50376

1984 289

50376 1984 289

# THÈSE

#### présentée à

L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

pour obtenir le grade

#### DOCTEUR ES SCIENCES PHYSIQUES

par

Jean WEGRIA



### ETUDE DE LA PLASTICITE DES ALLIAGES ZINC CUIVRE TITANE APPLICATION A L'AMELIORATION DE LEUR APTITUDE AU PLIAGE



Soutenue le 11 octobre 1984 devant la Commission d'Examen

Membres du Jury :

MM. B. ESCAIG B. BAUDELET N. DREULLE J. FOCT B. RALPH A. HANNICK T. GREDAY Président Rapporteur Rapporteur Rapporteur Examinateur Examinateur UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

#### DOYENS HONORAIRES DE L'ANGIENNE FÀCULTE DES SCIENCES

#### MM. R. DEFRETIN, H. LEFEBVRE, M. PARREAU.

#### PROFESSEURS HONORAIRES DES ANCIENNES FACULTES DE DROIT ET SCIENCES ECONOMIQUES, DES SCIENCES ET DES LETTRES

MM. ARNOULT, Mme BEAUJEU, BONTE, BROCHARD, CHAPPELON, CHAUDRON, CORDONNIER, CORSIN, DECUYPER, DEHEUVELS, DEHORS, DION, FAUVEL, FLEURY, P. GERMAIN, GLACET, GONTIER, HEIM DE BALSAC, HOCQUETTE, KAMPE DE FERIET, KOURGANOFF, LAMOTTE, LASSERRE, LELONG, Mme LELONG, LHOMME, LIEBAERT, MARTINOT-LAGARDE, MAZET, MICHEL, PEREZ, ROIG, ROSEAU, ROUELLE, SAVARD, SCHILTZ, WATERLOT, WIEMAN, ZAMANSKI.

#### PROFESSEUR EMERITE

M. A. LEBRUN.

ANCIENS PRESIDENTS DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

MM. R. DEFRETIN, M. PARREAU, J. LOMBARD, M. MIGEON.

#### PRESIDENT DE L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE LILLE

M. J. CORTOIS.

#### PROFESSEURS - CLASSE EXCEPTIONNELLE

M. CONSTANT Eugène
M. FOURET René
M. GABILLARD Robert
M. MONTREUIL Jean
M. PARREAU Michei
M. TRIDOT Gabriei
M. VIVIER Emile
M. WERTHEIMER Raymond

Electronique Physique du Solide Electronique Blochimie Analyse Chimie appliquée Blologie cellulaire Physique atomique et moléculaire

.../...

#### PROFESSEURS - 1ère CLASSE

M. BACCHUS Pierre
M. BEAUFILS Jean Pierre
M. BIAYS Pierre
M. BILLARD Jean
M. BOILLY Bénoni

Astronomie Chimie physique Géographie Physique du solide Biologie Μ. BRIDOUX Michel ' Μ. BRUYELLE Pierre M. CAPURON Alfred M. CARREZ Christian Μ. CHAPOTON Alain М. COQUERY Jean-Marie Mme CORSIN Paule М. CORTOIS Jean м. COUTURIER Daniel CRAMPON Norbert м. М. **CROSNIER Yves** MILE DACHARRY Monique М. DAUCHET Max . Μ. DEBRABANT Pierre DEGAUQUE Pierre м. Μ. DELORME Pierre Μ. DE MASSON D'AUTUME Antoine Μ. DEMUNTER Paul М. DENEL JACOUES Μ. DE PARIS Jean-Claude Μ. DEPREZ GIIbert DERIEUX Jean-Claude Μ. MILE DESSAUX Odile Μ. DEVRAINNE Pierre Μ. DHAINAUT André Mme DHAINAUT Nicole М. DORMARD Serge м. DOUKHAN Jean-Claude м. DUBOIS Henri Μ. DUBRULLE Alain DUBUS Jean-Paul М. DUPONT Christophe Μ. Mme EVRARD Micheline FONTAINE Hubert м. FOUQUART Yves М. Μ. FOURNET Bernard М. FRONTIER Serge Μ. GAMBLIN André Μ. GLORIEUX Pierre Μ. GOBLOT Rémi Μ. GOSSELIN Gabriel м. GOUDMAND Pierre GREMY Jean-Paul м. GREVET Patrick м. Μ. GUILBAULT Pierre Μ. HENRY Jean-Pierre Μ. HERMAN Maurice HOUDART René М. Μ. JACOB Gérard JACOB Pierre Μ. м. JACQUILLAT Bertrand Μ. JEAN Raymond JOFFRE Patrick Μ. Μ. JOURNEL Gérard Μ. KREMBEL Jean LANGRAND Claude Μ.

Chimie physique Géographie Biologie animale Informatique Electronique Psychophysiologie Paléontologie Physique nucléaire et corpusculaire Chimie organique Hydrogéologie et environnement Electronique Géographie Informatique Géologie appliquée Electronique Physiologie animale Sciences économiques Sociologie Informatique Analyse Physique du sollde et cristallographie Microblologie Spectroscopie de la réactivité chimique Chimie minérale Biologie animale. Biologie animale Sciences économiques Physique du sollde Spectroscople hertzlenne Spectroscople hertzlenne Spectrométrie des solides Vie de la firme (I.P.A.) Chimie appliquée Dynamique des cristaux Optique atmosphérique Biochimie structurale Ecologie numérique Géographie urbaine, industrielle et démographie Physique moléculaire et rayonnements atmosphé-Algèbre riques Sociologie Chimie Physique Sociologie Sciences économiques Physiologie animale Génie mécanique Physique spatiale Physique atomique et moléculaire Informatique Probabilités et statistiques Gestion Biologie des populations végétales Vie de la firme (I.P.A.) Spectroscopie hertzienne Biochimle Probabilités et statistiques

. . ./ . . .

Mme LECLERCQ Ginette M. LEFEVRE Christian MILE LEGRAND Denise MILE LEGRAND Solange Mme LEHMANN Joslane LEMAIRE Jean Μ. М. LE MAROIS Henri Μ. LEROY Jean Marie LEROY Yves Μ. Μ. LESENNE Jacques М. LHENAFF René Μ. LOCQUENEUX Robert М. LOSFELD Joseph Μ. LOUAGE Francis M. MACKE Bruno Μ. MAHIEU Jean-Marie Μ. MAIZIERES Christian М. MESMACQUE Gérard MESSELYN Jean Μ. Μ. MESSERLIN Patrick MIGNOT Fulbert Μ. MONTEL Marc Μ. Μ. MONTUELLE Bernard Mme MOUNIER Yvonne Mme N'GUYEN VAN CHI Régine м. NICOLE Jacques NOTELET Francis М. Μ. PARSY Fernand PASZKOWSKI Stéphan м. MILE PAUPARDIN Colette PECQUE Marcel Μ. М. PERROT Pierre М. PERTUZON Emile M. PETIT Francis M. PONSOLLE Louis м. PORCHET Maurice POVY Lucien Μ. RACZY Ladislas М. Μ. RAOULT Jean-François м. RICHARD Alain Μ. RIETSCH François М. ROGALSKI Marc Μ. ROY Jean-Claude SCHAMPS Joël Μ. Mme SCHWARZBACH Yvette SIMON Michel М. Μ. SLIWA Henri SOMME Jean Μ. Mile SPIK Genevlève STERBOUL François Μ. Μ. TAILLIEZ Roger THERY Pierre м. Μ. TOULOTTE Jean-Marc TURREL Georges Μ. Μ. VANDORPE Bernard Μ. VAST Pierre М. VERBERT André Μ. VERNET Philippe Μ. VILETTE Michel

Catalyse Pétrologie Algèbre Algèbre Analyse Spectroscople hertzlenne Vie de la firme (I.P.A.) Chimie appliquée Electronique, électrotechnique, automatique Electrotechnique Géographie Physique théorique Informatique Electronique Physique moléculaire et rayonnements atmosphé-Physique atomique et moléculaire riques Automatique Génie mécanique Physique atomique et moléculaire Sciences économiques Analyse numérique Physique du solide Biologie et biochimie appliquées Physiologie des structures contractiles Géographle Chimie analytique Electronique, électrotechnique, automatique Mécanlque Analyse numérique Biologie physiologie végétales Chimie organique Chimie appliquée Physiologie animale Chimie organique, minérale et analytique Chimie physique Biologie animale Automatique Electronique Géologie structurale Biologie animale Physique des polymères Analyse Psychophysiologie Spectroscople moléculaire Géométrie Sociologie Chimie organique Géographie Biochimie Informatique Génie allmentaire Electronique, électrotechnique, automatique Automatique Spectrochimie infrarouge et Raman Chimie minérale Chimle inorganique Biochimie Génétique Résistance des matériaux

.../...

M. BOUGHON Pierrè M. BOURIQUET Robert M. BREZINSKI Claude M. CELET Paul M. CHAMLEY Hervé M. COEURE Gérard Μ. CORDONNIER Vincent М. DEBOURSE Jean-Pierre Μ. DYMENT Arthur M. ESCAIG Bertrand M. FAURE Robert м. FOCT Jacques M. GRANELLE Jean-Jacques M. GRUSON Laurent M. GUILLAUME Jean M. HECTOR Joseph М. LABLACHE COMBIER Alain M. LACOSTE Louis M. LAVEINE Jean-Pierre М. LEHMANN Daniel Mme LENOBLE Jacqueline M. LHOMME Jean м. LOMBARD Jacques M. LOUCHEUX Claude M. LUCQUIN Michel М. MAILLET Pierre M. PAQUET Jacques м. POUZET Pierre M. PROUVOST Jean М. ROUSSEAU Jean-Paul M. SALMER Georges SEGUIER Guy М. м. STANKIEWICZ François + М. TILLIEU Jacques M. VIDAL Pierre Μ. ZEYTOUNIAN Radyadour

Algèbre Biologie végétale Analyse numérique Géologie générale Géotechnlque Analyse Informatique Gestion des entreprises Mécanique Physique du solide Mécanique Métallurgie Sciences économiques Algèbre Microbiologle Géométrie Chimie organique Biologie végétale Paléontologie Géométrie Physique atomique et moléculaire Chimie organique blologique Sociologie Chimie physique Chimie physique Sciences économiques Géologie générale Analyse numérique Minéralogie Physiologie animale Electronlque Electrotechnique Sciences économiques Physique théorique . Automatique Mécanique

#### PROFESSEURS - 2ème classe

M. AL FAKIR Sabah M. ALLAMANDO Etienne M. ANCIAN Bernard M. ANTOINE Philippe Μ. BART André Mme BATTIAU Yvonne M. BEGUIN Paul M. BELLET Jean M. BERZIN Robert M. BKOUCHE Rudolphe M. BODARD Marcel M. BOIVIN Jean-Claude M. BONNELLE Jean-Pierre м. BOSCQ Denis Μ. BOUQUELET Stéphane BRASSELET Jean-Paul Μ. 

Algèbre Electronique et électrotechnique Spectrochimie Analyse Biologie animale Géographie Mécanique Physique atomique et moléculaire Analyse Algèbre Biologie végétale Chimie minérale Catalyse Probabilités Biochimie structurale Géométrie et topologie

.../...

M. WALLART Francis

- M. WARTEL Michel
- M. WATERLOT Michel
- M. WERNER Georges
- M. WOSNIAK Michel
- Mme ZINN Justin Nicole

Spectrochimie infrarouge et Raman Chimie inorganique Géologie générale Informatique fondamentale appliquée Hydrométallurgie Algèbre

#### R E M E R C I E M E N T S

1

Cette recherche a été effectuée dans les laboratoires de la S.A. Vieille-Montagne. Qu'il me soit permis d'exprimer ma gratitude à la Direction de la Société et plus particulièrement à Monsieur G. RIES, Directeur de la Section Belge, qui m'a permis d'entreprendre ce travail et à Monsieur N. MASSON, Directeur du Développement, dont l'appui et les encouragements m'ont permis de mener à bonne fin ce travail.

Cette étude a été réalisée sous la direction de Monsieur le Professeur J. FOCT de l'Université de Lille, à qui je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements. Ses conseils judicieux et le temps qu'il m'a consacré ont permis d'orienter favorablement mes travaux.

Ma gratitude va également à Monsieur A. HANNICK, Directeur-Conseil à la Direction du Développement qui, après avoir suscité la recherche, m'a constamment prodigué ses conseils et fait partager ses connaissances et son expérience.

Que Monsieur le Professeur B. ESCAIG de l'Université de Lille, qui a bien voulu s'intéresser à cette étude et m'a fait l'honneur d'accepter la présidence du Jury, trouve ici l'expression de ma profonde et respectueuse gratitude. Je remercie très sincèrement Monsieur le Professeur B. BAUDELET de l'Université de Grenoble, Monsieur Dr. N. DREULLE ancien Directeur des Contrôles, Recherches et Développements d'Asturienne France, Monsieur Dr T. GREDAY, chargé de cours à l'Université de Liège, Monsieur A. HANNICK Directeur-Conseil à la Vieille-Montagne et Monsieur le Professeur B. RALPH de l'Université de Cardiff qui ont examiné mon travail et m'ont fait le plaisir et l'honneur d'accepter d'être membres du Jury.

Rien dans l'étude que je présente n'est le fruit d'un travail solitaire. Nombreux sont ceux qui ont favorisé l'accomplissement de ce travail par leur collaboration, leurs conseils, leurs encouragements et aussi par l'amitié qu'ils m'ont témoignée. Je les remercie tous, et en particulier : Dr A. PICCININ, Dr R. RACEK, Dr J. LEVASSEUR et Monsieur A. LERUSSE de la Vieille-Montagne ; Dr P. MESSIEN et Monsieur E. DIDERRICH, Chercheurs Principaux et Monsieur D. COUTSOURADIS, Directeur du C.R.M. de Liège, Madame Dr P. et R. DREULLE et Messieurs J.C. VACHER SOKOLOWSKI d'Asturienne France ; Mesdames Dr N. ECOB et Dr V. KOHLER de l'Université de Cambridge (U.K); Dr M. MEEUS et Dr G. CROCQ de Métallurgie Hoboken-Overpelt ; Dr J. PELERIN et Messieurs P. COSSE et J. GOUZOU, anciens ingénieurs au C.R.M.

J'exprime mes très cordiaux remerciements aux techniciens qui ont collaboré à la réalisation de ce travail : Messieurs L. FLECHET, E. ARCHAMBEAU, F. PUTTEMANS, P. VINCHENT et plus particulièrement à Monsieur et Madame A. THIRIET qui, malgré les circonstances, ont assuré la réalisation de l'ensemble des figures.

2

Mademoiselle P. RENSON a apporté son soin habituel à la présentation de ce travail. Je la remercie pour la gentillesse avec laquelle elle a accompli cette tâche.

3

Il m'est agréable de remercier l'I.R.S.I.A. (Institut pour l'encouragement de la Recherche Scientifique dans l'Industrie et l'Agriculture) et le Comité du Zinc (A.F. ; M.H.O. ; V.M.) qui ont subsidié une partie de la recherche.

Enfin, je souhaite également remercier de tout coeur mon épouse et mes enfants pour leurs encouragements et la patience manifestée tout au long de la préparation de cette thèse.

#### INTRODUCTION

L'industrie de la construction est un des domaines d'application du zinc qui y est utilisé pour son excellente résistance à la corrosion par les agents atmosphériques et sa bonne malléabilité, permettant une certaine mise à forme.

Depuis plusieurs années on utilise, dans ce type d'applications, les alliages zinc-cuivre-titane qui présentent l'avantage, par rapport au zinc non allié, d'une résistance au fluage plus élevée, tout en conservant une bonne ductilité, ce qui assure une meilleure stabilité lors des changements de conditions atmosphériques. Lorsqu'il est utilisé pour la couverture, l'alliage doit, en outre, posséder une bonne pliabilité à une température aussi basse que possible.

L'aptitude au pliage des alliages de zinc destinés à la toiture est une caractéristique mécanique très importante, notamment si l'on souhaite utiliser les techniques particulières, le "joint debout" par exemple. Il est bien connu que cette caractéristique dépend fortement de la température d'essai. Les efforts de recherche fournis dans ce domaine concernent, à l'heure actuelle, l'abaissement de la température critique de pliabilité pour promouvoir le développement de certaines applications des feuilles de l'alliage zinc-cuivre-titane destinées à la toiture.

Le problème posé actuellement peut se résumer de la manière suivante. On peut considérer que, à condition de rester attentif au respect de consignes strictes d'élaboration, de coulée et de laminage, l'aptitude au pliage de l'alliage zinc-cuivre-titane est très bonne aux températures supérieures à 15°C. En outre, la constance de qualité apparaît excellente, que ce soit sur la base des résultats des essais de contrôle ou sur la base de l'appréciation plus empirique des ateliers de façonnage. Des études demeurent néanmoins indispensables pour plusieurs raisons. Tout d'abord, il convient de se faire une idée précise des facteurs assurant une bonne pliabilité maillet à un alliage donné, à une température donnée. Bien plus, le poids de paramètres tels que texture, taille de grains, ségrégations, ect. s'il est admis qualitativement, reste à expliciter de manière plus précise. Cette situation pourrait empêcher d'avoir une réaction bien adaptée en cas d'éventuel incident de fabrication. Par ailleurs, la température de 15°C limite l'utilisation des alliages de zinc en interdisant leur emploi dans certaines contrées.

Le but de notre travail est de mettre en évidence les mécanismes gérant l'aptitude au pliage des alliages de zinc en vue de définir les conditions de fabrication assurant une pliabilité très bonne à une température aussi basse que possible.

En pratique, l'aptitude au pliage du zinc et de ses alliages est jugée par un essai pragmatique, certes normalisé par la commission "Essais mécanique" du C.E.P.Z. (Comité Européen des Producteurs de Zinc), qui se prête mal à une étude plus fondamentale de cette caractéristique.

Dans une première phase de l'étude il importe donc, dans le cadre général d'une caractérisation aussi complète que possible d'alliages Zinc-Cuivre-Titane de même composition mais présentant des pliabilités différentes, de dégager une méthode expérimentale permettant une approche moins empirique et plus précise de l'aptitude au pliage du zinc et de ses alliages. Parallèlement, par la discussion critique des résultats des observations structurales, on peut espérer, d'une part, isoler les paramètres structuraux qui régissent l'aptitude au pliage et, d'autre part, comprendre le rôle de ces paramètres dans le cadre des théories de la Métallurgie Physique.

2

La seconde phase de ce travail comprend, en se fondant sur les résultats précédents, l'étude en laboratoire des modifications à apporter au schéma de laminage en vue d'exalter les facteurs influençant favorablement la pliabilité. Enfin, il conviendra de définir l'extrapolation au laminage industriel et de vérifier l'amélioration de la pliabilité.

Ces remarques préliminaires définissent, en fait, le plan de notre travail. Néanmoins, avant l'étude proprement dite de l'aptitude au pliage, nous faisons une synthèse des connaissances actuelles de la déformation des monocristaux et polycristaux des métaux de structure hexagonale compacte ainsi que de la Métallurgie Physique des alliages zinc-cuivretitane.

3

#### I. DEFORMATION DES MONOCRISTAUX DE STRUCTURE HEXAGONALE COMPACTE

#### A. PRELIMINAIRE

Les métaux de structure hexagonale compacte constituent, du point de vue de la déformation plastique, une catégorie très particulière. On observe expérimentalement, dans le cas de ces métaux, une riche variété de modes de déformation : ils peuvent, en effet, macler mécaniquement sur de nombreux systèmes, glisser, suivant des plans de base, prismatiques ou pyramidaux, se déformer par pliage en genoux et même parfois par montée pure de dislocations (Partridge, 1967).

Chaque métal hexagonal glisse sur un système principal facile et sur divers systèmes secondaires plus difficiles. Le problème fondamental est de comprendre la raison pour laquelle, d'une part, un métal "choisit" de glisser sur l'un ou l'autre de ces systèmes et, d'autre part, pourquoi le système principal sera plus facile que les autres.

La prédiction théorique des plans de glissement macroscopique est un problème très ardu, d'ailleurs non encore résolu à l'heure actuelle. En effet, en principe, tous les plans en zone avec la direction du vecteur de Burgers d'un type de dislocation vis parfaite sont des plans de glissement possibles. Mais expérimentalement, on observe que les dislocations de vecteur de Burgers a ne glissent effectivement que sur le plan de base, les plans prismatiques et les plans pyramidaux de première espèce, tandis que les dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{c+a}$  ne cisaillent que les plans pyramidaux de seconde espèce (Regnier, 1969).

Dans tous les cas, les plans sur lesquels le glissement se produit effectivement sont des plans de bas indices cristallogra-Deux théories très différentes ont été proposées pour phiques. expliquer ce fait. Certains pensent que le glissement ne s'observe que sur le plans de bas indices parce que ces plans plus espacés que les autres correspondent à une force de Peierls-Nabarro plus faible. D'autres pensent que ces plans de bas indices sont des plans de faute de basse énergie sur lesquels les dislocations se dissocient. On a souvent suggéré que ces idées maîtresses pouvaient aussi expliquer la facilité relative des modes de déformation observés; en fait, ces suggestions ne sont pas pleinement satisfaisantes. Ni la force de Peierls-Nabarro (Peierls, 1940; Nabarro, 1947) ni les théories de l'anisotropie élastique (Foreman, 1955; Chou, 1962; Eshelby et al, 1953; Roy, 1967; Yoo et Wei, 1967) ni les dissociations sur le plan de base (Rosenbaum, 1964; Tyson, 1967) ne permettent de rendre compte de la facilité relative des divers modes observés. Il semble d'ailleurs peu probable que cette facilité relative des modes observés s'explique de façon aussi simple et générale (Regnier, 1969). En effet, dans le métal, de nombreux obstacles de distribution et de résistance variées s'opposent au déplacement des dislocations et, comme le franchissement de ces obstacles dépend souvent de la géométrie du problème, il est évident que le glissement sur des plans de type différent n'est pas forcément contrôlé par le même mécanisme.

Plus récemment, Regnier et Dupouy (1970) ont avancé une idée plus séduisante : la facilité relative des systèmes basal et prismatique dépendrait de la facilité relative de dissociation des dislocations de type à dans les plans de base et prismatique, donc des relatives des énergies de défaut d'empilement corresvaleurs Cette approche doit être précisée. En effet, il est pondantes. physiquement réaliste de lier la facilité relative du glissement à la facilité de dissociation des dislocations, donc aux énergies de défaut Or, la valeur de l'énergie de défaut d'empilement d'empilement. dépend de la valeur relative de l'énergie libre du cristal dans sa structure normale et dans la structure imposée par le défaut d'empilement.

Puisqu'il s'agit d'éléments métalliques, on est évidemment conduit à comparer les énergies de structure de bande dans la structure du métal et dans celle correspondant à la faute. Les calculs d'énergie de structure de bande sont possibles, quoiqu'un peu incertains, pour les métaux "normaux" où l'on connaît un pseudo-potentiel; ceci est le cas des métaux "normaux" divalents qui sont tous des métaux à glissement basal principal. Le cas des métaux de transition où l'on trouve la plupart des métaux qui glissent sur les plans prismatiques (on notera que le cobalt et le rhénium glissent toutefois sur le plan de base) est beaucoup plus complexe puisque, d'une part, il apparaît que les théoriciens rencontrent des difficultés dans le calcul des pseudopotentiels pour ces métaux et que, d'autre part, la structure de la faute d'empilement sur les plans {1010} n'est pas bien déterminée mais sera, de toute façon, compliquée (Poirier et le Hazif, 1976).

Le problème du glissement pyramidal est encore moins simple; il est probablement lié au problème de la facilité relative de glissement sur (0001) et  $\{10\overline{10}\}$  puisque, comme le fait remarquer Akhtar (1973), les métaux qui glissent sur (0001) préfèrent le plan pyramidal  $\{11\overline{22}\}$  alors que ceux qui glissent sur  $\{10\overline{10}\}$  semblent préférer  $\{10\overline{11}\}$ .

En résumé, on peut dire qu'il n'y a pas de critère à la fois simple et universel permettant de comprendre la préférence des métaux hexagonaux pour tel ou tel système de glissement; la lumière ne pourra venir que de progrès dans les calculs de la structure électronique et de la poursuite des observations en microscopie électronique sur des monocristaux déformés (Poirier et le Hazif, 1976). Dans la suite de cette revue bibliographique, nous ne considérerons que le cas du zinc. Le lecteur intéressé par l'ensemble des métaux de structure hexagonale compacte, consultera avec profit l'analyse de Partridge (1967).

#### B. DEFORMATION DU MONOCRISTAL

Le comportement plastique des métaux hexagonaux est influencé par la valeur du rapport <u>c</u> des axes cristallographiques. Dans le cas du zinc, ce rapport est égal à 1,856 ce qui nous conduit à ne considérer que la cas <u>c</u> > 1,633 (valeur théorique correspondant à un empilement de sphères).

#### B.1. Géométrie de la déformation par glissement des monocristaux

A l'échelle macroscopique, le glissement de nombreuses dislocations suivant une famille de plans déterminée se traduit par un déplacement, les unes par rapport aux autres, de diverses tranches parallèles du cristal. Ce déplacement s'effectue parallèlement à une direction cristallographique bien déterminée, la direction de glissement. Cette direction n'est autre que celle du vecteur de Burgers des dislocations. Le glissement est en général plan : la surface le long de laquelle le cristal est cisaillé est un plan cristallographique simple. Sur la surface des éprouvettes, le glissement se traduit par l'apparition de lignes parallèles, nettes et rectilignes : les lignes de glissement (Diehl, 1956 a et b). Ces lignes constituent la trace de la surface de glissement. Leur nombre et leur hauteur augmentent avec la déformation; elles peuvent être observées sur toute surface non parallèle à la direction de glissement. L'aspect des lignes de glissement dépend de nombreux facteurs : structure cristallographique et orientation du cristal, température et vitesse de déformation, taux de déformation, etc... (Honeycombe, 1961, 1977). Suivant l'orientation de l'axe de traction par rapport au réseau et le taux de déformation, on observe un seul système de lignes de glissement ou plusieurs types de lignes correspondant à des systèmes de glissement différents (alissement multiple).

Lorsqu'une direction de glissement est commune à plusieurs plans de glissement possibles, le glissement peut emprunter successivement ces plans et les lignes de glissement présentent des décrochements : c'est le phénomène de glissement dévié. Il correspond aux dislocations qui changent de plan de glissement en cours de déplacement.

#### B.2. Système de glissement

Le glissement est caractérisé par une direction et un plan. Ces éléments peuvent être déterminés à partir de l'observation des lignes de glissement dans des monocristaux d'orientation connue. La direction de glissement est dense; c'est l'orientation du vecteur de Burgers. La surface de glissement est souvent un plan dense du réseau (dislocations rectilignes ou dissociées dans des plans denses, configurations d'énergie minimale).

D'une manière générale, quatre modes de glissement ont été observés dans les métaux hexagonaux compacts (Partridge, 1967); ce sont (fig. l.1.) :

- le glissement basal (0001) < 1120 >
- le glissement prismatique { 1010} < 1120 >
- le glissement pyramidal de première espèce :  $\{10\overline{1}1\} < 11\overline{2}0\}$
- . le glissement pyramidal de deuxième espèce : {1122} <1123>.

Les trois premiers modes possèdent la même direction de glissement <1120>, direction située dans le plan de base. Seul le glissement pyramidal de deuxième espèce possède une direction de glissement située hors du plan de base. Ce glissement est donc particulièrement intéressant : permettant l'obtention d'une ductilité tridimensionnelle, il est donc le seul satisfaisant aux conditions de Taylor. (Continuité de la déformation : cfr chapitre II). Il existe, en général, un mode de glissement beaucoup plus facile à déclencher que les autres, appelé mode principal. Pour la plupart des métaux hexagonaux, et en particulier pour le zinc, c'est le glissement basal (Fahrenhorst et Schmid, 1930; Bocek et Hotzsch, 1964; Gilman, 1956a).

Les autres modes de déformation, dits secondaires, exigent, pour être activés, des cissions plus importantes. Les types de glissements secondaires observés dépendent du métal considéré. Dans le cas du zinc, on a observé le glissement pyramidal de seconde espèce (Bell et Cahn, 1957; Price 1960, 1961a) et, dans le cas de monocristaux déformés dans des conditions expérimentales bien précises, le glissement prismatique (Gilman, 1956b). Nous résumons brièvement, dans les deux paragraphes suivants, les principales caractéristiques cristallographiques des deux systèmes de glissement les plus importants du zinc.

#### B.2.a. Le glissement basal

Le glissement basal se produit, par déplacement relatif des plans denses (0001) dans les directions  $\langle 1120 \rangle$ . En adoptant les notations de la bipyramide de Berghezan (cfr. Annexe II), le mouvement de la dislocation à se produit par un déplacement des atomes selon A  $\sigma$  puis  $\sigma$  B. C'est le type de glissement que l'on observe généralement lorsqu'on applique une contrainte d'orientation quelconque à un monocristal de zinc.

Price (1963) a utilisé la déformation in situ en microscopie électronique par transmission pour l'étude de ce mode de déformation dans un monocristal de zinc. Il a pu mettre en évidence la création de dislocations principalement aux endroits de concentration de contraintes, ce qui a été confirmé ultérieurement (C'Sell et Champier, 1980). Price a observé que le déplacement des dislocations sur le plan de base se faisait en bandes distinctes aussi longtemps que les sources de dislocations étaient suffisamment éloignées les unes des autres pour qu'il n'y ait pas d'interactions entre dislocations émises par les différentes sources. Par contre, lorsque les sources de dislocations sont proches les unes des autres, les dislocations interagissent entre elles par le truchement du champ de contraintes associé à chacune d'entre elles et se réorganisent en parois, l'ensemble de cette configuration étant mobile. Ce processus, observé également par Berghezan et al. (1961) a reçu le nom de polygonisation par glissement pour le distinguer de la polygonisation habituelle qui fait intervenir la montée des dislocations. Dans certains cas, la polygonisation par glissement entraîne la formation de sous-joints, tandis que les interactions entre dislocations à se déplaçant dans le même plan de glissement peuvent conduire à la formation de réseaux hexagonaux. De tels réseaux sont fréquemment observés (cfr. annexe II); ils résultent des interactions entre deux types de dislocations a par une réaction du type :

 $\frac{1}{3} \begin{bmatrix} 2\overline{1}\overline{1}\overline{0} \end{bmatrix} + \frac{1}{3} \begin{bmatrix} \overline{1}2\overline{1}\overline{0} \end{bmatrix} \longrightarrow \frac{1}{3} \begin{bmatrix} 11\overline{2}\overline{0} \end{bmatrix}$ 

Berghezan et al. (1961) estiment que ces réseaux sont composés de dislocations vis; ils seraient dès lors glissiles dans leur propre plan. D'autres théoriciens pensent que ces réseaux sont plutôt de caractère coin ou mixte (Tyapunina et al., 1975; Eissa, 1977).

Il n'entre pas dans le cadre de ce travail d'analyser in extenso l'ensemble des connaissances acquises lors de l'étude de ce mode de glissement; nous renvoyons le lecteur intéressé à la thèse de Michel (1979). D'une manière générale, l'ensemble des résultats de la littérature sont qualitativement en bon accord. On peut les résumer en disant qu'ils montrent que le glissement basal est un glissement facile qui possède une faible contrainte critique dépendant peu de la température et un faible taux de durcissement variant de matière non monotone avec la température. Les dislocations basales, situées dans le plan de base, sont généralement de caractère coin.

#### B.2.b. Le glissement pyramidal de deuxième espèce

Ce mode de glissement difficile à isoler, n'a en fait été observé que dans un nombre limité de métaux. Pratiquement, aucun mécanisme n'a été proposé, à notre connaissance, pour tenter d'expliquer les caractéristiques de ce système de déformation encore très mal connu. La structure de la dislocation de vecteur de Burgers  $\overline{c+a}$  et le mécanisme de son glissement étant complexes, il nous a paru intéressant de décrire brièvement la représentation que l'on peut se faire du glissement de cette dislocation (Rosenbaum, 1964; Stohr, 1972).

#### B.2.b.1. Dislocations $\vec{c+a}$ et glissement pyramidal de deuxième espèce

L'empilement des plans { 1122 } sur lesquels se produit le glissement pyramidal de deuxième espèce est représenté à la figure l.2. Sur ce schéma, les lettres A et B indiquent les couches de l'empilement des plans de base auxquelles appartiennent les atomes. Le problème posé est celui de la manière dont peut se produire le glissement de la dislocations c+a. Par analogie avec le glissement de la dislocation a, mouvement brièvement décrit au paragraphe précédent, on serait tenté de vouloir effectuer le déplacement ae en effectuant successivement les mouvements af puis fe (fig. 1.2.), ces deux mouvements conduisant à la dissociation :

 $\overrightarrow{c + a} \longrightarrow \underbrace{1}_{2} \overrightarrow{c} + \overrightarrow{p}_{1} + \underbrace{1c}_{2} + \overrightarrow{p}_{2}$ 

Frank et Nicholas (1953) ont montré que cette dissociation ne peut se faire que si la montée intervient. (Le plan de la faute d'empilement ne contient pas les vecteurs de Burgers des dislocations partielles. Pour élargir le ruban de faute, il faut donc faire monter les deux dislocations partielles).

Pour expliquer le glissement de la dislocation c + a, Rosenbaum (1964) a proposé un mouvement des atomes qui respecte le principe de la moindre violation à la règle des proches voisins. Pour se translater de la quantité (c + a) sur le plan {1122 }, un atome suit alors le chemin (fig. 1.2) :

#### $a \rightarrow b \rightarrow c \rightarrow d \rightarrow e$

où ae = c + a. (Les positions b et d sont des positions tétraédriques, tandis que c et e sont des positions octaédriques).

On pourrait montrer qu'un déplacement a ---> b de la partie supérieure du cristal ne rompt qu'une des douze liaisons de l'atome.

C'est en analysant le mouvement des atomes sur les plans {1122} de cette manière que Rosenbaum (1964) a montré que le mouvement d'une dislocation c + a pouvait être comparé à celui des dislocations de macles. La dislocation c + a est alors dissociée de façon glissile en quatre dislocations partielles, dont la première est une dislocation de macle. Le mouvement d'une dislocation c + a ne se fait pas en déplaçant les atomes d'un plan (1122) mais en déplaçant les atomes de quatre plans (1122). Avec un tel modèle, on perd la notion classique de plan de glissement.

#### B.2.b.2. Caractéristiques du glissement pyramidal de deuxième epèce

Le glissement pyramidal de deuxième espèce se produit donc par déplacement des plans  $\{11\overline{2}2\}$  dans les directions  $\langle 11\overline{2}3\rangle$ . Ces plans sont au nombre de six, chacun contenant une direction de glissement. On a donc au total six systèmes différents dont cinq sont indépendants (puisque l'un des systèmes se déduit de deux autres).

Ce mode de déformation est difficile à exciter, si bien qu'il n'apparaît que lorsque le glissement basal est impossible : soit parce que le plan de base ne débouche pas sur des surfaces libres, soit parce que son facteur de Schmid est voisin de zéro. Le glissement pyramidal se produira donc dans deux cas : lorsque la force appliquée est contenue dans le plan de base et lorsque la force appliquée est perpendiculaire au plan de base.

1.11.

Le glissement pyramidal  $\{1122\} < 1123\}$  et les configurations de dislocations correspondantes ont été étudiées par Price  $(1961^{b}, 1961^{c}, 1963)$  en déformant à température ambiante, dans le microscope électronique, de minces plaquettes monocristallines parallèles à (0001). Il a observé de courts segments de dislocation c+a vis causant le glissement pyramidal et des boucles coins allongées caractéristiques qui se fragmentent en petites boucles circulaires dans le plan de base.

Michel (1979) a réalisé une étude exhaustive du glissement pyramidal de deuxième espèce dans des monocristaux de Les résultats obtenus confirment que l'orientation de la zinc. contrainte doit répondre à des critères assez contraignants. Pourtant, si on se place dans des conditions favorables, la déformation obtenue peut être importante dans un vaste domaine de température. La répartition des dislocations est homogène, sauf pour les faibles valeurs de la contrainte. Les dislocations restent isolées et ne s'arrangent, ni en réseau ni en sous-joints. Ceci a été confirmé par Müller et Hässner (1981). Les expériences de figures d'attaque montrent que les lignes de dislocations sont proches du plan de base et font un angle inférieur à 15° avec la direction [1100]. La présence de lignes de glissement grossières indique qu'il y a, dans certains plans pyramidaux, une accumulation des déplacements de dislocations individuelles bien que l'observation des figures d'attaque, qui est instantanée, montre une répartition au hasard. C'est une caractéristique d'un glissement difficile (Michel 1979).

#### B.3. Déformation plastique des monocristaux

#### B.3.a. Amorçage du glissement - cission critique

Dans les monocristaux, la déformation plastique ne commence que pour une valeur finie de la contrainte appliquée (Adda et al., 1979). En fait, c'est la composante de la contrainte s'exerçant parallèlement à la direction de glissement dans le plan de glissement qui joue le rôle déterminant. Cette contrainte est appelée cission réduite. La loi de Schmid (1926) indique que le glissement s'amorce quant la cission atteint une valeur critique  $\tau_0$ .

En utilisant les notations de la fig. 1.3. (l'indice O se rapportant aux valeurs initiales des différentes grandeurs), on peut écrire :

$$P_{o}$$

$$T_{o} = \frac{1}{A_{o}} \sin \chi_{o} \cos \lambda_{o}$$

où P<sub>o</sub> est la charge appliquée au moment où le glissement sur le système repéré par les angles  $\chi_0$  et  $\lambda_0$  s'amorce. Le facteur d'orientation sin  $\chi_0$  cos  $\lambda_0$  est appelé facteur de Schmid. Sa valeur maximale est 0,5. La validité de la loi de Schmid a été bien établie dans le cas du glissement basal des métaux hexagonaux. La figure 1.4., extraite des travaux de Jillson (1950), confirme cette loi.

Un cristal contient, en général, plusieurs systèmes de glissement cristallographiquement équivalents. C'est celui pour lequel la cission réduite est la plus élevée qui entrera en action à la limite d'élasticité (glissement simple). Lorsque plusieurs systèmes sont également sollicités, ils se déclenchent simultanément (glissement multiple). Le facteur de Schmid relatif au système le plus favorisé varie en fonction de l'orientation du cristal par rapport à l'axe de traction. Si le métal ne possède qu'un seul système de glissement, il peut prendre toutes les valeurs comprises entre 0 et 0,5.

#### B.3.b. Courbes de traction des monocristaux

Le mécanisme géométrique de la déformation étant le glissement, les courbes de traction qui donnent la contrainte normale  $\sigma$  en fonction l'allongement relatif e, ne présentent pas toute la signification physique souhaitable. Il convient de rapporter la contrainte et la déformation aux éléments de glissement. La contrainte qu'il faut prendre en considération est la cission réduite :

$$\tau = \sigma \sin_{\nu} \cos \lambda \tag{I-1}$$

où x et  $\lambda$  sont les valeurs instantanées des angles  $\chi_0$  et  $\lambda_0$ définis précédemment. Après glissement (fig. 1.5.), l'axe AB du cristal a en effet tourné en AB' et les angles  $\chi_0$  et  $\lambda_0$  ont varié. La cission peut être calculée directement en fonction de l'orientation initiale de l'axe et de l'allongement e =  $\Delta \frac{1}{I_0}$ , dans le

cas du glissement simple :

$$\tau = \frac{P \cdot \sin \chi o}{A_o (1 + e)^2} \qquad \sqrt{(1 + e)^2 - \sin^2 \lambda} o$$

La déformation à considérer est le déplacement relatif de deux plans de glissement séparés d'une distance unité. C'est le glissement cristallographique (fig. 1.5.) :

$$\gamma = \frac{BB'}{AN} = (1 + e) \frac{\sin (\lambda o - \lambda)}{\sin x_o \sin x_o} = \frac{(1 + e)^2 - \sin^2 \lambda o - \cos \lambda o}{\sin x_o}$$

$$(1-3)$$

Aux faibles déformations, on peut écrire cette dernière relation sous la forme :

 $\gamma = \frac{e}{\sin x_o \cdot \cos x_o}$ 

(1 - 4)

Si plusieurs systèmes de glissement sont actifs, la rotation du réseau est plus compliquée à exprimer mathématiquement. Des équations ont été établies dans certains cas particuliers (Adda et al., 1979).

Les équations (1-2) et (1-3) permettent de convertir les courbes de traction en courbes cission-glissement ( $\tau - \gamma$ ) en tenant compte de la rotation du réseau, lorsque le système de glissement a été déterminé expérimentalement. On peut faire les remarques suivantes :

- la correction à apporter à la contrainte croît toujours avec , e; si la déformation s'effectue sous une cission constante, la force de traction diminuera avec e. En réalité, il y a consolidation du métal, mais si celle-ci est faible, elle peut ne pas compenser l'effet de rotation du réseau et la courbe de traction présente une décroissance après la limite d'élasticité : c'est l'effet d'adoucissement géométrique.
- Au cours du glissement simple, l'axe de traction se rapproche toujours de la direction de glissement. Au cours de cette rotation, le facteur de Schmid du système de glissement initial diminue, mais celui du système conjugué (c'està-dire le système qui se trouve favorisé lorsque le glissement principal a fait tourner la direction de traction)

augmente et, à un certain moment, les deux systèmes étant également sollicités, le glissement devient multiple. Quelle que soit l'orientation initiale, l'axe tend alors à se rapprocher d'une direction bien précise : <1010> dans les cristaux hexagonaux. En compression, la rotation du réseau est telle que l'axe se dirige vers la normale au plan de glissement.

Par suite de la rotation du réseau et du maintien de l'alignement des têtes de l'éprouvette, il se superpose à l'effort de traction un système de contraintes qui peut déclencher, dès la limite d'élasticité, des systèmes de glissements secondaires normalement moins fortement sollicités que le système principal. Les différents systèmes se développent de façon hétérogène dans l'éprouvette; il n'est alors plus possible de calculer directement la courbe  $(\tau - \gamma)$  à partir de la courbe de traction (Adda et al., 1979).

En ramenant les courbes d'un même métal, obtenues avec des cristaux différemment orientés, aux coordonnées  $(\tau - \gamma)$ , on trouve la même cission critique mais les courbes de consolidation elles-mêmes ne se superposent pas (Clarebrough et Hargreaves, 1959) : le durcissement par écrouissage varie avec l'orientation. Suivant qu'il y a ou non une période de glissement simple, la partie initiale des courbes est très différente, le glissement multiple se traduisant par une consolidation rapide dès la limite d'élasticité. Les courbes d'un métal donné, et même de divers métaux d'une même structure cristallographique donnée, gardent cependant des allures très voisines. Ainsi, à la température ambiante, on remarque que les cristaux hexagonaux ont à la fois une cission critique et une consolidation faibles; ils peuvent s'allonger considérablement par glissement simple. La consolidation à la température ambiante a été, à l'origine, principalement étudiée par Schmid et ses collaborateurs qui

avaient constaté que la courbe de consolidation restait linéaire, avec une très faible pente, jusqu'à de très grands allongements (Mark et al., 1922; Schmid, 1926). Cependant des études ultérieures, sur le zinc notamment (Fahrenhorst et Schmid, 1930), montrèrent que les courbes de consolidation présentaient trois domaines. Dans le cas du zinc, à la température ambiante, il apparaît un glissement facile, avec un consolidation de l'ordre de 1,5 MPa jusqu'à un glissement de l'ordre de 1,30; puis le durcissement s'accélère et prend une valeur de 5 MPa jusqu'à une cission de l'ordre de  $\tau$  = 8 MPa au delà de laquelle la courbe s'infléchit et prend une allure parabolique. Il est à remarquer que ces consolidations sont excessivement faibles par rapport au module de cission dans la direction de glissement (G = 38.000 MPa) : de l'ordre de G et G 25.000 8.000

Il apparaît que les courbes de consolidation des monocristaux s'apparentent presque toujours à la courbe schématisée à la figure I.6. Elles peuvent être décomposées en trois domaines :

- le stade I, ou glissement facile, caractérisé par une variation linéaire de la contrainte en fonction de la déformation et un taux de consolidation faible, fonction de l'orientation.
- Le stade II, ou durcissement linéaire, qui correspond à une augmentation linéaire plus rapide de la contrainte.
- Le stade III, ou durcissement parabolique, caractérisé par un taux de consolidation décroissant avec la déformation.

La présence des trois stades, leur étendue et leurs propriétés dépendent d'un grand nombre de facteurs : nature et structure cristallographique du métal, orientation, température, vitesse de déformation, pureté, etc...

## B.3.c. <u>Analyse générale des facteurs influençant les courbes cission</u> - glissement des monocristaux hexagonaux

#### B.3.c.1. Influence de l'orientation

Le plan de glissement "activable" étant essentiellement (0001), la forme des courbes de traction peut varier considérablement selon la valeur de l'angle  $\chi_0$  entre le plan de base et la direction de traction. Pour les fortes valeurs de  $\chi_{a}$ , l'effet d'adoucissement d'origine géométrique devient très important et est responsable d'une déformation hétérogène dont Schmid et Boas (1935) ont donné de nombreux exemples. Souvent, interviennent cependant d'autres mécanismes de déformation : des glissements pyramidaux de faible amplitude et surtout le maclage, qui peuvent orienter correctement une portion du cristal et permettre le glissement dans le plan de base.

Pour les faibles valeurs de  $\chi_0$ , quand le plan de base fait avec la direction de glissement un angle inférieur à 10°, les têtes de l'éprouvette empêchent le glissement sur le plan de base. Bell et Cahn (1957) ont alors observé la formation de macles après de petits glissements pyramidaux puis, dans les macles, du glissement basal sous une cission assez élevée. Il nous paraît, signalons-le dès à présent, que du point de vue déformation, le maclage est potentiellement plus important dans le cas du monocristal que dans celui du polycristal.

Entre ces cas extrêmes, l'étude de l'influence de l'orientation a été faite par Jillson (1950) et Lücke et al. (1955) dans le cas du zinc. Les résultats de ces derniers auteurs, obtenus à la température ambiante, pour un zinc de pureté 99,995 % étiré à un taux de 1,2 % par minute, peuvent se résumer de la manière suivante. Le premier domaine a une longueur assez constante, de l'ordre de  $\gamma_1 = \pm 1,30$ , sans que l'orientation paraisse avoir une influence et la consolidation reste très faible : 0,05 MPa; cependant pour les orientations telles que deux directions de glissement soient également disposées, la consolidation est plus forte, de l'ordre de 1 MPa et elle atteint 2 MPa dans le cas particulier de l'axe orienté suivant [1011]. Dans le second domaine, par contre, la consolidation ne varie pas systématiquement avec l'orientation : elle est de l'ordre de 4 MPa.

L'étude métallographique de ces cristaux n'a pas révélé que l'apparition d'un second système de lignes de glissement soit responsable de l'augmentation de consolidation, ainsi que pouvait le laisser prévoir la constance relative du glissement  $\gamma_1$ . Par contre, l'observation des tâches de rayons X diffractés a montré que l'astérisme est nul à la fin du premier domaine, mais qu'il croit au cours du second et correspond finalement à des distorsions du réseau de l'ordre de 6°.

#### B.3.c.2. Influence de la température et de la vitesse

L'influence de la température est très forte pour ces cristaux. La figure 1.7. résume les résultats publiés par Fahrenhorst et Schmid (1930), obtenus pour diverses températures d'essais. On voit que la variation est importante.

De même que la température, la vitesse de déformation exerce une influence appréciable sur la consolidation, mais pas sur l'étendue du premier domaine : en multipliant la vitesse d'allongement par un facteur 100, on triple la consolidation dans le premier domaine et on double sa valeur dans le second domaine (Lücke et al., 1955). Cette influence semble liée à une restauration au cours de la déformation elle-même. L'interruption d'un essai de traction d'un monocristal de zinc pendant 24 heures entraîne un retour aux propriétés initiales si la déformation n'a pas atteint la fin du premier domaine : non seulement la cission critique reprend sa valeur initiale, mais également, on retrouve la même longueur de glissement facile, environ 1,30. Par contre, si l'interruption a lieu après un allongement correspondant au deuxième domaine, la restauration n'est pas totale au bout de 24 heures; c'est ainsi qu'une variation de vitesse a une influence plus forte sur la consolidation du premier stade que sur celle du deuxième stade. Ces résultats expliquent que par traction très lente, il n'apparaisse pas de consolidation (da Andrade et Roscoe, 1937).

#### B.3.c.3. Le maclage

La déformation par maclage sera analysée in extenso dans un paragraphe ultérieur (annexe III). Nous nous limiterons donc à signaler que le maclage sur le plan principal ne crée pas une déformation importante; il intervient plutôt pour modifier l'orientation du cristal afin de faciliter le glissement. Les macles qui se forment au cours de l'allongement seraient donc, très souvent, des macles d'accommodation créées par des contraintes internes plutôt que par les contraintes extérieures. Par ailleurs, le maclage ne crée pas d'obstacles au glissement, la consolidation avant et après les décrochements des courbes (qui caractérisent le maclage) gardant la même valeur.

#### B.4. Durcissement d'écrouissage

Ce n'est qu'assez récemment que l'on a pu expliquer certains aspects du durcissement d'écrouissage et l'origine de la consolidation. Seitz (1952) a supposé qu'elle pouvait être due à la formation de lacunes; Mott (1953) l'a liée à l'interaction d'une forêt de dislocations parallèles à l'axe [0001]; Edwards et al. (1953) l'attribuent à la formation de sous-joints de dislocations jouant le rôle de barrières. Cependant, ces hypothèses n'expliquent pas le changement de mécanisme qui intervient pour un glissement bien défini et qui se traduit par l'augmentation de consolidation et la disparition de la possibilité de restauration totale (Lücke et al. 1955).

Bien que la théorie des dislocations permette d'interpréter l'essentiel de la déformation plastique, il n'existe pas encore de théorie universellement acceptée qui rende compte de l'ensemble des aspects de la déformation. Si le calcul de la contrainte qu'il faut fournir pour propager une dislocation dans un réseau donné de dislocations semble bien établi, il faut encore pouvoir prendre en compte l'organisation de ce réseau au fur et à mesure que la déformation augmente. A l'heure actuelle, différents modèles existent qui permettent de préciser les divers mécanismes microscopiques sousjacents et de rendre ainsi compte de certains résultats expérimentaux. Ces modèles ont été détaillés par Adda et al. (1979); nous suivrons l'exposé de ces auteurs en nous limitant au cas des monocristaux de structure hexagonale.

Dans le premier stade de glissement facile, seules les dislocations du plan de glissement principal sont mobiles, les lignes de glissement sont longues, le libre parcours moyen des dislocations est élevé; il en résulte un faible durcissement. Dans le deuxième stade, les glissements secondaires sont devenus actifs, les obstacles qui résultent de leurs interactions avec le glissement principal diminuent le libre parcours moyen des dislocations, et augmentent le durcissement. Dans le troisième stade, le libre parcours moyen des dislocations augmente à nouveau grâce au glissement dévié des dislocations (et peut-être, dans certains cas, à leur montée). D'une part, les obstacles peuvent ainsi s'éliminer partiellement par recombinaisons mutuelles des dislocations qui les constituent et, d'autre part, les dislocations peuvent prolonger leurs parcours en évitant les obstacles restants. Ces remarques peuvent s'appliquer à tous les cristaux, mais pour préciser l'évolution des dislocations, il est commode d'étudier séparément les différents stades de la formation.

#### B.4.a. <u>Glissement facile des monocristaux de structure hexagonale</u> (stade I)

Ce glissement correspond à l'écoulement plastique lamellaire où un seul système de glissement macroscopique est actif (Cottrell, 1953). Les caractéristiques du stade I de la déformation des monocristaux hexagonaux sont bien établies :

le taux d'écrouissage est faible, sauf au tout début de la déformation; il décroit lentement quand la déformation atteint des valeurs de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$  où l'accroissement de la contrainte d'écoulement atteint une valeur voisine de la limite élastique.

La déformation plastique est entièrement due à l'action d'un seul système de glissement. Les lignes de glissement sont longues et droites, traversant pratiquement tout le cristal. Dans les cristaux hexagonaux où le glissement se produit essentiellement sur le plan de base, le glissement facile se poursuit jusqu'à de forts allongements (> 100 % dans le zinc à la température ambiante).

Le taux d'écrouissage est d'autant plus grand que le stade l est plus court (diminution du libre parcours moyen des dislocations).

La microscopie électronique en transmission montre que dans le stade I, les dislocations sont principalement groupées en dipôles de caractère coin. De nombreux débris (boucles prismatiques) restent dans le sillage des dislocations vis dont les parties en retard sont sans doute freinées par des dipôles naissants (Michel, 1979; Hirsch et Lally, 1965; Basinski, 1964; Essmann, 1964).

Lorsque l'on diminue la température, on augmente l'étendue du stade l, mais le durcissement ne varie pratiquement pas (Alers et al., 1958 a et b). Il convient toutefois de ne pas tirer de conclusions trop hâtives des différences entre les courbes  $\sigma$  ( $\varepsilon$ ) obtenues à différentes températures car elles ont deux origines très différentes : d'une part, l'effet de le température sur la propagation d'une dislocation dans un réseau d'écrouissage donné et, d'autre part, la modification de ce réseau avec la température.

La séparation de ces deux effets est possible par l'intermédiaire d'essais de traction réalisés à des températures différentes (Cottrell et Stokes, 1955). Une telle étude permet de dégager l'existence d'un processus activé thermiquement : une diminution de la température doit être équivalente à une augmentation de la vitesse de déformation (Thornton et al. 1962).

#### Modèle du stade l

Seeger et al (1957, 1963) ont attribué le stade l du durcissement à des interactions à longue distance entre boucles de dislocations relativement éloignées l'une de l'autre mais appartenant toutes au système de déformation principal.

Ce modèle est fondé sur l'hypothèse qu'il y a N sources de dislocations par unité de volume, chacune de ces sources ayant émis n boucles de dislocations lorsqu'une contrainte  $\tau$  est atteinte.

L'expérience montre que chaque boucle glisse sur une grande distance L à travers le cristal, cette distance L étant très nettement supérieure à la distance d qui sépare deux plans adjacents contenant des boucles de dislocations.

Un accroissement de contrainte  $\delta \tau$  entraîne un accroissement  $\delta n$  du nombre de boucles, ce qui se traduit par une augmentation de déformation  $\delta \varepsilon$  donné par :

$$\delta \varepsilon = \mathbf{b} \cdot \mathbf{N} \cdot \mathbf{L}^2 \cdot \delta \mathbf{n} \tag{1-5}$$

N peut également s'exprimer en fonction de d et L par la relation :

d'où, il vient :

$$\delta \varepsilon = \frac{b \cdot \delta n}{d}$$
 (I-6)

La création de  $\delta$ n nouvelles boucles de dislocations augmente également la contrainte antagoniste  $\tau_B$  exercée sur les sources, d'une quantité :

$$\delta \tau = \frac{G.b.\delta n}{2 \pi L}$$
(I-7)

Lorsque  $\delta \tau_{B} = \tau$ , il n'y a plus création de boucles. Combinant les équations (1-6) et (1-7) on obtient :

$$\theta_1 = \frac{G}{2\pi} \cdot \frac{d}{L}$$

Un traitement plus détaillé donne une expression semblable (Honeycombe, 1977) :

$$\theta_1 = \frac{8G}{9\pi} \left(\frac{d}{L}\right)^{3/4}$$

à partir de laquelle, si on introduit les valeurs raisonnables d =  $300A^{\circ}$  et L = 0,5 mm, on obtient un taux de durcissement de  $3 \times 10^{-4} \times G$  environ, ce qui est proche des valeurs mesurées.
Ce durcissement est d'un ordre de grandeur au moins supérieur au durcissement du glissement facile. Il est associé à une activité des systèmes de glissement secondaires pour lesquels la contrainte appliquée résolue n'est pas la plus élevée (Clarebrough et Hargreaves, 1959). Les caractéristiques de ce deuxième stade de déformation ne sont pas toujours bien établies. On peut néanmoins faire les remarques suivantes :

- taux d'écrouissage : le durcissement varie peu d'un métal à l'autre, à condition de comparer les résultats obtenus pour des températures homologues.
- Lignes de glissement : le durcissement linéaire est associé à l'activité de systèmes secondaires. L'observation des lignes de glissement (Clarebrough et Hargreaves, 1959) ou des figures d'attaque (Basinski et Basinski, 1964) montre toutefois que quelques lignes seulement correspondent aux systèmes secondaires, alors que la majorité des lignes correspond au glissement principal. Les études de changement de forme du cristal (Kocks, 1964) et d'orientation (Mitchell et Thornton, 1964) permettent de conclure que 90 8 de la déformation macroscopique vient du glissement Comme, d'autre part, la densité des dislocations principal. secondaires est du même ordre de grandeur que la densité des dislocations principales (Steeds et Hazzledine, 1964), on doit admettre que les glissements secondaires existent bien, mais que la moyenne des déformations qu'ils introduisent est faible par suite des compensations de ces déformations dans les différents sens et d'un faible parcours moyen. La longueur des lignes de glissement décroit quand la déformation augmente (Seeger 1957).

Les observations en microscopie électronique par transmission montrent que la distribution en dipôles du stade l est remplacée, dans le stade II, par une structure cellulaire à trois dimensions. La taille des cellules est de l'ordre du micron et la densité du réseau de dislocations est environ quatre fois plus élevée dans les parois d'une cellule qu'en son centre (Bailey et Hirsch, 1960). La désorientation entre deux cellules voisines est inférieure au degré : les dislocations des parois ont donc des vecteurs de Burgers qui se compensent l'un l'autre. Il apparaît que la formation des cellules est liée au glissement dévié des dislocations : on observe des distributions plus homogènes de dislocations dans les alliages à faible énergie de faute d'empilement (Steeds, 1966; Steeds et Hazzledine, 1964; Kovacs et Zsoldos, 1973).

Etendue du stade en déformation : la fin du stade II correspond au glissement dévié des dislocations : l'étendue de ce stade de déformation est donc d'autant plus courte que la température du métal est plus élevée. D'autre part, l'origine du stade II correspond à la formation d'obstacles qui limitent le libre parcours moyen des dislocations principales (Steeds, 1966; Steeds et Hazzledine, 1964; Kovacs et Zsoldos, 1973). Entre la fin du stade I et le début du stade II, il y a une région de transition dont l'étendue en déformation augmente pour des cristaux de petites tailles. Cette transition est importante puisqu'elle transforme la distribution de dislocations très anisotrope du stade I (dipôles) en une distribution uniforme (cellules du stade II); elle ne semble pas avoir été étudiée (Adda et al. 1979).  $\sigma = \sigma T + \sigma i$ 

 $\sigma_{T}$ , qui dépend de la température, serait dû à la formation des crans par intersections de dislocations tandis que  $\sigma_{i}$ , indépendant de la température (contribution de G exclue), est généralement attribué aux contraintes internes (Seeger, 1957). Il a été montré que  $\sigma_{T}$  varie dans le même sens que  $\sigma_{i}$ . La densité de la forêt au voisinage des sources ( $\sigma_{T}$ ) augmente donc, au cours de l'écrouissage, d'une manière analogue à l'augmentation du niveau moyen des contraintes internes ( $\sigma_{i}$ ). D'autre part, la loi de Cottrell-Stokes évoquée précédemment, entraîne que l'augmentation de contrainte qu'il faut fournir pour augmenter la vitesse de déformation de d  $\dot{\epsilon}$  est également indépendante de la déformation (Gallagher, 1965).

#### Modèle du stade II

La modélisation de ce stade semble se heurter à des problèmes théoriques qui, à notre connaissance, n'ont pas encore été résolus. Si l'intervention de glissements secondaires et de glissements déviés en fin du stade II n'est plus contestée, aucun modèle ne permet de rendre compte de l'ensemble des caractéristiques de ce stade de la déformation des monocristaux hexagonaux, pas plus que pour les monocristaux de structure cubique (Honeycombe, 1977).

#### B.4.c. Stade III

A température suffisamment élevée et le stade II une fois achevé, la pente de la courbe de traction diminue rapidement en suivant une allure parabolique. La transition du stade II au stade III est, dans ces conditions, associée à un processus de revenu dynamique : au cours de la déformation plastique, les obstacles s'éliminent partiellement et les nouvelles dislocations mobiles évitent les obstacles qui subsistent.

Il est clair que ce revenu dynamique est contrôlé par un glissement dévié important des dislocations (Seeger et al., 1963). On observe, en effet, dans le stade III, des lignes de glissement dévié fréquentes dont les déviations ont une longueur appréciable, qui peut atteindre une dizaine de microns (Mader, 1963; Read, 1952). En outre, l'apparition du stade III est un phénomène activé thermiquement qui a lieu à une contrainte et à une température d'autant moins importantes que l'énergie de défaut d'empilement du métal est plus élevée. Une confirmation assez directe de l'importance des glissements déviés dans le stade III vient de l'adoucissement d'écrouissage. Si l'importance des glissements déviés dans le stade III n'est pas contestée, la façon dont ils déterminent la chute du taux de durcissement et l'apparition d'un nouveau stade de déformation n'est pas clairement comprise. Initialement, on a d'abord pensé que le stade III apparaît lorsque contrainte et température permettent aux dislocations vis de dévier de leur plan de glissement afin d'éviter les obstacles accumulés au cours du stade II.

Puisque le glissement dévié nécessite une activation thermique d'autant plus forte que l'énergie de défaut d'empilement est faible, le stade III apparaît, dans cette hypothèse, pour une contrainte  $\tau_{III}$  (fonction de la température et de l'énergie de défaut d'empilement) qui permet aux dislocations de dévier avec une fréquence suffisante (Escaig, 1967, 1968; Wolf, 1969). Toutefois, ce point de vue se heurte à de nombreuses difficultés (Thornton et al., 1962). En fait, des glissements déviés relativement nombreux, et très localisés, se produisent bien avant le stade III, sans doute en des endroits où les contraintes internes sont les plus favorables. Ainsi, des déviations ont lieu dès les stade II, même à très basse température (Basinski, 1967; Washburn, 1965), où elles interviennent pour former la structure en cellule des dislocations à ce stade de déformation; certaines déviations ont même été observées à la fin du stade I (Mader, 1963; Read 1952). Ces faits expérimentaux, joints aux écarts importants observés entre les valeurs de  $\sigma_{111}$ mesurées sur les courbes de traction et les valeurs de la contrainte appliquée nécessaire pour faire dévier à elle seule les dislocations (Escaig, 1967, 1968) montrent que les déviations se produisent probablement toujours, que ce soit au stade II ou au stade III, en des sites favorisés par les contraintes internes.

En réalité, il semble que le stade III traduise, non pas un nouveau moyen pour les dislocations d'éviter les obstacles, mais plutôt un réarrangement complet du réseau de dislocations développé au cours des stades antérieurs et devenu instable au stade III (Washburn et Murty, 1967). L'observation montre qu'au cours du stade II, des dislocations de tous les vecteurs de Burgers possibles se multiplient et qu'en outre, un nombre croissant de dislocations de signes opposés s'accumulent dans les parois des cellules, ce qui crée une sous-structure de plus en plus instable. Une fois atteinte une densité de dislocations critique, tout le réseau se réorganise et de nombreuses annihilations de dislocations se produisent. Lors de ces arrangements et annihilations, le glissement dévié joue un rôle essentiel comme le montre l'apparition de lignes de glissement déviées sur des distances importantes, de l'ordre de la taille des cellules, caractéristiques du stade III.

Ainsi la densité critique de dislocations augmente avec des températures et des énergies de faute d'empilement décroissantes. L'évaluation quantitative d'une telle densité critique, c'est-à-dire un modèle de déviation qui tienne compte essentiellement du voisinage de la dislocation qui dévie, n'a toutefois pas été faite jusqu'à présent. On ne trouve, à l'heure actuelle, dans la littérature que des caractéristiques expérimentales du stade III et une analyse empirique du durcissement observé au cours de ce stade (Kocks et al., 1966; Mecking et Lücke, 1970; Peissker, 1965).

#### B.5. Déformation des monocristaux de zinc par glissement basal

Ce type de glissement, a priori le plus probable dans le monocristal de zinc, a fait l'objet d'un nombre relativement important d'études, qui ont été analysées de manière très détaillée par Michel (1979). (Tableau I.1.). La plupart des résultats ont été obtenus par essais de traction (Lücke et al., 1955; Deruyttere et al., 1956; Kemsley, 1960; Seeger et al., 1960; Pfeiffer, 1962; Bocek et al., 1964; Yoshioda et al., 1968; Wielke et al., 1971; Wielke, 1976); certaines données proviennent néanmoins d'essais de cisaillement (Edwards et al., 1953; Lavrentev et al., 1969) et torsion (Stofel et al., 1962). L'ensemble de ces études permet de discuter l'influence de la pureté, de l'orientation cristallographique et de la température sur la courbe de déformation, par glissement basal, du monocristal de zinc.

#### B.5.a. Influence de la pureté

L'ensemble des résultats permet de conclure que la pureté, lorsqu'elle est supérieure à 99,99 %, n'est pas un paramètre influant notablement sur les courbes de déformation en glissement basal. Cette observation est, par ailleurs, en accord avec les travaux de Bocek et Hötzsch (1964) qui ont étudié la variation de la contrainte critique de monocristaux de l'alliage zinc-cadmium en fonction de la concentration en soluté. Ils ont noté que la contrainte critique était indépendante de la teneur en cadmium lorsque celle-ci était inférieure à  $8.10^{-2}$  % at., pour des températures variant de 90 à 573 K.

1.30.

## B.5.b. Influence de l'orientation cristallographique

Cette influence est assez complexe à discuter, car elle agit par deux voies différentes : l'anisotropie du cristal et la vitesse de glissement (même vitesse de traction quelle que soit l'orientation de l'éprouvette); ces deux facteurs n'ayant été dissociés dans aucun des travaux analysés, on ne peut donc envisager que l'effet cumulé de ces deux paramètres.

AUTEURS	Pureté du métal de base	Mode de déformation	Mode de 8 <sub>0</sub> : vitesse déformation de glissement initiale moyenne s <sup>-1</sup> s	Orientation crisi initiale de l'ép	<sup>т</sup> о 10 <sup>4</sup> Ра	<sup>θ</sup> А 10 <sup>4</sup> Ра		
				$\chi_0$ degrés	λ degrés o			
EDWARDS et al (1953)	99,99	Cisaillement				28	40	
Lücke et al (1955)	99,995	Traction	de 2.10 <sup>-4</sup> ā 8.10 <sup>-4</sup>	10 11	2 26	49 58	48 100	
				13	8	72 60	75 49	
				21 21 23	15	53 54 65	54 61 43	
				18 28	30 20	83 49	105 52	
				29 30	30 10	76 65	99 52	
				33 38 43	2 30 30	50 80 76	40 100 89	

1.32.

AUTEURS	Pureté du métal de base	Mode de déformation	8 <sub>o</sub> : vitesse de glissement initiale moyenne s <sup>-1</sup>	Orientation crist initiale de l'épr χ <sub>o</sub> degrés	allographique rouvette λ degrés	<sup>т</sup> о 10 <sup>4</sup> Ра	θ A. 10 <sup>4</sup> Pa
				45	30	63 53	58 61
				55	2	53	52
				55	10	51	45
DERUYTERE et al	99,994	Traction	5.10 <sup>-4</sup>			60	105
KEMSLEY (1960)	99,998	Traction		50 .30	24 3	33 38	160 5
SEEGER et al (1960)	99,995	Traction	1,7.10 <sup>-4</sup>	25 29 30 30 30 32	3 1 9 9 10	59 57 54 55 47	217 230 187
PFEIFFER (1962)	99,995	Traction	2,5 10 <sup>-3</sup>	29 21 22 68	0 4 6 15	45 57 66 91	130 520 920
STOFEL et al (1962)	99,999	Torsion				32	12
BOCEK et al (1964)	99,9999	Traction	5.10 <sup>-4</sup>	37 42 58 58	19 14 0 0	90 47 97 48	29 74 67 43

1.33.

AUTEURS	Pureté du métal de base	Mode de déformation	8 : vitesse de glissement initiale moyenne s <sup>-1</sup>	Orientation cris initiale de l'ép X <sub>o</sub> degrés	tallographiqu rouvette <sup>λ</sup> ο degrés	ие то о 10 <sup>4</sup> Ра	<sup>θ</sup> А 10 <sup>4</sup> Ра
YOSHIDA et al (1968)	99,99	Traction	6.10 <sup>-3</sup>	10 63		30	330
LAVRENTEV et al (1969)		Cisaillement				40 60	
WIELKE et al (1971)	99,995	Traction	7.10 <sup>-4</sup>		(m 5 é	28 <u>+</u> 5 oyenne sur prouvettes)	
WIELKE (1976)	99,99 et 99,999	Traction		35 45°	0 10		63

 Tableau I.1.
 Tableau récapitulatif des essais de déformation en glissement basal du zinc à la température ambiante (on rappelle

 104

que 104 Pa <u>+</u> 1 g/mm<sup>2</sup>).

D'après Michel (1979)

L'analyse des résultats expérimentaux ne permet pas d'établir une corrélation simple entre la variation de  $\tau_0$ , le durcissement du stade l, et l'orientation de l'éprouvette. Elle permet néanmoins de confirmer que la déformation en glissement basal du zinc suit la loi de Schmid. Ce n'est pas par hasard puisque, rappelons-le, c'est, d'une

part, sur ce métal, à la température ambiante, que cette loi a été découverte (Schmid et Boas, 1935) et que, d'autre part, la validité de cette loi a été vérifiée à 4,2 K, jusqu'à des valeurs du facteur de Schmid inférieures ou égales à 0,1, par Wielke et Strangler (1970).

#### B.5.c. Influence de la température

Un examen des divers résultats montre clairement que :

- la contrainte critique augmente lorsque la température diminue;
- la plasticité décroit avec la température; le stade ll n'existe qu'à la température ambiante;
- le taux de durcissement du stade l ne semble pas varier de façon monotone avec la température.

Si l'on s'intéresse à la variation de la cission critique  $\tau_0$  avec la température, on note, tout d'abord, une grande dispersion des valeurs obtenues. Il se dégage pourtant de l'ensemble des points trouvés dans la littérature une décroissance monotone de  $\tau_0$  avec la température. Cette évolution ne peut cependant pas être expliquée par le seul effet de la température sur les constantes élastiques du monocristal.

En ce qui concerne la variation du coefficient de durcissement du stade l  $({}^{\theta}{}_{A})$  avec la température, on remarque encore une forte dispersion des valeurs publiées (Michel, 1979). En outre, il convient de distinguer plusieurs zones de températures (Tableaux 1.2. et 1.3.) :

- 300 K  $\leq$  T  $\leq$  400 K :  $\theta_A$  est très faible et, apparemment, indépendant de la température;
- 200 K < T < 300 K :  $\theta_{A}$  croît;
- 100 K < T < 200 K : θ<sub>A</sub> décroît;
- $T < 100 K : \theta_A \text{ croît.}$

AUTEURS	Pureté du métal de base	Mode de déformation	<b>a</b> : vitesse Orientation cristallographique de glissement initiale de l'éprouvette initiale		<sup>т</sup> о 10 <sup>4</sup> Ра	<sup>Ө</sup> А 10 <sup>4</sup> Ра	
			moyenne -1 s	X degrés	λ degrês o		
DERUYTTERE et al	99,994	Traction	5.10 <sup>-4</sup>			45	525
SEEGER et al (1960)	99,995	Traction	1,7.10 <sup>-3</sup>	22 31	3 7	51 54	493 578
BOCEK et al (1964)	99,9999	Traction	5.10 <sup>-4</sup>	18 37 42 45 58	24 19 25 0 0	62 40 32 30 45	1020 700 700 760 540
WIELKE (1976)	99,99 et 99,999	Traction		35 45	0 10		421 474 474 484 495

Tableau I.2. : Tableau récapitulatif des essais de déformation en glissement basal du zinc dans le domaine de température 196 -212 K.

AUTEURS	Pureté du métal de base	Mode de déformation	8 <sub>o</sub> : vitesse de glissement initiale moyenne s <sup>-1</sup> s	Orientation cristallographique initiale de l'éprouvette χ <sub>o</sub> degrés λ <sub>o</sub> degrés		<sup>т</sup> о 10 <sup>4</sup> Ра	<sup>Ө</sup> А 10 <sup>4</sup> Ра
EDWARDS et al (1953)	99,99	Cisaillement				35	140
DERUYTTERE et al (1956)	99,994	Traction	5.10 <sup>-4</sup>		30	65 70	360 870
SEEGER et al (1960)	99,995	Traction	1,7.10 <sup>-3</sup>	31 31 25 26 31 31	5 10 0 10 10	73 83 96 77 97 79	264 402 370
PFEIFFER (1962)	99,995	Traction	2,5.10 <sup>-3</sup>	20	20	71	550
WIELKE et al (1971)	99,995	Traction	7.10 <sup>-4</sup>		54 moy 11	+ 8 enne sur valeurs	(BU)
WIELKE (1976)	99,99 et 99,999	Traction		35 ({ 45	0 {{ 10		231{{294 (pour 4 éprou- vettes) 315 368

Tableau I.3.: Tableau récapitulatif des essais de déformation en glisse-<br/>ment basal du zinc dans le domaine de température 75 -<br/>90 K.

D'après Michel (1979).

La variation des constantes élastiques, monotone avec la température dans le cas d'un monocristal pur (Alers et Neighbours, 1958), ne peut expliquer à elle seule un tel phénomène. L'interprétation doit faire intervenir une combinaison de plusieurs mécanismes.

En résumé, les valeurs de  $\sigma_0$  et  $\Theta_A$ , déduites de la littérature, montrent une grande dispersion qu'il n'est pas possible d'expliquer par des différences de pureté du métal, d'orientation cristallographique ou une température d'essai mal contrôlée. Il existe donc un ou plusieurs paramètres déterminants qui ne sont pas pris en compte. Michel (1975, 1979) a fait l'hypothèse que l'un de ces paramètres pouvait être la densité de la forêt, composée de dislocations originelles et, éventuellement, de dislocations fraîches créées par un écrouissage involontaire. La vérification de cette hypothèse a, d'ailleurs, été l'une des motivations de l'étude de Michel qui a confirmé les résultats de la littérature.

# B.6. <u>Déformation des monocristaux de zinc par glissement pyramidal de</u> deuxième espèce.

Le glissement pyramidal de deuxième espèce se produit, d'un point de vue global, par déplacement des plans  $\{11\overline{2}2\}$  dans les directions  $\langle 11\overline{2}3 \rangle$ . Ces plans sont au nombre de six, chacun contenant une direction de glissement. On a donc, au total, six systèmes différents caractérisés chacun par leur propre facteur de Schmid. Ce mode de déformation est difficile à exciter, si bien qu'il n'apparaît que lorsque le glissement basal est impossible. On a déjà signalé précédemment que le glissement pyramidal ne se produira que dans deux cas :

la force appliquée est contenue dans le plan de base;

la force appliquée est perpendiculaire au plan de base.

Michel (1979) a analysé en détails les données bibliographiques concernant l'ensemble des métaux hexagonaux dans lesquels le glissement pyramidal de deuxième espèce a été observé; nous ne retiendrons que le cas du zinc.

Les conditions expérimentales et les résultats obtenus étant très différents d'un auteur à l'autre, il n'est guère possible de faire une présentation synthétique de l'ensemble de leurs résultats. De ces derniers, nous retiendrons les plus significatifs et nous tenterons ensuite de dégager les propriétés essentielles. Nous envisagerons successivement les deux domaines d'existence du glissement pyramidal; l'orientation cristallographique des éprouvettes sera caractérisée par les angles  $x_0$  et  $\alpha_0$  de la loi de Schmid, dont la situation sur le triangle de référence est définie à la figure 1.8.

# B.6.a. La force appliquée est contenue dans le plan de base ou est voisine de cette orientation.

Gilman (1955) est le premier auteur à avoir observé un glissement pyramidal de deuxième espèce. Son étude peut être caractérisée par : essais de compression, complétés par quelques essais de traction; éprouvettes de dimensions bien adaptées aux essais de traction mais beaucoup moins aux essais de compression : un rapport longueur-diamètre supérieur à 10 risque, en effet, de conduire à du flambage;

orientation cristallographique des éprouvettes :

 $X_{o}$  varie de 0 à plus de 2,5°

 $\alpha_{o}$  varie de 0 à 30°;

température d'essai variant de - 196° à + 102°C.

Les résultats obtenus portent sur :

l'influence de l'orientation

Pour  $X_0 > 2,5^{\circ} \pm 1$  la déformation se fait par pliage. Pour  $\alpha_0 < 2,5^{\circ} \pm 1$  la déformation se fait suivant un nouveau mode de glissement qui conduit à un "flambage" de l'échantillon.

L'influence de  $\alpha_0$  a été étudiée dans le cas  $X_0 = 0$ . L'allure des courbes de compression est caractéristique : une montée assez rapide correspondant au domaine élastique, le passage par un maximum puis une partie décroissante limitée par le flambage. La contrainte maximale passe de 60 MPa à 120 MPa quand  $\alpha_0$  passe de 0 à 30°.

Dans le même temps, le facteur de Schmid des systèmes pyramidaux les plus excités passe de 0,42 à 0,33; il ne peut donc expliquer totalement la variation de contrainte maximale.

l'influence de la température

Il semble qu'il y ait adoucissement au-dessous de -  $80^{\circ}$ C et au-dessus de la température ambiante. A -  $196^{\circ}$  C, il n'y a plus de glissement mais du pliage.

l'observation de la surface des éprouvettes

Michel (1979) a observé ce qu'il appelle des microbandes. Il s'agit en fait de lignes de glissement plus grossières et plus diffuses que celles que l'on rencontre habituellement. Leur orientation permet de les attribuer sans ambiguité aux systèmes pyramidaux de deuxième espèce.

Bell et Cahn (1957) ont également étudié la déformation de monocritaux de zinc pur (somme des impuretés inférieure à 15 ppm) lorsque le glissement basal est interdit, par des essais de traction à la température ambiante avec une vitesse de déformation inférieure à  $5,5 \, 10^{-6} \, \sec^{-1}$ . Les éprouvettes utilisées présentaient deux types d'orientations :

$$\alpha_{0} = 0 \quad \chi_{0} = 1,5^{\circ}.$$

Les lignes de glissement observées sont dues au glissement des plans { 1122 } dans les directions <1123>.

$$\alpha_0 = 0$$
  $\chi_0 = 5,5^{\circ}$ .

Le glissement pyramidal de deuxième espèce est moins net que dans le cas précédent; on observe principalement du glissement basal.

Price (1960 et 1963) a déformé, en traction, dans le microscope électronique, des platelets (0001) obtenus à partir de la phase vapeur. L'axe de traction est dans le plan (0001). La déformation a lieu par maclage ou par glissement non basal se propageant par bandes analogues aux bandes de Lüders. L'auteur a observé de courtes dislocations glissant dans les plans en zone avec une direction  $\langle 1123 \rangle$ . A cause de leur facilité à passer, par glissement dévié, d'un plan à l'autre, il a été conclu que les dislocations étaient de vecteur de Burgers  $\langle 1123 \rangle$  et qu'elles étaient vis. Les observations de lignes de glissement au microscope optique ont montré que les plans de glissement sont bien  $\{1122\}$ .

Burr et Thomson (1965) ont observé les lignes de glissement sur des éprouvettes de traction cylindriques. L'orientation était caractérisée par  $0 < x_0 < 8^\circ$  et  $0 < \alpha_0 < 30^\circ$ . Trois températures d'essai ont été étudiées : 20, 77 et 293 K. Des lignes de glissement pyramidal de deuxième espèce ont été observées. Ce type de glissement, précédant le maclage, a été prédominant à la température ambiante pour une orientation bien déterminée ( $X_0 = 2^\circ; \alpha_0 = 18^\circ$ ); il a été rarement observé à 77 K pour l'orientation définie par  $X_0 = 0^\circ; \alpha_0 = 30^\circ$  et jamais à 20 K. Ce sont toujours les systèmes de facteur de Schmid élevé qui ont été observés.

Blish et Vreeland (1969) ont observé par piqûres et par topographie aux rayons X, des traces de glissement correspondant aux deux systèmes pyramidaux les plus excités. Ils ont remarqué que les bandes de glissement correspondant aux dislocations coins, c'est-à-dire observées sur une face parallèle aux vecteurs de Burgers, sont étroites et de longueur variable. Par contre, celles correspondant aux dislocations vis, observées sur une face perpendiculaire à la précédente, sont plus longues et de largeur constante. Yoshioda et Nagata (1968 a et b) ont réalisé des expériences de compression, à la température ambiante, sur des éprouvettes de zinc 99,99 % et d'orientation  $X_0 = 4^\circ$  et  $\alpha_0 = 26^\circ$ , en utilisant des vitesses de déformation comprises entre  $10^{-4}$  et  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup>. Ils ont observé des lignes de glissement basal et pyramidal.

Tapetado et Loretto (1974b) ont réalisé, à la température ambiante, des essais de traction et de compression pour un vaste domaine d'orientation :  $0 < X_0 < 15^\circ$  et  $\alpha_0$  variable. Ils ont observé que pour  $4^\circ < X_0 < 15^\circ$ , les éprouvettes présentaient une tendance au pliage d'autant plus grande que, pour une valeur de  $\alpha_0$  donnée, le rapport longueur sur diamètre de l'éprouvette était plus élevé. Pour  $X_0 < 4^\circ$ , il n'y a plus de pliage, mais glissement pyramidal mis en évidence par les lignes de glissement. Les auteurs ont, par ailleurs, montré que les courbes de déformation en glissement pyramidal étaient différentes en compression et en traction, la limite élastique étant quatre fois plus élevée en traction.

Jassby et Vreeland (1976 et 1977) ont suivi, à 77 et 294 K, le déplacement de dislocations pyramidales vis et coins sous l'effet d'un choc. Ce déplacement varie linéairement avec l'intensité de la percussion, avec une pente 1,5 fois plus forte pour les dislocations vis que pour les dislocations coins.

# B.6.b. <u>La force appliquée est perpendiculaire au plan de base ou voisine</u> de cette orientation

La littérature fournit un nombre limité de données obtenues dans cette orientation.

Stofel et Wood (1962) ont fait des essais de compression et de traction à 195 et 298 K. Leurs résultats conduisent à une contrainte résolue sur (1122) [1123] de 1,4 MPa à 298 K.

Adams, Blish et Vreeland (1967) ont tracé la courbe contrainte-déformation lors de la compression d'éprouvettes à la température ambiante. Ils obtiennent une limite élastique à 6,3 MPa (contrainte résolue 2,8 MPa) suivie d'un fort durcissement. Les traces de glissement révélées par figures d'attaque sur une face (1010) montrent que l'on a excité un ou deux systèmes pyramidaux. Les deux systèmes les plus observés correspondent aux plans  $\{11\overline{2}2\}$ qui sont normaux à la face d'observation, ce qui tend à prouver que la plupart des dislocations créées sont d'orientations coins.

En conclusion, l'étude bibliographique limitée ici au cas du zinc, montre que l'orientation de la contrainte doit répondre à des critères assez contraignants si l'on veut obtenir du glissement pyramidal. Néanmoins, si on se place dans de conditions favorables, la déformation obtenue peut être assez importante dans un vaste domaine de température.

Les caractéristiques du glissement pyramidal de deuxième espèce peuvent se résumer de la manière suivante, dans le cas où  $X_0$  est voisin de zéro :

- le glissement pyramidal se produit plus facilement en compression qu'en traction;
- le glissement débute par des bandes ou des lignes localisées qui envahissent ensuite toute l'éprouvette;

- les lignes de glissement correspondent à une fraction ou à la totalité des systèmes de facteur de Schmid maximal, pratiquement jamais aux systèmes de faible facteur de Schmid;
- à la température ambiante, la courbe de déformation présente un premier coude pour une contrainte comprise entre 3 et 16 MPa en compression et ensuite un palier compris entre 60 et 150 MPa suivant les expériences;
- l'écart entre les vitesses des dislocations vis et coin n'est pas suffisant pour permettre d'affirmer que seul un type de dislocation reste dans le cristal après déformation.

Dans le cas où  $X_0$  est voisin de 90°, la contrainte critique pour laquelle on observe un écart de la déformation à la linéarité semble plus faible que dans le cas précédent.

#### B.6.c. Influence d'une prédéformation pyramidale sur le glissement basal

Seuls quelques auteurs ont étudié l'influence d'une prédéformation pyramidale sur le glissement basal du zinc : Stofel et Wood (1962), Lavrentev et al. (1969, 1970, 1976), Nagata et Vreeland (1972), Michel (1975 et 1979).

Parmi des études parcellaires et des résultats quantitatifs peu précis, les travaux de Michel apparaissent les plus complets. Ils montrent que, dans le cas du zinc, la prédéformation pyramidale a pour principal effet d'augmenter notablement la contrainte critique du glissement basal. Celle-ci varie sensiblement comme la racine carrée de la densité de dislocations perçant le plan de base. La pente de la droite représentative croît lorsque la température diminue. Le taux de durcissement du stade I dépend peu de la prédéformation à 77 et 198 K. Par contre, à la température ambiante, il prend des valeurs négatives au début de la déformation (adoucissement). Michel (1979) a élaboré un modèle du durcissement par la forêt. Il consiste à calculer le spectre de dureté des différentes jonctions créées par les arbres et les dislocations basales, puis à déterminer la dureté équivalente que l'on attribue à toutes les jonctions et enfin à en déduire la contrainte critique du cristal. Ce modèle donne des résultats en bon accord avec l'expérience. L'adoucissement observé à la température ambiante est expliqué par un réarrangement de la forêt de dislocations pyramidales sous l'effet du glissement basal et de la température.

#### B.7. Le maclage du monocristal

Le maclage est un mode de déformation important dans les métaux de structure hexagonale compacte. Dans les monocristaux, le maclage est fréquemment observé lorsque le cristal est sollicité de manière telle que le glissement basal soit impossible. La déformation par maclage est rarement détaillée; aussi, bien que ce mode de déformation ne joue pas un rôle déterminant dans la suite de notre étude, nous avons été conduit à présenter une analyse bibliographique du maclage dans les cristaux hexagonaux en annexe (AIII).

Deux cristaux sont en position de maclage si de part et d'autre de leur plan commun, noté  $K_1$  et appelé plan de macle ou de composition, subsiste un réseau de maille multiple de celle qui leur est propre. Ceci implique des relations de symétrie ou de symétrie approchée entre les deux cristaux. On distingue, d'une manière générale, deux types de macles qui diffèrent par leur mode de formation : les macles de croissance, formées au cours de la recristal-lisation, avec des points stables, bords parallèles et droits, et les macles de déformation ou macles mécaniques, généralement de forme lenticulaire.

#### B.7.a. Eléments de maclage

D'une manière générale, le plan appelé plan de cisaillement, est coupé par le plan de macle  $K_1$ , qui lui est perpendiculaire, suivant la direction de cisaillement (fig. l.9.). L'intersection de la sphère unité avec le plan de cisaillement est un cercle. Le cisaillement transforme cette sphère en un ellipsoïde qui coupe la sphère suivant un cercle dans un plan  $K_2^*$ .

Le plan de macle  $K_1$  conserve sa forme et sa position au cours de la déformation. Il constitue un premier plan sans distorsion. Il existe, d'autre part, un second plan perpendiculaire au plan de cisaillement qui demeure inchangé après transformation. C'est le second plan sans distorsion dont la position initiale est  $K_2$  et la position finale  $K_2^*$ .

L'intersection du plan de cisaillement avec le plan  $K_2$  définit une direction  $n_2$  dont la longueur reste constante dans la déformation, sa position finale étant  $n_2^*$ .

Le cisaillement s est le déplacement subi par un point situé à la distance unité; il vaut :

 $s = 2 \cot g \phi$ 

 $\phi$  étant l'angle aigu que font entre eux les plans K<sub>1</sub> et K<sub>2</sub>. Le cisaillement ne doit altérer ni la symétrie du cristal ni les dimensions de la maille (ni même, en fait, les positions des atomes au sein de la maille). Ceci entraîne que l'on doit pouvoir définir trois vecteurs non coplanaires correspondant à des directions cristallographiques qui, dans la déformation, conservent longueur et angle mutuels. Ces vecteurs sont forcément contenus dans K<sub>1</sub> ou K<sub>2</sub>.

### B.7.b. Déformation par maclage

Soit un segment OL de longueur  $I_0$  qui se transforme au cours du maclage en OL' de longueur l (fig. l.10.). Soient x, y, z les coordonnées de L avec x sur n<sub>1</sub>, z perpendiculaire à K<sub>1</sub>; les coordonnées de L' sont dès lors : x + sz, y, z.

L'allongement est donc :

$$\frac{1}{l_0} = \sqrt{1 + \frac{s^2 z^2 + 2 szx}{x^2 + y^2 + z^2}}$$

Si on désigne par  $\chi$  et  $\lambda$  les angles que fait OL avec le plan  $K_1$  et la direction  $n_1,$  il vient :

$$x = I_0 \cos \lambda$$

$$z = I_0 \sin \chi$$
et 
$$I_1 = \sqrt{1 + 2 s \sin \chi \cos \lambda + s^2 \sin^2 \chi}$$

Les plans pour lesquels I = 1 sont définis par :  $\overline{I_0}$ 

2s sin  $\chi \cos \lambda + s^2 \sin^2 \chi = 0$ , ce qui entraîne :

 $\sin x = 0$ , ce qui correspond aux directions du plan K<sub>1</sub>

et  $\frac{\cos \lambda}{\sin \chi} = -\frac{s}{2}$ , ce qui correspond aux directions du plan K<sub>2</sub> sin  $\chi$  2 avant cisaillement. La plus grande déformation est relative à une direction du plan de cisaillement (perpendiculaire à  $K_1$  et  $K_2$ ) donc pour  $x = \lambda$ .

Pour avoir les extrema de 1 on écrit que :

# ۱<sub>0</sub>

 $\frac{d}{d_{\chi}}(\sin^2 \chi + s.\sin^2 \chi) = 0.$ c'est-à-dire, finalement tg  $2\chi = -\frac{2}{s}$ 

ce qui permet d'écrire :

$$\frac{1}{1_0} = \sqrt{\frac{1+1}{2} \cdot s \cdot (s + \sqrt{s^2 + 4})}$$

# B.7.c. Application au monocristal de zinc

Nous reportant à la figure 1.11., on voit que les éléments de maclage dans le zinc sont :

$$K_{1} = (10\overline{1}2)$$

$$n_{1} = [\overline{1}101]$$

$$K_{2} = (\overline{1}102)$$

$$n_{2} = [1\overline{1}01]$$

plan de cisaillement : (1120)

### En outre, on voit que :

s = 
$$\frac{AA^{1}}{AP}$$
 avec  $AA^{1} = 2.0P$  =  $\frac{3a^{2} - c^{2}}{\sqrt{3a^{2} + c^{2}}}$ 

$$AP = \frac{BA \cdot AD}{BD} = \frac{ac \sqrt{3}}{\sqrt{3a^2 + c^2}}$$

$$s = \frac{3a^2 - c^2}{ac \cdot \sqrt{3}} = \frac{3 - c}{\frac{a^2}{c \cdot \sqrt{3}}}$$

Or,  $\frac{c}{a} = 1,856$ . Il en résulte que s = 0,1386.



A noter que si 
$$\frac{c}{a} = \sqrt{3}$$
 (empilement de sphères dures), le

plan K, est un plan de symétrie.

s étant petit, on peut écrire :

 $\frac{1}{1_{0}} = \frac{1 + s}{2}$  $\frac{1}{1_{0}} = 1 + 0,07$  $\frac{1}{1_{0}}$ 

Le maclage entraîne donc, dans le cas du zinc une déformation de 7 %.

#### B.8. Pliage en genoux des métaux hexagonaux

Dans les métaux hexagonaux ayant un rapport c des axes

cristallographiques supérieur à 1,633 et déformés en compression, on observe des bandes de déformation très accusées qui font penser à un flambage local de l'éprouvette. Celle-ci ressemble alors effectivement à un genou plié (figure 1.12.). Ce mécanisme de déformation ne se produit que dans certains cas : l'ange entre l'axe de compression et le plan de glissement doit être compris entre 2,5 et 24°. En traction, des pliages sont obtenus si le plan de base est parallèle à l'axe. Dans la partie médiane du pliage, les plans de glissement sont restés rectilignes et parallèles et ont subi seulement une rotation par rapport à leur direction initiale. La désorientation croît au fur et à mesure que le pliage se développe. Cette partie médiane est raccordée aux parties non pliées du cristal par des régions où les plans de glissement ont subi une courbure continue (figure 1.12.). A l'échelle atomique, les pliages en genou semblent résulter du blocage des dislocations et de leur arrangement en parois plus ou moins régulières.



Fig. I.1







Fig. I.2. Empilement des plans (1122)



Fig. 1.3.

Relation entre le plan de glissement, la direction de glissement et l'axe de traction pour un cristal cylindrique.



Fig. 1.4. Zinc pur. Variation de la limite élastique en fonction du facteur de Schmid. (D'après Jillson).





Fig. 1.5.





Stades de la déformation par traction d'un monocristal.



Fig. 1.7.

Influence de la température de déformation sur la forme de la courbe de traction d'un monocristal de zinc.



Fig. 1.8.

Repérage de l'orientation d'un monocristal.



# Fig. 1.9. Eléments de maclage.









BU



# 11. DEFORMATION DES POLYCRISTAUX DE STRUCTURE HEXAGONALE COMPACTE

Dans la pratique courante, un métal ne se présente pas sous forme d'un cristal unique. Il est, au contraire, composé d'un ensemble de cristaux d'orientations différentes accolés les uns aux autres. Les grandes différences existant entre la déformation du monocristal et celle du polycristal ne proviennent pas uniquement du fait qu'il y a désorientation entre deux grains voisins, mais aussi de ce que cette désorientation se traduit par la présence de joints de grains, doués d'une certaine énergie, qui auront un effet important sur le développement des glissements.

Considérons le cas d'un agrégat cristallin soumis à une déformation extérieure donnée; chaque grain subit une déformation imposée, qui est formée de six composantes (Jaoul, 1965). La condition de conservation du volume réduit à cinq le nombre de paramètres. Il faut donc faire intervenir cinq systèmes de déformation pour assurer la déformation d'un grain pris dans un polycristal.

Cette condition, due à Von Mises (1928) et Taylor (1938), permet de prévoir, d'après ce qui a été vu pour les glissements dans les monocristaux, les possibilités de déformation par glissement dans les polycristaux. Si un métal possède moins de cinq systèmes de glissement possibles, le mécanisme de glissement ne peut pas permettre d'assurer la continuité d'une déformation imposée; ou bien un autre mécanisme, comme le maclage, doit intervenir, ou bien les fortes distorsions créées par le glissement entraînent une rupture rapide. Ceci permet de comprendre l'importance, dans le cas du zinc, du glissement pyramidal de seconde espèce qui, ainsi que nous l'avons déjà signalé, permet une plasticité tridimensionnelle. Pour un métal qui possède cinq systèmes de glissement définis, la déformation imposée peut être réalisée et l'on peut fixer l'amplitude du glissement sur chacun de ces cinq systèmes. Dans le cas d'un métal possédant plus de cinq systèmes de glissement, cas des métaux de structure cubique, plusieurs solutions sont possibles; il faut donc en choisir une. Pour ce faire, l'hypothèse la plus simple est de supposer que chaque grain est soumis à la même déformation que l'ensemble de l'échantillon; la continuité le long des joints est ainsi respectée, du point de vue plastique tout au moins. C'est l'hypothèse de base de Taylor.

Pour expliquer la déformation d'un polycristal et pour préciser la quantité totale de glissement nécessaire, Taylor (1938) a cherché à déterminer la répartition des glissements. Cette théorie est analysée par Jaoul (1965) ainsi que par Adda et al. (1979). Nous en retiendrons les idées de base.

Si  $\tau_i$  et dg<sub>i</sub> sont la cission et le glissement dans une direction, l'énergie dépensée pour la déformation d'un grain est :

la somme étant appliquée aux cinq systèmes actifs. Ce travail doit être égal à celui des forces extérieures, c'est-à-dire qui si  $\sigma$  est la contrainte appliquée et d l'allongement correspondant, on a :

$$\sigma \cdot d_{E} = \Sigma \tau | dg_{i} |$$

Une des hypothèses faites par Taylor est de supposer que la cission est la même dans toutes les directions de glissement, ce qui permet d'écrire la relation ci-dessus sous la forme :

$$\frac{\sigma}{\tau} = \frac{\Sigma \left| d_{gi} \right|}{d_{c}}$$
Taylor a cherché la combinaison de glissements donnant la valeur minimale de  $\Sigma |dg_i|$ ; cette solution doit être unique, puisque toutes les autres correspondraient à une valeur plus forte de  $\sigma$  et seraient donc atteintes avant la première. Taylor a considéré le cas d'un cristal cubique à faces centrées (douze systèmes de glissement). Une étude complète et complexe lui permet d'obtenir la valeur moyenne :

$$\begin{bmatrix} \Sigma | dg_i \\ - & \\ d \\ \epsilon \end{bmatrix}_m = 3,06$$

appelée coefficient de Taylor, qui relie l'allongement d'un polycristal à la somme des glissements qui se sont développés au cours de la déformation.

Mais lorsque l'on cherche à décrire le comportement plastique d'un polycristal, on se heurte à la difficulté d'exprimer correctement la manière dont la déformation d'un grain quelconque est influencée par les grains qui l'entourent. Taylor, on vient de le rappeler, a admis que chacun des grains subissait exactement la même déformation plastique que le matériau considéré dans son ensemble, et on sait aussi que cette théorie, comme d'ailleurs d'autres théories plus élaborées proposées plus récemment, ne conduit pas à des relations qui soient utilisables pratiquement dans les problèmes de plasticité macroscopique. En fait, la théorie de Taylor n'apparaît pas entièrement satisfaisante pour plusieurs raisons que nous résumerons succinctement.

a) Différentes observations micrographiques ont permis de montrer que la déformation du polycristal est nettement hétérogène, contrairement à ce qu'admet la théorie de Taylor; la déformation plastique apparaît d'abord dans un petit nombre de grains isolés où l'on observe un grand nombre de dislocations bien avant la limite élastique macroscopique (Suits et Chalmers, 1961), le nombre de grains déformés croissant progressivement à mesure qu'on augmente le niveau des contraintes.

11.3.

Autrement dit, en raison des valeurs variables d'un grain à un autre du facteur de Schmid, la déformation d'une éprouvette polycristalline est très hétérogène. Cependant, la déformation est continue à travers les joints, ce qui nécessite parfois des gradients de déformation très élevés. Les joints sont entourés, jusqu'à une certaine distance, de zones où la déformation est différente de celle du centre du grain. Le mécanisme de déformation propre des polycristaux est toujours le glissement multiple, surtout au voisinage des joints. L'existence de modes de déformation différents près des joints et au centre du grain a deux conséquences :

- les rotations du réseau sont différentes dans ces deux parties et conduisent à une fragmentation du grain (bandes de déformation, pliages);
- l'intérieur d'un gros grain est moins "dur" que celui d'un grain fin; parfois on y observe même du glissement simple.

En arrivant au voisinage d'un joint de grains, les lignes de glissement du système principal peuvent prendre plusieurs aspects :

- dans des conditions très particulières, elles peuvent traverser les joints en subissant simplement une déviation;
- lorsque les systèmes de glissement dans les deux grains n'ont aucune relation entre eux, les distorsions qui apparaissent près du joint déclenchent des glissements suivant les systèmes secondaires.

Il est difficile de déterminer le nombre de systèmes de glissement se développant effectivement à l'intérieur d'un grain, car on ne peut observer que les traces des plans de glissement. On observe généralement deux systèmes de lignes de glissement avec quelques traces sur un troisième plan. Cependant aucune règle générale ne peut être donnée. Très fréquemment, les systèmes de glissement actifs ne sont pas les mêmes dans les différentes parties d'un grain, chaque partie subissant l'influence du grain voisin. Le raccordement des différentes parties peut se faire grâce à des glissements déviés. Dans le cas des polycritaux de structure hexagonale à glissement basal dominant, la déformation plastique n'est possible que lorsque des mécanismes complémentaires interviennent : glissements secondaires, maclage, glissement intergranulaire.

- b) Si la théorie de Taylor correspondait à la réalité, deux polycristaux géométriquement semblables, qui ne différeraient entre eux que par la taille du grain (d), devraient avoir exactement le même comportement plastique; on sait que ce n'est pas le cas, et que la limite élastique suit une loi en d<sup>-1/2</sup> : la loi de Petch (Petch, 1953). Il existe donc, à la frontière des grains des phénomènes dont la théorie de Taylor ne tient pas compte.
- c) On sait que l'augmentation de la limite élastique associée à la loi de Petch s'explique par la formation d'empilements de dislocations aux joints des grains. Une déformation plastique amorcée dans un grain ne peut se transmettre au grain voisin que par l'intermédiaire de ces empilements de dislocations, qui augmentent les contraintes dans le deuxième grain et favorisent l'entrée en action des sources dans ce grain. Il semble bien, d'ailleurs, qu'un des aspects les plus importants de la plasticité du polycristal soit cette transmission de la déformation d'un grain à l'autre. (Worthington et Smith, 1964; Smith et Worthington, 1964).

Pour ces raisons, la théorie de Taylor est parfois éloignée de la réalité. Nous devons cependant en retenir que la déformation plastique du polycristal résulte de la superposition des mécanismes structuraux qui agissent dans le monocristal, c'est-à-dire la formation et le déplacement des dislocations, ces mécanismes étant toutefois modifiés :

- d'une part, par le fait que la transmission de la déformation d'un grain à un autre entraîne une augmentation du niveau des contraintes;
- et d'autre part, par le fait que la présence d'un grand nombre de grains d'orientations variées introduit une certaine isotropie des propriétés à l'échelon macroscopique.

En se fondant sur ces données structurales, Gouzou et D'Haeyer (1974) ont élaboré un schéma macroscopique conduisant à des calculs relativement simples. Dans ce cadre, ils admettent, d'une manière très générale, que :

- toute déformation plastique d'un polycristal résulte de la superposition de glissements plastiques sur un certain nombre de plans cristallographiques à haute densité;
- ces glissements font intervenir les mécanismes structuraux mis en jeu dans la déformation des monocristaux : génération et déplacement des dislocations;
- ce que l'on sait du comportement des dislocations dans les monocristaux reste valable dans les polycristaux, c'est-à-dire que la vitesse des dislocations est une fonction très rapidement croissante de la cission : il en résulte que, dans les polycristaux, les glissements plastiques se localiseront dans les plans cristallographiques correspondant aux contraintes de cisaillement les plus importantes, c'està-dire ceux situés à 45° des contraintes principales;

. . .

les joints de grains constituent une entrave non négligeable au déplacement des dislocations; on tiendra compte de cette entrave en utilisant, dans les calculs macroscopiques, des données relevées au cours d'essais sur le matériau polycristallin.

Nous analyserons ultérieurement les données qui peuvent être déduite de l'application du modèle Gouzou – D'Haeyer au cas des alliages du type zinc-cuivre-titane.

# A. <u>MECANISME DE LA DEFORMATION DES POLYCRISTAUX DE STRUC</u> TURE HEXAGONALE COMPACTE

Comme nous l'avons vu au chapitre précédent, les métaux hexagonaux pour lesquels le rapport  $\frac{c}{c}$  des paramètres cristallins est

assez grand, se déforment principalement par glissement sur le plan de base. Cependant, pour certains types de sollicitations ou certaines conditions de température, d'autres mécanismes peuvent intervenir : le glissement sur des plans pyramidaux, ou le maclage, ou le fluage intergranulaire.

Si l'on essaie de déformer un polycristal de zinc à basse température, on obtient rapidement la rupture, les mécanismes de déformation actifs dans ce cas, glissement basal et éventuellement maclage, ne pouvant pas satisfaire aux conditions imposées à chaque grain. Mais, à la température ambiante, le glissement pyramidal peut se produire si les contraintes appliquées sont suffisamment élevées. Néanmoins, on notera qu'il n'existe que trois orientations de plans pyramidaux de deuxième espèce et leur intervention est juste suffisante pour que les cinq conditions de von Mises puissent être remplies; en effet, il n'y a que deux systèmes de glissement basal indépendants. D'autre part, les orientations des plans ne sont pas toujours favorables, aussi peut-on voir apparaître le maclage dans certains grains, pour autant que leur taille ne soit pas trop petite (Ecob, 1981a et 1981b).

Cependant, ces mécanismes de glissement et de maclage ne suffisent pas encore à expliquer la déformation ainsi que le montre l'influence de la vitesse. A grande vitesse, les agrégats de cristaux de zinc sont peu capables de déformation et la rupture arrive rapidement; au contraire, à très faible vitesse, l'allongement peut être très grand. Il faut donc considérer qu'il intervient un phénomène activé thermiquement : l'élimination des dislocations empilées sur les joints. Le fluage intergranulaire peut donc être essentiel dans la déformabilité du zinc; son rôle peut même, à la limite, être plus important que celui du maclage, puisque ce dernier n'apparaît que pour des déformations d'autant plus grandes que la vitesse est plus faible et si la taille de grain n'est pas trop petite.

## A.1. Généralités sur la résistance des polycristaux

Il convient, au préalable, d'analyser l'influence des joints de grains sur la résistance mécanique. Cette analyse ne peut être que générale et macroscopique. Le problème de l'influence de la structure du joint de grain sur les caractéristiques mécaniques étant loin d'être résolu, même sur le plan strictement théorique, d'une manière générale (Ralph et al., 1980 et 1981; McLean, 1975) et dans le cas des métaux hexagonaux en particulier (Ecob, 1981; Kohler 1982). La déformation d'un grain faisant partie d'un agrégat n'est pas la même que celle d'un cristal pris isolément. De même, la cission créant le glissement dans un grain, n'est pas liée directement à la force appliquée : elle est également fonction des interactions entre grains voisins. En effet, les grains voisins, différemment orientés, tendent à se déformer différemment mais la nécessité de maintenir la cohésion entre grains voisins impose des restrictions à cette déformation.

Dans ces conditions, la relation entre la contrainte appliquée  $\sigma$  et la cission réduite dans le grain i ( $\tau_i$ ) devient :

 $\tau_{i} = (\sigma - \sigma_{i}) \sin \chi_{i} \cos \lambda_{i}$ 

 $\sigma_{j}$  étant la résultante, dans la direction de la sollicitation, des tensions créées par les inégalités de déformation des grains voisins. C'est ce que Kochendorfer (1941) a appelé la "consolidation de tensions". Pour atteindre la cission critique, il faudra donc exercer un effort plus grand que dans un monocristal : il faut vaincre la résistance des joints de grains. En réalité, le terme  $\sigma_{j}$  ne provient pas d'une résistance propre du joint, mais uniquement de la désorientation entre grains voisins (Chalmers, 1937).

D'une manière générale, les joints ont donc pour effet d'augmenter la résistance mécanique. Cela n'est cependant exact qu'à température relativement basse où les limites entre les grains peuvent être considérées comme des barrières rigides. A partir d'une certaine température, les défauts accumulés par la déformation peuvent s'éliminer par agitation thermique. Cette élimination des défauts peut se traduire par des déplacements des joints et, si la température est suffisante, par une recristallisation.

Si la température de déformation est assez élevée, ou la vitesse assez faible, ces mécanismes peuvent intervenir au cours de la déformation elle-même, modifiant ainsi, ou même pouvant annuler, les propriétés de consolidation du métal : on se trouve alors dans le domaine des déformations à chaud. La limite entre les déformations "à froid" et "à chaud" est, cependant, difficile à définir, car elle dépend non seulement de la température, mais aussi de la vitesse et de l'amplitude de la déformation. L'élimination des dislocations dans les joints entraîne une déformation qui a un caractère visqueux puisqu'elle est activée thermiquement; ce phénomène se traduit par une variation des propriétés mécaniques en fonction de la température. Ce mécanisme apparaît cependant progressivement et il est un domaine étendu dans lequel la déformation a les deux caractères : intracris-Ce n'est que lorsque ce dernier devient tallin et intergranulaire. prépondérant que nous considérons que la déformation a lieu "à chaud", la consolidation d'origine intercristalline devenant alors

Les métaux de structure hexagonale compacte présentent généralement peu de systèmes de glissement et la compatibilité de déformation des grains voisins est difficile à réaliser. Souvent, des déformations aux joints sont nécessaires; les propriétés de ces métaux doivent donc dépendre fortement de la température : ils sont effectivement fragiles à froid et leur résistance décroit rapidement quant la température croît.

négligeable.

a assez logiquement, une température de fusion assez basse. Il recristallise donc à basse température et les perturbations apportées par une déformation peuvent s'éliminer à température ambiante (dans le cas du métal pur). Il en résulte que le zinc est capable de se déformer facilement par fluage; la vitesse d'essai joue donc un grand rôle dans son étude. Nous verrons d'ailleurs que l'on peut définir une "vitesse de transition" pour laquelle le régime de déformation

Le zinc, étant caractérisé par un rapport  $\frac{c}{c}$  élevé, présente,

change. Cette vitesse de transition doit se rattacher à la notion d'équicohésion (résistance du joint = résistance du grain), car si, à vitesse donnée, il existe une température critique d'équicohésion au-dessus de laquelle le fluage aux joints devient appréciable, de même, à température donnée (dans un certain domaine de températures), il doit exister une vitesse critique d'équicohésion (Crussard, 1946; Jaoul, 1965).

## A.2. Limite d'élasticité des polycristaux

La limite d'élasticité d'un polycristal, qui correspond à la première déformation permanente mesurable, est une caractéristique très importante de sa déformabilité.

Avec la finesse des moyens d'observation actuels, on obtient des valeurs très faibles. La limite de microélasticité définie ainsi correspond à l'apparition de glissements dans quelques grains seulement. Elle est donc un peu supérieure à 2  $\tau_0$ , la limite d'élasticité du monocristal le mieux orienté,  $\tau_0$  étant la cission critique de ce dernier : c'est une conséquence de la loi de Schmid. La limite d'élasticité pratique, que l'on détermine sur les courbes de traction usuelles, correspond au moment où la déformation passe d'un grain aux grains voisins : la déformation apparaît dans pratiquement tous les grains. C'est la limite de macroélasticité ou limite macroscopique, qui peut dépendre de plusieurs facteurs, dont notamment, la taille de grains.

Les polycristaux de structure hexagonale ou de symétrie inférieure ont une limite d'élasticité mal définie à cause des déformations importantes aux joints pour accommoder la déformation des grains voisins, des tensions internes apparaissant du fait de l'anisotropie de dilatation, du fluage intergranulaire, etc. En l'absence de ces effets, la limite d'élasticité des métaux se déformant par glissement basal est plus nette et en général bien supérieure à la cission critique : la déformation amorcée dans un grain passe difficilement dans les grains voisins où les possibilités de glissement ne permettent pas d'accommoder les distorsions au voisinage des joints. Les métaux de structure hexagonale compacte qui se déforment par glissement non-basal ont des limites d'élasticité élevées qui sont très sensibles à la présence d'impuretés.

Revenons en au cas des métaux hexagonaux se déformant par glissement basal. Dans le domaine des grandes vitesses, la pente des courbes de traction est faible, de l'ordre du dixième du module élastique (la pente devient encore plus faible pour les éprouvettes à gros grains) mais la déformation est à peu près réversible tant que la déformation plastique n'a pas été atteinte. Il s'agit d'un domaine pseudoélastique ou microplastique. La contrainte limitant ce domaine n'est donc pas, à proprement parler, une limite élastique, mais une limite de proportionnalité.

On peut admettre que les glissements ne se développent ici que sur le plan de base des cristaux; les dislocations viennent s'empiler contre les joints et peuvent revenir en arrière si l'on relâche l'effort. La limite de proportionnalité n'est alors atteinte que quand la résistance des joints est vaincue. Aussi ces métaux devraientils suivre la loi de Petch : variation linéaire de la limite élastique en fonction de l'inverse de la racine carrée du diamètre moyen des grains. La figure II.1. rassemble quelques courbes de traction d'éprouvettes de zinc de diverses grosseurs de grains; la limite élastique décroit rapidement, quand le grain grossit et sa valeur peut être trouvée par la relation :

$$\sigma_0 = 1.6 + 0.4 d^{-1/2}$$

 $\sigma_0$ , limite élastique, étant exprimée en kg/mm<sup>2</sup> et la taille des grains d étant donnée en mm.

Il ne semble pas que la limite élastique varie beaucoup avec la vitesse de déformation si cette vitesse demeure élevée; cependant la gamme de vitesses couverte par les résultats de la littérature (Jaoul 1965, Adda et al. 1979) permet difficilement de l'affirmer. Quant à la température, on ne peut pas l'augmenter sans que les phénomènes de fluage apparaissent; à basse température, par contre, la limite élastique est élevée : dans l'azote liquide, la rupture est atteinte à 90 MPa avant qu'une déformation plastique ait lieu, la pente de la courbe restant toujours de l'ordre de E/10, ce qui confirme le caractère microplastique de la déformation.

Pour les faibles vitesses de traction (inférieures à la vitesse de transition définie par Jaoul (1965) :  $5.10^5$  Pa/sec, on observe une diminution de la pente de la portion linéaire (fig. 11.2.), d'autant plus importante que la vitesse est plus faible. Il intervient alors un fluage, par diffusion, dans les joints, des dislocations empilées et il devient difficile de définir une limite élastique, la déformation n'étant plus réversible. La courbe s'infléchit pour des tensions d'autant plus basses que la vitesse est plus faible : la limite de plasticité des polycritaux qui est de l'ordre de 38 MPa pour les vitesses élevées, tombe à 25 MPa pour des vitesses de mise en charge de 0,3 10<sup>4</sup> Pa/s. D'ailleurs, le zinc pur polycristallin subit déjà à la température ambiante, un fluage à vitesse constante sous une tension de 15 MPa.

## A.3. Forme des courbes de traction

Dans le cas du zinc pur, la forme de la courbe, est difficile à définir par suite de la présence de grands décrochements dus à la formation de macles se propageant à travers les grains (fig. II.2.). On remarque cependant, figure II.1., que ce phénomène ne se produit pas dans les éprouvettes à grains très fins. Cette observation a été confirmée et quantifiée récemment (Ecob, 1981; Ecob et Ralph, 1982).

La formation de ces macles entraîne une chute de la tension, qui est fonction de la rigidité de la machine; mais la remontée de la charge, au lieu de s'effectuer suivant une loi élastique, a une allure analogue à celle que l'on observe au début de la courbe. Ceci montre qu'une diminution de la consolidation a déjà pu intervenir pendant la baisse de la charge; on remarque d'ailleurs que la pente de la courbe pendant la remontée croît avec la vitesse d'allongement Ces décrochements correspondent à une déformation (fia. 11.2.). maximale de 0,5 %, mais ils apparaissent pour une tension qui ne semble pas dépendre de la vitesse : pour un assez grand nombre d'essais effectués sur des éprouvettes de même grosseur de grains, les décrochements ont lieu pour 90 + 3MPa, ce qui est aussi, on l'a déjà signalé, pour les mêmes échantillons, la tension de rupture à -196°C. Par contre, cette tension critique diminue rapidement quand la grosseur du grain croît et les éprouvettes à très gros grains peuvent présenter des macles sous des efforts très faibles. La contrainte nécessaire au glissement diminuant avec la vitesse d'allongement, la déformation plastique avant maclage peut varier considérablement (fig. 11.2.).

En-dessous de la vitesse de transition (vitesse pour laquelle il n'y a pas maclage), la courbe comprend, après la limite de proportionnalité, une portion parabolique s'étendant sur quelques pourcents d'allongement, puis une courbe de forme hyperbolique qui tend vers une asymptote correspondant à la contrainte nécessaire pour qu'il y ait fluage à la vitesse de traction imposée.

Cette asymptote est donc d'autant plus basse que la vitesse est plus faible; d'autre part, la formation de défauts étant compensée par l'annihilation d'autres défauts, le métal peut présenter de très grandes déformations avant rupture. Aux vitesses élevées, la forme de la première portion de la courbe est masquée par le maclage qui crée des décrochements jusqu'à un allongement de l'ordre de 2 %; au-delà, la courbe de traction peut être assimilée à une droite dont la pente est de l'ordre de 700 MPa, soit E/120. Cette droite se prolonge jusqu'à une rupture fragile qui intervient pour une contrainte de l'ordre de 150 MPa. Les caractéristiques du métal sont donc très différentes selon que l'on se trouve au-dessous ou au-dessus de la température de transition. Il convient d'insister sur le fait qu'au-delà de la limite d'élasticité, les éprouvettes de traction paraissent se déformer de manière homogène, à volume constant, l'augmentation de la contrainte avec l'allongement traduisant le durcissement par écrouissage du métal. Des mesures locales précises permettent cependant de constater que la déformation n'est uniformément répartie qu'en première approximation : des hétérogénéités plus ou moins grandes apparaissent tout le long de l'éprouvette; certaines disparaissent, d'autres s'accentuent et l'une d'elles sert finalement de point de départ pour la striction.

Pour l'étude des mécanismes de déformation, le point intéressant à connaître est, pour chaque stade de la déformation, le taux de consolidation  $\frac{d}{d\epsilon}$ . Pour suivre l'évolution des phénomènes, plusieurs chercheurs ont tenté d'adapter une fonction algébrique simple aux courbes contraintes - déformation obtenues à température et vitesse de déformation constantes. Parmi les relations proposées, on peut retenir :

> $\sigma = K \epsilon^{m} (\text{Hockett, 1967})$   $\sigma = \sigma_{0} + B \epsilon^{m} (\text{Hockett, 1967})$   $\sigma = A (B + \epsilon)^{m} (\text{Swift, 1952; Hockett, 1967})$   $\sigma = A - (A-B) \exp (-C \epsilon) (\text{Voce, 1948; Hockett, 1967})$   $\sigma = \sigma_{0} + B \{1 - \exp (-C \epsilon^{m})\} (\text{Sah et al, 1969})$  $\sigma = A \{1 - \exp (-C \epsilon^{mn})\} ^{1/n} (\text{Sah et al, 1969})$

où A, B, C, K,  $\sigma_0$ , m et n sont des "constantes" qui dépendent toutefois de la température et de la vitesse de déformation.

Le nombre imposant d'équations proposées montre à lui seul qu'aucune d'entre-elles ne donne entièrement satisfaction. Le reproche le plus important que l'on puisse faire aux trois premières fonctions est qu'elles sont continuellement croissantes. Les trois dernières, de forme exponentielle, sont mieux appropriées car elles conduisent à une contrainte stationnaire aux fortes déformations. Par conséquent, ces équations ne s'appliquent bien qu'à des matériaux ou des conditions de déformation qui ne donnent pas lieu à un pic marqué sur la courbe contrainte-déformation. L'exposant m est appelé coefficient d'écrouissage. Un seul jeu de paramètres ne permet pas, en général, de représenter l'ensemble de la courbe de traction, mais on peut décomposer le domaine de déformation en intervalles successifs à l'intérieur desquels l'une ou l'autre de ces relations s'applique. Il est, enfin, intéressant de noter que pour des métaux d'une structure donnée, le taux de consolidation ramené au module élastique a souvent une valeur indépendante de la température d'essai et de la nature du métal.

## A.4. Origine de l'écrouissage

Les propriétés d'un polycristal de zinc pur se trouvent donc très éloignées de celles du monocristal. On a vu, en effet, que ces derniers présentaient un cisaillement critique très faible alors que, dans le cas du polycristal, on arrive à des limites élastiques de plusieurs dizaines de MPa et à des consolidations qui se rapprochent de celles des métaux cubiques à faces centrées (Jaoul, 1965).

La présence de joints a donc un effet important, puisqu'elle peut multiplier la limite élastique du métal pur par un facteur 50 environ. Cela est lié au fait qu'à vitesse suffisamment grande où le fluage est éliminé, la déformation par développement d'un seul système n'est pas possible; il faut donc faire intervenir des glissements dans les plans pyramidaux. Les données de la littérature (Michel, 1979) montrent que la cission critique dans de tels plans pouvait atteindre 10 MPa; les limites de proportionnalité de 40 MPa pour les monocristaux purs à grains fins déformés à grande vitesse deviennent alors compréhensibles.

Au fur et à mesure que la contrainte augmente, les dislocations sur le plan de base viennent s'empiler contre les joints (partie de la courbe  $\sigma$  ( $\epsilon$ ) proportionnelle à faible module) et la vraie déformation plastique ne peut apparaître que si des glissements d'accommodation peuvent se développer sur les plans secondaires, ce qui nécessite une contrainte locale définie; il en résulte une variation de la limite élastique en fonction de la grosseur du grain suivant une loi analogue à celle des métaux cubiques centrés.

Si l'on admet que la poursuite de la déformation est fonction du développement du glissement secondaire, le maclage n'étant qu'un mécanisme accessoire, on conçoit qu'il puisse exister une consolidation rapide. Mais, le zinc ayant une température de fusion basse, cet écrouissage ne se maintient pas par suite de l'intervention rapide d'une restauration. Celle-ci, qui peut même intervenir au cours de la déformation, se traduit par des phénomènes de fluage qui viennent diminuer les caractéristiques mécaniques.

L'influence des éléments d'addition peut être, on le conçoit aisément, très importante dans ce contexte. Nous analyserons ultérieurement l'influence que peuvent avoir le cuivre et le titane sur les caractéristiques du zinc.

## A.5. Déformation à haute température

Les points analysés aux deux paragraphes précédents nous conduisent à prendre en considération les phénomènes associés à la déformation à haute température, c'est-à-dire à la déformation à des températures homologues supérieures à  $0.5 T_m$ . A ces températures, le durcissement d'écrouissage est, partiellement ou totalement, éliminé par un ensemble de processus activés thermiquement. Cet adoucissement, appelé restauration dynamique, et l'influence que la température exerce sur la contrainte d'écoulement seront passés en revue.

## A.5.a. Influence de la température sur la contrainte d'écoulement

Il est généralement admis que la contrainte d'écoulement résulte de la combinaison de deux contributions : l'une,  $\sigma_i$ , est indépendante de la température, tandis que l'autre,  $\sigma_T$ , est fonction de la température à laquelle on réalise la déformation. Ce point a déjà été signalé dans le chapitre consacré au monocristal. Diverses théories ont été proposées pour rendre compte de l'influence de la température qui est schématisée à la figure 11.3. (Weertman et Weertman, 1974).

L'interprétation de Seeger est fondée, d'une part, sur l'analyse de la contribution de la forêt de dislocations au durcissement total et, d'autre part, sur l'influence des fluctuations thermiques. Lorsque la contrainte appliquée n'est pas suffisamment élevée pour permettre le passage d'une dislocation à travers la forêt, une énergie supplémentaire  $\Delta H$  doit être fournie par les fluctuations thermiques pour permettre la poursuite de la déformation. La valeur de cette énergie supplémentaire est donnée par la relation suivante :

$$\Delta H = \Delta H_0 - V \sigma_{eff}$$

où  $\Delta H_0$  est la valeur de  $\Delta H$  lorsqu'aucune contrainte n'est appliquée,  $\sigma_{eff}$  est la contrainte effective qui sera précisée ci-dessous et V est un volume d'activation dont la valeur est donnée par :

$$V = I_0 db$$
.

Dans cette relation,  $I_0$  est la distance entre les arbres de la forêt, d la distance que la dislocation doit parcourir avant qu'un de ses segments ne coupe un arbre et b est le vecteur de Burgers de la dislocation. La contrainte effective vaut :

<sup>$$\sigma$$</sup>eff. =  $\sigma$  -  $\sigma$ b

où  $\sigma$  est la contrainte appliquée et  $\sigma_b$  la contrainte de rappel, produite par le champs de contraintes à longue distance associé aux dislocations. La valeur de  $\sigma_b$  est indépendante de la température.

La fréquence avec laquelle une dislocation coupe les arbres de la forêt est proportionnelle à  $\exp(\Delta H/kT)$ . Dans le cas d'un échantillon déformé à une vitesse de déformation constante  $\dot{\epsilon}$ , on peut écrire l'équation suivante :

$$\varepsilon = \varepsilon \exp \left(\frac{-\Delta H o}{kT}\right) \cdot \exp \left(\frac{V (\sigma - \sigma b)}{kT}\right)$$

où  $\dot{\epsilon}_0$  est une constante. Une transformation élémentaire de cette dernière relation donne :

$$\Delta Ho - kT \ln \frac{\varepsilon}{\varepsilon}$$

$$\sigma = \sigma_{b} + \frac{\varepsilon}{V}$$

équation qui permet de constater que la contrainte d'écoulement decroîtra lors d'une augmentation de température à condition que cette dernière appartienne à un domaine de températures dans lequel  $kT_{*}$ ln  $\stackrel{e}{\underline{\phantom{0}}}$  est inférieur à  $\Delta$  H<sub>0</sub>. Cette condition est remplie si la

température est inférieure à une certaine température critique  $T_{c1}$  (fig. II.3.).

Pour des températures plus élevées, kT in  $\frac{\tilde{\epsilon}}{\epsilon}$  peut avoir

une valeur supérieure à  $\Delta H_0$ ; dans ces conditions, les fluctuations thermiques sont à ce point importantes qu'une contrainte appliquée n'est pas nécessaire pour permettre l'intersection des arbres de la forêt. Dans ce domaine de températures, la tension appliquée ne doit vaincre que la tension de rappel. Jonas et al (1968) ont suggéré que les relations précédentes étaient également valables dans le domaine de températures où la contrainte d'écoulement décroît de nouveau lors d'une augmentation de température (fig. II.3. : au-delà de  $T_{c2}$ ). Dans ces conditions,  $\Delta H_o$ prend une nouvelle valeur égale à l'énergie d'auto-diffusion, ce qui rend compte de ce que la montée des dislocations est rapide pour les températures supérieures à  $T_{c2}$ .

La théorie de Hirsch du durcissement de déformation peut également être utilisée pour expliquer l'effet de la température sur la contrainte d'écoulement. Aux très basses températures, le durcissement du métal est expliqué par les mouvements conservatifs et nonconservatifs des crans. Lorsque l'on augmente la température, l'activation thermique influence, en premier lieu, les crans dont le mouvement est conservatif. Pour les températures supérieures à la température critique  $T_{c1}$ , la résistance de ces crans est essentiellement zéro, mais les fluctuations thermiques sont encore insuffisantes pour mouvoir les crans non-conservatifs, c'est-à-dire ceux qui laissent des dipôles et des défauts ponctuels dans leur sillage. Cette théorie considère qu'à des températures plus élevées, supérieures à  $T_{c2}$ , la contrainte d'écoulement restera fonction de la température du fait que les fluctuations d'origine thermique sont encore suffisantes pour permettre le mouvement des deux types de crans.

La contrainte critique de cisaillement résolue pour le glisbasal dans le zinc décroît presque linéairement avec sement de température jusqu'à une température critique l'augmentation pratiquement égale à la température ambiante (0,43 T<sub>m</sub>) et demeure ensuite constante jusqu'à environ 250°C (0,76  $T_m$ ). (Fahrenhorst et Gilman (1956a) a par ailleurs observé que la Schmid, 1930). contrainte critique de cisaillement résolue pour le glissement basal dans le zinc 99,999<sup>+</sup> % était indépendante de la température et de la vitesse de déformation entre  $182^{\circ}$  et  $407^{\circ}C$  (0,66 à 0,98 T ) pour des vitesses de déformation comprises entre  $3.10^{-6}$  et  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup>.

## A.5.b. Restauration dynamique

Quand un métal est déformé à une vitesse de déformation fixée et à des températures croissantes, le taux de durcissement de déformation décroît. Cette décroissance, qui est associée à l'apparition de la restauration dynamique, apparaît à une température seuil. La restauration dynamique semble ne pas avoir lieu aux températures inférieures à 0,25  $T_m$ ; aux températures supérieures à cette valeur, la restauration dynamique se manifeste et au-dessus de 0,5  $T_m$ , elle est influencée par des mécanismes contrôlés par la diffusion.

Dans le cas du zinc polycristallin, Risebrough (1965) a montré que le taux de durcissement de déformation décroît lorsque la température est supérieure à 178 K (0,26 T<sub>m</sub>), pour des vitesses de déformation comprises entre  $4.10^{-5}$  et  $4.10^{-3}$  s<sup>-1</sup>.

La restauration dynamique peut être incomplète; dans ce cas, la contrainte nécessaire à une déformation ultérieure continuera à augmenter avec la déformation mais le taux de durcissement de déformation diminuera.

Par contre, si la restauration dynamique est complète, un équilibre est atteint entre le durcissement de déformation et la restauration, ce qui conduit à une contrainte d'écoulement constante et donc à une vitesse de durcissement nulle. Cette situation se rencontre durant le fluage stationnaire et la déformation à chaud stationnaire. Dans ces deux cas, on peut considérer que l'on se trouve en présence d'une déformation durant laquelle il existe un équilibre entre les taux de création et de disparition des dislocations. Même si la densité générale de dislocations à l'intérieur d'un sous-grain et dans les sous-joints est constante, on peut s'attendre à des variations Il s'en suit que l'on peut considérer que la sous-structure locales. est continuellement détruite et réformée tout en conservant sa dimension moyenne d'équilibre. Le terme "repolygonisation" a d'ailleurs été suggéré par McQueen et al (1967) pour désigner ce processus.

## A.5.c. Mécanismes de la déformation à haute température

McLean (1966) résume bien les deux modèles théoriques de base qui ont été proposés pour rendre compte de ces mécanismes. L'un est fondé sur l'hypothèse que le facteur contrôlant la déformation à chaud se trouve dans la déformation elle-même. L'autre modèle fait l'hypothèse que le facteur contrôlant la déformation se trouve dans le recuit continu qui a lieu à la température de déformation. En fait, ces deux modèles ne peuvent pas être considérés isolément puisqu'il y a simultanément du glissement et de la restauration.

Le premier modèle considère qu'une énergie d'activation  $^{\Delta}H_{0}$  est nécessaire pour que les dislocations puissent vaincre les obstacles qui s'opposent à leurs mouvements. Les diverses équations, déduites de ce modèles, sont obtenues en appliquant au glissement la théorie des vitesses de réactions. Si l'on considère que le champs de contraintes à longue distance associé aux dislocations se traduit par une contrainte de rappel qui réduit l'efficacité de la contrainte appliquée en diminuant l'énergie d'activation, la vitesse de déformation est donnée par la relation ci-dessous que nous avons déjà rencontrée précédemment :

 $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_{0} \exp \left(\frac{-\Delta H_{0}}{kT}\right) \cdot \exp \frac{V(\sigma - \sigma b)}{kT}$ 

Les obstacles au glissement peuvent être considérés comme provenant de l'interaction des dislocations vis avec la forêt de dislocations. Ces interactions entraînent la formation de crans sur les dislocations vis en mouvement. Ces crans ont une orientation coin; il en résulte qu'ils doivent monter, au cours de la déformation, lorsque les dislocations vis glissent. Il est, par ailleurs, généralement admis que la montée ne crée que des lacunes, car l'énergie de formation de ces dernières est inférieure à celle des interstitiels. Mott (1956), en faisant l'hypothèse que la contrainte appliquée  $\sigma$  réduit l'énergie d'activation d'auto-diffusion  $\Delta$  H d'une grandeur  $\lambda$  b<sup>2</sup> où  $\lambda$  est la distance entre crans et b le vecteur de Burgers, a pu proposer la formule :

$$\epsilon = C_1 \exp(\frac{\lambda b^2 \sigma}{kT})$$
 .  $\exp(-\Delta Hsd)$   
kT kT

Les dislocations disposent de deux possibilités pour éviter, durant la déformation, les obstacles à leur mouvement : le glissement dévié et la montée. Schoeck et Seeger (1955) ont suggéré que, dans les métaux de structure hexagonale compacte notamment, les dislocations vis dissociées peuvent faire du glissement dévié lorsque l'activation thermique leur a permis de recombiner les partielles.

Une contrainte réduit l'énergie d'activation en diminuant la longueur du segment recombiné nécessaire pour le glissement dévié. En outre, plus l'énergie de défaut d'empilement du métal est grande, plus faible sera l'énergie d'activation nécessaire à la recombinaison des partielles. Il en résulte que le glissement dévié doit être, d'une manière générale, aisé dans le zinc. Nous avons déjà vu que la possibilité de glissement dévié dans le stade III de la déformation du monocristal de zinc avait été suggérée par Bocek et Kaska (1964). Depuis lors, différents travaux ont suggéré que le glissement dévié soit le mécanisme principal de restauration pour des températures inférieures à 0,4 - 0,5 T<sub>f</sub> (Gagnon, 1968). Cependant, ce mécanisme ne peut conduire qu'à une restauration partielle, puisque les composantes coins des dislocations ne sont pas éliminées par glissement dévié. La restauration complète ne peut être observée qu'à une température plus élevée, lorsque la montée des composantes coins peut se faire à une vitesse raisonnable.

Tegart et Sherby (1958) ont suggéré que des dislocations sessiles peuvent se former dans les métaux polycristallins de structure hexagonale par interaction entre glissements basal et non-basal. Price (1960) pense que la montée des boucles prismatiques, produites par glissement pyramidal, se fait aisément dans le zinc à la tem-Seeger et Träuble (1960) ont confirmé que la pérature ambiante. montée des dislocations coins est un processus fondamental pour la restauration du zinc. Il y a, par ailleurs, des arguments théoriques sérieux qui suggèrent que plus l'énergie de défaut d'empilement est importante, plus grande est la vitesse de montée des dislocations coins (Mc Lean, 1966). Ceci provient de ce que l'énergie des crans est faible dans un métal à énergie de défaut d'empilement élevée et, par conséquent, la séparation entre crans est réduite. S'il y a suffisamment de lacunes, la vitesse de montée sera grande (Hirth et Lothe, 1968).

Stüwe (1965) a suggéré un modèle pour la déformation à chaud dans lequel les dislocations sont créées à l'intérieur des sousgrains. Le glissement dévié et la montée assistent les composantes vis et coins qui se déplacent vers le sous-joints, où elles sont annihilées par combinaison avec des dislocations de signe opposé provenant des sous-grains adjacents. La montée est favorisée par la présence de lacunes créées durant la déformation, par exemple celles créées lors du mouvement des dislocations vis crantées.

La combinaison de ces deux modèles de base conduit Mc Lean (1966) à proposer un modèle selon lequel les processus de restauration, fortement influencés par la température et la vitesse de déformation, se manifestent simultanément au durcissement de déformation. Dans ces conditions, Mc Lean écrit :

$$e^{\epsilon} = \frac{r}{h}$$

avec r : coefficient de restauration =  $\frac{\delta \sigma}{\delta T}$ 

h : coefficient de durcissement par déformation =  $\frac{\delta \sigma}{\delta \epsilon}$ 

Ce modèle a été appliqué avec succès dans certains problèmes de fluage, y compris le fluage du zinc pur (Wégria et al., 1971). Puisqu'il fait intervenir la vitesse de déformation, il n'y a, en principe, aucune raison qu'il ne puisse être appliqué au cas plus général de la déformation à chaud.

Les diverses équations de déformation vues dans ce paragraphe contiennent, soit un paramètre structural explicite, soit une constante qui est reliée d'une certaine manière à la structure. Un certain nombre de définitions ont été proposées pour ce paramètre (Gagnon, 1968). Trozera et al (1957) ont suggéré que la structure est uniquement définie par la déformation et le paramètre Z de Zener et Hollomon (1944) :

$$Z = \varepsilon \exp \frac{\Delta H}{RT}$$

où  $\triangle$ H peut être une fonction de la contrainte, mais pas de la température. Cette définition implique qu'à déformation donnée, la structure est inchangée pour toute combinaison de  $\hat{\epsilon}$  et T conduisant à une valeur constante de Z. Ces résultats trouvent une confirmation dans les travaux antérieurs de Sherby et Dorn (1954). L'invariance de la structure a été vérifiée par des essais de traction, de la métallographie et des observations aux rayons X.

Il nous paraît important d'insister, dès maintenant, sur le point suivant. Dans le cadre de la déformation à chaud, un aspect important pour la pratique industrielle est l'établissement des paramètres d'écoulement (et donc des variables opératoires vitesse et température) qui conduiront à la ductilité maximale pour une composition donnée. Néanmoins, la composition est généralement fixée sur des bases autres que la déformation à chaud. Par ailleurs, la ductilité est intimement reliée à des changements de structure ayant lieu durant la déformation. Par conséquent, la vitesse à laquelle une déformation donnée peut être imposée sera déterminée par la vitesse de restauration durant la déformation. La connaissance des changements structuraux intervenant durant la déformation à chaud permettrait par conséquent la détermination de la structure originale et des conditions opératoires conduisant à la ductilité maximale. Ce travail doit être fait pour chaque métal; il est en effet impossible d'avancer une théorie générale à cause de l'influence déterminante des impuretés et des éléments d'alliages sur la présence de secondes phases et sur la vitesse de restauration.

La situation se complique encore du fait que dans le cas des alliages déformés aux vitesses de déformation plus élevées de la pratique industrielle, on peut observer, en fonction de la composition de l'alliage et de la présence de secondes phases, le phénomène de recristallisation dynamique. Si l'on considère les trois mécanismes les plus importants avancés pour rendre compte de la recristallisation : croissance des cellules de déformation, courbure des joints de grains initiaux et coalescence de sous-grains, on s'attendrait à ce que le taux de recristallisation dynamique décroisse avec l'augmentation de la vitesse de déformation : la probabilité d'activation thermique diminue. En effet, chacun des trois mécanismes de nucléation et croissance de la recristallisation dynamique requiert la "formation" d'un nouveau grain avant que la déformation n'introduise un nombre substantiel de nouvelles dislocations. Lorsque la vitesse de déformation augmente, la vitesse de création des dislocations augmente; la possibilité de recristallisation dynamique devrait par conséquent diminuer. Ceci implique que l'augmentation du taux de création des lacunes et de glissement dévié n'est pas compensé par une diminution de temps nécessaire à la formation d'un nouveau grain et que l'influence de la contrainte sur la vitesse de recristallisation n'est pas plus importante que sur la vitesse de restauration. Cependant, si pour une vitesse de déformation donnée, la déformation totale est augmentée, la recristallisation peut apparaître après une déformation critique, parce que la différence d'énergie de distorsion de chaque côté des joints peut devenir suffisamment élevée pour permettre l'intervention accélérée d'un mécanisme de recristallisation. Dans ces conditions, on peut s'attendre à ce que la déformation critique pour la recristalliation dynamique augmente avec la vitesse de déformation.

La possibilité de recristallisation dépend de la rapidité d'élimination de l'énergie de déformation par restauration. Les métaux dans lesquels le glissement dévié et la montée sont faciles ont une tendance moins marquée pour la recristallisation dynamique ou statique. Il est clair que la restauration dynamique est le processus de restauration dans certains métaux tandis que la recristallisation dynamique est le processus de restauration dans d'autres métaux. L'énergie de défaut d'empilement est un paramètre important dans ce cadre.

## A.6. Maclage des polycristaux

Pour analyser brièvement l'intervention du maclage dans la déformation d'un polycristal, il convient de tenir compte de ses caractéristiques essentielles qui peuvent être résumées de la manière suivante :

- le maclage est un processus discontinu qui amène une déformation localisée faible (7 % dans le zinc).
- Une macle se forme sous l'action d'une contrainte élevée; elle s'agrandit sous l'action d'une contrainte sensiblement plus faible.
  - L'apparition de macles est généralement précédée par des glissements sur un ou plusieurs systèmes, et il y a des orientations pour lesquelles le maclage ne se produit pas.
  - Le mécanisme de pôles, analysé à l'annexe III, paraît le mieux adapté pour rendre compte des observations expérimentales faites dans l'étude du maclage du zinc.

A la lumière de ces propriétés, on peut considérer, d'une manière très schématique, que la déformation d'un polycristal de zinc se produit de la manière suivante : certains grains sont orientés par rapport aux contraintes appliquées de manière favorable, c'est-à-dire de telle sorte que le glissement est possible sur les systèmes existants. Ces grains se déforment alors normalement suivant les mécanismes classiques basés sur les mouvements de dislocations.

Certains grains sont mal orientés par rapport aux contraintes appliquées, soit au début de la déformation soit après une certaine quantité de déformation. Il se produit alors des concentrations de contraintes qui vont provoquer la germination de macles. Celles-ci grossissent et atteignent une certaine taille, fonction de la grosseur des grains et des obstacles qu'elles rencontrent lors de leur croissance.

Ces macles participent à la déformation de deux manières simultanées :

lors de la formation d'une couche monoatomique maclée, le réseau se déforme d'une quantité constante, fonction du cisaillement suivant la formule déjà vue :

$$\frac{l}{l_0} = 1 + \frac{s}{2}$$

Quand une dislocation du réseau non maclé rencontre un joint de macle cohérent, elle s'incorpore à la macle en créant cette déformation  $\frac{s}{2}$  et, de plus, la dislocation qui ne participait pas au

glissement devient, dans la macle, une dislocation glissile qui va contribuer, par ses déplacements, à la déformation du grain.

Le maclage déforme donc le réseau localement et rend glissiles des dislocations qui ne l'étaient pas.

# B. <u>MICROPLASTICITE, A LA TEMPERATURE AMBIANTE, DU ZINC PUR</u> POLYCRISTALLIN

Les considérations qui viennent d'être développées suggèrent que, lorsqu'on analyse la courbe d'un essai de traction relevée à l'aide d'une machine classique, le passage de l'état élastique à l'état plastique se fait d'une manière plutôt brutale. Cette constatation expérimentale conduit à penser qu'il existe une frontière naturelle assez nette entre ces deux états. Depuis, quelques années, on se rend compte que les phénomènes ne sont pas si simples, et qu'il est impossible que le métal passe brusquement de l'état élastique à l'état plastique (Gouzou, 1969). Les techniques expérimentales se sont affinées et on a pu observer, bien avant la déformation plastique, des déformations anélastiques et microplastiques. La déformation plastique macroscopique observée dans l'essai de traction classique est, en fait, préparée par d'autres phénomènes dont elle est l'aboutissement. 11 n'existe pas, à proprement parler, de point de transition entre l'état élastique et l'état plastique, mais une zone de transition relativement étendue.

L'étude de la microplasticité présente un intérêt considérable parce qu'elle donne des informations nouvelles sur les mécanismes structuraux mis en jeu dans la déformation plastique, en particulier, sur la mobilité des dislocations et sur leurs processus de multiplication. D'une manière générale, on peut espérer que ces informations permettront de mieux aborder un certain nombre de problèmes pratiques tels que amélioration d'alliages à résistance mécanique élevée et mise à forme.

L'étude des microdéformations du zinc pur a été entreprise par plusieurs chercheurs; ces travaux envisagent essentiellement l'analyse de la mobilité des dislocations dans des monocristaux préparés et orientés de manière à pouvoir étudier des systèmes de glissement bien définis (Roberts, 1960; Roberts et Brown, 1960; Tinder, 1965; Adams et al., 1967b, Pope et al, 1967; Blish et Vreeland 1968 et 1969; Adams, 1968; Yurasova et al, 1965; Lavrentyev et al., 1966 et 1968; Lavrentyev et Salita, 1968). Les résultats sont obtenus par l'observation, soit de piqûres de corrosion, soit de la croissance des bandes de glissement, lorsque les monocristaux sont soumis à des impulsions de contrainte d'intensité et de durée contrôlées. Les données recueillies de cette manière sont certainement très intéressantes du point de vue connaissance fondamentale du métal. Toutefois, dans l'optique plus pratique définie, il était indispensable d'étendre ces recherches au cas du zinc polycritallin (Wégria et Gouzou, 1970; Gouzou et al., 1971).

## B.1. Méthode expérimentale

La machine d'essais utilisée a été construite spécialement en vue des mesures de microdéformations (Gouzou, 1965). C'est une machine de traction monoaxée, à poids, qui permet d'appliquer une charge connue à une éprouvette dont on peut mesurer les déformations à tout instant de l'essai.

L'effort de traction est exercé par une cuve cylindrique plus ou moins remplie d'eau. A l'aide de ce dispositif, il est possible d'appliquer à l'éprouvette une charge croissant linéairement, par un écoulement d'eau à débit constant. Il est aussi possible de faire des essais à tension constante en chargement d'abord la cuve jusqu'au niveau voulu et en appliquant ensuite rapidement la charge à l'éprouvette.

L'allongement de l'éprouvette se mesure à l'aide d'un extensomètre dont la base de mesure est 100 mm et dont la tête de mesure est un comparateur à ruban torsadé, donnant une réponse parfaitement linéaire et gradué au micron. Pendant un essai, on photographie simultanément le comparateur et un chronomètre au dixième ou au centième de seconde, à intervalles de temps égaux, à l'aide d'une caméra 16 mm. Les lectures se font directement sur le film, en évaluant le dixième de division. Ce mode de mesure et d'enregistrement conduit à une sensibilité de  $10^{-6}$ .

La charge appliquée par la machine à poids ne dépend pas de la vitesse de déformation de l'éprouvette, contrairement à ce qui se passe dans l'essai de traction classique. Autrement dit, cette technique, où l'on impose do constant, est très différente de l'essai

dt

habituel où l'on impose d $\varepsilon$  constant.

dt

La mesure des microdéformations permet de mettre en évidence des mécanismes structuraux qui sont invisibles dans l'essai de traction classique. La qualité des informations obtenues dans l'essai de microdéformation est due à la fois au mode de mise en charge de l'éprouvette, à la sensibilité de l'extensomètre, et enfin à un ensemble de précautions expérimentales qui en font un essai d'exécution relativement difficile.

La figure II.4. montre une courbe de microplasticité du zinc. L'analyse de cette courbe révèle que les microdéformations apparaissent dès le début de l'essai et que leur évolution obéit à une loi parabolique (Wégria et Gouzou, 1970). Il faut noter dès maintenant que ce processus de microdéformation est nettement différent de celui mis en évidence dans le cas du fer et de ses alliages (Gouzou, 1969, 1965, 1967; Gouzou et Dorlot, 1966). En effet, dans ce dernier cas, la courbe de microplasticité peut être divisée en trois stades :

zone élastique "pure"

- zone des microdéformations linéaires

- zone des microdéformations paraboliques.

En fait, les différences entre les courbes de traction conventionnelles, relatives aux métaux de structure cubique centrée et de structure hexagonale compacte permettent de comprendre, à posteriori, les différences de comportement microplastiques. Les raisons fondamentales de cette différence doivent être recherchées dans :

- la symétrie de déformation qui existe dans les métaux de structure cubique alors qu'elle est absente dans les métaux de structure hexagonale;
- l'émissivité des sources de dislocations et le rôle de la forêt de dislocations, qui sont différents;
- la mobilité propre des dislocations qui est différente.

Pour en revenir au cas du zinc polycristallin, la microdéformation obéit donc à une loi parabolique. Pour caractériser une telle courbe, nous avons choisi le paramètre d<sup>2</sup>  $\varepsilon$  p, grandeur qui

d  $\sigma^2$ 

définit la courbure de la parabole. Plus ce nombre est élevé, plus vite la parabole se redresse et, par conséquent, moins l'alliage est résistant ( ɛp désigne la microdéformation plastique, c'est-à-dire la microdéformation mesurée dont on a soustrait la contribution élastique).

#### B.2. Résultats expérimentaux

Nous avons réalisés des essais de microplasticité sur des éprouvettes de zinc pur polycristallin. Ces éprouvettes ont été obtenues par laminage à la température ambiante. La microdéformation a été réalisée dans les conditions expérimentales suivantes :

température : 20°C

vitesse de mise en charge :  $0,8 \ 10^{-2} \text{ MPa s}^{-1}$ .

Dans ces conditions, on a obtenu la valeur moyenne suivante :

$$\frac{d^2 \epsilon p}{d \sigma^2} = 3,309 \ 10^{-4}$$

Bien que nous ayons également réalisé des mesures sur des alliages faiblement alliés (Wégria et Gouzou, 1970) nous ne les reprenons pas ici car ces résultats n'apportent pas d'éléments importants dans le cadre de la déformation par pliage.

## B.3. Signification physique d'une loi parabolique de microdéformation

Brown et Luckens (1961) semblent avoir été les premiers à observer l'existence d'une loi parabolique des microdéformations dans le fer polycristallin. Ce type de loi parabolique a été observé ultérieurement dans de nombreux autres métaux et alliages (Gouzou, 1967).

Suits et Chalmers (1961) ont examiné des éprouvettes de Fe-3,25 % Si à différents stades de la microdéformation, en utilisant une technique de piqûres de corrosion destinées à révéler l'emplacement des dislocations, et ont observé que le nombre de grains déformés croissait avec la tension appliquée. Cette observation a été confirmée par d'autres chercheurs. Il est donc raisonnable d'admettre que les microdéformations paraboliques sont liées à l'entrée en action progressive d'un mécanisme générateur de dislocations. Trois théories ont été proposées pour expliquer ces microdéformations, dans le cas du fer polycristallin.

 Brown et Luckens (1961) ont appliqué la théorie de Cottrell (1950) qui admet qu'un petit nombre de dislocations à l'intérieur des grains sont libérées de leurs nuages d'atomes interstitiels et deviennent autant de sources de Frank-Read. Ces sources émettent des dislocations qui traversent librement le grain et viennent s'accumuler en frontière de celui-ci. La formation progressive de ces empilements de dislocations donne naissance à des contraintes antagonistes qui ralentissent, puis arrêtent l'action des sources de Frank-Read, et la microdéforamtion tend vers un état d'équilibre. Le traitement mathématique de cette idée conduit à une relation qui donne une description quantitative des microdéformations dans laquelle :

- la tension à mettre en oeuvre pour faire apparaître les microdéformations est indépendante des dimensions du grain;
- les microdéformations croissent suivant une loi parabolique lorsqu'on augmente la tension appliquée;
- pour une même tension appliquée, les microdéformations sont proportionnelles au cube du diamètre du grain.
- 2) Gouzou et Dorlot (1966) ont proposé une théorie axée sur la génération des dislocations aux joints de grain. Cette théorie, qui permet d'expliquer une loi parabolique d'ordre 2, comme celle de Brown et Luckens (1961), a été étendue et elle conduit à une relation unique pour décrire les microdéformations, depuis le début de la loi parabolique jusqu'aux macrodéformations (Gouzou, 1967b).
- 3) Enfin, Man et al. (1967) ont proposé une théorie de la microdéformation s'étendant au-delà de la loi parabolique d'ordre 2.

De cette brève analyse, nous retiendrons donc que les microdéformations paraboliques sont liées à l'entrée en action progressive d'un mécanisme générateur de dislocations.

## B.4. Mécanisme de déformation du zinc polycristallin pur

Le déplacement des dislocations est un phénomène activé thermiquement, et il faut donc s'attendre à ce que les microdéformations soient fonction de la vitesse de déformation et de la température d'essai. Dans ce qui suit, nous laissons de côté l'action de ces deux facteurs. En d'autres termes, nous supposons que la machine d'essais est suffisamment lente et que la température n'est pas trop basse. Dans ces conditions, on peut raisonnablement admettre que les déplacements de dislocations sont rapides, et que celles-ci sont en équilibre à tout instant avec les forces extérieures. Si cette approximation est admissible pour un essai lent effectué à la température ambiante, il est bien certain qu'elle est insuffisante pour une déformation rapide à basse température.

Il est évident, suite à ce qui a été dit précédemment, que toute l'interprétation repose sur l'examen du fonctionnement d'une source de dislocations dans un essai au cours duquel la tension appliquée à l'éprouvette croît suivant une loi linéaire.

#### B.4.a. Fonctionnement d'une source de dislocations

L'étude du fonctionnement de la source de dislocations se fonde sur les hypothèses suivantes :

- nous admettons que la loi parabolique de microdéformation est liée à l'entrée en action progressive d'un mécanisme générateur de dislocations. Cette hypothèse est conforme aux observations expérimentales rappelées précédemment;
- nous considérons le cas d'un polycristal dont la grosseur de grain est raisonnablement homogène, et nous supposons que les dislocations sont engendrées aux joints de grains;

 nous admettons qu'un seul et même phénomène intervient depuis
 le début des microdéformations jusqu'aux macrodéformations.
 Cette hypothèse se justifie par le fait qu'on n'observe pas d'accident sur les courbes expérimentales.

Tous les essais de cette étude ont été commencés à tension nulle. La tension appliquée à l'éprouvette a été augmentée selon une loi linéaire; la contrainte dans un plan à 45° est donc, au temps t :

 $\tau = k_1 \cdot t \quad (II-1)$ 

Il est bien évident, que dans un échantillon polycritallin, toutes les sources de dislocations ne sont pas équivalentes; certaines de ces sources entrent en action pour des contraintes inférieures à celles requises pour le fonctionnement d'autres sources. Nous supposons que la première source entre en action pour une tension  $\sigma_1$  qui correspond à une cission  $\tau_1 = -\frac{\sigma_1}{1}$  qui comprend les composantes

suivantes :

a) la contrainte nécessaire au déplacement des dislocations émises, déplacement qui se produit à une vitesse correspondant à celle imposée par la loi de mise en charge de l'échantillon. Diverses observations (Gouzou, 1969) montrent que la vitesse de déplacement v d'une dislocation est liée à la cission appliquée  $\tau_v$  par une relation du type :

$$\mathbf{v} = \begin{bmatrix} \frac{\tau}{v} \\ \frac{\tau}{u} \end{bmatrix}^{m}$$
(11-2)

 $\tau_{u}$  étant la contrainte à mettre en oeuvre pour déplacer la dislocation à la vitesse unitaire et l'exposant m étant fonction du métal et de la température d'essai.

- b) La contrainte qui équilibre la contrainte antagoniste  $\tau_r$  due au joint vers lequel la dislocation émise se dirige. Dans l'estimation de cette contrainte, il faut tenir compte de ce que :
  - toute dislocation émise par la source est soumise, de la part du joint vers lequel elle se dirige, à une contrainte répulsive égale à (Gouzou, 1969) :

Gb

4π(1-ν) (d-u<sub>i</sub>)

(11 - 3)

avec G : module d'élasticité transversal

b : vecteur de Burgers de la dislocation

- v : coefficient de Poisson
- d : diamètre du grain
- u: distance parcourue par la dislocation depuis la source qui l'a émise.
- Toute dislocation émise par la source est soumise de la part des dislocations émises précédemment par la même source, à une contrainte égale à (Gouzou, 1969) :

Toute dislocation émise par la source exerce sur celle-ci une contrainte antagoniste qui se soustrait de la contrainte appliquée (Gouzou, 1969) :

Pour appliquer les relations (II-1) à (II-5) au cas du zinc pur, nous avons tenu compte, d'une part, des conditions expérimentales dans lesquelles nos essais ont été réalisés et, d'autre part, des résultats obtenus par Adams et al (1965, 1967) :

- $k_1 = 0,845 \ 10^{-2} \ MPa.s^{-1}$ , ce qui correspond à une augmentation de contrainte tangentielle d'environ  $5.10^{-3}$  MPa s<sup>-1</sup>
- m = 5 (déterminé par la mesure des placements de figures d'attaque)

 $\tau_{\rm u} = 3,5 \ 10^{-2} \ \text{MPa}$ G = 3,792 \ 10<sup>4</sup> \ MPa

- $b = 2,66 \ 10^{-10} \ m$
- v = 0.29
- d = 20 µm (déterminé par microscopie optique).

Le traitement numérique des relations (II-1) à (II-5) dans lesquelles on introduit les valeurs définies ci-dessus permet de se rendre compte du schéma d'émission des dislocations par une source. La figure II-5 reproduit les résultats des calculs; dans cette figure n est le nombre de dislocations émises par la La figure II-6 reprend ces résultats sous une autre source. On a porté, en ordonnées, la somme des déplacements forme. des dislocations émises lorsque la contrainte atteint une valeur déterminée reprise en abscisses. Cette figure montre que la somme des distances parcourues par les dislocations émises par une source croît en suivant une loi du type :

$$\Sigma u_{i} = K_{1} (\sigma - \sigma_{1})^{0,73}$$
 (11-6)

 $\sigma_{1}$  étant la tension correspondant au moment où la source entre en fonctionnement et K1 étant une constante qu'il faut déterminer.

#### B.4.b. Evaluation de la valeur de K<sub>1</sub>

Pour des raisons de facilité de calculs, nous remplaçons la relation (II-6) par :

$$\Sigma u_i = K_1 (\sigma - \sigma_1)^{3/4}$$
 (11-7).
La détermination de la valeur de K<sub>1</sub> nécessite l'examen détaillé du problème de l'état de contrainte au voisinage de la source au moment de l'émission des dislocations.

## B.4.b.1. Emission de la première dislocation

Au moment de l'émission de la première dislocation, la contrainte tangentielle appliquée à la source vaut  $\tau_1 = \frac{1}{2} \sigma_1$ .

D'une manière tout à fait générale, cette contrainte comprend trois composantes :

- la contrainte <sup>1</sup> nécessaire pour activer la source, contrainte qu'il faut prendre en considération à ce stade du processus;
- la contrainte  $\tau$  nécessaire pour déplacer les dislocations dans le réseau (cf. supra);
- la contrainte nécessaire pour vaincre la contrainte antagoniste associée au joint de grains vers lequel la dislocation émise se dirige : équation (II-3) dans laquelle u<sub>i</sub> = 0.

On a donc :

 $\tau_1 = \tau_s + \tau_v + \frac{Gb}{4\pi (1 - v) d}$  (11-8)

## B.4.b.2. Emission de la deuxième dislocation

Au moment de l'émission de la deuxième dislocation, la contrainte tangentielle appliquée à la source vaut  $\tau_2$  et on peut écrire deux relations :

 celle qui exprime la condition d'émission de la deuxième dislocation :

 $z = \tau s + \tau v + \frac{Gb}{4 \pi (1 - v)d} + \frac{Gb}{2 \pi (1 - v) u_1}$ (11-9)

u<sub>i</sub> étant la distance parcourue par la première dislocation;

 celle qui exprime la condition d'équilibre de la première dislocation :

$${}^{\tau} 2 = {}^{\tau} s + {}^{\tau} v + \frac{Gb}{4 \pi (1 - v) (d - u_1)}$$
(11-10)

En égalant les relations (II-9) et (II-10), il vient :

c'est-à-dire :

$$\frac{1}{d-u_1} = \frac{1}{d} + \frac{2}{u_1}$$

ce qui, tenant compte de ce que pour avoir un sens physique, la valeur de u<sub>i</sub> doit être positive, conduit à :

(11-11)

$$u_1 = (\sqrt{3} - 1) d$$
  
ou  $u_1 = 0,732 d$ 

En introduisant les relations (II-8) et (II-11) dans (II-9), il vient :

<sup>T</sup> 2 - <sup>T</sup> 1 = 
$$\frac{Gb}{0,732 \cdot 2^{T} \cdot (1 - \nu)} d$$
 (II-12)

Tenant compte de ce que  $(\sigma_2 - \sigma_1) = 2 (\tau_2 - \tau_1)$  et de ce que, au moment de l'émission de la deuxième dislocation,  $\Sigma u_i = u_1$ , la relation (11-7) peut s'écrire :

$$Gb \qquad 3/4$$
  
0,732 d = K1  $\frac{1-\sqrt{d}}{0.732 \pi (1-\sqrt{d})}$ 

D'où il découle que :

$$K_1 = (0,732 \text{ d})$$
 .  $\frac{\pi (1 - \nu)}{Gb}$  3/4 (II-13)

B.4.c. Loi de microplasticité

Pour calculer les déformations microplastiques, nous utiliserons une relation du type de celle proposée par Orowan :

$$\varepsilon_{p} = \frac{1}{2} \qquad (II-14)$$

où  $\varepsilon_{p}$  est la déformation microplastique

- b est le vecteur de Burgers
- L représente la longueur de dislocations libres participant à la déformation par unité de volume
- u est la distance moyenne parcourue par chaque dislocation.

Dans le cas que nous envisageons, sources émettant chacune un certain nombre de dislocations, la relation (11-14) peut se mettre sous la forme :

$$\varepsilon_{p} = \frac{1}{2} \quad b.S.(\Sigma u_{j}) \qquad (II-14)$$

où S représente la longueur de sources actives par unité de volume, le facteur  $\Sigma u_i$  étant donné par (11-7) dans laquelle on a introduit (11-13).

Pour expliciter la loi de microplasticité, il est indispensable de connaître la loi de croissance de S en fonction de la tension appliquée à l'éprouvette. Dans ce but, nous isolons une surface unitaire dans une section à  $45^{\circ}$ , que nous supposons être un plan de glissement. Nous considérons une surface unitaire dans cette section à  $45^{\circ}$ . Cette surface unitaire comporte une certaine longueur de joints de grains qui peut être évaluée à 2,15/d (Gouzou, 1969). Il est évident que les joints coupés par la section unitaire en question n'ont pas tous une orientation qui leur permettrait de jouer le rôle de sources de dislocations. Nous admettons que la longueur de joints par cm<sup>3</sup> susceptibles de jouer le rôle de sources, est proportionnelle à 1. d

Dans ces conditions, il est évident que la longueur dS de sources qui entrent en activité quand la tension appliquée passe de la valeur  $\sigma^*$  à la valeur ( $\sigma^* + d\sigma^*$ ) est proportionnelle à la surface totale de l'interface et qu'elle dépend en même temps de la tension appliquée  $\sigma^*$  selon la loi :

$$dS = \frac{K_2}{d} \left[ \frac{\sigma *}{\sigma} - \frac{\sigma}{1} \right]^{q} d\sigma *$$
 (II-16)

Pour fixer la valeur à donner à q, nous ferons appel aux travaux de Johnson et Ashby (1968). Ces chercheurs ont montré qu'au-delà d'une certaine densité critique en dislocations, voisine de  $10^3 \frac{\text{cm}}{\text{cm}^3}$ ,  $\frac{\text{cm}}{\text{cm}^3}$ 

les contraintes à appliquer pour multiplier les dislocations augmentent avec la racine carrée de la densité en dislocations. Puisqu'il y a une interdépendance entre déformation, contrainte appliquée et densité de dislocations, nous avons adopté la valeur  $q = \frac{1}{2}$ .

Nous pouvons, maintenant, en revenir à la loi de microplasticité. La relation (II-15) peut se mettre sous la forme :

$$\varepsilon_{p} = \frac{1}{2} b \int_{\sigma_{1}}^{\sigma} (\Sigma u_{j}) dS$$
 (II-17)

c'est-à-dire, en tenant compte des relations (II-7), (II-13) et (II-16) :

$$\epsilon_{p} = \frac{b}{2} \int_{\sigma_{1}}^{\sigma} \frac{K_{2}}{d} \left(\sigma^{*} - \sigma_{1}\right)^{1/2} \left(0,732d\right)^{7/4} \left[\frac{\pi(1-\nu)}{Gb}\right]^{3/4} \left(\sigma - \sigma^{*}\right)^{3/4} d\sigma^{*}$$

ou

$$\epsilon_{p} = \frac{K_{2.b}}{2} (0,732)^{7/4} \left[ \frac{\pi(1-\nu)}{Gb} \right]^{3/4} d^{3/4} \int_{\sigma_{1}}^{\sigma} (\sigma^{*} - \sigma_{1})^{1/2} (\sigma - \sigma^{*})^{3/4} d\sigma^{*}$$

(11-18)

Pour calculer l'intégrale (II-18), il est nécessaire de faire appel aux techniques du calcul numérique pour calculer l'expression suivante :

Σ 
$$(\sigma^* - \sigma_1)^{1/2} (\sigma - \sigma^*)^{3/4} \Delta \sigma$$

Ce calcul a été effectué en adoptant  $\Delta \sigma = 0,2$  MPa; les résultats sont repris au tableau ci-dessous :

σ - σ <sub>1</sub> (MPa)	$(\sigma^* - \sigma_1)^{1/2} (\sigma - \sigma^*)^{3/4} \Delta \sigma$		
3	0,02097		
5	0,06673		
10	0,31881		
15	0,79460		
20	1,51866		

Ces résultats sont repris sous forme de graphique à la figure II-7. Ce graphique révèle que l'intégrale obéit à une loi en exposant 2,28 que nous écrirons 9. Nous adopterons donc comme loi pratique  $\frac{1}{4}$  résultant du calcul numérique :

$$\int_{\sigma_1}^{\sigma} (\sigma^* - \sigma_1)^{1/2} \cdot (\sigma - \sigma^*)^{3/4} d\sigma^* = 0.319 (\sigma - \sigma_1)^{9/4}$$

La loi de microplasticité s'écrit donc :

$$\epsilon_{\rm p} = 0,160 \ {\rm K_2b(0,732)}^{7/4} \left[ \frac{\Pi(1-\nu)}{Gb} \right]^{3/4} d^{3/4} (\sigma - \sigma_1)^{9/4}.$$

Si nous posons :

$$K_3 = 0,160.K_2.b.(0,732)^{7/4} \left[\frac{\Pi(1-v)}{Gb}\right]^{3/4}$$

la loi de microplasticité cherchée prend la forme :

$$\varepsilon_{p} = K_{3} \cdot d^{3/4} \cdot (\sigma - \sigma_{1})^{9/4}$$
 (II-19)

Cette loi a été obtenue dans le cas du zinc pur. Si on analyse les étapes successives de l'établissement de la relation (II-19), on peut dire que, physiquement, le mécanisme de déformation du zinc pur est le suivant : émission de dislocations par les joints de grains dès que la contrainte appliquée permet de vaincre la résistance propre des joints.

On peut donc dire que l'accord entre les conséquences du modèle et les résultats expérimentaux montre que les hypothèses de départ sont fondées, ce qui démontre l'importance des joints de grains en tant que sources de dislocations.

Nous avons étendu ce modèle à l'étude du durcissement de solution solide du zinc polycristallin par les éléments cobalt, cadmium et magnésium (Wégria et Gouzou, 1970). Les résultats obtenus confirment le bien-fondé du modèle. Si on rapproche ces résultats de ceux déduits de l'observation de ces solutions solides en microscopie électronique par transmission (Wégria et Habraken, 1970), il apparaît que les éléments d'addition modifient le mécanisme décrit ci-dessus de diverses manières. Leur ségrégation aux joints rend plus difficile l'émissivité des sources; en outre, selon leur nature, les éléments d'addition peuvent modifier la cinétique de recristallisation de l'alliage et, donc, la taille des grains, ce qui modifie le niveau des contraintes tangentielles antagonistes associées aux joints. Enfin, les éléments d'addition peuvent agir sur la valeur des constantes  $K_2$  et  $K_3$ , effet lié à la taille des grains.

Forme des courbes de traction d'éprouvettes de zinc 99,99 % de diverses grosseurs de grain; les décrochements correspondent à la formation de macles.





Courbe de traction de polycristaux de zinc 99,99 % à grain fin étirés à diverses vitesses.

n° 281,0,006 %/minute n° 279,0,030 %/minute n° 278,0,800 %/minute n° 282,4,500 %/minute















Fig. 🎞 5

Fig. 11.6. Emission des dislocations dans le zinc pur. Evolution de la somme des déplacements des dislocations émises en fonction de la contrainte.



Fig. II 6

Fig. II.7. Loi de microplasticité du zinc pur polycristallin.



## Fig. II 7

## III. LES ALLIAGES ZINC - CUIVRE - TITANE

L'industrie de la construction est un des domaines d'application du zinc qui y est utilisé pour son excellente résistance à la corrosion par les agents atmosphériques et sa bonne malléabilité, permettant une certaine mise à forme.

Depuis plusieurs années, on utilise des alliages de zinc, essentiellement du type zinc-cuivre-titane, qui présentent l'avantage, par rapport au zinc non allié, d'une résistance au fluage plus élevée, tout en conservant une bonne ductilité et une meilleure stabilité lors des changements de conditions atmosphériques. Lorsqu'il est utilisé pour la couverture, l'alliage doit, en outre, posséder une bonne aptitude au pliage à une température aussi basse que possible. Les efforts de recherches fournis dans le domaine de l'aptitude au pliage concernent, à l'heure actuelle, l'abaissement de la température critique de pliabilité pour promouvoir le développement de certaines applications de feuilles de l'alliage Zn-Cu-Ti destiné à la toiture. Il convient, en effet, de mettre en évidence les mécanismes gérant l'aptitude au pliage des alliages de zinc en vue de définir les conditions de fabrication assurant une pliabilité très bonne à basse température.

Néanmoins, avant d'aborder le problème de la pliabilité du Zn-CuTi, il nous a paru indispensable de synthétiser l'essentiel des caractéristiques de cette famille d'alliages, notamment en ce qui concerne l'influence des additions de cuivre et de titane.

## A. Les alliages zinc-cuivre

## A.1 Constitution des alliages

La figure III-1 reprend la partie riche en zinc du système binaire zinc-cuivre (Pelzel, 1969; Heubner et Pelzel, 1975). On constate que la solubilité maximale du cuivre dans le zinc est d'environ 2,7 % à la température de 424°C, température d'une réaction péritectique. Lors de l'abaissement de la température, la solubilité du cuivre dans le zinc diminue, ce qui se traduit par la précipitation de la phase  $\varepsilon$ , composé intermétallique de structure hexagonale compacte, dont les paramètres cristallins valent : a = 2,742 A; c = 4,294 A (Pearson, 1967). Il en résulte, pour cette phase  $\varepsilon$ , un rapport <u>c</u> = 1,566.

а

## A.2 Influence de la teneur en cuivre sur les caractéristiques mécaniques et la structure des alliages zinc-cuivre

Nous nous intéressons à l'influence, sur les caractéristiques mécaniques, de la teneur en cuivre dans la gamme qui peut être envisagée dans les alliages utilisés dans le cadre de l'application définie précédemment. En pratique, cette teneur en cuivre est, généralement, limitée à 0,7 %. Nous discuterons donc, dans la suite, l'influence sur les caractéristiques mécaniques du zinc, d'additions de cuivre aux teneurs suivantes : 0,08 %; 0,3 %; 0,5 %; 0,7 %.

Les alliages ont été coulés, en laboratoire, sous forme de lingotins. Cette étude a été faite sur des alliages laminés dans les conditions suivantes : dégrossissage en une passe à 250°C; finition à chaud (deux passes à 180°C) et à froid (deux passes à 50°C). L'ensemble des laminages a été réalisé sur un train de laboratoire. Les examens ont été réalisés à l'état brut de laminage et après recuit de 1 h/250°C.

Plutôt que de considérer le détail des résultats obtenus que l'on trouvera ailleurs (Piccinin et al, 1978), nous nous limiterons à l'examen du résultat de l'analyse statistique qui a été réalisée dans les cas où il apparaissait une relation entre les caractéristiques mécaniques et la teneur de l'élément d'addition. La figure III.2. résume et schématise cette observation pour les caractéristiques mécaniques suivantes : dureté Vickers  $H_v$ , limite élastique conventionnelle  $\sigma_{0,2}$ , charge de rupture R et allongement à la rupture A. (Dans le cas de l'allongement à la rupture, les coefficients de corrélations obtenus ne nous permettent que de dégager une tendance : la courbe est en pointillés). Il ne convient pas de donner à ces graphiques plus de signification qu'ils n'en ont ; ils indiquent simplement les tendances générales de l'influence d'une addition de cuivre, des conditions de laminage et d'un recuit de 1 heure à 250°C sur les caractéristiques envisagées. On notera que, dans le cas d'une addition de cuivre, la rupture de pente, lorsqu'elle existe, se présente pour une addition de 0,3 %. (limite de solubilité à la température ambiante).

## A.2.b Examens structuraux

## A.2.b.1 Alliages laminés à froid

Les microstructures optiques sont illustrées par les micrographies reprises à la figure III.3. On note que pour une addition de 0,08 %, la microstructure présente, à première vue, l'apparence d'une structure recristallisée de manière assez grossière. Néanmoins, un examen plus attentif montre que l'hétérogénéité de taille de grains ainsi que la morphologie des grains correspondent à un certain écrouissage rémanent. Cette impression se confirme pour une addition de 0,3 %mais l'aspect de structure écrouie est plus marqué. En outre, l'examen au microscope à balayage permet de mettre nettement en évidence la présence de particules de phase  $\varepsilon$  (fig. 111.4.).

Si on porte la teneur en cuivre à 0,5 %, l'aspect général d'une structure à zones écrouies est renforcé; la quantité de phase  $\varepsilon$  est également accrue (fig. III.5.). L'évolution générale de la microstructure en fonction de la teneur en cuivre se confirme pour l'addition de 0,7 %, notamment le léger accroissement de la quantité de phase  $\varepsilon$ .

On constate donc, en résumé, que l'augmentation de la teneur en cuivre conduit à un affinement de la structure (solution solide sursaturée et précipitation).

## A.2.b.2 Alliages laminés à froid et recuits 1h/250°C

Les micrographies illustrant les structures sont reprises à la figure III.6. : l'accroissement de la teneur en cuivre diminue la vitesse de croissance du grain. On note, par ailleurs, la présence de ε aux joints de grains, mais il ne semble pas, contrairement phase aux résultats publiés par Neumeier et Risbeck (1970), que les joints de grains soient systématiquement des sites préférentiels pour la précipitation de la phase  $\varepsilon$  . En effet, le coefficient de partage du cuivre dans le zinc étant supérieur à 1, le cuivre n'a pas de tendance naturelle à ségréger aux joints de grains (Aust et al., 1968). Nous pensons que les micrographies optiques s'expliquent de la manière suivante. Lors du recuit, il y a diffusion du cuivre et, vraisemblablement, un dragage de cet élément par les joints en mouvement. La concentration locale en cuivre peut alors être suffisante pour entraîner la formation de phase  $\epsilon$  . Par ailleurs, pour les teneurs en cuivre plus importantes, les précipités de phase e

formés avant le recuit et non encore dissous ancrent les joints en mouvement, pour lesquels ils constituent un obstacle, ce qui donne l'impression d'une précipitation aux joints. Enfin, des précipités peuvent également se former aux joints ancrés lorsque la diffusion aux joints a augmenté la concentration en cuivre de manière suffisante. Il est en effet connu que le coefficient de diffusion dans un joint mobile est supérieur à celui caractérisant un joint statique. (Smiddoda et al, 1979).

## A.2.b.3 Alliages laminés à chaud

Les micrographies reprises à la figure III.7. montrent que l'augmentation de la température de laminage conduit à un accroissement de la taille de grains si on compare les structures des alliages laminés à froid et à chaud. Bien entendu, cette conclusion était attendue. La taille des grains montre que la vitesse de recristallisation est ralentie lorsque la teneur en cuivre augmente.

Par ailleurs, on notera la présence de macles qui ne sont pas observées après un laminage à froid. Sur la base des résultats obtenus dans d'autres recherches (Piccinin et al, 1977), nous pensons que l'apparition de macles est en liaison avec le processus de laminage. On sait en effet que le laminage à chaud d'alliages de zinc conduit à une texture d'axe c, le laminage à froid engendrant une texture d'axe a. Or, nous savons également que le maclage du zinc apparaît par compression parallèlement à l'axe c ou par traction parallèlement au plan de base. Ces deux types de sollicitations sont réalisés dans l'opération de laminage industriel à chaud, lors de la réduction d'épaisseur et lors du bobinage. Evidemment, dans le cas des laminages de laboratoire, seule la compression existe; les possibilités de maclage existent néanmoins. Il convient donc de retenir que la vitesse de déformation réalisée au cours d'un laminage industriel à chaud peut induire un maclage important (Wégria et al, 1980).

## A.2.b.4 Alliages laminés à chaud et recuits 1h/250°C

Les micrographies caractérisant les divers alliages laminés à chaud et recuits sont reprises à la figure III.8. Nous ne discuterons pas plus ces microstructures qui peuvent se comprendre très aisément : elles se situent bien dans la ligne de ce que l'on pouvait attendre à partir des micrographies précédentes. Il convient de noter la présence d'ondulations lorsque la teneur en cuivre est égale ou supérieure à la limite de solubilité. Ceci montre que le traitement thermique est insuffisant pour répartir de manière homogène le cuivre provenant de la dissolution de la phase  $\epsilon$  . (souvenir de l'écrouis-sage).

## B. Les alliages zinc-titane

## B.1. Constitution des alliages

La solubilité du titane dans le zinc solide est très faible; d'après Gebhardt (1941), elle est inférieure à 0,02 % à 400°C; d'après 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 que l'on trouve dans la littérature sont très variables : 0,12 % Ti d'après Anderson et al (1944), fig. III.9.; 0,23 % Ti d'après Heine et Zwicker (1962), fig. III.10.; 0,45 % Ti d'après Rennhack et Conard (1966), fig. III.11.

Ces disparités trouvent, très vraisemblablement, leur origine dans le fait que les diagrammes d'équilibre ont été tracés à partir de données obtenues pour des conditions de solidification s'écartant sensiblement des conditions idéales d'équilibre. En effet, une étude métallographique de la structure de solidification d'alliages zinc-titane (Bleus et al, 1967) révèle que la diminution de la vitesse de solidification augmente la quantité de structure eutectique. Autrement dit, le caractère 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 plus élevées en titane. On peut essayer de comprendre ce déplacement de l'eutectique en partant du mécanisme général de formation d'une structure eutectique (Chalmers, 1963) et en ne perdant pas de vue que nous nous trouvons en présence d'un problème de germination et Dans un système eutectique, le solide en équilibre de croissance. avec le liquide est un solide à deux phases qui a la même composition moyenne que le liquide; le liquide peut donc se solidifier sans changer de composition. Dans le cas de l'eutectique zinc-titane, une des phases de l'eutectique est un composé intermétallique, tandis que l'autre est une solution solide saturée. Il est clair que les premiers apparaissent germes de solidification qui sont du composé intermétallique Ti Zn<sub>15</sub> (différences de températures de fusion). 11 lors, évident que l'augmentation de vitesse est. dès la de solidification retarde la formation de germes, ce qui explique non seulement le déplacement de l'eutectique mais aussi son déplacement vers les teneurs croissantes en titane.

## B.2 <u>Détermination de la structure cristallographique de Ti Zn</u>15

Pour établir la structure cristallographique de TiZn<sub>15</sub>, nous avons utilisé la méthode des poudres de Debye – Scherrer dont le principe est rappelé à la figure III.12.

Le dépouillement d'un radiogramme comporte trois étapes : une mesure linéaire sur le film, la conversion de cette mesure en l'angle de Bragg équivalent et le calcul de la distance réticulaire à partir de la relation de Bragg. Il faut cependant tenir compte de ce que plusieurs sources d'erreurs peuvent intervenir et fausser l'interprétation du cliché :

- développement du film (Barrett, 1957);
- absorption des rayons X par l'échantilion (Klug et Alexander, 1954);
- réfraction des rayons X par l'échantillon (Straumanis et levus, 1936);
- distribution inégale de l'intensité du bruit de fond (Straumanis et levus, 1936);
- excentricité de l'échantillon vis-à-vis de l'axe autour duquel le film est enroulé (Azaroff et Buerger, 1958);

- divergence du faisceau de rayons X (Azaroff et Buerger, 1958).

Pour palier ces sources d'erreurs, nous avons utilisé une caméra permettant la réalisation du montage de Straumanis (1936, 1940, 1949). Suivant cette technique, le film occupe une position ainsi que le schématise la figure assymétrique, [[[.13. Un raisonneemnt élémentaire permet de voir que si le rayon de la caméra vaut 57,3 mm, ce qui est le cas en pratique, on pourra lire directement en mm, sur le film, une valeur angulaire  $\Theta$ . ll y a cependant lieu de faire la correction de rétrécissement du film; cette correction est aisée dans la méthode de Straumanies. En effet, les points a et b (fig. III.13.) peuvent être déterminés avec précision grâce aux diverses paires de raies centrées sur ces points. La distance ab correspond à 180°; si le film ne se rétrécissait pas, la distance linéaire ab vaudrait 180 mm puisque le rayon de la caméra Le coefficient de correction est donc rapidement égale 57,3 mm. trouvé : k = 180.

ab

La méthode de Straumanis possède donc la propriété d'autoétalonnage; elle permet, en outre, d'éliminer les sources d'erreurs expérimentales, à l'exception de l'absorption des rayons X par l'échantillon. Pour éliminer cette dernière source d'erreur, il faut se tourner vers les méthodes mathématiques d'extrapolation. Taylor et Sinclair (1945) d'une part, Nelson et Riley (1945) d'autre part, ont apporté une contribution importante aux théories d'extrapolation. Envisageant le problème sous divers aspects, ils ont montré que l'erreur sur le paramètre réticulaire  $^{\Delta}$  a est une fonction linéaire de :

а

111.9.

$$f(\theta) = \frac{1}{2} \boxed{\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta}}$$

si deux conditions sont remplies :

 l'absorption des rayons X par l'échantillon est la cause principale d'erreur;

la source de rayons X a un profil d'intensité exponentiel.

Ils ont également montré que dans les cas rencontrés en pratique, on pouvait utiliser toutes les raies pour extrapoler. Des tables fournissent directement les valeurs de f( $\theta$ ) en fonction de  $\theta$ . D'après Klug et Alexander (1954), cette méthode d'extrapolation permet de déterminer les distances réticulaires avec une précision de 10<sup>-5</sup>.

Nos essais ont porté sur trois alliages binaires zinc-titane :

Zn - 0,2 % Ti Zn - 1,6 % Ti Zn - 2,55 % Ti.

Dans chacun des cas, la nature des précipités a été vérifiée par examen à la microsonde de Castaing. La poudre a subi un recuit de une heure à  $250^{\circ}$ C pour éliminer les tensions internes introduites lors de la préparation des échantillons. C'est dans ces conditions que les raies de diffraction sont les plus nettes. Les radiogrammes ont été obtenus en utilisant la radiation K<sub>a</sub> du cuivre.

L'ordre d'apparition et les indices des raies suggèrent que le composé TiZn<sub>15</sub> est de structure cubique complexe, dont le groupe spatial, c'est-à-dire l'ensemble des éléments de symétrie dans l'espace, est inconnu. Cette dernière détermination nécessite en effet l'étude des intensités de diffraction, ce qui ne peut se faire qu'avec des monocristaux et une caméra de Weissenberg afin d'éliminer les chevauchements d'intensité. De nos essais, nous pouvons déduire les valeurs du paramètre réticulaire du TiZn 15.

Alliages	<u>Paramètres</u> ° <u>réticulaires</u> (A)
Zn - 0,2 % Ti	12,084
Zn - 1,6 % Ti	12,087
Zn – 2,55 % Ti	12,084

Nous retiendrons donc : a = 12,085 A.

Quelle est la signification, du point de vue cristallographique, du terme "structure cubique complexe" ? On sait que la cristallographie envisage trois types de structure cubique : structure cubique ordinaire ou primitive, à corps centré ou à faces centrées. Le radiogramme d'une substance de structure cubique complexe comprend des raies qui répondent aux règles de sélection des trois structures cubiques. On se trouve alors en présence d'un composé qui possède un grand nombre d'atomes par maille unitaire.

En résumé, nos essais montrent que  $TiZn_{15}^{15}$  est un composé intermétallique de structure cubique complexe avec un paramètre réticulaire a = 12,085 Å. Nous nous trouvons donc en présence d'un composé ayant une maille géante. Ce cas n'est pas unique dans les alliages de zinc; on citera, à titre d'exemple,  $ZrZn_{14}^{14}$  (a = 14,11 Å) et LaZn<sub>13</sub> (a = 12,09 Å). (landelli et Palenzona, 1967). Enfin nous signalerons que récemment, Saillard et al (1981), étudiant le même type de composé, mais de manière plus complète, lui attribuent une formule  $TiZn_{16}$ . Les paramètres réticulaires seraient a = 7,720 Å; b = 11,449 Å; c = 11,755 Å. Le composé appartiendrait au groupe d'espace Cmcm.

## B.3. <u>Influence de la teneur en titane sur les caractéristiques mécaniques et</u> la structure des alliages zinc-titane

Les conditions de l'étude sont exactement les mêmes que celles utilisées pour les alliages zinc-cuivre. Les teneurs de titane dont on a étudié l'influence sur les caractéristiques mécaniques du zinc sont les suivantes : 0,05 %; 0,11 %; 0,14 %; 0,18 %.

## B.3.a. Caractéristiques mécaniques

La figure III.2. fournit, ici encore, une idée qualitative de l'influence du titane sur les caractéristiques mécaniques. Ici encore, ces graphiques permettent de caractériser de manière simple, mais sans signification physique réelle, l'influence de la teneur en titane, de la température de laminage et du traitement thermique sur le niveau des caractéristiques mécaniques du zinc. Le changement de pente, lorsqu'il est observé, se présente pour la teneur 0,05 % titane. Pour les teneurs supérieures, il y a apparition du TiZn<sub>15</sub>. La présence de cette phase entraîne un durcissement supplémentaire, inférieur toutefois à celui du titane en solution solide.

## B.3.b. Examens structuraux

### B.3.b.1. Alliages laminés à froid

Les microstructures de ces alliages sont reprises à la figure III.14.. On remarquera que, pour les conditions de solidification et de laminage réalisées en laboratoire, on observe, dès la teneur de 0,11 % Ti des hétérogénéités dans la répartition de la phase TiZn<sub>15</sub>. Ces hétérogénéités ne sont pas, a priori, très favorables pour le niveau et l'homogénéité des caractéristiques mécaniques; cet aspect sera discuté ultérieurement dans le cadre des alliages Zn-Cu-Ti.

Entre les filets de TiZn<sub>15</sub>, formés lors du laminage unidirectionnel, on observe une structure bien recristallisée. La teneur du titane en solution solide dans le zinc est très faible et n'affecte pas la température de recristallisation de l'alliage.

### B.3.b.2. Alliages laminés à froid et recuits 1h/250°C

Les micrographies de la figure III.15. mettent en évidence un certain grossissement des grains ainsi qu'une coalescence des particules de TiZn<sub>15</sub>.

Bien évidemment, l'espace entre filets fixe la taille maximale des grains.

#### B.3.b.3. Alliages laminés à chaud

Si l'on compare les micrographies de la figure III.16. avec celles caractérisant l'alliage laminé à froid, on remarque que la phase  $TiZn_{15}$  devient plus grossière (coalescence); les particules de ce composé peuvent être parfois individualisées par microscopie optique. La distance entre filets a tendance à diminuer. On notera que Rennhack et Conard (1966b) ont décrit de manière qualitative ce fractionnement des filets de TiZn<sub>15</sub> durant le laminage à chaud. Enfin, on notera l'absence de macles dans les alliages zinc - titane laminés à chaud, ce qui peut être lié à la texture cristallographique, plus proche de la texture habituelle du zinc que celle des alliages zinc-cuivre.

## B.3.b.4. Alliages laminés à chaud et recuits 1h/250°C

Les micrographies illustrant cet état sont reprises à la figure III.17. Elles correspondent à l'évolution attendue sur base des observations précédentes : la coalescence de TiZn<sub>15</sub> est plus marquée et apparaît pour les teneurs plus importantes de titane.

## C. Conclusions de l'examen des alliages binaires

L'ensemble des examens concernant ces alliages binaires suggère très clairement que les conditions de laminage et de recuit ont une importance au moins aussi grande sur les caractéristiques mécaniques que les teneurs en éléments d'addition. On peut retenir les grandes tendances suivantes :

- l'effet durcissant du titane est plus important que celui du cuivre dans les alliages laminés,
- un recuit après laminage diminue l'action du cuivre; par contre, il augmente celle du titane,
- l'efficacité des éléments d'addition est plus importante aux faibles teneurs qu'aux teneurs élevées. En effet, d'après les résultats obtenus, il semble que les éléments d'addition en solution solide de substitution dans le zinc ont un effet plus marqué que lorsqu'ils apparaissent dans un composé intermétallique. Pour obtenir un durcissement important, il paraît préférable d'utiliser un alliage à grand nombre d'éléments d'addition en faible quantité plutôt qu'un alliage contenant peu d'éléments d'addition en teneurs élevées;

l'évolution des caractéristiques mécaniques en fonction des teneurs en éléments d'addition et des conditions de laminage, récapitulés à la figure III.20., montre que les produits à l'état brut de laminage présentent, généralement, une évolution analogue, quelle que soit la température de laminage. Il en est de même pour les produits recuits après laminage.

En ce qui concerne la microstructure, on retiendra que l'ensemble des caractéristiques mécaniques relevées présente une évolution compatible avec la structure observée en microscopie optique lorsque cette dernière influence la caractéristique mécanique envisagée. Par ailleurs, des observations en microscopie électronique réalisées dans le cadre d'autres recherches sur des échantillons déformés par traction (Wégria et al, 1978; 1979) ont montré que les interactions dislocations – phase  $\varepsilon$  sont moins nombreuses et, semble-t-il, moins intenses que celles entre dislocations et TiZn<sub>15</sub>. Cette observation est illustrée par les micrographies de la figure III.18.

## D. Alliages zinc - cuivre - titane

### D.1. Constitution des alliages

Les études de Heine et Zwicker (1962 b) montrent que l'addition simultanée de cuivre et titane ne paraît avoir aucune influence sur la solubilité de ces éléments dans le zinc solide. Nous verrons ultérieurement que nos résultats de microanalyse suggèrent une réserve, certes mineure, vis-à-vis de cette affirmation que nous adopterons néanmoins de manière globale. La figure III.19. reprend deux coupes isothermes, à 180° et 20°, du diagramme d'équilibre zinc - cuivre - titane proposé par Heine et Zwicker (1962b).

## D.2. Alliages étudiés

Sur la base des résultats de l'étude des alliages binaires zinc – cuivre et zinc – titane et tenant compte du niveau des caractéristiques mécaniques souhaitées pour utilisation dans le domaine de la couverture, nous avons étudié les alliages dont les compositions sont reprises ci-dessous :

111.15.

Repères	Zn	Cu	Ti
		(% pds)	(% pds)
			·
A	bal.	0,05	0,05
В	bal.	0,30	0,11
С	bal.	0,30	0,15
D	bal.	0,80	0,15

La coulée et le laminage de ces alliages ont été réalisés sur des installations industrielles de fabrication en continu. Deux types d'échantillons sont étudiés pour chaque alliage :

- laminé à chaud : laminage en une passe, de 9 mm à 1,3 mm à 250°C,
- laminé à froid : une passe de dégrossissage à 250°C suivie de deux passes de finition à 130°C.

Tenant compte des résultats obtenus dans l'étude des alliages binaires et du but poursuivi dans ce travail, nous n'avons pas étudié l'influence de traitements thermiques sur les caractéristiques mécaniques des alliages ternaires produits industriellement.

Bien que les aspects structuraux soient discutés ultérieurement, nous signalerons dès maintenant que la structure de solidification d'une brame de l'alliage zinc – cuivre – titane produite par coulée continue, est fonction des teneurs en cuivre et en titane. Lorsque les teneurs en éléments d'addition augmentent, la structure basaltique fait progressivement place à une structure équiaxe et simultanément, on peut noter un affinement très marqué du grain. Cette évolution structurale s'explique par l'action germinante du titane et par une augmentation de l'intervalle de solidification lorsque l'on augmente la teneur en cuivre.

## D.3. Influence des conditions de laminage et de la composition sur les caractéristiques mécaniques d'alliages Zn - Cu - Ti

Dans ce paragraphe, nous suivons la même philosophie générale que dans le cas des alliages binaires. Plutôt que de nous attarder sur le détail des caractéristiques mécaniques que l'on trouvera ailleurs (Racek et al, 1977), nous nous attacherons essentiellement à leurs variations en fonction des conditions de laminage. D'autre part, le champ d'étude a été quelque peu élargi : on a caractérisé les sens long et travers et, en outre, on a fait varier la température et la vitesse de déformation dans les essais de traction.

#### D.3.a. Etat laminé à chaud

## D.3.a.1. Evolution de la résistance mécanique en fonction de la vitesse de traction

Les résultats obtenus montrent que la résistance à la traction dans le sens <u>long</u> peut être ajustée, avec une excellente approximation, par une combinaison linéaire des différents paramètres :

 $R_{D,i} = a + b$  (% Cu) + c. (% Ti) + d. log  $\epsilon$ 

avec a = 167 MPa b = 74 ( $\pm$  5) c = 74 ( $\pm$  30) d = 7,6 ( $\pm$  0,3)

où R<sub>D.L.</sub> est exprimé en MPa et  $\varepsilon$ , vitesse de traction, en cm/min.

L'écart entre les valeurs calculées et mesurées n'est que de quelques pourcents; d'un point de vue industriel, l'accord est excellent.

L'évolution de la résistance  $R_{D.T.}$  dans le sens <u>travers</u> est analogue à celle observée dans le sens long; le coefficient d de la vitesse de traction est le même dans les deux cas. On notera, d'ailleurs, dès maintenant, que la valeur d reste assez semblable pour le laminé à l'état fini à froid (cfr. infra).

On remarquera, en outre, que les résistances mécaniques  $R_{D.L.}$  et  $R_{D.T.}$  ont des valeurs très voisines pour chaque composition et pour toutes les vitesses de tractions. Nous reviendrons ultérieurement sur cette observation qui est à mettre en relation avec la texture des échantillons.

## D.3.a.2. Evolution de la résistance mécanique en fonction de la température de l'essai (entre - 75°C et + 250°C)

On peut mieux apprécier l'influence de la température en portant les valeurs de la résistance mécanique en fonction de l'inverse de la température exprimée en Kelvin. La figure III.20. reprend un tel graphique. On y observe l'existence de zones correspondant à des pentes différentes : domaine des températures supérieures à 150°C; domaine des températures comprises entre 0°C et 100-150°C et, peut-être, le domaine des températures inférieures à 0°C, encore que dans ce dernier cas, il convienne d'être prudent par suite du manque de données expérimentales. Au stade actuel, on retiendra donc qu'il y a une nette rupture de pente entre 100 et 150°C.

Avant de passer à la discussion de ces courbes, il convient d'insister sur un point précis. Il est clair que la représentation adoptée ne présente aucune signification physique particulière; elle a pour but de mettre en évidence des domaines de températures, séparés par des discontinuités, où l'influence de la température sur les caractéristiques mécaniques est régie par des mécanismes différents non identifiés avec certitude. D'une manière générale, on sait que, pour de nombreux métaux et alliages, y compris le zinc, on observe entre la contrainte appliquée, la température T et la vitesse de déformation  $\hat{\epsilon}$  une relation du type :

$$\varepsilon = A \exp(B \sigma) \exp \frac{-Q}{RT}$$

où Q est l'énergie d'activation, R la constante de Joule, A et B des constantes dépendant du matériau étudié (Jaoul, 1965; Poirier, 1976).

Par une transformation élémentaire, cette relation peut se mettre sous la forme :

$$\sigma = \frac{-1}{B} \frac{\ln A}{h} + \frac{1}{2} \frac{\ln c}{\epsilon} + \frac{Q}{B} +$$

On s'attend donc à ce que la résistance à la rupture soit proportionnelle au logarithme de la vitesse de déformation et à l'inverse de la température. C'est bien ce que l'on observe expérimentalement. En ce qui concerne l'influence de la température, la rupture de pente signifie, selon toute vraisemblance, que l'énergie d'activation du processus de déformation, et donc ce dernier, n'est pas le même au-dessus de 150° et en dessous de 100°C. On note que les essais de traction à vitesse variable (Racek et al, 1977) montrent que le coefficient d est indépendant de la composition dans le domaine étudié. Les pentes de droites sont, en fait, peu dépendantes de la composition des alliages, pour un domaine de températures donné. C'est donc que Q/B et, par conséquent, Q sont peu influencés par la composition. Pratiquement, l'énergie d'activation n'est fonction que du seul domaine de températures considéré.

## D.3.a.3 Limite élastique conventionnelle

La dispersion des résultats expérimentaux est importante entre - 75° et 100°C. On notera toutefois que la méthode utilisée, détermination graphique à partir de l'essai de traction, entraîne une certaine imprécision. Néanmoins, on observe encore une rupture de pente bien marquée entre 100°C et 150°C, ce qui confirme bien un changement de mécanisme de déformation.

## D.3.a.4 Allongement à la rupture

Les résultats expérimentaux montrent que les valeurs obtenues sont identiques dans les sens long et travers. On constate, par ailleurs, que l'allongement croît lorsque l'on augmente la vitesse de traction. Nous reviendrons ultérieurement sur ces aspects; ils sont, vraisemblablement, à mettre en relation avec la texture particulière des alliages laminés à chaud.

La température exerce une influence déterminante sur cette caractéristique mécanique : aux températures supérieures à 150°C, l'allongement est important à cause d'un certain fluage; entre 100° et 0°C, il est pratiquement constant; en dessous de 0°C, il devient très faible, ce qui révèle une fragilisation du matériau à basse température. Enfin, on notera que l'allongement à la rupture est pratiquement indépendant de la composition de l'alliage.

## D.3.b. Etat laminé à froid

# D.3.b.1. Evolution de la résistance mécanique en fonction de la vitesse de traction

Les résultats obtenus montrent que la relation entre la charge de rupture dans le sens <u>long</u> et la vitesse de traction est linéaire en fonction du logarithme de  $\varepsilon$ , que la pente de la courbe est indépendante de la composition de l'alliage et que la résistance

varie de manière linéaire en fonction des teneurs en cuivre et en titane comme dans le cas du laminé à chaud, la résistance à la traction est obtenue par une combinaison linéaire des teneurs des éléments d'addition et le logarithme de  $\hat{\epsilon}$ :

$$R_{D.L.} = a + b.$$
 (% Cu) + c. (% Ti) + d. log  $\varepsilon$ 

avec a = 137  $MN/m^2$ b = 50 (<u>+</u> 4) c = 53 (<u>+</u> 27) d = 8,6 (+ 0,3).

 $R_{D.L.}$  est exprimée en MPa et  $\dot{\epsilon}$ , vitesse de traction, en cm/min.. L'écart entre valeurs calculées et valeurs mesurées n'est que de quelques pourcents.

L'évolution de la résistance dans le sens <u>travers</u> est analogue.

## D.3.b.2 <u>Evolution de la résistance mécanique en fonction de la tempé</u>rature de l'essai (de - 75°C à + 250°C)

Les résultats peuvent être analysés d'une manière identique à celle utilisée pour les laminés à chaud. On constate que les pentes des segments de droites en fonction de  $T^{-1}$  ont des valeurs sensiblement les mêmes pour les laminés à chaud et à froid. Les énergies d'activation des processus responsables de la déformation sont donc pratiquement identiques.

## D.3.b.3 Limite élastique

En ce qui concerne la limite d'élasticité, la figure III.20. montre que, comme dans le cas de la charge de rupture, on observe une rupture de pente pour une température comprise entre 100 et 150°C. On note une rupture de pente supplémentaire à 25°C.

## D.3.b.4 Allongement à la rupture

L'allongement à la rupture paraît être indépendant de la vitesse de déformation et de la composition, dans le sens long et dans le sens travers. Par contre, il est fortement influencé par la température de l'essai : aux températures supérieures à  $200^{\circ}$ C, l'allongement est très élevé, à cause d'un fluage non négligeable; entre 150° et 0°C, il est pratiquement constant; dans la zone 0° à - 50°C, il devient très faible, par suite d'une certaine fragilisation du matériau.

## D.3.b.5. Synthèse des résultats

L'évolution des caractéristiques mécaniques peut être résumée, pour les états laminés à chaud et à froid, de la manière suivante (fig. III.20.), en ne perdant pas de vue la remarque énoncée précédemment au sujet du mode de représentation adopté.

 a) La température de l'essai mécanique joue un rôle identique pour les trois caractéristiques déduites de l'essai de traction.

Aux basses températures,  $T < 0^{\circ}$ C, l'alliage est fragile et le mécanisme de déformation qui opère a une énergie d'activation très faible. Aux températures plus élevées, un nouveau mécanisme de déformation, thermiquement activé, intervient et conduit à un allongement à rupture plus important et pratiquement constant. Enfin, aux températures élevées (T > 150°C), la déformation, qui fait intervenir le fluage, conduit à des allongements très importants.

- b) La vitesse de déformation utilisée dans l'essai de traction joue un rôle analogue à celui de l'inverse de la température.
- c) L'influence de la vitesse de déformation sur la résistance reste la même que l'alliage soit laminé à chaud ou à froid, que l'éprouvette soit prélevée dans le sens long ou dans le sens travers. Cette influence semble aussi être indépendante de la composition.

#### D.4. Examens structuraux

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 (Flemings, 1974). Ces caractéristiques sont en fait reliées à un ou plusieurs facteurs tels que :

- la texture (orientation cristallographique préférentielle des grains),
- la macrostructure (caractéristiques morphologiques des grains, par exemple leur taille et leur forme),
- la microstructure (taille et répartition des phases à l'intérieur du grain),
- la ségrégation (hétérogénéités de composition à grande ou petite échelle).

Ces facteurs sont susceptibles d'avoir de l'importance sur les propriétés d'utilisation de l'alliage, non seulement du produit brut de coulée, mais aussi du produit après mise en forme primaire. En effet, 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 parfois aussi du produit de départ, c'est-à-dire de la structure de coulée. Ces remarques à caractère très général s'appliquent évidemment au cas particulier du zinc et de ses alliages. Nous citerons, à titre d'exemple, dans le cadre du problème qui nous intéresse :

la répartition de l'eutectique Zn-TiZn<sub>15</sub> qui peut avoir une action importante sur l'ancrage des joints de grains au cours de la recristallisation du laminé et, par là, sur les caractéristiques mécaniques du laminé;

la fragilisation au laminage provoquée par une structure de coulée à gros grains.

Il nous a paru indispensable, dans le cadre de notre travail, de traiter en particulier l'influence du cuivre et du titane sur la structure de solidification du zinc.

Ce travail porte sur les alliages ternaires Zn - Cu - Ti définis précédemment (repères A, B, C, D) obtenus par coulée continue dans une machine Hazelett. L'intérêt d'une telle machine, sur le plan métallurgique, provient de la faible épaisseur coulée (9 mm dans le cas de notre étude) qui autorise des vitesses de refroidissement très importantes dans le liquide et le solide. Ceci se traduit par un affinement de la structure par rapport à celle obtenue dans les procédés classiques de coulée en lingot (diminution de la taille des grains, de la taille de la structure eutectique, meilleure homogénéité dans la répartition des phases, ségrégation moins prononcée) et conduit à une meilleure qualité du produit laminé.

# D.4.a. Influence des teneurs en cuivre et en titane sur la structure de solidification des alliages zinc-cuivre-titane

Bien que la solidification aux vitesses industrielles habituelles soit une transformation de phases assez éloignée des conditions d'équilibre thermodynamique, la connaissance des diagrammes de phases est un outil précieux pour interpréter la formation de la structure de solidification. Nous pouvons donc avancer des prévisions qualitatives sur le déroulement de la solidification à partir des diagrammes binaires Zn-Cu (fig. 111.1.) et Zn-Ti (fig. 111.9., 111.10., 111.11.).

Pour une teneur en cuivre inférieure à 0,8 %, on n'obtient, par solidification, qu'une seule phase solide, qui est du zinc contenant du cuivre en solution solide; en aucun cas, il ne peut se former de phase  $\varepsilon$  à la solidification. Le refroidissement du solide est cependant susceptible de conduire à la précipitation du cuivre en sursaturation sous forme de phase  $\varepsilon$ . Nous ne nous occuperons pas de cette possibilité.

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

- pour un liquide hypoeutectique, le premier solide formé sera la phase zinc contenant très peu de titane en solution, il croîtra jusqu'à ce que le liquide restant atteigne la composition nécessaire à la solidification d'une structure eutectique Zn-TiZn<sub>15</sub>,
- pour un liquide hypereutectique, un processus de solidification analogue se déroulera, avec une solidification primaire de TiZn<sub>15</sub> en lieu et place du zinc.

En fait, nous n'avons jamais eu affaire à un liquide hypereutectique; ce résultat s'explique aisément à partir des considérations suivantes, déjà évoquées brièvement antérieurement. Pour des eutectiques déportés (c'est-à-dire dont la composition est très voisine de celle d'une des phases), on constate parfois que la composition qui donne une structure eutectique n'est pas celle du diagramme d'équilibre. La différence croît en fonction de la vitesse de solidification, c'est-à-dire de l'écart à l'équilibre. Les teneurs proposées pour le diagramme de phase sont donc entachées de l'erreur due à une vitesse de solidification non nulle, nécessaire à la réalisation des expériences. A notre avis, 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. Dans la machine Hazelett, où les vitesses de solidification sont élevées, il est donc logique de constater l'absence de cristaux primaires de Ti Zn 15 jusqu'à des teneurs en titane de 0,15 %.

### D.4.a.1 Macrostructures de solidification

Le tableau III.1. ci-dessous résume les résultats de nos observations à l'échelle de la macrostructure, c'est-à-dire les caractéristiques morphologiques des grains illustrées par les micrographies de la figure III.21.

Repères	<u> </u>	<u>% Ti</u>	Zinc équiaxe	Zone basaltique
A	0,05	0,05	10 % grains moyens	90 % grains moyens
В	0,30	0,11	60 % grains moyens	40 % grains fins
С	0,30	0,15	75 % grains fins	25 % grains fins
D	0,80	0,15	100 % grains très fins	0 8

Tableau III.1.

Avant de discuter l'influence du cuivre et du titane sur la macrostructure, il nous paraît nécessaire de fournir quelques explications préliminaires sur les structures habituellement observées dans les lingots bruts de coulée. On distingue en général trois stuctures en partant de la périphérie du lingot jusqu'au coeur :

- une structure de peau à grains très fins, à faible extension spatiale, qui provient du refroidissement brutal du liquide au 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 multiples grains solides au sein du liquide.

Ce processus de formation de la structure de solidification a été démontré de manière indiscutable (Fredrikson et Hillert, 1972; Burden et Hunt, 1974, 1975). Suivant les conditions de solidification, la valeur de la surchauffe du liquide, la composition de l'alliage, l'action germinante de certains éléments, les caractéristiques thermiques des parois du moule, etc., ces trois zones ont une étendue spatiale plus ou moins grande. Dans nos essais, la macrostructure n'est fonction que de la composition de l'alliage, puisque les autres paramètres de solidification sont maintenus constants.

L'examen des résultats (tableau III.1.) permet de formuler les remarques suivantes :

- lorsque la teneur en titane est faible (repère A), la structure est en majorité basaltique, à gros grains;
- la teneur en cuivre paraît avoir une influence faible, sinon négligeable; tout au plus constate-t-on que la taille du grain basaltique ou équiaxe s'est légèrement affinée pour l'alliage à plus forte teneur en cuivre;

si l'on augmente la teneur en titane, on observe que la quantité de la zone équiaxe dans la brame augmente. En outre, le grain de la zone basaltique et/ou de la zone équiaxe s'affine, en général.

En conclusion, il est clair que le titane et, dans une moindre mesure, le cuivre influencent à la fois l'importance de la zone équiaxe et la taille des grains.

# D.4.a.2. Microstructures de solidification

Les résultats de nos observations sur la macrostructure de solidification nous ont conduits à distinguer deux zones, la zone basaltique et la zone équiaxe. Cette distinction subsiste au niveau de la microstructure. Les figures III.22. et III.22bis. illustrent la morphologie de la structure dans les deux zones et son évolution en fonction de la teneur en éléments d'addition. Examinons successivement les résultats dans les deux zones.

# D.4.a.2.a. Zone basaltique

Au voisinage de la peau de la brame, la structure à l'intérieur d'un grain basaltique (grain allongé dans le sens du flux de chaleur) est une structure de type cellulaire, c'est-à-dire formée d'un réseau périodique de petits grains de zinc allongés et séparés par une fine couche d'eutectique Zn-TiZn<sub>15</sub>. Toutes les cellules ont la même orientation cristallographique à l'intérieur d'un même grain. Elles sont formées par le déplacement d'un front de solidification non plan à courte distance.

On sait que la forme du front de solidification d'un alliage hypoeutectique est fonction de la valeur du rapport G/V où G est le gradient de température dans le liquide à l'interface solide-liquide et V la vitesse de solidification (fig. 111.23.). Pour des valeurs élevées de G/V, le front de solidification est microscopiquement plan (fig. III.23a.). Le soluté en excès, puisque le solide qui se dépose est moins riche en soluté que le liquide, s'accumule devant le front de solidification. Le résultat est une variation continue de la composition du solide de la peau vers le centre de l'échantillon, appelée macroségrégration.

Pour des valeurs moyennes de G/V, le front plan devient instable et il s'y forme des protubérances périodiques qui conduisent à une structure cellulaire (fig. III.23b.). Le rejet de soluté en excès se fait alors en partie vers les vallées entre cellules et l'accumulation du soluté peut conduire à un dépôt eutectique. Ce sont ces caractéristiques que l'on observe en général dans les zones basaltiques des brames de zinc-cuivre-titane.

Pour des valeurs faibles de G/V, les parois lisses des protubérances de la structure cellulaire deviennent à leur tour instables et le résultat est appelé structure dendritique (fig. 111.23c.). Cette structure très ramifiée est caractérisée par deux périodes distinctes, celle des branches primaires et celle des branches secondaires greffées sur les branches primaires. Le rejet latéral de soluté peut conduire à un dépôt eutectique entre les dendrites; la macroségrégation est alors fortement atténuée. On notera que l'on observe rarement des dendrites dans les zones basaltiques des brames de zinc-cuivre-titane.

Puisque la morphologie des cellules et la période de la structure (10 à 15  $\mu$ m) demeurent à peu près constantes d'une extrémité à l'autre d'un grain de zone basaltique, on en déduit que la vitesse de solidification et le gradient de température à l'interface varient peu au cours de la croissance du grain. Cependant, dans l'état actuel des théories de la solidification, on ne peut pas déduire leur valeur de l'observation de la structure. La détermination de ces paramètres ne peut se faire qu'expérimentalement au cours d'essais de laboratoire, où vitesse et gradient sont rigoureusement mesurés et maintenus constants. La direction de croissance des cellules est bien déterminée à l'intérieur d'un grain, à cause de la forte anisotropie cristallographique de croissance du zinc. Elle varie cependant fortement d'un grain à un autre, puisqu'on observe une dispersion des directions de croissance d'à peu près 10° autour de la perpendiculaire à la surface de la brame. Cette dispersion s'explique par le fait que les germes solides qui se forment à l'interface entre le liquide et le feuillard de la machine Hazelett sont orientés de manière aléatoire. Leur direction facile de croissance est donc également aléatoire, mais la croissance des grains mal orientés sera bloquée par celle de leurs voisins plus favorisés. Cette sélection se fera progressivement au cours de l'avance du front de solidification et la structure aura un caractère basaltique de plus en plus marqué.

Les micrographies de la figure III.22. conduisent à penser que la période et la morphologie de la structure cellulaire ainsi que la géométrie du dépôt eutectique varient notablement de grain à grain. En fait, il n'en est rien. Les cellules des alliages n'ont pas une symétrie de révolution mais sont nettement allongées dans une direction avec une section sensiblement hexagonale (fig. III.24.). La différence de morphologie entre grains provient essentiellement des variations de l'angle de la coupe micrographique par rapport à la direction de croissance des cellules.

Le dépôt eutectique entre cellules est très mince sauf dans la zone de contact entre trois cellules adjacentes (fig. III.22.). La structure de l'eutectique Zn-TiZn<sub>15</sub> est tellement fine qu'on ne la résoud pas, en général, au microscope optique, sauf lorsque l'orientation de la coupe exagère la période de la structure : les lamelles de TiZn<sub>15</sub> que l'on observe alors ne doivent pas être confondues avec des composés définis.

Comme on s'y attend, la fraction volumique de l'eutectique comprise entre les cellules croît avec la teneur en titane mais la structure eutectique demeure toujours trop fine pour être résolue à l'échelle du microscope optique. La faible périodicité de la structure cellulaire et de la structure eutectique est due, bien évidemment, à la grande vitesse de refroidissement de la zone proche de la peau de la brame. Enfin, on constate dans le cas de l'alliage à plus fortes teneurs en éléments d'addition (0,8 % Cu et 0,15 % Ti) un début de branchement des cellules qui conduit à une structure de type dendritique.

# D.4.a.2.b. Zone équiaxe

La zone du centre de la brame est à structure équiaxe (fig. 111.22.), c'est-à-dire qu'elle s'est formée par la croissance de particules solides au sein du liquide dans toutes les directions. On observe de gros cristaux de zinc de forme polyédrique séparés par un dépôt eutectique plus ou moins important.

Il convient de rappeler que la croissance des grains de la zone équiaxe se produit en même temps que celle de la zone basaltique et bloque à un moment donné la croissance des basaltes. Les cristaux de la zone équiaxe peuvent germer au sein du liquide lorsque sa température devient inférieure à la température de solidification; ils peuvent aussi provenir de germes formés dans la peau de la brame qui se sont détachés de la zone basaltique en cours de formation et ont été entraînés vers le centre par des courantes de convection du Les conditions de refroidissement des grains équiaxes sont liquide. moins constantes que celles des grains basaltiques puisqu'on obtient des tailles et des morphologies de structure très variées. En outre, la forme polyédrique des gros cristaux de zinc suggère l'existence d'un phénomène important de coalescence. Néanmoins, ici encore, il convient de se rappeler que l'angle entre le plan de coupe et la direction de croissance de l'eutectique peut complètement modifier la taille apparente de la structure eutectique. Si, donc, on observe côte à côte deux zones de tailles différentes, il est vraisemblable que c'est l'angle de coupe qui diffère et non pas la vitesse de solidification de l'eutectique. Par contre, si dans l'ensemble de la zone équiaxe la structure eutectique est grossière, on peut en déduire que la vitesse de solidification du liquide eutectique était faible.

On observe parfois l'existence de zones eutectiques très étendues à l'intérieur de la zone équiaxe. C'est l'origine des filons eutectiques épais qui, nous le verrons ultérieurement, apparaissent lors du laminage et détériorent les caractéristiques mécaniques du solidification laminé. On sait effet que la liquide en d'un hypoeutectique homogène conduit souvent à un solide hétérogène car des cristaux la croissance basaltiques s'accompagne d'une macroségrégation qui enrichit la zone équiaxe en titane. On s'attend alors à observer une fraction volumique du dépôt eutectique plus élevée équiaxe dans la zone que dans la zone basaltique. L'hétérogénéité de la répartition de l'eutectique a probablement pour origine le déplacement des grains équiaxes dans le liquide avant qu'ils ne se rencontrent et se figent.

On constate que la taille des cristaux de zinc ne varie pratiquement pas en fonction des teneurs en cuivre ou en titane. Par contre, la proportion d'eutectique croît, comme prévu, avec la teneur en titane. Simultanément, la forme du grain évolue d'une section polyédrique à une section arrondie. La taille de la structure eutectique est en général trop fine pour être résolue au microscope optique.

# D.4.b. Influence des teneurs en cuivre et en titane sur la structure des alliages zinc-cuivre-titane laminés à chaud

#### D.4.b.1. Textures d'orientation

Les examens de texture ont été limités à la détermination de la figure polaire relative au plan de base, à peau et à coeur.

Les tableaux (III.2.) et (III.3.) fournissent les intensités, en mombre de coups, pour les diverses régions de la figure polaire (écart angulaire vis-à-vis du centre de la figure) où on a noté une activité significative.

# a) Figures polaires en peau

<u>Repères</u>	0°	0° <b>-</b> 5°	5°-10°	10°-15°	15°-20°	20°-25°
A	19.200	17.600	1.600	-	-	
B	11.200	6.400	1.600	-	-	
C	8.000	6.400	3.200	1.600	800	
D	3.200	1.600	800	800	-	

# Tableau (III.2.)

La texture en peau est, clairement, une texture d'axe c. Dès maintenant, on notera que l'augmentation de la concentration en élements d'addition paraît diminuer l'acuité de cette texture (fig. 111.25., 111.26.).

### b) Figures polaires à coeur

(BU)
------

# Tableau (111.3)

Repères	0°	0°-5°	5°-10°	10°-15°	15°-20°	20°-25°	25°-30°	30°-35°
A	480	480	480	640	640	640	320	160
	480	480	640	640	480	320	160	-
в	800	1.120	1.120	1.280	1.120	720	320	-
_	800	640	960	1.120	960	640	320	-
с	800	960	1.120	1.120	720	320		_
-	800	640	640	640	480	320	160	-
D	720	960	960	1,120	1.120	800	320	-
U	480	640	640	640	640	320	360	-
	ļ			}				

Les figures polaires sont reprises aux fig. 111.25. et 111.26. La comparaison des examens à peau et à coeur montre que la texture d'axe c obtenue par laminage à chaud n'intéresse en fait que les couches superficielles du matériau; à coeur, la texture présente la forme classique des alliages de zinc.

# D.4.b.2. Microscopie optique

La figure III.27. reprend les structures à faible grossissement des alliages étudiés. On notera les hétérogénéités de déformation après le laminage à chaud qui se traduisent, notamment, par une répartition assez hétérogène de la phase  $\text{TiZn}_{15}$ . Cette structure peut trouver son origine dans la microstructure de coulée; il est clair que de telles structures peuvent influencer, de manière défavorable certaines caractéristiques mécaniques de l'alliage (sa ductilité, par exemple) ainsi que, d'une manière générale, l'homogénéité de ces caractéristiques. Il est évident que la réorientation des alignements de  $\text{TiZn}_{15}$  ne peut pas, dans le cas de laminés industriels, être considérée comme complète après une seule réduction supérieure à 50 \$. Toutefois, la tendance à avoir des filets parallèles à la surface de la tôle est très marquée. Les structures observées montrent que les filets de TiZn<sub>15</sub> inhibent la croissance des grains.

# D.4.b.3 Microscopie électronique par balayage - Etat non déformé

Ces examens, qui avaient pour but de déterminer l'analyse qualitative des phases en présence, ont été réalisés sur des coupes parallèles au plan de laminage. Les micrographies reprises aux fig. III.28. à III.31bis. illustrent les résultats obtenus. Ces derniers sont conformes à ceux que l'on pouvait attendre à priori; pour une teneur en cuivre de 0,8 %, on note la présence de particules de TiZn<sub>15</sub> contenant du cuivre, ce qui est conforme aux résultats publiés antérieurement par Heine et Zwicker (1962a). Par ailleurs, on remarquera que l'addition d'une quantité de titane aussi faible que 0,05 % conduit à l'obtention d'une quantité importante de TiZn15. En outre, des amas fins d'eutectique sont obtenus pour les additions de 0,15 % Dans certains alliages, des particules de forme assez de titane. grossière sont observées dans les régions entre filets; elles se trouvent à l'intérieur des grains, mais aussi fréquemment aux joints de grains et aux joints triples.

#### D.4.b.4 Microscopie électronique par balayage - Faciès de rupture

Il est intéressant d'examiner les faciès de rupture après traction à des vitesses de déformation différentes. Nous ne considèrerons que les micrographies correspondant aux teneurs extrêmes qui ont été étudiées. Les deux autres alliages montrent une évolution, en fonction de la vitesse de traction, qui se situe entre ces deux limites. Les micrographies sont reprises aux fig. III.32. à III.35.

Au préalable, on notera que lors de l'accroissement de la vitesse de traction, on observe généralement une hétérogénéité de plus en plus marquée de la déformation, provoquée par :

la difficulté pour les glissements de se développer dans chaque grain;

les différences d'orientation entre deux grains voisins;

 le taux d'intervention plus ou moins important des joints de grains dans la déformation plastique.

D'une manière globale, on peut dire que la déformation avant rupture procède en deux stades très clairement différenciés sur les micrographies : une déformation ductile (striction) et, dans les derniers moments, une déformation de caractère plus fragile correspondant à la rupture plus brutale de l'échantillon. Ce processus semble assez général : ces stades se retrouveront également dans les éprouvettes prélevées après laminage de finition.

A plus fort grossissement, la zone de rupture brutale montre un faciès à cupules, faciès caractéristique d'une rupture présentant, néanmoins, un certain caractère ductile. L'importance de cette zone augmente avec l'accroissement de la vitesse de traction. Il y a donc une différence de morphologie dont on peut rendre compte de la manière suivante.

L'élévation de la vitesse de déformation supprime un nombre important de plans de glissement de part et d'autre du joint de grains, ce qui rend l'accomodation des contraintes au joint plus malaisée. A niveau de contraintes appliquées égales, les contraintes de cisaillement à l'intérieur de chaque grain seront plus importantes à vitesse de déformation plus élevée et pourront provoquer la rupture ductile par cission transgranulaire. Cette dernière intervient plus ou moins rapidement en fonction du taux de durcissement, c'est-à-dire de la possibilité pour l'éprouvette d'atteindre la limite de cohésion du polycristal pour un allongement plus ou moins important qui constituera donc, finalement, un paramètre de ductilité significatif des effets de la vitesse de traction et de l'orientation. En accord avec les observations de plusieurs chercheurs, discutées par François et Joly (1972) ainsi que par de Leiris (1974), les fortes concentrations de contraintes vont provoquer des déformations localisées importantes conduisant à la formation de cratères de type ductiles. Autrement dit, une augmentation de la vitesse de traction va favoriser la germination de cratères du type ductile, en réduisant l'accomodation plastique aux joints de grains et aux interfaces de TiZn<sub>15</sub>. Les cratères seront dès lors plus nombreux mais plus petits lorsque la vitesse de traction augmente, ce qui permet de rendre compte du faciès particulier observé sur les surfaces de rupture.

# D.4.b.5. Microscopie électronique par transmission

Plusieurs travaux antérieurs suggèrent que l'étude de l'influence de la microstructure des alliages de zinc sur leurs caractéristiques mécaniques doit faire intervenir la microscopie électronique par transmission. Dans ce cadre, il nous paraît utile de préciser la terminologie utilisée, et plus particulièrement le terme "sous-Il convient d'insister sur la différence entre la sousstructure". structure observée dans le zinc (plus généralement, dans le métaux déformés à chaud) et celle observée dans les métaux déformés à froid. (Wégria et Habraken, 1970). D'une manière qui se généralise de plus en plus dans la littérature, on maintient l'appellation "sous-structure" pour la déformation à chaud et on réserve celle de "cellule" pour la déformation à froid (Thompson, 1976). Les cellules, qui dans le cas

du zinc ne sont observées qu'après des conditions de déformation particulières (très basses températures), sont formées d'amas de dislocations non-organisés en sous-joints. Dans le cas de la sousstructure, appelée aussi sous-structure de polygonisation, il convient de distinguer deux ordres de sous-structure qui ont été bien différenciés par Poirier (1976) auquel nous empruntons la formulation de la distinction :

- les sous-grains de taille moyenne (d > 10µm), désorientés entre eux de plus de 1°. Ils sont visibles par figures d'attaque ou par des techniques de contraste d'orientation (microscopie en lumière polarisée, topographie X, etc.). Leur existence est caractéristique de la déformation à haute température et leur taille est inversément proportionnelle à la contrainte appliquée. Leur désorientation augmente probablement avec la déformation;
- les sous-grains limités par des parois de dislocations visibles uniquement au microscope électronique. Ils ne sont pas nécessairement représentatifs de la déformation et peuvent résulter, par exemple, d'un réarrangement de dislocations pendant un recuit. Les observations doivent donc être faites avec prudence : les sous-grains de ce deuxième type peuvent donner des informations qui ne sont pas liées uniquement à la déformation.

Avant de passer à l'examen des micrographies obtenues, on insistera encore sur le fait que les observations ont porté sur un matériau déformé dans des conditions industrielles et que, par conséquent, tous les alliages observés ont subi un certain "recuit bobine" en cours de refroidissement. On doit donc considérer que les microstructures observées révèlent aussi des événements qui se passent durant ce recuit. C'est ainsi que sur certaines micrographies on remarquera :

 un grossissement de la sous-structure; en effet des joints sont courbés entre certains précipités, ce qui traduit une migration des sous-joints pendant le recuit bobine; - la transformation d'amas de dislocations en réseaux et/ou en parois qui sont stables à partir d'un certain moment, lorsque l'énergie fournie lors du recuit bobine est trop faible pour encore modifier une configuration qui est déjà relativement stable.

Ceci étant précisé, on peut passer à l'examen des microstructures qui ont été obtenues.

#### D.4.b.5.a. Alliage zinc - 0,05 % Cu - 0,05 % Ti

Les observations, illustrées par les micrographies de la fig. 111.36 et 111.36bis. peuvent se résumer brièvement de la manière suivante :

répartition et morphologie hétérogènes du TiZn<sub>15</sub>,

 hétérogénéité de la déformation qui se traduit par les variations de dimensions de la sous-structure et par l'hétérogénéité de la densité des dislocations. La sous-structure est néanmoins équiaxe, ce qui caractérise une déformation réalisée dans les conditions suivantes : température élevée et contraintes importantes;

 présence de longues dislocations, confirmant une texture très marquée; certaines configurations évoquent des possibilités de glissement dévié.

#### D.4.b.5.b. Alliage zinc - 0,3 % Cu - 0,10 % Ti

Les micrographies des fig. III.37 et III.37bis. appellent les remarques suivantes :

en comparaison avec le cas précédent, la sous-structure est plus fine;

- on confirme l'hétérogénéité de déformation mise en évidence en microscopie optique;
- les particules de TiZn<sub>15</sub> présentent une morphologie hétérogène;
- on note l'existence d'interactions précipités dislocations; on observe la présence de réseaux de dislocations qui accroissent la forêt pour les dislocations qui apparaîtront ultérieurement lors de la mise en forme;
- enfin, dans de rares cas, ce qui est normal au vu de la teneur en cuivre, on remarque la présence de phase ε se présentant sous la forme de petites particules sphériques.

#### D.4.b.5.c. Alliage zinc - 0,3 % Cu - 0,15 % Ti

Les micrographies correspondantes sont reprises aux fig. 111.38 et 111.38bis., on y retrouve essentiellement les mêmes caractéristiques que celles mises en évidence dans le cas précédent :

morphologie du TiZn<sub>15</sub> assez hétérogène;

- hétérogénéité assez marquée de la sous-structure;
- présence de réseaux de dislocations;
- présence, en quantité limitée, de phase  $\varepsilon$  .

# D.4.b.5.d. Alliage zinc - 0,8 % Cu - 0,15 % Ti

Les micrographies des fig. 111.39. et 111.39bis. mettent en évidence les caractéristiques suivantes :

un affinement net de la sous-structure;

- une meilleure homogénéité, du moins au point de vue morphologie, du TiZn<sub>15</sub>;
- la présence de réseaux de dislocations;
- des interactions précipités dislocations;
  - la présence de particules de phase € qui, à défaut d'être plus nombreuses que dans le cas des alliages tenant 0,3 % de cuivre, ont des dimensions plus importantes. (on ne perdra pas de vue le TiZn<sub>15</sub> dissoud une partie du cuivre : Piccinin et al (1976)).

D'une manière générale, on peut dire que dans ces échantillons, examinés à l'état brut de laminage industriel (recuit bobine), un des faits importants est la variations de la densité de dislocations d'un grain à l'autre. Le matériau, qui subira ultérieurement une mise à forme, présente donc une microstructure restaurée et même recristallisée, la teneur en éléments d'addition influençant la taille des grains.

# D.4.c. Influence des teneurs en cuivre et en titane sur la structure des alliages zinc-cuivre-titane laminés à froid

#### D.4.c.1. Textures d'orientation

Comme dans le cas des alliages laminés à chaud, les examens de texture ont été limités à la détermination de la figure polaire relative aux plans de base, à peau et à coeur. Ces figures polaires sont reprises aux figures III.40. et III.41. Comparés aux textures caractérisant l'état laminé à chaud, on y note une évolution normale si l'on considère les températures de laminage; la texture après laminage à froid évolue vers une texture à deux tâches, caractéristique d'un laminage réalisé à une température plus basse (Messien et Wégria, 1972). La composition ne semble pas influencer la texture obtenue.

### D.4.c.2 Microscopie optique

Les micrographies optiques sont reprises à la figure III.42. Elles permettent de constater que le laminage à froid qui consiste en deux réductions supplémentaires d'environ 50 %, supprime les hétérogénéités "macroscopiques" mises en évidences après le laminage à chaud réalisé en une passe.

Même dans le cas de l'alliage tenant 0,78 % Cu, on remarquera que la structure est entièrement recristallisée, malgré une température de laminage relativement basse pour une telle teneur en cuivre. D'autre part, si l'on compare les alliages Zn-Cu-Ti et les alliages binaires zinc-cuivre laminés à froid, on arrive à une conclusion identique : les alliages binaires sont écrouis, les alliages ternaires ayant la même teneur en cuivre sont recristallisés. Neumeier et Risbeck (1970) avaient déjà observé que la recristallisation des alliages zinc-cuivre-titane peut être plus aisée que celle des alliages zinc-cuivre de même teneur nominale en cuivre. Nous pensons que ce fait est le résultat de deux phénomènes :

- existence de tensions locales, liées à la présence de la phase dispersée TiZn<sub>15</sub>, qui accélèrent la recristallisation;
- dissolution d'une certaine quantité de cuivre dans le TiZn<sub>15</sub>.

D'après nos mesures de microanalyse sur lames minces, la quantité de cuivre que pourrait dissoudre ce TiZn15 est de l'ordre de 0,3 %. Ce processus peut donc réduire, de manière importante, la quantité de cuivre contenue dans la matrice zinc. Il en résulte donc que les matrices des alliages Zn-Cu et Zn-Cu-Ti, de même teneur globale en cuivre, ne sont pas comparables du point de vue température de recristallisation.

# D.4.c.3 Microscopie électronique par balayage - Etat non déformé

Ces examens ont été réalisés dans les mêmes conditions et dans le même esprit que les observations correspondantes pour l'état laminé à chaud. Les informations obtenues ne diffèrent pas fondamentalement de celles obtenues pour l'état décrit précédemment; nous nous limiterons donc aux micrographies reprises aux figures III.43. à III.45. Dans l'alliage tenant 0,8 % Cu, on note l'existence de quelques rares particules de phase  $\varepsilon$  présentes sous forme globulaire. Si l'on tient compte :

 de l'influence de la vitesse de solidification sur les diagrammes d'équilibre;

- de la présence de cuivre dans le TiZn<sub>15</sub>,

il semble que les conditions de fabrication soient telles qu'il ne se forme pas de phase  $\varepsilon$  à la solidification. Il paraît donc assez vraisemblable que la phase  $\varepsilon$  observée se forme lors du vieillissement associé au recuit bobine. Puisque le cuivre dans le zinc possède un coefficient de partage k > 1, cela veut dire, selon la théorie de Cahn (1962), qu'il a une tendance naturelle à éviter le joint de grains. Le mécanisme d'apparition de certains précipités serait donc lié à la diffusion et au dragage par les joints en mouvement lors du recuit bobine (Lücke et Detert, 1957). Il faut, en outre, tenir compte des résultats récents de Smidoda et al (1979), qui ont montré que le coefficient de diffusion dans un joint en mouvement était plus élevé que dans un joint statique.

#### D.4.c.4 Microscopie électronique par balayage - Examens des ruptures

Les observations n'étant pas fondamentalement différentes de celles qui ont été faites pour l'état laminé à chaud, nous nous limitons aux micrographies des figures III.46 et III.47. Ces micrographies confirment bien les considérations émises précédemment; elles permettent, en outre, de mettre clairement en évidence l'influence, non seulement des joints, mais aussi celle de la composition, et donc de la quantité de précipités, sur l'apparition de cupules ductiles dans la section de rupture.

#### D.4.c.5 Microscopie électronique par transmission

Dans ce cas encore, nous nous sommes limités à quelques micrographies correspondant à deux alliages; elles sont reprises aux figures III.48 à III.50. En effet, la microscopie électronique par transmission confirme bien ce que l'on attendait sur la base des autres observations structurales : hétérogénéités réduites, présence de phase  $\varepsilon$ , ...

La caractéristique essentielle de ces examens est l'observation d'une sous-structure pratiquement équiaxe qui est maintenue avec une réduction totale par laminage assez importante. D'une manière globale, les régions à filets apparaissent, très souvent, comme des amas de particules allongés dans la direction de laminage. Dans certains cas, on peut observer une densité relativement élévée de défauts du réseau; néanmoins, généralement, ces défauts sont absents, ce qui est vraisemblablement à mettre en rapport avec le recuit bobine. Cette absence de dislocations permet d'observer les caractéristiques individuelles du TiZn<sub>15</sub>.

# D.4.d. Corrélation structure - caractéristiques mécaniques

L'analyse des résultats des examens structuraux a déjà permis la formulation d'un certain nombre de remarques sur lesquelles nous ne reviendrons pas. Dans ce paragraphe, nous insistons sur certaines observations et nous nous efforçons de synthétiser les données d'ordre structural qui doivent être retenues dans le cadre de l'étude de la pliabilité du zinc-cuivre-titane.

Sur la base de l'ensemble des observations structurales qui ont été réalisées, il est clair que les composés TiZn15, qu'ils aient dissous ou non une certaine quantité de cuivre, sont très durs par rapport à la matrice, et qu'ils ne changent guère de forme durant le laminage. Il en résulte l'existence de gradients de déformation qui peuvent expliquer la présence de réseaux de dislocations bien réguliers entre les alignements de TiZn<sub>15</sub>, ce qui est observé sur L'origine de ces dislocations est, très plusieurs micrographies. clairement, l'accomodation de ces gradients de déformation, qui rend compatible la déformation de deux phases. Les précipités TiZn<sub>15</sub> ne présentent pas les mêmes caractéristiques de plasticité que la matrice environnante; autour de ces composés, des glissements supplémentaires sont nécessaires pour adapter la déformation générale de la matrice et celle des précipités. Outre le rôle que ces derniers jouent en tant qu'obstacles au déplacement des dislocations assurant la déformation plastique, il y a un autre aspect qu'il ne faut pas perdre de vue. En effet, dans le domaine des écrouissages forts et moyens, et si la température de déformation n'est pas trop élevée, le grain recristallisé est généralement fin. Dans ce domaine, on admet généralement que la présence de précipités augmente la densité des germes de recristallisation. Cependant, lorsque la densité de précipités devient très grande ou que, à fraction volumique constante, la taille moyenne des particules précipitées devient très petite, on constate un effet inverse. En particulier, lorsque la distance moyenne entre particules devient du même ordre de grandeur ou inférieure à la dimension de la sous-structure, on constate un blocage de la germination qui se traduit par l'apparition d'un grain recristallisé grossier. On devine immédiatement qu'il y a là un compromis à trouver, but qui, selon nos connaissances, ne peut être atteint actuellement que par voie empirique.

Nous fondant sur l'analyse que nous avons faite et tenant compte de résultats obtenus dans le cadre d'autres recherches (Piccinin et al, 1975; Piccinin et Wégria, 1976), il se confirme que l'addition de 0,10 à 0,15 % de titane semble être la plus efficace pour les alliages Zn-Cu-Ti. On avait pu constater, en effet, que les teneurs en titane supérieures à 0,15 %, pouvaient entraîner une diminution de la ductilité de l'alliage. La quantité de composés intermétalliques présents favorise en effet la germination et la croissance de fissures conduisant à une rupture prématurée. Les teneurs inférieures à 0,10 % titane s'avèrent insuffisantes pour améliorer les caractéristiques mécaniques des alliages zinc-cuivre. Tout au plus, dans ce cas, les composés intermétalliques présents dans la microstructure de l'alliage peuvent-ils jouer un certain rôle comme inhibiteur de la croissance des grains.

Avant de considérer l'évolution des caractéristiques mécaniques, il convient de rappeler que l'énergie de défaut d'empilement du zinc étant relativement élevée, la polygonisation n'est pas un processus important dans ce métal.

La recristallisation se produit donc dès que l'énergie nécessaire à son déclanchement est disponible. La déformation à l'état de régime peut sans doute être considérée comme la répétition de ce processus initial s'effectuant de façon continue. Il y a alors un équilibre entre écrouissage et recristallisation auquel correspond une contrainte indépendante de la déformation. Le grain est d'autant plus fin que la vitesse est plus élevée. De même, dans un intervalle de températures sans point de transformation allotropique, ce qui est le cas pour les alliages Zn-Cu-Ti, le grain est d'autant plus fin que la température est plus basse, la déformation étant réalisée à vitesse constante. Augmenter la température équivaut à diminuer la vitesse de déformation; c'est un point important pour les essais de simulation en Néanmoins, il ne faut pas perdre de vue que le comlaboratoire. portement des dislocations peut être fondamentalement modifié selon la température de déformation de l'alliage considéré. Des considérations de ce genre permettent de se faire une idée de l'effet d'un maintien à température entre déformations successives (recuit bobine par exemple). D'une manière générale, on peut dire qu'une succession de déformations sera équivalente à une déformation continue d'autant plus faible que les maintiens en température entre déformations partielles auront été plus longs (Jaoul, 1965).

En d'autres termes, on peut dire que toute l'histoire thermique et plastique intervient pour déterminer la structure finale d'un produit déformé à chaud. Même si le refroidissement qui suit la dernière déformation est relativement lent, une déformation effective la plus élevée possible est souhaitable pour éviter un grossissement trop important du grain qui serait nuisible à de bonnes caractéristiques mécaniques. Bien entendu, si l'on prévoit un refroidissement lent, il y aura intérêt à terminer la déformation à une température la plus basse possible, conférant néanmoins un ensemble de caractéristiques compatibles avec l'utilisation ultérieure du produit.

D'une manière générale, on peut dire que les résultats obtenus fournissent des caractéristiques de résistance mécanique ne révélant aucun fait inattendu si l'on tient compte des variations analytiques. Les éléments d'addition, suivant ce qui a été discuté antérieurement, contribuent à déterminer une microstructure qui influence le niveau des caractéristiques mécaniques.

Les essais de traction réalisés à diverses températures permettent une première approche du rôle des éléments d'addition cuivre et titane. En effet, notamment pour l'état laminé à froid, on peut constater que lorsque la température d'essai est inférieure à 200°C, l'alliage le plus résistant est aussi l'alliage le plus ductile. Deux facteurs structuraux peuvent rendre compte de cette observation :

- il est bien connu que, d'une manière générale, à un grain plus fin correspond une ductilité plus importante. Bien que la différence de taille de grains ne soit pas très nette dans les cas étudiés, ce facteur doit néanmoins intervenir;
- la présence de cuivre en solution. Ce phénomène a été analysé antérieurement (Wégria et al, 1972). On a montré que les modules d'élasticité E et G du zinc étaient diminués par la présence d'atomes en solution solide dans son réseau. La théorie permet de rendre compte de cette diminution : l'existence d'une déformation interne du réseau entraîne une diminution des modules élastiques du solvant. La loi de Hooke montre que, dans ces conditions, l'allongement augmente pour une même contrainte, l'expérience montre qu'il en est généralement de même pour l'allongement à rupture. Par ailleurs, il a été montré que la

diminution de module observée plus particulièrement dans le cas des alliages tenant du cuivre après traitements thermiques à 200°C pouvait s'expliquer par une augmentation de la mobilité des dislocations.

Quant au titane, sa présence sous forme de particules de TiZn<sub>15</sub> confère à l'alliage une meilleure stabilité en même temps qu'il inhibe le grossissement du grain.

En ce qui concerne la rupture de pente dans le graphique donnant la résistance mécanique en fonction de la température, il est clair, conformément à nos résultats antérieurs (Wégria et al., 1970; 1971; 1972), que dans le domaine des températures supérieures à l'ambiante, les changements de pente traduisant une modification de mécanisme de déformation (migration ou glissement des joints de grains). La température pivot, c'est-à-dire la température à laquelle s'opère le changement de mécanisme, varie légèrement selon l'alliage considéré; ceci s'explique par la teneur en cuivre en solution solide. Même si le cuivre n'a pas tendance à ségréger aux joints de grains, il conduit néanmoins à un effet de ralentissement du mouvement des joints par effet de dragage (Niessen et Winegard, 1966).

Quant au domaine des températures inférieures à l'ambiante, on a déjà signalé que l'on disposait d'un nombre trop restreint de résultats expérimentaux pour tenter d'expliquer l'invariance de la charge de rupture vis-à-vis de la température d'essai. Néanmoins, les observations structurales qui ont été faites et qui sont illustrées par les micrographies de la fig. III.51. permettent d'avancer l'hypothèse de l'intervention du maclage.

On retiendra donc que ces quelques essais permettent de confirmer les effets suivants : influence du cuivre en solution solide sur la ductilité du zinc; influence des alignements de TiZn<sub>15</sub> sur la stabilité à "haute" température des alliages zinc-cuivre-titane et le rôle prépondérant des joints de grains dans les processus de déformation du zinc et de ses alliages.

11.47.

Les résultats obtenus montrent que dans le cas du laminé à chaud, on obtient une quasi-isotropie de la charge de rupture et de l'allongement à la rupture. Ce fait s'explique par la texture particulière de ce laminé qui est une texture d'axe c. Les faibles écarts que l'on constate entre les valeurs de ces grandeurs dans les sens long et travers proviennent de ce que la texture d'axe c n'intéressent pas toute l'épaisseur du laminé. L'existence de cette texture particulière du laminé à chaud, son acuité en surface, et son évolution lors du laminage à froid semblent dépendre de la teneur en cuivre de l'alliage. Toujours en liaison avec la texture d'orientation, on remarquera que l'allongement à la rupture à tendance à augmenter avec la vitesse de traction (donc avec la vitesse de déformation).

Il apparaît clairement que le problème de la structure d'un alliage de zinc laminé est complexe. Ce fait s'explique si l'on tient compte de ce que un laminage industriel implique une série de passes au cours desquelles la déformation totale est réalisée par paliers, à des températures décroissantes. En outre, chaque palier est séparé par un recuit bobine, de durée variable, non seulement entre chaque passe, mais également pour les diverses zones de la bobine, pour autant que la bobine produite soit de taille suffisamment importante. Cette pratique a, du point de vue structural, diverses implications.

Durant les premiers stades de la déformation à chaud, la contrainte d'écoulement augmente, la densité de dislocations augmente et la sous-structure commence à se former, Holt (1970) a, en effet, montré, de manière théorique, que la formation d'une sous-structure est une nécessité physique. Selon cette théorie, un système dans lequel les dislocations se répartiraient uniformément dans toute la masse ne serait pas dans un état d'énergie minimale. La coexistence de dislocations de signes opposés tend à les rapprocher et à les grouper dans certaines régions du métal afin de diminuer les énergies d'interaction. Cette sous-structure est généralement équiaxe si la température de déformation est suffisamment élevée  $(0, 6 T_{f})$ . Dans ces conditions, la passe de laminage suivante se fera sur une structure au moins restaurée, voire recristallisée. Dans la déformation à

chaud, la taille de grains du produit avant laminage, pour autant qu'elle soit maintenue dans des limites raisonnables, n'a pas un caractère aussi primordial que dans le cas de la déformation à basse température. Elle ne semble pas, en tous cas, exercer une influence marquée sur la contrainte d'écoulement stationnaire ni sur la taille de la sous-structure (Jonas et Mc Queen, 1976). Elle pourrait, cependant, influencer le durcissement d'écrouissage et la recristallisation dynamique ultérieure. En ce qui concerne la désorientation des sous-grains, la microscopie électronique montre que, dans les matériaux déformés à chaud, les désorientations n'atteignent que quelques degrés après les déformations variant de 1 à 4; les observations que nous avons faites sont qualitativement en accord avec ces données.

La densité de dislocations semble rester pratiquement constante, quel que soit le stade du laminage; cette observation s'explique sur la base d'un équilibre entre écrouissage et restauration-recristallisation lors de la déformation à chaud.

Lors d'une déformation à "haute" température, la présence d'une seconde phase plus ou moins dispersée peut influencer la résistance et la ductilité de l'alliage (Mc G. Tegart, 1968). Par ailleurs, durant la déformation à chaud et les recuits bobine subséquents, on peut avoir une fragmentation de ces composés intermétalliques ainsi que, éventuellement, l'accélération de la cinétique d'une précipitation et une éventuelle coalescence de précipités. Le résultat final sera une modification de la microstructure de l'alliage. Il en résulte que le schéma du laminage est important et doit être étudié soigneusement pour obtenir les caractéristiques optimales. La teneur en éléments d'alliage doit être également déterminée avec attention; elle peut en effet intervenir de plusieurs manières : durcissement de précipitations, durcissement de solution solide; influence sur le processus de recristallisation.

# D.5. <u>Aspects fondamentaux de la déformation plastique d'un alliage zinc-</u> cuivre-titane

Cette étude est fondée sur le modèle de déformation plastique développé par Gouzou et d'Haeyer (1974). Ce modèle cherche à donner une description aussi exacte que possible des déformations plastiques réelles du polycristal, tout en conservant des calculs relativement simples.

#### D.5.a. Principe du modèle

La figure III.52. donne un schéma de principe de la manière dont se réalise la déformation plastique dans ce modèle. Cette figure présente une tôle sollicitée par trois contraintes principales  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$ et  $\sigma_3$ . L'une ( $\sigma_3$ ) est normale au plan de la tôle, les deux autres ( $\sigma_1$  et  $\sigma_2$ ) agissent dans ce plan. On admet que toute déformation de la tôle résulte d'une simple superposition de glissements plastiques ( $G_{12}$ ,  $G_{23}$ ,  $G_{31}$ ) dans les six plans situés à 45° des contraintes principales. L'importance donnée à ces glissements plastiques particuliers provient de ce que :

- la déformation plastique réelle du polycristal résulte d'une superposition de déplacements de dislocations, lesquels conduisent à des glissements purs, sans aucune modification de volume;
- les déplacements de dislocations, qui sont fonctions des contraintes tangentielles locales, se font particulièrement bien dans les plans où ces contraintes sont maximales, c'est-à-dire à 45° des contraintes principales.

En se référant à la fig. III.52., on constate que le glissement élémentaire  $G_{12}$ , qui se situe à 45° des contraintes  $\sigma_1$  et  $\sigma_2$ , est commandé par les valeurs de ces contraintes, et modifie à la fois la largeur et la longueur de la tôle, sans changer son épaisseur. Le glissement  $G_{13}$ , qui se situe à 45° des contraintes  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$ , modifié la longeur et l'épaisseur de la tôle, sans modifier sa largeur.

De même, le glissement  $G_{23}$ , à 45° de  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$ , modifie l'épaisseur et la dimension suivant  $\sigma_2$ , sans changer la dimension suivant  $\sigma_1$ .

Dans l'essai de traction uniaxé, où la traction se fait suivant  $\sigma_1$ , les contraintes  $\sigma_2$  et  $\sigma_3$  sont nulles. Le glissement  $G_{23}$ est totalement inactif. La déformation résulte alors de l'action simultanée des glissements  $G_{12}$  et  $G_{13}$ . Chacun de ces deux glissements contribue à l'allongement de l'éprouvette. Le glissement  $G_{12}$ intervient seul pour diminuer la largeur, et le glissement  $G_{13}$  intervient seul pour diminuer l'épaisseur.

D.5.b. Relations de base

Le principe du modèle de déformation étant admis, il reste à établir les équations de base qui relieront à tout instant l'état des déformations à l'état des contraintes.

D'une manière générale, si on considère une tôle dont la déformation plastique est parvenue à un certain stade caractérisé par les trois glissements plastiques ( $G_{12}$ ,  $G_{13}$ ,  $G_{31}$ ), la déformation ne pourra se poursuivre qui si des contraintes tangentielles ( $\tau_{12}$ ,  $\tau_{23}$ ,  $\tau_{31}$ ) suffisamment élevées sont appliquées. La vitesse que prendront alors les dislocations, à une température donnée, dépendra de la cission effective dans le plan de glissement, la cission effective étant égale à la différence entre la contrainte appliquée et les contraintes antagonistes dues à l'ensemble des dislocations introduites par la déformation plastique antérieure. Ceci veut dire que la vitesse d'accroissement des glissements plastiques dans les six plans à 45° des contraintes principales est fonction, simultanément :

du niveau des contraintes tangentielles maximales,

- des glissements plastiques réalisés,
- de la température T.

On aura donc, si les directions des contraintes principales coıncident avec les axes de symétrie de l'anisotropie plastique :

> $\dot{G}_{12} = f_{12} (T; \tau_{12}, G_{12}, G_{23}, G_{31})$  $\dot{G}_{23} = f_{23} (T; \tau_{23}, G_{12}, G_{23}, G_{31}) (III.3.)$  $\dot{G}_{31} = f_{31} (T; \tau_{31}, G_{12}, G_{23}, G_{31}).$

Dans ces relations :

G<sub>ii</sub> désigne une dérivée par rapport au temps;

les fonctions f<sub>ij</sub> sont distinctes les unes des autres s'il s'agit d'un matériau anisotrope, et se réduisent à une seule et même fonction pour un matériau isotrope.

# D.5.c. Application du modèle à un alliage zinc-cuivre-titane

#### D.5.c.1. Description de l'alliage étudié

L'alliage étudié présente une analyse moyenne comparable à celles étudiées au paragraphe précédent, tenant compte des observations structurales qui ont été réalisées. Il s'agit de l'alliage zinc – 0,2 % Cu – 0,10 % Ti, laminé industriellement. Cet alliage est caractérisé par les figures de pôles (0001) et (1010) reprises à la fig. III.53. Cette texture correspond à un ensemble de deux orientations distinctes, schématisées sur la fig. III.54. Avec ce type de texture, on doit s'attendre à une anisotropie plastique assez marquée; c'est ce qui sera vérifié pour les essais décrits ci-après. Cette anisotropie a été mise en évidence antérieurement par Doublier (1973) et Ecob (1981a).

#### D.5.c.2 Traction sur éprouvette large

De manière générale, la définition des propriétés plastiques d'un matériau consiste à déterminer les contraintes tangentielles  $\begin{pmatrix} \tau \\ 12, & \tau_{23}, & \tau_{13} \end{pmatrix}$  qu'il faut appliquer, à 45° des contraintes principales, pour poursuivre la déformation au-delà du point où on était arrivé. Pour cela, il faut recourir à des essais mécaniques. Parmi ceux-ci, l'essai de traction sur éprouvette large est particulièrement intéressant : il présente l'avantage de faire intervenir un seul glissement plastique à 45° des contraintes principales. Il donne donc des informations à caractère plus fondamental, et qui sont plus faciles à interpréter en termes de structure.

Les relations (111.3.) se présentent dans ce cas sous une forme simple. Si le seul jeu actif de glissements plastiques est, par exemple, celui qui se situe à 45° de  $\sigma_1$  et  $\sigma_3$ , on peut admettre que la contrainte tangentielle à mettre en oeuvre pour déformer la tôle à une vitesse et une température données s'écrit sous la forme :

$$\tau_{13} = \tau_{0} + \tau_{c}$$
 (111.4.)

Dans cette relation :

 $\tau_{0}$  est la contrainte à mettre en jeu pour déformer le polycristal en luttant contre tous les obstacles autres que ceux liés à la consolidation;

 $\tau_{c}$  est la contrainte à mettre en jeu pour lutter contre l'ensemble des défauts structuraux apportés par la déformation plastique. Cette contrainte peut s'exprimer en fonction du glissement plastique G<sub>13</sub>. La figure III.55. montre les lois d'écrouissage obtenues dans une série d'essais de traction sur éprouvettes larges, dans lesquels on a fait varier l'orientation de l'effort de 15 en 15 degrés, en partant de la direction de laminage jusqu'à la direction transversale. Ainsi que le laissait prévoir la texture, on constate que le matériau se déforme de manière anisotrope. L'ensemble de ces courbes donne une description complète de la manière dont une tôle de l'alliage étudié s'écrouit en déformation plane, pour toutes les orientations de l'effort.

On constate également que la limite élastique, qui correspond au début de chacune de ces courbes, est minimale quand l'effort de traction est parallèle à la direction de laminage, et qu'elle croît d'autant plus qu'on s'éloigne de cette direction. Un essai de calcul théorique de la variation de limite élastique en fonction de l'angle direction de laminage – orientation de l'effort a été réalisé. Ce calcul supposait que le glissement se faisait uniquement dans le plan de base (trois directions possibles de glissement); de plus on a admis que tous les plans de base du polycristal avaient la même orientation et faisaient un angle déterminé avec le plan de la tôle. La limite élastique a été prise arbitrairement comme correspondant à la tension nécessaire pour avoir un glissement  $G_{13}$  petit, en l'occurrence 0,005.

La figure III.56. donne la comparaison entre les résultats du calcul d'une part, les résultats expérimentaux repris de la fig. III.55. d'autre part. On constate que, jusqu'à un angle de 60° environ, les résultats expérimentaux s'expliquent, soit par l'intervention de la première direction de glissement, soit par l'intervention de la deuxième direction. Au-delà de 60°, les résultats expérimentaux ne concordent plus avec le calcul. Ceci conduit aux conclusions suivantes :

- ou la texture utilisée pour les calculs est trop simplifiée et ne correspond pas suffisamment à la réalité;
- ou un glissement autre que celui suivant le plan de base intervient quand les possibilités du plan de base s'épuisent.

Il est vraisemblable que chacune de ces deux raisons intervient pour expliquer la différence constatée entre le calcul et la théorie. Néanmoins, si la texture adoptée est trop simplifiée, nous ne pensons pas que cela puisse induire une erreur très importante : l'intensité maximale est concentrée à 20° du centre de la figure polaire. L'écart observé au-delà de 60° est tel que l'apparition d'un mécanisme de déformation autre que celui du glissement dans le plan de base, le plan pyramidal de seconde espèce, par exemple, ne doit pas être écarté. Et ceci d'autant plus que, si on admet pour le calcul théorique de la loi d'écrouissage, une formule du type :

$$\tau_{13} = A + B G_{13}$$

on constate (fig. 111.57.) que la loi théorique ne correspond pas aux résultats expérimentaux si la déformation plastique dépasse 10 % (courbe en traits interrompus). Ceci suggère qu'il faut tenir compte de ce que la déformation plastique modifie progressivement l'orientation des plans de glissements. En reprenant le mode de calcul suivi ci-dessus pour la limite élastique, et en tenant compte de la modification des angles d'orientation des plans de glissement avec la déformation, on enregistre un bon accord entre la théorie et l'expérience (courbe en trait continu). Il faut noter que cette courbe a été calculée pour une éprouvette prise dans le sens de laminage, c'est-àdire dans une direction où les plans de base peuvent être actifs pour de grandes déformations, si on admet que leur orientation peut se modifier lors de la déformation.

# D.5.c.3 Variation de la limite élastique avec la vitesse de déformation.

Pour établir la loi de variation de la limite élastique avec la vitesse de déformation, deux types d'essais ont été utilisés, tous deux relatifs à la traction uniaxée.

Le premier de ces essais est un essai de traction à charge constante. On applique à l'éprouvette, en un temps très court, une tension connue et on enregistre la loi de déformation en fonction du temps. La figure III.58. reproduit, à titre d'exemple, un enregistrement obtenu au cours d'un tel essai. On constate que l'éprouvette se déforme d'abord à une vitesse pratiquement constante, puis que la déformation se ralentit progressivement à mesure que l'écrouissage augmente.

La vitesse de déformation qui s'observe tout au début de l'essai, quand l'écrouissage n'existe pas encore, est d'autant plus élevée que la tension appliquée à l'éprouvette est plus grande. En utilisant une série d'éprouvettes identiques, et en appliquant à chacune d'elle une tension différente, on obtient chaque fois une vitesse de déformation différente et on peut associer, à chacune des vitesses de déformation ainsi mesurées, la tension qu'il a fallu appliquer à l'éprouvette pour obtenir cette vitesse. En d'autres termes, pour obtenir une vitesse de déformation donnée, il est nécessaire d'appliquer une certaine tension à l'éprouvette; cette tension appliquée est par définition la limite élastique qui correspond à cette vitesse de déformation.

La figure III.59. reprend l'ensemble des résultats. Le domaine des vitesses de déformation qui peuvent être atteintes avec ce type d'essai s'étend sur à peu près six ordres de grandeurs, de  $10^{-6}$  à environ  $1s^{-1}$ . Il est important de remarquer que la limite élastique mesurée au cours d'une telle série d'essais est toujours inférieure à celle mesurée dans l'essai de traction conventionnel. En effet, dans l'essai classique à vitesse de traction imposée, la limite élastique est, par convention, la tension qui correspond à une déformation de 0,2 %. Cette limite élastique conventionnelle comporte nécessairement une certaine part d'écrouissage, qui s'ajoute à la limite élastique réelle. Par contre, dans l'essai de traction à charge constante, la mesure se situe tout au début de la sollicitation, au moment où l'écrouissage n'existe pas encore. Cet essai est donc plus "propre" que l'essai conventionnel, et donne une limite élastique qui a un véritable sens physique, ce qui n'est pas le cas de la limite élastique conventionnelle à 0,2 %.

Ainsi que précisé ci-dessus, l'essai de traction à charge constante ne permet pas d'étudier le domaine de vitesses de déformation situé au-delà de  $1s^{-1}$ , il est nécessaire de faire appel à un autre essai, qui est l'essai de traction-choc, dont le principe est schématisé à la figure III.60.

Dans cet essai, la partie supérieure de l'éprouvette est fortement serrée entre deux mâchoires A et B, pendant qu'une masse connue m, constituée par deux demi-blocs symétriques, est fixée solidement à sa partie inférieure. Cet ensemble peut glisser, pratiquement sans frottement, entre deux fils-guide verticaux (non représentés sur le croquis). Pour procéder à un essai, on soulève jusqu'à une certaine hauteur, l'ensemble formé par l'éprouvette, les deux mâchoires A et B, et la masse m, puis on laisse retomber le tout en chute libre. En fin de course, les mâchoires A et B sont arrêtées brusquement par les deux blocs A' et B', entre lesquels la masse m peut coulisser librement. Dès lors, l'énergie de freinage de cette masse m est nécessairement fournie par une déformation plastique de la partie libre de l'éprouvette, déformation qui se mesure après l'essai grâce à un quadrillage millimétrique imprimé préalablement dans la région centrale. En modifiant, la hauteur de chute, on modifie évidemment la quantité d'énergie mise en jeu dans l'essai, et l'ampleur de la déformation plastique obtenue se modifie en même temps.

La figure III.61. montre, à titre d'exemple, les résultats obtenus à partir d'une série de 13 éprouvettes identiques de l'alliage de zinc étudié. Pour chacun des essais on a porté en abcisse l'énergie mise en jeu par unité de volume, et en ordonnée la déformation plastique correspondante. L'ensemble de ces points expérimentaux définit une droite que l'on peut ajuster par la méthode des moindres carrés. L'inverse de la pente de cette droite fournit la limite élastique correspondant à la vitesse de déformation moyenne réalisée au cours des essais. Cette limite élastique, qui correspond dans ce cas-ci à une vitesse de déformation d'environ 35s<sup>-1</sup>, a été reportée sur la figure III.59., de manière à compléter la loi de variation de la limite élastique en fonction de la vitesse.

La courbe obtenue (fig. 111.59.) montre que la limite élastique tend à augmenter d'une manière plus marquée pour les grandes vitesses de déformation. Il faut noter que cette constatation a également été faite pour les aciers ferritiques ainsi que dans l'étude expérimentale des lois de déplacements des dislocations libres (Gouzou, 1969). Il s'agit donc, vraisemblablement, d'un phénomène très général, presque certainement lié aux lois fondamentales de déplacement des dislocations dans un solide. Si l'on se fonde sur les résultats obtenus pour d'autres matériaux, on peut penser que cette tendance se confirmerait au delà du domaine de vitesses de déformation que nous avons exploré. Dans ce cas, il peut être conclu qu'il existe pour les alliages de zinc une vitesse limite de déformation qu'il est impossible de dépasser; cette remarque peut avoir son intérêt pour l'étude des opérations de formage très rapide. Dans l'acier, cette vitesse limite est voisine de  $6.500s^{-1}$ . Pour le zinc et ses alliages, il n'est pas possible de citer un chiffre actuellement; en se fondant cependant sur la comparaison des courbes donnant l'évolution de la limite élastique en fonction de la vitesse de déformation dans les cas de l'acier et du zinc, on peut s'attendre à peu près à la moitié du chiffre obtenu pour l'acier.

### D.5.c.4. Etude de la courbe de traction

Les paragraphes précédents ont permis de rassembler un certain nombre de données expérimentales, d'un part sur la loi d'écrouissage de l'alliage zinc – 0,2 % Cu – 0,1 % Ti, d'autre part sur la loi de variation de sa limite élastique en fonction de la vitesse de sollicitation.

L'ensemble de ces données permet de définir une loi de déformation plastique valable pour n'importe quelle sollicitation, mais qui prend une forme particulièrement simple dans la traction sur éprouvettes larges :

 $\sigma = A + B \ln \epsilon + C \epsilon^{m}$ 

Dans cette équation,  $\varepsilon$  est l'allongement plastique;  $\varepsilon$  la vitesse de déformation; A est la limite élastique qui correspond à un vitesse de déformation unitaire, en l'absence de tout écrouissage; B définit la sensibilité de l'alliage à la vitesse de déformation; C définit la loi d'écrouissage.

En partant de cette relation, on peut calculer entièrement la formation de la striction et la rupture dans l'essai de traction, en introduisant uniquement comme hypothèse l'existence d'un défaut géométrique vraisemblable en un point de l'éprouvette. Dans ce but, le schéma de calcul défini à la figure III.62. a été utilisé. L'éprouvette AB comporte un défaut localisé, représenté par une région de moindre épaisseur qui correspond arbitrairement à 1 % de la longueur utile. La mâchoire A est reliée au bâti de la machine de traction par un ressort qui représente schématiquement l'équipement dynamométrique (D) utilisé pour la mesure de l'effort pendant l'essai; la mâchoire B est entraînée à vitesse constante v par un ensemble mécanique (non détaillé), qui est représenté schématiquement par un ensemble pignon et crémaillère.

Sur base de ce schéma, on peut calculer à tout instant de l'essai de traction :

- l'effort supporté par l'éprouvette,
- l'allongement plastique dans la région saine et dans la région de moindre épaisseur,
- les vitesses de déformation et les contraintes dans ces deux régions,
- l'allongement global de l'éprouvette.

La figure III.63. donne un exemple de résultats obtenus dans un calcul de ce genre. On y a porté, en fonction de l'allongement total, l'effort par unité de largeur F, les tensions dans les deux régions :  $\sigma$  dans la région saine et  $\sigma$  dans la région de moindre épaisseur, et les vitesses de déformation dans les deux régions.
111.59.

On constate que l'effort passe d'abord par un maximum, qui se situe aux environs de 14 %, puis qu'il décroît ensuite très lentement, la rupture se situant au-delà de 35 %. Par ailleurs, les tensions  $\sigma$  et  $\sigma_r$  se superposent presque parfaitement jusqu'au moment où le maximum de l'effort est atteint; la tension  $\sigma_r$  est cependant toujours un peu plus élevée que la tension  $\sigma$ . Ceci veut dire que, dans la première partie de l'essai, l'affaiblissement de la région de moindre épaisseur est pratiquement compensé par la plus grande consolidation de cette région. Les vitesses de déformation dans la zone affaiblie sont alors très comparables à celles observées dans la région saine de l'éprouvette.

Au-delà d'un certain point, la tension locale et la vitesse de déformation augmentent rapidement dans la zone de moindre épaisseur, en même temps qu'on observe une décroissance de l'effort supporté par l'éprouvette; la poursuite de ce processus conduit évidemment à la rupture.

A l'examen de ces courbes, on constate que le phénomène physique à la base de la rupture est le défaut géométrique introduit dans le modèle. Si on diminue l'importance du défaut, la rupture est retardée. A la limite, si on fait le calcul en partant d'une éprouvette qui ne comporte aucun défaut, la rupture ne se produit pas. Par ailleurs, on constate que la courbe qui donne la vitesse de déformation dans la région du défaut, se différencie des autres courbes (évolution plus rapide et de plus grande ampleur). On peut en conclure que c'est cette accélération rapide de la vitesse de déformation dans la zone affaiblie qui entraîne finalement la rupture.

Si cette conclusion est fondée, on doit s'attendre à ce que l'apparition de la rupture soit influencée par la rapidité de la sollicitation. C'est ce que l'on observe à la figure III.64. où se trouvent groupées des courbes tension-déformation calculées pour cinq vitesses de déformation étagées entre  $10^{-4}$  et  $1s^{-1}$ . Ceci montre que la rupture ne se produit pas parce que la tension appliquée atteint un certain plafond, ni parce que l'allongement dépasse une valeur critique, mais parce qu'en un endroit plus faible de l'éprouvette, il y a une accélération rapide de la vitesse de déformation. Il était intéressant de faire la comparaison complète d'une courbe tension-déformation relevée dans les conditions déterminées et la courbe théorique calculée pour les mêmes conditions. La figure III.65. se rapporte à un essai effectué à la température ambiante, sur un alliage Zn - 0.2 % Cu - 0.1 % Ti, à la vitesse de 2.2s<sup>-1</sup>. La courbe théorique a été calculée pour cette même vitesse de déformation, et en admettant comme défaut géométrique une réduction d'épaisseur de 1 %. On constate que l'accord des deux courbes est très bon.

En résumé, cette étude de certains aspects fondamentaux de la déformation plastique d'un alliage zinc-cuivre-titane nous a permis de mettre en évidence, dès maintenant, deux facteurs essentiels intervenant dans la déformation et la rupture de cet alliage : la texture cristallographique et la vitesse de déformation.





Diagramme d'équilibre zinc-cuivre (côté riche en zinc)

٥ς.



Fig. III 2



0,08 % Cu



0,30 % Cu



0,50 % Cu





(400X)

*Fig.* 111 3



76/77/5

1900X



76/77/5

A: Cu-Zn



86/18

4500 X







86/18\_ Matrice (Cu)



0,0 8 % Cu



0,30 % Cu



0,50 % Cu



0,70 % Cu

(400 X)

Fig.III 6



0,08 % Cu



0,50 % Cu

(400 X)



0,30 % Cu





Fig. III 7

#### LAMINAGE A CHAUD ET RECUIT 1 h./250°C



008%Cu



0,30%Cu



0,50 % C u





(400 X)

Température °C.





Fig. III 9

Température °C.



Zn\_Ti d'après Heine et Zwicker (1962)

Température. °C.







Fig. III 11









Fig. 111.13. Méthode de Straumanis.

LAMINAGE A FROID



0,052 **%** Ti



0,116 % Ti



0,140 % Ti

(400 X)





*Fig.* III 14



0,05 % Ti



0,116 % 71



0,140 % Ti



0,174 % Ti

(400 X)

Fig. III 15

#### LAMINAGE A CHAUD



0,05% Ti



0,14 % Ti



0,12 % Ti



0,174% Ti

(400 X)

*Fig*, <u>III</u> 16



0,10 % Ti



0.12% Ti



0,05% Ti





(400 X )



25000 X



 $\mathcal{E}$  + TiZn<sub>15</sub>

25000 X



ξ

30000 X



30000 X





TiZn<sub>15</sub>

40000 X



Ti Zn<sub>15</sub>

25000 X



T° = 180°C.



 $T^{\circ} = 20^{\circ}C.$ 

Diagramme ternaire Zn\_Cu\_Ti, Coupes isothermes (180 et 20°C.) dans le coin riche en zinc.



Fig.III 20

# Macrostructures de coulée



0,05 0,049

0,20 0,10

0,30 0,15

0,77 0,14

Influence du Cu et du Ti sur la distribution de l'eutectique dans les brames



200 X

200 X

Cu = 0,016 % \_ Ti = 0,04 %



200 X Cu = 0,46% - Ti = 0,08%

200 X



Cu=0,31% \_ Ti=0,11% (200 X)



Cu = 0,31% \_ Ti = 0,15% (200 X)



Cu = 0,78 % \_ Ti = 0,15 % (200 X)

Forme	Forme du		de	solidification		quand	le	rapport	<u>G/V</u>	
díminue. L'intensité			de l'ombrage f		figure	l'intensité		de la		
					ségrégation	1.				





la solidification

A : Zn - 0,05% Cu - 0,05% Ti







A coeur

Fig. III 25

C: Zn - 0,30% Cu - 0,15% Ti



D : Zn - 0,80% Cu - 0,15% Ti



Fig. III 26

Etat brut de laminage à chaud\_Mícrographíes optiques (160X)



Zn: 0,05 % Cu. 0,05 % Ti



Zn: 0,30% Cu - 0,10% Ti



Zn: 0,30 % Cu \_ 0,15 % Ti



Zn: 0,80 % Cu \_ 0,15 % Ti





65 X

1300 X



6500 X



Particules: Ti - Zn

Fig,Ⅲ 28



70 X





6500 X



Particules: Ti - Zn

Fig. **III** 29





1400 X

3500 X



Particules : Ti - Zn.

Fig. III 30

### Zn: 0,80% Cu \_ 0,15% Ti



6750 X



A: Zn\_Tí



B: Ti\_Cu\_Zn



C: matrice Cu(ttf) Zn



70 X



1400 X

Fig. 🎹 31 bis Zn: 0,05% Cu\_0,05% Ti.









100 cm./min.









19 X

190 X

# Zn: 0,05% Cu \_ 0,05% Ti.







190 X

Rupture à 1800 cm./min.



19 X




## <u>Zn: 0, 80 % Cu\_ 0,15 % Ti.</u>













100 cm./min.







180 X

Fig. 111 34

## Zn:0,80% Cu\_ 0,15% Ti

Rupture a 1000 cm./min.







180 X

Rupture à 1800 cm./min.







180 X



16 000 X



16 000 X



16 00 0 X





16000 X



6300 X





10 000 X



16000 X



16000 X

Fig. 🎹 36 bis



4000 X



6300 X



10000 X









10000 X







10 000 X



16 000 X





25000 X





16000 X





16000 X



6300 X



16000 X





25000 X







25 000 X



6300 X



16000 X

#### Fig. III 38 bís





16000 X



6300 X



25000 X

# Fíg. III 39



16000 X



25000 X







16000 X



Figures polaires (0002) Etat fini.

A : Zn - 0,05% Cu - 0,05% Ti



.

B : Zn - 0,30% Cu - 0,10% Ti



Fig. III 40

Figures polaires (0002) Etat fini.

<u>C</u> : Zn – 0,30% Cu – 0,15% Ti



D : Zn - 0,80% C u - 0,15% Ti



Fig. 111 41



Zn: 0,05% Cu\_ 0,05% Ti (80 X)



Zn: 0,30% Cu\_ 0,10% Ti (80 X)



Zn:0,30% Cu\_0,15% Ti (80 X)



Zn:0,80%Cu\_0,15%Ti(80X)

## Fig. III 42



Zn: 0,05 % Cu - 0,05 % Ti.



Zn: 0,30 % Cu\_0,10 % Ti.



Zn: 0,30 % Cu \_ 0,15 % Ti.



Zn:0,80 % Cu\_0,15 % Ti.

#### Zn: 0,05%Cu\_0,05%Ti.Etat fini.



8500 X



Fig.III 44

## Zn: 0,30% Cu\_0,15%Ti



4250 X



Particule A. Ti\_Cu\_Zn









Fig. III 44 bis

#### Zn: 0,80 % Cu\_ 0,15 % Ti. Etat fini













<u>Ruptures</u> d'éprouvettes D.L. (180 X) Zn: 0,05%Cu\_0,05%Ti. Etat fini.



1 cm./min.



1800 cm./min.



1 cm./min.



1800 cm./min.

Ruptures d'éprouvettes D.T. (180 X)

1800 cm./min.



Zn:0,05 % Cu\_0,05 % Ti. Etat fini



Zn 0,80 % Cu \_ 0,15 % Tı. Etat fini

## Zn: 0,30% Cu\_0,15% Ti. Etat fini.



10 000 X



30000 X



25000 X





25000 X



10000 X

## Zn: 0,30% Cu\_0,15% Ti. Etat fini



40000 X



25000 X



6300 X



40000 X







Fig.III 49

## Zn: 0, 80% Cu\_ 0,15% Ti. Etat fini



16000 X



25000 X



16000 X





25000 X



Zn: 0,05 % Cu \_ 0,05% Ti.



Zn:0,30% Cu\_ 0,10% Ti.



Zn: 0,30% Cu \_ 0,15% Ti.



Zn: 0,80%Cu\_ 0,15%Ti.



Fig. 111.52. Aspects fondamentaux de la déformation plastique d'un alliage Zinc-Cuivre-Titane : contraintes et plans de cisaillement.



Fig. III.53. Textures de l'alliage Zn-Cu-Ti utilisées pour la détermination des orientations.





Fig. 111.54. Orientations de l'alliage Zn-Cu-Ti étudié.





Fig. 111.56. Comparaison entre les résultats théoriques et expérimentaux.







Allongements (mm.)

Fig. 111.58. Essai de traction à charge constante.





Relation entre la limite élastique et la vitesse de déformation.



Fig. III.60. Principe de l'essai de traction-choc.



#### Fig. III.61.

Résultats des essais de traction-chocs.



Fig. 111.62.

Principe du schéma de calcul de la courbe de traction. Influence d'un défaut localisé.















Fig. 111.65.

Comparaison entre les courbes de traction théorique et expérimentals d'un alliage Zn - 0,2 % Cu - 0,10 % Ti déformé, à la température ambiante, à une vitesse de déformation de 2,2 s<sup>-1</sup>.
# IV. PLIABILITE des ALLIAGES ZINC-CUIVRE-TITANE FAIBLEMENT ALLIES.

# MISE en EVIDENCE des PARAMETRES STRUCTURAUX INFLUENCANT cette CARACTERISTIQUE

L'aptitude au pliage maillet des alliages de zinc destinés à la toiture est une caractéristique mécanique très importante, notamment si l'on souhaite utiliser des techniques particulières de couverture, le "joint debout" par exemple. Il est bien connu que cette caractéristique dépend fortement de la température d'essai. Les efforts de recherche fournis dans ce domaine concernent, à l'heure actuelle, l'abaissement de la température critique de pliabilité pour promouvoir le développement de certaines applications des feuilles de l'alliage zinc-cuivre-titane destinées à la toiture.

Le problème posé actuellement peut se résumer de la manière suivante. On peut considérer que, à condition de rester attentif au respect de consignes strictes d'élaboration, de coulées et de laminage, l'aptitude au pliage maillet de l'alliage Zn-Cu-Ti est très bonne au dessus de 15°C. En outre, la constance de gualité apparaît excellente, que ce soit sur la base des résultats des essais de contrôle ou sur la base de l'appréciation plus empirique des ateliers de faconnage. Des études demeurent néanmoins indispensables pour Tout d'abord, il convient de se faire une idée plusieurs raisons. précise des facteurs assurant une bonne pliabilité maillet à un alliage donné, à une température donnée. Bien plus, le poids de paramètres tels que texture, taille de grains, ségrégations, etc ... s'il est admis qualitativement, reste à déterminer de manière plus précise. Cette situation pourrait empêcher d'avoir une réaction bien adaptée en cas d'éventuel incident de fabrication. Par ailleurs, la température de 15°C peut limiter l'utilisation du zinc et de ses alliages dans certaines contrées.

Le but final de notre travail est de mettre en évidence les mécanismes gérant l'aptitude au pliage des alliages de zinc en vue de définir les conditions de fabrication assurant une pliabilité très bonne à une température aussi basse que possible.

Au départ, il convient de rappeler les conditions expérimentales utilisées pour caractériser l'aptitude au pliage maillet des alliages de zinc; ces conditions sont conformes aux recommandations de la commission "Essais mécaniques" du C.E.P.Z. (Comité Européen des Producteurs de Zinc) :

- prépliage des échantillons dont les dimensions minimales ont été fixées. Ce prépliage avant essai évite un réchauffement des échantillons qui a lieu lorsque cette opération est réalisée, à la température ambiante, après refroidissement de l'échantillon;
- mise à la température choisie pour l'essai perdant une heure.
   Cette mise à température est réalisée dans l'enceinte où se trouvent également l'enclume et le maillet utilisés pour l'essai.

En outre, il convient de n'examiner que des bandes dont l'épaisseur est constante. La qualité du laminé, du point de vue pliabilité, est basée sur l'aspect du pli après l'essai qui vient d'être décrit brièvement :

- T.B. : pli lisse au toucher (indice 1)
- B : une à trois amorces de rupture (indice 2)
- AB : quatre à six amorces de rupture (indice 3)
- M : plus de six amorces de rupture (indice 4)
- TM : fortes craquelures (indice 5)
- cassant : séparation par rupture (indice 6).

Enfin, on notera que les alliages, faisant l'objet de cette recherche ont tous une analyse répondant à la formulation Zn - 0,2 % Cu - 0,1 % Ti.

A. Caractéristiques d'alliages de pliabilités différentes

Dans ce paragraphe, nous décrivons les caractéristiques mécaniques et structurales de cinq alliages Zn-Cu-Ti de pliabilités différentes.

A.I. Alliage Zn-Cu-Ti, repère A. (Z.A.)

A.I.a. Analyse

Cuivre : 0,20 % Titane : 0,12 %

A.I.b. Fabrication

#### Coulée continue et laminage en cinq passes

#### A.I.c. Pliage maillet

Temp. de l'essai	15°C	8°C	0°C	- 10°C
Pliabilité	TB	в	AB	ТМ

#### A.I.d. Structure optique

Bien que la qualité de cet alliage puisse être considérée comme excellente du point de vue de la pliabilité requise pour les applications habituelles, on notera que ses performances pourraient vraisemblablement être améliorées si l'on pouvait obtenir une meilleure répartition du composé intermétallique TiZn<sub>15</sub>. On note en effet, fig. IV.1., la présence d'amas de ce composé qui jouent un rôle néfaste sur l'aptitude à supporter une déformation du type pliage maillet.

## A.I.e. Texture d'orientation

La figure IV.1. montre que la texture (0002) en peau de cet alliage dont la pliabilité est T.B. à 15°C, se caractérise par la présence d'une tâche intense à 18° du centre de la figure polaire.

### A.I.f. Microscopie électronique

Les observations en microscopie électronique par transmission résumées par les micrographies de la figure IV.2. confirment les tendances dégagées de l'examen en microscopie optique. On notera, en outre, l'existence de certaines zones de l'échantillon où la sousstructure présente un aspect irrégulier traduisant une recristallisation imparfaite, liée, très vraisemblablement, à des conditions de déformation plus ou moins hétérogènes.

On remarquera aussi l'existence de longues dislocations, morphologie déjà mise en évidence antérieurement dans le cas d'alliages présentant une ductilité accrue. (Piccinin et al., 1975; Pastoret et Wégria, 1971). Bien qu'un raisonnement cristallographique montre qu'une telle morphologie de dislocations corresponde à des dislocations de caractère coin (dislocations dont la mobilité est intrinsèquement la plus élevée et qui sont donc favorables du point de vue ductilité), elle peut également être une conséquence de la texture cristallographique de l'alliage (plan de glissement des dislocations peu incliné sur le plan de la lame). Néanmoins, et quelle que soit l'origine de cette morphologie, il ne faut pas perdre de vue qu'il est raisonnable d'imaginer que lors des interactions de ces dislocations avec la forêt, on assiste au développement de contraintes internes qui peuvent favoriser l'entrée en action du système pyramidal de deuxième espèce, ce qui pourrait expliquer le rôle favorable de ces longues dislocations basales sur la ductilité du zinc et de ses alliages (hypothèse de travail à ce stade de l'étude).

## A.I.g. Essais de traction à différentes vitesses de déformation

Les résultats de l'étude des aspects fondamentaux de la déformation de l'alliage Zn Cu Ti résumés précédemment ainsi que les conclusions d'études antérieures (Wégria et Piccinin, 1977; Piccinin et al, 1976) montrent clairement que les problèmes de déformation du zinc et de ses alliages sont liés à la sensibilité à la vitesse de déformation que présentent généralement ces alliages. Il convenait donc d'étudier ce paramètre, ce qui a été fait à l'aide d'une machine de traction MTS.

Quelques essais préliminaires ont montré que le paramètre intéressant était, dans le cadre de l'étude de la pliabilité, la sensibilité à la vitesse de déformation, en fonction de la température, de l'allongement à la rupture. Nous avons donc déterminé ce paramètre dans la gamme des températures importantes, au stade actuel, pour la pliabilité des alliages. Les vitesse de traction utilisées sont comprises entre 1 et 1.800 cm/min, ce qui tenant compte des dimensions des éprouvettes, correspond à une vitesse de déformation variant de  $2.10^{-3}$  à 4 s<sup>-1</sup>.

Les résultats obtenus pour l'alliage Z.A. sont repris au tableau ci-dessous.

Т	°essai (°C)	Vi	tesse de tra	ction (cm)	/min)
		1	100	1.000	1.800
+	20	44	33	33	31
+	10	48	32	34	32
0		45	33	32	30
-	10	45	33	28	18

## Allongement à la rupture (%).

La figure IV.3. reprend ces résultats sous forme d'un graphique. Les courbes permettent de relever une caractéristique importante : dans le cas de cet alliage à pliabilité TB (à 15°C), il faut atteindre une vitesse de traction de 1.000 cm/min pour déceler une sensibilité à la vitesse de déformation dans le domaine des basses températures. Cette sensibilité ne devient vraiment notable que pour une vitesse de traction de 1.800 cm/min. Nous reviendrons ultérieurement, dans le cadre de la discussion, sur certaines caractéristiques structurales de l'alliage après rupture par traction M.T.S.

## A.II. Alliage zinc-cuivre-titane, repère B (Z.B).

A.II.a. Analyse

cuivre : 0,24 % titane : 0,12 %.

## A.II.b. Fabrication

Coulée continue suivie d'un laminage en trois passes dont les caractéristiques sont résumées au tableau ci-dessous.

	Epaisseur (mm)		Tempéra (°C)	ture
	Entrée	Sortie	Entrée	Sortie
1ère passe 2ème passe 3ème passe	9 2,9 1,15	2,9 1,15 0,6	215 200 140	200 140 115

## A.II.c. Pliabilité maillet

15°C	9°C	0°C
ТВ	В	м

A.II.d. Microstructure optique

La figure IV.4. reprend les micrographies optiques correspondant à cet alliage. Elles mettent en évidence une recristallisation fine et assez homogène dans toute l'épaisseur de l'échantillon. Il apparaît donc que la restauration et/ou la recristallisation dynamique peuvent jouer un rôle essentiel dans le problème de l'aptitude au pliage. Ceci implique donc que la combinaison température – taux de déformation est très importante dans le cadre du problème qui nous occupe. On remarque en outre l'existence de quelques amas d'eutectique; ils ne sont ni nombreux ni importants dans le cas de cet alliage. Rappelons que ces amas peuvent influencer de manière défavorable la pliabilité à basse température.

#### A.II.e. Texture

La figure polaire de la figure IV.4. permettent de caractériser de la manière suivante la texture (0002) en peau : présence d'une tâche à 17° du centre de la figure polaire. A coeur, la texture est composée de deux taches à 30° du centre de la figure polaire.

## A.II.f. Microscopie électronique

La figure IV.5. résume les caractéristiques de la microstructure de cet alliage. Brièvement, on peut dire que la sousstructure apparaît bien restaurée; néanmoins, la taille des sous-grains est assez hétérogène.

IV.7.

La répartition et la morphologie des précipités Ti  $Zn_{15}$  semblent plus favorables à une participation des sous-joints à la déformation de l'alliage : les sous-joints sont libres de toute entrave; les interactions entre précipités et dislocations sont limitées. En outre, ainsi que déjà signalé, on observe de longues dislocations dont le mouvement n'est généralement pas entravé par des obstacles autres que la forêt de dislocations. Il est évident que la présence de Ti  $Zn_{15}$  pourrait gêner considérablement le déplacement des imperfections du réseau; on voit que dans le cas d'un échantillon de pliabilité T.B., la répartition du Ti  $Zn_{15}$  réduit toutefois le nombre de ces interactions.

#### A.II.g. Essais de traction à différentes vitesses de déformation

Les résultats obtenus sont résumés au tableau ci-dessous :

T° essai (°C)	Vit	esse de tra	action (cm/r	nin)
	1	100	1.000	1.800
+ 20	35	-	32	33
+ 10	33	38	32	32
G	34	37	30	24
- 10	33	37	29	19

Allongement à la rupture (%)

Ces résultats sont repris sous forme de courbes à la figure IV.6. Si on compare ces courbes à celles de la figure IV.3., on constate que des qualités de pliage semblables se traduisent par une sensibilité à la vitesse de déformation analogue. Ici encore, il est indispensable d'utiliser des vitesses de traction d'au moins 1.000 cm/min pour mettre en évidence une certaine sensibilité, en fonction de la température, de l'allongement à la rupture en fonction de la vitesse de traction, et donc de la vitesse de déformation. Cette sensibilité ne devient vraiment nette que pour une vitesse de 1.800 cm/ min.

## A.III. Alliage zinc-cuivre-titane, repère C (Z-C)

A.III.a. Analyse

cuivre : 0,22 % titane : 0,105 %

A.III.b. Conditions de fabrication

Coulée continue suivie d'un laminage réalisé, en trois passes, dans les conditions reprises ci-dessous.

	Epaisseur (mm)		Températ (°C)	ture
	Entrée	<u>Sortie</u>	Entrée	Sortie
1ère passe 2ème passe 3ème passe	9 2,5 1,3	2,5 1,3 0,7	205 190 140	200 140 120

#### A.III.c. Pliabilité maillet

Cet échantillon présente une pliabilité maillet T.M. à 15°C.

A.III.d. Microstructure optique

La structure de cet alliage est illustrée à la figure IV.7. On remarquera que la taille des grains est plus grossière que pour les échantillons dont la pliabilité est T.B. En outre, on notera que les amas de composés intermétalliques TiZn<sub>15</sub> deviennent plus nombreux et, surtout, plus importants. Cette observation conduit à insister sur la nécessité d'avoir une structure de coulée aussi saine que possible. Il est en effet clair que l'existence des hétérogénéités de déformation risque d'être d'autant plus importante que l'hétérogénéité de la structure de coulée est plus nette. On peut aussi estimer que la probabilité d'avoir des difficultés de pliabilité est plus grande dans le cas d'un alliage ayant un nombre plus élevé de zones présentant des amas de composés intermétalliques. Il ne faut, en effet, pas perdre de vue que l'on estime que la dureté de Ti Zn<sub>15</sub> est environ dix fois plus élevée que celle du zinc. Les amas de ce composé présents dans la zone équiaxe vont provoquer, après laminage, des zones où les filets eutectiques seront concentrés avec, comme conséquence, l'apparition d'une zone de dureté élevée et fragile. Ces favorisent incontestablement mauvaise pliabilité. facteurs une Indépendamment d'une mise en évidence indiscutable du rôle néfaste de ces zones sur la déformation ultérieure de l'alliage, la solution pratique de ce problème est difficile. Les deux solutions auxquelles on peut penser à priori, c'est à dire accroissement de l'importance de la zone équiaxe et/ou affinement des cellules eutectiques par addition d'un inoculant n'ont pas encore fourni, à l'heure actuelle, des résultats convaincants dans le cas des alliages zinccuivre-titane. Des résultats antérieurs ont cependant permis de mettre en évidence l'influence de la vitesse de coulée, de l'épaisseur de la brame et de la teneur en cuivre sur l'importance de la zone équiaxe (Cfr. Ch. III).

## A.III.e. Texture

Les figures polaires reprises à la fig. IV.7. montrent que la texture (0002) de cet échantillon est caractérisée par les inclinaisons suivantes par rapport au centre de la figure polaire :

- en peau : 25°

- à coeur : 30° (taches dissymétriques en intensité).

## A.III.f. Microscopie électronique

La figure IV.8. montre que la microstructure d'un échantillon de mauvaise pliabilité possède, à l'état laminé, des caractéristiques structurales qui permettent de la différencier très nettement d'un échantillon de bonne pliabilité. Tout d'abord, on notera la morphologie des dislocations qui sont beaucoup plus courtes; on note aussi la présence de crans, formation de réseaux, etc ... par interactions entre dislocations dans leur plan de glissement. La sous-structure est hétérogène et présente assez fréquemment des caractéristiques d'écrouissage : macles, bandes de transition, amas de dislocations. Cette observation permet d'insister sur l'importance des paramètres de Il faut néanmoins reconnaître que la répartition assez laminage. anarchique du Ti Zn<sub>15</sub> peut favoriser le développement d'une telle microstructure en facilitant localement les interactions et en diminuant de manière très nette le rôle bénéfique que pourraient avoir les joints de grains et/ou de sous-grains.

## A.III.g. Essais de traction à différentes vitesses de déformation

Les résultats obtenus sont repris au tableau ci-dessous :

## Allongement à la rupture (%).

T° essai (°C)	Vit	esse de tra	ction (cm/r	nin)
	1	100	1.000	1.800
+ 20	44	36	35	38
+ 10	47	35	32	31
0	47	36	30	25
- 10	41	33	17	10

Ces résultats, tout comme les précédents, révèlent une certaine dispersion. Cette dispersion s'explique par le fait que la température de l'essai ne peut être maintenue constante qu'avec une certaine approximation : + 2°C. On ne retiendra donc pas les valeurs absolues de l'allongement à la rupture, mais bien son évolution. La figure IV.9. reprend ces variations pour l'alliage Z.C. Les courbes révèlent :

- une sensibilité à la vitesse de déformation décelable dès vt = 1 cm/min pour les températures inférieures à 10°C;

- une sensibilité "généralisée" dès  $v_t = 1.000$  cm/min.

#### A.IV. Alliage zinc-cuivre-titane, repère D (Z.D)

A.IV.a. Analyse

> cuivre : 0,24 % titane : 0,11 %

## A.IV.b. Fabrication

Coulée continue suivie d'un laminage en trois passes dont les conditions sont résumées au tableau ci-dessous :

· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	Epaisseur (mm)		Température (°C)	
	Entrée	Sortie	Entrée	Sortie
1ère passe 2ème passe 3ème passe	9 2,5 1,4	2,5 1,4 0,8	215 210 110	210 110 100

Une simple comparaison des tableaux résumant les conditions de laminage des alliages Z.B., Z.C., Z.D. confirme bien que l'aptitude au pliage d'un échantillon est influencée par les conditions de laminage. Ce point sera réexaminé ultérieurement dans la discussion de nos résultats expérimentaux.

A.IV.c. Pliabilité maillet

Cet alliage s'est révélé "cassant" lors de l'essai de pliage maillet à 15°C.

#### A.IV.d. Microstructure optique

Les micrographies de la figure IV.10. montrent que la structure de cet alliage présente un aspect assez semblable à celui d'un alliage de pliabilité T.M. Les défauts de structure sont néanmoins plus nets dans le cas de cet échantillon cassant.

## A.IV.e. Texture

Les figures polaires de la figure IV.10. révèlent les caractéristiques suivantes pour les textures (0002) :

- en peau : une tâche; inclinaison 25°

- à coeur : deux tâches dissymétriques en intensité; inclinaison 30°.

On notera que, pour l'ensemble des échantillons examinés, l'inclinaison des plans de base par rapport au plan de laminage est maximale dans le cas de l'alliage Z.D.

## A.IV.f. Microscopie électronique

Les examens en microscopie électronique par transmission conduisent aux mêmes remarques que celles formulées pour la microscopie optique. On se reportera donc à la figure IV.8. en notant simplement que la densité "d'anomalies" de structure est plus grande dans le cas de l'échantillon cassant.

## A.IV.g. Essais de traction à différentes vitesses de déformation

Les résultats des essais sont repris au tableau ci-dessous. On notera que dans le cas de cet alliage, les essais ont été réalisés à trois températures; les essais à - 10°C n'auraient en effet apporté aucune information complémentaire.

#### T° essai Vitesse de traction (cm/min) (°C) 1 1.800 100 1.000 42 31 31 + 20 38 42 8 + 10 38 9 7 6 0 41 11

## Allongement à la rupture (%)

Ces résultats sont repris sous forme de graphique à la figure IV.11. On y remarque que la sensibilité de l'allongement à la rupture vis-à-vis de la vitesse de déformation est très importante, en fonction de la température, dès la vitesse de traction de 100 cm/min.

## A.V. Alliage zinc-cuivre-titane, repère E (Z.E.)

A.V.a. Analyse

cuivre : 0,14 % titane : 0,09 %

A.V.b. Fabrication

Après, une coulée semi-continue, l'alliage subit un laminage de dégrossissage et de finition dans deux trains de laminoir différents. La séquence de laminage n'est pas connue avec plus de précision.

A.V.c. Pliabilité maillet

La pliabilité est de qualité B à 15°C.

## A.V.d. Structure optique

Les micrographies de la figure IV.12. montrent que la structure est du type de celles caractérisant habituellement les alliages zinc-cuivre-titane. Néanmoins, on remarquera l'existence de zones à recristallisation hétérogène.

De l'ensemble des examens réalisés actuellement en microscopie optique, on peut conclure que, sauf amas eutectiques ou très gros grains, cette technique d'examens ne permet pas un classement facile des alliages en fonction de leur pliabilité.

#### A.V.e. Texture

La figure polaire de la figure IV.12. montre que l'inclinaison moyenne, en peau, des plans (0002) sur le plan de laminage est de  $20^{\circ} - 22^{\circ}$ .

## A.V.f. Microscopie électronique

Les examens en lames minces conduisent à l'observation de microstructures illustrées par les micrographies de la figure IV.13. On y remarque que dans le cas d'échantillons dont la pliabilité à  $15^{\circ}$ C est B, la sous-structure est encore relativement homogène, mais qu'en outre, les précipités de Ti Zn<sub>15</sub> sont bien dispersés dans la matrice. Une telle microstructure pourrait, à priori, paraître plus favorable pour une sollicitation telle que le pliage maillet. En fait, la présence d'une deuxième phase mieux répartie au sein de la matrice apparaît être un handicap, en ce sens que la présence et la répartition de ces obstacles accroissent d'une manière importante la probabilité et le nombre d'interactions entre les longues dislocations et le Ti Zn<sub>15</sub>.

D'une manière générale, on peut dire qu'au stade actuel de nos examens, les observations au microscope électronique par transmission permettent de distinguer l'aptitude au pliage maillet sur la base de la morphologie des dislocations, des dimensions et du degré de restauration de la sous-structure, de la répartition plus ou moins homogène du Ti Zn<sub>15</sub>. Si l'on se rappelle, notamment, les morphologies de défauts structuraux observés antérieurement dans le cadre de l'étude de l'emboutissabilité (Piccinin et al, 1975), il se confirme bien que l'aptitude au pliage maillet doit être considérée comme un cas particulier des sollicitations à vitesse de déformation élevée. II n'en demeure pas moins vrai que l'existence, dans le plan de glissement, d'une structure de dislocations pouvant interagir avec les dislocations mobiles, peut limiter la ductilité de l'alliage surtout pour les vitesses de déformation élevées. Dans cet ordre d'idées, il semble que l'on puisse tenir pour acquis le fait que le processus de laminage intervient pour fixer l'importance et la densité de la forêt de dislocations.

## A.V.g. Essais de traction à différentes vitesses de déformation

Les résultats de ces essais de traction sont résumés au tableau ci-dessous :

T° essai (°C)		Vitesse de	e traction	(cm/min)	
	1	10	100	1.000	1.800
+ 20	34	31	25	23	24
+ 10	33	30	26	25	26
0	32	29	28	24	22
- 10	30	27	22	14	15
10		_,			

#### Allongement à la rupture (%)

La figure IV.14. permet de mieux juger des variations de l'allongement à rupture en fonction de la vitesse de traction et de la température de l'essai. Sur la base des résultats antérieurs, on peut dire que ces variations sont conformes à ce que l'on pouvait attendre.

## A.VI. Essais de traction sur une machine classique.

Les résultats des essais de tractions MTS dans lesquels on fait varier la vitesse de traction, et donc la vitesse de déformation, ainsi que la température de l'essai, permettent de confirmer que l'aptitude au pliage maillet d'un alliage est un problème de sensibilité à la vitesse de déformation.

Dans le cas des pliabilités T.B., la sensibilité, en fonction de la température, de l'allongement de rupture à la vitesse de déformation se marque de manière nette pour les échantillons déformés à basse température (-  $10^{\circ}$ C) à des vitesses de traction élevées (1.000 - 1.800 cm/min). Dans le cas d'une mauvaise pliabilité, cette sensibilité se manifeste plus rapidement, c'est à dire pour des valeurs plus faibles de la vitesse de traction (1 - 100 cm/min) et à des températures d'essais plus élevées.

Tenant compte de ces remarques, il était intéressant de déterminer si les machines de traction que possèdent généralement les laboratoires industriels, permettent un contrôle de qualité fondé sur les résultats de l'essai de traction réalisé dans des conditions plus classiques. Au vu des résultats obtenus et étant donné que les machines de traction classiques ne permettent pas de réaliser des vitesses de déformation élevées, il convenait de s'orienter vers des essais à basse température. Des essais ont été réalisés dans cette optique à l'aide d'une machine classique, dans un domaine de température compris entre la température ambiante et – 75°C, à une vitesse de traction de 5 cm/min. Les résultats obtenus pour l'allongement à la rupture sont repris au tableau ci-dessous.

Repères	A	llongeme	nt à la <mark>r</mark> up	oture (%)	
	22°C	0°C	-25°C	-50°C	-75°C
Z.A.	32	38	25	18	13
Z.B.	34	34	26	20	10
Z.C.	36	36	31	22	9
Z.D.	32	33	26	22	10

Ces résultats montrent clairement que des essais de traction classiques ne permettent pas une discrimination sans équivoque des diverses qualités. Au stade actuel de nos connaissances, la réalisation d'une vitesse de déformation élevée reste indispensable.

## A.VII. Coefficient de durcissement d'écrouissage.

Le coefficient de durcissement d'écrouissage des diverses qualités a été déterminé pour les conditions expérimentales des essais MTS. Les résultats sont rassemblés au tableau ci-dessous.

	des essais de traction					
Temp. de	Vitess	es ZA	ZB	ZC	ZD	
'essai	de tra	ct.				
(°C)	(cm/m	in)				
-10	1	0,0332	0,0924	0,1293	<b>-</b>	-
	100	0,0299	0,0863	0,1258	-	
	1000	0,0540	0,1030	0,1421	_	
	1800	0,0839	0,1014	0,1488	<b>-</b>	
0	- 1	0,0971	0,0944	0,0797	0,1251	
	100	0,0755	0,1289	0,1028	0,1381	
	1000	0,1051	0,1483	0,1377	0,1945	
	1800	0,1202	0,1594	0,1620	0,2250	
10	1	0,0808	0,0897	0,0940	0,1290	
	100	0,0847	0,1192	0,1116	0,1374	
	1000	0,1033	0,1362	0,1364	0,1952	
	1800	0,1155	0,1468	0,1414	0,1999	
20	1	0,0744	_	0,1143	0,1034	
	100	0,0953	0,1056	0,0945	0,1378	
	1000	0,0976	0,1110	0,1156	0,1541	
	1800	0,0993	0,1202	0,1195	0,1507	

# Valeurs des coefficients d'écrouissage déduites des essais de traction

Ces résultats permettent de dégager une tendance. Si l'on compare les deux cas extrêmes d'aptitude au pliage (Z.A. et Z.D.), on constate que, dans tous les cas, le coefficient d'écrouissage de l'alliage ayant une pliabilité TB est nettement inférieur à celui caractérisant une pliabilité "TM ou cassant". Ces résultats indiquent clairement une influence de facteurs structuraux : texture. interactions entre dislocations, forêts de dislocations différentes etc... Il apparaît déjà de plus en plus clairement que la microscopie électronique par transmission et la détermination des textures d'orientation s'avèrent être des techniques indispensables dans l'étude de l'aptitude au pliage. Les examens réalisés sur des éprouvettes après essais MTS ont fourni des résultats intéressants qui seront discutés ultérieurement, du moins en ce qui concerne les examens de lames minces.

## A.VIII. Métallographie quantitative.

Les examens en microscopie optique révèlent que la présence d'amas d'eutectique et d'irrégularités structurales peuvent jouer un rôle néfaste sur l'aptitude au pliage du laminé puisque les échantillons dans lesquels il n'y a pas ou peu de ces amas maintiennent une pliabilité acceptable jusqu'à plus basse température. Ces hétérogénéités ne peuvent pas s'expliquer uniquement par la teneur en titane puisque cette dernière est la même dans le cas d'échantillons ayant des microstructures différentes.

Il nous a paru intéressant d'analyser les informations que pouvait fournir la métallographie quantitative en ce qui concerne la répartition du TiZn<sub>15</sub>, et plus particulièrement l'espacement entre filets de TiZn<sub>15</sub>, en relation, avec l'aptitude au pliage. Les résultats obtenus sont résumés au tableau ci-dessous.

Echantillons		Espacements (µ)	Ecarts types (µ)
Mauvaise plia	bilité		
Centre échan	t. centre	27	6,5
	bord	24	6,0
Extrémité 1	centre	20	3,5
	bord	18	3,0
Extrémité 2	centre	23	6,0
	bord	19	4,0
Pliabilité très	bonne		
Centre échan	t. centre	27	7,0
	bord	19	3,5
Extrémité 1	centre	21	5,0
	bord	21	3,5
Extrémité 2	centre	22	3,5
	bord	20	1,5

# Valeurs des espacements entre filets de composés intermétalliques

Bien que toutes les ressources de l'analyse mathématique de la morphologie géométrique de la phase inclusionnaire n'aient pas été utilisées, on constate que la dispersion est trop importante pour pouvoir tirer des conclusions autres que celle de l'hétérogénéité structurale du produit. Ces résultats permettent de conclure, une fois de plus, que les analyses métallographiques devront être développées en utilisant essentiellement la microscopie électronique.

## A.IX. Métallographie électronique par balayage.

Les microstructures observées au M.E.B. n'apportent que peu d'éléments nouveaux par rapport à la microscopie optique. Cependant, ainsi que le suggèrent les micrographies de la figure IV.15., il semblerait que dans le cas de l'échantillon caractérisé par une mauvaise pliabilité, la phase TiZn<sub>15</sub> de l'eutectique soit coalescée.

D'autre part, l'examen systématique des structures au moyen du dispositif analytique qui équipe le M.E.B. a permis de mettre en évidence, dans le cas des échantillons à bonne pliabilité, un effet de ségrégation du cuivre au voisinage des précipités de TiZn<sub>15</sub>. La technique utilisée, avec un détecteur dispersif en énergie, se fonde sur l'intégration pendant un temps déterminé des impulsions reçues par le détecteur au travers d'une "fenêtre" dont la position en énergie correspond à la raie du cuivre. Ces comptages ont été réalisés au voisinage et sur les précipités TiZn<sub>15</sub> ainsi que sur la Les possibilités du dispositif expérimental utilisé matrice. ne permettent de tirer aucune information quantitative; elle ne doit être, considérée que comme révélatrice d'une tendance qui a été exaltée en rapportant les mesures aux résultats de la matrice. Les conditions opératoires utilisées peuvent être résumées de la manière suivante :

- tension : 15 KV

grossissement : 5.000 x

temps d'intégration de la raie cuivre : 100 secondes.

Les tableaux suivants fournissent quelques uns des résultats obtenus dans l'examen d'échantillons des deux types extrêmes d'aptitude au pliage (Wégria et Piccinin, 1977); les mesures sont illustrées à la figure IV.16.

Teneur Cu (%)	Intensité Cu matrice (l <sub>1</sub> ; cps)	Intensité Cu près du précipité	Intensité Cu dans précipité	2 1 (%)
		(1 <sub>2</sub> ; cps)	(cps)	1
0,2	3,929	4.282	<b>-</b> `	8,9
0,2	1.529	1.691	-	10,6
0,2	2.239	2.608		16,5
0,2	2.084	2.324	-	11,4
0,5	3.291	3.581	4.312	9
0,5	2,871	3.252	3.122	13
0,5	2.837	3.107	2,662	10
	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			(

## Echantillons de pliabilité T.B.

Tenant compte des restrictions faites précédemment, on peut dire que la tendance d'une ségrégation de cuivre dans le voisinage des précipités de  $TiZn_{15}$  est nette dans le cas d'échantillons ayant une bonne aptitude au pliage.

Dans le cas d'alliages tenant 0,5 % Cu, on note, en outre, la présence de cuivre dans le TiZn<sub>15</sub>, ce qui confirme des résultats antérieurs (Heine et Zwicker, 1962). Par ailleurs des précipités de phase  $\varepsilon$ - ZnCu sont observés. Ces deux observations indiquent que la limite de solubilité du cuivre dans le zinc est bien inférieure à 0,5 %.

Teneur Cu (%)	Intensité Cu matrice (I <sub>1</sub> ; cps)	Intensité Cu près du précipité (l <sub>2</sub> ; cps)	<u></u>
0,20	3.195	3,183	+ 0
0,20	2.988	3.021	- 1
0,20	2.357	2.361	+ 0
0,20	2.368	2.346	<del>-</del> 0
0,20	2.657	2.691	- 1
0,20	1.482	1.477	<u>+</u> 0

## Echantillons de pliabilité mauvaise

Dans le cas de ces échantillons, il n'y a pas de tendance de ségrégation de cuivre au voisinage des précipités de TiZn<sub>15</sub>.

Pour expliquer ces résultats, il semble que deux facteurs peuvent intervenir. En premier lieu, la teneur en cuivre; ce fait apparaît suffisamment évident pour qu'il soit inutile de s'étendre : la probabilité d'observer du cuivre aux interfaces de TiZn<sub>15</sub> augmente avec la teneur en cuivre de l'alliage. Ce fait est particulièrement évident si l'on considère l'ensemble des résultats que nous avons obtenus et que l'on trouvera ailleurs (Wégria, Piccinin : 1977). En second lieu, la cinétique de recristallisation. En effet, l'influence du TiZn<sub>15</sub> sur la recristallisation des alliages Zn-Cu-Ti et sur l'ancrage des joints qui se déplacent au cours de la recristallisation est prouvé et admis, on l'a vu précédemment. L'hypothèse que nous adoptons, repose sur la théorie de la recristallisation formulée par Cahn (1962), Lücke et Detert (1957) et Stüwe (1965). Dans le cadre de cette théorie, il apparaît qu'au cours de sa migration, le joint laisse derrière lui une concentration en soluté inférieure à la concentration initiale de la matrice. Cette différence de concentration correspond à un enrichissement du joint en atomes de soluté. La ségrégation à l'interface du TiZn<sub>15</sub> pourrait, dès lors, se comprendre sur la base de cette théorie par le truchement d'un ancrage du joint par le précipité au cours du processus de recristallisation. Il est clair que le recuit bobine, inévitable dans la production industrielle, pourrait avoir une certaine influence dans ce phénomène de ségrégation.

## A.X. Figures de pôles inverses

La technique des figures de pôles inverses permet de fixer la probabilité de présence d'un plan (hkjl) dans une orientation parallèle au plan de la tôle. Il était donc intéressant de se rendre compte dans quelle mesure l'utilisation de cette technique, qui est assez rapide, pouvait permettre d'aborder l'étude de la corrélation pliabilité – structure.

Les résultats obtenus dans le cas de deux échantillons présentant des pliabilités extrêmes sont repris au tableau ci-dessous, où les probabilités sont exprimées en pour-cent.

(hkjl)	Mauvaise pliabilité		Pliabilité très bonne	
•	A peau	A coeur	• A peau	A coeur
(0002)	4,42	6,75	6,75	6,92
$(10\overline{1}0)$	1,92	2,58	1,75	2,17
$(10\overline{1}1)$	2,25	3,08	2,58	3
(1012)	7,33	6,42	6,67	6
$(10\overline{1}3)$	17	14	17,50	13,67
(1110)	4,08	3,92	3,17	3,83
(1122)	3,17	3,17	3	3,08
(2021)	1,33	3	1,33	2,42
(1014)	14,67	12,83	15	11,83
$(20\overline{2}3)$	2,92	2,17	3,67	4,42
(1015)	14,58	13,42	13,25	15,08
(1124)	26,42	28,67	30,50	27,50

Ainsi que le montrent ces résultats, la technique des figures de pôles inverses ne permet pas de distinguer deux aptitudes au pliage très différentes.

Il se confirme donc bien que seules des études plus complètes de texture permettront de se faire une idée plus correcte de l'influence de l'orientation cristalline sur l'aptitude au pliage. Cette influence nous paraît, sur la base des résultats obtenus dans la caractérisation des alliages de pliabilités différentes, être primordiale. Ces résultats montrent en effet que :

- la réduction de la dissymétrie d'intensité de la figure polaire, va dans le sens d'une amélioration de la pliabilité; les conditions de fabrication, coulée et laminage, sont donc prépondérantes;
- la distance d'une tache (0002) au centre de la figure polaire semble devoir être inférieure à 20°.

En outre, il conviendra d'analyser les structures en microscopie électronique par transmission; la répartition des imperfections structurales, leur morphologie, leurs interactions entre elles et avec les précipités fixent les caractéristiques de la sous-structure qui influence, elle aussi, l'aptitude au pliage.

## A.XI. Conclusions

Ainsi qu'on a pu le constater dans cette partie visant à caractériser des alliages de pliabilités différentes, l'aptitude au pliage des alliages du type Zn-Cu-Ti est à relier à la sensibilité, en fonction de la température, de leur allongement à la rupture vis-à-vis de la vitesse de déformation. On peut résumer les observations expérimentales en disant que dans un certain domaine de vitesses de déformation et de températures d'essai, l'alliage présente un comportement ductile, tandis que dans un autre domaine, ce comportement est du type fragile. Il est par ailleurs évident, en se fondant sur les résultats expérimentaux qui viennent d'être présentés, que la pliabilité sera d'autant meilleure que le passage du comportement ductile au comportement fragile se fait à une température plus basse pour des vitesses de déformation élevées.

On peut donc considérer que le problème de l'aptitude au pliage maillet est, en fait, un problème de température de transition ductile-fragile pour des vitesses de sollicitation élevées.

Une étude bibliographique révèle qu'un certain nombre de métaux de structure hexagonale compacte présentent une transition assez brutale d'un comportement ductile à un comportement fragile lorsque l'on diminue la température d'un essai de traction réalisé dans des conditions habituelles de vitesse de déformation : Risebrough et Teghtsoonian (1967); Agrawal et al (1973); Sastry et al (1970); Agnor et Shank (1950); Greenwood et Quarrell (1953-54); Armstrong (1968a).

Cette variation de ductilité a conduit Armstrong (1968b) à établir une théorie du comportement ductile-fragile des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte. Bien que le domaine de vitesses de déformation qui nous intéresse soit nettement différent de celui considéré par cet auteur, nous examinerons maintenant cette théorie en la résumant car elle nous permettra de mettre en évidence l'influence de certains facteurs structuraux sur l'aptitude au pliage du zinc. Il est en effet évident qu'une augmentation de vitesse de déformation se traduit simplement par un déplacement de la température de transition mais ne supprime pas le phénomène.

### B. Théorie d'Armstrong

La transition ductile-fragile des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte présente de nombreuses similitudes avec celle observée dans le cas de l'acier et des métaux réfractaires de structure cubique centrée. C'est ainsi, par exemple, que si on met en évidence l'existence du phénomène dans un essai de traction ou si on l'étudie par le truchement de l'aspect présenté par les surfaces de rupture, on pourra conclure que la température de transition dépend de la grosseur du grain.

Dans le cas des métaux de structure cubique à corps centré, Cottrell (1958) et Petch (1958) ont développé des théories qui ont permis de comprendre le phénomène et de prévoir son apparition lorsque le matériau est soumis à divers types de sollicitations. D'autres chercheurs ont poursuivi ces études; les résultats ont été résumés et complétés par Gouzou (1966,1969). Ces travaux sont fondés, dans la quasi-totalité des cas, 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).

(IV-1)

Bien que des 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), elles ne sont pas directement utilisables pour l'étude de la transition ductile-fragile. En effet, cette relation s'écrit :

$$\sigma_{y} = \sigma_{0y} + k_{y} d^{-1/2}$$

où  $\sigma_{v}$  est la limite élastique

d est la taille de grains

 $\sigma_{oy}$  et k 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; Mc G. Tegart, 1962-63) conduit à la relation suivante :

$$\sigma_{\rm F} = \sigma_{\rm oF} + k_{\rm F} d^{-1/2} \qquad (1V-2)$$

où  $\sigma_{oF}$  et  $k_{F}$  sont des constantes expérimentales. La contrainte de rupture par traction,  $\sigma_{F}$ , est pratiquement indépendante de la température et de la vitesse de déformation aussi longtemps que le matériau se rompt de manière fragile.

Il est évident qu'une manière de fixer la transition est de dire que cette dernière est atteinte lorsque, dans les conditions expérimentales envisagées on a :

$$\sigma_{y} = \sigma_{F}$$

ou, d'une manière plus générale :

 $\alpha \sigma v = \sigma F$ 

(VI-3)

le coefficient  $\alpha$  étant introduit pour tenir compte d'une éventuelle concentration de contraintes, comme c'est le cas dans l'essai Charpy par exemple.

Ainsi que l'a montré Armstrong (1968), il est intéressant de noter que lorsque la température de l'essai diminue, la valeur de  $d^{-1/2}$  pour laquelle l'équation (VI-3) est vérifiée, augmente. On retrouve ainsi un résultat expérimental bien connu : l'aptitude au pliage est améliorée si le grain est plus fin.

Selon Armstrong (1968), on peut écrire la relation (IV-1) sous la forme :

$$\sigma_{y} = m \tau \frac{b}{c} + m k_{1} d^{-1/2}$$
 (IV-4)

avec  $\sigma_{oy} = m \tau \frac{b}{c}$  et  $k_y = mk_1$ . Dans ces relations :

m est le facteur de Taylor

τ<sup>b</sup> désigne la cission critique pour le glissement basal (0001)
 C < 1120 > (système de déformation le plus facile pour le zinc)

la grandeur k, peut se mettre sous la forme :

$$K_{1} = C' \left[ \frac{m^{*} Gb_{\tau} j}{1 - \nu} \right]^{1/2}$$
 (IV-5)

où C' est une constante, m\* est le facteur de Sachs, v est le coefficient de Poisson, G est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers des dislocations de l'empilement et  $\tau^{j}$  désigne la cission

critique pour le glissement pyramidal de deuxième espèce {||22} < ||23 > ou le maclage, nécessaires au voisinage des joints pour assurer la continuité de la déformation. La température influence les cissions critiques; cette influence, pour une vitesse de déformation constante, peut se mettre sous forme de la loi suivante (Armstrong, 1967) :

 $\tau_{c}^{j} = B \exp(-\beta T)$ 

où B et  $\beta$  sont des constantes et T la température de déformation exprimée en Kelvins.

Dans le cas du système pyramidal de deuxième espèce, la littérature (Soifer et Shteinberg, 1971; 1972) fournit deux valeurs de  $\beta$ 

correspondant à deux vitesses de déformation différentes :

έ (s <sup>-1</sup> )	β (K <sup>-1</sup> )
0,85 10 <sup>-2</sup>	0,64 10 <sup>-2</sup>
2 10 <sup>-4</sup>	0,86 10 <sup>-2</sup>

Ceci indique que si la vitesse de déformation augmente, la valeur de  $\beta$  diminue. Cette observation est importante, dans le cadre de ce travail, si l'on se souvient qu'un système secondaire de déformation doit obligatoirement intervenir pour préserver la continuité des déplacements. Dès lors, la relation (IV-6) montre que lorsque  $\hat{\epsilon}$ 

augmente,  $\tau_c^j$  augmente ( $\tau_c^b$  aussi, d'ailleurs) de telle sorte que la contrainte d'écoulement doit augmenter. On peut penser que cette variation de la contrainte d'écoulement est contrôlée par la fonction  $\tau_c^j(\epsilon)$ .

La discussion qui précède et les équations  $(IV - 1 \ge IV - 6)$  montrent que la variation de contrainte d'écoulement des polycristaux de structure hexagonale fait intervenir deux composantes activées thermiquement qui dépendent de deux cissions résolues critiques différentes qui présentent des sensibilités à la vitesse de déformation différentes. En combinant les équations  $(IV - 1) \ge (IV - 6)$  il vient successivement :

$$\alpha \left(\sigma_{oy} + k_{yd}^{-1/2}\right) = \sigma_{oF} + k_{F} d^{-1/2}$$

$$\alpha \left[m_{\tau} \frac{b}{c} + mC' \left(\frac{m^{*} G b}{1 - v}\right)^{1/2} B^{1/2} \exp\left(-\frac{\beta}{2} T\right) d^{-1/2}\right] = \sigma_{oF} + k_{F} d^{-1/2}$$

$$\left(\alpha m_{\tau} \frac{b}{c} - \sigma_{oF}\right) d^{1/2} + \alpha mC' \left(\frac{m^{*} G b B}{1 - v}\right)^{1/2} \exp\left(-\frac{\beta}{2} T\right) - k_{F} = 0$$

$$\exp\left(-\frac{\beta}{2} T\right) = \frac{k_{F} - (\alpha m_{\tau} \frac{\tau}{c} - \sigma_{oF}) d^{1/2}}{\alpha mC' \left(\frac{m^{*} G b B}{1 - v}\right) d^{1/2}}$$

d'où la température critique :

$$\frac{\beta}{2} \operatorname{T}_{c} = \ln \frac{k_{F} - (\alpha m \tau c^{\sigma} - \sigma oF)d^{1/2}}{\alpha m C' \left(\frac{m^{*} G b B}{1 - \nu}\right)^{1/2}}$$

Par une transformation élémentaire tenant compte des propriétés de la fonction In, la température critique  ${\rm T}_{\rm c}$  est définie par :

$$T_{c} = -\frac{2}{\beta} \ln \left[ k_{F} - (\alpha m \tau \frac{b}{c} - \sigma_{oF}) d^{1/2} \right] + \frac{1}{\beta} \ln \left( \frac{\alpha^{2} m^{2} C'^{2} m^{*} CbB}{1 - \nu} \right)$$

soit, en posant  $C^{12} = C$  :

$$T_{c} = -\frac{1}{\beta} \ln\left(\frac{C \alpha^{2} m^{2} m^{*} G b B}{1 - \nu}\right) - \frac{2}{\beta} \ln k_{F} - \frac{2}{\beta} \ln\left(\frac{1 - \alpha m^{T} c - \sigma oF}{k_{F} d - 1/2}\right)$$

En admettant, suivant Armstrong, que

$$\left|\frac{\alpha m c - \sigma oF}{K_{F} d^{-1/2}}\right| << 1$$

on obtient finalement :

$$T_{c} = \frac{1}{\beta} \ln \left[ \frac{C_{\alpha}^{2} m^{2} m^{*} G b B}{(1 - \nu) k_{F}^{2}} \right] + \frac{2}{\beta} \frac{\alpha m}{k_{F}} \frac{\tau}{c} \frac{b}{c} \sigma \sigma F d^{1/2}$$

soit une relation de la forme :

$$T_{c} = \lambda + \mu d^{1/2} \qquad (IV-7)$$

avec :

$$\lambda = \frac{1}{\beta} \ln \left[ \frac{C (\alpha m)^2 m^* G b B}{(1 - \nu) k_F^2} \right]$$

$$\mu = \frac{2 (\alpha m^{\tau} c^{\sigma} - \sigma oF)}{\beta k_{F}}$$

où la signification des différents symboles a été explicitée au cours de la discussion de ce paragraphe.

La relation (IV - 7) présente l'avantage de mettre clairement en évidence les facteurs structuraux qui influencent la température T d'un polycristal de structure hexagonale compacte et, par conséquent, plus particulièrement, l'aptitude au pliage du zinc :

- la taille de grain d;

- l'orientation préférentielle par le truchement des facteurs m, m\* et
  - b τ c'
- les caractéristiques de résistance mécanique et de ductilité du matériau considéré, par l'intermédiaire des deux paramètres définissant le seuil de rupture : <sup>o</sup> et la k<sub>F</sub>;
- le glissement à l'intérieur des grains :  $\sigma_{ov}$ ;
- le mécanisme accomodateur aux joints de grains : B et  $\beta$  .

Ceci confirme bien, si besoin en était, que le problème de l'aptitude au pliage maillet est vaste et complexe. Si on se souvient que, selon l'optique adoptée dans cette recherche, une amélioration de la pliabilité maillet correspond à un abaissement de la température de transition ductile-fragile (T<sub>c</sub>), il est évident que l'on améliorera la pliabilité soit en diminuant m, m\*, B,  $\sigma_{oy}$  et d, soit en augmentant  $\sigma_{oF}$ ,  $k_{F}$  et  $\beta$ .

Il est indispensable, au stade actuel du travail, d'analyser à la lumière de cette théorie et des conclusions qu'elle permet de tirer, certains résultats structuraux dont nous disposons.

# C. <u>Examen des facteurs structuraux dans le cadre de la théorie</u> d'Armstrong

### C.1. Influence de la taille de grains et de sous-grains.

Le zinc étant un métal de structure hexagonale compacte à bas point de fusion et n'admettant pas la présence en solution solide d'une quantité importante d'éléments solutés, les techniques habituelles offertes par la Métallurgie Physique pour promouvoir la ductilité et réduire la sensibilité à la vitesse de déformation, tout en maintenant une résistance mécanique acceptable en pratique, ont une efficacité très limitée.

Par ailleurs, le zinc est caractérisé par une énergie de défaut d'empilement élevée. Ce fait implique le développement, au cours de la déformation, de sous-grains bien définis qui conduisent à un durcissement de sous-structure (Wégria et Habraken, 1970; Wégria et Gouzou, 1970). On peut tenir pour bien établi que la sousstructure, c'est à dire la structure à l'échelle du microscope électronique, plutôt que la structure optique conditionne le comportement du zinc.

Dans ce contexte, le problème qu'il convient de discuter l'immédiat dans est celui de production la et du maintien (stabilisation) d'une fine sous-structure puisque, d'une part, les observations en microscopie électronique par transmission réalisées sur des échantillons avant pliage ont montré que ce facteur pouvait influencer la pliabilité et que, d'autre part, d'Armstrong montre l'intérêt la théorie pratique d'un affinement de la microstructure pour l'aptitude au pliage.

Le premier facteur auquel on peut penser est celui de la composition de l'alliage. Actuellement, nous nous intéressons aux alliages zinc-cuivre-titane utilisés dans le bâtiment tenant 0,2 % de cuivre et 0,1 % de titane. Il n'est pas envisagé, dans l'immédiat, de modifier profondément cette formule. Néanmoins, cette possibilité ne doit pas être perdue de vue car il est bien connu, d'une manière générale, que certains éléments solutés peuvent modifier l'énergie de défaut d'empilement du solvant ou le piégeage des lacunes. Ces deux facteurs influencent la mobilité des dislocations; ils peuvent donc contribuer à une stabilisation de la microstructure, en réduisant les possibilités de glissement dévié et de grimpage, par exemple.

Le deuxième facteur consiste à définir un processus de fabrication assurant une répartition adéquate de la seconde phase. C'est l'unique possibilité envisagée, en ce moment, pour stabiliser la sous-structure. D'une manière générale, on peut dire que de petits précipités distribués de manière uniforme au sein de la matrice sont désirables si l'on veut obtenir une sous-structure fine, homogène et stable qui conduit aux caractéristiques mécaniques les meilleures. 11 est malaisé d'obtenir une distribution uniforme d'intermétalliques dans la matrice lorsqu'ils précipitent comme eutectique interdendritique durant la coulée. En outre les intermétalliques sont, par définition, insolubles à l'état solide et ils ne peuvent donc pas être contrôlés par traitement thermique. La seule possibilité pour espérer obtenir une distribution uniforme de fins précipités et de petits sous-grains réside dans le contrôle strict des opérations de coulée et de laminage. Analysons brièvement ces deux aspects.

L'opération de <u>coulée</u> permet de contrôler la taille de grains dendritiques et la distribution des précipités. Ces deux facteurs conditionnent la réponse de l'alliage au travail de mise à forme dans la mesure où :

- de gros précipités peuvent abaisser la température de recristallisation en agissant comme centre de germination (Cahn, 1956; Leslie et al, 1963);
- de fins précipités peuvent augmenter la température de recristallisation en ancrant les dislocations ainsi que les sous-joints (Mould et Cotterill, 1967; Hornbogen 1970).

L'espacement entre précipités obtenu lors de la coulée détermine la taille minimum de sous-grains qui peut être obtenue lors du traitement thermomécanique. Pour illustrer l'importance de ce paramètre de fabrication, nous considérons deux lingots de composition identique (Zn - 0,21 % Cu - 0,11 % Ti) coulés dans des conditions différentes : solidification rapide pour l'un, solidification lente pour l'autre. Les microstructures observées au microscope électronique permettent de différencier très clairement les deux types de coulée (fig. IV.17.) :

- eutectique localisé aux joints de dendrites pour les échantillons solidifiés rapidement;
- -
- importants amas d'eutectique pour le lingot solidifié lentement.

En ce qui concerne le laminage de l'alliage, puisque les traitements thermiques ne peuvent pas être utilisés pour contrôler la précipitation, la seul alternative est le "traitement thermomécanique", ce terme étant pris dans un sens impropre, puisque nous voulons dire une combinaison adéquate du taux de réduction et de la température de laminage. Au cours de la déformation, on a rupture et alignement des précipités, ce qui augmente leur nombre et peut conduire à une réduction de leur espacement (Petty, 1962-63). Cette fragmentation des précipités est possible à cause de la différence de dureté entre matrice et précipités (contraintes internes). Il en résulte que le schéma de laminage est important puisque la microstructure développée à chaque stade dépend non seulement du taux de réduction réalisé antérieurement mais aussi de la vitesse de laminage et de la température de laminage. Les résultats obtenus pour les alliages Z.B., Z.C., et Z.D. sont particulièrement significatifs à cet égard.

Il est évident que l'homogéniété de la déformation dépend aussi du taux de réduction par passe; en principe, l'homogénéité sera d'autant meilleure que le taux de réduction sera plus grand (Crane et Alexander, 1968). Néanmoins, stade de nos connaissances au actuelles, il faut se garder de toute conclusion trop hâtive car, ainsi montre la théorie d'Armstrona, d'autres paramètres que le interviennent pour fixer la valeur de la témpérature de transition. 11 faut, notamment, rester très attentif aux problèmes de texture et de structure (taux de restauration et/ou recristallisation) qui sont associés à la réalisation de fortes réductions. Par ailleurs, puisque le laminage est l'opération au cours de laguelle les précipités sont cassés et distribués au sein de la matrice, il est important que le temps d'attente entre deux passes successives soit minimisé pour réduire la recristallisation statique. En effet, ainsi que déjà signalé, il est clair que la fragmentation des précipités ne peut se produire que par le truchement de contraintes internes apparaissant lors du laminage (et dont la valeur est supérieure à la résistance à la rupture des composés intermétalliques qui sont fragiles). Une durée trop longue entre les passes, à une température relativement élevée, pourrait conduire à une non-fragmentation ultérieure des composés intermétalliques. Lorsque le laminage progresse, la taille des sous-grains et l'espacement entre précipités décroît; la microstructure Insistons très clairement sur le fait tend à devenir plus homogène. que l'on recherche une répartition fine du TiZn<sub>15</sub> pour obtenir une sous-structure très fine; nous ne cherchons pas à disperser le TiZn<sub>15</sub> au sein d'une fine sous-structure : on a observé que cette dernière situation caractérisait une pliabilité médiocre à basse température.

D'un point de vue pratique, il ressort très nettement que la détermination des meilleures conditions de coulée et laminage devrait promouvoir la pliabilité des alliages zinc-cuivre-titane.
#### C.2. Influence de l'orientation préférentielle

L'orientation préférentielle exerce son influence par l'inter-

b

médiaire de trois paramètres : m, m\* et  $\tau_c$ . Nous n'avons pas trouvé, dans la littérature, de données permettant de chiffrer les variations, en fonction de la température et de la vitesse de déformation, des facteurs m et m\*. La seule valeur trouvée est m = 6,5 à 77 K. De toutes manières, ces deux facteurs sont liés très étroitement à l'orientation cristalline et il semble très difficile, voire impossible, de modifier la valeur de l'un de ces paramètres pour un seul système de déformation uniquement. L'ignorance des valeurs numériques n'est donc un handicap que dans la mesure où l'on désire une quantification entière et exacte du problème. Au niveau du principe et du choix des tendances, on considèrera, sans que cela présente un inconvénient majeur, que m et m\* sont des paramètres constants pour chaque système de déformation.

#### Il n'en va pas de même en ce qui concerne la contrainte de

b

cisaillement critique résolue  $\tau_c$ . Il est trivial de rappeler que pour avoir une déformation plastique (glissement plastique), on doit avoir un cisaillement. Cette condition nécessaire n'est pas suffisante; les études réalisées sur monocristaux ont en effet montré qu'il faut faire intervenir la contrainte de cisaillement résolue dans le plan de glissement et dans la direction de glissement. D'une manière très générale, on peut dire qu'il a été montré que la déformation 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 préssentir l'influence qu'aura la texture cristalline sur le type de glissement effectivement actif. En effet, du point de vue de la déformation du zinc et de ses alliages, trois processus 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 (cfr. ch. l et II). En ce qui concerne le maclage, il est indispensable de rappeler deux conclusions d'un article de synthèse de Mahajan et Williams (1973). Ces auteurs ont en effet montré que :

- il y a une loi de Petch pour le maclage;

- il y a une contrainte de cisaillement résolue pour le maclage ce qui implique, ainsi qu'on vient de le rappeler, que le maclage apparaîtra quand la tension appliquée résolue dans le plan de maclage  $\{10\overline{1}2\}$  et dans la direction de maclage  $\langle 10\overline{1}1 \rangle$  est supérieure à une valeur donnée.

En ce qui concerne les deux types de systèmes de glissement, on se souviendra de ce que Bell et Cahn (1957) ont montré que, dans le cas d'un zinc très pur (somme des impuretés : 15 ppm), la valeur de la cission critique pour le glissement sur les plans de base est de 35 gr/mm<sup>2</sup> tandis que pour le glissement pyramidal de seconde espèce, elle atteint 1.600 gr/mm<sup>2</sup>. Ceci explique le fait qu'à la température ambiante, le glissement pyramidal ne se présente que quand l'orientation du plan de base est particulièrement défavorable au glissement basal. Ceci étant précisé, il convient maintenant de rappeler une série d'observations concernant l'influence de l'orientation cristalline sur le déclenchement d'un type ou l'autre de système de déformation.

Bell et Cahn (1957) ont constaté que lorsque l'angle entre les plans de base et l'axe de traction n'est pas trop grand ( $\langle 10^{\circ} \rangle$ , le glissement s'effectue sur le plan (1122) dans la direction [1123]. Ils ont en outre noté que le maclage dans le zinc s'effectue, après que les deux types de glissement possibles aient apporté leur contribution. Ils en concluent que le germe de macle apparaît comme une entité créée par un cisaillement localement homogène du réseau en un site où règne une concentration suffisante de tensions. Cette concentration de tensions est produite par une empilement, contre un obstacle quelconque, de dislocations qui ont glissé. Elam (1937) a prouvé que lors de la déformation par glissement d'un cristal de zinc, les macles commencent à apparaître lorsque le réseau, subissant une rotation, prend une position telle que le plan de base fait un angle compris entre 8° et 16° avec l'axe de traction.

Truszkowski et Latkowski (1967) ont montré que l'application de la loi de Schmid au monocristal de zinc permet de démontrer que les valeurs de la cission critique du système principal et du système secondaire sont égales lorsque le plan de base, subissant une rotation lors de la déformation, forme un angle de 19° avec la direction de l'effort. L'intervention progressive du système pyramidal de seconde espèce s'effectue donc suivant la diminution de l'angle d'inclinaison du plan de base.

Ces diverses contributions prouvent bien que le mécanisme de déformation plastique du zinc et de ses alliages est un processus complexe qui se produit en plusieurs étapes. Et ceci est d'autant mieux compris, si l'on tient compte, d'une part, de la relation (IV -6) qui montre que si la température diminue ou si la vitesse de déformation augmente, la contrainte de cisaillement critique résolue augmente et, d'autre part, des valeurs des angles entre les différents plans qui nous intéressent. En effet, les angles entre les plans (0001) et les plans (II22) et (I0I2) sont respectivement 61° 60' et 46° 88'. Enfin, on notera que l'influence de la température sur  $\tau_c$  est nettement plus importante pour le système pyramidal.

L'ensemble de ces observations ont été confirmées et conciliées par les travaux de Lavrentiew et al (1968) qui ont montré que le maclage dans le zinc est précédé par du glissement pyramidal.

Ces diverses observations suggèrent que le glissement pyramidal de deuxième espèce  $\langle ||\overline{2}3 \rangle \langle |1\overline{2}2 \rangle \rangle$ , c'est à dire en définitive la texture et la mobilité des diverses dislocations, est responsable de l'existence et. surtout, des caractéristiques de la transition ductile-fragile dans le zinc, bien que l'initiation des microfissures s'y fasse probablement par maclage. Ceci résulte des travaux déjà mentionnés de Lavrentiew et al (1968) ainsi que de ceux de Burr et Thompson (1965). Nos observations, figure IV-18, confirment bien ces travaux; la microscopie optique révèle en effet l'absence de macle, après pliage à 0°C, dans le cas d'un échantillon possédant une pliabilité T.B., cependant qu'un échantillon de mauvaise pliabilité présente, dans le pli, un nombre important de macles. D'une manière plus générale, ceci confirme le rôle du maclage dans la fragilité des métaux; ce sujet a été étudié par plusieurs auteurs dont les travaux ont été résumés et prolongés par Levasseur (1971). Sur la base de ce qui vient d'être discuté, on peut y voir l'influence très nette de la texture; très schématiquement, on peut formuler comme suit les caractéristiques de la texture idéale : l'inclinaison des plans (0001) devrait être comprise entre 16° et 19° pour permettre une intervention du système pyramidal de deuxième espèce et retarder l'apparition du maclage.

#### C.3. Influence des autres facteurs structuraux

L'influence des autres paramètres qui se dégagent de la théorie d'Armstrong est plus malaisée à analyser, par manque de données fondamentales. En ce qui concerne les caractéristiques de résistance et de ductilié ainsi que le glissement à l'intérieur des grains, nous allons voir dans le paragraphe suivant que le comportement des dislocations semble très différent selon que la pliabilité de l'alliage est bonne ou mauvaise. La situation est analogue en ce qui concerne les mécanismes accomodateurs aux joints de grains : l'état actuel des connaissances est insuffisant. Les examens en microscopie électronique par transmission d'échantillons après traction MTS permettent de faire une remarque intéressante qui prouve néanmoins l'influence de ces divers facteurs. En effet, les figures IV-19 à IV-26 suggèrent très clairement que la sensibilité à la vitesse de déformation est liée à une difficulité accrue, voire à l'impossibilité, de reformation d'une sous-structure fine et homogène au cours de la déformation. Si l'on tient compte des valeurs des températures effectives de déformation reprises au tableau ci-dessous :

> T (°C) T (K) T (K) 20 0,423 10 0,408 0 0,397 - 10 0,380

on constate que la gamme des températures d'essai est centrée sur la valeur critique 0,4 T<sub>f</sub>. La différence entre les deux températures extrêmes n'étant pas très importante, il nous paraît logique de penser à des conditions structurales pour expliquer les différences de microstructure. En effet, l'énergie de défaut d'empilement étant élevée pour le zinc, le glissement est aisé, puisqu'il n'y a pas de dissociation de dislocations. Il est évident que, dans la gamme de températures considérées, la répartition des obstacles au mouvement des dislocations (arbres de la forêt, précipités; joints et sous-joints initiaux) doit jouer un rôle décisif. C'est à ce niveau, par exemple, que les interactions entre dislocations et TiZn<sub>15</sub> doivent intervenir. On peut en effet admettre intuitivement que si les répartitions et/ou la dimension des particules du composé intermétallique sont "mauvaises", cette situation peut empêcher une certaine redistribution des dislocations, c'est-à-dire, finalement, influencer la formation d'une sous-structure. N'oublions pas, en effet, que selon Holt (1970), une distribution uniformément dense de dislocations est instable car l'énergie élastique de la distribution peut être réduite par la formation de rassemblements de dislocations.

Par analogie avec la théorie de la décomposition spinodale, et en traitant le problème comme étant celui de la fluctuation d'une densité locale de dislocations, Holt a montré que des fluctuations de longueur d'onde bien déterminée croissent plus rapidement que d'autres : cette longueur d'onde correspond à la taille de la sousstructure. Autrement dit, la taille de la sous-structure est déterminée par la distance à laquelle le champ de contraintes élastiques associé à la paroi (sous-joint) devient trop petit pour affecter le mouvement d'une dislocation. Dans le même ordre d'idées, il est clair que la présence de petits précipités peut augmenter la température de recristallisation en ancrant dislocations et sous-joints.

#### C.4. Conclusions

L'ensemble des considérations qui viennent d'être discutées indique qu'il est indispensable d'envisager le problème de la pliabilité de l'alliage ZnCuTi en considérant la relation entre l'aptitude au pliage et deux paramètres structuraux importants : la texture cristallographique et la mobilité des dislocations.

Il s'avère en effet que ces facteurs sont responsables de l'existence, et surtout des caractéristiques de la transition ductilefragile dans le zinc, bien que l'amorçage des microfissures s'y fasse probablement par maclage (Wégria et al, 1979; Lavrentiew et al, 1968). Cette observation permet donc de faire un choix parmi les diverses possibilités découlant de la théorie d'Armstrong.

Ayant à l'esprit l'aspect pratique de l'étude, nous avons entrepris l'analyse de l'infuence des deux facteurs considérés en caractérisant, dans leur optique, des alliages de pliabilités différentes. L'objectif principal de ce travail est de fournir, grâce à une analyse quantitative et précise de la texture cristalline, des éléments permettant de justifier l'existence d'un mode de déformation

IV.43.

potentiel de l'alliage, c'est-à-dire avant déformation, et d'apprécier dans quelle mesure cette potentialité se maintient ou se modifie au cours de la déformation. Pour ce faire, appel a été fait à une technique particulière d'analyse de la texture cristalline qui consiste à en établir la fonction de distribution, c'està-dire d'en réaliser l'analyse tridimensionnelle. Cette analyse, beaucoup plus précise que la méthode classique consistant à établir les figures de pôles conventionnelles, a été réalisée non seulement dans la symétrie classique du laminage (référentiel DN, DL, DT) mais également dans des plans macroscopiques choisis pour lesquels, compte tenu des contraintes appliquées, le cisaillement est maximum.

#### D. Analyse cristallographique

Notre but n'est bien entendu pas de décrire ici dans le détail la méthode d'établissement de la fonction de distribution des orientations cristallographiques. Cette méthode est générale et a fait l'objet de plusieurs publications, limitées toutefois aux matériaux de symétrie cubique : par exemple Gaspard et al (1978, 1979). C'est pourquoi nous n'en reprendrons que les grandes étapes en insistant sur les particularités résultant de la symétrie hexagonale du matériau.

# D.1. Les fonctions de distribution des orientations cristallographiques des matériaux de structure hexagonale.

Exprimée en termes de composantes d'orientation (hkl) [uvw], la texture cristalline rend compte des relations d'orientation existant entre les cristallites d'une part et le matériau macroscopique d'autre part. Elle doit donc s'exprimer au moyen de relations angulaires (rotations) entre un trièdre associé au matériau (par exemple DL, DN, DT) et un ensemble de trièdres associés aux petites cristallites d'orientations variables constituant ce matériau.

En conséquence, l'orientation d'une cristallite pourra être entièrement définie au moyen de trois rotations successives d'angles d'Euler  $\Psi$ ,  $\theta$ ,  $\phi$  qui amènent les référentiels en coïncidence (fig. IV-27). Dans la cas particulier du système hexagonal, on choisira un référentiel trirectangle défini à partir de la maille orthorhombique associée à la maille hexagonale classique (fig. IV-28). Ces relations angulaires sont à l'origine de la construction d'abaques permettant un déchiffrement aisé identification quasi immédiate et une des Ces abaques sont analogues à celles composantes de la texture. établies pour le système cubique (Sastry, 1970) avec la restriction que, calculées pour un rapport c donné, elles sont limitées à un

а

matériau hexagonal bien déterminé.

La fonction de distribution des orientations cristallographiques F(g) est la probabilité pour un cristallite d'avoir une orientation, c'est-à-dire une texture, décrite par la rotation g ( $\Psi$ ,  $\theta$ ,  $\phi$ ) : c'est donc la fraction de volume <u>dv</u> du matériau possédant l'orientation

g à dg près, soit :

$$\frac{dv}{v} = K \cdot F(g) dg \qquad (IV-8)$$

Cette fonction devant être positive et normalisée, il vient :

$$\int_{g} F(g) dg = 8 \cdot \pi^{2}$$

On a donc :

$$\frac{dv}{v} = \frac{1}{8 \pi^2} F(g) dg = \frac{1}{8 \pi^2} F(\psi, \theta, \phi) \sin \theta \delta \psi \delta \theta \delta \phi \qquad (1V-9)$$

La fonction de distribution F (g) peut être ensuite développée en une série convergente de fonctions sphériques généralisées :

$$F(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{m=-l}^{l} \sum_{n=-l}^{l} f_{mn}^{l} y_{mn}^{mn} (g) \quad (IV-10)$$

Le calcul de la fonction de distribution peut dès lors être ramené à la détermination des coefficients  $f^{I}$ , coefficients accessibles à partir de mn figures polaires conventionnelles expérimentales.

La densité de pôles en un point ( $\chi$ ,  $\eta$ ) de cette figure expérimentale (hkl); est exprimée en toute généralité par (fig. IV-29) :

$$q_{i}(x, \pi) = \frac{1}{2\pi} \int_{0}^{2\pi} F(g) dg.$$
 (IV-11)

où  $\chi$  et n sont les angles polaires, dans le référentiel X, Y, Z du matériau, d'un vecteur du réseau réciproque normal à (hkl)<sub>i</sub>.

Une fois déterminées les densités  $q_i (\chi, n)$  à partir de figures de pôles expérimentales corrigées et normalisées, il importe, afin d'établir la fonction de distribution des orientations, de connaître les relations liant ces densités et les coefficients  $f^l$ , soit :

$$q_{i}(\chi, n) = \sum \sum q_{i}^{i} y^{m}(\chi, n)$$

$$I m^{m} I$$

avec 
$$q^{il} = \sqrt{\frac{2}{2l+1}} \sum_{m=1}^{\infty} f^{l} \frac{\gamma^{n}(\beta, \alpha)}{m n l}$$

(IV-12)

On peut dès lors établir la fonction de distribution suivant le schéma ci-après :

- établissement d'un certain nombre de figures de pôles expérimentales et détermination, après corrections et normalisation, des densités q; (x, n);
- calcul des coefficients q<sup>il</sup> à partir des q<sub>i</sub> (x, n); pour ce mn faire on dispose de la relation :

$$q^{il} = \int_{0}^{2\pi} \int_{0}^{\pi} \frac{1}{q_{i}(\chi, \eta)Y_{l}(\chi, \eta)} \sin \chi \delta \eta \delta \chi$$

obtention des coefficients f<sup>1</sup> à partir de la relation (IV-12) mn

calcul final de la fonction de distribution suivant la relation (IV-10).

# L'obtention des coefficients $f^{I}$ nécessite de disposer de (21 + 1) mn

figures de pôles; en pratique cependant, pour des raisons de symétrie, un certain nombre de ces coefficients sont nuls de sorte qu'il suffit de calculer dans le cas du système hexagonal les termes pour lesquels l et m sont pairs et n = 6 k. Dans le cas du zinc, trois figures de pôles expérimentales suffisent pour autant que le développement soit limité à l'ordre 16. (l = 16). Comme cependant, pour des raisons de commodité expérimentale, nous déterminons uniquement les parties en réflexion ( $\chi = 0^\circ$  à 75°), les figures de pôles étant ensuite complétées et normalisées par calcul, nous avons utilisé, en vue d'avoir une précision suffisante, les quatres figures partielles suivante : {0002}, {1010}, {1011} et {1012}.

Les vecteurs polaires correspondant à ces plans cristallographiques sont ensuite repérés dans le référentiel XYZ du cristallite qui, comme il a déjà été signalé, doit être trirectangle pour le calcul. Ces angles cristallographiques  $\alpha$  et  $\beta$  définis dans la maille orthorhombique associée s'expriment, compte tenu du rapport <u>c</u> = 1,856, dans le cas a

du zinc par les relations (fig. IV.29) :

$$\cos \beta = \frac{1}{\sqrt{1,151 h^2 + 3,445 k^2 + 1^2}}$$



Les valeurs des angles  $\alpha$  et  $\beta$  correspondant aux plans examinés sont reprises au tableau l ci-dessous.

Hexag.	Ortho.	β	α
(0001)	(001)	0°	90°
(1010)	(100)	90°	0°
(1011)	(201)	65°	0°
(1012)	(101)	47°	0°

La fonction de distribution des orientations cristallographiques est le plus souvent observée au travers de sections appropriées de la représentation tridimensionnelle qui, par ailleurs, est complètement décrite dans l'intervalle  $0 < \psi < \frac{\pi}{2}$ ;  $0 < \theta < \frac{\pi}{2}$ ,  $0 < \phi < \frac{\pi}{2}$ .

2

3

2

Dans le cas actuel, nous nous sommes volontairement limités à l'observation des sections  $\phi = 0^{\circ}$ ;  $10^{\circ}$ ,9;  $30^{\circ}$  et  $49^{\circ}$ ,1 sur lesquelles on peut retrouver les orientations (textures) principales (fig. IV-30). A ces orientations repérées sur les abaques, sont associés des angles d' Euler, de telle sorte que l'on peut soit, connaissant les angles, calculer les orientations (relations directes), soit déterminer les angles correspondant à ces orientations données (relations indirectes).

#### **Relations directes**

$$\begin{bmatrix} h \\ k \\ i \\ l \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sqrt{3} & -1 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sqrt{3} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & c/a \end{bmatrix} \begin{bmatrix} -\sin \theta & \cos \phi \\ \sin \theta & \cos \phi \\ \cos \theta \end{bmatrix}$$

$$\begin{bmatrix} u \\ \frac{1}{\sqrt{3}} & -\frac{1}{3} & 0 \\ 0 & \frac{2}{3} & 0 \\ 1 & \frac{1}{\sqrt{3}} & -\frac{1}{3} & 0 \\ -\frac{1}{\sqrt{3}} & -\frac{1}{3} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{1}{2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos \psi & \cos \theta & \cos \phi & -\sin \psi & \sin \phi \\ -\cos \psi & \cos \theta & \sin \phi & -\sin \psi & \cos \phi \\ \cos \psi & \sin \theta \end{bmatrix}$$

**Relations** indirectes

$$\cos \theta = \frac{1}{\sqrt{\frac{(h-i)^2}{3} \cdot \frac{c^2}{a^2} + \frac{k^2}{a^2} \cdot \frac{c^2}{a^2} + \frac{1}{a^2}}}$$

$$h - i$$
  
- cos ( $\phi$  + 30) =  $\frac{1}{\sqrt{(h - i)^2 + 3k^2}}$ 

$$w \neq 0 \quad tg \phi = \frac{\frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \frac{c}{a} \cdot \frac{u}{w} - \cos \theta [(\sqrt{3} \cos (\phi + 30) + \sin (\phi + 30)]}{\cos (\phi + 30) - \sqrt{3} \sin (\phi + 30)}$$

$$w = 0 \quad tg \phi = \frac{\sqrt{3} \cos (\phi + 30) - \sqrt{3} \sin (\phi + 30)}{\sqrt{3} \sin (\phi + 30) - \cos (\phi + 30)}$$

$$\frac{u \neq 0}{v = 0} \quad \psi = -(\phi + 30)$$

$$\frac{u \neq 0}{v \neq 0} \quad tg \phi = \frac{\frac{\sin (\phi + 30) (1 + 2u) + \sqrt{3} \cos (\phi + 30)}{v}}{\sqrt{3} \sin (\phi + 30) - \cos (\phi + 30) (1 + 2u)}}$$

### D.2. <u>Analyse comparative des textures cristallines de l'alliage Zn-Cu-Ti</u> laminé dans des conditions industrielles différentes

#### D.2.a. Alliages étudiés

Nous avons examiné des échantillons de l'alliage zinc - 0,2 % Cu - 0,1 % Ti laminé selon trois schémas industriels différents et présentant des aptitudes un pliage maillet très différentes; ce sont les alliages repérés précédemment Z.A., Z.D. et Z.E.

Ces alliages ont été étudiés à l'état laminé (repères L) ainsi qu'après déformation en traction (25 %) d'éprouvettes prélevées dans la direction de laminage (T). En outre, une quatrième nuance, Z.O., de pliabilité voisine de celle de Z.E., a été examinée dans différents états déformés en traction repris au tableau ci-dessous :

RepèresZ.O.O.Z.O.1.Z.O.2.Z.O.3.Z.O.4Z.O.5Z.O.6.
$$\epsilon_1$$
00,0190,0750,1170,1680,2170,385

Les caractéristiques mécaniques et la microstructure de ces divers alliages ont été analysées et discutées précédemment; nous n'y reviendrons donc pas.

#### D.2.b. Méthode de détermination de la texture cristalline.

Quatre figures de pôles de chaque alliage ont été établies en réflexion (analyse à coeur) au moyen du goniomètre de Lücke (radiation Co  $K_{\alpha}$ ). Ces figures ont été corrigées, de manière classique, de la défocalisation et la normalisation a été réalisée à l'aide d'un standard isotrope par une méthode originale de calcul due à Gaspard (1980). Le calcul de la fonction de distribution a été ensuite réalisé dans les sections  $\phi = 0^{\circ}$ ;  $10^{\circ}$ ,9;  $30^{\circ}$  et  $49^{\circ}$ ,1 du tridimensionnel.

#### D.2.c. Analyse de la texture cristalline

Dans les diverses sections que nous examinerons dans la suite, nous ne ferons figurer, par souci de clarté, que les composantes importantes c'est-à-dire celles pour lesquelles la fonction de distribution est supérieure à 3. En conséquence, dans la discussion qui suit, nous ne retenons que les principales composantes de la texture.

#### Alliage Z.A.

La texture à l'état laminé est très marquée (fig. IV-31). La composante principale correspond à un basculement des prismes hexagonaux d'environ 15 à 20° dans la direction de laminage; elle s'observe dans les quatre sections mais est surtout intense dans  $\phi$  = 30° où il lui correspond l'orientation (1106) [3301]. D'autres composantes, sans doute moins intenses, ne peuvent cependant être passées sous silence; c'est le cas pour (2201) [1232], (2311) [2132], (2110) [0223], (2110) [0221], (3210) [0001] ainsi que pour d' importants éléments des textures de fibres partielles < 4223 > // DN ; < 2114 -2115 > // DN et < 3213 > // DN. Après déformation en traction ( $\varepsilon \simeq 0,25$ ) la texture n'est pas modifiée comme on peut le constater en comparant les figures IV-31 et IV-32 ; tout au plus observe-t-on un faible accroissement d'intensité de certaines composantes. Ce comportement remarquable traduit le fait que, contrairement à ce que l'on observe dans les métaux de structure cubique, la déformation de l'alliage de zinc s'effectue sans réorganisation importante, c'est-à-dire sans rotation des cristallites donc des grains sous l'effet des contraintes. Le comportement du zinc lors d'une déformation dépendra donc fortement de sa texture initiale. Ceci constitue donc un élément important pour les caractéristiques de ce matériau.

Alliage Z.E.

La texture à l'état non déformé s'apparente, par de nombreux points, à celle de l'alliage Z.A.; le basculement des prismes hexagonaux est cependant plus important : 18 - 24° vers D.L.

La composante la plus intense se retrouve toujours dans la section  $\phi = 30^{\circ}$  (fig. IV-33)); le basculement, un peu plus important, est ici de l'ordre de  $23^{\circ}-24^{\circ}$ , ce qui se traduit par un déplacement de la composante (1106) [3301] vers (2207) [3302] avec une importante réduction d'intensité.

En moyenne, l'alliage est nettement moins texturé que son homologue Z.A. et l'on retrouve, très affaiblies et parfois légèrement déplacées, toutes les orientations décrites pour l'alliage Z.A. et, en particulier, l'aspect texture de fibre partielle.

L'alliage déformé en traction est nettement plus texturé (fig. IV-34) et ses composantes s'identifient plus encore avec celles de l'alliage Z.A.

Deux aspects méritent d'être soulignés :

- du point de vue localisation, toutes les composantes de l'alliage
   Z.E. sont voisines voire identiques à celles de Z.A.;
- parmi ces composantes, on peut distinguer celles correspondant à un basculement des prismes hexagonaux de plus ou moins 20° vers DL qui, comme nous l'avons déjà souligné, sont nettement moins intenses dans l'alliage Z.E. (niveaux 4-9-5) que dans Z.A. (niveaux 10-16-11), l'angle de basculement est un peu plus élevé pour l'alliage Z.E. (Différence : 3 à 4°).

Par contre, les autres composantes et en particulier les éléments des textures de fibres partielles sont identiques dans les deux alliages à l'état déformé non seulement en ce qui concerne leur localisation mais également leur intensité.

Au stade actuel, on peut donc dire que les alliages ZA et ZE se différencient nettement non seulement en ce qui concerne l'angle de basculement des prismes hexagonaux mais également en ce qui concerne le volume de cristaux correspondant à l'orientation (0001)  $^{\alpha}_{DL}$  (uvtw).

#### Alliage Z.D.

Cet alliage, dont le pliage est très mauvais, est le plus faiblement texturé des trois alliages étudiés (fig. IV-35).

Le basculement vers D.L. des prismes hexagonaux est ici beaucoup plus important :  $25-33^{\circ}$ . Les autres éléments de la texture cristalline sont également différents (0001) [ $1\overline{2}10$ ],  $\langle \overline{2}110 \rangle$  // DN avec en particulier ( $\overline{2}110$ ) [ $0\overline{1}12$ ],  $\langle \overline{3}210 \rangle$  // DN,  $\langle \overline{3}302 \rangle$  // DN avec ( $\overline{3}302$ ) [ $0\overline{2}23$ ],  $\langle \overline{1}104 \rangle$  // DN, ( $\overline{2}3\overline{1}1$ ) [ $21\overline{3}2$ ] ainsi que des fractions de  $\langle \overline{2}3\overline{1}0 \rangle$  // DN.

La déformation en traction entraîne l'apparition de textures particulières, différentes de celles de départ et n'ayant aucune similitude avec celles des autres alliages (fig. IV-36). On observe ainsi l'orientation (2110) [0Ī11] ainsi que des composantes proches de (2113) [ 1101] et de ( $\overline{3}302$ ) [ $0\overline{2}23$ ].

La fraction de la texture initiale correspondant à un basculement de 25-33° des prismes hexagonaux dans la direction de laminage évolue quant à elle en se séparant en deux composantes, l'une associée à une réduction de basculement ( $\pm$  20°) et l'autre se localisant vers 33°.

Il ressort de ces considérations que la déformation a pour effet ici de modifier fortement la texture initiale; cette évolution importante peut être associée au maclage de certaines fractions de l'alliage.

# D.2.d. Evolution de la texture cristalline lors d'un essai de traction uniaxiale.

Les déformations de l'alliage Z.O. étudié dans cette partie du travail, sont reprises, dans un tableau précédent. A l'état initial non déformé, la texture cristalline de l'alliage est constituée d'importants éléments de fibres ayant pour axe la direction normale (fig. IV-37). Les éléments de cette texture de fibre se retrouvent dans toutes les sections examinées :  $\langle \bar{4}223 \rangle //$  DN,  $\langle \bar{2}116 \rangle //$  DN,  $\langle \bar{6}425 \rangle //$  DN,  $\langle \bar{3}218 \rangle //$  DN,  $\langle \bar{1}100 \rangle //$  DN,  $\langle \bar{2}203 \rangle //$  DN,  $\langle 23\bar{1}4 \rangle //$  DN. Ces composantes, sont aussi intenses que l'orientation (1106) [3301] observée dans  $\phi = 30^\circ$  et qui correspond au classique basculement des prismes hexagonaux dans la direction de laminage.

A l'état initial, l'aspect texture de fibre est donc nettement plus accusé dans l'alliage Z.O. si on le compare aux trois autres alliages examinés. En outre, on note que la texture de cette nuance présente de plus fortes similitudes (nature des composantes et intensité) avec celle des alliages Z.A. et Z.D. Les modifications subies par la texture au cours de l'essai de traction (figures IV-38 à IV-40) sont limitées à certains éléments de la texture de fibre dont les intensités relatives varient et ont donc lieu dans le cadre de la texture initiale.

L'évolution graduelle des composantes ne s'accélère qu'au voisinage de la rupture (fig. IV.40); la composante  $(\overline{1}100)$  [ $\overline{33}01$ ] reste en particulier stable, comme pour Z.A. et même Z.D.

Il ressort de ceci que la texture du zinc peut évoluer lors d'une déformation en traction de manière très variable et que l'importance des modifications de texture que l'on observe, dépend de l'intensité de la texture initiale. En règle générale, si la texture initiale (après laminage) est marquée, on n'observera que de très faibles modifications, celles-ci restant limitées à des changements d'intensités en demeurant toutefois dans les limites de la texture initiale. Si la texture, par contre, est (ou inadéquate), l'alliage des marquée subira rotations peu importantes au niveau des cristallites avec d'éventuels maclages qu'une texture nouvelle sera créée. La texture de sorte cristalline est donc une caractéristique essentielle de l'alliage de zinc qui conditionne, entre autre, réaction au cours sa d'une déformation.

### D.3. <u>Répartition des systèmes de glissement et de maclage dans les plans</u> de cisaillement maximum.

#### D.3.a. Plans de cisaillement maximum.

Ceux-ci sont définis à la figure IV-41. Les plans à considérer dépendent des contraintes principales appliquées au matériau, donc du type de sollicitation exercée. C'est ainsi qu'en traction uniaxiale, on considèrerait les plans (1,2) alors que le pliage maillet fait intervenir les cisaillements dans le plan (2,3).

# D.3.b. Densité des plans et des directions de glissement et de maclage.

L'intérêt de la représentation actuelle est de fournir la distribution des systèmes de glissement et de maclage dans ces plans où le cisaillement est maximum. Il devient ainsi possible de mettre en évidence, pour un état de contraintes donné (traction, pliage, ...) les possibilités réelles de déformation dans ces plans macroscopiques et en particulier d'examiner :

- si ces possibilités sont favorablement disposées par rapport aux directions des contraintes (résistance à l'amincissement par exemple);
- si elles permettent une déformation homogène du matériau;
- si ces possibilités de déformation disparaissent et sont, éventuellement, remplacées par d'autres au cours de la déformation;
- si, dans le cas où plusieurs possibilités existent, on peut isoler les plus probables.

La représentation des directions de glissement et (ou) de maclage, associées à leurs plans, est obtenue par une méthode originale développée au CRM par Gaspard et al (1978, 1979).

# D.3.b.1. Représentation des directions cristallographiques (glissement - maclage)

La fonction de distribution des orientations cristallographiques (§ D.1) a été établie dans un référentiel  $k_p$  (DN - DL - DT) donné, lié au matériau. Une fois cette fonction de distribution connue dans ce référentiel, il est possible de déterminer la distribution angulaire d'une ou de plusieurs directions cristallographiques  $[u_1v_1w_1]$  auxquelles on peut d'ailleurs associer des plans  $(h_1k_1l_1)$  par rapport à une direction de référence  $\vec{R_0}$  dans une section  $\pi$  du matériau. La fonction de distribution F(g) fournie par la relation (IV-10) s'écrit, en effet, dans le référentiel p de la manière suivante :

$$p F(g) = \sum \sum f V (g)$$

$$F(g) = \sum \sum f V (g)$$

$$(IV-13)$$

Une fois connus les coefficients f<sup>l</sup> de cette fonction, l'application p<sub>mn</sub>

de rotations successives permet d'obtenir de nouveaux coefficients  $f^{I}$  dans un nouveau référentiel  $\pi$ . Soit alors, dans la section  $\pi$  mn

associée à ce nouveau référentiel, une direction  $R_{\alpha}^{\dagger}$  faisant l'angle  $\alpha$  avec une direction de référence  $\vec{R}_{0}$  qui en pratique, sera prise parallèle à une direction simple DN, DL ou DT. La densité de plans (h, k, l) dans la section  $\pi$  dont la direction  $[u_1v_1w_1]$  est parallèle à  $R_{\alpha}^{\dagger}$  est définie par une fonction de distribution :

 $\frac{\alpha}{\pi}F(\psi,\theta_1,\phi_1)$ 

 $\theta_1$  et  $\phi_1$  étant des constantes,  $\psi$  variant de 0 à 2  $\pi$ .

L'obtention de la distribution angulaire de la direction  $[u_1v_1w_1]$  dans la section  $\pi$  nécessitera de considérer toutes les directions  $\vec{R}_{\alpha}$  de sorte que la fonction à décrire est :

$$\begin{bmatrix} u_1 v_1 w_1 \end{bmatrix}_{\pi F (\psi, \alpha) = \frac{\alpha}{\pi} F (\psi, \theta_1, \phi_1) \qquad (IV-14)$$

avec ∝ € (0, π)

ψε(0,2π)

 $\theta_1$  et  $\phi_1$  définissant la direction  $[u_1v_1w_1]$ .

Comme annoncé précédemment, le calcul de cette fonction peut être fait sur base de la connaissance des coefficients  $p_{mn}^{f}$  de la fonction de distribution dans un autre référentiel  $k_p$  et de la relation entre le référentiel expérimental  $k_p$  et le  $k_{\pi}^{\alpha}$  lié au plan  $\pi$  et à la direction  $\vec{R}_{\alpha}$ . Soit  $g_{\alpha p}$  la relation reliant ces deux référentiels; on a :

$$K_{\pi}^{\alpha} = g_{\alpha p} \cdot k_{p}$$

de sorte que l'on peut écrire :

$$\begin{bmatrix} u_1 v_1 w_1^{\beta} \\ \pi^{F}(\psi, \alpha) = \Sigma \Sigma \Sigma \pi^{\alpha}_{\pi} f^{I} \cdot Y^{mn}(\psi, \theta_1, \phi_1) \quad (IV-15)$$

Tenant compte du théorème d'addition des harmoniques sphériques, la relation (IV-15) se met sous la forme :

$$\mu m 
 y_{I} (g_{\alpha}p) 
 \pi f_{mn}^{\alpha} = \sum_{\mu}^{\Sigma} p f_{mn}^{I} - \frac{\mu m}{\mu m}$$

$$y_{I} (\circ)$$

$$(IV-16)$$

Le rotation  $g_{\alpha p}$  peut être décomposée en deux rotations partielles  $g_{op}$  et  $g_{\alpha 0} = (0, \alpha, 90^{\circ})$  de sorte que  $g_{\alpha p} = g_{\alpha 0} \cdot g_{op}$ ; ceci permet de définir une rotation  $g_{op}$  qui amène le référentiel initial  $k_p$  en coı̈ncidence avec un référentiel  $k_0$  d'axe oy perpendiculaire au plan examiné et dont l'axe oz est parallèle à la direction de référence  $R_0^{\bullet}$ . En conséquence, la relation (IV-16) peut s'écrire :

(IV-18)

La forme explicite de la fonction de distribution de la direction  $[u_1v_1w_1]$  dans le plan  $\pi$  sera dès lors donnée, en fonction de  $\alpha$  par :

$$\begin{bmatrix} u_1 v_1 w_1 \end{bmatrix}$$
  
 $\pi F(\psi, \alpha) = \Sigma \Sigma \Sigma D^{I} Y^{mn}$   
 $I m n mn I (0, \alpha, \psi)$ 

avec

$$\begin{array}{c} D_{mn}^{I} = \frac{1}{[\gamma^{mn}]^{2}} \cdot \sum_{\mu s} f_{\mu s}^{I} \gamma^{\mu m} g_{0p} \gamma^{ns} (\frac{\pi}{2}, \theta_{1}, \phi_{1}) \\ I(0) \end{array}$$

Dans les plans (1,2), (1,3) et (2,3) (fig. IV-42)) les angles g<sub>op</sub> sont définis par les angles d'Euler suivants :

plan (1,2) : 
$$g_{(op)} = (135,0,0) \vec{R}_0 // DN$$
  
plan (2,3) :  $g_{(op)} = (0,90,45) \vec{R}_0 // DL$   
plan (1,3) :  $g_{(op)} = (90,90,135) \vec{R}_{(o)} // DT$ .

L'obtention de la distribution moyenne nécessitera, de plus, que dans le calcul on tienne compte uniquement de la partie réelle  $D^{IR}_{mn}$  des mn coefficients complexes  $D^{I}_{mn}$  avec I et m pairs et n = 4k.

Nous avons enfin à définir les angles d'Euler  $\psi_1$ ,  $\theta_1$  et  $\phi_1$  correspondant aux glissements basal et pyramidal ainsi qu'au maclage du zinc et à les introduire dans la relation (IV-18). Ces angles sont :

glissement basal (0001)  $[11\overline{2}0] \quad \psi_1 = 60^\circ, \quad \theta_1 = 0^\circ, \quad \phi_1 = 60^\circ$ glissement pyramidal (1122)  $[12\overline{3}3] \quad \psi_1 = 32,5^\circ, \quad \theta_1 = 61,7^\circ, \quad \phi_1 = 60^\circ$ maclage (1102)  $[2\overline{2}01] \quad \psi_1 = 50^\circ, \quad \theta_1 = 47^\circ, \quad \phi_1 = 30^\circ.$ 

### D.3.b.2. <u>Analyse des systèmes de déformation de l'alliage Zn Cu Ti dans</u> les plans de cisaillement maximum.

#### 1) Glissement basal.

. Dans le plan (1,2) (fig. IV-42)

Ce plan est principalement actif dans l'essai de traction uniaxé; les possibilités de déformation dans ce plan seront d'autant plus importantes que la direction de glissement sera proche de  $\alpha = 90^{\circ}$ . Comme on le remarque au tableau suivant, les possibilités de glissement basal des alliages augmentent, lors de l'essai de traction, dans l'ordre Z.D., Z.E., Z.A.

N°	Etat (*)	$F_{1}^{1} = 25 - 30^{\circ}$	$\frac{F_2}{\alpha_2^2} = 75^\circ$	$R = \frac{F_2}{F_1}$
Z.A.	L	3,95	5,80	1,47
	Т	4,15	4,75	1,14
Z.E.	L	3,00	3,75	1,25
	Т	3,00	3,55	1,18
Z.D.	L	6,00	6,00	1,00
	Т	4,65	2,40	0,52

(\*) L = état laminé

T = état déformé en traction.

Dans le plan (1,3) (fig. IV-43)

Ce plan est actif lors d'un essai de pliage alterné; l'aptitude à la déformation de l'alliage Z.A. est beaucoup plus importante que celle de Z.E. et surtout que celle de Z.D.

#### Dans le plan (2,3) (fig. IV-44)

Contrairement à ce que l'on observe, par exemple, dans le plan (1,3), les possibilités de glissement dans (2,3) sont très limitées et cela pour les trois alliages. On remarque par ailleurs que les possibilités de glissement de l'alliage Z.D. dans les plans macroscopiques (1,3) et (2,3) ne sont pas très différentes, ce qui préjuge d'un bon comportement en expansion de cet alliage; ces possibilités sont, par contre, très différentes pour les deux autres dont les déformations sont donc beaucoup plus alliages, anisotropes.

#### 2) Glissement pyramidal de deuxième espèce.

Dans le plan (1,2) (fig. IV-45)

C'est l'alliage Z.D. qui, avant déformation, présente l'aptitude la plus élevée au glissement pyramidal de 2e espèce. Cette aptitude diminue cependant au cours de la déformation, au contraire de ce que l'on observe en particulier pour l'alliage Z.A. dont l'aptitude au glissement reste élevée, même après une déformation importante. Le classement des alliages dans l'ordre des aptitudes croissantes au glissement est avant déformation Z.E., Z.A., Z.D. et après déformation Z.D., Z.E., Z.A.

Dans le plan (1,3) (fig. IV-46)

L'aptitude au glissement augmente dans l'ordre Z.D., Z.E., Z.A. et les alliages se différencient d'autant plus que la déformation est importante.

Dans le plan (2,3) (fig. IV-47)

C'est dans ce plan que sont localisés les systèmes de glissement actifs lors du pliage maillet. D'importantes possibilités de déformation existent dans ce plan pour les trois alliages; ce sont celles de l'alliage Z.D. qui sont les plus importantes avant déformation; par contre après déformation le glissement est nettement plus facile dans Z.A.

Avant déformation, l'aptitude au glissement des alliages augmente dans l'ordre Z.E., Z.A., Z.D. L'ordre est inversé après déformation et l'on a Z.D., Z.E., Z.A. <u>Les possibilités de Z.D.,</u> <u>importantes au départ, s'épuisent rapidement en cours de défor-</u> mation, à l'inverse de ce que l'on observe pour Z.A.

3) Maclage

Dans le plan (1,2) (fig. IV-48)

Les possibilités de maclage dans le plan (1,2) sont limitées, comparées à celles de glissement, et elles ne se renforcent en aucune manière lors de la déformation. Du point de vue maclage dans le plan (1,2), les alliages Z.A. et Z.E. ont des possibilités voisines différentes de celles de Z.D.

Dans le plan (1,3) (fig. IV.49.)

Les possibilités de maclage sont faibles en particulier pour les alliages Z.A. et Z.E.; celles de l'alliage Z.D., un peu plus importantes à l'état initial diminuent fortement dans l'échantillon déformé. Dans le plan (2,3) (fig. IV.50.)

Encore une fois, Z.A. et Z.E. ont des comportements semblables, différents de celui de Z.D. Les possibilités initiales de maclage sont plus importantes que dans les autres plans mais sont réduites après déformation.

### D.3.b.3. <u>Modification des systèmes glissement-maclage dans les plans de</u> cisaillement maximum au cours de la déformation (alliage Z.O.)

1) glissement basal (fig. IV.51 à IV.53.).

Les possibilités initiales de glissement ne se modifient pas au cours de la déformation, et cela jusqu'à rupture. Elles sont surtout importantes dans le plan (1,2) et sont différentes de celles de Z.A. et Z.D.

Les possibilités de glissement dans (2,3) sont plus importantes que pour Z.A., Z.E. et Z.D. et se rapprochent des possibilités offertes dans (1,3). Ces possibilités ne sont pas modifiées, cette fois encore, au cours de la déformation et cela jusqu'à rupture de sorte que l'on peut prévoir pour cet alliage un comportement en expansion satisfaisant, semblable à celui de l'alliage Z.D.

2) glissement pyramidal de deuxième espèce (fig. IV.54 à IV.56)

Dans le plan (1,2), il est tout aussi probable que le glissement basal; important dans (2,3), il est par contre très limité dans (1,3). Ces possibilités ne sont pas modifiées au cours de la déformation, de sorte qu'en ce qui concerne ce type de glissement, les possibilités de l'alliage Z.O. sont voisines de celles de Z.A. et Z.E.

3) maclage (fig. IV.57 à IV.59)

Les conditions de maclage ne sont pas modifées au cours de la déformation; importantes dans le plan (1,2), elles sont et restent pratiquement nulles dans (1,3) et (2,3).

D.4. Conclusions

La représentation tridimensionnelle des textures cristallines a été étendue aux matériaux de structure hexagonale compacte; simultanément, en se fondant sur des travaux antérieurs, on a développé une méthode originale permettant de référencer les systèmes de glissement et de maclage du matériau dans les plans de cisaillement maximum.

Nous avons pu ainsi comparer trois alliages Zn-Cu-Ti dont les indices de pliage maillet sont très différents. Simultanément, on a pu examiner l'influence d'une déformation en traction, sur la texture cristalline d'un alliage de pliabilité intermédiaire. De nos examens, il ressort que :

les alliages de zinc présentent des textures cristallines qui leur sont propres en ce sens que ces dernières sont très peu modifiées, sauf cas particulier, au cours de la déformation; les textures cristallines constituent une réalité pour chaque alliage de zinc dont il faut tenir compte afin de comprendre et de prévoir les déformations de l'alliage; ces textures sont, par ailleurs, toutes caractérisées par une composante le plus souvent intense qui décrit le basculement des prismes hexagonaux depuis la direction normale vers la direction de laminage; ce basculement est variable :  $15^{\circ} \leq \alpha \leq 35^{\circ}$  et les textures associées sont complexes;

outre les textures précédentes, les alliages de zinc présentent de nombreuses autres composantes d'intensités très variables et en particulier d'importants éléments de textures de fibre d'axes parallèles à la direction normale;

le comportement plastique des alliages de zinc dépend fortement de la texture cristalline et/ou des modifications au cours de la déformation; c'est ainsi qu'afin de favoriser le pliage maillet, il convient de disposer d'importantes composantes texturales correspondant à un basculement limité, compris entre 15 et 20° suivant nos examens, des prismes hexagonaux dans la direction de laminage, ce qui confirme les conclusions de l'examen des figures polaires traditionnelles. La fraction de cristaux concernés par cette orientation devra, de plus, être la plus importante possible (alliage très texturé).

l'observation des plans de cisaillement maximum nous apporte, par rapport à l'examen classique de la texture cristalline, des éléments supplémentaires. C'est ainsi, qu'à partir de l'examen des systèmes de glissement et de maclage dans ces plans évolutions au cours de la macroscopiques et de leurs déformation, on peut prévoir l'aptitude qu'a l'alliage à être d'une manière bien déterminée (traction uniaxiale, déformé pliage, expansion, ...). Dans le cas actuel, on a pu ainsi montrer qu'un alliage particulièrement apte à être déformé en expansion présente de mauvaises dispositions à subir un pliage et réciproquement;

un indice de pliage maillet élevé semble être associé à des aspects particuliers de la texture cristalline qui font que le glissement basal dans les plans de cisaillement maximum actifs (2,3) est très limité à l'opposé du glissement pyramidal. D'un point de vue géométrique, c'est donc de l'importance de ce dernier glissement que dépend la plus ou moins grande aptitude au pliage des alliages de zinc.

Comme la texture des alliages de zinc paraît très stable au cours de la déformation à froid, il conviendra donc de maîtriser les conditions expérimentales (coulée, laminage, analyse) susceptibles de conduire à l'obtention de textures adéquates pour un mode de déformation donné tout en étant conscient de ce que la texture idéale peut différer totalement suivant le mode de déformation appliqué à l'alliage. Ce travail a donc permis de mieux définir le rôle capital que joue la texture cristalline dans l'obtention d'une pliabilité très bonne pour l'alliage Zn-Cu-Ti. Plus précisément, l'importance du deuxième espèce, alissement pyramidal de suggérée par les observations qualitatives réalisées en microscopie électronique est confirmée.

## ALLIAGE ZA











Fig. IV-1

## ALLIAGE ZA









<u>2µ</u>



25000 X



25000 X

Fig. IV-2

## ALLIAGE ZA



## ALLIAGE Z B













Fig. IV 4

## ALLIAGE Z B



25000 X



4000 X



6300 X



2500**0** X



16000 X



25000 X



4000 X



16000 X

Fig. 🎞 5

## ALLIAGE Z B



Fig. **I**▼ 6

ALLIAGE ZC









Fig. **IV** 7






6300 X



25000 X



10009 X





10**000 x** 



1000 X



40000 X



1000 X Fig. IV-8

## ALLIAGE ZC



#### ALLIAGE Z D











Fig. IV -10

#### ALLIAGE ZD



#### ALLIAGE ZE













1000 X (0002)

#### ALLIAGE ZE



16000 X



10000 X



16000 X



40000 X



25000 X



25000 X

# ALLIAGE ZE





1350 X (Ech. n° 8) T.B.



3375 X (Ech. n°8) T.B.



1650 X (Ech, n°8) M



4125 X (Ech. n°8) M









3

Fig. **IV** 16

SOLIDIFICATION RAPIDE (6300 X)

# SOLIDIFICATION LENTE















TRÈS BON

400 x



CASSANT

400 x



ALLIAGE ZA (-10°C. 1 cm./min.)



1 µ











Fig. IV - 19











بر 1







μ1



## ALLIAGE Z D (-10°C. 1 cm./min.)



1 µ



1 µ











1μ

Fig\_IV - 21

## ALLIAGE ZD ( 10°C. 1800 cm. /min,)





ų1













بر 1

## ALLIAGE ZA ( 20°C. 1 cm./min.)



1µ



<u>1μ</u>





1µ



1 µ

## ALLIAGE Z A ( 20°C. 1800 cm./min,)



1 µ



1 µ







<u>ار 1</u>

Fig. IV-24





<u>ال</u>1



ų1









## ALLIAGE ZD (20°C; 1800 cm./min.)



1μ



1μ





1µ







1μ



Projection de la maille orthorhombique associée sur le plan (0001) de la maille hexagonale.

Fig. IV 27



Définition des angles d'Euler orientant le repère cristallite par rapport au repère échantillon.



Relation entre la figure de pôle directe et sa représentation tridimensionnelle.



Alliages de zinc - sections principales dans la représentation tridimensionnelle :  $A = \text{coupe } \emptyset = 0^{\circ}$  $B = \text{coupe } \emptyset = 10,9^{\circ}$  $C = \text{coupe } \emptyset = 30^{\circ}$  $D = \text{coupe } \emptyset = 49,1^{\circ}$ .



 $\Phi^{o} = 10.9$ 

\_ *B* \_\_





D

 $\Phi^{o}=49.1$ 



Nuance ZA - Etat initial laminé



Nuance ZA - Etat déformé en traction.



Nuance ZE - Etat initial laminé

Fig. 🎞 33



Nuance ZE - Etat déformé en traction



Nuance 1D - Etat initial laminé.



Nuance ZD- Etat déformé en traction.



Nuance ZO: Echantillon non déformé.

Fig. IV 37



Nuance ZO - Echantillon déformé de 10% en traction

Fig. IV 38



Nuance ZÓ - Echantillon déformé de 25% en traction

Fig.IX 39



NUANCE ZO - Echantillon rompu en traction.







plan (1.3)

plan (1.2)

DL





Plans de cisaillement maximum.


Plan de cisaillement maximum (1,2) distribution de la fonction  $F(\mathfrak{P})$  correspondant au glissement basal.



Plan de cisaillement maximum (1,3) - distribution de la fonction F(g) correspondant au glissement basal.



Plan de cisaillement maximum (2,3) - distribution de la fonction F(g) correspondant au glissement basal.



Plan de cisaillement maximum (1,2) - distribution de la fonction F(g) correspondant au glissement pyramidal.



Plan de cisaillement maximum (1,3) - distribution de la fonction F(g) correspondant au glissement pyramidal.

Fig, **IV** - 4-6



- Plan de cisaillement maximum (2,3) - distribution de la fonction F(g) correspondant au glissement pyramidal.



- Plan de cisaillement maximum (1,2) ; distribution de la fonction F(g) correspondant au maclage.



- Plan de cisaillement maximum (1,3) ; distribution de la fonction F(g) correspondant au maclage.



- Plan de cisaillement maximum (2,3) ; distribution de la fonction F(g) correspondant au maclage .



 Plan de cisaillement maximum (1,2) et glissement basal ; modifications de la fonction F(g) au cours de la déformation.



mation.



 Plan de cisaillement maximum (2,3) et glissement basal ; modifications de la fonction F(g)au cours de la déformation.



- Plan de cisaillement maximum (1,2) et glissement pyramidal ; modifications de la fonction F(g) au cours de la déformation.

Fig.1⊻ 54



 Plan de cisaillement maximum (1,3) et glissement pyramidal ; modifications de la fonction F(g) au cours de la déformation.









- Plan de cisaillement maximum (1,3) et maclage ; modifications de la fonction F(g) au cours de la déformation.

Fig. IX 58



- Plan de cisaillement maximum (2,3) et maclage ; modifications de la fonction F(g) au cours de la déformation.

# V. ETUDE EXPERIMENTALE DE L'AMELIORATION DE LA PLIABILITE DES ALLIAGES ZINC - 0,2 % CUIVRE - 0,1 % TITANE

### A. PRELIMINAIRES

Les travaux présentés et résumés au chapitre précédent ont permis de mettre en évidence et de discuter les points suivants :

- a) l'aptitude au pliage maillet peut-être considérée comme un problème de température de transition entre la rupture ductile et la rupture fragile. Les machines de traction à vitesse de déformation élevée permettent une approche de ce problème : on peut étudier l'évolution de l'allongement à la rupture en fonction de la température T de l'essai et de la vitesse de déformation. L'aptitude au pliage maillet à basse température est d'autant meilleure que la sensibilité de l'allongement à la rupture vis-à-vis de la température et la vitesse de déformation est faible.
- b) Dans ce cadre, la théorie d'Armstrong présente l'avantage de pouvoir mettre clairement en évidence les paramètres structuraux influençant la température critique de transition T<sub>c</sub> d'un polycristal de structure hexagonale compacte et, par conséquent, l'aptitude au pliage maillet du zinc. Ces paramètres ont été analysés au chapitre précédent.

Pour aborder l'étude de ce problème, nous avons choisi deux voies :

- a) l'étude des mécanismes qui régissent l'aptitude au pliage des alliages de zinc. Dans ce but, les techniques d'analyse des textures tridimensionnelles et d'analyse des microstructures en microscopie électronique seront utilisées;
- b) la simulation du laminage industriel sur un train de laboratoire et la réalisation d'essais à caractère pragmatique visant à obtenir des indices de pliage différents. Il est en effet apparu assez clairement que la structure obtenue après le laminage expérimental ne correspond généralement pas à la structure observée après un laminage industriel. (Wégria et al., 1979c). Le problème s'est donc posé de réaliser un laminage expérimental. Ces laminages de laboratoire fournissent par ailleurs des échantillons permettant l'approche plus fondamentale du problème.

Les voies d'approche suivies suggèrent que parmi l'ensemble des facteurs dégagés du modèle d'Armstrong, nous porterons notre attention essentiellement sur la texture de l'alliage et le glissement à l'intérieur des grains. Ces deux paramètres n'ont pas été choisis par hasard; il est en effet évident, d'une part, que la texture cristalline influence d'une manière plus ou moins directe l'ensemble des autres facteurs. D'autre part, il est, à priori, évident que les interactions entre dislocations au cours de la déformation doivent influencer de manière très nette l'aptitude au pliage.

# B. <u>MISE AU POINT DES CONDITIONS DE SIMULATION DU LAMINAGE</u> INDUSTRIEL

L'étude en laboratoire de l'aptitude au pliage à basse température nécessite l'utilisation d'un engin de laminage susceptible de simuler les conditions industrielles de fabrication. L'idée de base de cette simulation du laminage industriel sur un train de laboratoire repose sur l'étude du paramètre de Zener-Hollomon Z qui fait intervenir la vitesse de déformation (et donc la vitesse de laminage et le taux de réduction) et la température selon la relation :

 $Z = \mathcal{E} \exp \frac{Q}{RT}$ 

(V-1)

avec, dans le cas du laminage :

$$\dot{\epsilon} = v \cdot \sqrt{\frac{2}{D(h_0 - h_1)}} \ln \frac{h_0}{h_1}}$$
 (V-2)

où : Q = énergie d'activation

R = constante des gaz parfaits

T = température exprimée en Kelvins

v = vitesse de laminage

D = diamètre des cylindres

 $h_0$  et  $h_1$  = respectivement l'épaisseur initiale et l'épaisseur finale de la réduction étudiée.

Deux types de laminage peuvent être considérés comme équivalents du point de vue métallurgique lorsque les Z correspondants sont égaux. Ce principe permet donc de transposer dans la pratique industrielle les conditions expérimentales, déterminées en laboratoire, qui améliorent l'aptitude au pliage de l'alliage.

Pour réaliser en laboratoire l'étude expérimentale des conditions de laminage, nous avons utilisé un laminoir instrumenté dont les caractéristiques sont les suivantes :

cage quarto ,

- diamètre des cylindres de travail : 120 mm,

vitesse de laminage : 30 m/min,

 application possible d'une traction et d'une contre-traction pour obtenir une bande plane.

Avant d'entamer une série d'essais, il convenait de s'assurer tout d'abord que l'on pourrait faire varier les températures de laminage dans la gamme souhaitée. Les essais préliminaires ont montré qu'il en était bien ainsi, du moins dans certaines limites. En fait, on peut faire varier la température de sortie du laminé en fonction de la température des cylindres et de la température d'entrée de l'échantillon. La figure V-1 résume les résultats de ces essais préliminaires.

### C. ESSAIS DE LAMINAGE

Dans un premier stade, les essais ont porté sur des laminages de laboratoire et sur l'examen de l'influence d'une modification des conditions de laminage sur l'aptitude au pliage maillet de l'alliage Zn-Cu-Ti.

# C.1 <u>Première série d'essais : modification de la température de</u> laminage

Dans cette première série d'essais, on a procédé au laminage de bobineaux dégrossis jusqu'à l'épaisseur de 1,6 mm sur un train industriel. Les conditions des laminages de laboratoire réalisés ont été les suivantes :

- réduction : 1,6 mm 0,8 mm,
- largeur de la bande : 120 mm,
- températures d'entrée : ambiante, 90°, 120° et 150°C,
- températures de sortie : aussi voisines que possible des températures d'entrée. (Le laminage a donc été réalisé à vitesse lente).

En outre, chaque bande laminée a été examinée dans deux conditions. La première, à l'état brut de laminage : l'alliage s'est refroidi, naturellement, de la température de fin de laminage, jusqu'à la température ambiante. La seconde condition correspond à un traitement thermique. Chaque bande a subi, après laminage, un cycle de refroidissement, en 24 heures, à partir de la température de sortie du laminoir pour simuler le recuit bobine qui est inévitable dans le cas de la production industrielle que nous étudions.

Les résultats des essais de pliage maillet sont repris au tableau V-1 ci-après.

п°	Températur	e de laminage	Traitements		Pliage	maille	t
	Τ <sub>E</sub>	T <sub>S</sub>	thermiques	15°C	10°C	7°C	3°C
1	150	130	brut	ТВ	ТВ	В	AB
2	150	130	R 130	В	в	в	ТМ
3	120	90	brut	ТВ	TB	В	AB
4	120	120	R 120	В	В	AB	с
5	120	90	R 90	тв	ТВ	AB	ТМ
6	90	80	brut	тв	тв	ТВ	AB/M
7	90	80	R 90	ТВ	М	м	С
8	90	80	R 80	В	М	ТМ	с
9	laminage à froid		brut	ТВ	AB	М	С

Ce tableau permet de faire les commentaires suivants :

- l'indice de pliage est d'autant meilleur que la température de laminage est basse, en excluant toutefois le laminage à la température ambiante;
- l'indice de pliage est, dans chaque cas, détérioré par le traitement de simulation du recuit bobine. (La teneur en cuivre des alliages étudiés ne correspond pas à une sursaturation).

Bien entendu, et ainsi que nous l'avons déjà signalé, si l'on veut travailler de manière analogue sur les deux trains - laboratoire et industriel - il faut se placer dans des conditions telles que les paramètres de Zener-Hollomon soient identiques ou du moins très voisins, pour les deux laminoirs. Sur la base des données caractéristiques des deux trains de laminoir, on peut calculer les valeurs du paramètre de Zener-Hollomon reprises au tableau V-2 (réduction : 1,6 mm - 0,8 mm).

n expérimental	Train industriel
1.10	6,8 10 <sup>13</sup>
3,9.10 <sup>13</sup>	2,5 10 <sup>14</sup>
7,9.10 <sup>13</sup>	5 10 <sup>14</sup>
8,1.10 <sup>14</sup>	5 10 <sup>15</sup>
1,9.10 <sup>15</sup>	1,2 10 <sup>16</sup>
5,9.10 <sup>17</sup>	3,7 10 <sup>18</sup>
	1.10 <sup>13</sup> 3,9.10 <sup>13</sup> 7,9.10 <sup>13</sup> 8,1.10 <sup>14</sup> 1,9.10 <sup>15</sup> 5,9.10 <sup>17</sup>

#### TABLEAU V-2

Il apparaît donc que, du point de vue métallurgique, un laminage à 90°C sur le train expérimental est comparable à un laminage à 120°C sur le train industriel (réduction de 50 %). De la même manière, un laminage à 120°C sur le train expérimental correspond à une température de 150°C sur le train industriel (toujours pour une réduction de 50 % en dernière passe).

Ces premiers résultats nous montrent que, toutes autres choses étant constantes, la température de laminage de dernière passe industrielle doit être relativement basse; le cas de l'échantillon n° 6 (laminé au laboratoire à  $90^{\circ}$ C – cfr tableau V-1) permet de fixer la limite supérieure à environ 110° C (interpollation dans le tableau V-2).

Le but essentiel de cette première partie du travail était la détermination des conditions de similitude pour le la-Du point de vue pratique de l'amélioration de l'aptitude minage. au pliage maillet, les résultats montrent que l'objectif a été, dans une certaine mesure, atteint lors de cette série de laminages. Les alliages ont été soumis aux essais de traction avec une machine M.T.S. dont les résultats sont repris au tableau V-3Ils confirment bien les résultats de pliage maillet où ci-après. observe, dans certains cas, une diminution de l'on la Néanmoins, les graphiques résumant ces température critique. résultats (fig V-2 à V-10) suggèrent que la sensibilité à la

Repères	Laminages	Vit. tract.	T = - 10°C	T = 0°C	T = + 10°C	$T = + 20^{\circ}C$
1	T F 150°C	1	26	37	22	53
•	T S 130°C	100	11	16	22	34
	hrut	1000	8	16	25	28
	Dide	1800	6	13	28	30
2	T.E. 150°C	1	23	26	29	32
	T.S. 130°C	100	17	22	23	28
	R 130°C	1000	7	17	25	29
		1800	4	12	27	30
3	T.E. 120°C	1	26	38	43	59
	T.S. 90°C	100	15	23	30	37
	brut	1000	10	15	28	31
		1800	6	17	27	27
4	T.E. 120°C	1	31	34	43	49 <b>(</b> ]
	R 120°C	100	16	27	36	39
		1000	11	19	26	28
		1800	10	27	30	31
5	T.E. 120°C	1	30	36	37	43
	R 90°C	100	17	23	37	37
		1000	10	26	31	32
		1800	10	27	30	31
6	T.E. 90°C	1	47	49	56	62
	brut	100	25	35	35	37
		1000	22	31	31	31
		1800	19	29	31	32
7	T.E. 90°C	1	37	47	56	59
	R 90°C	100	31	37	42	42
		1000	13	35	35	36
		1800	11	35	37	37
8	T.E. 90°C	1	39	40	41	47
	R 80°C	100	19	34	38	42
		1000	12	21	34	37
		1800	10	23	35	36
9	T.Amb	1	38	55	58	60
		100	29	31	37	40
		1000	22	32	36	40
		<b>1800</b> ·	30	33	35	35

# TABLEAU V-3 - Tractions MTS; allongements à la rupture (%)

vitesse de déformation est encore trop importante dans le domaine des basses températures; une amélioration reste donc vraisemblablement possible. Par ailleurs, on notera que pour certains échantillons, on observe parfois, si on considère les allongements à rupture obtenus pour différentes vitesses de déformation à une même température, une augmentation de l'allongement simultanément à un accroissement de la vitesse de déformation, ce qui est un résultat inattendu, bien qu'observé antérieurement (Piccinin et al, 1976). Il s'explique néanmoins par un effet de la texture d'orientation et de l'évolution de ses diverses composantes au cours de la déformation.

En résumé, cette première série d'essais a donné lieu à des résultats intéressants, puisqu'elle a permis :

- de mettre au point un laminage de laboratoire simulé;
- de vérifier que l'on pouvait retrouver au stade du laboratoire des caractéristiques tout à fait analogues à celles d'un alliage produit industriellement;
- de diminuer, dans une certaine mesure, la température de transition.

# C.2 <u>Deuxième série d'essais : Modification de la température de</u> laminage et du taux de réduction

Dans cette série d'essais, on a fait varier le taux de réduction et la température de dernière passe dans l'espoir de dégager l'influence de chacun de ces paramètres. Dans cette optique, le laminoir industriel a fourni une bande de l'alliage Zn-Cu-Ti dégrossie et finie à la deuxième passe, à des épaisseurs variables, selon les séquences de laminage suivantes : 9 mm - 3,7 mm - 2 mm
 9 mm - 2,9 mm - 1,6 mm
 9 mm - 2,9 mm - 1,35 mm.

En termes de taux de réduction par passe, les trois ébauches ont donc été obtenues dans les conditions suivantes :

 1)
 59 % - 46 %

 2)
 68 % - 45 %

 3)
 68 % - 53 %

Chacune de ces ébauches a été laminée en une passe jusqu'à l'épaisseur de 0,8 mm sur le train du laboratoire. On a donc obtenu les taux de réduction de troisième passe suivants :

1)	60	9
2)	50	8
3)	41	g

Chacun de ces trois taux de réduction a été réalisé aux températures suivantes :

- 1) température ambiante
- 2) 90°C
- 3) 120°C
- 4) 150°C.

Les températures demandées ont été réalisées de manière quasi-parfaite, puisque le plus gros écart enregistré concerne le laminage à température ambiante pour lequel la température de sortie était de 40° C. En outre, afin de simuler le recuit bobine inéluctable dans le cas d'une production industrielle, on a réalisé pour l'ensemble des laminages le traitement thermique suivant : recuit de 3 heures à la température de fin de laminage suivi d'un refroidissement en 24 heures depuis cette température jusqu'à la température ambiante.

Les résultats des essais de pliage sont repris aux tableaux V-4 et V-5 ci-après. L'indice de pliabilité moyen a été calculé en donnant les valeurs suivantes aux différents indices :

1 = T.B 2 = B 3 = A.B 4 = M 5 = C.

Les prélèvements ont été réalisés à trois endroits des bobineaux laminés, endroits qui sont différentiés par les repères A, B et C, correspondant, respectivement, à un prélèvement effectué à l'intérieur, au milieu et à l'extérieur du bobineau.

TABLEAU V-4 - Pliabilité à l'état brut de laminage

Repères	Temp. de laminage (°C)	T = 15°	T = 12°	T = 8°C	T = 5°C
1 A	amb.	TB TB	B B	AB M	M M
B		TB TB (1)	TB TB (1,5)	AB M (3,5)	M M (4)
C		TB TB	TB B	M AB	M M
2 A	90°	TB TB	B TB	BB	AB AB
B		TB TB (1,2)	TB TB (1,5)	BB (2,5)	M M (3,3)
C		TB B	TB B	MM	M M

Rep	)ères	Temp. de laminage (°C)		T = 15°			T = 12°		T = 8°C	1	- = 5°C	
3	A B C	120°	TB TB TB TB TB TB	(1)	B B B	B TB B	(1,8)	B TB B TB AB B	(1,8)	M C M AB C C	(4,3)	
4	A B C	150°	TB TB TB TB TB B	(1,2)	B B AB	TB TB B	(1,8)	B B B B B M	(2,3)	AB M AB M C C	(4)	
5	A B C	amb	ТВ ТВ ТВ ТВ ТВ ТВ	(1)	TB TB TB	TB TB B	(1,2)	TBB TBB TBB	(1,5)	ABAB ABB MC	(3,3)	
6	A B C	90°	ТВ ТВ ТВ ТВ ТВ ТВ	(1)	TB TB B	B TB B	(1,5)	B TB TB TB B B	(1,5)	TBB TBTB BB	(1,5)	
7	A B C	120°	TB TB TB TB TB TB	(1)	TB TB B	TB TB TB	(1,2)	B B B B B TB	(1,8)	AB AB AB AB M AB	(3,2)	
8	A B C	150°	TB TB TB TB TB TB	(1)	TB TB TB	TB TB TB	(1)	B B B B B B	(2)	B B M AB M B	(2,8)	
9	A B C	amb	TB TB TB TB TB TB	(1)	B TB TB	TB TB TB	(1,2)	TB TB TB TB TB TB	(1)	B B B B TB TB	(1,6)	
10	A B C	90°	TB TB TB TB TB TB	(1)	TB TB TB	TB TB TB	(1)	TB B B TB TB TB	(1,3)	B TB TB B TB B	(1,5)	
11	A B C	120°	ТВ ТВ ТВ ТВ ТВ ТВ	(1)	TB B TB	TB TB TB	(1,2)	TB TB TB TB AB B	(1,5)	м м м м В м	(3,6)	
12	A B C	150°	TB TB TB TB TB TB	(1)	TB TB TB	TB TB TB	(1)	TBB BB BB	(1,8)	ABAB BB ABM	(2,8)	

A : intérieur bobineau (début)

B : milieu bobineau

C : extérieur bobineau (fin)

Repères 1 à 4 : réduction de 41 % en dernière passe.
Repères 5 à 8 : réduction de 50 % en dernière passe.
Repères 9 à 12 : réduction de 60 % en dernière passe.

# TABLEAU V-5 : Essais de pliage à 2°C et 0°C

# Etat brut de laminage

Repères	Pliabilité à 2° C	Pliabilité à 0° C
6 A	В ТВ	C TB
B	ТВ ТВ (1,5)	B B (3,2)
C	В В	C M
9 A	B B	AB C
B	B AB (2,5)	M C (4,5)
C	AB AB	C C
10 A	B B	C C
B	B B (2)	M AB (3,8)
C	B B	M B

Le résultat essentiel de cette série d'essais est que l'on a pu obtenir un pliage d'indice 1,5 à une température de 2° C. La première série d'essais avait permis d'obtenir un bon résultat à 7° C, quatre bons résultats à 10° C et sept bons résultats à 15° C. L'amélioration est donc sensible : on a pu abaisser la température de transition de plusieurs degrés en modifiant les conditions de laminage de dernière passe.

Pour permettre une comparaison plus aisée des résultats obtenus jusqu'à présent, nous avons mis ces résultats sous forme de graphiques donnant la variation de l'indice moyen de pliabilité en fonction de la température d'essai. La figure V-11 reprend les résultats pour l'état brut de laminage des essais de la première série.

Les figures V-12 à V-14 sont relatives aux essais de la deuxième série.

Indépendamment de la constatation que l'on a pu produire, au stade du laboratoire, une qualité au moins équivalente, et très nettement supérieure dans quelques cas, à celle produite industriellement en utilisant les conditions classiques de laminage, ces résultats permettent de tirer, d'une manière générale, plusieurs conclusions très importantes.

Tout d'abord, ces résultats confirment la tendance qui se dégage d'un examen statistique de la qualité produite industriellement et qui avait montré que de légères modifications des taux de réduction par passe peuvent conduire à des variations notables de la pliabilité à 15° C, comme le rappelle le tableau ci-dessous.

#### TABLEAU V-6

	Taux de réduction par passe (%)							
	Pliabilités 15°: AB	Pliabilités Pliabilité 15° : AB 15° : B						
1ère passe	71	62	58					
2ème passe	60	53	55					
3ème passe	43	50	53					

Ces résultats sont conformes à l'hypothèse de l'importance de "certaines caractéristiques microstructurales" sur l'aptitude au pliage maillet et montrent que, d'un point de vue pratique, les taux de réduction de chaque passe doivent être du même ordre de grandeur.

Les figures de pôles obtenues par voie classique montrent alors que non seulement l'angle d'inclinaison des plans de base sur le plan de laminage mais aussi l'acuité de la texture sur toute l'épaisseur de l'échantillon (bien mise en évidence par la texture à coeur) jouent un rôle important pour l'aptitude au pliage maillet (fig V-15 et V-16). Ceci confirme la nécessité d'une texture bien marquée, comme l'avaient montré les premières textures tridimensionnelles.

Les essais de traction à diverses vitesses de déformation confirment les tendances que les essais antérieurs avaient permis de mettre en évidence : la sensibilité à la vitesse de traction de l'allongement à la rupture en fonction de la température permet effectivement de suivre l'aptitude au pliage maillet, pour autant que la vitesse de traction soit suffisamment élevée. Tant que la pliabilité est TB, la sensibilité à la vitesse de déformation est faible, voire nulle. La figure V-17 qui résume ce résultat, suggère que la température de bobinage en fin de laminage doit être aussi basse que possible si on ne veut pas détériorer l'aptitude au pliage maillet de l'alliage.

## C.3 Discussion des résultats des essais

D'un point de vue pratique, le de paramètre Zener-Hollomon, évoqué précédemment, offre une approche intéressante puisqu'il permet de définir les conditions de laminage industriel optimales à partir d'essais de laboratoire. Avant de discuter ce point, calculons ce paramètre Z pour les essais de la deuxième série; les formules V-1 et V-2, ou v = 30 m/min et D = 120 mm conduisent aux valeurs du tableau ci-dessous.

## TABLEAU V-7

Réductions et températures	ê (s <sup>-1</sup> )	Z(% s <sup>-1</sup> )	Pliabilité à 5° C
2 mm - 0,8 mm amb	54	8,8 $10^{19}$	1,6
90°	54	5,1 $10^{16}$	1,5
120°	54	3,5 $10^{15}$	3,6
150°	54	3,8 $10^{14}$	2,8

Réductions et temp	ératures	È	Z(% s <sup>-1</sup> )	Pliabilité
		(s <sup>-1</sup> )		à 5° C
1,6 mm - 0,8 mm	amb	50	8,1 10 <sup>19</sup>	3,5
	90°	50	4,6 10 <sup>16</sup>	1,5
	120°	50	3,1 10 <sup>15</sup>	3,2
s.	150°	50	3,4 10 <sup>14</sup>	2,8
1,35 mm - 0,8 mm	amb	45	7,2 10 <sup>19</sup>	4
	90°	45	4,1 10 <sup>16</sup>	3,3
	120°	45 ·	3,1 10 <sup>15</sup>	4,3
	150°	45	3 10 <sup>14</sup>	4

On notera par ailleurs que pour les conditions habituelles de la minage industriel, le paramètre Z de la troisième passe vaut  $3.10^{15}$ . Si l'on tient compte des valeurs des différents facteurs entrant dans le calcul de Z, et le rôle important de la température, la comparaison de cette valeur avec celles reprises dans le tableau V-7 montre qu'il sera nécessaire de diminuer la température de la dernière passe du laminage industriel.

Afin d'analyser la relation entre le paramètre Z et l'aptitude au pliage maillet, relation qui n'apparaît pas nettement si l'on considère simplement les valeurs numériques, nous avons tracé le diagramme donnant la température à partir de laquelle l'indice de pliabilité est supérieur à 2 en fonction de ln Z. Cette valeur limite de 2 n'a pas été choisie arbitrairement; elle correspond à une qualité B qui est la limite de ce qui peut être toléré en pratique. Ce diagramme est repris à la figure V-18. Il met très clairement en évidence l'existence d'un minimum très net pour les valeurs de ln Z comprises entre 35 et 40. Ce minimum, qui correspond à une diminution nette de la température de transition, est plus marqué pour les taux de réduction plus importants et se déplace légèrement vers les Z croissants si on augmente le taux de réduction. L'existence de ce minimum est évidemment très importante pour fixer les conditions du laminage industriel; il conviendra donc, tout d'abord, de le confirmer par quelques essais complémentaires. Ensuite, il conviendra de réaliser une étude structurale afin de dégager le mécanisme responsable de son existence. Il s'agit en effet, à notre connaissance, d'un phénomène entièrement nouveau. Quelques courbes donnant la variation d'une caractéristique mécanique en fonction de ln Z ont été publiées par Mc Queen et Jonas (1975); aucun de ces diagrammes ne montre un minimum de ce type. Sur la base des courbes de la figure V-18, ce phénomène semble être lié à une augmentation subite et limitée de la déformabilité de l'alliage.

#### C.4. Essais de laminage complémentaires

Sur la base des résultats obtenus dans les essais antérieurs, deux séries d'essais s'avéraient intéressantes :

- a) réalisation des taux de réduction de 40 %, 50 % et 60 %, aux températures de 50°C et 75°C. Ces essais, réalisés sur un laminoir de laboratoire, ont permis d'étudier l'aptitude au pliage d'échantillons laminés dans des conditions correspondant à des valeurs de Z comprises entre 10<sup>16</sup> et 10<sup>19</sup> :
- b) préparer, sur un laminoir industriel, des ébauches permettant de réaliser, en laboratoire, des réductions de dernière passe de 30 % et 70 % qui conduisent à une épaisseur finale de 0,8 mm, afin de préciser la relation entre pliabilité et paramètre de Zener-Hollomon. Les possibilités de laminage de laboratoire n'ont toutefois permis que la réalisation de la passe de finition de 30 %.

L'ensemble des essais réalisés devrait nous permettre de définir les conditions d'un essai industriel.

En outre, il convient d'effectuer une analyse structurale : texture tridimensionnelle et microstructure. II est en effet clair, qu'en principe, la transposition des résultats de laboratoire à la pratique industrielle ne devrait pas, grâce au paramètre Z, poser des problèmes insurmontables. Néanmoins, il convient de noter que pour faire varier Z, deux paramètres de laminage peuvent être modifiés "à laminoir constant" : le taux de réduction par passe et la température de laminage. Pour choisir mieux. avec minimum d'essais. les au et le éventuelles modifications à apporter à ces deux paramètres, il convient de s'appuyer sur des examens structuraux. En effet, il ne faut pas perdre de vue que le glissement des dislocations à l'intérieur des grains est un phénomène déterminant, qui apparaît d'ailleurs directement dans la théorie d'Armstrong du comportement ductile-fragile à la traction des matériaux de structure hexagonale compacte. Des travaux antérieurs sur d'autres alliages de zinc nous ont en effet montré que la distribution des dislocations qui est liée, notamment, aux deux facteurs qui d'être évoqués, influence leur viennent peut déplacement ultérieur et/ou le mouvement des dislocations créées lors de la déformation.

## C.4.a. Troisième série d'essais

A la suite de ce qui vient d'être dit, les résultats des deux premières séries d'essais ont été complétés par des essais de pliage réalisés sur des échantillons obtenus par laminage à  $50^{\circ}$  et 75°C avec des taux de réduction de 41 %, 50 % et 60 % en dernière passe. L'ensemble des résultats est repris au tableau V-8 ; la figure V-19 reprend ces résultats sous forme de diagramme.

Conditions du laminage de laboratoire - Dernière passe de finition				Z		ln Z	Température à partir de laquelle
h. (mm)	Réduct. %	Temp. °C	(s')				I.P. ) 2 (°C)
0,8	60	Amb 50° 75° 90° 120° 150°	54 54 54 54 54 54	8,8 3,5 2,1 5,1 3,5 3,8	10 10 10 17 10 16 10 15 10 14	45,92 42,70 39,89 38,47 35,79 33,57	3,5 6 8 2 7,3 7,5
0,8	50	Amb 50° 75° 90° 120°	50 50 50 50 50 50	8,1 3,2 2 4,6 3,1	10 10 10 10 17 10 16 10 15 10 14	45,84 42,61 39,84 38,37 35,67	7 9 8 1,5 7,5
0,8	41	150° Amb 50° 75° 90° 120° 150°	50 45 45 45 45 45 45	3,4 7,2 2,9 1,8 4,1 3,1 3	10 1018 1017 1016 1015 1015 1014 10	33,46 45,72 42,51 39,73 38,25 35,67 33,33	8 11 12 13 10 7,7 11
	ns du lamina re passe de (mm) 0,8 0,8 0,8	hs du laminage de laborat re passe de finition h Réduct. % 0,8 60 0,8 50 0,8 41	hr       Réduct.       Temp.         (mm)       %       °C         0,8       60       Amb         0,8       60       Amb         0,8       50°       75°         0,8       50       Amb         0,8       50       120°         0,8       50       Amb         0,8       50       120°         120°       150°       150°         0,8       41       Amb         50°       75°       90°         120°       150°       150°         0,8       41       Amb         50°       75°       90°         120°       150°       150°	hs du laminage de laboratoire $\dot{\xi}$ h f(mm)       Réduct.       Temp.         0,8       60       Amb       54         0,8       60       Amb       54         90°       54       50°       54         120°       54       120°       54         0,8       50       Amb       50         0,8       50       50°       50         120°       50       50       50         0,8       41       Amb       45         50°       45       50°       45         120°       50       45       45         90°       45       120°       45         120°       45       150°       45         150°       45       150°       45	hs du laminage de laboratoire re passe de finition $\xi$ $(s^{-1})$ Zh (mm)Réduct. %Temp. °C $(s^{-1})$ Z0,860Amb 50°548,80,860Amb 50°543,575°542,190°545,1120°543,5150°543,80,850Amb 50°500,850Amb 50°500,850Amb 50°500,850Amb 50°500,841Amb 50°500,841Amb 50°450,841Amb 50°45120°453,1150°453,1150°453,1150°453,1150°453,1	ns du laminage de laboratoire re passe de finition $\dot{\xi}$ (s <sup>-1</sup> )Zh (mm)Réduct. %Temp. °C(s <sup>-1</sup> )Z0,860Amb 50°54 54 3,58,8 1017 1017 75°54 54 3,51017 1016 1017 1016 54 3,51017 1017 1016 1016 54 3,51017 1017 1016 1016 54 3,51017 1017 1016 1016 54 3,51017 1017 1016 1016 54 3,51017 1017 1016 1016 54 3,51017 1017 1016 1016 54 3,21017 1017 1016 1016 50 50 3,21017 1018 1017 1018 3,21017 1018 1017 1018 3,21017 1018 1017 1018 3,11019 1018 1017 1018 1016 1016 100° 100°100° 100° 100° 100°100° 100° 100°100° 100° 100°100° 100° 100°100° 100° 100°100° 100°0,841Amb 50° 10° 10°50° 10° 10° 10°7,2° 10° 10°10° 10°0,841Amb 50° 10° 10° 10°45 10° 10°10° 10° 10°10° 10°0,841Amb 50° 10° 10° 10°45 10° 10°10° 10° 10°10° 10°	hs du laminage de laboratoire re passe de finition $\dot{\xi}$ (mm)ZIn Zh (mm)Réduct. %Temp. °C(s^-1)ZIn Z0,860Amb 50°548,81019 3,542,70 3,50,860Amb 50°543,51017 39,89 3543,51016 36,47 35,71036,47 35,790,850Amb 50°543,51016 36,4736,47 35,790,850Amb 50°543,81014 33,570,850Amb 50°508,11019 18 42,6142,61 36,370,850Amb 50°503,21016 36,370,850Amb 50°503,11015 35,670,841Amb 50°457,21018 140,841Amb 50°457,21018 180,841Amb 50°457,21018 180,841Amb 50°451,81016 38,250,841Amb 50°453,11016 38,250,841Amb 50°453,11016 38,250,841Amb 50°453,11016 38,250,841Amb 50°453,11016 38,250,841Amb 50°453,11016 38,250,841Amb 50°453,11016 38

# Tableau V-8

Ces résultats montrent que les premières conclusions n'ont pas été modifiées : la température de transition atteint, généralement, une valeur minimale pour des valeurs de ln Z voisines de 38. Il conviendra, dès lors, de définir les conditions industrielles permettant d'obtenir les valeurs adéquates du paramètre de Zener-Hollomon.

### C.4.b. Quatrième série d'essais

Comme on l'a déjà signalé, le programme de cette série d'essais prévoyait le laminage de finition d'une ébauche obtenue sur un train industriel, en réalisant deux réductions : 30 % et 70 %. Les possibilités du train expérimental n'ont permis que la réalisation de la passe de 30 % aux diverses températures prévues : ambiante, 50, 90 et 120°C. Bien que sur la base des résultats antérieurs, on ne pouvait prévoir une amélioration marquée de la pliabilité, on a évalué la pliabilité des échantillons fournis par cette série d'essais. Le tableau V-9 rassemble ces résultats.
Tabl	eau	V-9

Température de laminage	Epaisseur finale	Indice de pliage à			
(°C)	(mm)	15°	12°	90	5°
Ambiante	0,77	1,25	2	3,25	5
	0,81	1,25	2,25	2	4,5
50°	0,79	1,5	1,5	2,25	4,25
	0,76	1,25	1	3	4,25
90°	0,77	1,5	1,75	2,25	2,75
	0,75	1,25	1,5	1,75	3
120°	0,72	1	1,5	1,5	2
	0,70	1,25	1,5	1,75	2

L'appréciation exacte de ces résultats de pliage nécessite la détermination du paramètre de Zener-Hollomon ainsi que l'estimation de la température à partir de laquelle l'indice de pliage est égal ou supérieur à 2. Ceci apparaît dans le tableau V-10 ci-dessous.

### Tableau V-10

Conditions du laminage de laboratoire - Dernière passe de finition		έ z		ln Z	Température à partir de laquelle I.P. ) 2		
h (mm)	h <sub>f</sub> (mm)	T° (°C)	5				(°C)
1,2 1,2	0,77 0,81	Amb Amb	44,37 41,27	1,50 1,39	10 <sup>20</sup> 10 <sup>20</sup>	46,45 46,38	12 13
1,2 1,2	0,79 0,76	50° 50°	41,80 43,39	2,68 2,78	10 <sup>18</sup> 10 <sup>18</sup> 10	42,43 42,47	10,5 11
1,2 1,2	0,77 0,75	90° 90°	44,37 44,65	4,00 4,03	10 <sup>16</sup> 10 <sup>16</sup> 10	38,23 38,23	10 8 <b>,</b> 5
1,2 1,2	0,72 0,70	120° 120°	48,53 48,57	3,16 3,16	10 <sup>15</sup> 10 <sup>15</sup> 10	35,69 35,69	5

Pour l'établissement de la relation entre l'indice de pliage et les conditions du laminage de dernière passe, nous retiendrons les valeurs moyennes suivantes :

T°lam.	In Z	T° IP>2
Amb	46 42	120
50°	42,45	110
90°	38,23	<b>9</b> 0
120°	35,69	5°

Les courbes de la figure V-19 montrent que les résultats de cette série d'essais sont conformes à ce que l'on pouvait attendre.

On se souvient que l'aptitude au pliage à basse température est d'autant meilleure que la sensibilité de l'allongement à la rupture en fonction de la température de l'essai et de la vitesse de déformation est plus faible. Il était donc intéressant de se faire une idée de cette sensibilité pour les conditions de laminage des essais de la dernière série. Nous nous sommes limités à des essais réalisés aux températures suivantes :  $-10^{\circ}$ C,  $0^{\circ}$ C et  $+10^{\circ}$ C. Pour chacune de ces températures, les vitesses de traction utilisées étaient 1 cm/min ; 100 cm/min et 1.800 cm/min ce qui, dans le cadre de nos essais, correspondait, respectivement, à des vitesses de déformation de 2.10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>, 2.10<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup> et 4 s<sup>-1</sup>. Le tableau V-11 résume les résultats de ces essais.

Tableau V-11

T°lam. (°C)		Allongemen	t à la rupture	(%)
	T essai (°C)	$\epsilon = 2.10^{-3}$ (s <sup>-1</sup> )	$\dot{\epsilon} = 2.10^{-1}$ (s <sup>-1</sup> )	$\dot{\xi} = 4$ (s <sup>-1</sup> )
Amb	+ 10°	35	21	21
	0°	32	18	19
	- 10°	32	17	12
50°	+ 10°	37	19	19
	0°	33	25	17
	- 10°	35	17	6
90°	+ 10°	40	23	17
	0°	30	22	18
	- 1.0°	27	18	7
120°	+ 10°	40	26	19
	<b>0</b> °	36	24	16
	- 10°	31	19	18

Dans le cadre de l'étude de la pliabilité, ce sont évidemment les résultats correspondants à la vitesse de déformation la plus élevée qui sont les plus significatifs. Il est clair que c'est l'alliage présentant la meilleure pliabilité qui présente la sensibilité la plus faible de l'allongement à la rupture en fonction de la vitesse de déformation (laminage à 120°). Ces derniers résultats confirment néanmoins que l'aptitude au pliage est inférieure à celles obtenues dans d'autres essais.

#### D. CARACTERISTIQUE STRUCTURALES

#### D.1. Textures cristallines

#### D.1.a. Textures classiques

Nous avons vérifié pour les laminés de la seconde série d'essais (§ C.2.), l'influence de la texture en déterminant l'inclinaison des plans de base sur le plan de la tôle. Les résultats, résumés au tableau ci-dessous, sont donnés par les angles délimitant les zones de pôles par rapport au centre de la figure polaire.

#### Tableau V-12

Réductions	Températures	Inclinais	ons des plans	
(응)	(°C)	de base (°)		
		Peau	Coeur	
41	75	20-25	20-35 et 25-35	
41	50	20-25	20-30 et 30-35	
50	50	20-25	25-30 et 25-35	
50	75	30-35 et 25	20-30 et 25-30	
60	75	20-25	20-25 et 25-30	
60	50	20-25	20-30 et 25-30	
30	Ambiante	25	25-35 et 35-45	
30	50	20-25	20-35 et 25-40	
30	90	20-25	20-40 et 25-35	
30	120	15-25	20-35 et 20-45	

Ces résultats montrent que les textures (0002) en peau (1 tâche) sont assez nettement différentes des textures à coeur (2 tâches). En outre, on confirme que dans les cas où la pliabilité est améliorée, des pôles sont situés à des distances plus faibles du centre de la figure polaire. La texture obtenue après un laminage de laboratoire réalisé à 120°C explique, dans cette optique, l'amélioration de pliabilité obtenue.

#### D.1.b. Textures tridimensionnelles

Suivant la méthode exposée au chapitre précédent, nous avons déterminé les probabilités des glissements basal et pyramidal de seconde espèce dans le système (2,3) (fig. IV-41). Pour rendre les résultats plus parlant et pour, en quelque sorte, quantifier la relation entre la texture et l'aptitude au pliage maillet, nous avons calculé, pour chaque échantillon, le rapport des probabilités  $\int Fg \sin \alpha d\alpha$  de chacun des deux types de glissement envisagés. Le tableau V-13 reprend les résultats de ces calculs, en donnant le repère utilisé pour la figure V-20.

#### Tableau V-13

<u> </u>	1	ſ		1.	1	
Repères	Réduct.	Temp. de	Indice de	$P_1 = \int Fg sincide.$	$P_2 = \int Fg since$	da P <sub>2</sub>
	(%)	laminage	pliage à	-		-
		(°C)	5°C	(basal)	(pyramidal)	P 1
				93 F	25.2	
A -	40	Ambiante	4	03,5	35,3	0,42
В	40	50	5	50,0	31,5	0,63
C	40	75	5	56,7	37,4	0,66
D	40	90	4	56,4	31,1	0,55
E	50	Ambiante	3,5	85,6	46,4	0,54
F	50	50	5	54,5	31,5	0,58
G	50	75	3,5	63,0	40,0	0,63
Н	50	90	2	43,1	56,4	1,31
ł	60	Ambiante	2	29,8	52,6	1,76
J	60	50	1	30,8	57,2	1,86
к	60	75	1,5	21,7	52,4	2,42
L	60	90	2	37,3	43,5	1,17
м	30	Ambiante	5	48,2	26,2	0,54
N	30	50	4,25	36,3	32,6	0,90
0	30	75	3	38,7	31,8	0,82
Р	30	90	2	40,6	43,4	1,07

Ces résultats sont résumés à la figure V-20 où l'on a porté le rapport  $P_2$  en fonction de l'indice de pliabilité.

Les conclusions apparaissent clairement : une bonne aptitude au pliage à 5°C est associée à un rapport  $\frac{P_2}{2}$  supérieur à l'unité.

P1

P<sub>1</sub>

Il convient d'insister, pour bien la comprendre, sur la signification de ce résultat qui fournit la réponse capitale à la question que nous nous sommes posée et qui a été à la base de la recherche : quelles sont les conditions structurales correspondant à la meilleure aptitude au pliage ou, autrement dit, qui permettent d'abaisser de manière sensible la température de la transition rupture ductile-rupture fragile. Notre analyse montre qu'il faut que le rapport  $\frac{P_2}{2}$  soit supérieur à 1.

P<sub>1</sub>

Cela ne veut pas dire que la déformation ne doit être assurée que par du glissement pyramidal de deuxième espèce. On a en effet vu antérieurement (chap. IV) que les possibilités de nulles. alissement basal ne sont jamais Bien plus, les caractéristiques du glissement basal (cission) sont telles que ce mode de déformation interviendra toujours, dans le cas d'une bande laminée, en premier lieu. Au cours de la déformation, la rotation du réseau réduit de plus en plus les possibilités d'intervention du système basal ; le glissement pyramidal doit pallier les insuffisances alors pouvoir intervenir pour de possibilités de déformation. En outre, la microstructure doit être suffisamment fine pour que le glissement pyramidal de seconde espèce soit prépondérant vis-à-vis du maclage.

#### D.2. Microscopie électronique par transmission

Cette technique a été utilisée pour l'examen d'échantillons prélevés aussi près que possible du pli afin de comprendre l'existence d'une température de transition minimale pour les valeurs de ln Z comprises entre 35 et 40.

Dans le cas des laminages réalisés à une témpérature ambiante et 75°C, la microstructure est fortement écrouie. On observe, fig. V-21 et V-22, non seulement la formation d'amas de dislocations résultant d'interactions nombreuses mais aussi, la taille de la sous-structure étant fine, la formation d'empilements Ces de dislocations. deux caractéristiques structurales influencent la déformabilité de l'alliage. En effet, les amas immobilisent un certain nombre de dislocations et accroissent la quantité et l'importance des obstacles mouvement des au dislocations créées ultérieurement. Par ailleurs, la formation d'empilements de dislocations conduit à l'arrêt d'un certain dislocations et, nombre de sources de par un effet de concentrations de tensions, entraîne la formation de microfissures aux joints.

L'accroissement subit de déformabilité de l'alliage, lorsque In Z = 40, est lié à l'entrée en action du glissement pyramidal de seconde espèce. Les dislocations de ce système de déformation peuvent intéragir localement avec les dislocations du plan de base, créées lors du laminage et au début de la déformation, lesquelles constituent une forêt pour les dislocations pyramidales.

Les interactions entre ces types de dislocations ont été analysées par Tapetedo et al (1974) et Ecob (1981) ; elles se traduisent par la formation de réseaux de dislocations et des boucles. Nos examens en microscopie électronique par transmission sont qualitativement en accord avec ces travaux Une fois formés, ces réseaux de dislocations (fig. V-23). limitent la mobilité des dislocations apparaissant ultérieurement, ce qui diminue la déformabilité et donc, dans le cas présent, l'aptitude au pliage de l'alliage. Il en résulte une augmentation de la température de transition.

D'autre part, un accroissement de la température de laminage entraîne une augmentation de la taille des grains et/ou sous-grains. Sastry et al (1970) ont montré que cet accroissement de la taille des grains du zinc polycristallin entraînait une augmentation du volume d'activation, augmentation interprétée en termes d'une réduction du glissement non basal lors de l'accroissement de la taille de grains, c'est à dire lors d'une augmentation de la distance moyenne de On glissement des dislocations. notera qu'une conclusion analogue a été obtenue par Risebrough et Teghtsoonian (1967) dans l'étude d'un autre métal de structure hexagonale compacte : le cadmium ; dans ce cas également, le volume d'activation décroit lors d'une diminution de la taille du grain ; on observe un accroissement de glissement parallèlement, pyramidal de seconde espèce. On peut donc expliquer la remontée de la température de transition ductile-fragile pour des températures de laminage croissantes (diminution de ln Z) par la disparition des possibilités de glissement pyramidal, disparition liée à l'augmentation de la taille des grains.

Les études de laboratoire mettent clairement en évidence que l'aptitude au pliage est fixée par les possibilités de glissement pyramidal de seconde espèce. Pour assurer une bonne pliabilité à basse température, il faut que ce glissement secondaire puisse prendre le relai du glissement basal de préférence au maclage.

#### E. ESSAI INDUSTRIEL

Ayant mis en évidence les paramètres structuraux qui influencent l'aptitude au pliage des alliages ZnCuTi et qui permettent d'améliorer cette caractéristique, il restait à vérifier qu'une modification des conditions industrielles de laminage de dernière passe pouvait améliorer de manière significative la pliabilité de l'alliage.

Tenant compte des résultats de l'étude de laboratoire, il convient de combiner les facteurs de laminage de manière à obtenir une valeur de ln Z proche de 38, tout en conservant des valeurs réalistes, compatibles avec la pratique industrielle. Le tableau ci-dessous reprend les résultats obtenus en les comparant avec ceux qui caractérisent un laminé obtenu dans les conditions "habituelles" ; les deux laminages ont été réalisés sur le train industriel de la S.A. Vieille-Montagne (Viviez-Aveyron).

	Conditions		
	Nouvelles	"Habituelles"	
Z	5,4 10 <sup>15</sup>	3,1 10 <sup>15</sup>	
in Z	38,53	35,67	
Indices de pliage			
à 10°	1	1	
à 7º	1	2,7	
à 5°	1,5	4	

La détermination des textures tridimensionnelles permet de calculer les ordre de grandeur suivantes des probabilités d'intervention des systèmes de déformation :  $P_1 = 20,8$  pour le glissement basal et  $P_2 =$ 52,2 pour le glissement pyramidal de seconde espèce. Le rapport  $P_2 = 2,51$  confirme l'importance du glissement pyramidal de seconde  $P_1$ 

espèce pour obtenir une bonne aptitude au pliage.

L'examen de la microstructure optique montre qu'il n'y a pas d'amas important de Ti  $Zn_{15}$  et que la microstructure est raisonnablement homgène et fine (fig. V-24 a et b). La sous-structure, déterminée en microscopie électronique par transmission est elle-même fine. (fig. V-24, c et d).

Cet essai industriel confirme donc bien les résultats des essais de laboratoire : l'aptitude au pliage de l'alliage ZnCuTi peut être améliorée par une microstructure et une texture bien déterminées. La figure V-25 illustre l'influence des conditions de laminage sur la pliabilité de l'alliage Zn-Cu-Ti.

#### F. Conclusion

L'ensemble des résultats de notre étude montre que l'aptitude au pliage des alliages Zn-Cu-Ti est influencée par les conditions La pliabilité de ces alliages ayant été reliée à la de laminage. transition ductile-fragile du matériau, on peut donc dire qu'une modification du schéma de laminage peut induire une structure permettant d'abaisser la température de transition, c'est-à-dire la température à laquelle l'alliage peut encore être plié dans des conditions satisfaisantes en pratique. Le rôle du glissement pyramidal de seconde espèce apparaît primordial ; lorsque le glissement basal ne peut plus se produire, le facteur de Schmid étant devenu défavorable, il y a formation d'empilements et d'enchevêtrements de dislocations qui donnent naissance à des contraintes internes. Lorsque la texture est favorable, ces contraintes internes permettent l'activation du glissement pyramidal de seconde espèce et la déformation du métal peut se poursuivre.

Autrement dit, la température critique (ou de transition) est la température en dessous de laquelle les dislocations du système principal de déformation restent groupées et forment une microfissure lorsque les contraintes internes sont suffisamment élevées, le glissement secondaire n'ayant pas pu être activé.

En résumé, en se fondant sur les observations réalisées en microscopie électronique par transmission et sur l'influence des conditions de laminage sur la texture cristallographique, on peut rendre compte de l'amélioration de l'aptitude au pliage des alliages zinccuivre-titane par l'intervention du glissement pyramidal de seconde espèce. Lorsque la texture cristallographique ne permet pas cette intervention, les concentrations de contraintes entraînent, via le maclage, la formation de microfissures.



Température sortie (°C.)

Fig. ▼ 1

T° Entrée : 150 ° C.\_ T° Sortie : 130° C.

Brut.



## Fig. V 2



Fig. T 3

T° Entée : 120°C.\_ T° Sortie : 90°C.

Brut



Fig. ¥ 4



Fig. V 5







Fig. **V** 7



T° Entrée : 90°C. \_ Recuit : 150°C.



Fig.**∑** 9





Fig.▼ 11



Fig.**∑** 12



Fig. **Y** 13



Fig. V 14

# Pliabílíté médiocre





Fig. 🗴 15





(0002)

Coeur

V <sub>t</sub> = 1800 cm.∕min.



# Fig. <u>▼</u>17



Fig. **Y** 18





Fig. **V** 20

#### Formation d´empilements.



1μ

25000



1μ 

\_\_\_\_

25000 X

63000 X





2 5 0 0 0 Х





0,5 µ 63000 Х \_ Fig. V -21

### Echeveaux de dislocations



25000 X



25000 X

1μ





25000 X

Fig. V-22

Réseaux de dislocations et boucles résultant de l'interaction entre dislocations basales et pyramidales.





25000 X 1μ 25000 Х





25000 Х



Е



\_0,5µ\_\_

40 000



Fig. V -23

<u>Microstructure d'un alliage laminé industriellement, possédant</u> <u>une bonne pliabilité à 5°C.</u>

(a)







25000



(d)

25000 X

Fig. V-24

Х

- a\_Conditions anciennes
- b~ Conditions nouvelles



(a)

(b)

#### VI. CONCLUSIONS GENERALES

Cette étude de l'aptitude au pliage des alliages Zinc-Cuivre-Titane laminés, caractéristique mécanique importante pour certaines utilisations pratiques, a été entreprise en vue, d'une part, de comprendre les mécanismes structuraux régissant cette caractéristique et, d'autre part, de tenter d'abaisser la température à laquelle l'aptitude au pliage reste suffisante.

Les éléments dont nous disposions au départ n'étaient guère nombreux ; l'expérience avait montré que la finesse du grain influençait de manière favorable l'aptitude au pliage et on savait que la texture jouait un rôle qui n'était pas autrement précisé. Une étude de certains aspects fondamentaux de la déformation plastique de l'alliage Zn - 0,2 % Cu - 0,1 % Ti nous avait, par ailleurs, permis de mettre en évidence le rôle important joué par la texture cristallographique et la vitesse de déformation dans les processus de déformation et de rupture de cet alliage.

Dans la recherche d'une méthode expérimentale permettant une approche moins empirique de l'aptitude au pliage, il était donc naturel de nous tourner vers les essais de traction réalisés à différentes vitesses de déformation. Ces essais ont montré que le paramètre intéressant était, dans le cadre de l'étude de la pliabilité, la sensibilité à la vitesse de déformation, en fonction de la température, de l'allongement à la rupture. On peut résumer les résultats en disant que dans un certain domaine de vitesses de déformation et de températures d'essai, l'alliage présente un comportement ductile, tandis que dans un autre domaine, ce comportement est du type fragile. L'aptitude au pliage sera d'autant meilleure que le passage du comportement ductile au comportement fragile se fait à une température plus basse pour des vitesses de déformation élevées. On peut donc considérer que le problème de l'aptitude au pliage est, en fait, un problème de température de transition ductile-fragile pour des vitesses de sollicitation élevées.
En fait un certain nombre de métaux de structure hexagonale compacte présentent une transition ductile-fragile lorsque l'on diminue la température d'un essai de traction réalisé dans des conditions habituelles de vitesse de déformation. Cette variation de ductilité a conduit Armstrong à établir une théorie du comportement ductile-fragile des métaux polycristallins de structure hexagonale compacte. Nous avons, dans le cadre de notre travail, analysé cette théorie qui présente l'avantage de mettre clairement en évidence les facteurs structuraux qui influencent la température de transition d'un polycristal de structure hexagonale compacte et donc, plus particulièrement, l'aptitude au pliage du zinc. L'examen de nos résultats expérimentaux dans le cadre de cette théorie, indique qu'il convient d'envisager le problème de l'aptitude au pliage de l'alliage Zn Cu Ti en considérant la relation entre cette caractéristique mécanique et deux paramètres structuraux importants : la texture cristallographique et la mobilité des dislocations.

Ayant à l'esprit l'aspect pratique de l'étude, nous avons entrepris l'analyse de l'influence des deux facteurs considérés en caractérisant, dans leur optique, des alliages de pliabilités diffé-L'objectif de ce travail était d'obtenir, grâce à une analyse rentes. quantitative et précise de la texture cristalline, des éléments permettant de justifier l'existence d'un mode de déformation potentiel de l'alliage, c'est-à-dire avant déformation, et d'apprécier dans quelle mesure cette potentialité évolue au cours de la déformation. Pour ce faire, nous avons fait appel à une technique particulière d'analyse de la texture cristalline qui consiste à en établir la fonction de distribution, c'est-à-dire à réaliser l'analyse tridimensionnelle. Cette analyse a été réalisée non seulement dans la symétrie classique du laminage mais également, après mise au point de la méthode, dans les plans où le cisaillement est, compte tenu des contraintes appliquées, De cette étude, il ressort que les textures cristallines maximum. constituent une réalité dont il faut tenir compte afin de comprendre et de prévoir les déformations de l'alliage, Le comportement plastique des alliages de zinc dépend en effet fortement de la texture cristal-Pour favoriser la pliabilité, il convient de disposer d'imporline. tantes composantes texturales correspondant à un basculement limité

des prismes hexagonaux dans la direction de laminage (15 à 20° suivant nos résultats), ce qui confirme les conclusions tirées de l'examen des figures polaires traditionnelles. La fraction de cristaux concernée par cette orientation doit, de plus, être la plus importante possible (alliage très texturé). Notre analyse montre qu'une bonne aptitude au pliage est associée à des aspects particuliers de la texture cristalline qui font que le glissement basal dans les plans de cisaillement maximum actifs est plus limité que le glissement pyramidal de seconde espèce. D'un point de vue géométrique, c'est donc de l'importance de ce dernier glissement que dépend la plus ou moins grande aptitude au pliage des alliages de zinc.

Les observations en microscopie électronique par transmission ont confirmé, de manière indirecte, ces résultats. La microstructure après déformation est très nettement différente en fonction de l'aptitude au pliage, ce qui implique l'intervention de dislocations de nature et/ou de mobilité différentes. En outre, la morphologie des dislocations traduit, elle aussi, un effet de texture.

Il est évident qu'à ce stade du travail et tenant compte des objectifs que nous nous étions fixés, nous avons poursuivi notre recherche dans deux voies :

- l'étude des mécanismes qui régissent l'aptitude au pliage des alliages de zinc en tirant profit des informations que nous fournissent les techniques d'analyse des textures tridimensionnelles et d'analyse des microstructures en microscopie électronique ;
- la simulation du laminage industriel sur un train de laboratoire et la réalisation d'essais à caractère pragmatique visant à obtenir des indices de pliage différents. Ces laminages de laboratoire fournissent par ailleurs des échantillons permettant l'approche plus fondamentale du problème.

L'expérience ayant montré que la structure obtenue après laminage sur un train de laboratoire pouvait différer considérablement de celle observée après un laminage industriel, il convenait de mettre au point les conditions de simulation du laminage industriel. L'idée de base que nous avons utilisée repose sur l'étude du paramètre Z de Zener-Hollomon qui fait intervenir la vitesse de déformation (et donc la vitesse de laminage et le taux de réduction) ainsi que la température de laminage. Deux laminages peuvent être considérés comme équivalents du point de vue métallurgique lorsque les Z correspondant sont égaux.

Les essais dans lesquels nous avons fait varier les taux de réduction et la température de laminage ont permis de mettre en évidence plusieurs points importants : l'indice de pliage est d'autant meilleur que la température de laminage est basse, en excluant toutefois le laminage à la température ambiante. En outre, l'indice de pliage est détérioré par le recuit bobine ; la température de bobinage doit donc être aussi basse que possible. Enfin, les températures de transition les plus basses (5°C et 2°C) sont obtenues lorsque les taux de réduction de chaque passe sont du même ordre de grandeur. Ces résultats sont en accord avec l'importance de certaines caractéristiques microstructurales sur l'aptitude au pliage.

En vue de préciser la relation entre le paramètre Z et l'aptitude au pliage, nous nous sommes attachés à l'étude de la relation entre ln Z et la température à partir de laquelle l'indice de pliage est supérieur à 2, cette dernière valeur étant la limite de ce qui peut être toléré en pratique. Cette analyse met en évidence une amélioration très nette de l'aptitude au pliage pour les valeurs de ln Z comprises entre 35 et 40. Cette observation est évidemment très importante pour fixer les conditions du laminage industriel.

L'analyse des facteurs structuraux montre que pour obtenir une très bonne pliabilité à 5°C, il faut que le rapport des probabilités de glissement sur le plan pyramidal de seconde espèce d'une part et le plan basal d'autre part soit supérieur à 1. Cela ne veut pas dire que la déformation ne doit être assurée que par du glissement

VI.4.

pyramidal de deuxième espèce. On sait, d'ailleurs, que les possibilités de glissement basal ne sont jamais nulles. Bien plus, les caractéristiques du glissement basal sont telles que ce mode de déformation interviendra, généralement, dans le cas d'une bande laminée, en premier lieu. Au cours de la déformation, la rotation du réseau réduit de plus en plus les possibilités d'intervention du système basal ; le glissement pyramidal de seconde espèce doit alors pouvoir intervenir pour pallier les insuffisances de possibilités de déformation. En outre, la microstructure doit être suffisamment fine pour que le glissement pyramidal de seconde espèce soit prépondérant vis-à-vis du maclage.

L'accroissement subit de déformabilité de l'alliage, lorsque In Z = 40, est lié à l'entrée en action du glissement pyramidal de seconde espèce.

Un accroissement de la température de laminage entraîne une augmentation de la taille des grains et/ou sous-grains. Il a été montré par d'autres que cet accroissement de la taille des grains du zinc polycristallin entraînait une augmentation du volume d'activation, augmentation interprétée en termes d'une réduction du glissement non basal lors de l'accroissement de la taille des grains. On peut donc expliquer la réaugmentation de la température de transition ductilefragile pour des températures de laminage croissantes (diminution de ln Z) par la disparitions des possibilités de glissement pyramidal, disparition liée à l'augmentation de la taille des grains.

Les études de laboratoire mettent clairement en évidence que l'aptitude au pliage est fixée par les possibilités de glissement pyramidal de seconde espèce. Pour assurer une bonne pliabilité à basse température, il faut que ce glissement secondaire puisse prendre le relais du glissement basal de préférence au maclage.

VI.6.

Ayant mis en évidence les paramètres structuraux qui influencent l'aptitude au pliage des alliages Zn Cu Ti, il restait à vérifier qu'une modification des conditions industrielles de laminage de dernière passe pouvait améliorer de manière significative la pliabilité de l'alliage. Tenant compte des résultats de l'étude de laboratoire, il convenait de combiner les facteurs de laminage de manière à obtenir une valeur de In Z proche de 38, tout en conservant des valeurs réalistes, compatibles avec la pratique industrielle. Les résultats obtenus montrent que l'on obtient alors un abaissement de la température critique de pliabilité de 10°C. Les examens structuraux confirment l'interprétation proposée en se fondant sur les essais de laboratoire.

# ANNEXE I - RAPPEL DE QUELQUES ELEMENTS DE LA CRISTALLOGRAPHIE DES RESEAUX DE STRUCTURE HEXAGONALE COMPACTE

#### A. REPERAGE DU RESEAU HEXAGONAL COMPACT

Ayant choisi un système d'axes de coordonnées qui a mêmes vecteurs de base que la maille élémentaire du réseau, tout point situé à l'intérieur de la maille peut être repéré par ses coordonnées.

Dans le cas du système hexagonal, le choix de la maille élémentaire n'est pas unique. On peut choisir la maille élémentaire de plusieurs façons différentes, ce qui a pour conséquence l'existence de plusieurs systèmes d'indices qu'il faut connaître, même si l'usage d'un seul d'entre eux tend à se répandre (fig. A.I.1.).

#### A.1. Système hexagonal à trois axes

Les vecteurs de base des trois axes, noté  $a_1^2$ ,  $a_2^2$ , et c sont tels que :

$$\begin{vmatrix} \mathbf{a}_1 \\ \mathbf{a}_1 \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} \mathbf{a}_2 \\ \mathbf{a}_2 \end{vmatrix} \neq \begin{vmatrix} \mathbf{c} \\ \mathbf{c} \end{vmatrix}$$

$$(a_1, a_2) = \frac{\pi}{3}$$

$$\overrightarrow{a_1}, \overrightarrow{c} = (\overrightarrow{a_2}, \overrightarrow{c}) = \frac{\pi}{2}$$

Ils permettent de définir les indices de Miller de la façon habituelle : ce sont les plus petits nombres entiers proportionnels aux composantes sur les trois axes de coordonnées d'un vecteur ayant la direction donnée. Ces indices sont notés  $\begin{bmatrix} U, V, W \end{bmatrix}$  pour une direction et (H, K, L) pour un plan.

#### A.2. Système "orthohexagonal"

Les vecteurs de base des axes de référence de ce système, en fait orthorhombique, sont :

 $\vec{a} = \vec{a}_1$  $\vec{b} = \vec{a}_1 + 2\vec{a}_2$  $\vec{c}$ 

On peut également définir, dans ce repère, les indices de Miller de la façon habituelle. Ils sont notés [p, q, r] pour une direction et (e, f, g) pour un plan.

#### A.3. Système hexagonal à quatre axes

Il s'agit du système le plus utilisé; les vecteurs de base y sont :  $\vec{a_1}$ ,  $\vec{a_2}$ ,  $\vec{a_3}$ , et  $\vec{c}$ . Il ne diffère d'un système hexagonal à trois axes que par l'adjonction d'un quatrième axe  $\vec{a_3}$  situé à 120° des deux autres dans le plan de base. Il est évident qu'un plan ou une direction sont complètement déterminés par les indices de Miller dans le système à trois axes et que le quatrième est superflu. Cependant, il présente l'avantage de faire apparaître les symétries ternaires du réseau hexagonal. Les indices, dits indices de Miller – Bravais, sont déterminés comme suit. Les indices (h, k, i, l) sont déterminés comme dans le cas du système à trois axes. C'est ainsi que le plan perpendiculaire au plan de base qui coupe les axes aux points de coordonnées 1, 1, -1/2, 00, a pour indices (1120). On remarque que la géométrie des axes impose la condition :

## h + k = -i

ce qui revient à dire que le troisième indice est redondant, mais on voit que les plans déduits de (1120) par des rotations de  $\pm$  120° ont pour indices (2110) et (1210), c'est-à-dire que les trois indices h k i ont été permutés circulairement, ce qui fait bien apparaître la symétrie ternaire.

#### A.3.b. Directions

Les indices (u, v, t, w) d'une direction sont obtenus en décomposant le vecteur représentatif sur les quatre axes. Puisqu'il y a plusieurs façons de décomposer la projection du vecteur sur le plan de base selon trois axes, on choisit celle qui donne :

#### u + v = -t.

Cette condition est donc imposée et ne résulte pas, comme pour les plans, de la géométrie des axes. On peut démontrer qu'une direction n'a pas en général les mêmes indices que le plan perpendiculaire sauf si le plan est prismatique, c'est-à-dire à des indices de la forme (h, k, i, o) et dans le cas du plan de base (0, 0, 0, 1).

En général, la direction de la normale à un plan (h, k, i, l) a pour indices :

$$\begin{bmatrix} h, k, i, \frac{3}{2} \left(\frac{a}{c}\right)^2 \end{bmatrix}$$

Le tableau ci-dessous donne la correspondance entre les indices des plans et des directions dans les trois systèmes de coordonnées habituellement utilisés pour le repérage du système hexagonal.

	Système orthohexagonal	Système hexagonal			
			4 indices		
Plans	e = H = h f = 2K+H=2k+h g = L = I	H = h = e K = k = <u>f - e</u> 2 L = 1 = g	h = H = e k = K = f - e 2 i = -(h + k) I = L = g		
Directions	$p = \frac{2U - V}{2} = \frac{3}{2} u$ $q = \frac{V}{2} = \frac{u + 2v}{2}$ $r = W = w$	U=2u+v=p+q V=u+2v = 2q W = w = r	$u = \frac{2U - V}{3} = \frac{2}{3} p$ $v = \frac{2V - U}{3} = q - \frac{p}{3}$ $t = -(u + v)$ $w = W = r$		

# Conversion des indices pour le système hexagonal et relations remarquables

## B. RELATIONS CRISTALLOGRAPHIQUES

Le réseau réciproque (fig. A.I.2.) est également de structure hexagonale compacte, mais tourné de  $30^{\circ}$  autour de l'axe c par rapport au réseau réel. Les axes  $A_1$  et  $A_2$  sont à  $60^{\circ}$  l'un de l'autre, alors que  $a_1$  et  $a_2$  sont à  $120^{\circ}$  dans le réseau réel. Le réseau réciproque et des relations géométriques simples conduisent à certaines relations cristallographiques remarquables; elles sont résumées ci-dessous, sans démonstration, en utilisant les deux types de notations les plus courantes : Miller et Miller-Bravais (3 et 4 indices).

#### B.1. Module d'un vecteur

L'utilisation de la relation mathématique

$$|\vec{r}|^2 = \vec{r} \times \vec{r}$$

conduit à :

$$|\vec{r}| = a \cdot \sqrt{U^2 - UV + V^2 + (\frac{c}{a})^2 W^2}$$

ou

$$|\vec{r}| = a. \sqrt{3 (u^2 + uv + v^2) + (\frac{c}{a})^2 w^2}$$

B.2. Angle fait par deux directions

Au départ de la définition de produit scalaire, on trouve :

$$U_1U_2 + V_1V_2 - \frac{U_1V_2 + V_1U_2}{2} + \left(\frac{c}{a}\right)^2 W_1W_2$$

COS θ = \_\_\_\_\_

$$\sqrt{U_1^2 - U_1^{V_1 + V_1^2 + (\frac{c}{a})^2 W_1^2}} \cdot \sqrt{U_2^2 - U_2^{V_2} + V_2^2 + (\frac{c}{a})^2 W_2^2}$$

ou

$$u_{1}v_{2} + v_{1}u_{2}$$

$$u_{1}u_{2} + v_{1}v_{2} + \frac{1}{2} + \frac{1}{3}\left(\frac{c}{a}\right)^{2} w_{1}w_{2}$$

$$\cos \theta = \frac{1}{2}$$

$$\sqrt{u_{1}^{2} + v_{1}^{2} + u_{1}v_{1} + \frac{1}{3}\left(\frac{c}{a}\right)^{2}w_{1}^{2}} \cdot \sqrt{u_{2}^{2} + v_{2}^{2} + u_{2}v_{2} + \frac{1}{3}\left(\frac{c}{a}\right)^{2}w_{2}^{2}}$$

# B.3. Indices de la normale à un plan

Les indices U, V, W de la normale au plan (H, K, L) sont :

$$\begin{bmatrix} U, V, W \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 2H+K, 2K+H, \frac{3}{2}\left(\frac{a}{c}\right)^2 \end{bmatrix}.$$

Les indices u, v, t, w de la normale au plan (h, k, i, l) valent :

$$\begin{bmatrix} u, v, t, w \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} h, k, i, \frac{3}{2} \begin{pmatrix} a \\ c \end{pmatrix}^2 \end{bmatrix}.$$

# B.4. Angle fait par deux plans

$$H_{1}H_{2} + K_{1}K_{2} + \frac{1}{2}(H_{1}K_{2} + K_{1}H_{2}) + \frac{3}{4}\left(\frac{a}{c}\right)^{2}L_{1}L_{2}$$

$$\cos \phi = \underline{\qquad}$$

$$\sqrt{H_1^2 + K_1^2 + H_1^2 + H_1^2 + \frac{3}{4} \left(\frac{a}{c}\right)^2 L_1^2} \cdot \sqrt{H_2^2 + K_2^2 + H_2^2 + \frac{3}{4} \left(\frac{a}{c}\right)^2 L_2^2}$$

ou

$$h_1k_2 + k_1k_2 + \frac{1}{2}(h_1k_2 + k_1h_2) + \frac{3}{4}(\frac{a}{c})^2 I_1I_2$$

cos 🕴

$$\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + h_1 k_1 + \frac{3}{4} \left(\frac{a}{c}\right)^2 l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + h_2 k_2^2 + \frac{3}{4} \left(\frac{a}{c}\right)^2 l_2^2}$$



# B.5. Distance interréticulaire d'un plan

Plan (H, K, L)

a  

$$\sqrt{\frac{4}{3} (H^2 + K^2 + HK) + \left(\frac{a}{c}\right)^2 L^2}$$

a  

$$d = \frac{4}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^{2} + k^{2} + hk) + (\frac{a}{c})^{2} l^{2}}}$$

# B.6. Equations relatives aux zones

Le plan (H, K, L) appartient aux deux zones  $\begin{bmatrix} U_1, V_1, W_1 \end{bmatrix}$ et  $\begin{bmatrix} U_2, V_2, W_2 \end{bmatrix}$  lorsque :

$$H = V_{1}W_{2} - V_{2}W_{1}$$
$$K = W_{1}U_{2} - W_{2}U_{1}$$
$$L = U_{1}V_{2} - U_{2}V_{1}.$$

De même, le plan (h, k, i, l) appartient aux deux zones  

$$\begin{bmatrix} u_1, v_1, t_1, w_1 \end{bmatrix}$$
 et  $\begin{bmatrix} u_2, v_2, t_2, w_2 \end{bmatrix}$  lorsque :  
h =  $\frac{1}{3}$  w<sub>2</sub>(2v<sub>1</sub> + u<sub>1</sub>) - w<sub>1</sub> (2 v<sub>2</sub> + u<sub>2</sub>)  
k =  $\frac{1}{3}$  w<sub>1</sub>(2u<sub>2</sub> + v<sub>2</sub>) - w<sub>2</sub> (2u<sub>1</sub> + v<sub>1</sub>)  
i = -(h + k)  
l = u<sub>1</sub>v<sub>2</sub> - u<sub>2</sub>v<sub>1</sub>.

L'ensemble des données cristallographiques sur les métaux de structure hexagonale peut être trouvé dans le publications suivantes : Andrews et al. (1967), Stringer et al. (1966), Partridge (1967), Partridge et Gardiner (1967), Otte et Crocker (1965, 1966), Taylor et Leber (1954), Nicholas (1966, 1970), Frank (1965), Adda et al (1979).

# ANNEXE II - IMPERFECTIONS STRUCTURALES DES METAUX DE STRUC-TURE HEXAGONALE COMPACTE

#### A. DISLOCATIONS

En se fondant sur une représentation analogue à celle utilisée par Thompson dans le cas des métaux de structure cubique à faces centrées, Berghezan et al (1961) définissent comme suit les divers types de dislocations qui peuvent apparaître dans une structure hexagonale compacte en général et dans le zinc en particulier (fig. A.II.1) :

- a) Dislocations parfaites dont les vecteurs de Burgers sont dirigés dans le plan de base, suivant les côtés du triangle ABC, c'est-à-dire  $\pm \overrightarrow{AB}$ ,  $\pm \overrightarrow{BC}$ ,  $\pm \overrightarrow{AC}$ . Les directions des vecteurs de Burgers sont donc  $\langle 11\overline{2}0 \rangle$ .
- b) Dislocations parfaites perpendiculaires au plan de base, de vecteur de Burgers + ST, dont la direction est [0001].
- c) Dislocations parfaites dont la direction du vecteur de Burgers est  $\langle 1123 \rangle$ . On note parfois les vecteurs de Burgers de ces dislocations par des symboles tels SA/TB ou c + a, ce qui signifie qu'ils sont la somme des vecteurs ST et  $\overrightarrow{AB}$ . Géométriquement, ceci représente un vecteur égal au double de la longueur du segment joignant les milieux de SA et TB.
- d) Dislocations imparfaites, situées dans le plan de base, et dont la direction des vecteurs de Burgers est <1010>. Ces dislocations, qui se forment lors de la dissociation d'une parfaite du type AB, sont notées +  $\overline{A\sigma}$ , +  $\overline{B\sigma}$ , +  $\overline{C\sigma}$ .
- e) Dislocations imparfaites perpendiculaires au plan de base, dont la direction du vecteur de Burgers est [0001]; elles sont notées  $+ \sigma S$ ,  $+ \sigma T$ .

а

f) Dislocations imparfaites qui résultent de la combinaison des deux derniers types de dislocations imparfaites; les vecteurs de Burgers sont dirigés suivant <u>+</u> AS, <u>+</u> BS, etc., ce qui correspond aux directions <2023>. Bien que ces vecteurs représentent un déplacement d'une position atomique à une autre, ces dislocations ne sont pas parfaites. En effet, les atomes entourant les deux positions envisagées sont dans des orientations différentes et il est dès lors impossible de dessiner un circuit de Burgers.

Le tableau, ci-dessous, résume les caractéristiques principales de ces diverses dislocations; pour fixer l'énergie des dislocations, on a exprimé que cette dernière est proportionnelle au carré de son vecteur de Burgers en supposant le rapport c idéal.

						6
Types de	Parfaites			Imparfaites		
dislocations	AB	ST	SA/TB	σ <b>Α</b>	σ <b>S</b>	AS
Notation	а	С	с + а	р	<u>1</u> c 2	<u>1</u> c + p 2
Vecteur de Burgers	<u>1[1120]</u> 3	[000]]	<u>1</u> [1123] 3	<u>1</u> [1010] 3	1 [000] 3	<u>1</u> [2023] 6
Intensité du vecteur de Burgers	а	C	$\sqrt{a^2 + c^2}$	a3	<u>c</u> 2	$\sqrt{\frac{a^2 + c^2}{3 4}}$
Energie de la dis- location propor- tionnelle à	a²	<u>8a²</u> 3	<u>11a²</u> 3	<u>1a²</u> 3	<u>2a²</u> 3	a²

Les interactions auxquelles peuvent donner lieu ces diverses dislocations ont été décrites et analysées par Berghezan et al. (1961). On notera encore que lors de l'étude du zinc pur déformé, on a observé divers réseaux de dislocations et des joints de flexion. Tyapunina et al. (1975) et Eissa (1977) ont signalé l'existence de réseaux hexagonaux dans le plan de base, formés de dislocations de caractères mixte et coin, et de vecteur de Burgers  $1 < 11\overline{20}$ .

3

Tapetedo et al. (1974) ont trouvé des réseaux de dislocations de vecteur de Burgers 1  $\langle 11\overline{2}3 \rangle$ ; ils ont également observé,

occasionnellement, des réseaux hexagonaux de dislocations vis pures. Price (1963) avait déjà suggéré que de tels réseaux se formaient lors de l'interaction, après glissement sur le plan de base, de dislocations du type a dont les vecteurs de Burgers font un angle de 120° entre eux.

Enfin, autre configuration caractéristique, Tyapunina et al. (1975) ont mis en évidence l'existence de réseaux en couches doubles de dislocations coins. Ces réseaux sont stables si les densités de dislocations de chaque couche sont du même ordre de grandeur et si les vecteurs de Burgers des dislocations de chaque couche sont de signes opposés. Ces réseaux semblent se former lors de la polygonisation.

#### B. DEFAUT D'EMPILEMENT

Un défaut d'empilement correspond à une irrégularité dans la succession logique des plans atomiques cristallins. Dans les structures hexagonales compactes, dont l'empilement est décrit par la séquence ABAB (fig. A.II.2.), on peut introduire des défauts d'empilement par l'un des processus suivants (Friedel, 1964; Hirth et Lother 1968) :

A.12.

- a) <u>glissement</u>: si on déplace une portion de cristal au-dessus d'un certain plan, dit plan de glissement, en une autre position suivant le schéma C → B → A → C, l'ordre d'empilement devient ... ABAB CACA... où la flèche indique le plan de glissement. Quatre plans ABCA sont dans l'ordre caractérisant la structure cubique à faces centrées et on a deux violations des exigences de proches voisins : ABC et BCA (fig. A.11.3.). Ce cas correspond à la formation de deux imparfaites du type p lors de la dissociation d'une parfaite de type a. Ce glissement sera généralement limité aux plans de base pour deux raisons :
  - la dislocation parfaite se dissocie dans le plan de base;
  - il n'y a pas de plans compacts qui coupent le plan de base.
- b) <u>Rassemblement de lacunes</u> : les lacunes qui peuvent être introduites dans un métal par divers moyens, déformation plastique ou trempe par exemple, tendent à se rassembler sur les plans compacts (fig. A.11.4.). Dans les métaux de structure hexagonale compacte, ce processus met en contact deux couches semblables, ce qui est énergétiquement défavorable. Cette situation est modifiée par l'un des deux mécanismes suivants :

modification de l'empilement d'une couche qui vient en position intermédiaire, une position C par exemple. Dans ce cas, il y a trois violations de la règle du plus proche voisin et on a une faute de haute énergie. Le vecteur de Burgers de la boucle de dislocation entourant l'amas de lacunes est du type <u>1</u>c.

2

Ia boucle de lacunes est traversée par une dislocation parfaite qui modifie l'empilement au-dessus des lacunes suivant une règle A  $\rightarrow$  B  $\rightarrow$  C  $\rightarrow$  A. On a alors une violation de la règle du plus proche voisin : la faute d'empilement est de faible énergie (1 de la précédente).

Le vecteur de Burgers de la boucle de dislocation est du type <u>1</u> c + p. Il a été montré que ce mécanisme, 2

conduisant à la formation d'une faute de faible énergie, est le plus probable dans le cas du zinc (Hull, 1965).

c) <u>Rassemblement d'interstitiels</u> : ainsi que l'on peut s'en rendre compte à la figure A.II.5., l'insertion d'une couche en position C a pour résultat la formation d'une boucle de dislocation dont le vecteur de Burgers a la direction [0001]. Ce défaut introduit trois violations à la règle du plus proche voisin : nous sommes donc en présence d'une faute de haute énergie. Cette faute de haute énergie peut encore être changée en une faute d'énergie plus faible si la boucle est traversée par une partielle du type p qui modifie la séquence d'empilement.

En effet, la bipyramide de Berghezan montre que l'on aura dans ce cas :  $1 \begin{bmatrix} 0001 \end{bmatrix} + 1 \begin{bmatrix} 1010 \end{bmatrix} -> 1 \begin{bmatrix} 2023 \end{bmatrix}$ . La figure A.II.5 (c) 2 3 6

schématise le résultat de cette réaction : on se trouve en présence d'une empilement qui ne viole qu'une seule fois la règle du plus proche voisin : la faute est de faible énergie.

Il convient toutefois de noter que dans l'absolu, l'énergie de défaut d'empilement du zinc est élevée, si on la compare à celle caractérisant certains métaux de structure cubique à faces centrées. Le tableau ci-dessous reprend quelques valeurs de l'énergie de défauts d'empilement du zinc pur fournies par la littérature.

γ (erg/cm²)	Références				
$300 300 \pm 150 220 105 \pm 30 140 \pm 25$	Schottky et al. (1965) Harris et Masters (1966) Dobson et Smallman (1966) Sastry et al. (1969) Dobson et Smallman (1970)				

Selon Berghezan et al. (1961), les fautes d'empilement larges que l'on observe en microscopie électronique par transmission pourraient être dues à l'ancrage d'une des partielles; on n'observerait donc pas toujours la séparation d'équilibre entre partielles, ce qui pourrait expliquer le large éventail de valeurs d'énergie de faute que l'on trouve dans la littérature.

## C. DISLOCATIONS PRISMATIQUES

Dans la cas des boucles décrites jusqu'à présent, le vecteur de Burgers de la boucle de dislocation se trouve dans le plan de glissement qui est aussi le plan de la boucle.

Lorsque le vecteur de Burgers n'est pas dans le plan de la boucle, la surface de glissement définie par la ligne de dislocation et son vecteur de Burgers, est une surface cylindrique. La dislocation est alors appelée dislocation prismatique. La figure A.II.6 schématise la formation d'une boucle prismatique.

Price (1963), à partir d'observations réalisées à basse température sur du zinc et du cadmium, a signalé la présence de boucles de dislocation situées sur le plan de base et formées par un mécanisme d'interaction de dipôles de dislocations. Pour comprendre ce mécanisme, il convient de se souvenir de ce qu'un cran se forme sur une dislocation lorsqu'au cours de son mouvement, cette dernière rencontre un obstacle. Considérons le cas d'une dislocation vis c + a qui est crantée. Lorsque cette dislocation tente d'éviter l'obstacle par glissement dévié, le cran se pince et forme une boucle allongée dont le vecteur de Burgers est évidemment c + a. Lorsqu'elle interagit avec une autre dislocation en mouvement, la boucle c + a se dissocie en deux boucles concentriques de vecteurs de Burgers c et a respectivement, la boucle a étant à l'intérieur de la boucle c. Cette réaction s'écrit :  $1 < \overline{2113} \rightarrow 1 < \overline{2110} + [0001]$ . La boucle a s'élimine

par glissement; il ne subsiste donc que la boucle c. Selon Price (1963), ce processus se passe à toute température. Il est évident qu'une boucle c + a pourrait aussi se transformer en une boucle 1c + p2

limitant un défaut d'empilement. L'obtention de cette configuration implique une réduction d'énergie et dépend de la température puisqu'elle nécessite la montée d'une dislocation.

## ANNEXE III - RAPPEL SUR LE MACLAGE DU ZINC

## A. DEPLACEMENTS ATOMIQUES PENDANT LE MACLAGE

Pour déterminer exactement les déplacements atomiques qui accompagnent la transformation du réseau pendant le maclage, il faut noter que la différence entre réseau originel et réseau maclé provient du cisaillement donc de l'écart entre  $\frac{c}{a}$  et  $\sqrt{3}$ .

Ceci exige donc des schémas à l'échelle. De plus, le réseau étant à motif double, les plans de macle et de cisaillement doivent être ceux du réseau et non pas des plans cristallographiques. La figure A.III.1. représente en perspective les deux structures : originelle et maclée, symétriques par rapport à un plan (1012) du réseau. Les réarrangements atomiques qui permettent de passer de la structure cisaillée à la structure maclée ont été prévus théoriquement par Crocker (1962). Ces déplacements, dont il n'est pas possible de prouver la réalité, et qui sont seulement probables, montrent qu'il faut quatre plans (1102) pour représenter le maclage, qui implique donc des phénomènes complexes.

#### B. DISLOCATIONS de MACLES

Ce genre de défaut est étroitement lié aux dislocations imparfaites. Puisque le maclage peut être décrit comme un simple cisaillement le long d'un plan de composition, considérons (figure A.111.2) le cas d'une macle où le cisaillement est produit par chaque plan du réseau qui glisse d'une certaine quantité sur le plan inférieur. Sur le plan AB, ce glissement ne se produit que sur une partie du plan de sorte que la limite réelle entre le cristal maclé et le cristal originel s'étend de A à P puis monte sur le plan suivant. Il est clair que, autour de la marche située en P qui se poursuit perpendiculairement au plan de la figure, il y a une région de forte énergie de déformation. Cette marche est la limite d'une région de glissement et, par conséquent, possède toutes les propriétés normalement associées à une dislocation. On l'appelle dislocation de macle car on ne la trouve que dans les limites de macles et non pas à l'intérieur d'un cristal. Le vecteur de Burgers de cette dislocation n'est une période ni du réseau originel, ni du réseau maclé. Il est égal à la distance dont se déplace chaque plan du réseau dans le cisaillement de maclage. Donc, pour un cisaillement s, le vecteur de Burgers de la dislocation de macle est b = d.s où d est la hauteur de la marche.

Le minimum du vecteur b est fixé par la valeur minimum de d, donc par la distance entre plans du réseau. Pour un plan  $K_1$ donné, on s'attend à trouver toutes les dislocations de macle avec le même vecteur minimum puisque les marches multiples ont tendance à se dissocier en marches simples. Le vecteur de Burgers de la dislocation de macle est donc toujours une fraction de période du réseau. La dislocation peut glisser dans son plan de composition ( $K_1$ ) et, en le faisant, la quantité de cristal ayant une orientation varie aux dépends du cristal ayant l'autre.

La croissance macroscopique d'une macle pourrait évidemment résulter d'un mécanisme qui permet à une dislocation de macle de se déplacer à travers toute une série de plans parallèles du réseau. Toutefois, il faut tenir compte de ce que des glissements de la dislocation de macle hors de  $K_1$  ou des montées sont impossibles sans la présence de contraintes anormales. La marche en P (figure A.III.2) a son vecteur de Burgers perpendiculaire à  $n_1$ ; la dislocation est donc du type coin. On peut aussi concevoir des dislocations vis ou mixte ainsi que des boucles (Christian, 1965). Les macles mécaniques ont souvent la forme de lentilles et le maclage progressif peut être décrit à l'aide de boucles de dislocations de macles dont le rayon diminue si on s'éloigne du plan central de la lentille. Ce concept de dislocation de macle peut être étendu aux dislocations de transformation. Dans ce cas, le cisaillement du réseau est quelconque au lieu d'être parallèle à un plan cristallographique tel que K<sub>1</sub>.

## C. NOEUDS GENERATEURS

Considérons à présent ce qui se passe quand une dislocation du réseau originel rencontre un joint de macle cohérent. Si le joint était la surface extérieure d'un cristal, la dislocation produirait une marche (ou un cran) de hauteur égale à la composante du vecteur de Burgers suivant la normale à la surface, et allant d'une extrémité de la dislocation au bord de la surface extérieure ou à une autre dislocation.

On peut analyser la macle de la manière suivante. Faisons une coupure imaginaire le long du plan de composition et introduisons dans le cristal originel la dislocation qui produit la marche. Le cristal originel et le cristal maclé ne peuvent être accolés que s'il y a une dislocation dans le cristal maclé qui y produit également une marche. Il y a donc un noeud à l'interface, formé par, au moins, une dislocation dans chacun des deux cristaux et une marche ou dislocation de macle à l'interface. Si le noeud contient trois lignes de dislocations, la conservation du vecteur de Burgers entraîne que les dislocations dans les deux cristaux ont des composantes égales et opposées suivant la normale au plan de composition. Cette composante donne la hauteur de la marche. Il est géométriquement évident que le vecteur de Burgers de la dislocation dans le cristal maclé est obtenu à partir de celui de la dislocation dans le cristal origine par l'opération du cisaillement de maclage; si l'on part d'un monocristal contenant une dislocation et que l'on convertit une partie du cristal en son orientation maclée au moyen d'un cisaillement simple, un noeud de ce type se forme naturellement au point où la dislocation passe de la portion non cisaillée à la portion cisaillée. Le seule exception est celle où le vecteur de Burgers de la dislocation est parallèle au plan de composition. Ce vecteur est alors inchangé par le maclage, il n'y a pas de marche dans le plan de composition et la dislocation se tord simplement en passant d'un réseau à l'autre. Les noeuds dont il vient d'être question sont appelés "noeuds générateurs".

## D. FORMATION des MACLES MECANIQUES

Dans un monocristal, sous l'effet d'une contrainte, de préférence localisée sur une petite surface, une macle finie peut se former. Quand la contrainte est supprimée, la macle peut disparaître : c'est une macle élastique; ou bien une zone maclée résiduelle subsiste : c'est une macle élastique stoppée (Cahn, 1953). Les contraintes de la matrice s'opposent au changement de forme du bord de la macle et le cisaillement doit être accommodé, élastiquement ou non, dans la matrice. Cependant, si l'on augmente suffisamment la contrainte appliquée, une macle peut s'étendre à travers toute la section transversale d'un monocristal.

Elle acquiert alors des limites parallèles aux plans K<sub>1</sub> et est appelée macle résiduelle. Les macles résiduelles peuvent être ensuite élargies sous l'application d'une contrainte; elles ne disparaissent pas si l'on supprime la contrainte mais peuvent le faire sous l'action d'une contrainte opposée. Ces observations, valables en toute généralité, ne se retrouvent pas exactement dans les métaux où l'on observe rarement des macles élastiques. Ce fait est le résultat de l'existence d'autres processus de déformation agissant sous de faibles conțraintes pour accommoder les effets de la macle sur la matrice voisine. Si une macle élastique se forme, il y a équilibre à toutes les étapes entre la contrainte externe appliquée et les contraintes internes de la matrice qui s'opposent au développement de la macle. Ces contraintes de la matrice vont détruire la zone maclée quand la contrainte appliquée est Cependant si les contraintes internes atteignent supprimée. un niveau suffisamment élevé, une certaine forme d'accommodation par glissement ou pliage peut se produire et cette situation n'est généralement pas réversible. Quand la contrainte appliquée disparaît, seule une partie de la macle reprend son orientation initiale et le reste de la macle forme un macle élastique stoppée. Dans les métaux, l'accommodation peut être complète au point que la macle ne varie pas, à moins qu'une contrainte inverse ne soit appliquée.

Une macle macroscopique contenue entièrement dans la matrice a presque toujours une forme de lentilles à cause de ces contraintes internes. Le rapport de la largeur à la longueur de la macle donne une indication de la grandeur du cisaillement de maclage. Le rapport est petit si le cisaillement est grand. Il y a de nombreuses manières d'accommoder le changement dans la structure. La figure A.III.3 illustre quelques exemples. L'accommodation par des bandes de pliage parallèles à la trace du plan  $K_1$  sur le plan de base est souvent observée dans les métaux hexagonaux.

(Pratt et Pugh, 1952 et 1953; Moore, 1952 et 1955; Holden, 1952).

Parfois on rencontre plusieurs pliages parallèles, chacun correspond à un changement brusque de l'épaisseur de la macle. On rencontre aussi fréquemment des pliages secondaires avec des traces sur le plan de base, perpendiculaires à celle du plan de macle. On a montré que les pliages primaires dans le zinc sont constitués par des assemblages de dislocations dans le plan de base, tandis que les pliages secondaires sont formés par des dislocations nonbasales. (Rosenbaum, 1961). Les schémas (e) et (f) de la figure A.III.3 montrent que les effets de l'accommodation peuvent masquer le changement de forme dû au cisaillement de maclage. Les macles qui traversent entièrement un monocristal (macles résiduelles) devraient avoir des faces planes et parallèles. L'expérience montre cependant que l'on rencontre souvent une face plane et l'autre en zig-zag (Hull, 1960). Ces zig-zag correspondent à des marches de glissement, dues probablement à des dislocations formées par la combinaison de dislocations de macles à l'extrémité d'une macle stoppée.

Quand le maclage est provoqué par une contrainte extérieure, il est clair que les forces appliquées font un certain travail pendant le maclage. Donc, la contrainte de cisaillement le long du plan de macle résolue dans la direction de maclage doit être positive. Par analogie avec le glissement, ceci suggère l'existence d'une contrainte critique. De nombreux travaux ont cherché à vérifier ce point; la mise en évidence de cette contrainte critique s'est longtemps heurtée à des difficultés dues à la faible étendue du domaine d'orientations dans lesquelles la déformation par maclage précède la déformation par glissement. On peut cependant certifier que le plan de maclage est normalement celui, parmi les plans cristallographiquement équivalents, sur lequel la contrainte de cisaillement résolue est la plus grande (Pointu, 1963). Il semble bien que l'existence de la contrainte critique ne soit plus discutée (Mahajan et Williams, 1973).

La plupart des résultats dans les métaux hexagonaux montrent qu'il faut considérer deux stades différents dans la production de macles mécaniques : la germination et la croissance.

#### D.1. Croissance des macles

Si l'on considère la croissance d'une macle, deux problèmes différents apparaissent : la croissance latérale, parallèle au plan de composition et l'épaississement normalement à ce plan. Si un germe de taille suffisante existe ou est formé par la contrainte appliquée, le premier processus de croissance est généralement catastrophique. En effet, la macle se forme en un temps très court et, si elle a une largeur raisonnable, provoque une chute de charge dans une machine de traction dure. La vitesse de croissance est grande, voisine de celle du son, ce qui explique le "cri" du maclage fréquemment observé. Friedel (1964) a calculé qu'en quelques microsecondes, une macle peut grossir d'environ 1 mm.

Ces macles se forment très rapidement et on constate, qu'une fois formées, elles n'évoluent plus si on modifie la charge appliquée. Elles sont, probablement, stabilisées par une perte de cohérence avec la matrice. Un recuit peut avoir pour effet, soit de les faire disparaître si la température est assez élevée pour permettre des mouvements individuels d'atomes, soit de les faire croître aux dépends de la matrice.

Le deuxième processus de croissance (normalement au plan de composition) peut aussi être très rapide; toutefois, dans des conditions normales, on observe une croissance relativement lente. La théorie de ce type de croissance est semblable, à de nombreux points de vue, à celle du grossissement d'un cristal à partir de la phase vapeur. Dans un cristal idéal, avec un joint de macle parfaitement plan, il faudrait, pour que la croissance ait lieu, un processus à deux dimensions activé thermiquement.

On sait que le plan  $K_1$  est le seul plan invariant dans la déformation du réseau. Une manière d'éviter des surfaces à haute énergie est que le joint de macle soit constitué par des portions de plan  $K_1$  séparées par des marches pour donner la forme de lentille ou d'aiguille. Ces marches ont déjà été décrites dans les dislocations de macles. Dans le cas d'une macle en forme de lentille, le modèle contient des boucles de dislocations de macle parallèles au plan de macle et dont le rayon croît quand on se rapproche du plan médian de

la lentille. Nous avons vu que ces dislocations de macle peuvent glisser dans le plan de macle; ce faisant, elles augmentent ou diminuent la largeur de la lentille. Si le grossissement a lieu suivant ce processus, la croissance normale se produit par la création de nouvelles dislocations de macles sur le plan de macle. Donc, la croissance totale d'une telle macle, si le rapport largeur-épaisseur reste constant, présente les mêmes problèmes que ceux de la croissance d'une macle résiduelle à bords plats parallèles.

L'extrémité d'une lentille ou d'une aiguille ressemble à la lame d'un couteau d'épaisseur atomique et les contraintes y deviennent très élevées. Frank et Stroh (1952) ont traité un problème semblable, celui de l'extension d'une bande de pliage incomplète, qui grossit par la création de dislocations par paires au bout de la bande. lls montrent que, pourvu que la bande ait une longueur suffisante, les concentrations de contraintes au bout de la bande seront suffisantes pour que la germination de ces dislocations soit spontanée. L'état de contraintes à l'extrémité d'une bande de pliage est semblable à celui d'une fissure élastique sans cisaillement ou à celui d'une macle incomplète. Frank et Stroh (1952) ont fait remarquer que ces contraintes peuvent être non seulement suffisantes pour provoquer la croissance continue, mais encore capables de faire germer de nouvelles bandes de pliages, fissures ou macles. Donc, sous certaines conditions, un de ces défauts est susceptible de conduire à des fissures ou à des macles.

Le modèle de macle en forme d'aiguille implique que le joint de macle incohérent possède une très forte énergie. Les contraintes à l'extrémité deviennent donc élevées si l'épaisseur de la macle est appréciable. Hull (1960) montre que le glissement d'accommodement à l'extrémité d'une telle macle dans le fer-silicium peut s'expliquer par la coalescence de dislocation de macles a <111> sur le joint pour  $\frac{1}{6}$  former des dislocations a <111> qui peuvent alors effectuer un glisz sement dévié sur les deux plans  $\{110\}$ . Ceci rend compte des observations de glissements devant des macles stoppées, phénomènes dont nous avons déjà parlé. On a déjà signalé que l'accommodement par de bandes de pliage est fréquemment observé dans les métaux hexagonaux, mais une autre théorie pour la croissance latérale des macles a été développée par Sleeswick (1962) et appliquée au maclage des métaux de structure cubique centrée.

En résumé, cette théorie de Sleeswick (1962) admet la décomposition de certaines dislocations de macles en une parfaite et une autre dislocation de macle. Les parfaites se déplacent alors par glissement devant la macle et produisent le même changement d'orientation que celui associé au maclage. Ces dislocations sont appelées dislocations émissives. Cette théorie implique qu'il peut y avoir séparation physique entre le changement de forme associé au maclage et le véritable changement d'orientation. Le joint de macle ainsi obtenu a une énergie faible car il n'y a pas de contraintes à longue distance et quand il se déplace à travers un volume déjà balayé par les dislocations émissives, l'effet résultant est identique à celui du déplacement habituel d'une macle. Ce modèle est confirmé par des observations au microscope électronique (Levasseur, 1973).

Considérons maintenant le problème de la croissance de la macle normalement au plan de composition. On pourrait augmenter la macle d'une cellule-unité en formant d'abord un petit îlot ou un germe à deux dimensions, qui s'étendrait ensuite vers l'extérieur sous l'action de la contrainte appliquée. Mais en l'absence d'une contrainte suffisante, un tel îlot disparaîtra à cause de la tension de ligne de la dislocation de macle qui l'entoure. Une région suffisamment large pour croître sous l'action de la contrainte appliquée ne peut s'établir que grâce à une série de fluctuations thermiques de sorte que dans ce modèle il y a un problème de germination à chaque position successive de l'interface de macle.

Naturellement, il peut y avoir, des régions favorisées par l'existence de contraintes internes élevées où les marches à l'interface peuvent germer plus facilement, par exemple les intersections du joint de macle cohérent avec un joint de grain ou une surface libre.

#### D.2. Germination

On peut comparer le problème de la germination de boucles de dislocations de macles par les effets combinés de l'agitation thermique et de la contrainte appliquée à celui de la création d'une dislocation parfaite par les mêmes causes; ce problème a été traité, par exemple, par Christian (1965) et Friedel (1964). Pour une boucle de diamètre donné, l'énergie d'activation est proportionnelle au carré du vecteur de Burgers et la contrainte nécessaire est directement proportionnelle au vecteur de Burgers. Donc dans des structures où le cisaillement de maclage est suffisamment petit, il est possible que la croissance normale comprenne une germination spontanée de petits îlots de macles sur chaque plan cristallographique successif. Par exemple, si le vecteur de Burgers de la dislocation de macle est d'environ un dixième de distance interatomique, on calcule qu'avec une contrainte de  $8.10^{-4}$  G (G = module de cisaillement), l'énergie d'activation ne vaut que 0,2 eV et le rayon critique vaut 100 A°. Mais si le vecteur de Burgers de la dislocation de macle est supérieur au tiers de la distance interatomique (c'est le cas des cristaux de structure cubique), la probabilité de germination spontanée est négligeable. Dans le cas du zinc, le vecteur de Burgers de la dislocation de macle est environ 0,09 a (0,235 A°); donc la possibilité de germination spontanée existe.

Il semble que ce mécanisme ne soit pas entièrement satisfaisant; une théorie de la croissance normale d'une macle sans germination thermique a été proposée simultanément par Cottrell et Bilby (1951) pour les métaux cubiques à faces centrées et par Millard et Thompson (1952) pour les métaux hexagonaux.

La théorie est analogue à celle de la croissance d'un cristal à partir d'une phase vapeur. Elle est fondée sur les propriétés du noeud formé quand une dislocation passe de la matrice à la macle. La dislocation qui traverse le joint, dislocation polaire, doit avoir un vecteur de Burgers dont la composante normale au plan K1 a pour module qd (q = ordre du plan parallèle à  $K_1$ , d = distance réticulaire des plans  $K_1$ ). Quand la dislocation de macle se déplace dans le joint, elle tourne autour du noeud et, avec le noeud, elle se déplace de qd à chaque tour complet. Des "blocs" d'épaisseur qd supportent ainsi successivement un déplacement égal l'un par rapport à l'autre, ce qui donne, macroscopiquement, le cisaillement du maclage. Bien entendu, un réarrangement atomique ne peut pas être expliqué par ce mécanisme, mais il doit se produire spontanément au cours de la croissance. Des noeuds simples, donnant une marche en spirale, et des noeuds doubles donnant des terrasses de dislocations de macles, sont possibles comme dans les phénomènes analogues de croissance des cristaux.

Les conditions géométriques pour l'existence d'un noeud générateur de ce type peuvent toujours être remplies, mais il est moins facile de comprendre pourquoi la dislocation polaire est ancrée. En général, la dislocation polaire doit être une dislocation parfaite du réseau. La stabilité d'un noeud peut alors être simplement due à la difficulté qu'éprouve une telle dislocation à glisser. Par exemple, les dislocations du type c peuvent, dans les métaux hexagonaux, convenir comme dislocations de pôle mais n'interviennent pas dans le glissement. A première vue, ce mécanisme fournit une explication pour la germination et la croissance d'une macle. Il rend également compte des vitesses de croissance observées. Il est cependant limité à la croissance d'un germe déjà existant. Il n'y a pas de preuve directe de l'existence du mécanisme de pôle, bien que certaines observations au microscope électronique l'aient confirmé indirectement. Actuellement aucune autre explication possible ne se dessine pour la croissance d'une macle qui traverse un monocristal ou pour celle dont le cisaillement de maclage est trop grand pour qu'il y ait germination spontanée de marches à l'interface. Une bonne preuve indirecte en faveur de ce mécanisme est cependant offerte par les observations de

changement de forme qui accompagnent la croissance cohérente d'une structure hexagonale compacte à partir d'une structure cubique à faces centrées (Christian, 1965) (fig. A.III.4).

#### E. APPLICATION au ZINC

#### E.1. Généralités

Les deux théories proposées pour la formation des macles, la germination homogène ou spontanée et le mécanisme de pôle ont été successivement appliquées au zinc.

La contrainte théorique nécessaire pour le maclage a été calculée pour le zinc par Bell et Cahn (1957). Elle est de 1.200 MPa. Quelle que soit la théorie utilisée, il faut trouver un facteur de multiplication de la contrainte locale qui permette d'atteindre cette valeur. Cette situation peut se présenter, en particulier, au voisinage d'un joint de grains où des contraintes existant dans un grain s'y sont développées de par la présence d'un empilement de dislocations dans l'autre. Chyung et Wei (1967), réexaminant le mécanisme de pôle dans le zinc, ont montré que les macles observées ont deux sources : les joints de grains et les joints de macles primaires. Dans tous les cas, un certain allongement, donc un glissement sur le plan basal ou pyramidal de deuxième espèce se manifeste avant le maclage. De même l'apparition d'un macle entraîne un crochet dans la courbe de traction.

L'ensemble des résultats de Chyung et Wei (1967) conduit aux conclusions suivantes :

- les macles se forment à des endroits de concentration de contraintes tels que joints de grains, joints de macles, etc.
- La concentration de contraintes au joint de grain n'est pas aussi élevée que la contrainte théorique de maclage, mais elle est de l'ordre de grandeur de celle nécessaire pour former deux interfaces cohérents de macles.
  - Dans un bicristal, les macles se forment dans un grain sous l'action des empilements de dislocations qui sont de l'autre côté du joint.
  - La cission réduite pour le maclage varie avec l'orientation propre du grain et aussi avec l'orientation du grain par rapport au grain voisin.
  - Le glissement précède toujours le maclage, mais l'activation d'un seul système de glissement semble nécessaire pour faire germer des macles. Ceci a été confirmé par Altshuler et Christian (1966) notamment.

#### E.2. Germination

Tout mécanisme de germination est difficile à prouver puisque, la tension critique de propagation d'une macle étant inférieure à celle de la nucléation, la macle se forme très rapidement lorsqu'elle est nuclée.

Le mécanisme de germination proposé par Chyung et Wei (1967) est fondé sur le mouvement des dislocations de macle existantes. Celles-ci vont former une lamelle de macle qui grossit jusqu'à ce que se produise un germe stable (figure A.III.5).

Une macle-embryon se définit comme une région de grande déformation limitée par des dislocations de macle mais de dimensions insuffisantes pour être stable. Comme le cisaillement de maclage dans le zinc est faible (0,139), il est possible de trouver une zone au voisinage d'une dislocation dans laquelle le cisaillement dans la direction de maclage est égal ou supérieur au cisaillement de maclage et à l'extérieur de laquelle, le cisaillement est inférieur à celui du maclage.

Une telle région peut être considérée comme déjà maclée et entourée de dislocations de macles, c'est-à-dire comme une macle-embryon. On peut calculer le rayon de cette région par des considérations basées sur l'énergie ou sur la déformation, ce qui donne un rayon d'environ 40 A°. Il faut remarquer que cet embryon associé à une dislocation parfaite ne peut être un germe potentiel que si la dislocation est fortement ancrée. Si non, celle-ci se déplacera sous l'action de la contrainte avant les dislocations de macle. Il en résulte que seules les dislocations de tête d'un empilement peuvent devenir un germe potentiel de macle. Si l'on considère les forces agissant sur la lamelle de macle, on peut montrer que la dimension critique, au-delà de laquelle la macle est stable, est d'environ 400 A°. Donc au-delà de 200 couches atomiques, le germe devient stable.

Chyung et Wei (1967) dans leur étude de bicristaux ont montré que :

- un embryon se forme dans un grain sous l'action de l'empilement de dislocations du grain voisin; cet embryon se forme car la contrainte exercée par l'empilement est de l'ordre de grandeur de celle nécessaire pour former un germe de macle.
- L'énergie de croissance de la macle à une couche ainsi formée est inférieure à son énergie de formation et elle atteint automatiquement une épaisseur de 10 couches atomiques.
- Cet embryon peut croître et atteindre les 200 couches critiques par un processus de croissance que nous résumerons ultérieurement.

De même, dans un monocristal, la dislocation sessile [0001] formée par interactions des dislocations basales et pyramidales (Bell et Cahn, 1957) possède une macle-embryon associée à son champ de contraintes. La contraintes de cisaillement nécessaire pour la croissance de cet embryon peut provenir de l'empilement des dislocations dans les plans pyramidaux de deuxième espèce. Un modèle similaire peut expliquer la germination de macles secondaires aux joints de macles primaires. En effet, le glissement dans la région maclée peut provoquer une concentration de contraintes suffisante pour induire la germination de macles de l'autre côté du joint.

#### E.3. Croissance d'une macle

Quel que soit le processus de germination adopté, il faut ensuite expliquer la croissance et le grossissement normal, c'està-dire perpendiculairement au plan de composition. En ce qui
concerne la croissance des macles, le problème a été abordé par Yoo et Wei (1966<sup>a</sup>, 1966<sup>b</sup>) qui proposent un mécanisme de pôle dérivé de celui proposé par Millard et Thompson (1952); c'est en fait une adaptation de celui proposé par Sleeswijck et Verbraak (1961) pour les métaux cubiques centrés. Il s'agit, en fait, d'analyser les effets du passage de différentes dislocations au travers du joint de macle. Nous nous limiterons à donner les principes fondamentaux; ce problème ne paraît pas avoir reçu une solution satisfaisante (Levasseur, 1973; Tomsett et Bevis, 1969).

Toute dislocation, même une dislocation vis, ne peut glisser dans n'importe quel plan cristallographique à cause de l'anisotropie cristalline. Donc le plan de glissement ainsi que le vecteur de Burgers doivent être pris en considération dans un processus d'incorporation. Une dislocation qui approche le joint de macle cohérent est probablement un morceau de boucle qui grossit. L'orientation de la portion de dislocation incorporée à la macle devrait être celle d'une ligne tangente au joint ou parallèle à l'intersection du plan de glissement et du joint cohérent. A moins que cette portion de ligne ne soit en position vis pure, elle ne peut glisser, dans la macle, que sur d'autres plans cristallographiques à bas indices (forte densité atomique). Ces principes sont à la base des divers processus d'incorporation qui ont été étudiés.

## E.4. Grossissement des macles

Lorsqu'une dislocation coin glisse dans la matrice et doit poursuivre son mouvement à l'intérieur d'une macle, le passage de l'interface se traduit par la création d'une marche. Chaque marche sera en fait une dislocation de macle puisqu'elle sépare la région maclée de la matrice. L'épaisseur de la macle augmente ou diminue suivant la direction de la contrainte appliquée à ces dislocations de macle. Il est à remarquer que les dislocations intervenant dans le processus d'incorporation ne s'étendent pas toujours jusqu'à la surface libre du cristal (Tomsett et Bevis, 1969a et 1969b). Un modèle général à trois dimensions, identique à celui proposé par Ishii et Kiho (1963a et b) est représenté à la figure A.III.6. On y note qu'une portion BCD de la boucle ABCDE de vecteur de Burgers  $\vec{X}$  est incorporée dans une macle pour devenir une dislocation BCD de vecteur de Burgers X<sup>°</sup>. Une dislocation de macle nb est laissée au joint cohérent, n étant le nombre de plan (1102) de la macle que le vecteur  $\overline{X}$  coupe. La composante coin de la dislocation de macle représente la marche sur le joint de hauteur nd, d étant la distance réticulaire des plans de macle. Le vecteur de Burgers des lignes AB et DE à leurs noeuds respectifs B et D a une composante normale au plan de macle de longueur nd. Le joint de macle, qui était plan à l'origine, devient une surface à double hélice. Un mécanisme du type Frank-Read peut transformer successivement des couches de la matrice en macle et inversément suivant la direction de la contrainte. Un tel mécanisme permet, en outre, d'expliquer les "bulges" observés sur des joints de macles (Yoo et Wei, 1966). C'est le cas particulier où soit AB soit DE est une dislocation vis C (figure A.III.6).

En résumé, le maclage déforme le réseau localement et rend glissiles des dislocations qui ne l'étaient pas. Le rôle pratique du maclage dans l'accroissement de la ductilité est toujours sujet à controverse. Certains auteurs tels Kocks et Westlake (1967) pensent que le maclage peut accroître très nettement la ductilité du zinc. Nous pensons, plus prudemment, que le rôle du maclage sur une caractéristique mécanique peut être favorable ou défavorable selon les conditions expérimentales de la sollicitation.



### Fig. A.I.1.

## Mailles possibles pour le système hexagonal compact

- 1) maille d'un réseau de Bravais hexagonal primitif avec un motif de deux atomes : (0,0,0) et (2, 1, 1);  $\overline{3}$   $\overline{3}$   $\overline{2}$
- maille d'un réseau de Bravais rhomboédrique (primitive, un atome par noeud);
- 3) maille non primitive, ne correspondant à aucun réseau de Bravais. Prisme hexagonal de côté a, de hauteur c. Atomes à tous les angles, au centre des faces et trois atomes dans le plan c.  $\overline{2}$



Fig. A I 2



Type de dislocation	Nombre total de dislocations	Vect <b>eur</b>	Indice du vecteur		Module du vecteur
Parfaite			Miller-Bravais	Miller	· · · · ·
AB	6	<u>a</u>	1/3 [ 1120 ]	[110] [100] [01 <sup>.</sup> 0]	a
ST	2	<u>ċ</u>	[0001]	[001]	c
ST + AB	12	<u>c</u> + <u>a</u>	1:/3 [1123]	{111 ] [011 }	$\sqrt{\alpha^2 + c^2}$
Imparfaite					
A 0'	6	$\frac{2a_1}{3} + \frac{1}{3} \frac{a_2}{3}$	1/3[1010]	1/3[110] 1/3[210]	$\frac{\alpha}{\sqrt{3}}$
٥°s	4	<u>1</u> <u>c</u> 2	1/2[0001]	1/2[001]	<u>r</u> 2
AS	12 $\frac{2}{3} \frac{a_1}{3} +$	$\frac{1}{3}\frac{a_2}{2} + \frac{1}{2}\frac{c}{2}$	1/6 [ 2023]	1/6 [423] 1/6[223]	$\sqrt{\frac{\dot{c}^2 + \frac{a^2}{3}}{4}}$

Fig A II 1



# Fig. A.II.2. Sphères en empilement compact.



Fig. A.II.3. Dissociation d'une dislocation parfaite en deux partielles de Shockley séparées par un défaut d'empilement.









Fig. A II 4





Fig. A.11.5.

- (a) précipitation d'une couche d'interstitiels.
- (b) Boucle de dislocation prismatique résultant d'une couche d'interstitiels; la boucle contient un défaut d'empilement de haute énergie (3 violations).
- (c) Boucle prismatique contenant un défaut d'empilement de faible énergie (1 violation).



Fig. A.II.6. Formation d'une boucle de dislocation prismatique.

- (a) Cristal contenant une grande densité de lacunes (hors équilibre).
- (b) Les lacunes se sont rassemblées sur un plan compact.
- (c) Effondrement conduisant à la formation d'une boucle de dislocation.



Fig. A III 1





(a.)

b ++ P (b.)

Fig. A III 2



Fig A III 3



Fig. A III 4







Fig. A.III.6. Croissance d'une macle dans le zinc par incorporation d'une dislocation basale.

### BIBLIOGRAPHIE

ADAMS K.H., VREELAND T., WOOD D.S. (1965) Basal dislocation mobility in high purity zinc single crystals -California Institute of Technology.

ADAMS K.H., BLISH R.C., VREELAND T (1967a) Mat. Eng. Sci 2,201

ADAMS K.H., VREELAND T., WOOD D.S. (1967b) Mat. Eng. Sci 2,37

ADAMS K.H., (1968) J. Appl. Phys. 39,4040

ADDA Y., DUPOUY J.M., PHILIBERT J., QUEREY (1979). Eléments de Métallurgie Physique, C.E.A.

AGNOR T.J., SHANK M.E. (1950) J. Appl. Phys. 21,939

AGRAWAL S.P., SARGENT G.A., CONRAD H. (1973) Met. Trans. 4A,2613

AKHTAR A. (1973) J. Nucl. Mat. 47,79

ALERS G.A., ARMSTRONG R.W., BECHTOLD J.H. (1958a) Trans AIME 212, 523

ALERS G.A., NEIGHBOURS J.R. (1958b) J. Phys. Chem. Sol. 7,58

ALTSHULER T.L., CHRISTIAN J.W. (1966) Acta Met 14,903

ANDERSON E.A., BOYLE E.J., RAMSEY P.W. (1944) Trans AIME 156,278

ANDRADE da E.N.C., ROSCOE R. (1937) Proc. Roy. Phys. Soc. 49,152

ANDREWS K.W., DYSON D.J., KEOWN S.R. (1967) Interpretation of electron diffraction patterns, Adam Hilger Ltd.

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

AUST K.T., HANNEMAN R.E., NIESSEN P., WESTBROOK J.H. (1968) Acta Met 16,291

AZAROFF L.V., BUERGER M.J. (1958) The powder method in X-ray cristallography, Mc Graw-Hill

./..

BAILEY J.E., HIRSCH P.B. (1960) Phil. Mag. 5,485 BARRETT C.S. (1957) Structure des métaux, Dunod BASINSKI Z.S. (1964a) Disc. Far. Soc. 38,93 BASINSKI Z.S., BASINSKI S.J. (1964b) Phil. Mag. 9,51 BASINSKI Z.S. (1967) Dislocation dynamics Mc Graw Hill BELL R.L., CAHN R.W. (1957) Proc. Roy. Soc. A239, 494 BERGHEZAN A., FOURDEUX A., AMELINCKX S. (1961) Acta Met 9,464 BLEUS J., LERUSSE A., WEGRIA J. (1967) Rap. Int. CRM. NF 3/67-Zn 22 BLISH R.C., VREELAND T. (1968) J. Appl. Phys. 39,2816 BLISH R.C., VREELAND T. (1969) J. Appl. Phys. 40,884 BOCEK M., KASKA V. (1964a) Phys. Stat. Sol. 4,325 BOCEK M., HOTZSCH L. (1964b) Phys. Stat. Sol. 6,777 BROWN N.. LUCKENS K.F. (1961) Acta Met 9,106 BUHLER H., WAGENER H.W. (1967) Z. Metallkde 968,136 BURDEN M.H., HUNT J.D. (1974) J. Cryst. Growth 22,99 BURDEN M.H., HUNT J.D. (1975) Met. Trans. 6A,240 BURR D.J., THOMSON N (1965) Phil. Mag. 12,229 CAHN R.W. (1953) Nuovo Cimento Suppl 10,350 CAHN R.W. (1956) Acta Met 4,449 CAHN R.W. (1962) Acta Met 10,789 CHALMERS B (1937) Proc. Roy. Soc. A162,120 CHALMERS B (1963) Métallurgie Physique, Dunod CHOU J.T. (1962) J. Appl. Phys. 33(9),2747 CHRISTIAN J.W. (1965) The theory of phase transformations in metals and alloys, Pergamon Press. CHYUNG C.K., WEI C.T. (1967) Phil. Mag. 15,161

B.2

CLAREBROUGH L.M., HARGREAVES M.E. (1959) Progr. Met. Phys. 8,1

COTTRELL A.H. (1950) Symposium on the plastic deformation of crystalline solids, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh

COTTRELL A.H., BILBY B.A. (1951) Phil. Mag. 42,573

COTTRELL A.H. (1953) Dislocations and plastic flow in crystals, Oxford University Press.

COTTRELL A.H., STOKES R.J. (1955) Proc. Roy. Soc. A233,17

COTTRELL A.H. (1958) Trans AIME 212,192

CRANE F.A.A., ALEXANDER J.M. (1968) J. Inst. Met. 96,289

CROCKER A.G. (1962) Phil. Mag. 7,1901

CRUSSARD C. (1946) Rev. Metal. 43,307

- DELEIRIS J. (1974) L'analyse morphologique des cassures, Masson
- DERUYTTERE A., GREENOUGH G.B. (1956) J. Inst. Met 84,337

DIEHL J. (1956a) Z. Metallkde 47,331

DIEHL J. (1956b) Z. Metallkde 47,411

DOBSON P.S., SMALLMAN R.E. (1966) Proc. Roy. Soc. A293,423

DOBSON P.S., SMALLMAN R.E. (1970) Scripta Met 4,345

- DOUBLIER M.M. (1973) Etude de la déformation plastique du zinc pur et faiblement allié par laminage et torsion. Thèse de Doctorat. Nancy I.
- ECOB N.R. (1981a) The microstructure and deformation of zinc and its alloys, PhD Thesis, Cambridge University.

ECOB N.R., RALPH B. (1981b) Proc. Riso Meeting, 173

ECOB N.R., RALPH B (1983) Met. Sc. 17,317

EDWARDS E.H., WASHBURN J., PARKER E.R. (1953) J. Metals, 1575

EISSA H.M. (1977) Phys. Stat. Sol. a, 43,343

ELAM C.F. (1935) Distorsion of Metal Crystals, Oxford University Press ESCAIG B., FONTAINE G., FRIEDEL J. (1967a) Can. J. Phys. 45,481 ESCAIG B., (1967b) Dislocation dynamics, Mc Graw-Hill ESCAIG B. (1968) J. Phys. 29,225 ESHELBY J.D., READ W.T., SCHOCKLEY W. (1953) Acta Met 1,251 ESSMANN U. (1964) Acta Met 12,1468 FARENHORST W., SCHMID E. (1930) Z. Physik 64,845 FOREMAN A.J.E. (1955) Acta Met 3,322 FLEMINGS M. (1974) Solidification processing, Mc Graw-Hill FRANCOIS D., JOLY L. (1972) La rupture des métaux, Masson FRANK F.C., STROH N. (1952) Proc. Phys. Soc. B65,295 FRANK F.C., NICHOLAS J.F. (1953) Phil. Mag. 44,1213 FRANK F.C. (1965) Acta Cryst. 18,862 FREDRIKSON H. HILLERT M (1972) Met. Trans. 3A,565 FRIEDEL J. (1964) Dislocations, Pergamon Press. GAGNON G (1968) Extrusion of zinc at high temperatures and strain rates, Ph D Thesis, Mc Gill University, Montreal GALLAGHER L.S. (1965) Phil. Mag. 12,355 GASPARD C., MESSIEN P., MIGNON J (1978) Proc. ICOTOM 5, Aachen GASPARD C., MESSIEN P., MIGNON J (1979) Textures Cryst. Sol. 3,127 GASPARD C. (1980) Note CRM - Resultats non publiés GEBHARDT E. (1941) Z. Metallkde 33,355 GILMAN J.J. (1955) Trans AIME 203,206 GILMAN J.J. (1956a) J. Met 8,1326 GILMAN J.J. (1956b) Trans AIME 206,1326 GOUZOU J. (1965) CRM Met Rep 4,31 GOUZOU J. (1966) Problèmes fondamentaux de la déformation et de la rupture de l'acier, Publications CRM, Liège

**B.4** 

GOUZOU J., DORLOT J.M. (1966) C.R. Acad. Sc. Paris 263,1193 GOUZOU J. (1967a) C.R. Acad. Sc. Paris 265,352 GOUZOU J. (1967b) Rap. Int. CRM MP 28/67 - RF46 GOUZOU J. (1969). Le problème de la déformation plastique en traction monoaxée dans l'acier doux. Publications CRM. Liège GOUZOU J., WEGRIA J., HABRAKEN L. (1971) CRM Met Rep 27,55 GOUZOU J. D'HAEYER R. (1974) CRM Met Rep 39,11 GREENWOOD J.W., QUARRELL A.G. (1953/54) J. Inst. Met 82,551 G'SELL C., CHAMPIER G. (1980) Phil. Mag. 41,917 HALL E.D. (1951) Proc. Phys. Soc. B64,747 HARRIS J.E., MASTERS B.C. (1966) Proc. Roy. Soc. A292,240 HAUSER F.E., LANDON P.R., DORN J.E. (1956) J. Met 8,589 HAZZLEDINE P.M. (1966) Journ. Phys. C3-210 HAZZLEDINE P.M. (1967) Can. J. Phys. 45,765 HEINE W., ZWICKER U. (1962a) Z. Metallkde 53,380 HEINE W., ZWICKER U. (1962b) Z. Metallkde 53,386 HEUBNER U., PELZEL E. (1975) Metall 29,875 HIRSCH P.B., LALLY J.S. (1965) Phil. Mag 12,595 HIRTH J.P., LOTHE J. (1968) Theory of dislocations, Mc Graw-Hill HOCKETT J.E. (1967) Trans AIME 239,969 HOLDEN J. (1952) Phil. Mag. 43,976 HOLT D.L. (1970) J. Appl. Phys. 41,3197 HONEYCOMBE R.W.K. (1961) Progr. Met. Phys. 9,95 HONEYCOMBE R.W.K. (1977) The plastic deformation of metals, Arnold HORNBOGEN E. (1970) Prakt. Metallogr. 9,349 HULL D. (1960) Acta Met. 8,11

IANDELLI A., PALENZONA A. (1967) J. Less Common Met. 12,333

ISCHII K., KIHO H. (1963a) J. Phys. Soc. Japan 18,1122

ISHII K., KIHO H. (1963b) J. Phys. Soc. Japan 18,1133

JAOUL B. (1965) Etude de la plasticité et application aux métaux, Dunod.

JASSBY K.M., VREELAND T. (1976) Scripta Met 10,481

JASSBY K.M., VREELAND T. (1977) Mat. Sci. Eng. 27,1

JILLSON D.C. (1950) Trans AIME 188,1129

JOHNSON L., ASHBY M.F. (1968) Acta Met 16,219

- JONAS J.J., Mc QUEEN H.J., DEMIANCZUK D. (1968) Iron Steel Inst. Spec. Rep. N° 108, 97-99
- JONAS J.J., Mc QUEEN H.J. (1976) Mise en forme des métaux et alliages. Editions du C.N.R.S.
- JOUFFREY B. (1979). Dislocations et déformation plastique (cours d'été d'Yravals) Editions de Physique

KEMSLEY D.S. (1960) Acta Met 8,740

- KLUG H.P., ALEXANDER L.E. (1954) X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials, J. Wiley
- KOCHENDORFER A. (1941) Plastische Eigenschaften von Kristallen, Berlin
- KOHLER V. (1982) Deformation of zinc alloys, Cambridge University

KOCKS U.F. (1964) Trans. AIME 230,1160

- KOCKS U.F., CHEN H.S., RIGNEY D.A., SCHAEFER R.J. (1966) Work hardening, Gordon and Breach
- KOCKS U.F., WEST LAKE D.G. (1967) Trans AIME 239,1107

KOVACS I., ZSOLDOS L. (1973). Dislocations and plastic deformation, Int. series Monogr. in Nat. Phil. Vol. 6, Pergamon Press

B.7

LAVRENTYEV F.F., SALITA O.P., STARTSEV A. (1966) Fiz. Met. Metallov. 21,97

LAVRENTYEV F.F., SALITA O.P. (1968) Fiz. Met. Metallov 23,548

- LAVRENTYEV F.F., SALITA O.P., VLADIMIROVA V.L. (1968) Phys. Stat. Sol. 29,569
- LAVRENTYEV F.F., SALITA O.P., KAZOROW J.G. (1968) Fiz. Met. Mettalos 26,348
- LAVRENTYEV F.F., VLADIMIROVA V.L., GAYDUK A.L. (1969) Fiz. Met. Metallov 27,732
- LAVRENTYEV F.F., VLADIMIROVA V.L. (1970) Fiz. Met. Metallov. 29,150
- LAVRENTYEV F.F., POKHIL Y.A., ZOLOTUKHINA I.N. (1976) Mat. Sci. Eng. 23,69
- LESLIE W.C., MICHOLAH J.T., ANL F.W. (1963) Iron and its dilute solid solutions, Interscience
- LEVASSEUR J. (1973) Etude de l'intersection des mailles mécaniques dans le fer . Application à l'initiation et à la propagation d'une fissure de clivage - Thèse de Doctorat, Université de Paris (Orsay).

LUCKE K., MASING G., SCHRODER K. (1955) Z. Metallkde 46,792

LUCKE K., DETERT K. (1957) Acta Met 5,628

- LUTTS A., WEGRIA J., LERUSSE A. (1967). Détermination de la structure cristallographique du Ti Zn<sub>15</sub>. Rap. int. CRM NFM/67-Zn 28
- MADER S. (1963). Electron microscopy and strength of crystals, Interscience
- MAHAJAN S.. WILLIAMS D.F. (1973) Int. Met. Rev. 18,43

MAN J., HOLZMANN M., VLACH B. (1967) Phys. Stat. Sol. 19,543

- MARK H., POLANYL M., SCHMID E. (1922) Z. Phys. 12,58
- Mc G. TEGART W.J., SHERBY O.D. (1958) Phil. Mag. 8 (3), 1287
- Mc G. TEGART W.J. (1962/63) J. Inst. Met. 91,99

Mc G. TEGART W.J. (1968) Ductility, A.S.M.

Mc LEAN D. (1966) Rep. Prog. Phys. 29,1

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

Mc QUEEN H.J., WONG W.A., JONAS J.J. (1967) Can. J. Phys. 45,1225

Mc QUEEN H.J., JONAS J.J. (1975) Treatise on materials science and technology, vol 6,393

MECKING H., LUCKE K. (1970). Second Int. Conf. on Strength of metals and alloys, Asilomar

MESSIEN P., WEGRIA J. (1972) CRM Met. Rep. 32,61

MICHEL J.P., CHAMPIER G. (1975) Mém. Sci. Rev. Met. 2,111

MICHEL J.P. (1979). Influence d'une prédéformation en glissement pyramidal sur le glissement basal du zinc. Thèse de Doctorat - (Nancy).

MILLARD D.J., THOMPSON N. (1952) Phil. Mag. 43,422

MITCHELL T.E., THORNTON P.R. (1964) Phil. Mag. 10,315

MOORE A.J.W. (1952) Proc. Phys. Soc. 55B, 956

MOORE A.J.W. (1955) Acta Met. 3,163

MOTT N.F. (1953) Phil. Mag. 44,742

MOULD P.R., COTTERILL P. (1967) J. Met. Sci. 2,241

MULLER H., HAESSNER F. (1981) Proc. Icotom 6 (Tokyo), vol 2,1011

NABARRO F.R.N. (1947) Proc. Phys. Soc. 59,256

NAGATA N., VREELAND T. (1972) Phil. Mag. 25, 1137

NELSON J.B., RILEY D.P. (1945) Proc. Phys. Soc. 57,160

NEUMEIER L.A., RISBECK J.S. (1970) U.S. Bureau Mines, Rolla, Int. Rep. Invest. 7363

NICHOLAS J.F. (1966) Acta Cryst, 21,880

NICHOLAS J.F. (1970) Phys. Stat. Sol. a 1,153

NIESSEN P., WINEGARD W.C. (1966) J. Inst. Met. 94,31

OTTE H.M., CROCKER A.G. (1965) Phys. Stat. Sol. 9,441 OTTE H.M., CROCKER A.G. (1966) Phys. Stat. Sol. 16, K25 PARTRIDGE P.G. (1967) Int. Met. Rev. 12,169 PARTRIDGE P.G., GARDINER R.W. (1967) Scripta Met 1,139 PASTORET P., WEGRIA J. (1971) CRM Met Rep 26,51 PEARSON W.B. (1967) Handbook of lattice spacings and structures of metals, Oxford Press PEIERLS R.E. (1940) Proc. Phys. Soc. 52,23 PEISSKER H. (1965) Acta Met 13,419 PELZEL E. (1969) Metall 23,782 PETCH N.J. (1953) J. Iron Steel Inst. 173,25 PETCH N.J., ZEIN F (1954) Progr. Met. Phys. 5,17 PETCH N.J. (1958) Phil. Mag. 3,1089 PETTY E.R. (1962/63) J. Inst. Met. 91,274 PFEIFFER W. (1962) Phys. Stat. Sol. 2,1727 PICCININ A., WEGRIA J., RACEK R. (1975) Rap. Int. CRM NF 5/75 - Zn 143 PICCININ A., WEGRIA J. (1976) Rap. Int. CRM NF 6/76 - Zn 149 PICCININ A., WEGRIA J., RACEK R. (1976) Proc. I.C.S.M.A.4, vol 2,659 PICCININ A., WEGRIA J., RACEK R. (1977) CRM Met Rep 51,23 PICCININ A., RACEK R., WEGRIA J. (1978) Rap. Int. CRM NF5/78 -Zn 174 POINTU P. (1963) Mécanismes de déformation du Béryllium, thèse de Doctorat ès Sc. Phys., Paris POIRIER J.P. (1976) Plasticité à haute température des solides cristallins, Eyrolle POIRIER J.P., LE HAZIF R. (1976) Congrès de la S.F.M.E. -Clermont-Ferrand POPE D.P., VREELAND T, WOOD D.S. (1967) J. Appl. Phys. 38,4011

PRATT P.L., PUGH S.F. (1952) J. Inst. Met 80,653

PRATT P.L., PUGH S.F. (1953) Acta Met 1,218

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

PRICE P.B. (1961a) Phil. Mag. 6,449

PRICE P.B. (1961b) J. Appl. Phys. 32,1746

PRICE P.B. (1961c) J. Appl. Phys. 32,1750

PRICE P.B. (1963) Electron Microscopy and strength of crystals, Esit. Thomas G. and Washburn J., Interscience

RACEK R., WEGRIA J., PICCININ A. (1977a) Rap. Int. CRM 2/77 -Zn 152

RACEK R., WEGRIA J., PICCININ A. (1977b) Rap. Int. CRM 16/77 -Zn 166

RALPH B., BARLOW C.Y., ECOB N. (1980) 38th Ann. Proc. Elect. Micr. Soc. Amer., 366

RALPH B., ECOB R.C., PORTER A.J., BARLOW C.Y., ECOB N.R. (1981) Proc. Risø Meeting, 111

READ W.T. (1952) Les dislocations dans les cristaux, Dunod.

REGNIER P. (1969) Rapport CEA - R - 3868, C.E.N. Soclay

REGNIER P., DUPOUY J.M. (1970) Phys. Stat. Sol. 39,79

RENNHACK E.H., CONARD G.P. (1966a) Trans AIME 236,941

RENNHACK E.H., CONARD G.P. (1966b) Trans AIME 236,694

RISEBROUGH N.R. (1965) Ph. D. Thesis, Univ. British Columbia, Vancouver

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

ROBERTS J.M. (1960) Ph. D. Thesis, Pennsylvania University

ROBERTS J.M., BROWN N. (1960) Trans AIME 218,454

ROSENBAUM H.S. (1961) Acta Met 9,742

ROSENBAUM H.S. (1964) Deformation twinning, Gordon and Breach

- ROY R.B. (1967) Phil. Mag. 15,477
- SAH J.P., RICHARDSON C.J., SELLARS C.M. (1969) J. Australian Inst. Met. 14,292
- 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. (1969) Scripta Met 3,927
- SASTRY D.H., PRASAD Y., VASU K.I. (1970) Met. Trans. 1,1827
- SCHOECK G., SEEGER A. (1955) Report on Conf. on defects in crystalline Solids, Physical Society, London
- SCHOTTKY G., SEEGER A., SPEIDEL V. (1965) Phys. Stat. Sol. 9,231
- SCHMID E. (1926) Z. Physik 40,54
- SCHMID E., BOAS W. (1935) Kristallplastizität, Springer Verlag
- SEEGER A. (1957) Dislocations and mechanical properties of crystals, Wiley
- SEEGER A., DIEHL J., MADER S., REBSTOCK K. (1957) Phil. Mag. 2,323
- SEEGER A., TRAUBLE H. (1960) Z. Metallkde 51,435
- SEEGER A., MADER S., KRON MULLER H. (1963) Electron microscopy and strength of cristals, Interscience
- SEITZ F. (1952) Phil. Mag. Suppl. 1,43
- SHERBY O.D., DORN J.E. (1954) Proc. Soc. Exp. Sctress. Anal. 12 (1), 139
- SLEESWYCK A.W., VERBRAAK C.A. (1961) Acta Met 9,917

SLEESWYCK A.W., (1962) Acta Met 10,803

- SMIDODA K., GOTTSCHALK G., GLEITER H. (1979) Met. Sci. 3-4, 146
- SMITH E., WORTHINGTON P.J. (1964) Phil. Mag. 9,211
- SOIFER J.M., SHTEINBERG I. (1971) Phys. Stat. Sol. a 6,409
- SOIFER J.M., SHTEINBERG I. (1972) Phys. Stat. Sol. a 10,K113

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

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

- STOFEL E.J., WOOD D.S. (1962) Fracture in Solids, Gordon and Breach
- STOHR J.F. (1972) Contribution à l'étude des modes de glissement secondaires dans le magnésium. Thèse de Doctorat ès Sciences Physiques, Paris (Orsay).

STRAUMANIS M.E., IEVINS A. (1936) Z. Phys. 98,461

STRAUMANIS M.E., IEVINS A. (1940) Die Präzisionsbestimmung von Gitterkonstanten nach der asymmetrischen Methode, Springer Verlag

STRAUMANIS M.E. (1949) J. Appl. Phys. 20,726

- STRINGER J., EDINGTON J.W., RAREY C.R. (1966) Crystallographic techniques for the interpretation of transmission electron micrographs of hexagonal metals -Columbus Labs, Buttelle Institute.
- STROH A.N. (1957) Adv. Phys. 6,418

STUWE H.P. (1965) Acta Met 13,1337

SUITS J.C., CHALMERS B (1961) Acta Met 9,854

SWIFT H.W. (1952) J. Mech. Phys. Sol. 1,1

TAPETADO E.G., SMALLMAN R.E., LORETTO M.H. (1974a) Crys. Latt. Def. 5,199

TAPETADO E.G., LORETTO M.H. (1974b) Phil. Mag 30,515

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

TAYLOR A., SINCLAIR H (1945) Proc. Phys. Soc. 57,126

TAYLOR A., LEBER S. (1954) Trans AIME 2,190

THOMPSON A.W. (1976) Rap. Int., Science Center Rockwell Int.

THORNTON P.R., MITCHELL T.E., HIRSCH P.B. (1962) Phil. Mag. 7,337

TINDER R.F. (1965) Acta Met 13,136

#### B.13

TOMSETT D.I., BEVIS M (1969a) Phil. Mag. 19(157), 129 TOMSETT D.I., BEVIS M (1969b) Phil. Mag. 19(159), 533 TROZERA T.A., SHERBY O.D., DORN J.E. (1957) Trans ASM 49,173 TRUSZKOWSKI W., LATKOWSKI A. (1967) Mem. Sci. Rev. Met 4,359 TYAPUNINA N.A., PASHENKO T.N., ZINENKOVA G.M. (1975) Phys. Stat. Sol. a 31.309 TYSON W. (1967) Acta Met 15,574 VIGNAU J.M. (1968) Le maclage du zinc - Rap. C.R.M. VOCE E. (1948) J. Inst. Met. 74,536,760 VON MISES R. (1928) Z. Angew. Math. Mech 8,161 WASHBURN J. (1965) Appl. Phys. Lett. 7,183 WASHBURN J., CASS T. (1966) Journ. Phys. 27, C3-168 WASHBURN J., MURTY G. (1967) Can. Journ. Phys. 45,523 WEERTMAN J., WEERTMAN J.R. (1974) Physical Metallurgy, Edit. Cahn R.W., pp. 983-1.009, Interscience WEGRIA J., GOUZOU J. (1970) Rap. Int. CRM 14/70 - Zn 86 WEGRIA J., HABRAKEN L. (1970) CRM Met Rep 22,49 WEGRIA J., GOUZOU J., HABRAKEN L. (1970) CRM Met. Rep 25,45 WEGRIA J., MATHONET J., LERUSSE A. (1971) Rap. Int. CRM NF 16/71 - Zn 105 WEGRIA J., GOUZOU J., HABRAKEN L. (1971) J. Phys. 7, C2-83 WEGRIA J., GOUZOU J., HABRAKEN L. (1972) CRM Met Rep 31.47 WEGRIA J., PICCININ A. (1977) Rap. Int. CRM NF 9/77 - Zn 159 WEGRIA J., COSSE P., GOUZOU J., PICCININ A. (1978) CRM Met Rep 53,33 WEGRIA J., PICCININ A., RACEK R. (1979a) CRM Met Rep 55,51 WEGRIA J., PICCININ A., COSSE P., GOUZOU J. (1979b) Mem. Scient. Rev. Met 2,133 WEGRIA J., PICCININ A., RACEK R. (1979c) Rap. Int CRM NF 11/79 - Zn 188 WEGRIA J., FOCT J. (1984) Mem. Scient. Rev. Met.

009 122 109

WIELKE B., STRANGLER F. (1970) Anz. der Osterr. Akad der Wiss II, 107, 81
WIELKE B., STRANGLER F. (1971) Z. Metallkde 62,536
WIELKE B. (1976) Phys. Stat. Sol. 33,241
WOLF H. (1969) Z. Naturforsch 15a, 180
WORTHINGTON P.J., SMITH E. (1964) Acta Met 12,1277
YOO M.H., WEI C.T. (1966a) Phil. Mag. 13,759
YOO M.H., WEI C.T. (1966b) Phil. Mag. 14,573
YOO M.H., WEI C.T. (1967) J. Appl. Phys. 38(11), 4317
YOSHIODA S., NAGATA N. (1968a) Trans Jap. Inst. Met 9,110
YOSHIODA S., NAGATA N. (1968b) Trans. Nat. Res. Inst. Met. 10,35
YURASOVA V.YE., CHERNYSHOVA N.M., KUSHNIR F.F., PREDVODITELEV A.A. (1967) Fiz. Met. Metallov. 23,1119
ZENER C., HOLLOMON J.H. (1944) J. Appl. Phys. 15(1), 22.

NTER.

L'aptitude au pliage des alliages de zinc laminés est une caractéristique mécanique importante pour les utilisations pratiques. Cette caractéristique dépend fortement de la température d'essai. Cette recherche a été entreprise en vue de :

- comprendre les mécanismes structuraux régissant cette caractéristique;
- tenter d'abaisser la température à laquelle l'aptitude au pliage reste suffisante pour les utilisations pratiques.

La caractérisation d'alliages de pliabilités différentes montre que l'aptitude au pliage est en fait un problème de transition ductile-fragile. Améliorer la pliabilité d'un alliage, c'est-àdire abaisser sa température d'utilisation, revient à abaisser sa température de transition. L'étude de la microstructure de ces différents alliages et la discussion des observations structurales dans le cadre de la théorie d'Armstrong permettent d'isoler les deux paramètres essentiels qui influencent la pliabilité d'un laminé : la texture et le glissement intracristallin. Nous montrons dans ce travail que pour améliorer la pliabilité, il faut promouvoir le système pyramidal de seconde espèce, ce qui peut être obtenu par le choix de conditions de laminage de dernière passe bien précises.

En nous fondant sur nos résultats, on peut formuler comme suit les caractéristiques de la texture idéale : l'inclinaison des plans de base sur le plan de la tôle doit être comprise entre l6 et 19° pour permettre, lorsque les possibilités de glissement basal sont épuisées, le glissement sur le plan pyramidal et retarder l'apparition du maclage générateur de microfissures. Des essais industriels confirment ce point de vue.

Mots-clés : Plasticité - Zinc - Laminage

SECTION