incliné à 20° de DN dans DL et la direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ // DT.

Ces données nous permettent, par le calcul des facteurs de Taylor pour différents types de traction (SL ou ST), de vérifier les rapports des charges à la limite élastique notée pour le matériau considéré. Ainsi le calcul du facteur de Taylor (pour les glissements prévus ci-dessus) dans le cas de la texture de l'échantillon Zn.3 et pour une traction SL et ST donne respectivement les valeurs 0,65 et 0,71. Ces valeurs correspondent bien aux rapports des charges.

V-4 MICROSTRUCTURES

V-4.1 Microstructures des tôles de départ

Les microstructures optiques des deux tôles Zn.3 et Zn.6 de départ sont illustrées par les micrographies reprises à la figure [V-8].

Nous constatons que ces tôles brutes de livraison sont très peu différentes. Elles sont, compte tenu du schéma de transformation, totalement recristallisées. Les grains de la tôle Zn.3 sont en moyenne légèrement plus gros.

On notera les hétérogénéités de déformation, après le laminage à chaud, qui se traduisent par une répartition de la phase TiZn_{15} . La taille et la forme des grains sont d'autant plus homogènes que les filets, formés par TiZn_{15} , sont réguliers. Ces précipités influencent, de manière défavorable, certaines caractéristiques mécaniques de l'alliage (ductilité par exemple). En effet les composés TiZn_{15} sont très durs par rapport à la matrice environnante. Donc autour de ces composés, des glissements supplémentaires sont nécessaires pour adapter la déformation générale de la matrice et celles des précipités.

V-4.2 Microstructure des alliages laminés et écrouis

Le laminage à froid de 0 à 80% de déformation des échantillons Zn.3, Zn.6 a été effectué à la température de 0°C . Les micrographies reprises à la figure [V-9] montrent que les structures sont toutes écrouies. La recristallisation des alliages Zn-Cu-Ti débute à des températures peu

élevées. Elle est, déjà à 60°C après 10 mn, évidente pour ces alliages. Ainsi un laminage à température ambiante et à des vitesses "industrielles" sans arrêts intermédiaires peut entraîner un début de recristallisation .

V-4.3 Microstructure des alliages recristallisés

Les micrographies des deux échantillons Zn.3 et Zn.6 déformés sont reprises à la figure [V-10]. Ces échantillons sont recuits à 100°C, 130°C, 150°C, 170°C, 200°C pendant 10 mn puis une heure.

Nous observons, pour les échantillons déformés par laminage à 50% de réduction, que la recristallisation commence à 100°C et qu'elle est complète à 200°C après une heure. La recristallisation est accélérée par la dissolution d'une certaine quantité de cuivre dans le TiZn15 et par les tensions locales. L'existence de ces tensions est liée à la présence de la phase dispersée TiZn15.

Les structures observées montrent que les filets TiZn15 diminuent la croissance des grains. Dans tous les cas, les premiers grains naissent à l'intérieur de la tôle.

V-5 CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANQUES

Nous avons effectué, pour déterminer les caractéristiques mécaniques de l'alliage Zn-Cu-Ti, des essais de traction simple, d'expansion biaxiale et de pliage. Ceci à des températures et vitesses différentes.

V-5.1 Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés à la température allant de 0 à -40°C dans les sens long (SL), travers (ST) et 45° de la direction de laminage (45°/DL) sur des éprouvettes (ISO 50) Zn.3 et Zn.6. La charge est appliquée jusqu'à rupture des éprouvettes diverses vitesses de sollicitation.

Les courbes de traction obtenues, pour une vitesse de 500 mm/mn, sont représentées sur la figure [V-11]. Les valeurs, à différentes températures, de la limite élastique ($\sigma_{0,2}$), de la charge maximale (σ_{max}) et de l'allongement (A%) sont reprises au tableau [V-2].

Nous pouvons constater :

- une augmentation de $\sigma_{0,2}$ et σ_{max} avec l'augmentation de la vitesse de traction et une diminution en parallèle de A%.

- une diminution de $\sigma_{0,2}$, σ_{max} et une augmentation de A% avec l'augmentation de la température. Cette diminution de la limite élastique avec l'augmentation de la température montre bien que $\sigma_{0,2}$ est une fonction de la température.

Nous remarquons également que :

- l'effet de la température sur l'allongement plastique (figure V-11a) à 500 mm/mn se fait peu sentir quelle que soit la direction de traction. Par contre ce qui est notoire sur cette figure, c'est la meilleure ductilité, dans tous les cas, des échantillons Zn.3 par rapport aux échantillons Zn.6. Ceci est particulièrement significatif en sens long.

- en ce qui concerne l'allongement total (figure V-11Ab), Zn.3 présente également de meilleurs résultats que Zn.6, mais on s'aperçoit que la différence s'atténue quand la température baisse et on peut noter en SL et à 45° de DL une sensibilité plus marquée de l'alliage Zn.3 à la variation de la température.

	T° (c)	Zn.3			Zn.6		
		SL	45°/DL	ST	SL	45°/DL	ST
$\sigma_{0,2}$ (N/mm ²)	0	80	114	172	152	142	180
	-10	100	118	176	144	150	186
	-20	110	126	174	164	182	206
	-30	170	176	320	280	320	360
	-40	/	/	346	/	/	/
σ_{max} (N/mm ²)	0	200	230	282	198	240	280
	-10	202	232	284	196	238	280
	-20	208	244	280	214	252	284
	-30	260	340	394	320	356	422
	-40	/	/	400	/	/	/
A% réparti	0	8	5,3	3	6,2	4	2,7
	-10	9	5,1	3,6	4,6	4,3	3,4
	-20	8	4,5	3,8	4,9	4	3,1
	-30	7,9	4,8	3	5,5	3,5	1,2
	-40	/	/	2,2	/	/	/
A% total	0	35,5	27,5	17	32	18	9,4
	-10	36	28,4	13,6	31,2	16,4	8
	-20	32	26,4	13,4	28	17,4	10,4
	-30	29,5	20,5	15,4	28	16,2	7,4
	-40	/	/	8,6	/	/	/

Tableau [V-2] : Caractéristiques mécaniques obtenues par essais de traction.

- sur les figures [V-11B], on observe que l'effet de la température se fait sentir aux environs de -25°C par une augmentation sensible des charges à la limite élastique et des charges à rupture. On peut remarquer qu'en général la charge à la limite élastique est beaucoup plus basse pour la tôle Zn.3 que pour la tôle Zn.6, quelle que soit la température (surtout pour les tractions SL et à 45°) alors que la charge à rupture, pour des cas de traction identiques (même sens de traction, même température), peut être pratiquement similaire entre les deux tôles.

En dehors de ces résultats prévisibles, nous remarquons, comme indiqué dans le tableau [V-3] et illustré graphiquement par la figure [V-12], que :

- l'allongement total ne se comporte pas de façon aussi simple et que, de façon surprenante, il peut augmenter avec la vitesse de traction en particulier pour les tractions SL et à 45° de DL. La difficulté de mesurer A% n'est sans doute pas étrangère à ce fait.

		Vit. de traction (mm/mn) →	Zn.3			Zn.6		
			10	100	500	10	100	500
SL	0°(C)		37	45	35,5	24,8	34	32,5
	-10°(C)		21,5	35	36	14,6	36	31,2
	-20°(C)		20	38,5	32	19,4	30	28
$45^{\circ}/\text{DL}$	0°(C)		15,4	27,5	27,5	13,3	15,5	18
	-10°(C)		21,7	20	28,4	15,1	17,4	16,4
	-20°(C)		14,8	21	26,4	17,7	19,1	17,4
ST	0°(C)		19	13,3	17	12	11,7	9,4
	-10°(C)		17,3	11,8	13,6	10,1	13,7	8
	-20°(C)		18,4	15,1	13,4	9,7	9,3	10,4

Tableau [V-3] : Variation de l'allongement total avec la vitesse de sollicitation et la température

Nous avons également caractérisé en traction à -10°C et à 500 mm/mn le coefficient d'anisotropie moyen pour chaque tôle entre 0 et 6% de déformation (domaine des allongements répartis). La figure [V-13] illustre la variation de "r" avec le sens de prélèvement des éprouvettes et les valeurs correspondantes sont données dans le tableau [V-4] :

Tôles \ Angle	0°	45°	90°
Zn.3	0,16	0,24	0,45
Zn.6	0,14	0,18	0,34

Tableau [V-4] : Variation du coefficient d'anisotropie avec le sens de prélèvement des éprouvettes.

Nous remarquons, comme le montre les valeurs des coefficients d'anisotropie, que la tôle Zn.6 (à texture plus marquée) est beaucoup plus anisotrope que la tôle Zn.3.

La figure [V-14] représente les valeurs de ϵ_1 , ϵ_2 à rupture et à striction pour des températures allant de 0 à -40°C . Ces déformations sont mesurées comme précédemment en traction à la température de -10°C et à la vitesse de 500 mm/mn pour les deux tôles.

Ces courbes confirment bien la constatation précédente en ce sens que, le trajet de déformation étant une fonction directe du coefficient d'anisotropie, plus r est faible plus la pente est forte et les points se rapprochent de l'axe des ϵ_1 . Ainsi les trajets de déformation SL, qui sont plus proches de $\epsilon_2 = 0$ qu'en ST, indiquent les faibles valeurs de r en SL. Ce phénomène est plus marqué pour Zn.6, ce qui confirme l'anisotropie plus marquée de cette tôle. Par ailleurs, ces courbes montrent que les points à striction ont des couples (ϵ_1, ϵ_2) plus faibles pour Zn.6 que pour Zn.3 et en moyenne légèrement plus faibles à rupture. (Du fait de l'anisotropie, les valeurs de ϵ_2 sont plus faibles dans Zn.6 que dans Zn.3).

V-5.2 Expansion biaxiale

La figure [V-15] représente les résultats exploitables des essais d'expansion réalisés, à différentes températures, pour des vitesses de déformation notées PV (correspondant à 48' pour un essai d'éclatement) jusqu'à des vitesses nommées GV (correspondant à 10' pour un essai d'éclatement).

La tôle Zn.6 nous a donné des résultats exploitables (dôme non déchiré et donc rupture ductile) jusqu'à 1°C alors que la tôle Zn.3 se déchire lors de ces mêmes essais (rupture fragile). En dessous de ces températures, les dômes se déchirent par rupture fragile et les lectures ne peuvent être faites. Globalement, les résultats pour la tôle Zn.6 sont meilleurs que pour la tôle Zn.3 et, à conditions égales, les couples de valeurs (ϵ_1 , ϵ_2) présentent des résultats meilleurs dans Zn.6 que dans Zn.3.

La figure[V-16] qui représente les valeurs des déformations en fonction de la température, montre ainsi qu'à cette vitesse la température de transition ductile-fragile est de -2°C pour Zn.3 et -6°C pour Zn.6. Ceci confirme la similitude de comportement entre l'expansion biaxiale et le pliage pour les alliages de zinc étudiés.

V-5.3 Pliage

Les essais de pliage maillet des tôles Zn.3 et Zn.6, étudiées dans le présent travail, ont été effectués à l'usine Vieille-Montagne France. Ces essais ont été faits dans les conditions conformes aux normes C.E.P.Z. décrites au paragraphe [2-5] du chapitre IV.

Les résultats statistiques, issus de ces essais réalisés à 4°C, sont résumés comme suit :

- Zn.3 présente une très mauvaise pliabilité
- Zn.6 présente une bonne pliabilité.

V-6 ETUDE STATISTIQUE DES MECANISMES DE DEFORMATION

Un des problèmes liés aux matériaux de symétrie hexagonale est la recherche des mécanismes de déformations (type de mécanismes, nombre de systèmes de glissement utilisés...).

Pour vérifier les mécanismes intervenant dans la déformation plastique des alliages Zn.3 et Zn.6, nous avons, d'abord, effectué des observations au MET. L'analyse de ces observations s'est avérée peu convaincante à cause de l'énergie du faisceau et de la faible température de recristallisation des alliages de zinc. En effet dès que le faisceau arrive sur l'échantillon à lame mince, il y a création et déplacement des dislocations qui rendent difficile la mesure des vecteurs de Burgers.

Nous avons donc abandonné l'analyse des résultats du MET au profit de "mesures statistiques". Cette méthode consiste, à partir des micrographies prises au MEB, à relever dans chaque échantillon le nombre de traces de plans de glissement débouchant sur chaque grain et à faire une moyenne statistique.

Les éprouvettes prépolies, préalablement laminées à froid (15 à 20% de réduction) puis recristallisées, ont été déformées. Ainsi,

Zn.6L représente l'échantillon Zn.6 laminé SL et recristallisé.

Zn.6T représente l'échantillon Zn.6 laminé ST et recristallisé.

Les mesures de textures faites sur ces échantillons montrent que la texture de Zn.6L est beaucoup plus marquée que celle de Zn.6T. Le tableau [V-5] rassemble les résultats obtenus pour les deux échantillons :

Echantillons	Nombre de systèmes de glissement		
	1	2	3
Zn.6L	75	25	/
Zn.6T	40	50	5

Tableau [V-5] : Pourcentage de grains ayant 1, 2 et 3 plans de glissement débouchant à 6% de déformation.

Nous remarquons, comme le montre le tableau [V-5], qu'en traction :

- l'échantillon à texture très marquée (Zn.6L) a 75% de ses grains avec une seule trace de plan de glissement et 25% de ses grains présentant deux traces de plans de glissement débouchant.

- l'échantillon à texture moins marquée (Zn.6T) possède 40% de ses grains avec une seule trace de plan de glissement, 50% avec deux traces de plans de glissement et 5% avec trois plans de glissement.

Une étude similaire a été faite sur les échantillons Zn.3 et Zn.6 tractionnés à 6% de déformation et à 500 mm/mn. Les résultats de cette étude sont graphiquement illustrés par la figure [V-17]. Les valeurs correspondantes sont représentées dans le tableau [V-6] :

Echantillons :	Zn.3			Zn.6		
	SL	45°/SL	ST	SL	45°/SL	ST
1	30	30	25	56	70	51
2	60	60	65	43	30	49
3	08	07	05	/	/	/

Tableau [V-6] : Pourcentage de grains ayant 1, 2 et 3 plans de glissement débouchant à 6% de déformation.

Cette étude montre que le nombre de systèmes de glissement par grain est variable bien sûr en fonction du sens de prélèvement, mais aussi du type d'échantillon (Zn.3 ou Zn.6). De nombreux grains ne présentent pratiquement pas de lignes de glissement alors qu'en général, trois à quatre traces dans un même grain apparaissent lorsque les désorientations aux joints de grains semblent grandes.

La même étude a été réalisée sur des éprouvettes prépolies déformées en expansion biaxiale à différentes températures (-5°C, -2°C, -1°C) pour une vitesse d'essai de 20' à rupture.

Compte tenu de la texture et de la symétrie de cet essai par rapport à la traction, un nombre plus grand de systèmes peut intervenir. De plus il est intéressant de noter (figure V-18) la naissance de cratères aux joints de grains (en particulier aux grandes déformations). En expansion biaxiale, cet aspect peut prendre une grande importance puisque l'on peut avoir des amorces de ruptures à ces endroits.

En résumé, nous constatons dans tous les cas, que la déformation plastique est très "inhomogène" d'un grain à l'autre, que ce soit en traction ou en expansion. Certains grains ne sont pas déformés à 6% de déformation globale de l'éprouvette, alors que d'autres grains présentent trois à quatre traces différentes de plans de glissement. Ceci nous amène, par l'étude des modes de rupture, à vérifier l'existence de tel comportement différent de grain à grain, mais surtout d'un échantillon à l'autre.

V-7 MODES DE RUPTURES

Les examens micrographiques effectués dans toutes les éprouvettes prépolies et déformées indiquent des amorces de rupture apparentes à la surface de l'échantillon en expansion.

Sur les photographies prises au MEB nous cherchons à définir comment se propage la rupture et quel est le rôle du maillage. Pour se faire, nous avons, dans un souci d'obtenir des gros grains ($d \geq 100 \mu\text{m}$), utilisé des alliages de Zn-Cu. L'étude de l'initiation des ruptures en pliage nécessite, en effet, des gros grains dont on peut déterminer l'orientation soit par des techniques de goniométrie ou de Lauë, soit géométriquement grâce à la reconnaissance des traces de glissement et de maillage.

La figure [V-19] nous montre une rupture initiée au joint de grains et qui s'est propagée sur deux plans. On remarque, en effet, les traces de glissement basal et une série de glissements secondaires autour de ce joint de grain où les contraintes sont élevées. D'autre part, on observe sur cette figure que la rupture qui suit le plan (0002) est inclinée d'environ 20° par rapport à la normale de l'échantillon. Les glissements secondaires observés autour du joint de grains sont, sans doute, du glissement de type $\langle c+a \rangle$ sur le plan $(11\bar{2}2)$. En effet, ce type de glissement permet l'adaptation de la déformation dans un autre plan que dans le plan (0002). Par ailleurs, l'angle entre les plans (0002) et $(11\bar{2}2)$ est de 62° . Or ici entre la trace des deux plans, on trouve environ 40° . D'un autre côté, le plan (0002) est inclinée d'environ 20° par rapport à la normale de l'échantillon. La trace de l'axe c du grain 1 se trouve illustré par le schéma n° 1.

Sur la figure [V-20], on observe également une rupture qui s'initie autour du joint de grains. Dans le grain 1, le plan de rupture (0002) s'arrête à l'intersection d'une macle $(10\bar{1}2)$.

En utilisant les lignes du glissement (0002) et les macles de type ($10\bar{1}2$), les grains 1 et 2 peuvent être orientés comme indiqué sur le schéma n° 2.

Sur la figure [V-21], la rupture ne s'effectue pas le long d'un plan de base comme précédemment, mais à l'intersection de la macle et de la matrice. Autour du joint de macles et de grains, on observe également la trace de glissements secondaires. La rupture (en zig zag réguliers) est sans doute le long des plans (0002) de matrice et macle respectivement.

On voit, comme l'indique le schéma n° 3, du glissement basal dû à la rupture qui s'effectue à l'intersection de la macle et de la matrice.

Ces figures représentent l'intersection des macles et la trace des glissements basaux d'ailleurs souvent déviés dans chacune d'elles ainsi qu'à leurs intersections.

Sur la figure [V-22], on aperçoit un grain dans lequel la rupture suit deux plans différents. Il s'agit bien, comme le montre le schéma n° 4, d'une rupture suivant le plan de base du grain et le plan de base dans la macle correspondante.

La figure [V-23] montre une rupture qui se fait également par clivage sur le plan de base. Les ruptures secondaires (figure V-23a) se poursuivent sur les plans de base des macles ($10\bar{1}2$). Sur la figure [V-23b], la rupture du grain 2 au joint de grains ne se poursuit pas exactement en face de celle du grain 1. Car il y a, dans le grain 2, une macle dont les plans de base sont perpendiculaires au plan de glissement du grain 1. La rupture se poursuit dans la matrice du grain 2, mais sur un plan un peu décalé par rapport au grain 1.

V-8 MESURES D'ORIENTATION INDIVIDUELLE

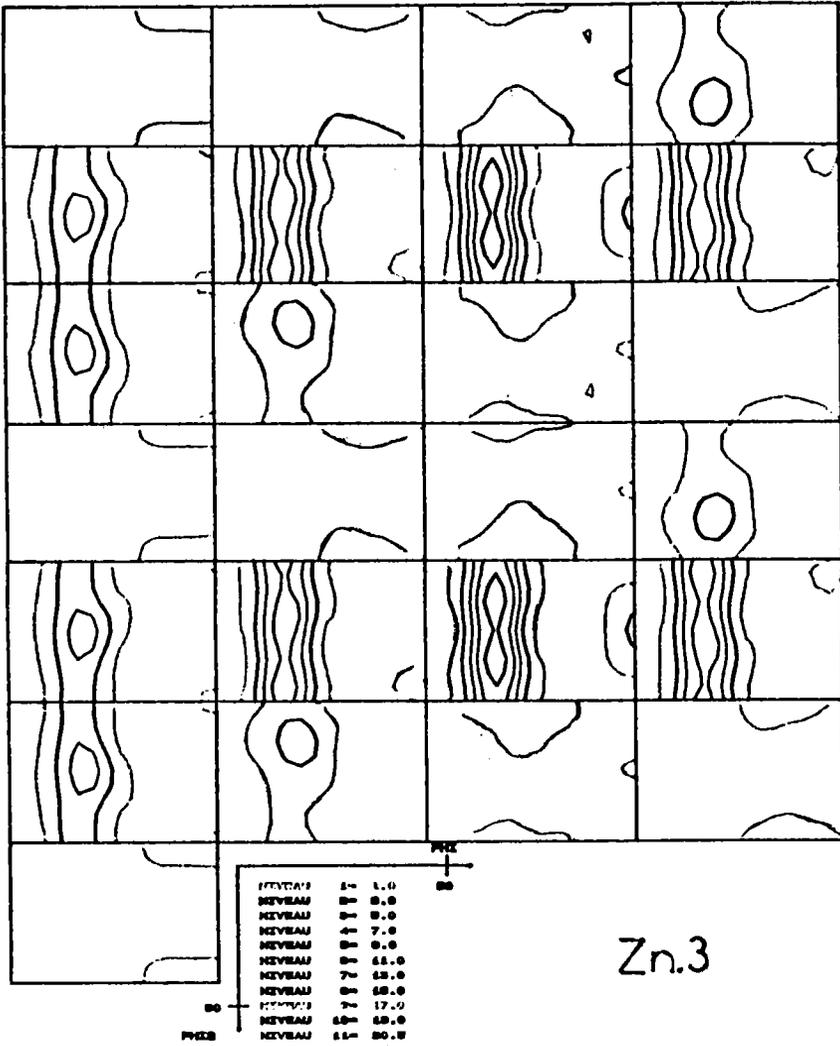
Les mesures faites au MEB avec EBSP confirment les résultats cités plus haut. Nous avons, à partir des éprouvettes prépolies, mesuré l'orientation individuelle de chaque grain concerné par une rupture. Les éprouvettes prépolies sont déformées à froid (à 0°C) en pliage et les essais sont arrêtés dès apparition des premières traces de rupture sur la surface.

Les figures [24] et [25] montrent des grains concernés par des ruptures et la position de leurs axes C par rapport à la direction normale. Les résultats statistiques montrent qu'effectivement :

- Les grains concernés par les ruptures intragranulaires sont tels que leurs axes C sont très inclinés par rapport à la direction normale. Sur ces figures, on observe en effet, que tous les grains concernés par une rupture transgranulaire sont inclinés à plus de 50° de la direction normale.

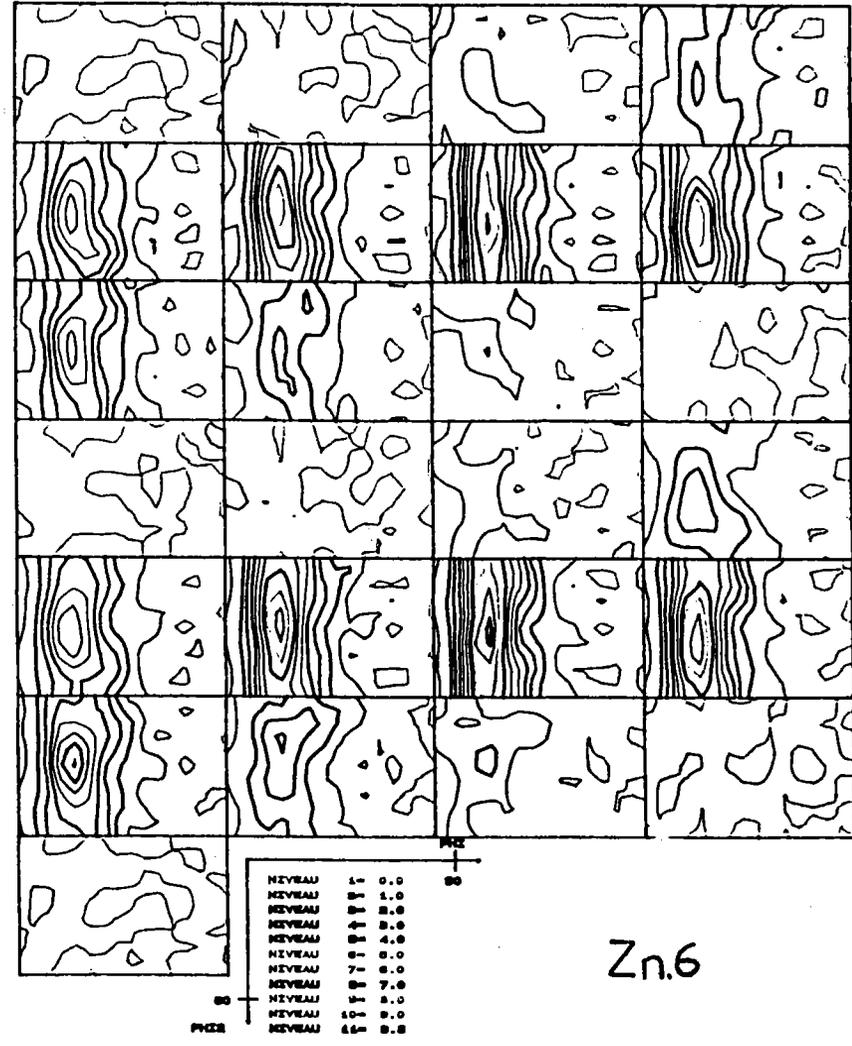
- la rupture intergranulaire a lieu essentiellement aux joints de grains de forte désorientation.

F (8) TOTALE SIMULEE ZNSH A PARTIR DE 302 O.I. SELECT JJ PHI1-0, 360, 15



Zn.3

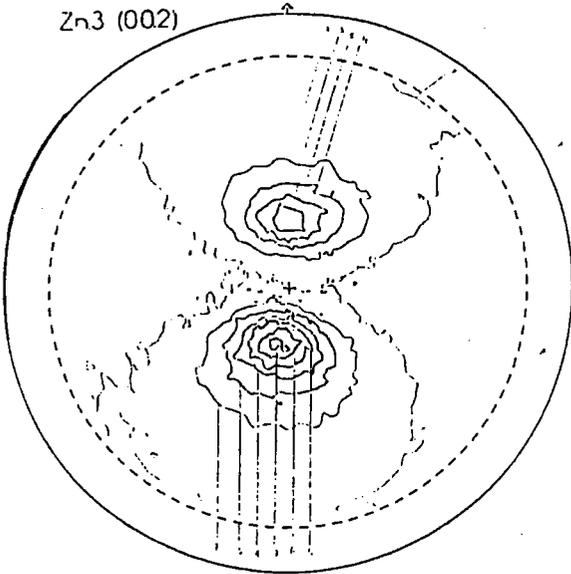
F (8) TOTALE APRES POSITIVITE! ZN6 5 F.P. LMAX-22 PHI1-0, 360, 15



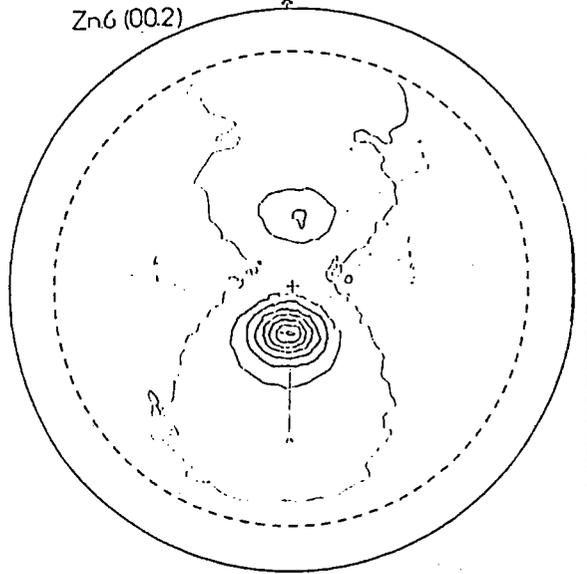
Zn.6

Fig. [V-1] : ODF des échantillons Zn.3 et Zn.6 de départ.

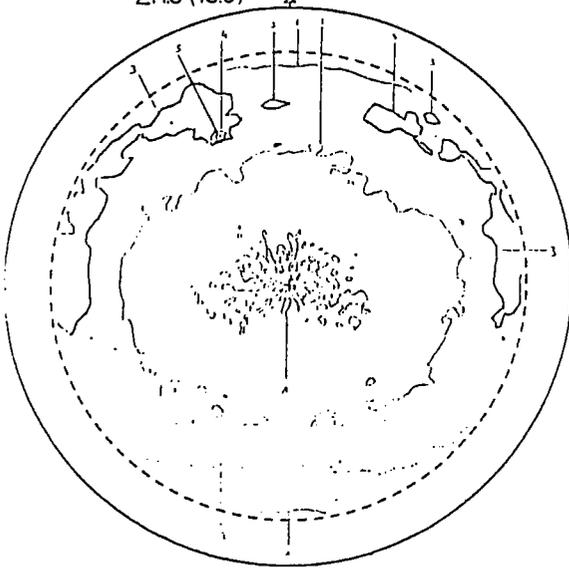
Zn3 (002)



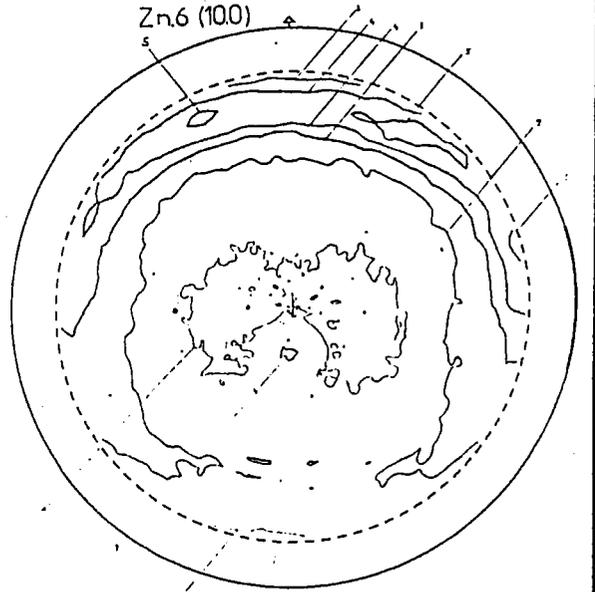
Zn6 (002)



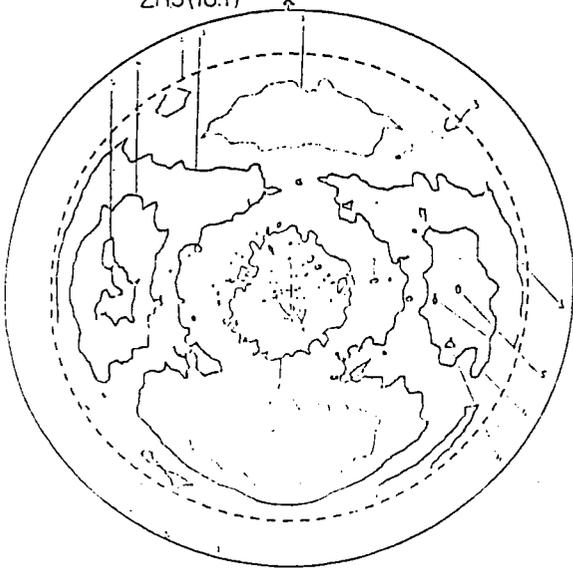
Zn3 (100)



Zn6 (100)



Zn3 (101)



Zn6 (101)

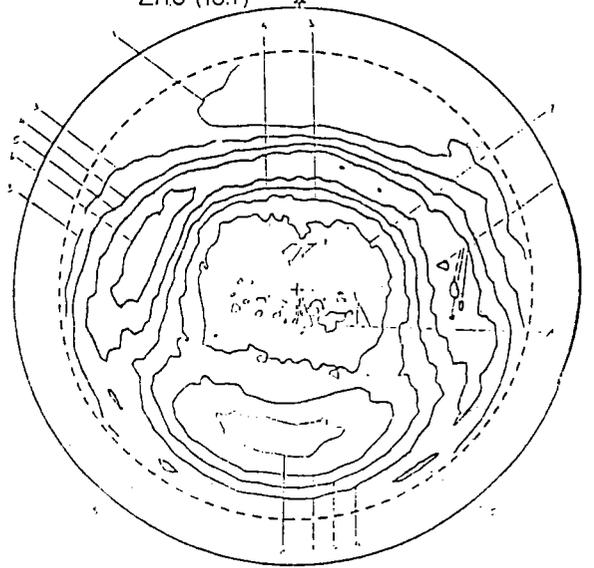


Fig. [V-2] : Figures de pôles des échantillons Zn.3 et Zn.6 de départ...

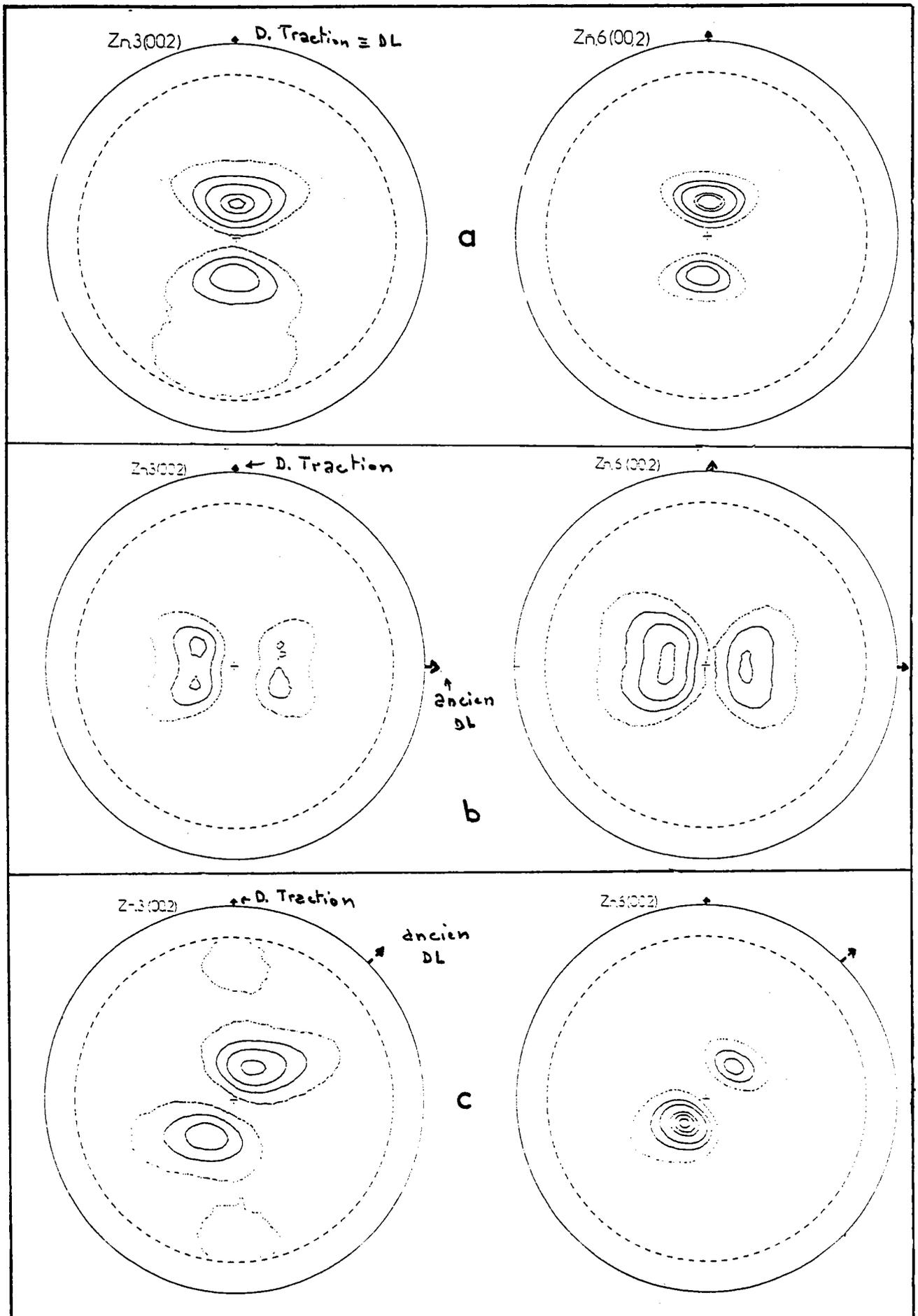
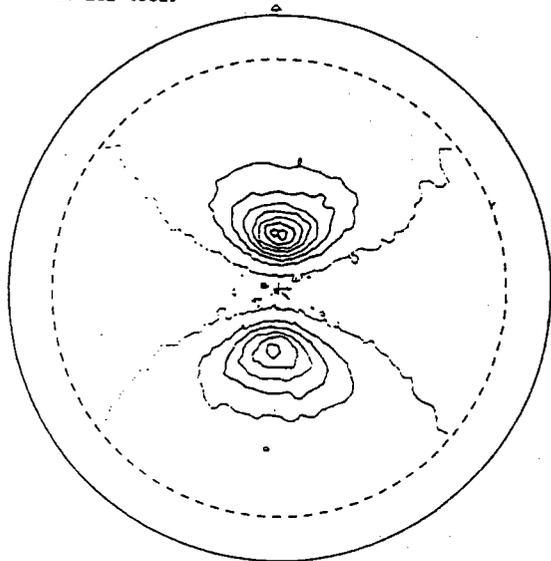
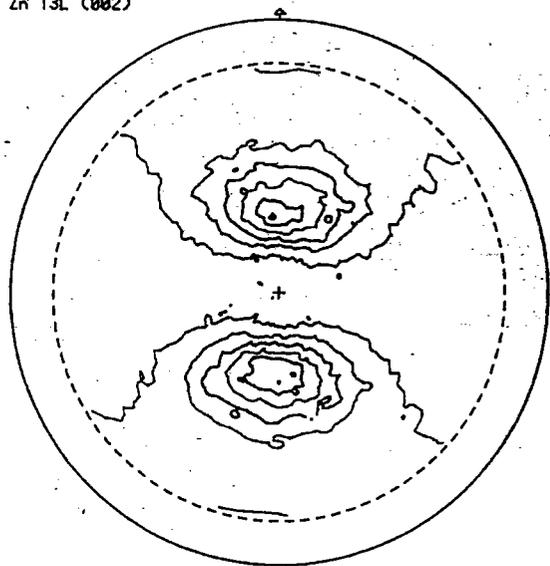


Fig. [V-3] : Figures de pôles des échantillons Zn.3 et Zn.6 tractionnés
 (500 mm/mn à -10°C)
 a) sens long b) sens travers c) 45° de SL

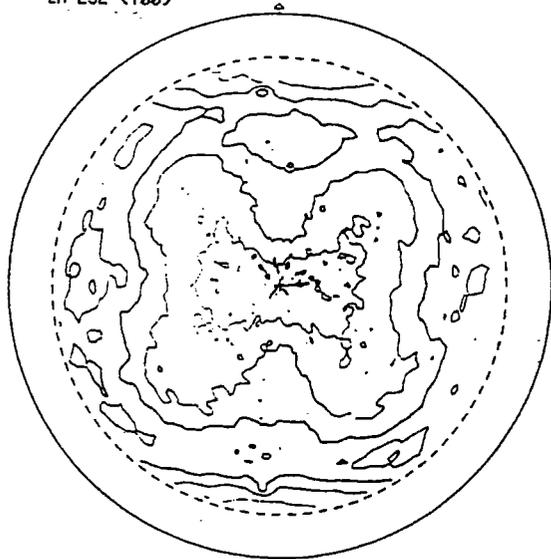
Zn L3L (002)



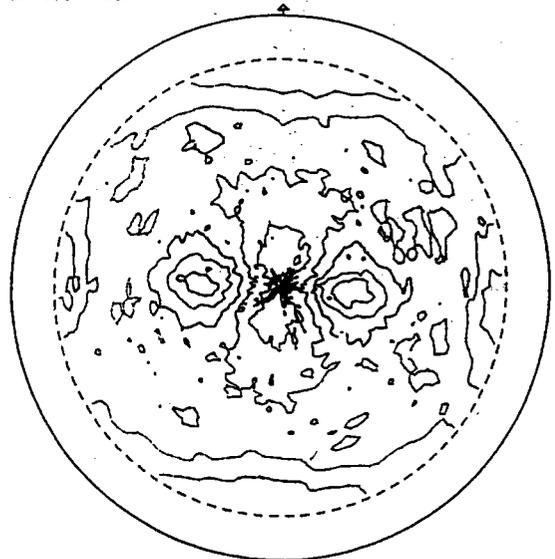
Zn T3L (002)



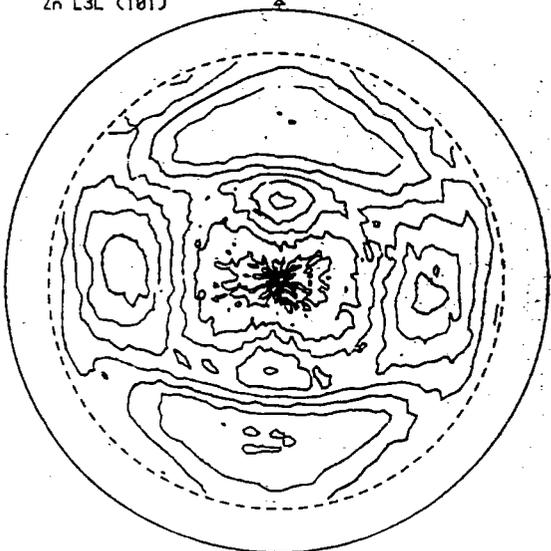
Zn L3L (100)



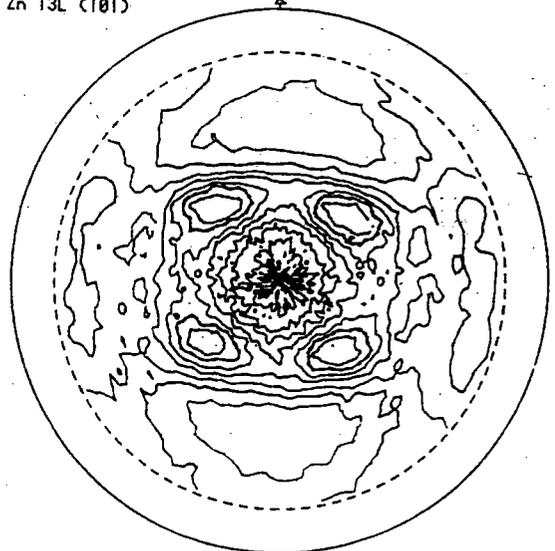
Zn T3L (100)



Zn L3L (101)



Zn T3L (101)

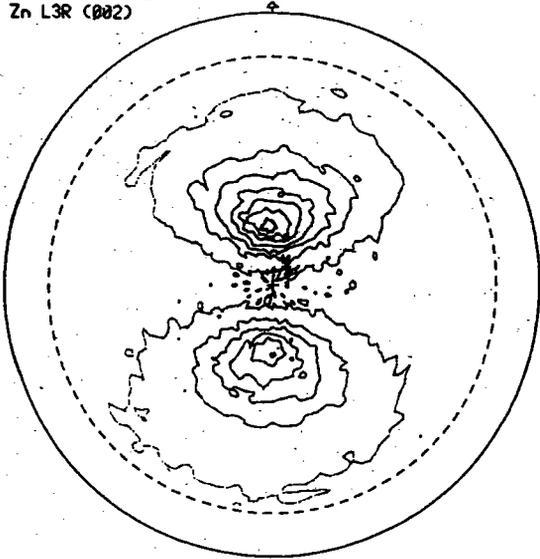


(a)

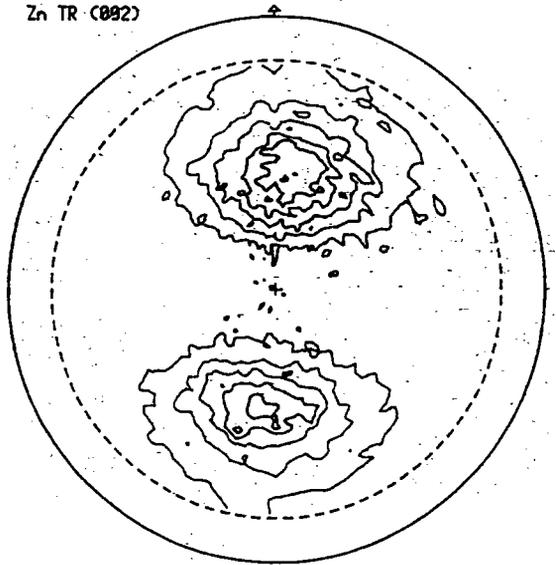
(b)

Fig. [V-4] : Figures de pôles de l'échantillon Zn.3 laminé à froid (50%)
a) sens long b) sens travers

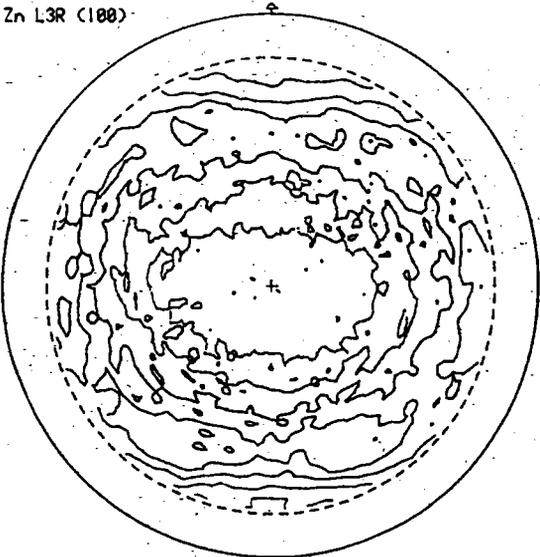
Zn L3R (002)



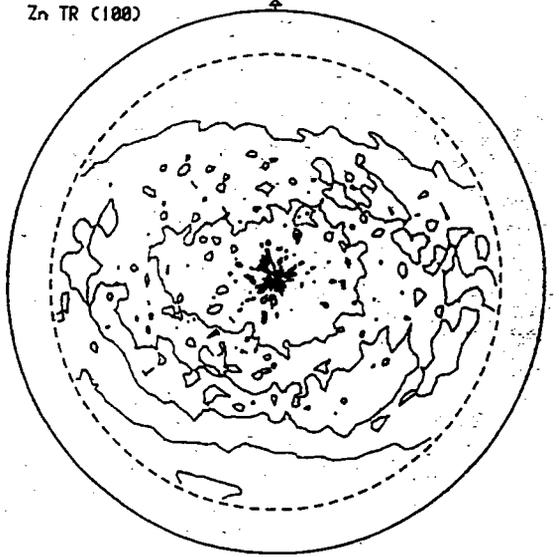
Zn TR (002)



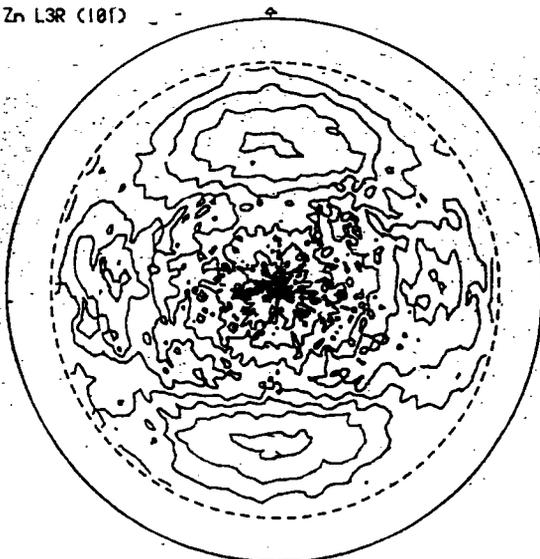
Zn L3R (100)



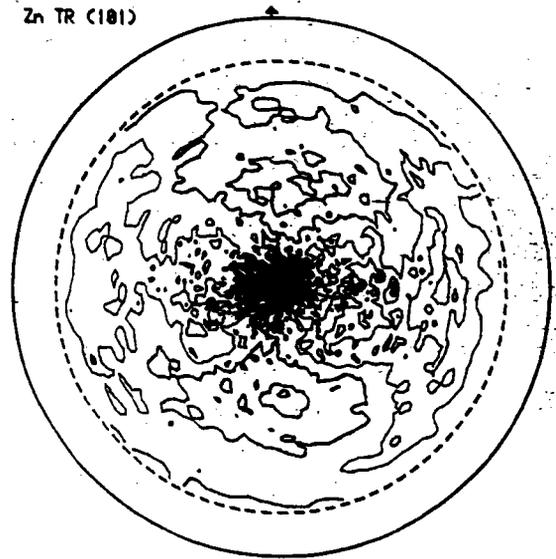
Zn TR (100)



Zn L3R (101)



Zn TR (101)



(a)

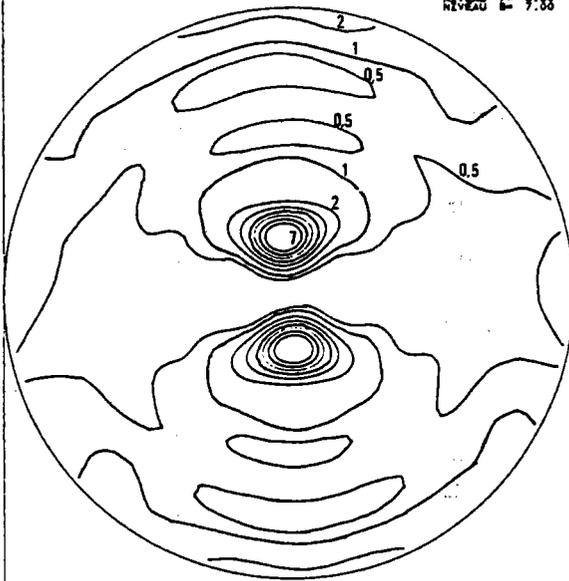
(b)

Fig. [V-5] : Figures de pôles de l'échantillon Zn.3 laminé à froid (50%)
et recuit 200°C/1H
a) sens long b) sens travers

FIGURE DE POLES $hkl=00.2$ EXPERIMENTALE

ATEXINCS ECH. ZN CU TI L80 LMAX=18 NFP=4

PHI: 0.00
 CHI: 0.00
 W: 0.00
 TTT: 0.00



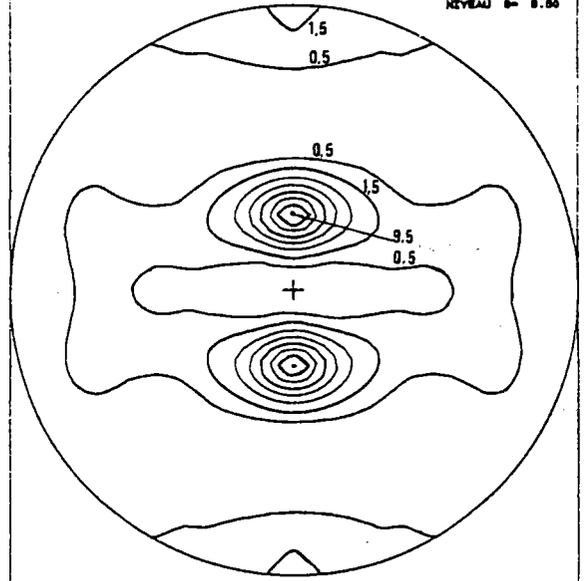
6-JAN-91

MAX. = 8.95 MIN. = -0.22

FIGURE DE POLES $hkl=00.2$ SIMULEE

ZNSH F.P. CALCULEE A PARTIR DE 362 O.I. PHI0=12 DE SELECT JJ

PHI: 0.00
 CHI: 0.00
 W: 0.00
 TTT: 0.00



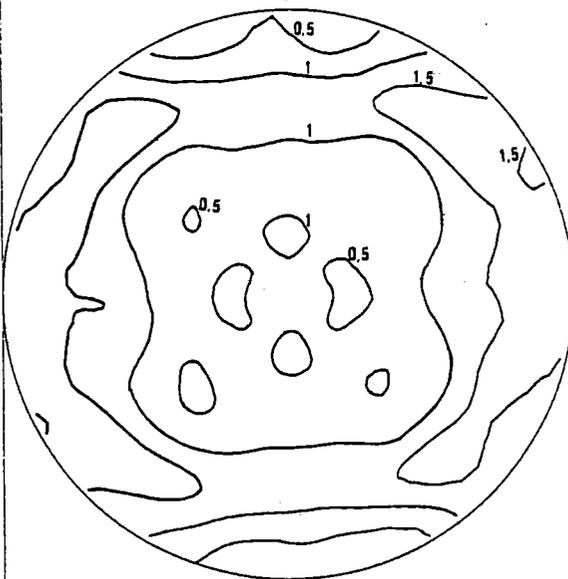
2-NOV-91

MAX. = 9.53 MIN. = 0.01

FIGURE DE POLES $hkl=10.0$ EXPERIMENTALE

ATEXINCS ECH. ZN CU TI L80 LMAX=18 NFP=4

NIVEAU 4 1.84



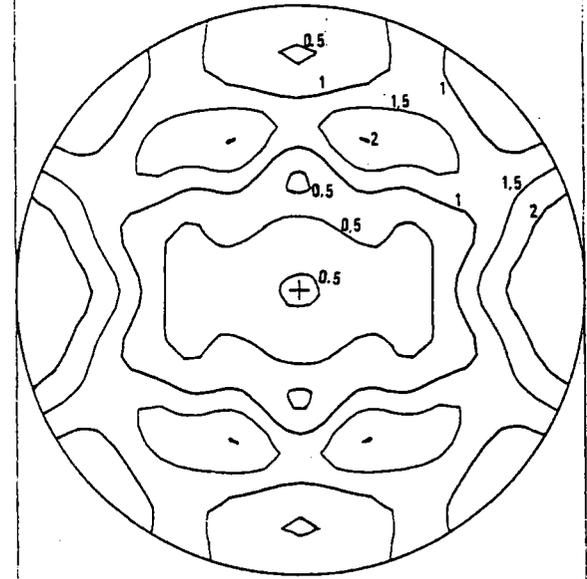
6-JAN-91

MAX. = 1.90 MIN. = 0.21

FIGURE DE POLES $hkl=10.0$ SIMULEE

ZNSH F.P. CALCULEE A PARTIR DE 362 O.I. PHI0=12 DE SELECT JJ

PHI: 0.00
 CHI: 0.00
 W: 0.00
 TTT: 0.00



2-NOV-91

MAX. = 2.29 MIN. = 0.22

Fig. [V-6] : Figures de pôles expérimentales et simulées de l'échantillon Zn.3 déformé 80% à froid.

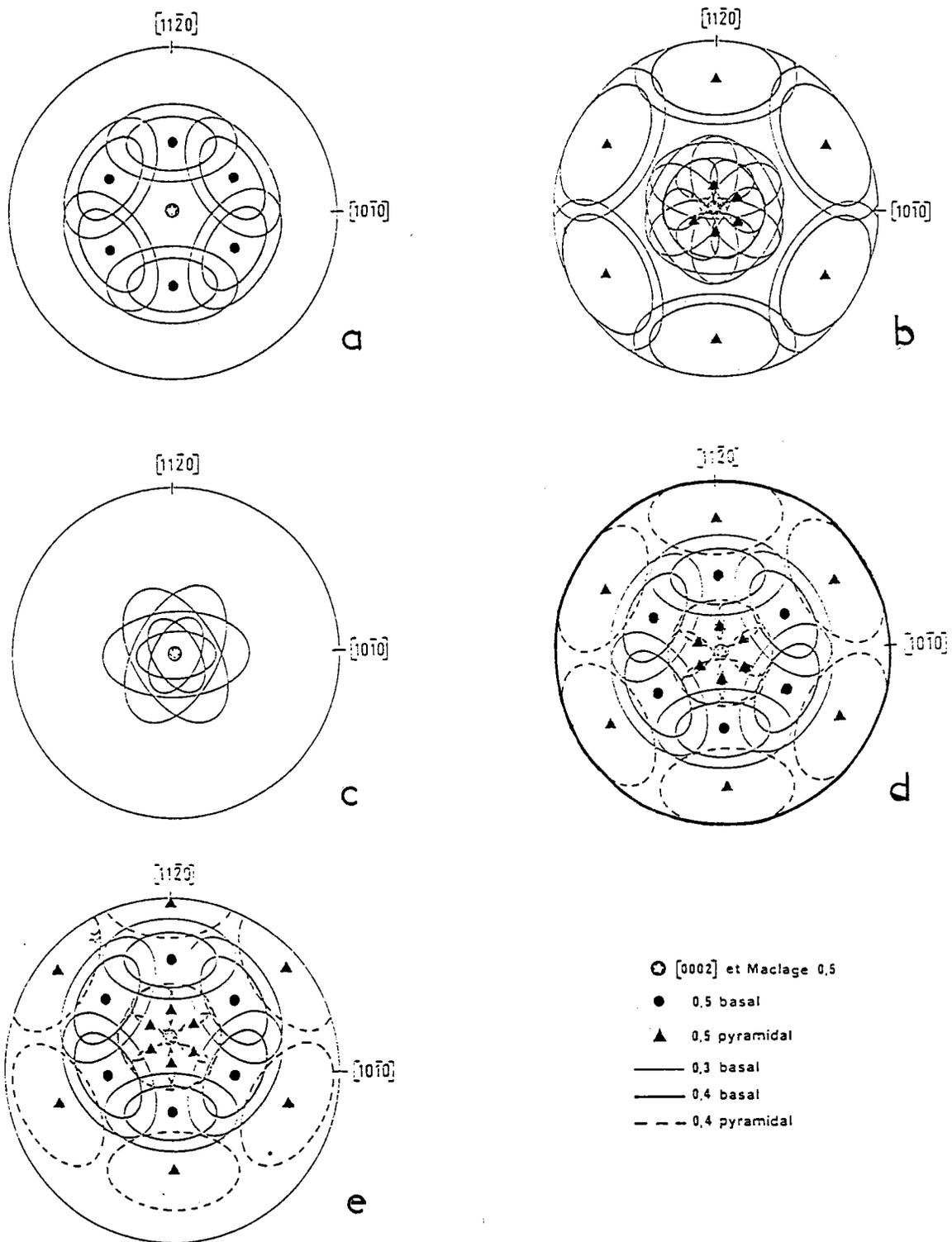


Fig. [V-7] : Facteurs d'orientation dans le cas d'orientations idéales :

- a) glissement basal
- b) glissement pyramidal de 2^e espèce
- c) maillage
- d) glissements (basal, pyramidal) et maillage dans une orientation $\{0002\} \langle 1120 \rangle$
- e) glissements (basal, pyramidal) et maillage, l'axe c incliné ≈ 20 de DN



Zn.6



Zn.3

Fig. [V-8] : Micrographie des tôles Zn.3 et Zn.6 de départ



X 1000

déformé à 50%

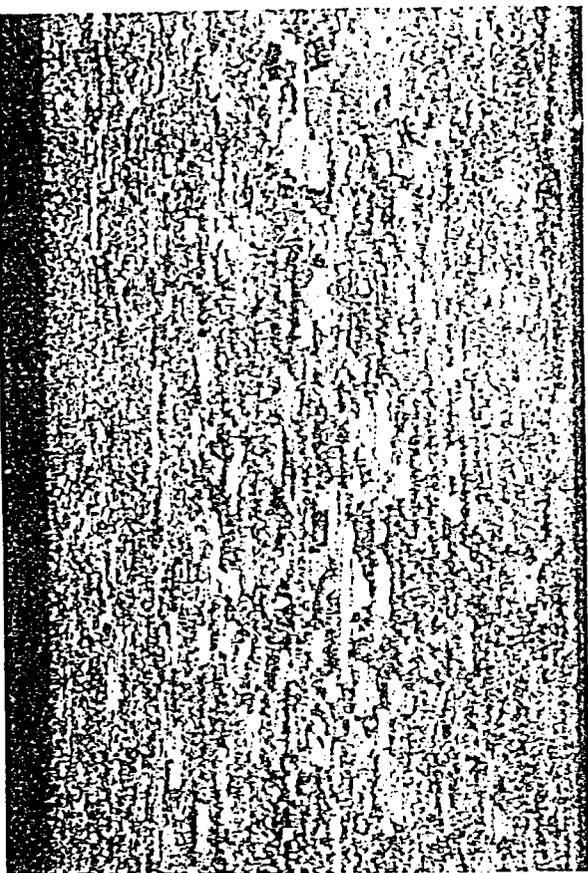


X 1000

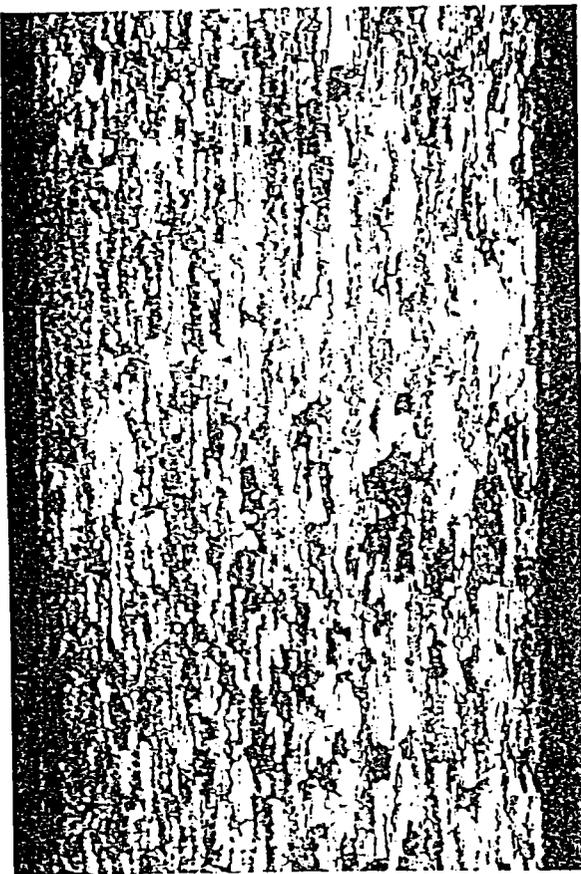
déformé à 80%

Fig. [V-9] : Micrographie des échantillons Zn-Cu-Ti laminés à froid.

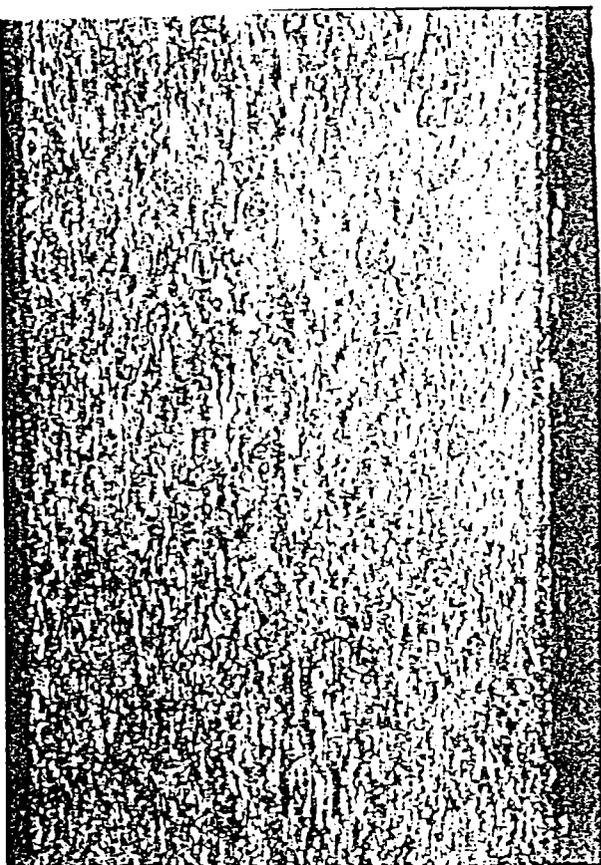
R 170°C/10 mn



R 200°C/10 mn



Làf



R 100°C/10 mn

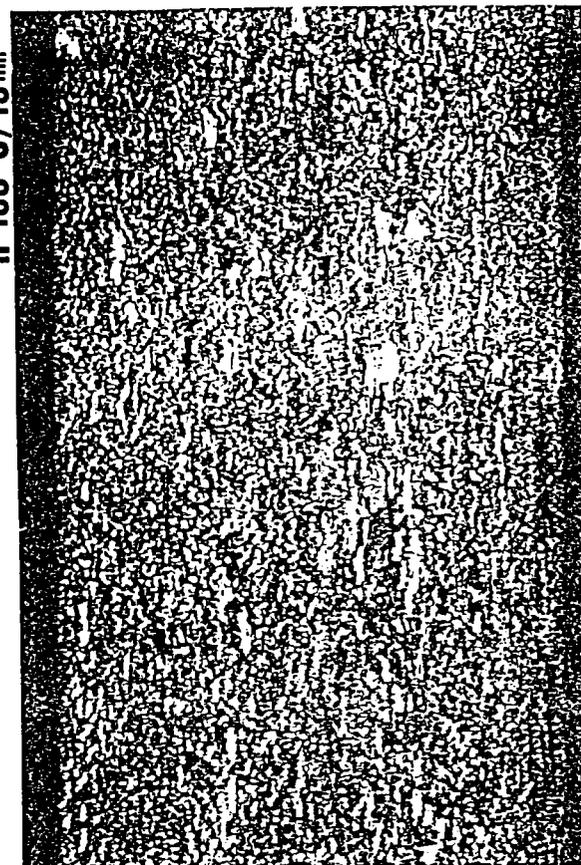
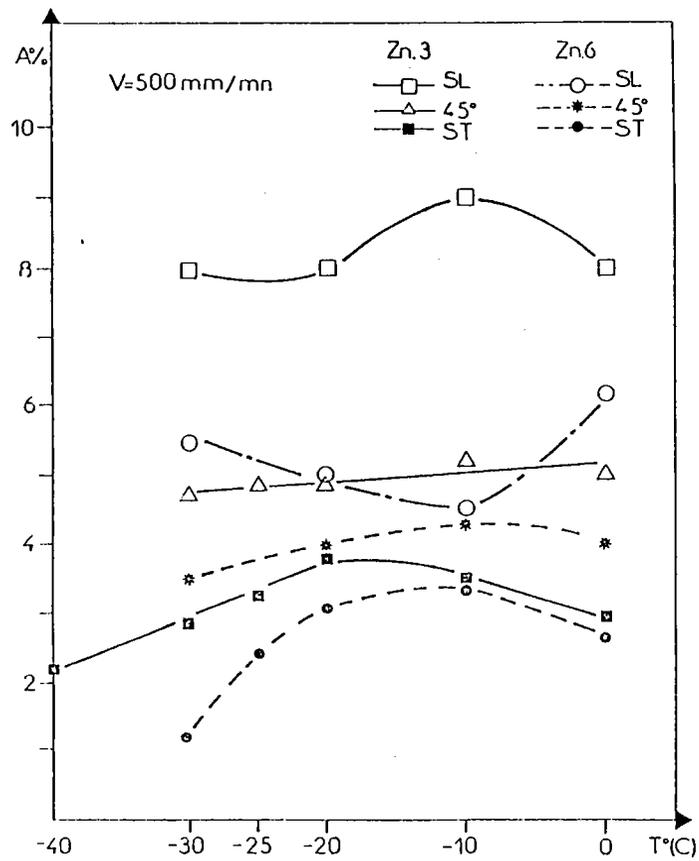
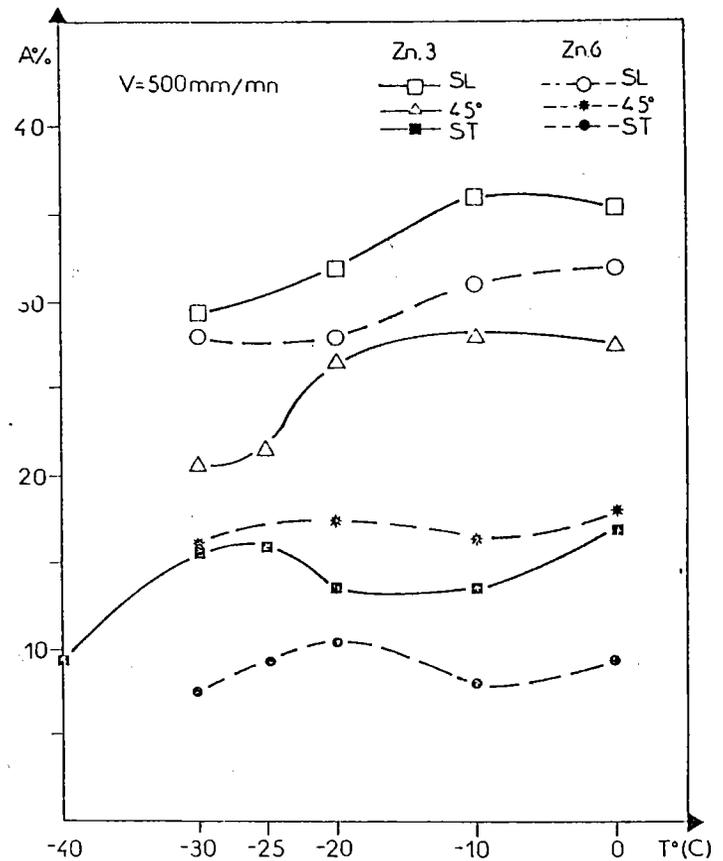


Fig. [V-10] : Micrographie d'échantillon Zn-Cu-Ti laminé à froid et recristallisé



a



b

Fig. [V-11A] : Variation des allongements avec la température
 a) allongement réparti b) allongement total

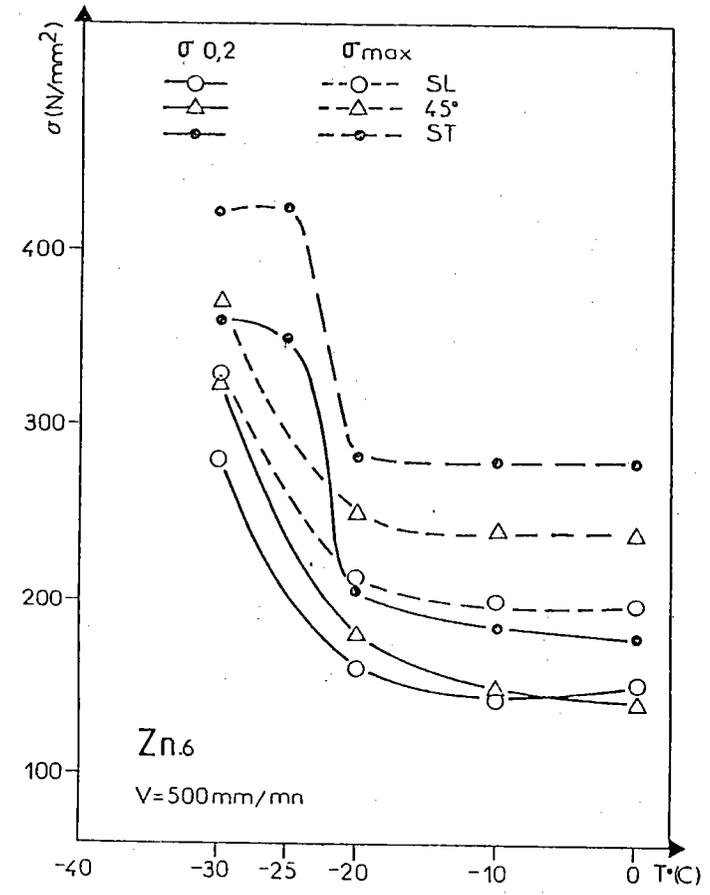
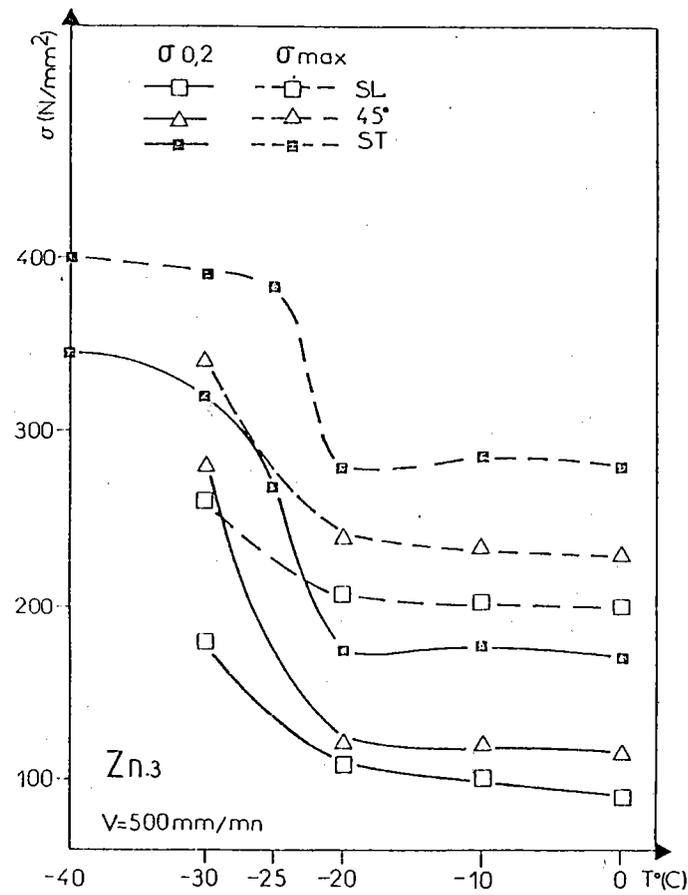


Fig. [V-11B] : Evolution de la charge à la limite élastique et de la charge maximum en fonction de la température.

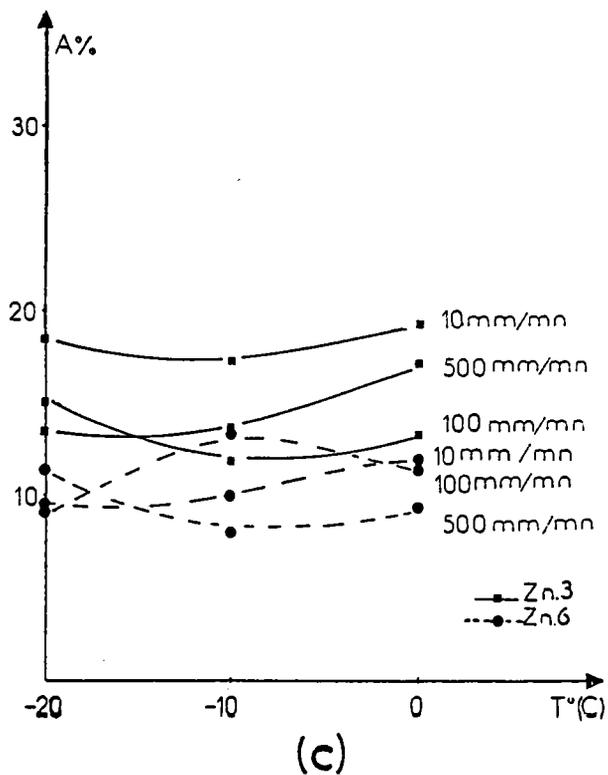
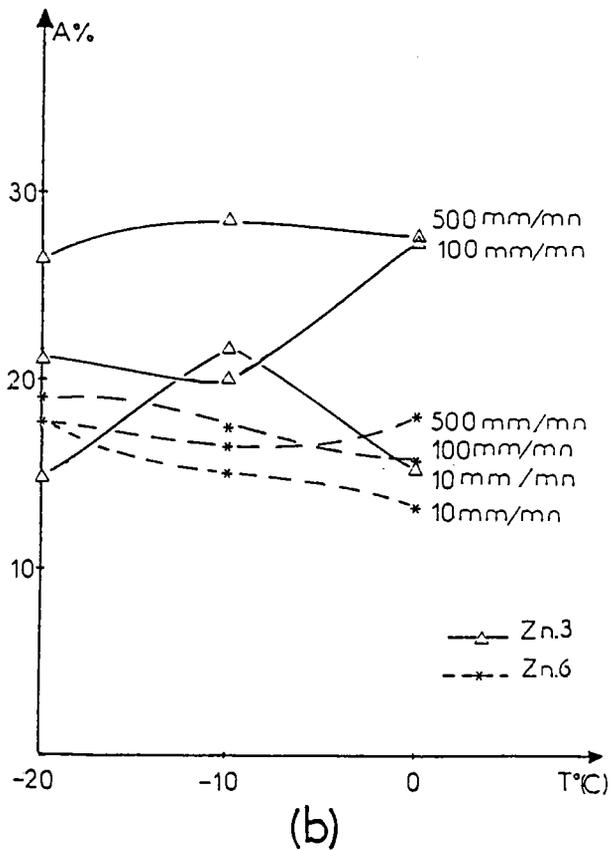
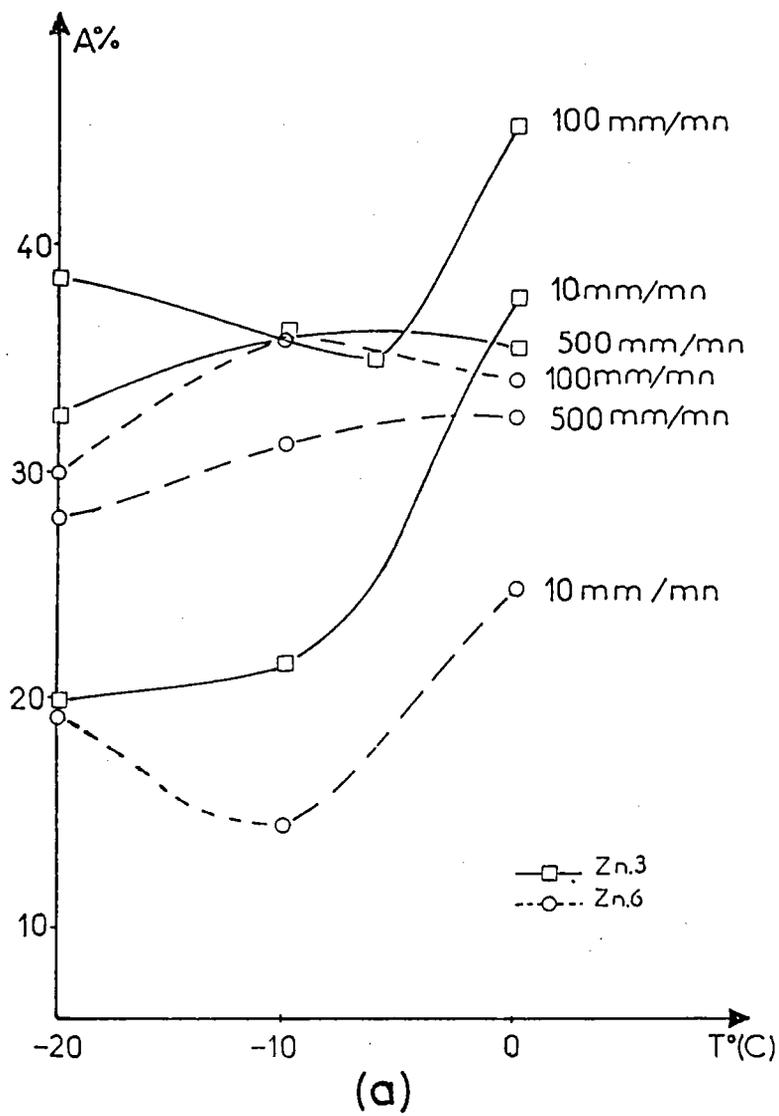


Fig. [V-12] : Variation de l'allongement total avec la vitesse de sollicitation et la température
 a) Traction SL
 b) Traction à 45°/DL
 c) Traction ST

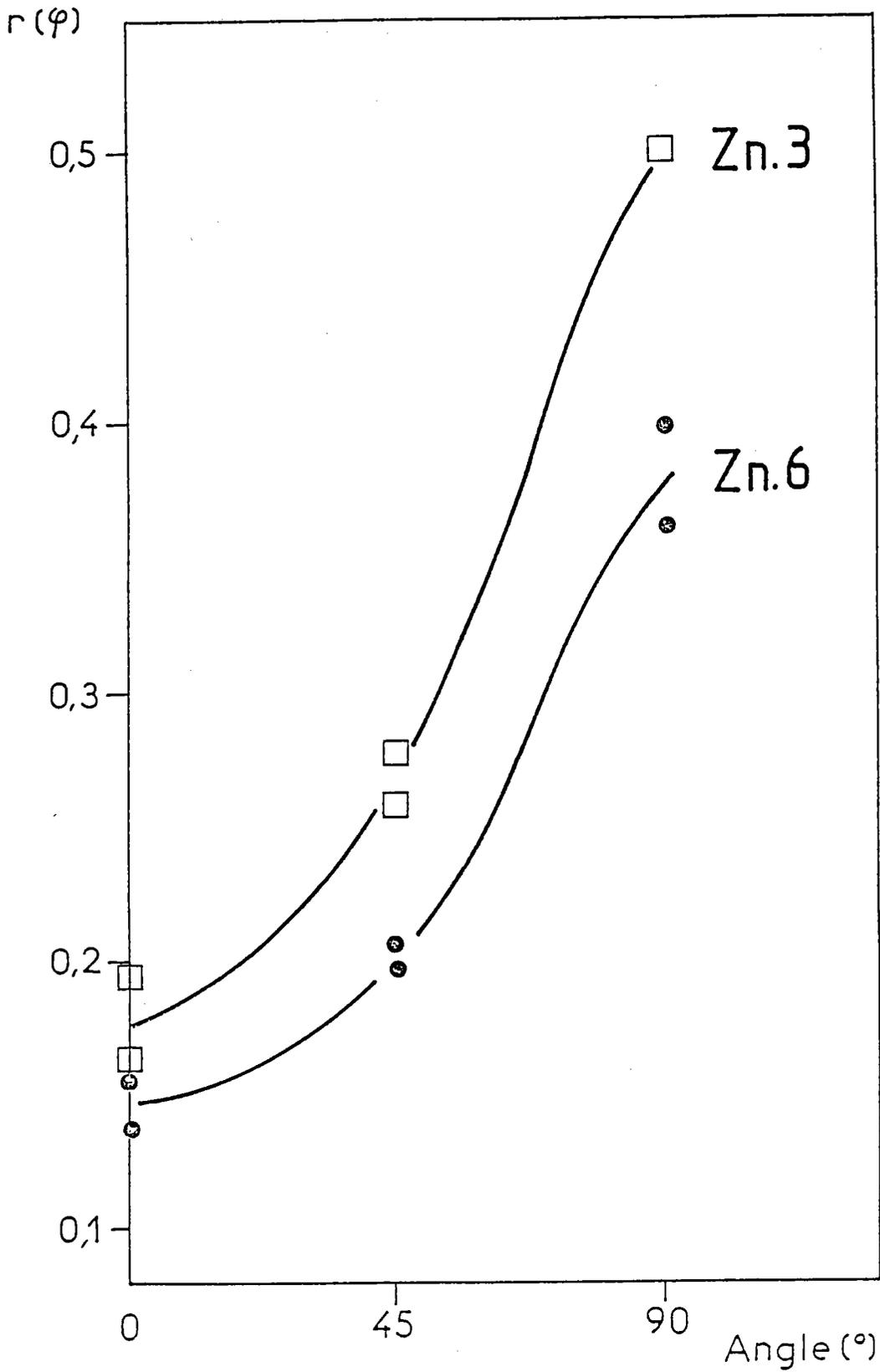


Fig. [V-13] : Variation du coefficient d'anisotropie en fonction du sens de prélèvement.

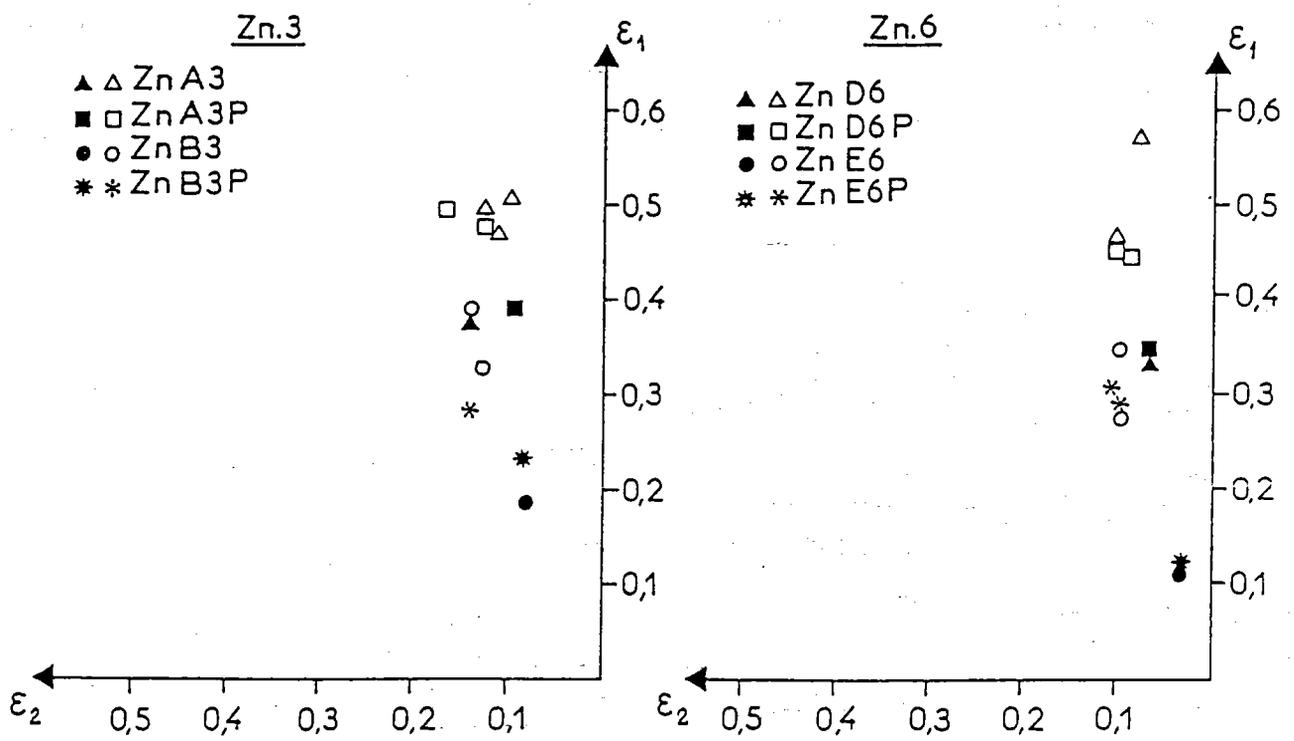


Fig. [V-14] : Déformation à striction et rupture en traction.

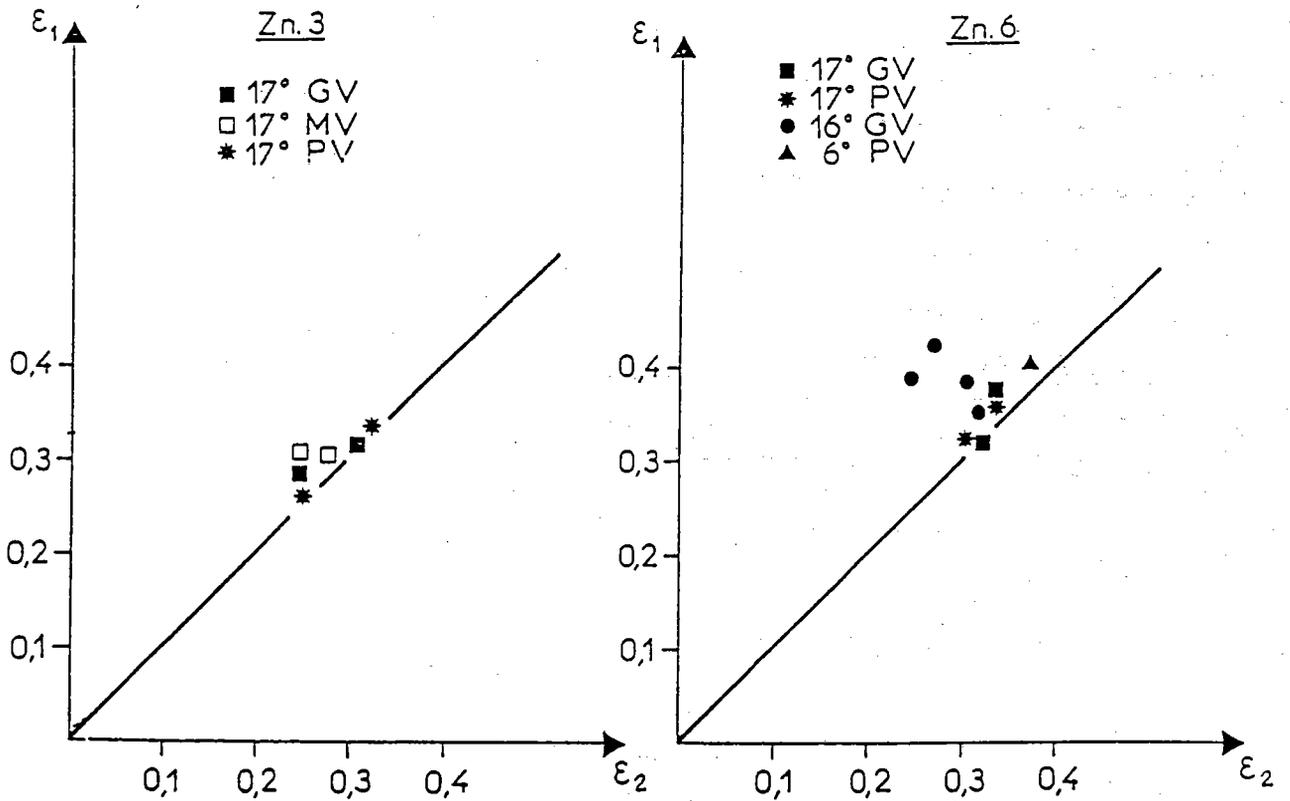


Fig. [V-15] : Déformation à striction et rupture en expansion.

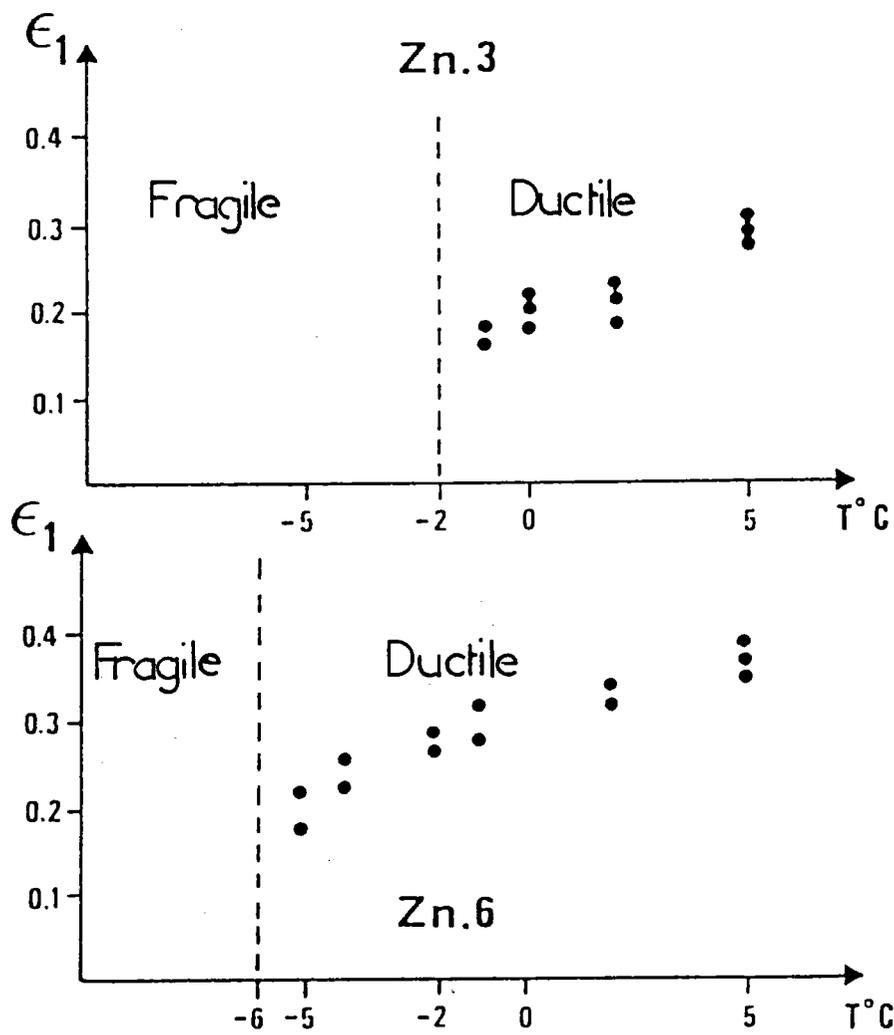


Fig. [V-16] : Evolution de la déformation en expansion en fonction de la température.

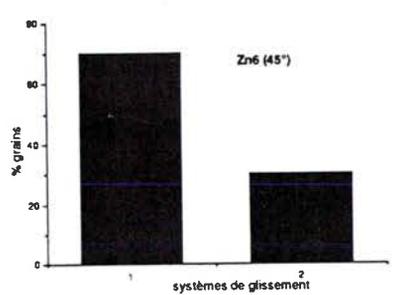
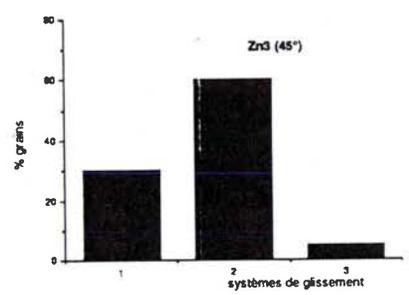
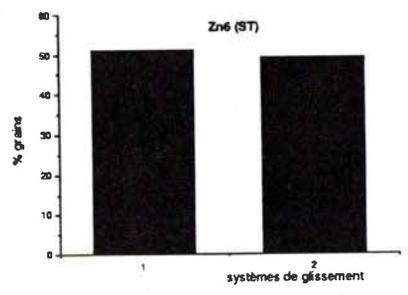
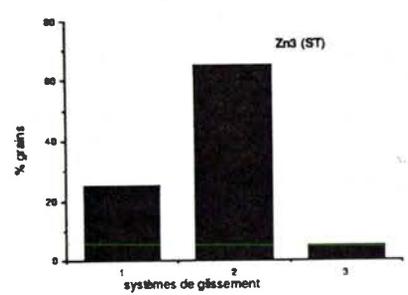
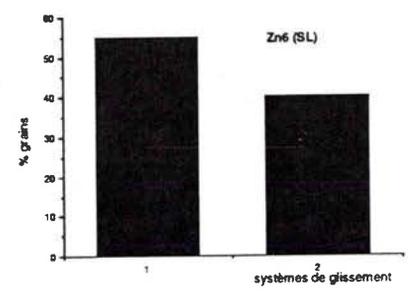
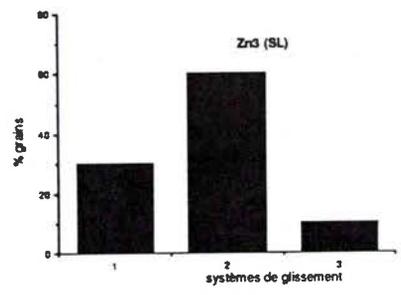
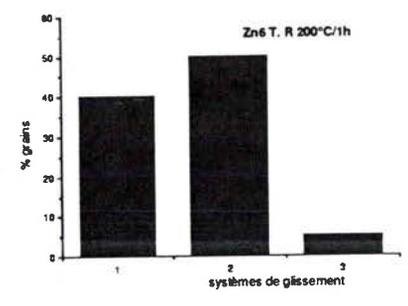
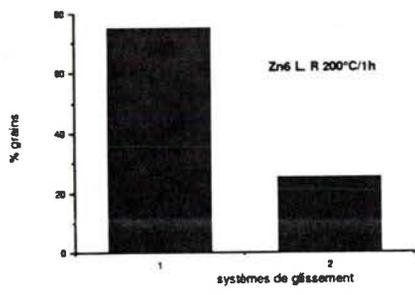


Fig. [V-17] : Pourcentage de grains ayant 1, 2, 3 plans de glissement débouchant à 6% de déformation.

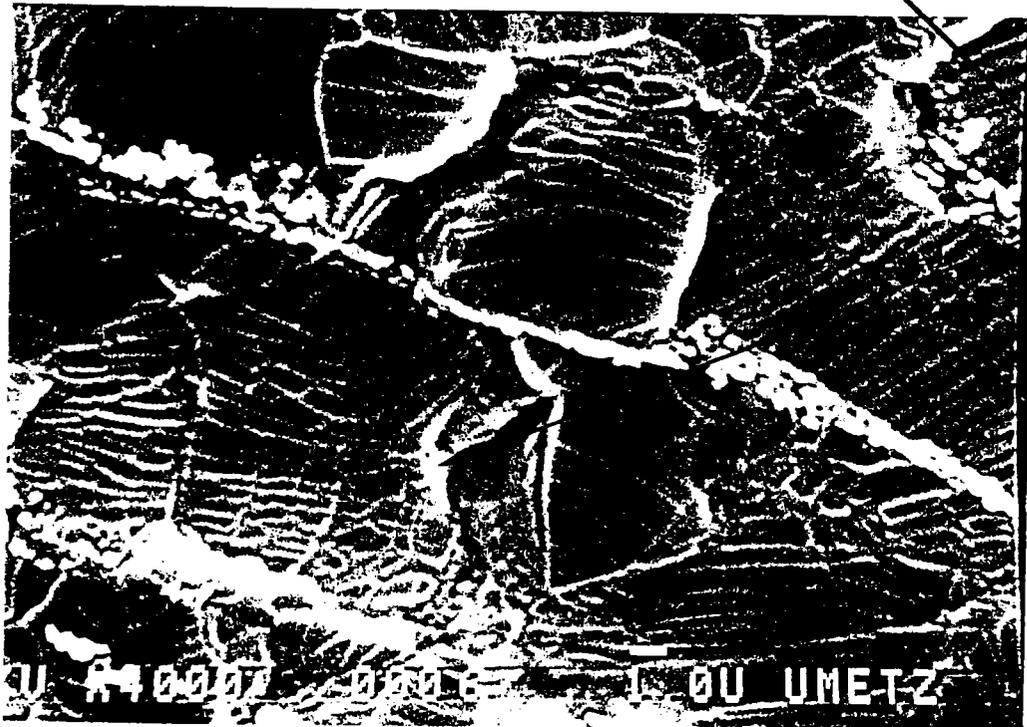
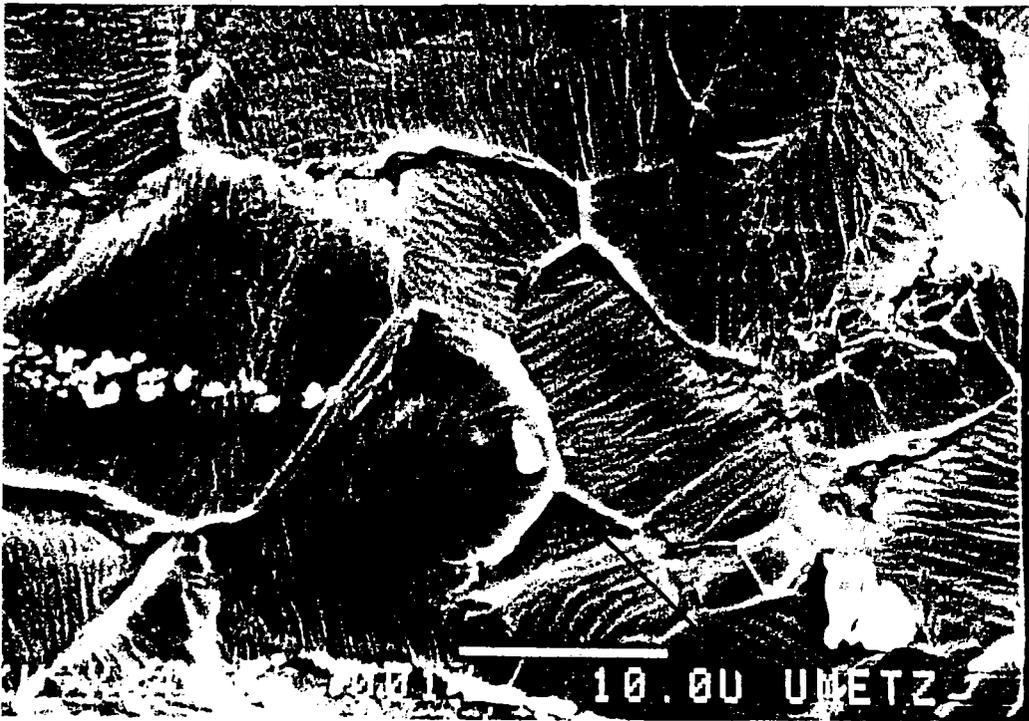
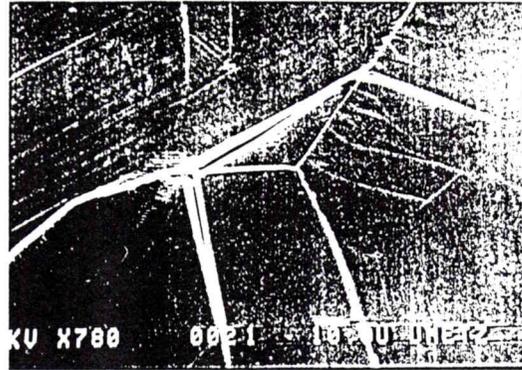
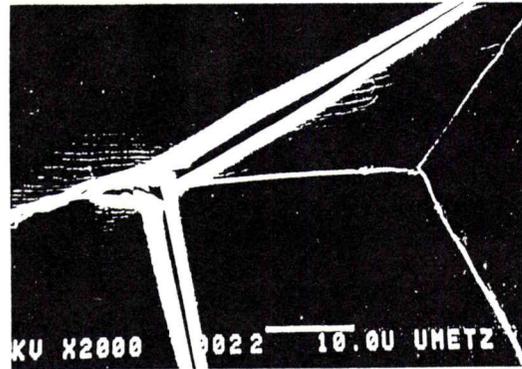
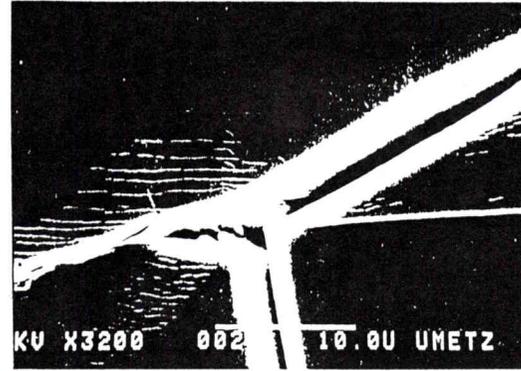


Fig. [V-18] : Naissance de cratères au joint de grains lors de la déformation en expansion.



(a)



(b)

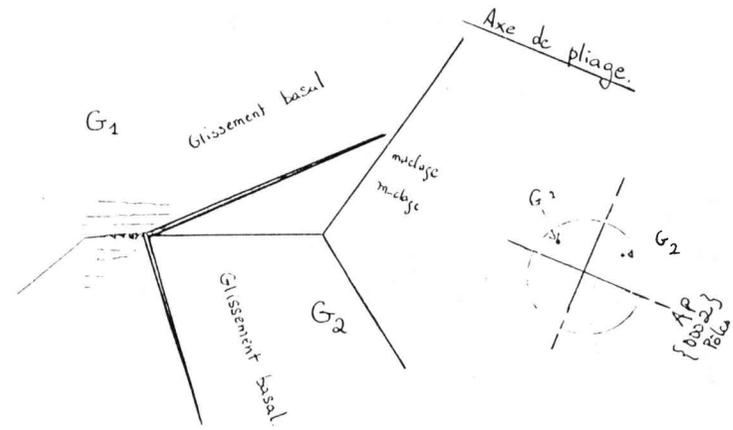


Schéma 1

Fig. [V-19] : Ruptures initiées au joint de grains et se propageant sur le plan de base de chaque grain.

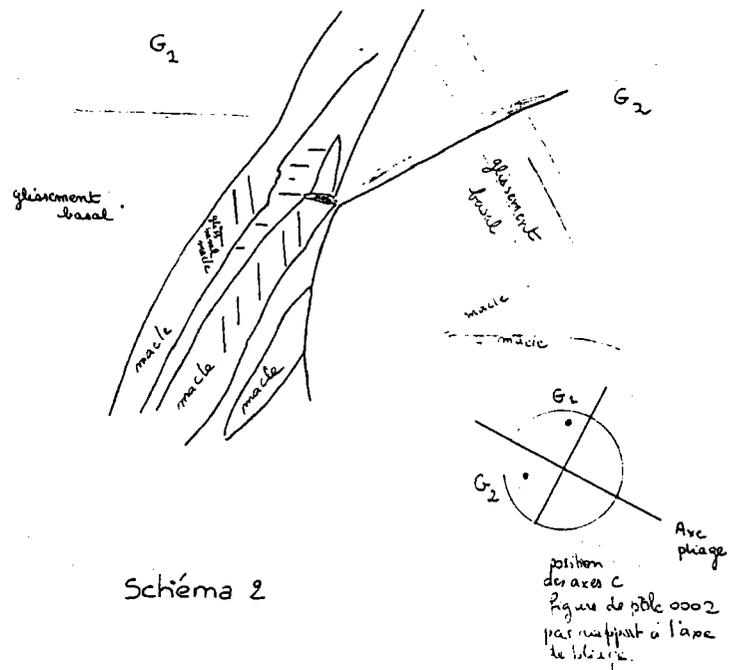
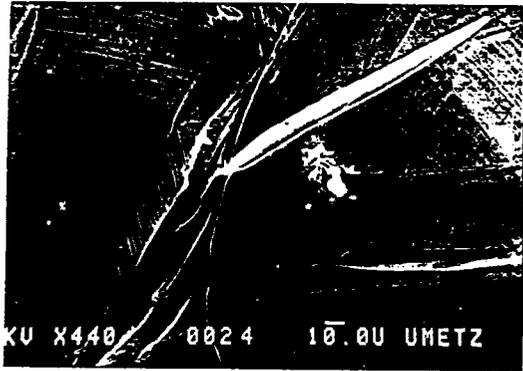


Fig. [V-20] : Plans de rupture (0002) s'arrêtant à l'intersection d'une macle.

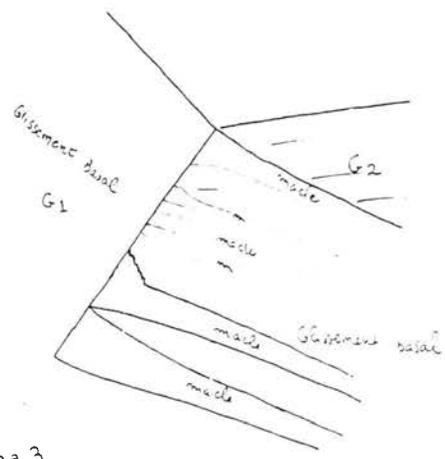
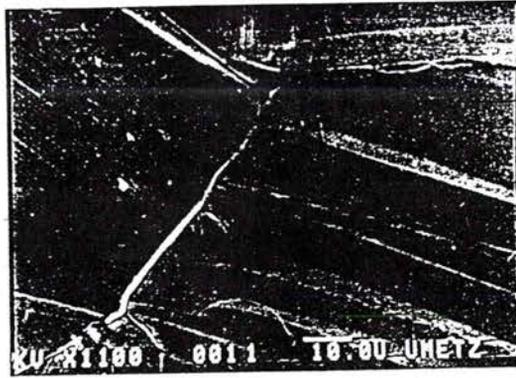


Schéma 3

Fig. [V-21] : Rupture s'effectuant à l'intersection de la macle et de la matrice.

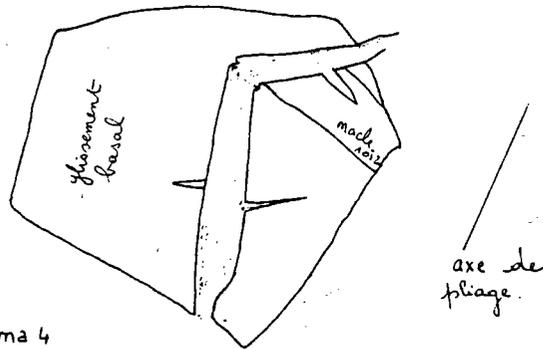


Schéma 4

Fig. [V-22] : Rupture suivant deux plans différents.

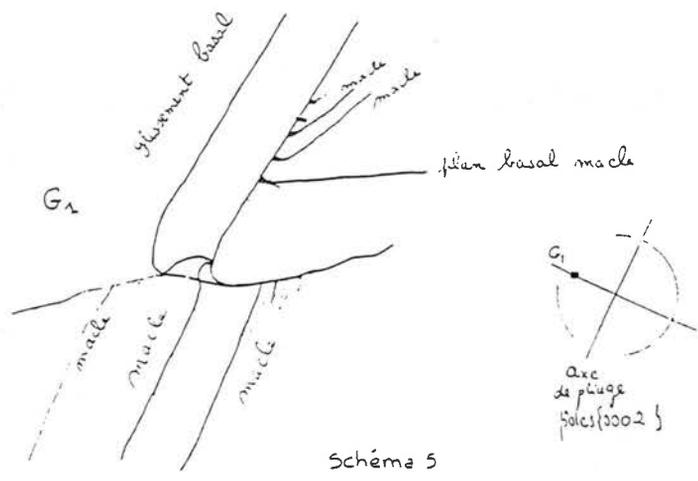
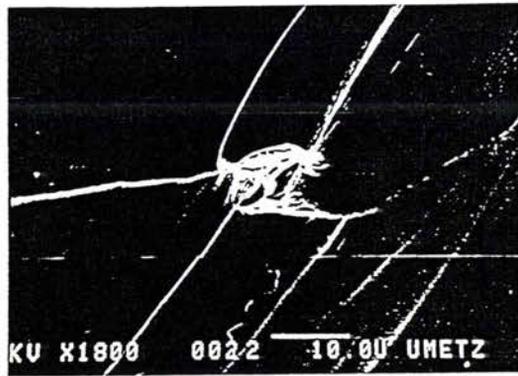


Fig. [V-23] : Ruptures secondaires sur les plans de base de la macle.

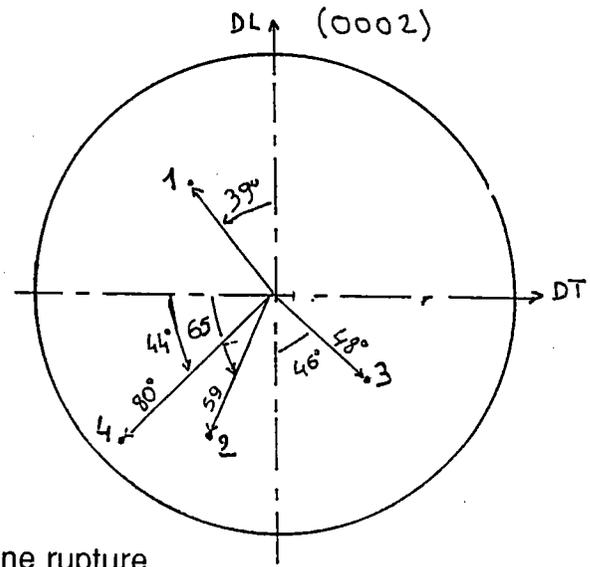
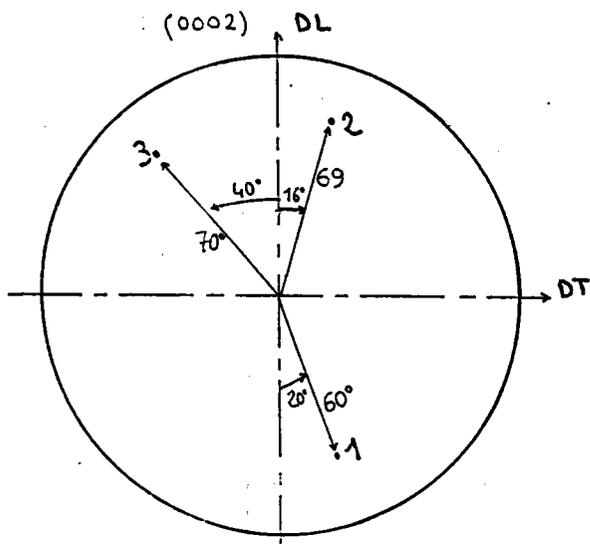
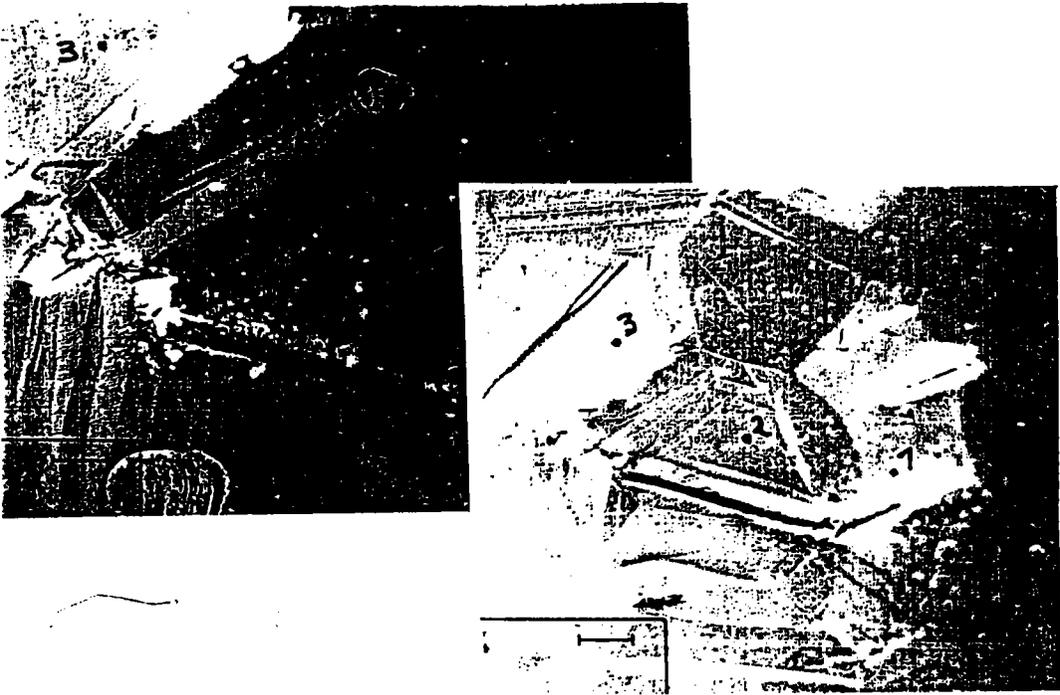


Fig. [V-24] : Orientation des axes C de grains concernés par une rupture intragranulaire.

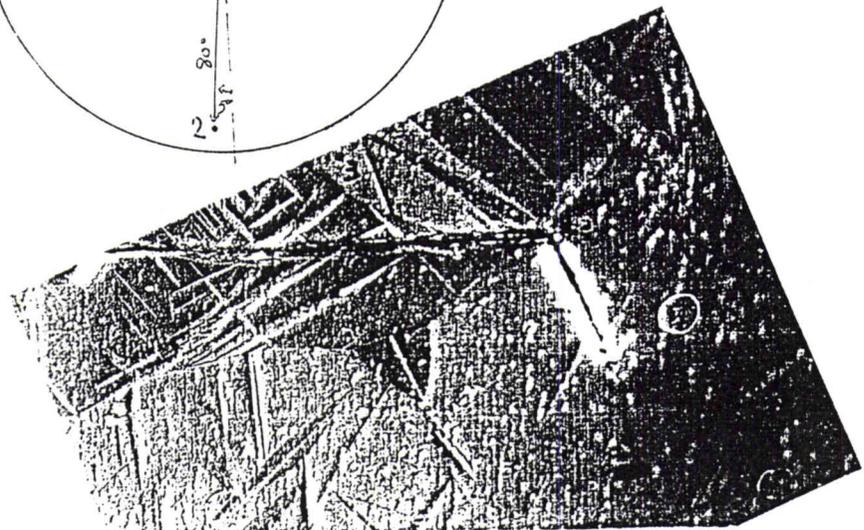
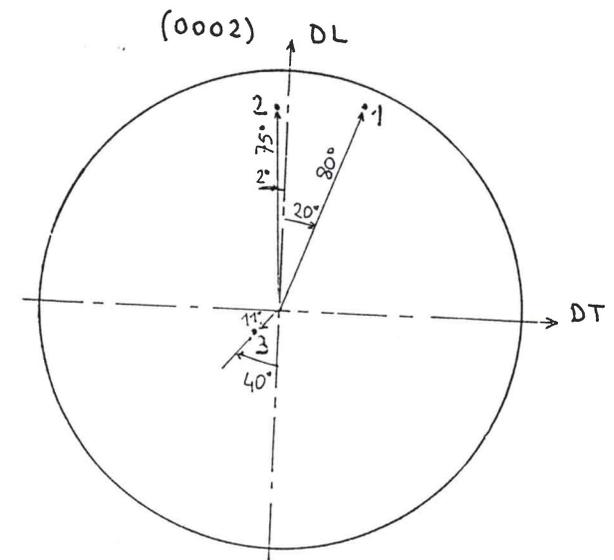
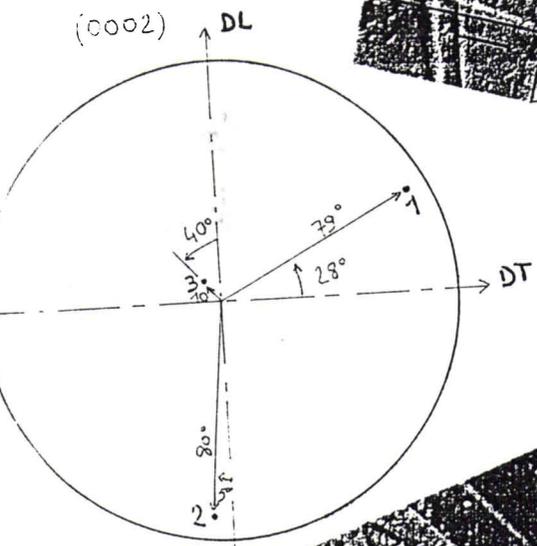
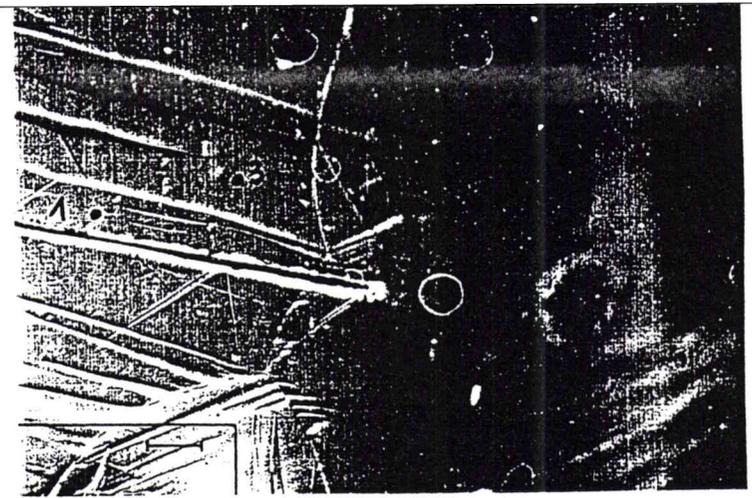
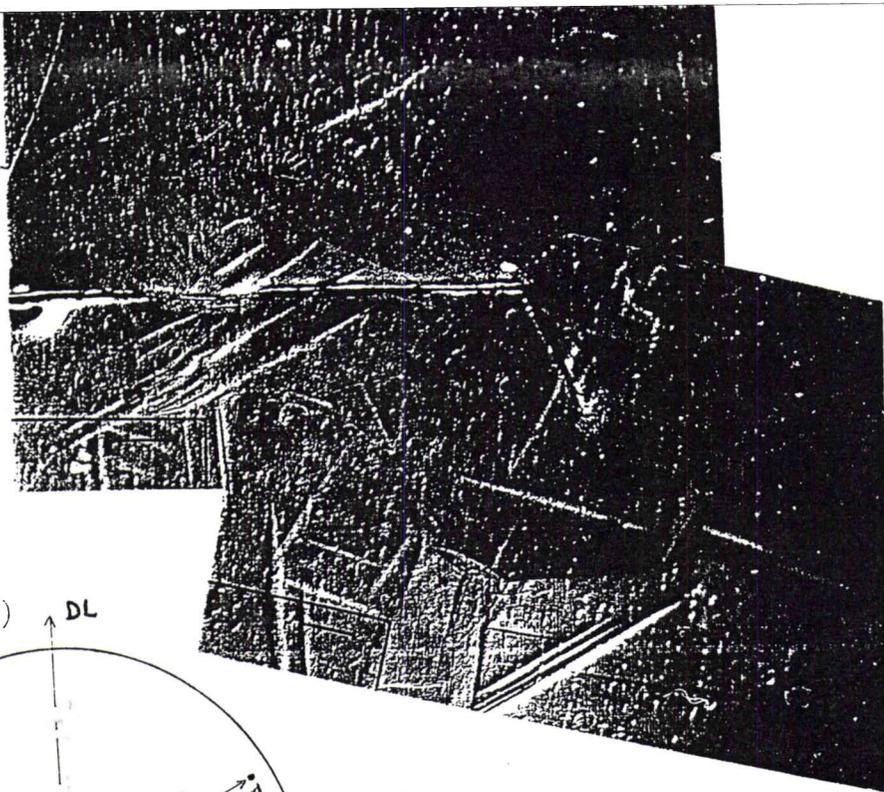


Fig. [V-25] : Orientation des axes C de grains concernés par une rupture intragranulaire.

CHAPITRE VI INTERPRETATION ET ANALYSE DES RESULTATS EXPERIMENTAUX

Le chapitre précédent présentait les résultats expérimentaux obtenus que nous interprétons et d'analysons dans le présent chapitre. Nous ferons, dans un premier temps, une analyse de ces résultats et tenterons par la suite d'expliquer les différences de comportement existant entre les deux tôles Zn.3 et Zn.6. Enfin nous essayerons de dégager quelques solutions permettant d'améliorer leur pliability.

VI-1 ANALYSE DE LA TEXTURE ET DE SON EVOLUTION

La texture des alliages Zn-Cu-Ti, après laminage à froid à 80% de déformation comporte quatre composantes : deux composantes intenses d'axes c inclinés à 20° de DN dans DN-DL avec une direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT et deux autres dont les axes c sont dans DL avec une direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT. Ces dernières composantes, beaucoup moins intenses que les premières, disparaissent dès le début de recristallisation. La modélisation de l'évolution de texture de laminage à froid fait également apparaître ces 4 composantes.

La composante à axe c parallèle à DL est d'autant plus importante que le rapport de scissions critiques diminue. Le maillage de type $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ a pour effet d'augmenter cette composante, alors que son intensité peut être diminuée par l'intervention du glissement dévié (prismatique $\langle 11\bar{2}0 \rangle$). Ce système permet également d'augmenter le pic dans DT (superposition de la direction $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ des quatre composantes). Les glissements basal et prismatique adaptent la déformation. le glissement pyramidal $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ et le maillage $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ (qui est un maillage de compression) adaptent la déformation le long de l'axe c. L'intervention d'un, au moins, de ces deux derniers mécanismes est donc nécessaire.

Compte tenu des rotations associées à chaque système élémentaire, il était impossible d'éliminer la composante à axe c parallèle à DL sans modifier les rapports de scissions critiques de façon trop importante et en tout cas incompatible avec la réalité. Par ailleurs, si la composante $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ est fortement marquée dans DT, cela correspond à la superposition de toutes les composantes ayant des axes c dans le plan DN-DL. En fait, on explique bien la présence de composante $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ à 30° de DL (direction de glissement $\langle 11\bar{2}0 \rangle // DL$). On se rend compte que la texture modélisée est toujours très marquée par rapport à la réalité. Ceci est dû au fait que dans le modèle de Taylor "full constrained" utilisé, on considère que tous les grains subissent une déformation égale à celle de l'échantillon.

Une étude similaire (Philippe et Gallédou, 1990) faite sur les alliages Zn-Cu déformés à froid montre que :

- dans le cas où les grains ont une déformation plus hétérogène, les textures sont beaucoup plus étalées.

- lorsque la recristallisation commence, c'est la composante dont les axes c sont dans DL qui disparaît d'abord, puis la composante à 20° de DN s'étale.

VI-2 EXPLOITATION DES RESULTATS ISSUS DES ESSAIS MECANIQUES

VI-2.1 Traction

VI-2.1.1 Domaine des allongements répartis

D'après la figure [V-7d], il est clair qu'en sens long, le glissement facile (basal) est activé, mais le facteur d'orientation (facteur de Schmitt) pour une inclinaison de l'axe c de 20° n'est que de 0,3. Ce facteur d'orientation est de 0,5 quand l'inclinaison de l'axe c est de 45°. On peut également, à contrainte plus élevée, avoir du glissement pyramidal pour les grains dont l'inclinaison de l'axe c est de 10° à 15° par rapport à DN. Ainsi lorsque la texture est très marquée (cas de Zn.6) en traction SL, il y a du glissement basal. Mais dans ce cas, il faut atteindre une contrainte donnée (facteur d'orientation $\approx 0,3$) plus élevée pour Zn.6 que pour Zn.3 dont la texture plus dispersée est telle qu'un certain nombre de grains sont bien orientés pour la déformation (les axes c inclinés à 45° dans DL ou de chaque côté de DN-DL, par exemple). La déformation démarre donc plus tôt dans ces derniers grains. La contrainte $\sigma_{0,2}$ est donc plus faible dans Zn.3 que dans Zn.6 en sens long. La charge maximum étant pratiquement identique, on a une ductilité meilleure dans Zn.3 que dans Zn.6 dans le domaine des allongements répartis.

Cette analyse est corroborée par l'évolution de texture. En effet, l'évolution de l'axe $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ confirme la présence majoritaire du glissement basal. Lorsque le glissement pyramidal de 2^e espèce est absent, l'axe $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ s'aligne nettement avec DT. De plus, les valeurs très basses relevées pour le coefficient d'anisotropie "r" (0,15 et 0,17) le confirment également. En effet, "r" est d'autant plus éloigné de l'unité que la texture est marquée et que le nombre de systèmes de glissements utilisés est faibles.

A 45° de DL, on peut tenir le même raisonnement que précédemment. Le glissement basal est également favorisé pour les axes c inclinés et écartés de DL-DN. Il faut atteindre une contrainte plus élevée dans les échantillons Zn.6 pour lesquels les valeurs de r sont aussi très basses. Ce qui confirme le glissement basal. La seule différence concerne les axes c qui étaient inclinés

de plus de 45° par rapport à DN dans DL, car ils existent essentiellement dans Zn.3. Dans ce cas de traction, le glissement basal est peu favorisé. Il faut donc faire appel au glissement pyramidal pour ces grains et l'évolution de texture est différente.

Quant à la traction ST, elle est peu favorable aux glissements basal, pyramidal et au maclage dans le cas d'une texture idéale où les axes c sont inclinés de 20° de DN dans DL. Là encore, une inclinaison de l'axe c vers DT est plus favorable aux glissements, bien que les facteurs d'orientation restent faibles. La déformation commence à contrainte légèrement plus basse dans Zn.3 que dans Zn.6, mais à des contraintes largement plus élevées que dans les autres cas de traction.

Compte tenu des faibles facteurs d'orientation, l'intervention des glissements basal et pyramidal reste limitée avant la charge maximum. Là, les deux types de glissement interviennent (voir évolution de texture où l'axe $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ est dans DT et où les valeurs du coefficient d'anisotropie ($r \approx 0,5$) traduisent une moindre anisotropie). La texture morphologique se superpose à ces effets.

VI-2.1.2 Domaine striction-rupture

Après striction, les contraintes deviennent triaxiales et il y a également des composantes de compression. L'analyse devient plus complexe mais on peut remarquer que c'est à partir de la striction, et en particulier seulement sur l'allongement total, que se fait sentir la sensibilité à la vitesse de déformation et à la température. Dans les résultats cités plus haut, la tôle Zn.3 présente, pour les allongements à rupture, une plus grande sensibilité à la température que la tôle Zn.6. Dans ce cas, il nous paraît important d'analyser également le domaine striction-rupture.

Par ailleurs, les micrographies obtenues au MEB, montrent une différence notable entre les échantillons Zn.3 et Zn.6 rompus (à -30°C) à 45° de DL et en sens travers. En effet, nous observons que les échantillons Zn.6, bien qu'ayant une ductilité plus faible (en particulier à 45° de DL), présentent des ruptures ductiles pour tous les grains. Par contre les échantillons Zn.3, bien qu'ayant un plus grand allongement total, présentent encore des grains dans lesquels on trouve du clivage. Certains grains n'ont que peu participé à la déformation, et même entre striction-rupture où les contraintes sont triaxiales.

Ainsi la texture moins marquée, qui permet aux glissements de démarrer plus facilement en traction peut aussi, à l'inverse, comporter des grains qui ne se déforment que peu et peuvent être des amorces de clivage facile.

VI-2.2 Expansion biaxiale

L'expansion biaxiale se traduit par une contrainte de compression et une tension dans toutes les directions de la tôle. L'examen des facteurs d'orientation montre que :

- lorsque l'axe c est parallèle à DN, on peut avoir du maillage $\{10\bar{1}2\}$ pour adapter la contrainte de compression.

- Lorsque l'axe c est incliné de 19° dans DL, on trouve un facteur d'orientation de 0,5 pour le glissement pyramidal. Pour que ce dernier intervienne en compression, l'orientation idéale devrait donc avoir un axe c incliné à environ 19° dans DL.

Pour la traction dans le plan de la tôle, on retrouve les facteurs d'orientation cités précédemment. Ainsi lorsque l'on réalise les essais d'expansion biaxiale, ce sont bien les échantillons Zn.6 qui présentent la meilleure formabilité. Dans le cas des échantillons Zn.3, on a en fait deux handicaps vis à vis de cette expansion :

- des grains dont les axes c sont éloignés de la position idéale citée précédemment (axe c très incliné) et qui ne présentent comme possibilité d'adaptation que le glissement basal (multiplicité 2) et peuvent amorcer un clivage.

- des grains fortement désorientés les uns par rapport aux autres qui sont des barrières aux glissements et peuvent être des amorces de ruptures.

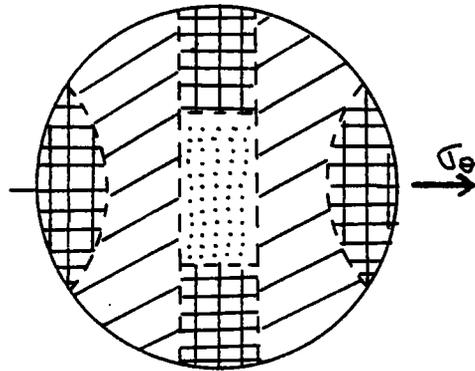
VI-2.3 Pliage

VI-2.3.1 Analyse des modes de déformation

Pour définir les mécanismes qui peuvent apparaître, nous allons regarder l'effet de chaque contrainte sur des grains d'orientations différentes. Nous laisserons les axes $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ dans DT et nous n'examinerons que la position de l'axe c sur la figure de pôle (0002).

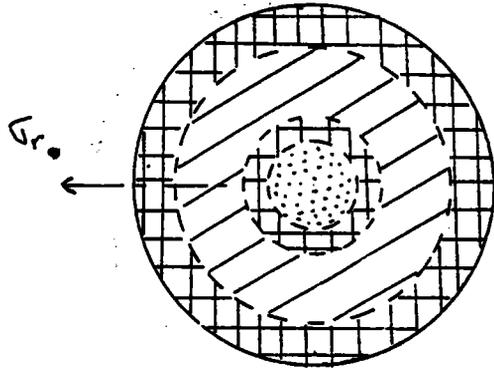
L'effet de σ_θ (contrainte de traction dans la direction de pliage), traction ST est défini comme suit :

-  zone de glissement basal
-  zone de maclage
-  zone de glissement pyramidal
- frontières mobiles en fonction des rapports de CRSS.



Pour la contrainte de compression σ_c , on a la répartition suivante :

-  maclage
-  basal
-  pyramidal

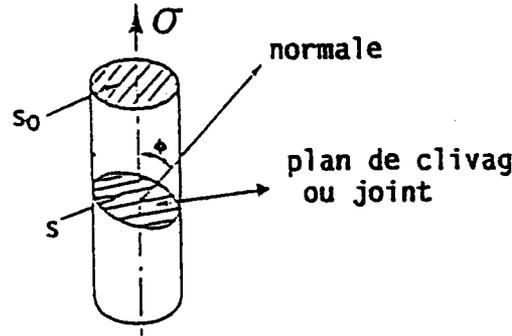


Ainsi on peut se rendre compte que les grains qui sont dans le plan DN-DT à 19° de DN peuvent avoir à la fois du glissement pyramidal et du glissement basal. Une trop grande inclinaison de l'axe c vers DT ne favorise que le glissement basal. Dans ce cas, le glissement pyramidal ne peut se développer et par conséquent les conditions aux limites (continuité) ne peuvent être satisfaites. De même, l'axe c se rapprochant trop de DN accentue la possibilité de maclage $\{10\bar{1}2\}$ au détriment du glissement pyramidal.

VI-2.3.2 Analyse des modes de ruptures

Par ailleurs pour une contrainte σ donnée, σ_N de la relation ci-dessous sera maximale quand le plan de clivage est perpendiculaire à σ appliquée :

$$\sigma_N = \sigma \cos^2 \phi \quad (\text{loi de Sohncke})$$

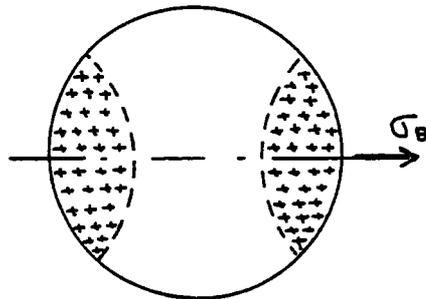


où ϕ est l'angle entre la normale au plan de clivage et la direction de la contrainte appliquée.

Autrement dit, regardons sur la figure de pôles quelles sont les directions des axes c qui vont amener un clivage sur les plans (002). Dans ce cas pour qu'il y ait clivage, seule σ_θ intervient (σ_r étant une contrainte de compression).

 zone d'axe \vec{c} , où le clivage peut intervenir (\forall l'axe \vec{a})

 frontière mobile en fonction de contrainte appliquée.



De plus les joints de grains à forte désorientation entraînent localement des contraintes élevées. Celles ci peuvent générer soit une rupture par clivage dans un grain où la déformation par glissement serait difficile, soit des ruptures intergranulaires.

En résumé, on peut noter l'importance de la position des axes c . En effet, plus les axes c sont inclinés (surtout vers DT), plus on s'éloigne des conditions de continuité aux joints (glissement basal seul), et plus on se trouve progressivement dans la zone de clivage facile.

VI-2.3.3 Analyse des modes de ruptures en pliage

Nous avons réalisé des ruptures sur des éprouvettes prépolies déformées à froid ($0^\circ - 10^\circ\text{C}$). Ces essais sont arrêtés dès l'apparition des premières traces de fissures.

Les observations au MEB montrent des ruptures intergranulaires, mais surtout des ruptures par clivage sur le plan (0002). Ces dernières ont lieu essentiellement sur des joints de forte désorientation et dans des grains dont les axes c sont très inclinés par rapport à DN. De nombreuses macles parallèles dont la trace est à 45° de celle du plan de glissement (basal) ont été également observées dans certains grains. A l'intérieur de ces macles, le glissement basal est perpendiculaire au précédent ($2 \times 45^\circ$), donc parallèle à la rupture. Le maclage, dans ce cas, n'intervient que comme accélérateur de la propagation de la rupture. Car le plan de clivage est mieux orienté pour la propagation de la fissure. Par contre dans d'autres cas, la présence du maclage obligeait la fissure à changer de traces. Ceci grâce à une orientation défavorable du plan basal de la macle. Par ailleurs, le maclage peut également entraîner le déclenchement du clivage.

Cette étude montre, en moyenne statistique, que lors de la déformation à basse température :

- les ruptures s'initient aux joints de grains de forte désorientation
- la rupture peut être intergranulaire et que le grain présentant cette rupture est orientée de telle sorte que l'axe c soit très incliné par rapport à la direction normale de l'échantillon. Ce qui est défavorable pour le pliage.

En résumé, on peut noter qu'une texture fortement marquée avec des axes c peu inclinés semble garantir une meilleure ductilité en pliage. Pour obtenir ce type de texture, on s'aperçoit qu'il faut éviter des zones non recristallisées dans l'échantillon. Car la présence de telles zones favoriseraient l'existence d'une composante de texture du laminage à froid (à axes c parallèle à DL).

Cette analyse nous amène à chercher une texture optimale pour le pliage des alliages Zn-Cu-Ti étudiés.

VI-4 Optimisation de la texture

Dans les ruptures en pliage simple, nous avons remarqué le rôle néfaste à la fois des grains d'axes c très inclinés par rapport à DN et des joints de grains de forte désorientation. En outre, pour obtention simultanée des glissements basal et pyramidal, il a été montré l'intérêt de localiser les axes c à environ 20° de DN. Ces considérations nous amènent donc à rechercher une texture optimale et aussi à définir les conditions adéquates pour son obtention.

Il conviendrait, dans ce cas, de trouver la texture la plus marquée possible avec des axes c à 20° de DN et ne comportant pas de composantes (d'axes c) dans DL. Une texture dont les seuls pics c à 20° de DN avec une assez faible dispersion autour impliquerait des axes c peu inclinés, des désorientations minimales aux grains et donc une bonne pliabilité.

L'obtention d'une telle texture nécessite un bon compromis entre le laminage à froid et la recristallisation. En effet lors du laminage à froid, comme le montrent Philippe et al. (1989), une composante d'axes c dans DL se développe et entraîne la présence de grains mal orientés pour le pliage. En recristallisant, ces composantes disparaissent. Mais une recristallisation trop avancée (trop longue ou à haute température) entraînerait un étalement des pics situés à 20° de DL. Le taux de recristallisation est donc un élément important à optimiser.

Par ailleurs, la température de recristallisation est différente selon que l'alliage présente ou non une seconde phase. Nous avons vu, au paragraphe I-2 du chapitre I, que les caractéristiques de ductilité et de déformation de ces alliages sont attribuables à la répartition et à la morphologie des précipités.

Il est donc important que la seconde phase soit répartie, de façon homogène, en filets les plus réguliers possibles. Ceci pour éviter des plages larges sans seconde phase. Ce qui permet d'avoir une recristallisation homogène dans toute la tôle. L'homogénéité de la distribution de la seconde phase ainsi que la régularité des filets entraînent également une texture très marquée.

VI-5 CONCLUSION

L'étude de la texture des alliages Zn-Cu-Ti, lors du laminage à froid, fait apparaître, deux composantes intenses dont les axes c sont à 20° de DN dans DN-DL et deux composantes avec les axes c dans DL. Ces dernières, peu marquées, disparaissent les premières dès le début de la recristallisation.

L'analyse des contraintes lors du pliage montre qu'une texture fortement marquée avec l'axe c peu incliné semble garantir une meilleure ductilité en pliage. Nous avons ainsi pu constater que :

- une texture moins marquée (Zn.3) assure une meilleure ductilité en traction.

- une texture très marquée (Zn.6) adapte mieux, en expansion, la compression.

La modélisation de l'évolution de texture de laminage à froid a permis de retrouver quatre composantes de texture correspondant à celles mesurées. Cette modélisation est recréée à partir d'une combinaison faisant intervenir le glissement basal comme glissement principal avec CRSS 1 ; un glissement dévié avec la même direction $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ sur le plan prismatique ou pyramidal de 1^{ère} espèce et le glissement pyramidal de 2^e espèce $\langle c + a \rangle$. Les rapports de scissions critiques sont respectivement de 15, 30, et 10.

Les facteurs de Taylor ainsi calculés sont cohérents avec les valeurs des charges à la limite élastique mesurées.

Les résultats des essais mécaniques nous amènent à la conclusion suivante :

- En traction, la meilleure ductilité de la tôle Zn.3 est explicable par la possibilité de démarrage du glissement basal beaucoup plus tôt dans certains grains.

- En expansion biaxiale, l'adaptation de la tôle Zn.6 en compression, donc la meilleure ductilité de la tôle Zn.6 par rapport à la tôle Zn.3, est certainement due au glissement pyramidal qui peut se développer dans tous les grains (orientation idéale des grains et texture très marquée). Par contre, pour Zn.3 de nombreux grains mal orientés sont difficiles à déformer et peuvent être "amorce" de clivage. De même que la désorientation des grains entre eux peut également conduire à des amorces de clivage.

L'étude de la microstructure et des ruptures au MEB montre que, même dans des éprouvettes qui se déforment bien, de nombreux grains de Zn.3 se déforment peu et ont une rupture pratiquement fragile.

Enfin, l'étude des mécanismes de déformation et de rupture en pliage simple sur des éprouvettes prépolies montre "l'inhomogénéité" de déformation selon l'orientation du grain et selon la désorientation des grains voisins. En plus de l'analyse qui montrait comment les grains faisant partie de la composante majeure se déformaient, se pose le problème des grains orientés différemment et du rôle de la désorientation des grains entre eux. Ainsi l'étude qualitative des ruptures et de l'orientation des grains où l'initiation de la rupture avait lieu montre que les axes c très inclinés et les désorientations aux joints de très grandes désorientations entraînent des modifications significatives du comportement local.

Il ressort de cette étude que des axes c à environ 20° de DN sont favorable au pliage. L'obtention d'une telle inclinaison des axes c nécessite un compromis judicieux entre le laminage à froid et la recristallisation. En effet, une répartition régulière et homogène de la seconde phase assure une recristallisation homogène dans toute la tôle.

REFERENCES : CHAPITRES V et VI

- BUNGE H.J., WAGNER F., WELCH P., VAN HOUTTE P. (1985) J. Phys. Lett. 46 L1109.
- GIL SEVILLANO J., VAN HOUTTE P., AERNOUDT E. (1980) Progress in Mat. Sc. 25, 69.
- PHILIPPE M.J. (1983) "Contribution à l'étude de la déformation des matériaux hexagonaux" Thèse d'état univ. Metz.
- PHILIPPE M.J. et GALLEDOU Y. (1990) Rap. Univ. Metz-Vieille Montagne.

CONCLUSION GENERALE

Dans cette étude, nous avons cherché à déterminer les paramètres structuraux qui régissent l'aptitude au pliage des alliages Zn-Cu-Ti à des températures aussi basses que possible.

L'étude bibliographique a permis une synthèse des connaissances actuelles de la métallurgie physique des alliages Zn-Cu-Ti et de la déformation des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte, ainsi que de leur texture cristallographique :

- L'addition de 0,10 à 0,15% de Ti semble donner les meilleurs résultats pour les alliages Zn-Cu-Ti. En effet, au delà de 0,15% de Ti, la quantité de composé intermétallique présente, favorise la germination et la croissance de fissures qui conduisent à une rupture prématurée. Les teneurs inférieures à 0,10% de Ti sont insuffisantes pour améliorer les caractéristiques mécaniques de ces alliages.

- La texture cristallographique et les conditions de déformation du matériau sont deux paramètres essentiels qui interviennent dans la déformation et la rupture des alliages Zn-Cu-Ti.

Les résultats de l'analyse des micrographies, des figures de pôles, et des essais mécaniques nous ont permis de caractériser la microstructure, la texture et l'aptitude à la déformation et à la rupture des deux tôles d'alliage Zn-Cu-Ti de même composition, mais présentant des pliabilités différentes à la température de 4°C. Ces résultats nous ont permis d'expliquer les différences de comportement des deux tôles et d'analyser l'effet de la texture.

- une texture moins marquée (Zn.3) favorise l'apparition du glissement basal en traction pour une contrainte peu élevée et assure par conséquent une meilleure ductilité. Par contre, dans la poursuite de la déformation, l'échantillon de texture très marquée (Zn.6) génère, grâce aux faibles désorientations, le glissement dans tout le grain. En revanche, l'échantillon Zn.3 (texture moins marquée) dont plusieurs grains sont mal orientés, se rompt par clivage. Ces grains étant peu déformés.

- une texture très marquée (Zn.6) permet d'adapter facilement la compression. Cependant de nombreux grains mal orientés sont difficiles à déformer et peuvent être des "amorces" de clivage. De même que la désorientation des grains entre eux peut également conduire à des amorces de clivage.

- une texture fortement marquée avec l'axe c peu incliné semble garantir une meilleure ductilité en pliage.

Les ruptures obtenues lors des essais mécaniques ont été examinées au MEB. Nous avons observé que les ruptures s'initient aux joints de grains de forte désorientation. Quand elles sont intragranulaires, les grains présentant ces ruptures sont orientés de telle sorte que l'axe c soit très incliné par rapport à la direction normale de l'échantillon.

Cette étude nous a aussi permis de constater "l'inhomogénéité" de la déformation selon l'orientation et la désorientation des grains voisins.

Nous en concluons que la texture a une importance capitale sur la ductilité des alliages Zn-Cu-Ti. En effet, plus la texture est marquée, plus la pliabilité est bonne (TTDF abaissée). Dans ce cas, c'est non seulement la texture cristallographique, mais également la mésotexture (désorientation entre grains) qui est à prendre en considération.

Pour connaître, à l'échelle microscopique, l'effet de l'orientation du grain sur la déformation plastique de ce grain (par l'intermédiaire des mécanismes de déformation), ainsi que l'effet de l'orientation des grains voisins (ou de la désorientation du joint) sur le comportement plastique des grains, nous pensons que le présent travail devra être complété par :

- une étude plus statistique à l'EBSF sur les alliages Zn-Cu-Ti
- une vérification au MET des mécanismes de déformation utilisés dans la modélisation.
- l'obtention de tôles Zn-Cu-Ti à texture optimisée pour le pliage, nécessite que les études soient aussi orientées vers la recherche d'éléments d'addition pouvant diminuer la taille des grains. Car plus le grain est fin, plus le pliage est amélioré.

ANNEXE I - METHODES D'ANALYSE DE TEXTURES

La détermination de la fonction de distribution des orientations (FDO ou ODF, en anglais) des cristallites dans un échantillon polycristallin nécessite généralement plusieurs figures de pôles (Bunge, 1969) (ou répartition statistique dans l'espace des normales aux plans (hkl) de l'échantillon). La méthode goniométrique de Schulz (1949) permet de déterminer ces figures de pôles en amenant, à l'aide de deux rotations orthogonales de l'échantillon, les différents plans cristallins (hkl) de celui-ci en position de réflexion de Bragg. Ces rotations présentées figure [A2-1] sont :

La rotation azimutale dont l'axe ψ est la normale au plan de l'échantillon et la déclinaison dont l'axe ϕ , compris dans le plan d'incidence des rayons X, est orthogonal au précédent.

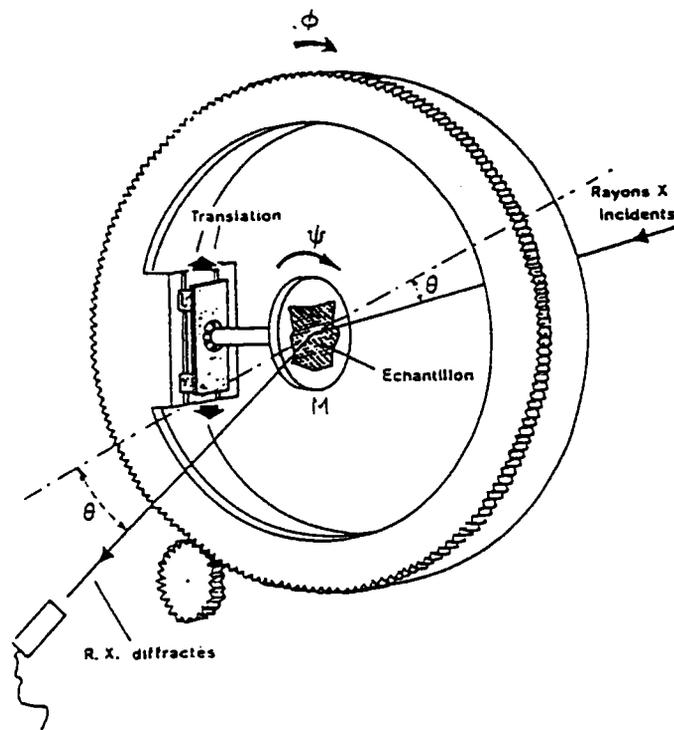


Figure [A1-1] : Géométrie de diffraction permettant l'obtention des figures de pôles.

A partir de la mesure des figures de pôles, il est possible de définir une méthodologie d'analyse pour calculer la distribution des orientations. Parmi les méthodes d'analyse de la fonction de texture cristallographique, on peut citer :

- la méthode harmonique qui, développée par Bunge (1965) et Roe (1965), a été étendue à la méthode du domaine zéro.

- la méthode vectorielle est créée par Ruer (1976) pour les métaux de réseau cubique. Cette méthode numérique discrète et itérative a été étendue par Vadon (1981) aux métaux non cubiques.

- la méthode WIMV ou méthode de "Williams-Imhof-Matthies-Vinel" a été développée par Matthies et Vinel (1980). Cette méthode utilise une moyenne géométrique des figures de pôles de types Williams comme solution initiale et y applique une procédure itérative de type Imhof. De plus, une itérative externe soustrait la plus grande composante isotrope compatible avec les figures de pôles et avec la condition de positivité.

1 - Fonction de distribution des orientations

La description complète et satisfaisante d'une texture quelconque est donnée par la distribution des orientations, décrite par la fonction de densité des orientations (FDO). Cette fonction $f(g)$ représente la proportion de cristallites ayant l'orientation g à dg près :

$$f(g) dg = \frac{dV}{V}$$

Cette fonction décrit quantitativement la distribution des orientations et permet de plus de déterminer les propriétés physiques et mécaniques des polycristaux texturés.

La fonction $f(g)$ peut être développée en une série d'harmoniques sphériques généralisées conformément à la méthode de Roe (1965) et de Bunge (Bunge, 1982 ; Bunge et Esling, 1982) :

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} T_l^{mn}(g)$$

En exprimant l'orientation g au moyen des angles d'Euler, on obtient :

$$f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} e^{im\varphi_2} P_l^{mn}(\phi) e^{in\varphi_1}$$

où C_l^{mn} : coefficients qui traduisent l'anisotropie de la FDO du matériau

$P_l^{mn}(\phi)$: sont certaines généralisations des fonctions Legendre associées.

Des présentations résumant les propriétés des fonctions $P_l^{mn}(g)$ et $T_l^{mn}(g)$ ont été détaillées par Gelfand et al. (1963), Bunge (1982) puis par Bunge et Esling (1982).

Dans une tôle mince polycristalline, le volume dv de cristallites dont l'orientation g est définie par les trois angles d'Euler $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ est donné par (Viglin et Kudryavtsev, 1959) :

$$\frac{dv}{v} = \frac{\sin\phi}{8\pi} \cdot f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \cdot d\varphi_1 d\phi d\varphi_2$$

La fonction $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ qui décrit complètement la texture n'est pas directement mesurable (Bunge et al., 1969 ; Esling, 1981). Son utilisation est limitée au profit des représentations partielles, mais commodes des textures : les figures de pôles directes et inverses.

2 - Représentation des textures

La figure de pôle qui est la représentation des textures la plus utilisée, ne fournit pas une description complète des orientations préférentielle. L'obtention de la FDO est généralement plus rapide et plus précise lorsque les figures de pôles sont complètes. Plusieurs méthodes permettent de déterminer des figures de pôles complètes (Parnière, 1973 ; Bunge et Esling, 1982) :

- La diffraction des neutrons est peu utilisée, compte tenu du coût d'une manipulation et des possibilités restrictives d'accès aux systèmes.

- la diffraction des rayons X en réflexion (Schulz, 1949) pour des déclinaisons allant de 0 à 70° environ à laquelle on associe la diffraction en transmission (Decker et al., 1948) pour des déclinaisons variant de 50°

environ à 90°. Ce qui minimise les phénomènes importants de défocalisation rencontrés en réflexion pour les angles de déclinaison supérieures à 60-70°. Les inconvénients de cette méthode sont : la préparation de l'échantillon (épaisseur très faibles), les corrections d'absorption (qui dépendent de la position de l'échantillon et des variations aléatoires de son épaisseur) et la précision du raccordement des mesures entre les deux figures de pôles obtenues l'une par la réflexion et l'autre par la transmission (Humbert et al., 1984).

ANNEXE II - THEORIE D'ARMSTRONG

La transition ductile-fragile des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte présente de nombreuses similitudes avec celles observées dans le cas de l'acier et des métaux réfractaires de structure cubique centrée.

Bien que les relations du type Hall - Petch aient été publiées pour plusieurs métaux de structure hexagonale compacte (Armstrong et al., 1962; Armstrong, 1968), et plus particulièrement pour le Zinc (Wégria et Habraken, 1970; Gouzou et al., 1971), ces relations ne sont pas directement utilisables pour l'étude de la transition ductile-fragile. En effet, la relation de Hall-Petch s'écrit :

$$\sigma_y = \sigma_{0y} + k_y d^{-1/2} \quad (\text{II-1})$$

où σ_y : la limite élastique

d : la taille de grain

σ_{0y} et k_y sont des constantes expérimentales, fonction de la température dans le cas des métaux hexagonaux.

L'étude de la contrainte de rupture des métaux hexagonaux (Greenwood et Quarrell, 1953-54 ; Wégria et Habraken, 1970 ; Hauser et al., 1956 ; Petch et Zein, 1954 ; Tegart, 1962-63) conduit à la relation suivante :

$$\sigma_F = \sigma_{0F} + k_F d^{-1/2} \quad (\text{II-2})$$

où σ_{0F} et k_F sont des constantes expérimentales.

Dans le domaine fragile, la contrainte de rupture σ_F est pratiquement indépendante de la température et de la vitesse de déformation. Une manière de fixer la transition est de dire que cette dernière est atteinte lorsque, dans des conditions expérimentales on a :

$$\sigma_y = \sigma_F \quad (\text{II-3.1})$$

ou d'une manière générale :

$$\alpha \sigma_y = \sigma_F \quad (\text{II-3.2})$$

Le coefficient α est introduit pour tenir compte d'une éventuelle concentration de contraintes (essai Charpy par exemple).

Comme l'a montré Armstrong (1968), il est à noter que lorsque la température de l'essai diminue, la valeur de $d^{-1/2}$ pour laquelle l'équation (1-3) est vérifiée, augmente.

Selon Armstrong (1968), la relation (1-1) peut s'écrire sous la forme :

$$\sigma_y = m \cdot \tau_c^b + m \cdot K_1 \cdot d^{-1/2} \quad (\text{II-4})$$

avec $\sigma_{0y} = m \tau_c^b$ et $K_y = m k_1$

m : le facteur de Taylor

τ_c^b désigne la scission critique pour le glissement basal (0001) <1120> (système de déformation le plus facile pour le zinc)

La grandeur k_1 peut se mettre sous la forme :

$$k_1 = c' \left[\frac{m^* \cdot G \cdot b \tau_c^j}{1 - \nu} \right] \quad (\text{II-5})$$

- où
- c' : une constante
 - m^* : le facteur de Sachs
 - ν : le coefficient de Poisson
 - G : le module de cisaillement
 - b : le vecteur de Burgers des dislocations de l'empilement
 - τ_c^j : désigne la scission critique pour le glissement pyramidal de deuxième espèce {1122} <1123> ou le maclage, nécessaires au voisinage des joints pour assurer la continuité de la déformation.

L'influence de la température sur les scissions critiques, pour une vitesse de déformation constante, peut se mettre sous forme de la loi suivante (Armstrong, 1967) :

$$\tau_c^j = B \cdot e^{(-\beta T)} \quad (\text{II-6})$$

où B et β sont des constantes et T la température de déformation en °K.

Dans le cas du système pyramidal de deuxième espèce, Soifer et Shteinberg, (1971-72) ont constaté que si la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ augmente, la valeur de β diminue. Cette observation montre que lorsque $\dot{\epsilon}$ augmente, τ_c^b de l'équation (1-6) augmente (τ_c^b aussi) de telle sorte que la contrainte d'écoulement doit augmenter. On peut penser que la variation de la contrainte d'écoulement est contrôlée par la fonction $\tau_c^b(\dot{\epsilon})$.

Les équations (II-1 à II-6) montrent que la variation de la contrainte d'écoulement des polycristaux de structure hexagonale fait intervenir deux composantes activées thermiquement. Ces deux composantes dépendent de deux scissions résolues critiques différentes présentant des sensibilités à la vitesse de déformation différentes.

En combinant les équations [(II-1) à (II-6)] :

$$\alpha (\sigma_{0y} + k_y d^{-1/2}) = \sigma_{0F} + k_F d^{-1/2}$$

$$\alpha \left[m \tau_c^b + m C' \left(\frac{m^* G b}{1 - \nu} \right)^{1/2} B^{1/2} \exp\left(-\frac{\beta}{2} T\right) d^{-1/2} \right] = \sigma_{0F} + k_F d^{-1/2}$$

$$\exp\left(\frac{\beta}{2} T\right) = \frac{k_F - (\alpha m \tau_c^b - \sigma_{0F}) d^{1/2}}{\alpha m C' \left(\frac{m^* G b B}{1 - \nu} \right)^{1/2}}$$

d'où la température critique T_c :

$$T_c = -\frac{1}{\beta} \ln \left(\frac{C \alpha^2 m^2 m^* G b B}{1 - \nu} \right) - \frac{2}{\beta} \ln k_F - \frac{2}{\beta} \left(1 - \frac{\alpha m \tau_c^b - \sigma_{0F}}{k_F} \right)$$

En admettant, suivant Armstrong, que

$$\left[\frac{\alpha m \tau_c^b - \sigma_{0F}}{k_F d^{-1/2}} \right] \ll 1 \quad \text{finalement :}$$

$$T_c = \frac{1}{\beta} \text{Ln} \left[\frac{C \alpha^2 m^2 m^* G b B}{(1 - \nu) k_F^2} \right] + \frac{2}{\beta} \frac{\alpha m \tau_c^b - \sigma_{0F} d^{1/2}}{k_F}$$

soit une relation de la forme : $T_c = \lambda + \mu d^{1/2}$ (II-7), avec

$$\lambda = \frac{1}{\beta} \text{Ln} \left[\frac{C (\alpha m)^2 m^* G b B}{(1 - \nu) k_F^2} \right] ; \quad \mu = \frac{2 (\alpha m \tau_c^b - \sigma_{0F})}{\beta k_F}$$

La relation (II-7) met clairement en évidence les paramètres structuraux qui influencent la température T_c d'un polycristal de structure hexagonale compacte et, par conséquent, l'aptitude au pliage du zinc. Ce sont :

- la taille du grain d
- l'orientation préférentielle par l'intermédiaire des facteurs de Schmitt m , de Sachs m^* et de la scission critique pour le glissement basal τ_c^b
- les caractéristiques de résistance mécanique et de ductilité du matériau considéré, par l'intermédiaire des deux paramètres qui définissent le seuil de rupture : σ_{0F} et k_F
- le glissement à l'intérieur des grains : σ_{0y}
- le mécanisme accommodateur aux joints de grains : B et β .

ANNEXE III - METHODES DE DETERMINATION DE L'APPARITION DE LA STRICTION

La striction localisée est moins visible sur les emboutis en déformation biaxiale, alors qu'elle est très importante pour l'essai de traction. Les principales méthodes de détermination (Veerman, 1971/72 ; Hecker, 1972 ; Kobayashi, 1972 et leurs variantes) ne sont pas véritablement rigoureuses. Mais elles permettent, en première approximation, de déterminer l'apparition de la striction localisée. Toutefois, ces différentes méthodes donnent la même courbe limite. Seules les conditions pratiques conduisent à choisir l'une plutôt que l'autre.

Pour la présente étude, nous avons, pour des raisons pratiques (utilisation des mêmes éprouvettes pour la rupture et la striction), choisi la méthode de Bragard (1972) qui est une variante de la méthode Veerman.

1 - Méthode Veerman

Les déformations à l'apparition de la striction sont déterminées, à partir des déformations à rupture, par la méthode graphique. L'idée de Veerman est la suivante : en considérant trois cercles adjacents V_l , W et V_r (figure A3-1) et en suivant les allongements e de ces trois cercles au cours de l'opération d'emboutissage, on obtient pour l'allongement principal e_1 les courbes indiquées sur la figure [A3-2]. Avant la striction, le gradient de déformation est très faible et la déformation que l'on mesure au centre du cercle W correspond à la déformation moyenne du cercle W .

$$e_{1v} = (e_{1vl} + e_{1vr}) / 2$$

Cette méthode conduit à des gradients de déformation très faibles. Veerman utilise pour ses essais des éprouvettes de largeurs différentes de celles de Nakazima embouties sur un poinçon hémisphérique à l'aide d'un lubrifiant particulièrement efficace (caoutchouc vulcanisé).

L'absence de gradient de déformation est vérifiée de la façon suivante :

soit le graphique $e_{1w} = f(e_{1v})$ (figure A3-1) avec :

e_{1w} l'allongement principal maximal avant rupture du cercle w et e_{1v} la moyenne des allongements principaux maximaux des cercles v_l et v_r

si l'angle β de la figure [A3-3] est supérieur à 45° , cela signifie que le gradient de déformation obtenu est différent de zéro au voisinage de la zone ayant conduit à rupture. Il faut alors recommencer l'expérience en modifiant les conditions opératoires ou la lubrification.

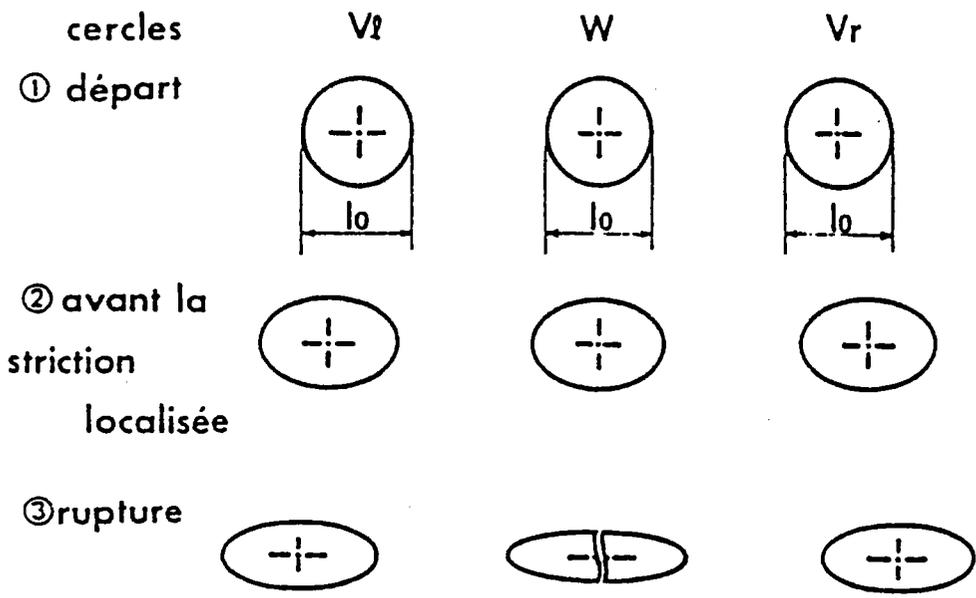


Figure [A3-1] : Notations utilisées par Veerman.

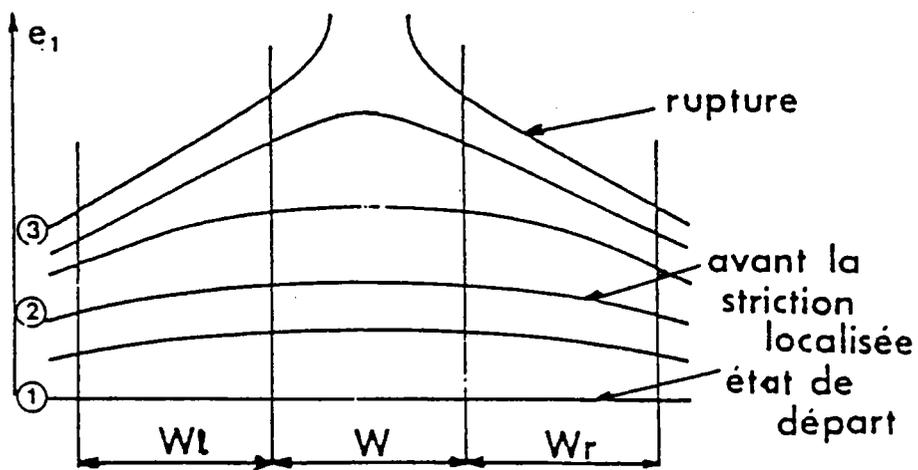


Fig. [A3-2] : Gradient de déformation observé au voisinage de la rupture.

si l'angle β est très voisin de 45° , cela signifie que le gradient de déformation est très faible (pratiquement nul). Dans ce cas, on peut déterminer facilement la valeur e_1 à l'apparition de la striction localisée (valeur appelée e_{1n}).

La déformation e_{2n} est obtenue en faisant la moyenne e_{2v} pour les différentes éprouvettes rompues. Le couple (e_{2n}, e_{1n}) constitue un point de la courbe limite au début de la striction.

Rappelons que, pour pouvoir tracer toute la courbe limite d'emboutissage, Nakazima et al. (1968) ont proposé de déformer des éprouvettes rectangulaires de largeurs variables sur un poinçon hémisphérique. Ces éprouvettes sont recouvertes de grilles dont le motif est formé de préférence de cercles adjacents ou entrelacés de diamètre 2 mm.

2 - Méthode de Bragard

Il s'agit d'une variante de la méthode de Veerman. Elle a été proposée par Bragard et al. (1972). Les déformations sont déterminées expérimentalement de part et d'autre de la rupture. La courbe limite de formage à rupture se détermine à partir d'emboutis rompus.

Cette méthode consiste à déterminer par un calcul de régression parabolique, la déformation maximale correspond à l'apparition de la striction localisée.

Bragard s'est aperçu que la déformation ε_1 au début de la striction obtenue par la méthode Veerman présente sensiblement la même valeur que celle obtenue en extrapolant la courbe de répartition des déformations relevées sur un embouti rompu (figure A3-4).

La déformation ε_2 début de la striction localisée est obtenue :

soit de même manière que ε_1

soit en faisant la moyenne des ε_2 des deux éléments de la trame symétrique par rapport à la ligne de la rupture (Vincent, 1980). Cette méthode est plus pratique d'emploi que la méthode de Veerman et lui est en général préférée, surtout si l'on peut se contenter de l'interpolation pour calculer la déformation à striction.

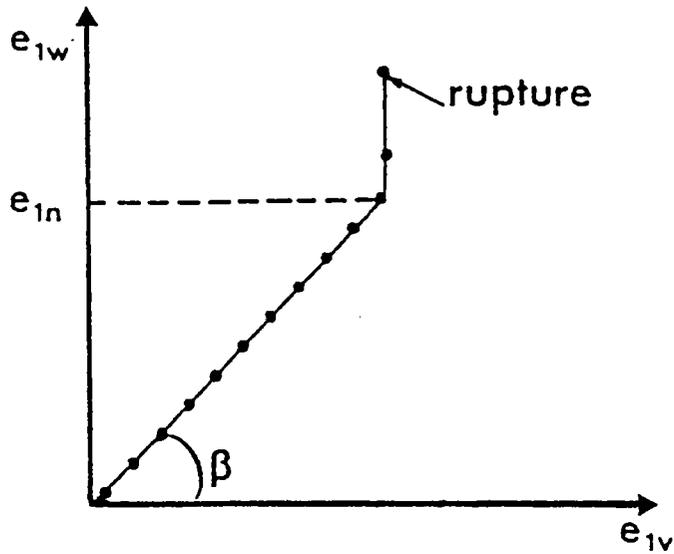


Fig. [A3-3] : Détermination du gradient de la déformation (si $\beta = 45^\circ$, le gradient est très faible).

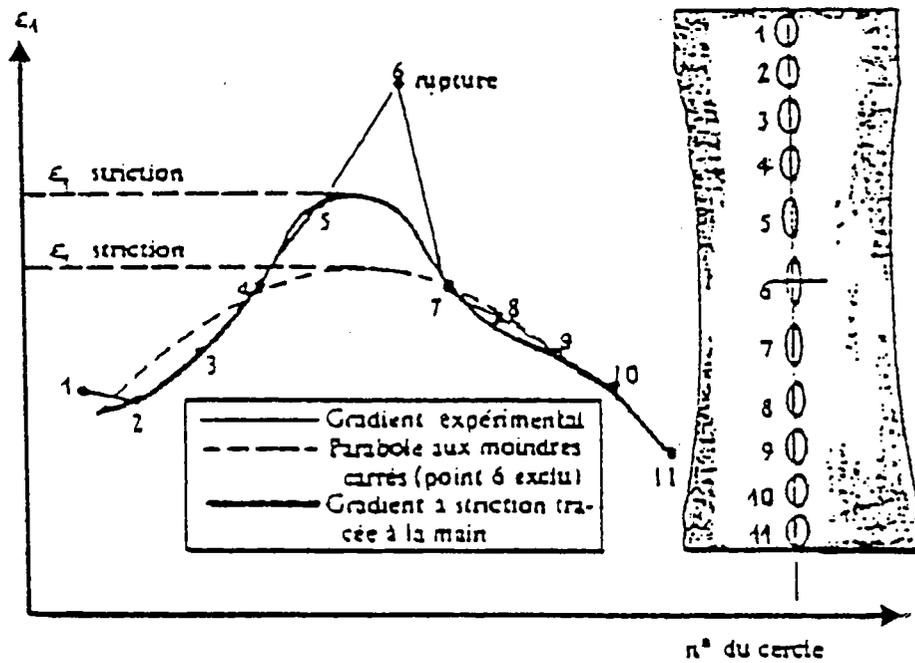


Fig. [A3-4] : Méthode d'interpolation pour calculer la déformation à striction, d'après Bragard.

REFERENCES : ANNEXES I, II et III

- ARMSTRONG R.W., CODD I., DOUTHWAITE R.M., PETCH N.J., (1962) Phil. Mag. 7, 42.
- ARMSTRONG R.W. (1967) Acta. Met., 15, 667.
- ARMSTRONG R.W. (1968) Acta. Met., 16, 347.
- BRAGARD A., BARET J.C., BONNARENS H. (1972) IDDRG, Amsterdam Doc.DDR WGI/21 / 72.
- BUNGE H. J. (1965) Z. Metallkde 56 p.872.
- BUNGE H. J. (1969) Proc. of Int. Conf. on Texture. Clausthal Zellerfeld.
- BUNGE H.J. et ESLING C. (1982) "Quantitative Texture Analysis" pp. 85-128.
- DECKER B.F., ASP E.T., HARKER D. (1948) J. Appl. Phys., 388-392.
- ESLING C. (1981) Thèse d'état - université de Metz.
- ESLING C., BUNGE H., MULLER J. (1987) J. Mét. colloque SFM.
- GOUZOU J., WEGRIA J., HABRAKEN L. (1971) CRM Met. Rap. 27, 55
- GREENWOOD J.W., QUARRELL A.G. (1953-54) J. Inst. Met. 82, 551.
- HALL E.O. (1951) Proc. Phys. Soc. B 64, 747.
- HAUSER F.E., LANDON P.R., DORN J.E. (1956) J. Met. 8, 589.
- HECKER S.S. (1972) "A simple forming limit curve technique and results on aluminium alloys." IDDRG meeting Amsterdam p. 5-1 et 5-8
- HUMBERT M., LARUELLE C., HEIZMANN J.J. (1984) Mém. Et. Sc. Rev. Mét.
- KOBAYASHI T., ISHIGAKI H., ABE T. (1972) "Effect of strain ratios on the deforming limit of steel sheet and its application to actual pross. forming." IDDRG meeting, Amsterdam p. 8-1 à 8-4.
- MATHIES S. (1980) Kristall und Technik, 15 p. 431.
- NAKAZIMA K., KIKUMA T., HASUKA C. (1968) "Study on the formability of steel" Yawata Techn. Rep. n° 264, p. 141.
- PARNIERE P. (1973) Rapport IRSID, 181.

- PETCH N.J. (1953) J. Iron Steel Inst. 173, 25.
- PETCH N.J. et ZEIN F. (1954) Prog. Met. Phys. 5, 17.
- PETCH N.J. (1958) Phil. Mag. 3, 1089.
- RUER D. (1976) "Méthode vectorielle d'analyse de la texture" Thèse d'état université Metz.
- SCHULZ L.G. (1949) J. Appl. Phys., 20, 1020-1023.
- SOIFER J.M., SHTEINBERG I. (1971) Phys. Stat. Sol. a 6, 409.
- SOIFER J.M., SHTEINBERG I. (1972) Phys. Stat. Sol. a 10, k113.
- VADON A. (1981) "Généralisation et optimisation de la méthode vectorielle d'analyse de la texture." Thèse d'état université Metz.
- VEERMAN C.C., HARTMAN L., PEELS J.J., NEVE P.F. (1971) "Determination of appearing and admissible strains in cold reduced sheets." Sheet Met. Indust. pp. 678 - 694.
- VEERMAN C.C. (1972) "Determination and application of the FLC- onset of localized necking" IDDRG meeting Amsterdam p. 19-1 à 19-4.
- VINCENT A. (1980) "Contribution à l'étude de l'aptitude à l'emboutissage du Ti et du Zr. CLF." Mem. CNAM - Paris.
- WEGRIA J., HABRAKEN L. (1970) Rep. CRM met p. 22, 49.
- WEGRIA J., GOUZOU J. (1970) "Microplasticité du zinc pur et faiblement allié à la température ambiante" Rap. CNRM NF 14/70 Zn 86 p.1-13.
- WEGRIA J., FOCT J. (1984) "Aspects structuraux de l'aptitude au pliage d'alliages Zn-Cu-Ti" Mem. Sci. Rev. p. 145-55.
- WEGRIA J. (1985) "Etude de la plasticité des alliages Zn-Cu-Ti : application à l'amélioration de leur aptitude au pliage." Th. Dr. ing. CRM.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- ADDA Y., DUPOUY J. M., PHILIBERT J., QUERE Y. (1979) "éléments de métallurgie physique" t. 5 doc. CEN Saclay n° 23 mars 1979.
- AGNOR T. J., SHANK M.E. (1950) J. Appl. Phys. 21 , 939
- AGRAWAL S.P., SARGET G.A., CONRAD H. (1973) Met. Trans., 4A, 2613
- AKHTAR A. (1973) J. Nucl. Mat. 47, 79
- AKHTAR A. (1976) Script. Met. 10, 365
- ALERS G.A., ARMSTRONG R. W., BECHTOLD J. H. (1958) T. AIME 212, 523
- ALERS G.A., NEIGHBOURS J. R. (1958) Phys. Chem. Sol. 7, 58
- ANDERSON E.A., BOYLE E.S., RAMSEY P.N. (1944) Trans. Aime 156, 278
- ARMSTRONG R.W., CODD I., DOUTHWAITE R.M., PETCH N.J., (1962) Phil. Mag. 7, 42
- ARMSTRONG R.W. (1967) Acta. Met., 15, 667
- ARMSTRONG R.W. (1968) Acta. Met., 16, 347
- ATKINSON M. (1967) Mét. Industrie, 44, p 167
- AUST K.T., HANNEMAN R.E., NIESSAN P., WESTBROOK J.H. (1968) "Solute induced hardening near grain boundaries in zone refined metals" Act. Met., vol. 16, p. 291-301.
- BELL R.L., CAHN R.W. (1957) Proc. Roy. Soc, A239, 494
- BENARD J., MICHEL A., PHILIBERT J., TALBOT J. (1984) Mét. générale 2^e édit. Masson p 189, 191
- BLEUS J., LERUSSE A., WEGRIA J. (1967) Rap. int. CRM, NF 3 / 67-Zn 22
- BLICKWEDE D.J. (1970) "New knowledge about sheet steel" ASM éd. Metals Park (Ohio)
- BOCEK M., HOTZSCH L., (1964) Phy. Stat. Sol. 6, 777
- BOUHELIER C., DEGAS G. et MARTIN R. (1974) "le pliage en U des tôles minces" Mém. techn. CETIM n° 20.
- BRAGARD A., BARET J.C., BONNARENS H., "A simplified technique to determine the FLD at the onset of necking" IDDRG, Amsterdam Doc.DDR WGI/21 / 72
- BUNGE H. J. (1965) Z. Metallkde 56 p. 872
- BUNGE H. J. (1969) Proc. of Int. Conf. on Texture. Clausthal Zellerfeld

- BUNGE H. J. (1970) Kristall U. Technik, 145
- BUNGE H.J. et Esling (1982) "Quantitative Texture Analysis" pp. 85-128 S.F.M.
- BUNGE H.J., WAGNER F., WELCH P., VAN HOUTTE P. (1985) J. Phys. Lett. 46 L1109
- BURDEN M.H., HUNT J.D. (1974) J. Crys. Growth 22, 99
- BURDEN M.H., HUNT J.D. (1974) Met. Trans. 6A, 240
- CARRE C. (1984) "Application du modèle de Taylor et du critère de Hill au calcul des CLF de tôles minces anis. de Zr et Zy". Th., Dr. ing. 3^e cycle UPS ORSAY
- CHALMERS B. (1963) Métallurgie générale, édit. Dunod
- CHERNOCK W. P. et BECK P.A. (1952) J. Appl. Phys. , 23, 341
- CHERNOCK W. P. (1955) J. Appl. (1970) 41, 3944
- CHILTON A.C., WRONSKI A. (1969) J. Less common metals 15, p.59 -73
- CHIN G.Y. (1969) Texturen in Forschung und Praxis, p 505
- CHIN G.Y., HOSFORD W.F., MENDORF D.R. (1969) Proc. Roy. Soc. A309 p 433
- CHIN G.Y., MAMMEL W.L. (1970) "Compétition among, prism and pyramidal slip modes in HCP metals" Met. Trans. Vol. n° 1 357-361
- CLAREBOURGH L. M., HARGREAVES M. E. (1959) Progr. Met. Phys. 8, 1
- CONRAD H. (1981) "Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium". Prog. in Mat-Sc. 26 n° 2-4 p 199
- COSSE P., D'HAeyer R., COUTSOURADS D., HABRAKEN L. (1977) ILZRO Report NF 6177 Zn 156
- COTTRELL A.H. (1953) "Dislocation and plastic flow in crystals" Oxford Press
- COTTRELL A.H. (1958) Trans. AIME 212, 192
- COULOMB P. (1978) "les textures dans les métaux de réseau cubique" Dunod
- COUTERNE J.C. et CIZERON G. (1971) J. Appl. cryst., 4, 461
- CRUSSARD C., POMEY G., LAJEUNESSE D., Melle ANGELLI (1961) "Influence de l'anisotropie des tôles sur la déformation plastique en sollicitation uni et biaxiales". Mem. Sc. R. Mét. 58 n°3 pp 183-202
- DAMIANO V. V., HANAFEE J. E., LONDON G. J., INOUE N. (1969) Trans. AIME 249, 637
- DIEHL J. (1956) Z. Metallkde 47, 331

- DILLAMORE J.L., ROBERTS W.T. (1964) Act. Met., 12, p 281
- DILLAMORE I.L., ROBERTS W.T. (1965) "Preferred orientation in wrought and annealed metals" Met. Rev. Vol. 10 n° 39.
- DECKER B.F., ASP E.T., HARKER D. (1948) J. Appl. Phys., 388-392.
- DERVIN P. (1978) Th. Dr. ing. UPS ORSAY
- DORLOT J.M., BAILON J.P. et MASOUNAVE J. (1986) "Des matériaux" 2^e éd. de l'école polytechnique de Montréal.
- EPPELSHEIMER D.S., GOULD D.S. (1956) J. Inst. Metals pp 85 - 158
- ESLING C. (1981) Thèse d'état Université de Metz
- ESLING C., BUNGE H., MULLER J. (1987) J. Mét. Colloque SFM
- EVANS K.R. (1968) Trans. AIME 242, p.648.
- FARENHORST W., SCHMID E. (1930) Z. Phys. pp 64 - 845
- FLEMINGS M. (1974) Solidification processing, Mc Graw-Hill
- FREDRIKSON H., HILLERT M. (1972) Met. Trans. 3 A, 565
- GEBHARDT E. (1941) Z. Metallkunde 33, 355
- GELFAND I.M., MINLOS R.A., SHAPIRO Y.A. (1963) "Representations of the rotations and Lorentz groups and their applications" Pergamon Press Oxford/London.
- GIL SEVILLANO J., VAN HOUTTE P., AERNOUDT E. (1980) Progress in Mat. Sc 25, 69
- GILMAN J.J. (1956a) J. Met. 8, 1326
- GILMAN J.J. (1956b) Trans. AIME 206, 1326
- GOGWIN G. M. (1968) Met. Ital. 8, 767
- GOUZOU J. (1966) "Problèmes fondamentaux de la déformation et de la rupture de l'acier." Plub. CRM, Liège.
- GOUZOU J. (1969) "Le problème de la déformation plastique en traction monoaxée dans l'acier doux." Plub. CRM Liège.
- GOUZOU J., WEGRIA J., HABRAKEN L. (1971) CRM Met. Rap. 27, 55
- GREENWOOD J.W., QUARRELL A.G. (1953-54) J. Inst. Met. 82, 551
- GROVES G.W., KELLY A. (1963) Phil. Mag. Vol. 8 877 - 887
- GRUMBACH M., POMEY G. (1965) Mém. Sci. Rev. Mét., 62, 343

- GRUMBACH M. (1976) "Propriétés d'emploi des aciers : l'essai de traction"
Collection IRSID - OTUA
- GUILLAUME M.J., GONCALVES J.J., BEAUVAIS C., HOCHEID B. (1981) Mem.
Sc. Rev. Met. 78 n° 9 491 - 499
- HALL E.O. (1951) Proc. Phys. Soc. B 64, 747
- HAUSSER F. E., LANDON P. R., DORN J. E. (1956) J. Met. 8, 589
- HECKER S.S. (1972) "A simple forming limit curve technique and results on
aluminium alloys." IDDRG meeting Amsterdam p. 5-1 et 5-8
- HEINE W. et ZWICKER U. (1962) Z. Metallkde 53, 386
- HEUBNER U., PELZEL . (1975) Metall 23, 782
- HORTON C.A.P., BEEVERS C.J. (1968) Acta. Metal 16, 169
- HUMBERT M., LARUELLE C., HEIZMANN J.J. (1984) Mém. et Et. Sc. Rev. Mét.
- JALINIER J.M. (1981) "Mise en forme et endommagement." Th. Dr. Ing. Metz
- JAOUL B. (1976) "Etude de la plasticité et application aux métaux" Dunod
- KEELER S. P. (1965) Sheet Metal Ind. 42, 623
- KEELER S. P. (1968) Sheet Metal Ind. 42, 6è3
- KEEMOLA H.J. et NIEMINEN (1974) Met. Trans 1863
- KOBAYASHI T., ISHIGAKI H., ABE T. (1972) "Effect of strain ratios on the deforming
limit of steel sheet and its application to actual pross. forming."
IDDRG meeting, Amsterdam p. 8-1 à 8-4
- KOCHENDORFER A. (1941) Plastische Eigenschaften von Kristallen Berlin
- KOCKS U.F., WEST LAKE D.G; (1967) Trans. Aime 239, 1107
- LANKFORD W.T., SNYDER S.C. et BAUSCHER J.A. (1950) Trans. ASM 42 1197
- LHUIRE E. (1984) "Contribution à l'étude de la ductilité des fils de Tungstène
fritté" thèse INPL-NANCY.
- MÄDE W., KREISSIG R., BENSCH V. (1968) Wissenschaftliche Zeitschrift der
Technischen Hochschule otto von Guericke, Magdeburg p. 557
- MAHAJAN S., WILLIAMS D.F. (1973) "Deformation twinning in metals and
alloys" Met. Rev. 18 n° 173 p. 43-61
- MARCINNAK Z. (1979) Inst. J. Mech. Sci. 21, 609
- MARTIN R. (1976) "Formage à la presse" éd. techn. de l'ingénieur M 700-1.
- MATHIES S. (1980) Kristall und Technik, 15 p. 431

- MINONISHI Y., ISHIOKA S., KOIWA M., MOROZUMI S. (1982) Phys. Stat. Sol. 71, 253
- MOREAU J. M., NISZCZOTA A. (1989) Rap. interne Vieille Montagne
- NAKAZIMA K., KIKUMA T., HASUKA C., (1968) "Study on the formability of steel" Yawata Techn. Rep. n° 264, p. 141
- NEUMIER L.A., RISBECK J.S. (1970) S.S. Bureau Mines, Rolla, Inst. Rep. Invest 7363
- PARNIERE P. (1973) Rapport IRSID, 181.
- PARNIERE P., SANZ G. (1975) "Appréciation des caractéristiques d'emboutissabilité des tôles minces, mise en forme des métaux et alliages." Ed. C.N.R.S.
- PARNIERE P. (1978) "Analyse théorique de la formation des textures de déformation. Application." Mem. Sci. Rev. Met. p. 713-31.
- PARTRIDGE P.G. (1967) Int. Met. Rev. 12, 169
- PATON N. E. et BACKOFEN W. A. (1979) Met. Trans. 1, 2839
- PEARSON W.B. (1967) "Handbook of lattice spacing and structure of metals" OXFORD Press
- PELZEL E. (1969) Metall 23, 782
- PENELLE R. (1975) "Mise en forme des métaux et alliages" éd. CNRS.
- PETCH N.J. (1953) J. Iron Steel Inst. 173, 25
- PETCH N. J. et ZEIN F. (1954) Prog. Met. Phys. 5, 17
- PETCH N.J. (1958) Phil. Mag. 3, 1089
- PHILIPPE M. J. (1983) Thèse d'état université Metz
- PHILIPPE M.J., ESLING C. "Effet de l'anisotropie de texture sur l'aptitude à l'emboutissage." Doc. LM2P Metz
- PHILIPPE M. J., MELLAB F. E., WAGNER F., ESLING C., HOCHÉID B. (1989) J. Phys. Vol. 1 pp. 135, 141
- PHILIPPE M. J. et GALLEDOU Y. (1990) Rap. université Metz- Vieille Montagne
- PICCININ A., WEGRIA J., RACEK R. (1977) "Study of drawable zinc alloys" Rap. CRM 51 1977 p. 23-30.
- POIRIER J.P. (1976) "Plasticité à haute température des solides cristallins" Eyrolle
- POMEY G. (1972) Rapport IRSID RFP 9
- PRICE P.B; (1960) Phil. Mag. 5, 873
- PRICE P.B. (1961) Phil. Mag. 6, 449

- PUCH K.H., WEIRICH H., BUNGE H.J., HUMBERT M., ESLING C., HEIZMANN J.J. (1982) "Neue Texturmessmethoden mit computergesteuerten Texturgoniometern" D.G.M. juin 82.
- RACEK R., WEGRIA J., PICCININ A. (1977) Rap. Int. CRM 2-17/77 Zn 152 - 166
- REGNIER P. et DUPOY (1970) Phys. Stat. Sol. 39, 79
- RENNHACK E.H., CONARD G.P. (1966) Trans. Aime 236 - 941.
- RISEBROUGH N.R., TEGHTSOONIAN E. (1967) Can. J. Phys. 45, 591.
- ROE .R.J. (1965) J. Appl. Phys. 36, p. 2024.
- RUER D. (1976) "Méthode vectorielle d'analyse de la texture" thèse d'état université Metz.
- SAILLARD M., DEVELEY G., BECLE C, MOREAU J. M., PACCARD D. (1981) Acta. Cryst.. B 37, 224
- SASTRY D.H.; PRASAD Y., VASU K.I. (1970) Met. Trans. 1, 1827.
- SEEGER A., MADERS S., KRON MULLER H. (1963) "Electron microscopy and strength of crystals, intersciences S.F.M. (Commission d'emboutissage) (1974) IDDRG meeting, Göteborg Paper DDR/WG 111 / 28D / 74.
- SIENER P. (1972) Thèse CNAM, Metz.
- STEEDS J. W., HAZZLEDINE P. M. (1964) Disc. Far. Soc. 38, 103
- STEEDS J. W. (1966) Proc. Roy. Soc. A 292, 343
- SOIFER J. M., SHTEINBERG I. (1971) Phys. Stat. Sol. a6, 409
- SOIFER J. M., SHTEINBERG I. (1972) Phys. Stat. Sol. a10, K 13
- STOHR J. F. et POIRIER J. P. (1972) Phil. Mag. 25, 1313
- STROH A.N. (1951) Adv. Phys. 6, 418.
- SCHULZ L.G. (1949) J. Appl. Phys., 20, 1020-1023
- TAYLOR G.I. (1938) J. Inst. Met. 62, 307
- THORNBURG D.R., PIEHLER H.R. (1957) Met. Trans. 6 A, PP 1511- 1523
- VADON A. (1981) "Généralisation et optimisation de la méthode vectorielle d'analyse de la texture." Thèse d'état université Metz.
- VEERMAN C.C. (1972) "Determination and application of the FLC- onset of localized necking" IDDRG meeting Amsterdam p. 19-1 à 19-4

- VEERMAN C.C., HARTMAN L., PEELS J.J., NEVE P.F. (1971) "Dertermination of appearing and admissible strains in cold reduced sheets." Sheet Met. Indust. pp. 678 - 694
- VIATOUR P., LEHNERT R., WEGRIA J. (1973) Rep. NF 6 - 73 - Zn 127
- VIETH R.W., WHITELEY R.L. (1967) "Anisotropie and tensile test properties and their relation to sheet metal forming." IDDRG, Londres
- VIGLIN A. S., KUDRYAVTSEV I. P. (1959) F12 Tverd Tela, 1, 256
- VINCENT A. (1980) "Contribution à l'étude de l'aptitude à l'emboutissage du Ti et du Zr. CLF." Mem. CNAM - Paris
- VOCE E. (1948) J. Inst. Met. 74, 537
- VON MISES R. (1928) Z. Angew. Math. Mech 8, 161
- WATANABE T., SUZIKI M., KARASHIBA S. (1979) "Proc. of the fifth int. conf. on the strenght of metals and alloys." Pergammon Press, p. 44
- WEGRIA J., HABRAKEN L. (1970) Rep. CRM met p. 22, 49
- WEGRIA J., GOUZOU J. (1970) "Microplasticité du zinc pur et faiblement allié à la température ambiante" Rap. CNRM NF 14/70 Zn 86 p.1-13.
- WEGRIA J., FOCT J. (1984) "Aspects structuraux de l'aptitude au pliage d'alliages Zn-Cu-Ti" Mem. Sci. Rev. p. 145-55.
- WEGRIA J. (1985) "Etude de la plasticité des alliages Zn-Cu-Ti : application à l'amélioration de leur aptitude au pliage." Th. Dr. ing. CRM
- YOO M.H. (1981) "Slip, twinning and fracture in hexagonal close packed metals." Met. Trans. Vol. 12 A p. 409 - 418
- YOSHIDA K., ABE K., MIYAUCHI K., NAKAGAWA T. (1968) Met. Ital. 8
- ZENER C., HOLLOMON J.H. (1944) J. Appl. phys., 15 (11), 22.
- ZURICH (réunion de groupes de travail) (1973) - IDDRG Zurich.