

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE  
« HOUARI BOUMEDIENNE »

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER

Département Mines et Métallurgie

المدرسة الوطنية للعلوم الهندسية  
المكننة  
PROJET DE FIN D'ETUDES  
LE NATIONALE POLYTECHNIQUE  
BIBLIOTHEQUE

THEME

CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'ALLIAGE  
SUPERPLASTIQUE EUTECTOIDE  
ZINC - ALUMINIUM

Proposé et dirigé par :

Mr K.V. SATHYARAJ

Etudié par :

Mr LAOUI Tahar

Juin 1983

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REpubLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
»O«

UNIVERSITE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE  
« HOUARI BOUMEDIENNE »  
»O«

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE D'ALGER

Département Mines et Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES  
»O«

**THEME**

**CONTRIBUTION A L'ETUDE DE L'ALLIAGE  
SUPERPLASTIQUE EUTECTOIDE  
ZINC - ALUMINIUM**

Proposé et dirigé par :  
Mr K.V. SATHYARAJ

Etudié par :  
Mr LAOUI Tahar

Juin 1983

- DEDICACE -

- A la memoire de ma ~~chere~~ chere mère
- A mon cher père
- A mes chers frères et soeurs
- A toute ma famille en particulier L. RABAH .
- A tous les freres et amis -

- REMERCIEMENTS -

Ce travail a été réalisé sous la direction de Monsieur K.V. SATHYARAJ auquel j'exprime ici mes sincères remerciements pour l'aide sans relâche et les précieux conseils qu'il m'a donnés et grâce aux quels j'ai pu mener à bien ce travail .

Je tiens à remercier tous les professeurs qui ont contribué à ma formation au sein du département, particulièrement Messieurs E. SALHI, chef du département, B. SCHMITT et S. GUERRAK , ainsi que tous les autres enseignants, MM. MENAS, BOUABDELLAH, ABADLI, DJEGHLAL, MAACHE, KALISKI, SLUCHTKIEWITCH, TAVERNIERE , ZMUDA et SAADA et M<sup>mes</sup> METZLER , BIALON et WESTFAL.

J'exprime ma vive gratitude aux responsables de l'unité SNS de Ghazaouet(Tlemcen) pour l'excellent accueil qu'ils m'ont réservé et l'aide précieuse qu'ils m'ont attribuée lors de l'élaboration des alliages, particulièrement Monsieur CHIKH .

Je voudrais adresser aussi ma reconnaissance à M. KOUADRIA, M. HENNI et l'ensemble du personnel du laboratoire de la SONACOME de ROUIBA .

Je n'oublierai pas de remercier le personnel du département MM. DOUADI, BOUZEGHRANE et TOUATI .

Enfin, j'exprime ma reconnaissance à mon ami et frère RABAH DIZENE pour tous ses conseils et son aide et M<sup>r</sup> LOUALI, chef d'atelier du département Genie-Mécanique.

- TABLE DES MATIERES -

<u>Introduction</u> :	1
- Généralités, historique	2
- Objectif de la présente étude	4
<u>CHAPITRE IER</u> :	7
I.1 - Comportement mécanique des matériaux plastiques	8
I.2 - Comportement mécanique des matériaux superplastiques	12
I.2.1 - Principaux facteurs d'influence	14
a . Vitesse	
b . Température	
I.2.2 - Stabilité de la déformation	16
a. Critère de ROSSARD	
b. Critère de HART	
c. Critère de CAMPBELL	
d. Comparaison des critères .	
I.3 - Différents types de superplasticité	24
I.3.1 - Superplasticité de transformation	24
I.3.2 - Superplasticité structurale	27
a. Caractéristiques et conditions d'apparition	
b. Microstructure	
c. Mécanismes physiques : modèles proposés .	
<u>CHAPITRE II</u> :	37
II.1 - Diagramme d'équilibre Zn-Al	38
II.2 - Elaboration des alliages	40
II.3 - Préparation des éprouvettes	44
II.4 - Traitement thermique	44
II.4.1 - Homogénéisation-trempe	44
II.4.2 - Vieillissement	46

.../...

II.5 - Essai de traction .....	46
II.6 - Micrographie .....	47
CHAPITRE III : RESULTATS EXPERIMENTAUX ET DISCUSION .....	49
III.1 - Essai de traction .....	50
III.1.1 - Taille des grains .....	50
III.1.2 - Vitesse de traction .....	58
III.1.3. Composition chimique .....	64
III.2 - Observations microscopiques .....	64
CONCLUSIONS GENERALES .....	66

## - Introduction -

Le comportement de matériaux conventionnels au cours d'opérations de mise en forme par traction à froid est bien connu; ces matériaux sont écrouissable. Au cours de ce type d'opération, la section diminue et la contrainte d'écoulement augmente tellement par suite de l'écrouissage du matériau que la charge totale appliquée croît également. Dans ce domaine, la déformation peut être considérée comme stable puisqu'une diminution initiale de la section ne se développe pas rapidement .

Ce régime de déformation stable se poursuit tant que la charge n'a pas atteint sa valeur maximum; ceci est dû au fait que l'effet d'écrouissage est suffisamment élevé pour compenser la diminution de section . Au cours d'une opération de mise en forme à froid sur ce type de matériau, le régime de déformation devient instable si l'on poursuit la déformation au-delà de la valeur maximale de la charge appliquée ; la déformation se localise alors dans une très faible partie du matériau et une striction se développe .

Après la rupture, le matériau dans la zone de striction est fortement déformé mais la déformation totale de la pièce est très peu différente de l'allongement au passage du régime de déformation stable au régime de déformation instable .

En revanche, la déformation d'un matériau superplastique peut être considérée comme instable dès la limite élastique, tandis que la charge décroît continuellement [1] .

Cependant, la vitesse à laquelle une diminution de section apparaît est lente et de grandes déformations peuvent être atteintes avant que des différences d'épaisseurs importantes dans la section

ne deviennent technologiquement inacceptables . Cette propriété présente des applications industrielles car des pièces complexes peuvent être réalisées en une seule opération .

Autrement dit, le terme de superplasticité définit le comportement de certains matériaux qui sont susceptibles, dans des conditions bien déterminées, de subir des déformations très importantes, sans striction, avant de se rompre [2] .

En dépit du nombre de travaux que l'étude de ce phénomène a suscités , il est clair que les mécanismes régissant la déformation superplastique ne sont pas encore connus avec précision .

#### 1- Généralités, historique :

A la différence de la supraconductivité ou de la suprafluidité, la superplasticité ne représente pas un état de la matière bien défini, doué de propriétés particulières et dont on peut rendre compte par une théorie physique précise. En fait, les termes « superplasticité » ou (« superplastique ») ne peuvent pas être définis de façon très précise et certains auteurs ( voir POIRIER, 1976) ont adopté la définition opérationnelle suivante :

Un solide a un comportement superplastique lorsque dans certaines conditions de microstructure, de température et de vitesse de déformation, **il est capable d'atteindre en traction des allongements** à la rupture nettement supérieurs à ceux qu'il atteint dans les conditions habituelles .

On voit que l'attribution de l'étiquette (( superplastique)) à un métal est largement une question d'appréciation et dans les tableaux donnés par les revus on trouve des valeurs de l'allongement qui vont de 80 % à plus de 2000 % ; Cependant, la possibilité



d'obtenir des allongements de quelques centaines de pourcents pour un matériau permet de le considérer comme superplastique.

Il n'est évidemment possible d'atteindre de tels allongements que si l'apparition et le développement de striction locales ne conduisent pas à une rupture prématurée. Or la condition essentielle pour que la déformation reste uniforme tout au long de l'éprouvette de traction est que la sensibilité à la vitesse de déformation ( $m$ ) ( voir page 29 ) ait une valeur élevée typiquement comprise entre 0,5 et 1. Il est alors possible de prévoir qu'un matériau sera superplastique dans certaines conditions -

On connaît depuis fort longtemps des matériaux qui sont doués de telles propriétés : on sait par exemple que le verre chaud peut être étiré jusqu'à des allongements considérables, en s'écoulant de façon visqueuse sans apparition de striction. De même la poix, ou certaines résines synthétiques à base de silicone manifestent une très forte sensibilité à la vitesse, ce qui les conduit à s'écouler de façon visqueuse sous des charges appliquées à faible vitesse et à voler en éclats sans déformation notable sous le choc d'un marteau [3].

On peut donc dire que la superplasticité est la condition normale des solides amorphes ou des verres. On sait bien, par contre, que les métaux et alliages usuels dans les conditions courantes ne se comportent pas ainsi.

Aussi, lorsque ROSENHAIN, HAUGHTON et BINGHAM (4), au cours d'une étude sur les propriétés de divers alliages de Zinc avec l'aluminium et du cuivre, découvrirent que des feuilles de l'eutectique ternaire Zn 4 % Cu 7 % Al pouvaient être découpées

.../...3

avec des cisailles, si on opérerait très doucement et se brisaient en miettes autrement, le fait leur parut digne d'être remarqué. Ils notèrent, après d'autres expériences plus systématiques, que (( l'alliage étudié se comporte différemment des matériaux cristallins ordinaires tels que l'aluminium mais de façon très semblables à des matériaux amorphes typiques tels que la poix, le verre, etc . )) et ils poursuivent : (( En tenant compte de ces faits, il est très difficile d'éviter de tirer la conclusion que l'alliage contient une proportion considérable de matériau amorphe )) .

Cette conclusion n'est acceptée maintenant mais on doit remarquer qu'elle était très logique et qu'au fond elle exprimait la même réalité physique que celle exprimée maintenant, comme nous le verrons plus loin, en disant que cet alliage a un grain extrêmement fin, donc une proportion importante de joints de grain

[ ] . On sait que ROSENHAIN considérait le joint de grain comme une couche amorphe et sa formulation est donc compatible avec l'analyse moderne du phénomène [3] .

Quelques années plus tard, PEARSON ([5]) effectua des expériences de fluage à contrainte constante et de traction à vitesse constante sur des alliages eutectiques Sn - Pb (38% Pb) et Bi-Sn (44% Sn) et obtient des allongements pouvant aller jusqu'à 1950 %. L'analyse de PEARSON a mis en lumière toutes les caractéristiques importantes des alliages superplastiques . Il a en particulier bien vu le rôle des joints de grains et de la taille de grain.

## 2- Objectif de la présente étude :

L'Algérie produit, par voie électrolytique, environ 40.000 tonnes par an de zinc à 99,99 % de pureté. Cependant, à l'état

non allié , le zinc n'est pratiquement pas utilisé en industrie sauf pour la galvanisation. Mais allié à d'autres métaux, ce métal possède un champ d'application plus vaste .

Ainsi, les principaux alliages de zinc industriels sont ceux qu'il forme avec l'aluminium et le cuivre .

Des résultats expérimentaux, disponibles actuellement, montrent que les alliages de zinc avec l'aluminium manifestent la superplasticité dans certaines conditions de composition, de vitesse de déformation, de température de déformation et de traitements thermiques .

Alors nous avons choisi pour notre étude, l'alliage entectoïde Zn-Al. Notre travail expérimental comporte deux parties :

- . Premièrement : élaborer l'alliage entectoïde Zn-Al.
- . Deuxièmement : mettre en évidence son comportement superplastique dans les différentes conditions industrielles -

Afin de bien dicerner la différence entre la plasticité et la superplasticité, le premier chapitre est consacré à l'étude du comportement mécanique de chacun d'eux en mettant un accent particulier sur le second. De même, nous avons fait la distinction entre les deux variétés de superplasticité en disant quelques mots de la superplasticité de transformation et de ses mécanismes avant de nous consacrer à l'étude plus détaillée de la superplasticité structurale .

Le second chapitre décrit les méthodes et techniques expérimentales utilisées dans la pratique .

Dans le troisième chapitre, nous avons regroupé les résultats, avec interprétations, obtenus après les essais de traction et la micrographie .

Enfin nous avons présenté, dans le dernier chapitre, quelques opérations de mises en forme pour des alliages superplastiques et nous avons indiqué dans quelles voies s'orientent les recherches actuelles pour permettre un développement industriel -

- CHAPITRE . PREMIER -

SUPERPLASTICITE

## I.1 - Comportement mécanique des matériaux plastiques .

Pour comprendre mieux le phénomène de superplasticité et en analyser la signification, il convient au préalable de rappeler succinctement les propriétés essentielles de la plasticité conventionnelle.

Les modes de sollicitation mécanique permettant de développer la plasticité sont fort nombreux; l'un des plus classiques et des plus simples consiste à appliquer une force de tension uniaxiale (essai de traction). On matérialise alors le comportement mécanique par une courbe (C) = (fig.1)

$$\sigma_a = f(\epsilon_a)$$

les deux paramètres considérés étant respectivement :

$$\sigma_a = \frac{F}{S_0} \quad \text{et} \quad \epsilon_a = \frac{\Delta L}{L_0}; \quad \text{contrainte et allonge-}$$

ment relatif .

avec : F : effort appliqué ,

S<sub>0</sub> : section initiale de l'éprouvette,

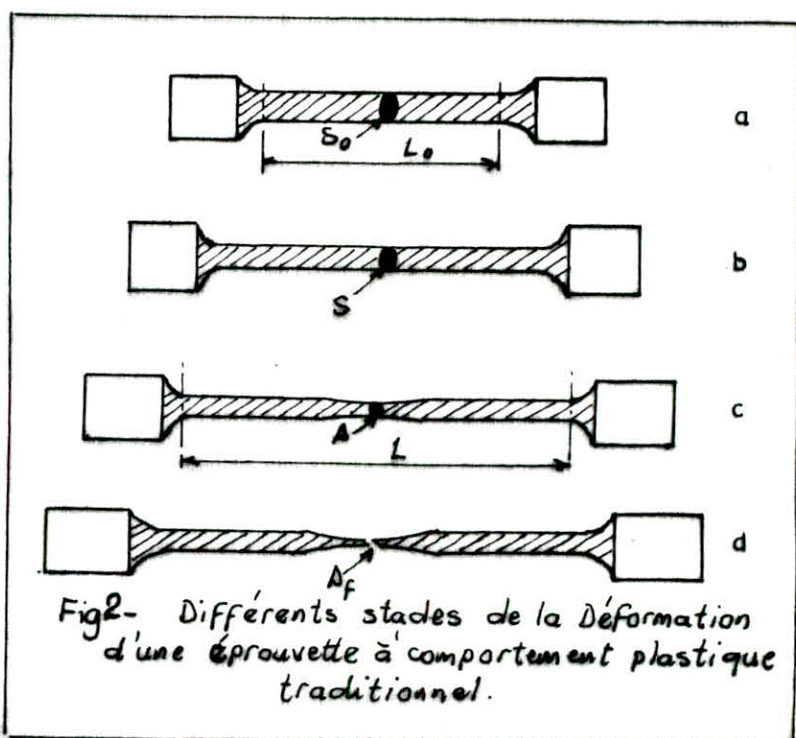
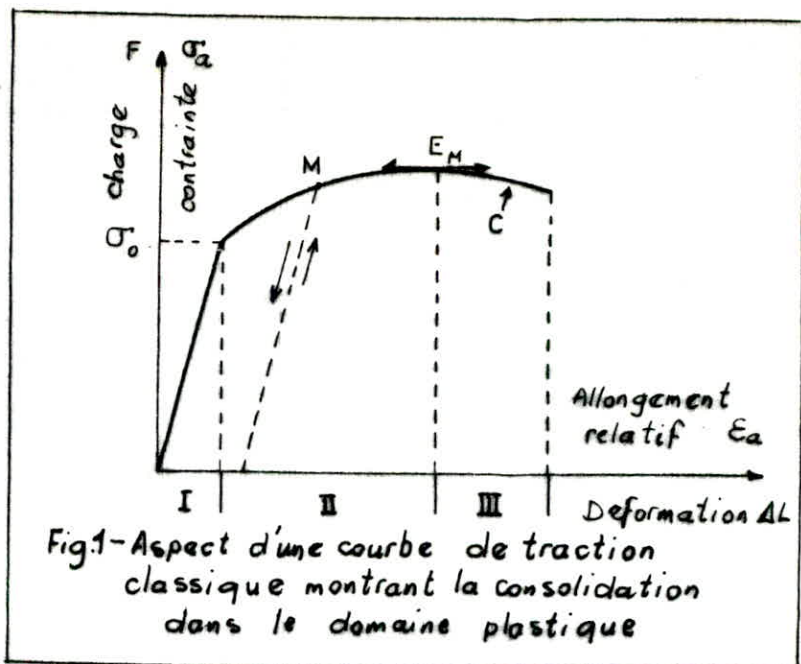
L<sub>0</sub> : longueur utile initiale de cette éprouvette,

La courbe(C) est le plus souvent constituée de trois portions - la première, rectiligne, correspond au domaine élastique: la contrainte varie linéairement avec la déformation, le coefficient de proportionnalité étant, théoriquement, le module élastique. Dans bien des cas, le coefficient est en réalité inférieur au module que l'on peut mesurer par des méthodes dynamiques (vitesse de vibrations).

- la seconde présente une courbure non constante et aboutit à un extrémum E<sub>M</sub> pour lequel :

$$\frac{dF}{d(\Delta L)} = \frac{S_0}{L_0} \cdot \frac{d\sigma_a}{d\epsilon_a} = 0 .$$

.../... 8



Elle traduit le fait que la déformation est plastique, homogène et irréversible (fig.2.b). On constate que, dans ce domaine, l'effort qu'il est nécessaire d'appliquer à l'éprouvette pour poursuivre sa déformation ne reste pas constant mais croît de façon continue : phénomène de consolidation.

On sait que si, arrivé à un stade quelconque  $M$  de la déformation, on retire la charge, le point figuratif, dans le diagramme effort-déformation, descend parallèlement à la droite élastique. Si l'on remet progressivement la charge, le métal ne subit pas de déformation plastique avant que la charge précédente,  $F_1$ , n'ait été atteinte.

- la troisième est un segment, également à courbure non constante, qui est interrompu à la rupture de l'éprouvette. La déformation demeure plastique et irréversible, mais elle est cette fois hétérogène : de fait, la section de l'éprouvette cesse d'être uniforme sur toute la longueur utile, l'effort exercé diminuant au fur et à mesure que l'allongement croît (fig.2.c). Il s'agit là du phénomène de striction, lequel débute donc à partir de l'extrémum  $E_M$ .

En réalité, en un point quelconque  $M$  de la deuxième portion de la courbe (C) (fig.1)

- domaine de consolidation - la section réelle de l'éprouvette est  $S$  et sa longueur utile est  $L$ . Il est donc plus correct de raisonner ultérieurement en termes de paramètres rationnels, soit :

$$\sigma = \frac{F}{S} \quad \text{et} \quad \epsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_0} .$$

respectivement dénommés : contraintes vraie et déformation relative vraie.

L'analyse des courbes de consolidation de nombreux matériaux métalliques a montré qu'elles pouvaient être traduites par une équation du type [6] :



$$\sigma = \sigma_0 + k \cdot \epsilon^n \dots\dots (1)$$

avec  $k =$  constante

$\sigma_0 =$  limite d'élasticité

$n =$  coefficient de consolidation caractérisant l'écroutissement du matériau .

Par ailleurs , on a remarqué que la forme de la courbe(C) se modifiait sensiblement si la vitesse de déformation était modifiée [6] . Par définition, la vitesse de déformation s'exprime comme suit :

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d}{dt} \left( \ln \frac{L}{L_0} \right) = \frac{1}{L} \frac{dL}{dt}$$

$\frac{dL}{dt}$  : étant la vitesse de traction .

La plupart des machines d'essai modernes permettent de disposer d'une gamme étendue de vitesse  $\dot{\epsilon}$  , toute vitesse choisie pouvant être maintenue constante tout au long de l'essai - indépendamment de la valeur de la force appliquée . La relation la plus simple qui traduit l'influence de la vitesse de déformation sur la contrainte exercée est la suivante [6] :

$$\sigma = k_1 \cdot \dot{\epsilon}^m \quad (\text{à température donnée}) \dots\dots (2)$$

avec  $k_1$  : constante caractéristique du matériau .

$m$  : coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation .

En ce qui concerne l'influence de la température de la température aucune loi simple n'a été proposée à ce jour ; cependant, dans le cas général, on peut schématiser le rôle de ce paramètre par deux caractéristiques essentielles [6] : en fonction de la température croissante on constate une chute de plus en plus accentuée de la limite d'élasticité (ainsi que la charge à la rupture), tandis

que parallèlement la ductilité augmente .

Remarquons enfin que si la déformation plastique se poursuit au delà de l'extrémum  $E_M$  bien que l'effort appliqué diminue, c'est qu'il apparait un phénomène d'instabilité géométrique . En effet, compte tenu des définitions précédentes, on peut écrire qu'à l'extrémum de la courbe (C) , on a :

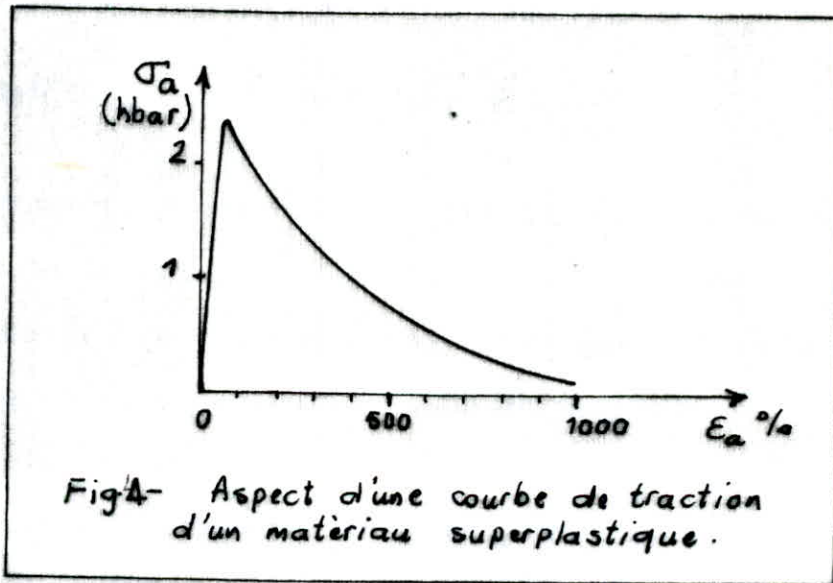
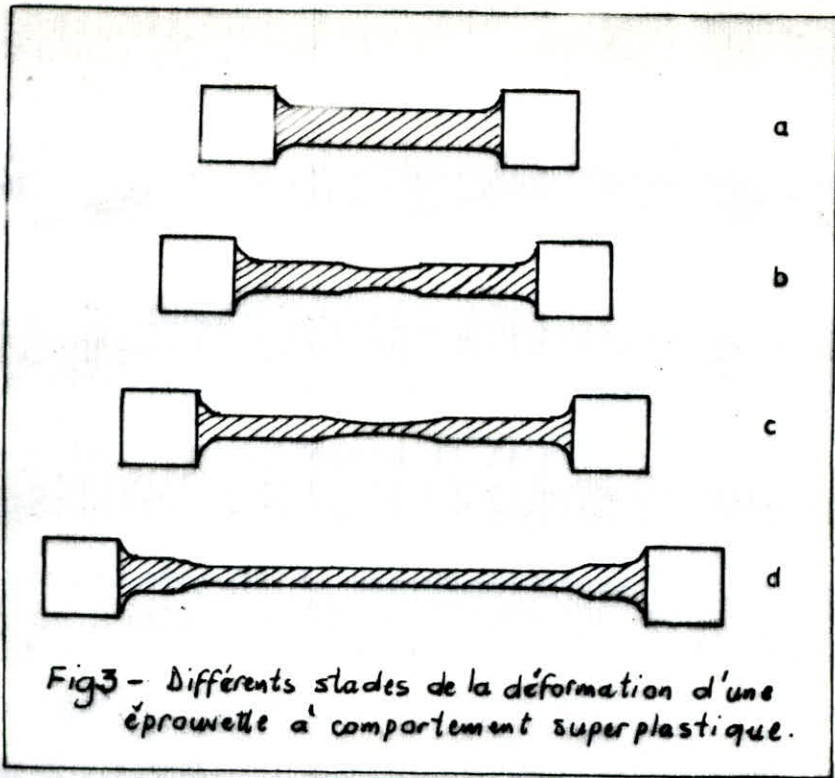
$$dF = d(\sigma \cdot S) = S \cdot d\sigma + \sigma \cdot dS = 0$$

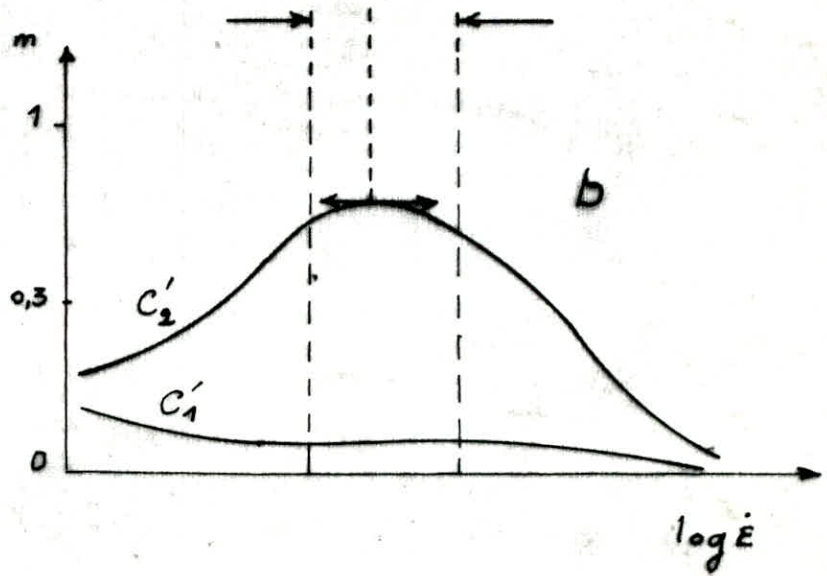
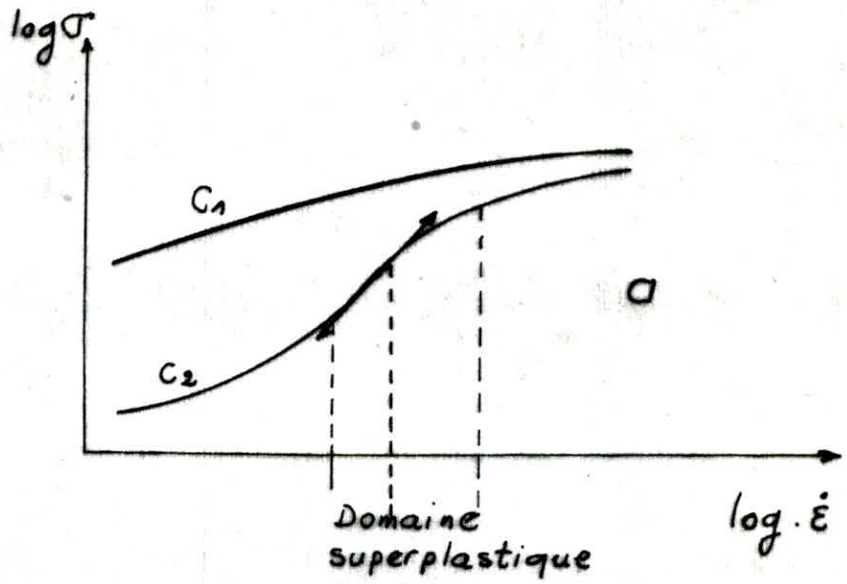
Le premier terme ( $S \cdot d\sigma$ ) traduit le phénomène de consolidation ( $d\sigma > 0$ ), le second rendant compte de la diminution de la charge liée à la réduction progressive de section ( $dS < 0$ ). On conçoit donc que ces deux termes se compensent forcément à un instant donné et que F puisse en conséquence présenter une valeur maximale .

## I.2 - Comportement mécanique des matériaux superplastiques .

Divers matériaux sont susceptibles, sous l'effet d'une contrainte appliquée relativement faible, de se déformer d'une manière extensive avant de se rompre et conduire à des allongements atteignant jusqu'à 2000 % . L'instabilité géométrique qui se manifeste de façon aléatoire dans une zone de l'éprouvette soumise à l'effort de traction, donne alors lieu à un allongement régulier très important, par simple étirement du faible étranglement initialement apparu (fig.3.d) : en d'autres termes, il n'y a plus localisation de la déformation comme dans le phénomène de striction classique. La courbe expérimentale de traction présente de ce fait une allure très particulière ainsi qu'en témoigne à titre d'exemple la figure 4.

Le terme de superplasticité a été proposé en 1945 par BOCHVAR<sup>[7]</sup> pour caractériser de tels phénomènes , observés alors par cet auteur sur un alliage Zn-22 % Al. Des études plus approfondies et systématiques n'ont été effectuées que depuis 1958, soit en URSS





$C_1$  et  $C'_1$  matériaux classiques.  
 $C_2$  et  $C'_2$  matériaux superplastiques.

Fig 5 Comparaison des comportements  
 plastique et superplastique  
 (variables  $\sigma$ ,  $m$  et  $\dot{\epsilon}$ ).

$$\text{Log } \sigma = f (\text{Log } \dot{\epsilon}) \dots \quad a$$

et

$$m = f (\text{Log } \dot{\epsilon}) \dots \quad b$$

d'une part pour des matériaux à comportement plastique traditionnel ( courbes  $C_1$  et  $C'_1$  ), d'autre part pour des matériaux susceptibles d'un comportement superplastique ( courbes  $C_2$  et  $C'_2$  ) .

On en conclut essentiellement [6] :

- que l'on peut caractériser les matériaux superplastiques par une courbe telle que  $C_2$  dont l'allure sigmoïde est typique ,
- qu'une valeur élevée du coefficient  $m$  n'est en fait obtenue que dans une gamme critique de vitesse de déformation (zone centrale de la courbe  $C'_2$  ) ; un matériau superplastique ne l'est effectivement que dans cet intervalle de vitesses .

b) Température : le phénomène de superplasticité ne se manifeste généralement qu'au-delà d'une température supérieure à une valeur critique que l'on situe sensiblement vers  $0,5 T_f$  (  $T_f$  étant la température de fusion du matériau ). Comme d'autre part les alliages les plus superplastiques sont ceux dont la composition correspond à une teneur entectique ou entectoïde . On peut considérer sous deux angles l'influence de la température .

- l'état structural de départ très morcelé sera obtenu par refroidissement rapide depuis une température supérieure à celle du palier invariant .
- la déformation sera imposée à un tel matériau à une température très voisine, mais inférieure, à celle de ce même palier; en effet on pourra alors, sans risque à un état monophasé, favoriser les phénomènes d'écoulement visqueux ou de diffusion à courte distance.

### 1.2.2 - Stabilité de la déformation :

Lors d'une expérience de traction à vitesse constante , la charge appliquée commence en général par croître, puis, pour une

certaine déformation, passe par un maximum et décroît ensuite jusqu'à rupture de l'éprouvette . De même, lors d'une expérience de fluage en traction à charge constante, la vitesse de fluage diminue d'abord, passe par un minimum (en restant constante pendant un certain temps) et croît ensuite dans le stade tertiaire jusqu'à rupture (fig .6 ).

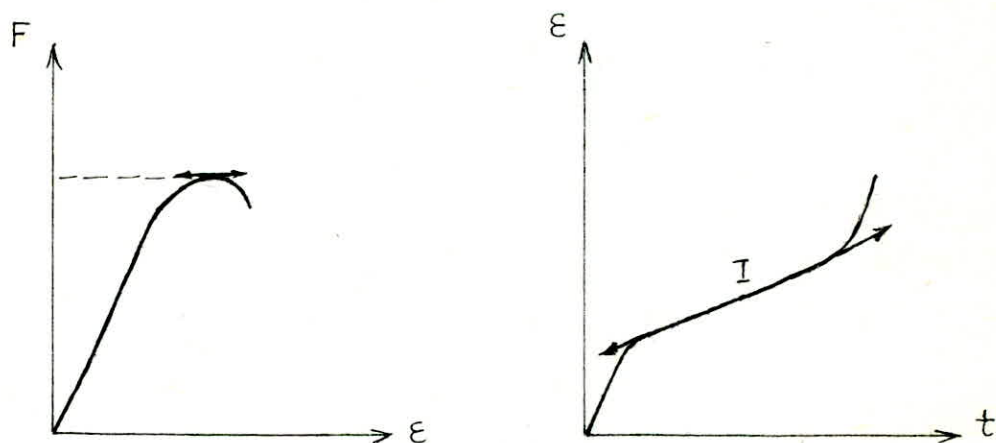


Fig.6 - Points d'instabilité en traction à vitesse constante (charge  $F$  maximum) et en fluage à charge constante (point d'inflexion  $I$  ).

Ce comportement, dans les deux cas, est lié à l'apparition d'une instabilité dans l'écoulement qui se traduit par le fait que la déformation, au lieu d'être homogène, se concentre dans une zone très localisée de l'éprouvette : C'est le phénomène de striction .

S'il existe une équation d'état mécanique, il est possible de déterminer la condition de stabilité de l'écoulement en fonction des paramètres relatif à ce phénomène .

La connaissance des <sup>Conditions de</sup> stabilité est essentielle à l'analyse du phénomène de superplasticité .

Il existe plusieurs approches récentes du problème de la détermination du critère de stabilité de la déformation plastique

en traction . Les critères de stabilité obtenus sont assez différentes mais se ramènent en général à un critère unique dans les cas simples [3] .

a) Critère de Rossard :

ROSSARD ( [16] ) a été le premier à faire une étude théorique de la déformation de la striction à chaud au cours d'essais de traction isotherme à vitesse imposée; son analyse repose sur l'idée que le mode de déformation qui se produit effectivement (homogène ou localisé ) est celui qui demande le moins d'effort.

A un instant donné , soit L la longueur de l'éprouvette et S l'aire de sa section droite, la force appliquée à l'éprouvette est:  $F = \sigma . S$  , où  $\sigma$  est la contrainte appliquée .

Si on impose un allongement  $dL$  , on peut se trouver dans l'un des deux cas suivants :

- la déformation se produit uniformément le long de l'éprouvette ce qui correspond à une augmentation de charge  $dF_1$  .
- la déformation est localisée, ce qui correspond à une augmentation de charge  $dF_2$  .

On voit donc que la déformation localisée ne peut se produire que si  $dF_2 < dF_1$  .

On est alors clairement dans une situation instable et la déformation peut se poursuivre au même point puisque (( l'effet demandé est inférieur à ce qui serait nécessaire pour répartir uniformément la déformation la déformation sur les zones voisines )) .

Le critère d'instabilité est donc :

$$\left( \frac{dF}{dL} \right)_1 - \left( \frac{dF}{dL} \right)_2 \geq 0 \quad \dots \quad (.3)$$

Si cette condition est remplie, la striction est possible .

Rossard calcule cette expression à partir des relations suivantes :

$$F = S \cdot \sigma .$$

$$\frac{dF}{dL} = S \frac{d\sigma}{dL} + \sigma \frac{dS}{dL}$$

$$d\sigma = \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} d\epsilon + \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} d\dot{\epsilon}$$

$$d\epsilon = - \frac{dS}{S}$$

$$d\dot{\epsilon} = - \frac{dS}{S dt}$$

$$\text{on tire : } \frac{dF}{dL} = \left( \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \right) \frac{dS}{dL} + S \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} \frac{d\dot{\epsilon}}{dL}$$

La relation (3) s'écrit donc:

$$\left( \frac{dF}{dL} \right)_1 - \left( \frac{dF}{dL} \right)_2 = \left( \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \right) \left( \frac{dS_1}{dL} - \frac{dS_2}{dL} \right) + S \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} \left( \frac{d\dot{\epsilon}_1}{dL} - \frac{d\dot{\epsilon}_2}{dL} \right).$$

$dS_1$  et  $dS_2$  sont les variations de section correspondant à un allongement  $dL$ , lorsque la déformation reste homogène et lorsqu'un début de striction s'amorce. En introduisant  $dn = dS_1 - dS_2$  on peut exprimer le critère (3) sous la forme :

$$R \frac{dn}{dL} \geq 0 .$$

$$\text{avec : } R = \sigma - \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} - \frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} \left( 3\dot{\epsilon} + \frac{d\dot{\epsilon}}{d\epsilon} \right) .$$

Comme  $\frac{dn}{dL} > 0$ , c'est le signe de  $R$  qui détermine la stabilité



$R < 0$  : déformation stable, striction impossible  
 $R > 0$  : déformation instable, localisée, striction possible .

Si on admet l'existence d'une équation d'état du type :

$$\sigma = a \cdot \epsilon^n \cdot \dot{\epsilon}^m$$

On peut alors calculer la valeur de la déformation critique  $\epsilon_C$  au-delà de laquelle la striction devient possible ( $R=0$  pour  $\epsilon = \epsilon_C$ )

.) Pour une vitesse de traction imposée :  $\frac{dL}{dt} = \text{Cste}$ , l'instabilité apparaît pour :

$$\epsilon_C = \frac{n}{1 - 2m}$$

Il en résulte que si  $m > \frac{1}{2}$  on n'atteint jamais la déformation  $\epsilon_C$  ( $R < 0$ ) et l'écoulement reste toujours stable .

.) Pour une vitesse de déformation vraie imposée :  $\dot{\epsilon} = \text{Cste}$ , on obtient :

$$\epsilon_C = \frac{n}{1 - 3m}$$

On voit alors que dans ce cas, si  $m > \frac{1}{3}$ , ( $R < 0$ ) on n'atteint jamais la déformation critique et l'écoulement reste toujours stable .

b). Critère de HART :

HART [17] prend comme critère de stabilité la condition suivante :

la déformation est stable si la vitesse de diminution de l'aire de la section droite varie en sens inverse de la diminution de

cette aire . Les petites inhomogénéités d'aire le long de l'éprouvette tendent alors à disparaître et on a une déformation homogène stable ; dans le cas contraire une petite différence locale s'amplifiera catastrophiquement et la déformation se concentrera dans la zone de striction .

Le critère de stabilité s'écrit donc :  $\frac{\delta \dot{A}}{\delta A} \geq 0$  .

où  $A$  est la variation d'aire de la section droite et

$\delta \dot{A} \equiv \frac{dA}{dt}$  la variation de vitesse de changement d'aire .

HART utilise la relation suivante :

$$\delta \text{Log } \sigma = \gamma \delta \epsilon + m \delta \text{Log } \dot{\epsilon}$$

ou  $\delta \text{Log } \sigma = n \delta \text{Log } \epsilon + m \delta \text{Log } \dot{\epsilon}$  avec  $\frac{n}{\epsilon} = \gamma$

$n$  : coefficient d'écrouissage du matériau .

$$m = \left. \frac{\partial \text{Log } \sigma}{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}} \right|_{\epsilon}$$

$$\text{et } \gamma = \left. \frac{1}{\sigma} \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \right|_{\dot{\epsilon}}$$

Après un développement mathématique le critère de stabilité s'écrit (pour  $m \geq 0$ ):

$$\boxed{\gamma + m \geq 1}$$

$$\text{ou } \boxed{\frac{n}{\epsilon} + m \geq 1}$$

c) Critère de CAMPBELL :

L'approche de CAMPBELL <sup>18</sup> [18], est intéressante en ce qu'elle relie l'instabilité à l'existence de gradients de déformation dans l'éprouvette .

CAMPBELL pose l'équation d'état sous la forme :

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon} (\sigma, \epsilon)$$

et utilisé aussi la déformation vraie , définie par :

$$d\epsilon = - \frac{dS}{S} = \frac{dL}{L} .$$

Après un développement mathématique , en utilisant l'équation d'état  $\dot{\epsilon} = k \cdot \sigma^{\frac{1}{m}}$  , la condition de stabilité s'écrit :

$$\frac{1}{m} < 1, \text{ c'est-à-dire que la déformation est stable pour } \boxed{m > 1} !$$

A la limite, l'écoulement visqueux newtonien ( $m=1$ ) est donc stable . Ceci est prévu par le critère de HART .

d) Comparaison des critères :

Comme nous le verrons plus en détail par la suite, le comportement superplastique, qu'il soit structural ou de transformation présente deux caractéristiques essentielles, d'ailleurs liées [3] :

1. Il a lieu à haute température avec un durcissement faible ou nul .

2. L'écoulement plastique peut être analysé comme un écoulement visqueux, c'est - à - dire que l'on peut adopter une équation d'état de la forme :

$$\sigma = \dot{\epsilon}^m$$

$$\text{où } m = \frac{\partial \text{Log } \sigma}{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}} \text{ est la sensibilité à la vitesse de}$$

déformation .

Différents modèles ont été proposés pour relier à la valeur de  $m$  l'apparition de la striction, c'est -à-dire d'une instabilité plastique, lors d'un écoulement décrit par l'équation précédente .

Nous avons analysé ces modèles aux paragraphes précédents (a,b et c) .

Rappelons simplement ici que pour deux d'entre eux (HART, [17] ; CAMPBELL, [18] ) l'écoulement ne peut être stable en traction à  $\dot{\epsilon} =$  Cste que si  $m = 1$  alors que ROSSARD(1966) montre que la condition de stabilité à vitesse de déformation constante est  $m > \frac{1}{3}$  et à vitesse de traction constante ,  $m > \frac{1}{2}$  . Expérimentalement, dans la majorité des cas où on a une superplasticité indiscutable  $m$  est supérieur à 0,5 . Il ne s'ensuit cependant pas automatiquement que le critère de ROSSARD soit meilleur que les autres bien qu'il rende certainement mieux compte du résultat global des expériences . En effet, ROSSARD prédit que si  $m > 0,3$  ou  $m > 0,5$  suivant les conditions sera stable . Il suppose donc qu'il n'existe pas d'inhomogénéités de section au départ. CAMPBELL et HART par contre, considèrent les conditions de croissance catastrophique d'inhomogénéités de section qui peuvent exister préalablement à la déformation ou se produire en cours de déformation. La condition de stabilité  $m \geq 1$  à laquelle ils arrivent, exprime donc que les amorces de striction ne peuvent pas croître. La condition de ROSSARD exprime que des amorces de striction ne peuvent pas se créer , étant entendu que si elles se craient, les conditions seraient également réunies pour qu'elles croissent catastrophiquement. Or, en pratique, il existe toujours de petites inhomogénéités de section et WRAY [19] ( ) a montré que de nombreuses strictions peuvent se former simultanément dès le début de la déformation, mais qu'elles croissent très lentement . La rupture n'intervient, après une forte élongation, que lorsqu'une de ces strictions se met à croître très rapidement .

Il semble donc clair que la déformation superplastique n'est jamais stable au sens strict du terme et que la condition de son

existence n'est pas à proprement parler la condition de stabilité mathématique mais une condition plus relaxée de croissance lente de l'instabilité [3] .

### 1.3 - Différents types de superplasticité -

Actuellement on se trouve capable de distinguer entre deux variétés très différentes de superplasticité qu'on confondait autrefois .

a) La superplasticité structurale qui se manifeste par la possibilité d'obtenir en continu des allongements très importants en traction dans un domaine bien précis de vitesses de déformation où la sensibilité à la vitesse du métal est forte . Ce domaine dépend essentiellement de variables microstructurales, et il n'est pas nécessaire que le matériau soit un alliage ou même qu'il existe une transformation de phase .

b) La superplasticité de transformation qui se manifeste par la possibilité d'obtenir un allongement cumulé très important par des cyclages autour de la température de changement de phase ou de transformation allotropique, pendant l'essai de traction, chaque cyclage produisant seulement une petite déformation .

Nous allons étudier maintenant séparément, avec plus de détails chacun de ces deux types de superplasticité avec ses mécanismes .

#### I.3.1 - Superplasticité de transformation :

Nous ne parlerons ici brièvement que des cas bien documentés où l'application d'une contrainte de traction ou de torsion pendant des cyclages thermiques autour d'une température de transformation allotropique produit une déformation plastique qui peut conduire à des allongements très importants au bout d'un grand

nombre de cycles . Cependant l'importance pratique de ce cas n'est pas considérable .

Nous nous limiterons à l'analyse rapide de quelques publications typiques au sujet d'un des cas les plus étudiés : la déformation superplastique du fer au cours du cyclage thermique autour de la transformation allotropique  $\alpha \rightleftharpoons \gamma$  .

Les premières études systématiques d'un phénomène qui était connu depuis longtemps, sont celles de de JONG et RATHENAU ([20]) . Ces auteurs ont mesuré l'allongement d'éprouvettes de Fe + 0,008%N et Fe + 0,2 %C (% en poids) soumises à une traction uniaxiale à charge constante pendant la transformation .

Ils ont observé que pour ces deux alliages , la transformation sous contrainte produisait une déformation permanente  $\epsilon_1$  pour le sens  $\alpha \rightarrow \gamma$  et une déformation  $\epsilon_2$  pour le sens  $\gamma \rightarrow \alpha$  . Ces deux déformations s'ajoutaient pour un cycle complet de température ( $\epsilon_1 + \epsilon_2$ ) .

La déformation par cycle ( $\epsilon_1 + \epsilon_2$ ) était fonction linéaire de la contrainte appliquée pendant la transformation (fig.7). On voit que la courbe  $\sigma - \epsilon$  est une droite qui passe par l'origine, ce qui peut s'analyser en disant que la contrainte appliquée agit sur un matériau de limite élastique pratiquement nulle .

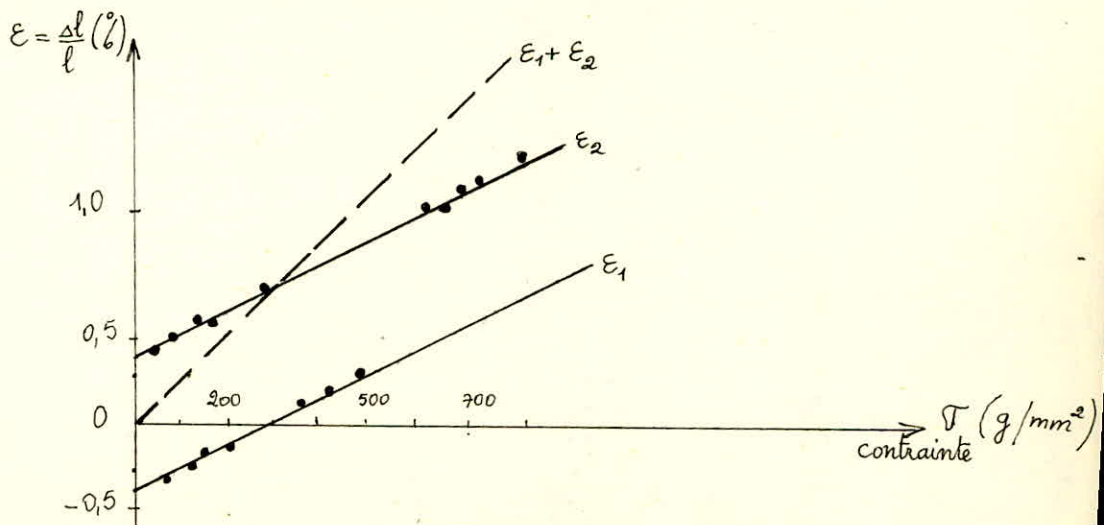


Fig.7 - Variation relative de longueur d'échantillons de

Fe - 0,008 % N en fonction de la contrainte appliquée pendant la transformation  $\alpha - \gamma$  .

$\epsilon_1$  élongation correspondant au passage  $\alpha \rightarrow \gamma$

$\epsilon_2$  élongation correspondant au passage  $\gamma \rightarrow \alpha$  .

Par ailleurs ils remarquèrent une corrélation entre la perte des propriétés mécaniques observée (la limite élastique apparente tend vers zéro ) et les deux paramètres suivants :

- la différence  $\frac{\Delta V}{V}$  du volume spécifique des phases et d'une part et

- la limite élastique de l'alliage prise comme moyenne des valeurs correspondant aux deux phases .

Ces résultats incitèrent de JONG et RATHENAU à proposer le modèle suivant :

la différence de volume spécifique entre les deux phases crée des contraintes internes au cours de la transformation et le matériau cède à une contrainte appliquée plus faible que sa limite élastique normale en raison de l'existence des contraintes internes qui favorisent la déformation .

OELSCHLÄGEL et WEISS ([21]) ont confirmé la généralité des résultats de de JONG et RATHENAU par des expériences analogues sur des aciers au carbone . La déformation par cycle est dans ce cas aussi fonction linéaire de la contrainte appliquée, et des allongements cumulés de plus de 500 % sans striction ont été observé sur des éprouvettes cyclées plus de 200 fois en température .

Enfin des expériences ont été effectuées sur différents matériaux présentant des transformations allotropiques (uranium, zirconium, titane, colvalt, acier) en fluage sous charge constante. La température étant cyclée de  $\pm 50^\circ\text{C}$  autour du point de transformation .

Alliages ( % en poids )	Température(°C)
Fer	800 - 1000
Acier à bas carbone	725 - 900
Acier inoxydable( 7,5 % Ni )	20 - 30
Acier TRIP	20 - 30
Titane	850 - 1000
Uranium	665 ± 50
Zirconium	760 - 950

### I.3.2 - Superplasticité structurale :

#### a: / Caractéristiques et conditions d'apparition :

Pratiquement tous les matériaux ,dans certaines conditions de microstructure, de température et de vitesse de déformation, peuvent être superplastiques .

L'analyse des cas indiscutables de superplasticité permet de mettre en relief d'une part les conditions nécessaires à l'apparition de la superplasticité et d'autre part les caractéristiques communes présentés par les matériaux dans le domaine superplastique.

#### Conditions d'apparition de la superplasticité :

- . La température doit être élevée (  $T \gg 0,4 T_f$  ;  $T_f$  étant la température de fusion du matériau considéré ).

- . La vitesse de déformation doit être faible(en moyenne  $\dot{\epsilon} \ll 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) .

- . Le grain doit être équiaxe, de taille très faible( d de l'ordre de 1  $\mu\text{m}$  ) et stable si on veut que la superplasticité se maintienne .



ALLIAGES SUPERPLASTIQUES A GRAINS FINS

ALLIAGE (% en poids)	% elongation	m	Température (°C)
Aluminium / 33 Cu / 17 Cu / 11,7 Sn / 12 Si / 4 Cu	500 600 —	0,4-0,9 0,5 0,4	445-530 400 550 500
Argent / 28 Cu	500	—	675
Bismuth / 44 Sn	7500	—	20-30
Cadmium / 27 Zn	350	0,5	20-30
chrome / 27,5 Co / 24 Ru	160 120	— —	1230 1260
Cobalt / 10 Al	— 850	0,3 —	1200 1000
Cuivre / 10-20 Mg / 10-12 Al / 40 Zn	250 500 450	— 0,5 —	700 540 900
Etain / 1 Bi / 5 Bi	500 1000	0,5 0,7	20-30 20-30
Fer aciers / Bas carbone / IN 744 X	350 500-1000	0,5-0,6 —	
Magnesium / 33,5 Al / 30,7 Cu / 23 Ni / 0,5 Zr / 6 Zn / 9,5 Zr	2000 250 — — 1000	0,8 — — 0,3 0,5	350-400 450 450-475 500 270-300
Nickel / 39 Cr / 10 Fe / 1,75 Ti / 1 Al / 39 Cr / 8 Fe / 2 Ti / 1 Al / 38 Cr / 74 Fe / 1,75 Ti / 1 Al Zn-700	225 1000 1000 1000 —	— 0,5 0,5 0,5 0,5	820 900 980 980 1000
Plomb / 38 Sn  / Sn différentes compositions / composite / 17,4 Cd / 5 Cd / Te différentes compositions	1500-2000  500 300 350 400	0,5-0,7  0,5 0,5 0,5-0,6 0,35	20-70  20-70 20-30 100 50 20-30
Plutonium β	650	0,3	180
Titane IMI 378 / 6 Al / 4 V IMI 679 / 11 Sn / 2,25 Al / 1 Mo / 5 Zr / 0,25 Si IMI 700 / 6 Al / 5 Zr / 4 Mo / 1 Cu IMI / 0,25 Si IMI / 377 / 5 Al / 2,5 Sn	1000 500 500 500	0,9 — — 0,7	900-980 800 800 1000
Tungstène / 22-33 Re	300	0,3	1800-2000
Zinc / commercial / 10,2 Al / 10,4 Al / 15,0 Al / 22,0 Al / 40,0 Al	200-400 465 500 500 500-1500	0,2-0,4 0,72 0,4 0,5 0,5 0,45	20-75 20-30 20-30 285 260 250
Zirconium / Zircaloy 4	250	0,5	300

— (remis à jour d'après Nazari et Pearce, et Cizeron) —

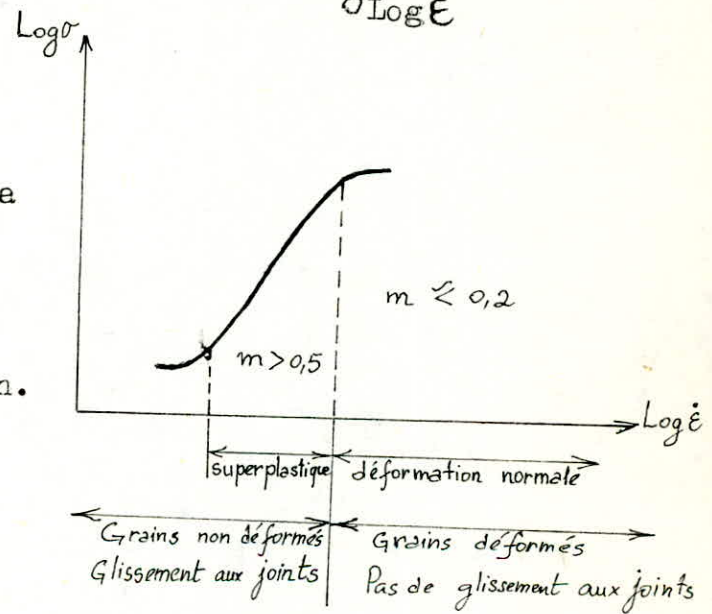
Caracteristiques de la superplasticité (fig .8 ) :

. La sensibilité à la vitesse de déformation est élevée ( $0,5 \leq m \leq 0,7$  , alors que dans le domaine non superplastique on a en général  $m \leq 0,2$  ).

La contrainte d'écoulement à vitesse constante est souvent inférieur à 10 % de la contrainte d'écoulement dans le domaine non superplastique .

Ces deux caracteristiques sont contenues dans l'observation que la courbe  $\text{Log} \sigma = f(\text{Log} \dot{\epsilon})$  sur tout le domaine expérimental a une forme sigmoïdale et que le domaine superplastique correspond à la région de pente maximum .(reppelon que  $m = \frac{\partial \text{Log} \sigma}{\partial \text{Log} \dot{\epsilon}}$  ).

Fig 8 - Allure typique de la courbe  $\text{Log} \sigma = f(\text{Log} \dot{\epsilon})$  pour un matériau polycristallin.



. La région de superplasticité est déplacée vers les vitesses plus élevées lorsque la taille du grain diminue .

. Les grains restent équiaxes et non déformés même après des déformations de plus de 1000 % .

. Il existe un glissement aux joints de grains qui peut être important .

a) Sensibilité à la vitesse de déformation :

Le fait que la courbe  $\text{Log} \sigma = f(\text{Log} \dot{\epsilon})$  sur tout le domaine

expérimental soit sigmoïdale et que la superplasticité n'ait lieu que pour la région médiane est parfaitement attesté par de nombreuses expériences .

On a vu d'ailleurs que la possibilité des grandes déformations sans striction était liée à une forte valeur de  $m$ . Les modèles proposés pour la superplasticité cherchent en général à donner une explication physique de la valeur de  $m$  observé .  
Cependant ,il n'est pas sans intérêt de savoir comment la valeur de  $m$  est obtenue expérimentalement .

Il existe en pratique deux méthodes principales permettant de déterminer  $m$  :

- la première consiste à effectuer un essai de traction classique ( à vitesse de traction constante ) et à comparer les charges  $P_1$  et  $P_2$  avant et après un saut de la vitesse  $V_1$  à la vitesse  $V_2$  .  
Le saut effectué est considéré comme instantané et on admet que :

$$m = \frac{\text{Log}(P_2/P_1)}{\text{Log}(V_2/V_1)} .$$

- la deuxième méthode consiste à calculer la contrainte et la vitesse de déformation vraie  $\dot{\epsilon}$  pour chaque vitesse . On porte alors  $\text{Log } \sigma$  en fonction de  $\text{Log } \dot{\epsilon}$  et la sensibilité à la vitesse de déformation est donnée par la pente de la courbe, on obtient ainsi une valeur  $m'$  .

$$m' = \frac{\partial \text{Log } \sigma}{\partial \text{Log } \dot{\epsilon}}$$

Cependant  $m$  et  $m'$  n'ont pas en général la même valeur. Les expériences montrent effectivement que  $m' > m$  dans de nombreux cas .

#### b/ . Microstructure :

##### 1-7 Microstructure initiale :

Du fait que la plupart des matériaux superplastiques étudiées sont des alliages eutectiques ou eutectoïdes, on en a souvent

déduit que la présence de deux phases était nécessaire à la superplasticité. En fait il n'en n'est rien, et il est maintenant parfaitement clair que la seule condition microstructurale nécessaire à l'apparition de la superplasticité est l'existence d'un grain très fin, de diamètre voisin du micron [3].

Toutefois, si l'on veut que la superplasticité se poursuive au cours de la déformation, il faut que la taille de grain reste faible, c'est - à - dire que la croissance du grain soit lente ou impossible.

Lorsque la croissance de la taille de grain est suffisamment lente on peut se maintenir dans les conditions superplastiques assez longtemps pour obtenir des allongements importants. Ainsi, pour des alliages monophasés Pb - Tl, GIFKINS [22] a obtenu des allongements de 370 % en fluage. Des essais de traction sur des métaux purs ont également permis d'obtenir dans les conditions initiales de superplasticité des allongements bien supérieurs à ceux que l'on observe d'habitude. FLOREEN [23] sur le nickel pur et, NAZIRI et PEARSE [24] sur le zinc commercial ont pu obtenir des allongements supérieurs à 200 % dans des conditions où la taille de grain reste assez stable.

Toutefois il est bien évident que nous n'avons là qu'une superplasticité temporaire et l'intérêt d'avoir une deuxième phase apparaît clairement car la croissance des grains d'une des phases est inhibée par les grains de l'autre phase et réciproquement. Ainsi la présence de deux phases est un meilleur moyen de stabiliser la taille de grain.

#### ↳ Evolution de la microstructure :

La caractéristique essentielle de la déformation superplastique est, en fait, que la microstructure n'évolue pas au cours

de la déformation. Les grains initialement équiaxes restent équiaxes, même pour des déformations totales de l'éprouvette de l'ordre de 1000 %. On est donc conduit à l'alternative suivante : ou bien il y a recristallisation pendant la déformation, comme on l'observe lors de la déformation à chaud, ou bien les grains ne se déforment pas individuellement mais glissent les uns sur les autres pour permettre la déformation de l'agrégat [3] .

L'hypothèse de la recristallisation a été éliminée pour la bonne raison que celle-ci n'a pas été observée dans les cas indiscutables de superplasticité .

Par contre il a été observé toujours un glissement aux joints de grains . Celui-ci a été mis en évidence par le décalage de rayures à la surface de l'échantillon lorsqu'elles traversent un joint .

#### C/ Mécanismes physiques : modèles proposés .

Trouver un modèle physique pour la superplasticité revient à expliquer pourquoi on obtient une valeur élevée de  $m$  dans certaines conditions de température, vitesse de déformation et taille de grain . Le modèle devra rendre compte de la forme de la courbe (fig .8 ) .

Il devra en plus être compatible avec la majorité des observations expérimentales à savoir : les grains restent équiaxes, le glissement aux joints est important .

Le point de départ de tous les modèles est l'observation que la valeur de  $m$  augmente pour des valeurs de  $\dot{\epsilon}$  inférieures à une valeur critique  $\dot{\epsilon}_c$ , elle même d'autant plus faible que la taille de grain est grande . Par ailleurs, dans la région de la courbe  $\text{Log } \sigma$ ,  $\text{Log } \dot{\epsilon}$  située vers les  $\dot{\epsilon}$  élevées, la déformation est intragranulaire et se produit par glissement des dislocations. Il est

donc normale d'expliquer la rupture de pente de la courbe  $\text{Log } \dot{\epsilon}$ ,  $\text{Log } \dot{\epsilon}$  par le fait qu'un nouveau mécanisme de déformation vient de superposer au glissement ou le remplacer .

ALDEN [10], se fondant sur l'évidence métallographique, suggéra que le glissement aux joints était le mécanisme dominant pour les basses vitesses de déformation et les faibles tailles de grain .

Cependant, suivant les modèles, le mécanisme qui précédait le glissement intragranulaire était, ou le glissement aux joints ou bien le fluage-diffusion (ou transport de matière sous contrainte). La synthèse entre ces deux optiques a pu être faite récemment et l'on sait maintenant que le glissement aux joints et le fluage-diffusion se contrôlent mutuellement [3] . Pour des raisons de commodité, il est préférable de parler de glissement aux joints contrôlé par le fluage-diffusion .

Nous exposerons maintenant le modèle le plus récent et le plus élaboré de ceux qui attribuent la déformation au glissement des joints contrôlé par le fluage-diffusion des grains : le modèle de ASHBY et VERRALL [25] .

Ceux-ci commencent par montrer que la déformation d'un agrégat peut s'opérer de deux façons :

1) Écoulement quasi uniforme :

Les grains en moyenne subissent la même déformation que l'éprouvette, ils ne changent pas de voisins et le nombre de grains dans la section droite de l'éprouvette reste constant. (fig.9). Les trajectoires des centres des grains sont toujours localement parallèles .

C'est le mode de déformation qui est opérant pour les mécanismes classiques de déformation .

## 2) Écoulement non uniforme :

Dans ce cas, les grains ne se déforment pas et la déformation d'ensemble de l'agrégat est due au fait que les grains glissent les uns contre les autres de façon à ce que le nombre de grains diminue dans la section droite et augmente dans la longueur de l'éprouvette. Au cours de ce processus les grains changent localement de voisins et les trajectoires des centres de grain sont localement perpendiculaires .

Un événement local d'échange de voisins implique quatre voisins (fig.10).

ASHBY et coll. [25] ont vérifié que ce type d'écoulement avait lieu pour une émulsion de gouttes d'huile (grains) séparés par une couche mince de détergent (joints de grains). Après une déformation initiale des grains de 50 %, on pouvait atteindre une déformation totale de 1000 % par le processus d'échange de voisins .

En fait, il est très difficile d'expliquer autrement l'existence de grains équiaxes dans des éprouvettes déformées de plus de 1000 % .

ASHBY et coll. [25] prennent comme événement unité de déformation le changement de forme d'un groupe de quatre grains passant par une position de col (fig.10). Les grains glissent les uns contre les autres et le glissement est contrôlé par le fluage-diffusion c'est-à-dire par le transport de matière en volume ou le long des joint

Ce modèle rend bien compte de tous les résultats expérimentaux et de la forme de la courbe  $\log(\dot{\epsilon})$ ,  $\log \dot{\epsilon}$  . C'est probablement le modèle le plus raisonnable physiquement à l'heure actuelle. On doit cependant noter qu'il ne fait intervenir que les joints de grains à l'intérieur d'une même phase . Il s'applique donc à la

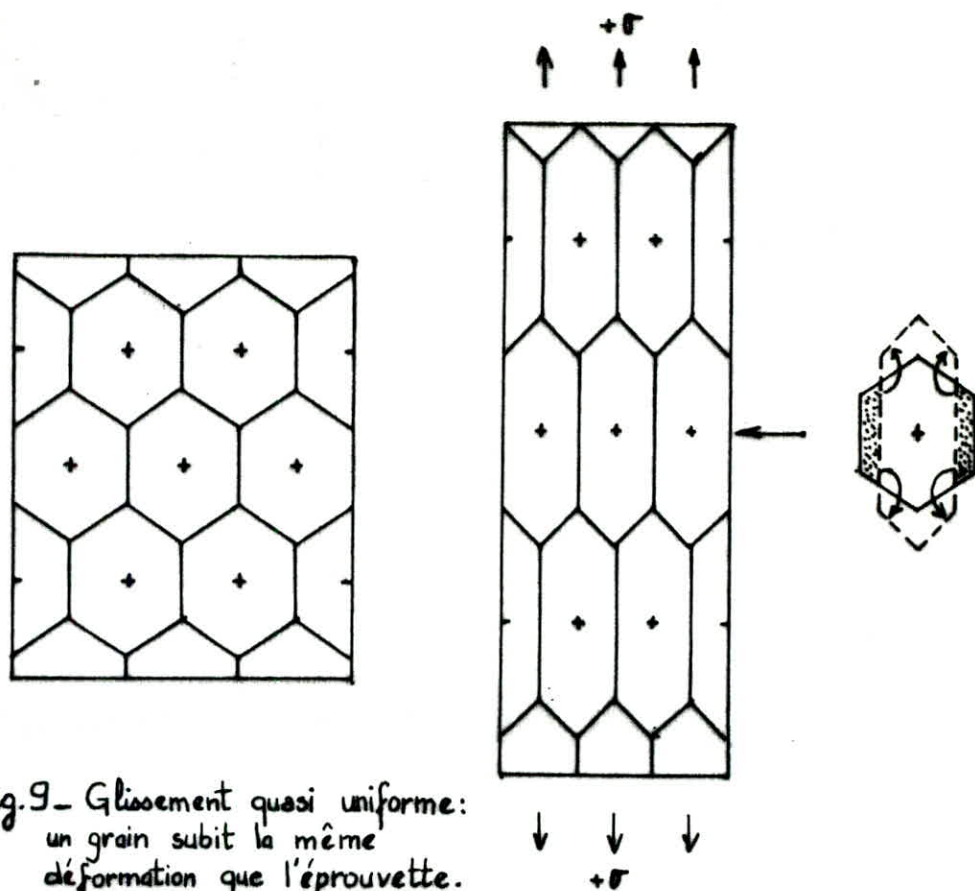


Fig.9 - Glissement quasi uniforme: un grain subit la même déformation que l'éprouvette.

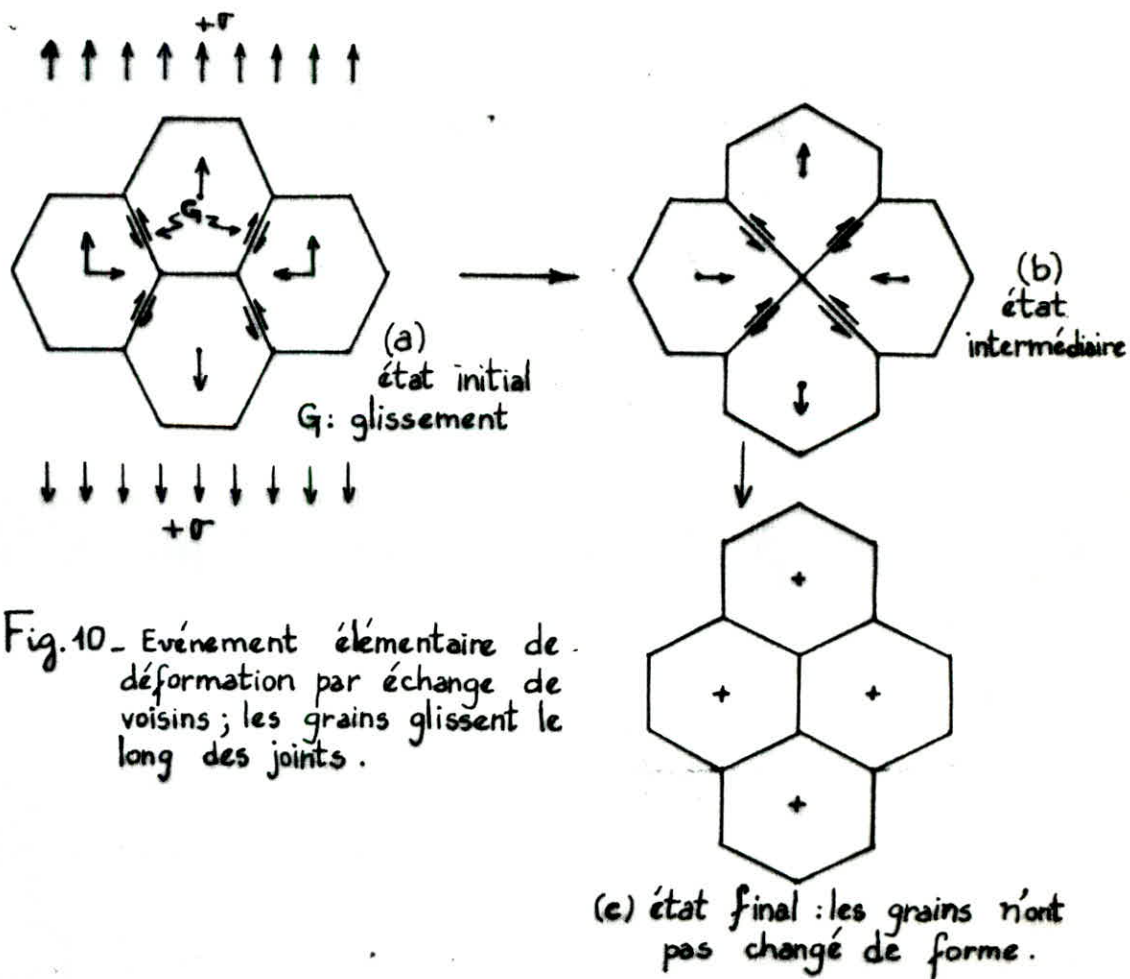


Fig.10 - Evénement élémentaire de déformation par échange de voisins; les grains glissent le long des joints.



superplasticité d'un métal pur ou d'un alliage biphasé si l'on suppose que la déformation est celle de la phase dominante . Si, par contre le glissement des interfaces entre phases jouait un rôle dans la déformation, ce modèle ne pourrait s'appliquer .

CHAPITRE : II

=====  
" "  
" " METHODES ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES " "  
" "  
" "  
=====

## II.1 - Diagramme d'équilibre Zn - Al .

Pour avoir une bonne idée de la structure des alliages constitués par les deux métaux Zn et Al , il suffit d'examiner le diagramme binaire Zn - Al (fig.1 ).

Sur le côté zinc du diagramme (fig 2 ), on constate la présence d'un entectique à 5,1 % d'Al( dont le point de fusion est 382°C) et celle d'une solution solide  $\beta$  d'Al dans le Zn , qui cristallise dans le système hexagonal. La teneur en Al de cette solution solide est maximale à 382°C , température à laquelle elle atteint 1,14 % d'Al dans le Zn .

Au dessus et en dessous de cette température, la solubilité de l'Al dans le Zn diminue pour n'être plus à la température ambiante que de 0,05 % environ .

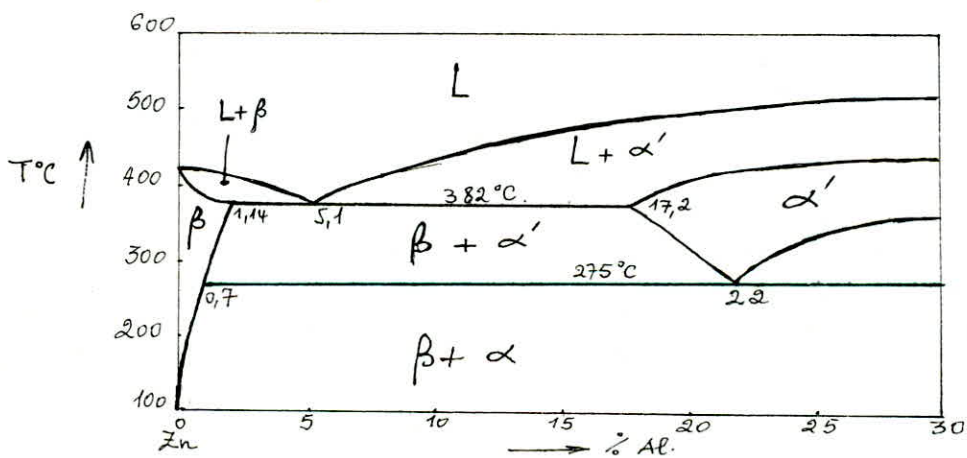


Fig.2 - Diagramme d'équilibre Zn-Al dans sa partie Zn-

On voit également sur le diagramme d'équilibre que la seconde phase  $\alpha'$  n'existe qu'au dessus de la température de 275°C .Au cours du refroidissement de l'alliage , la phase  $\alpha'$  est le siège d'une réaction eutectoïde à 275°C (et 22 % d'Al ) et se décompose en  $\alpha$  et  $\beta$  . La phase  $\alpha$  est une solution solide de Zn dans

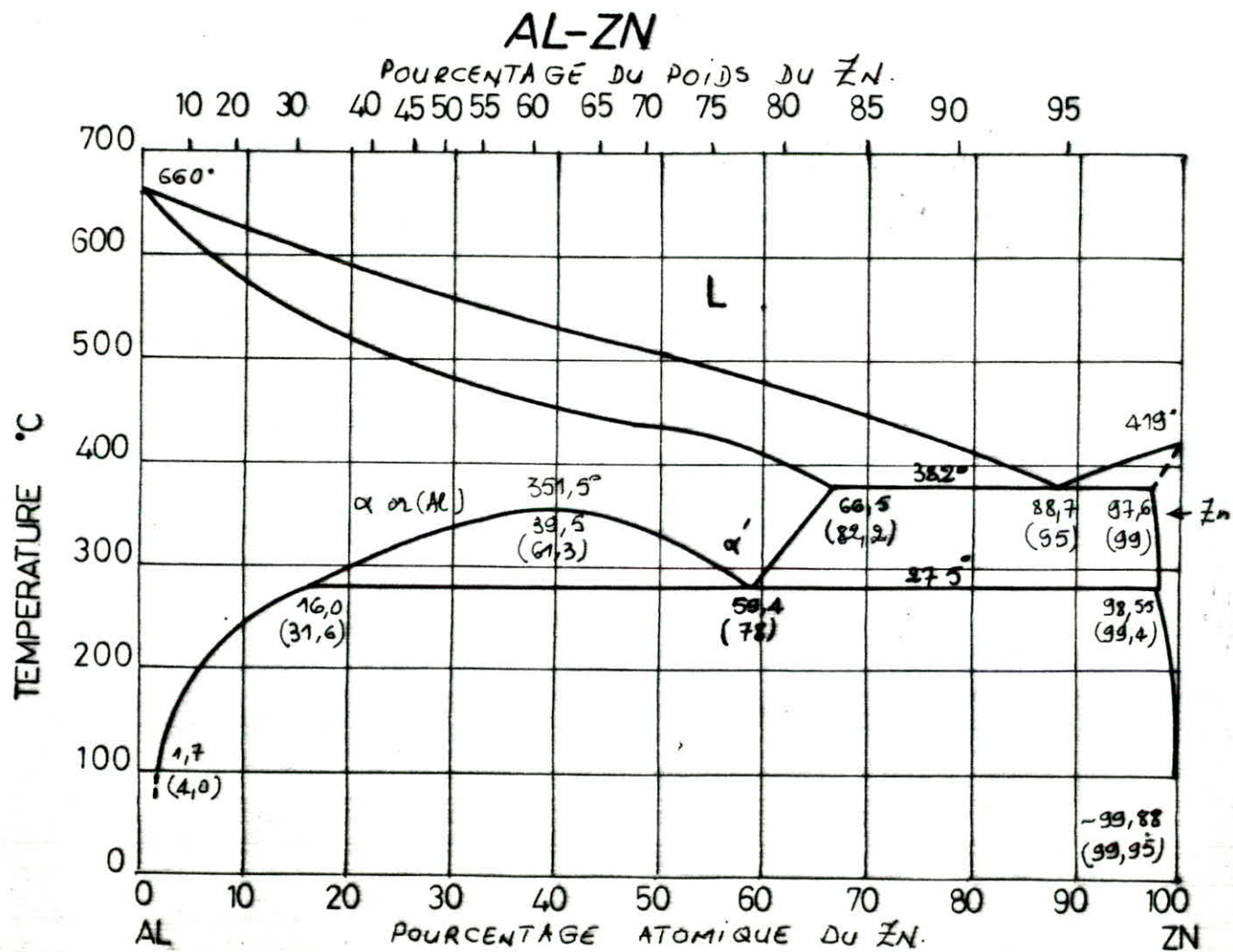


Fig. 11 - Diagramme d'équilibre Al-Zn.

l'Al dont la composition varie en fonction de la température et qui cristallise dans le système cubique à faces centrées .

## II.2- Elaboration des alliages .

L'élaboration a eu lieu à l'usine d'électrolyse de zinc de Ghazaout (unité SNS, Tlemcen) à partir des éléments Zn et Al à 99,99 % de pureté .Tout d'abord, on a commencé par nettoyer tout le matériel nécessaire à cette élaboration à savoir : une poche en ciment réfractaire (comprit 40 ) dans laquelle aura lieu le mélange liquide (Zn + Al ); une louche utilisée pour la coulée dans des moules parallélépipédiques et une barre en acier inoxydable destinée à assurer un brassage manuel pour avoir une meilleure homogénéisation .

Après avoir bien décrassé la poche, on a pesé sa tare à vide (poids = 157 Kg ) puis on l'a préchauffée à l'aide d'un bruleur à gaz. En versant 15,6 Kg de Zn liquide et 4,4 kg d'Al liquide , on devrait obtenir un alliage de 20 kg à 78% Zn et 22% Al (% en poids). Après un bon brassage manuel avec la barre, on a prélevé un échantillon sous forme de pastille afin de l'analyser au laboratoire de l'unité. Ne pouvant pas utiliser le quantomètre qui permet de donner une analyse rapide et précise, à cause de la teneur en Al tolérée par l'étalon du quantomètre et qui est au maximum de 5% Al, on a procédé à l'analyse par la méthode classique : complexométrie (dosage en retour ).

### II.2.1 - Analyse de l'aluminium :

L'échantillon prélevé sous forme de pastille est réduit en copaux, avec une fraiseuse, afin de faciliter la mise en solution.

La méthode utilisée est prévue pour les alliages de Zn, le mode opératoire pouvant être appliqué pour les teneurs supé-

rieures ou égales à 0,1% Al (1 ml de solution titrante = 0,2697 % Al ).

a) Principe: après dissolution, on complexe tous les ions métalliques, au PH convenable, par l'EDTA dont on élimine l'excès par l'addition en retour de la quantité juste nécessaire d'une solution de zinc (indicateur Xylénol orange). On traite ensuite à chaud par NaF qui, en complexant préférentiellement l'Al, relibère une quantité correspondante d'EDTA que l'on titre par une solution étalon de Zn .

b) Mode opératoire: peser 1 g de matière (copaux) à analyser, les introduire dans une fiole de 250 ml et les dissoudre par 40 ml HCl (mise en solution).

Ammener au volume et homogénéiser. Prélever 25 ml dans un erlen de 500 ml.

Ajouter 100 ml H<sub>2</sub>O, 50 ml EDTA, 5 gouttes rouge de méthyle. Neutraliser par l'ammoniac gouttes à gouttes jusqu'au virage jaune. Ajouter 25 ml d'acétate sodique et faire bouillir pendant 3 mn. Refroidir, ajouter 2 gouttes Xylénol rouge et titrer avec la solution étalon de zinc, virage du jaune au rouge. Ajouter 25 ml de NaF . Faire bouillir 3 mn , traiter à chaud la solution redevenue jaune à l'aide de la solution étalon de Zn jusqu'au virage rouge mauve. Tenir (Tenir) compte pour les calculs uniquement du volume (V) de la 2<sup>e</sup> titration .

Calculs : % en Al = 5.V. 0,2697 .

## II.2.2 - Analyse des impuretés par absorption atomique :

On pèse 5g des copaux qu'on introduit dans une fiole de 250 ml. On effectue la mise en solution en ajoutant 40 ml d'HCl

concentré et 20 ml d'eau distillée.

Après réaction complète, on ajuste à 100 ml par H<sub>2</sub>O .Puis la solution est introduite au spectrophotomètre à absorption atomique qui donne l'absorbance de chaque élément(impureté) avec laquelle on calcule la teneur à partir des tables de correspondance .

Ainsi, par cette méthode de classique, l'analyse de l'échantillon prélevé de cette première élaboration a donné les résultats suivants :

Al : 20,90 % ; Fe : 0,047 % ; Pb: 0,0047% ; Cd: 0,0009 %

Cu : 0,0004% ; Ag : 0,0004 %                      Zn : le reste .

Ces teneurs représentent la moyenne de 3 analyse différentes du même échantillon prélevé .

Vu que la teneur en Al est un peu loin de la valeur recherchée (22%), des corrections ont été faites en ajoutant des valeurs déterminées d'Al et de Zn , en poids, dans la poche à l'état solide Après une nouvelle fusion et un bon brassage, l'analyse d'un deuxième échantillon a donné les résultats suivants :

Al : 22,40% ; Fe : 0,056 % ; Pb : 0,0038% ; Ag : 0,0003 %

Cu : 0,0005 ; Cd : 0,0007 %                      Zn 77,54 % .

Finalement cet alliage ,avec cette dernière composition, a été coulé dans des moules parallélépipédiques et l'on a obtenue des plaquettes de dimensions:

100 X 10 X 14 mm<sup>3</sup> .

En réalité, l'épaisseur des plaquettes obtenues variait de 8 ÷ 14 mm selon la quantité d'alliage liquide contenue dans la louche .

Cependant, nous avons fait une deuxième élaboration dans le but de se rapprocher le plus de la composition entectoïde (22% Al). Cette fois-ci, 4 échantillons sous forme de pastilles ont été prélevés et analysés. Se contentant pour cette première analyse de la teneur en Al, les résultats ont été comme suit :

échantillon	n° 1	-----	$V_1 = 17,7 \text{ ml}$	==	% Al = 23,87 .
"	n° 2	-----	$V_2 = 17,8 \text{ ml}$	==	% Al = 24,00 .
"	n° 3	-----	$V_3 = 17,9 \text{ ml}$	==	% Al = 24,14 .
"	n° 4	-----	$V_4 = 17,4 \text{ ml}$	==	% Al = 23,46 .
					-----
moyenne					% Al = 23,87 .

En fonction de ces résultats, on a effectué des corrections en ajoutant 3,9 Kg de Zn et 0,715 Kg, valeurs déterminées par les calculs, à l'intérieur de la poche déjà refroidie. Après une fusion contrôlée, afin que le zinc ne risque pas de se volatiliser (907°C), et un brassage manuel, 3 échantillons de cet alliage ont été analysés complètement et les résultats étaient comme suit :

échantillon	n° 1	-----	$V_1 = 16,3 \text{ ml}$	===	% Al = 21,98
"	n° 2	-----	$V_2 = 16,3 \text{ ml}$	===	% Al = 21,98
"	n° 3	-----	$V_3 = 16,3 \text{ ml}$	===	% Al = 21,98 .
					-----
donc					% Al = 21,98 .

Avec les impuretés :

Pb : 0,0063 % ; Cd : 0,0004 % ; Cu = 0,0030 % ; Fe = 0,0413 %  
 Ag : 0,0011 %

Enfin, la coulée a été vite faite juste après l'analyse dans des moules identiques à ceux déjà cités .



Ainsi nous disposons de deux alliages de compositions différentes.

<u>1<sup>er</sup> type</u>	<u>2<sup>e</sup> type</u>
Al : 22,40 %	Al : 21,98 %
Fe: 0,0560 %	Fe : 0,0413 %
Pb : 0,0038 %	Pb : 0,0063 %
Ag : 0,0003 %	Ag : 0,0011 %
Cu : 0,0005 %	Cu : 0,0030 %
Cd : 0,0007 %	Cd : 0,0004 %
Zn : le reste ( 77,54 %)	Zn : le reste ( 77,97 %)

### II.3 - Préparation des éprouvettes :

Le 1<sup>er</sup> type d'alliage ( 22,40 % Al ) a été utilisé pour la préparation des éprouvettes cylindriques brutes du produit moulé. Usinées à l'atelier du département Génie-Mécanique de l'école, les dimensions de ces éprouvettes sont indiquées par la figure 13. -

Le 2<sup>e</sup> type d'alliage ( 21,98 % Al) a été utilisé auparavant pour la préparation des éprouvettes plates à partir du produit laminé . Le laminage a été effectué à froid, par défaut du laminage à chaud, et les plaquettes de cet alliage ont été ramenées à 2,5 mm d'épaisseur finale . Les dimensions de l'éprouvette plate sont indiquées par la figure 14 .

Cependant, les éprouvettes plates n'ont pas donné des résultats satisfaisants au cours de l'essai de traction pour la simple raison qu'elles contenaient beaucoup de fissures internes introduites par le laminage à froid . Pour cela exceptée une, toutes les expériences ont été réalisées avec les éprouvettes cylindriques .

### II.4 - Traitement thermique :

II.4.1 - Homogénéisation - trempe : afin de produire une structure à grains fins , condition nécessaire pour obtenir un comportement

# Eprouvettes de traction

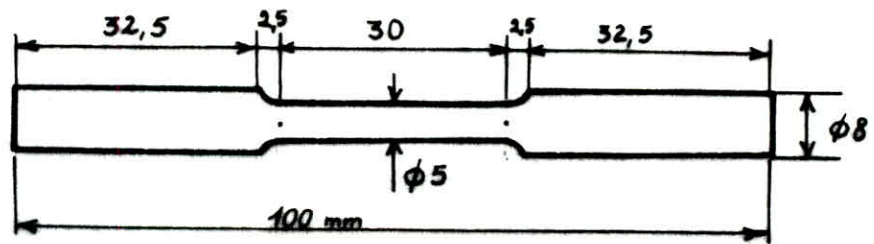
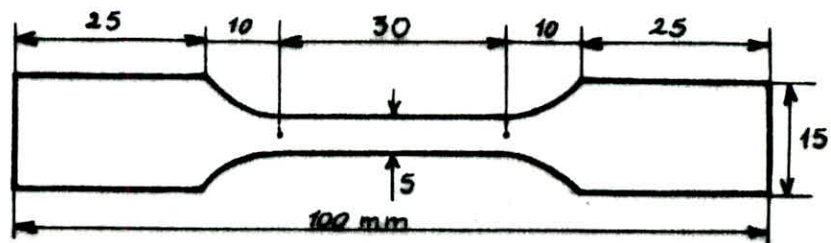


Fig.13 - éprouvette cylindrique.



épaisseur  
 $e = 2,5 \text{ mm}$

Fig.14 - éprouvette plate.

superplastique, les éprouvettes obtenues sont maintenues une heure ( 1 h .) à 375°C , domaine de la phase unique ' , et trempées en une dizaine de secondes dans une solution d'eau et de glace .Le traitement d'homogénéisation a été réalisé dans un four ADAMEL du type RT monté verticalement .

II.4.2 - Vieillissement : afin d'accélérer le phénomène de précipitation de la phase B et de provoquer le grossissement des grains , les éprouvettes trempées sont vieillies à 250°C ( dans une étuve : HERAEUS )et maintenues pendant des temps différents. Cependant les durées de maintien sont déterminées de telle façon que la superplasticité , qui nécessite des grains fins, disparaisse au fur et à mesure car plus le temps de maintien est long plus la taille des grains est grande. Ainsi les éprouvettes vieillies à 250°C sont maintenues pendant : 1 h , 22<sup>h</sup>30mn, 45h et 116h .

Avant l'essai de traction, il faut s'assurer par un examen soigneux de ce que les éprouvettes sont exemptes de fissures et d'entailles .

## II.5 - Essai de traction .

L'essai de traction permet l'étude de la déformation d'une éprouvette soumise à un effort longitudinal croissant jusqu'à la rupture. L'éprouvette porte deux repères destinés à la mesure des allongements .

La machine et les appareils d'attache doivent présenter des dispositif permettant à l'éprouvette de s'orienter librement dans la direction de la traction . Toutes les précautions doivent être prises afin que l'éprouvette soit bien centrée et qu'elle ne soit pas soumise à un moment de flexion .

Il y a trois possibilités d'amarrage :

- appui des têtes .

- par saisie à l'aide de coins à griffes .
- par filetage

La vitesse d'allongement (de traction) doit être constante pendant toute la durée de l'essai. De plus l'application de la charge doit se faire d'une manière continue. Ainsi il faut éviter les variations brusques de vitesse de mise en charge qui pourraient fausser les résultats et perturber les enregistrements .

La longueur entre repères doit être marquée sur la surface de l'éprouvette, avec une précision de  $\pm 1 \%$ , d'une manière qui ne puisse pas influencer la rupture de l'éprouvette. L'allongement à la rupture est mesuré sur cette dernière.

La machine qu'on a utilisé pour nos essais est du type 05 TESTWELL.

## II.6 - Micrographie :

La micrographie a pour but de mettre en évidence les constituants des produits métallurgiques (métaux purs, combinaisons, solutions solides, entectiques et entectoïdes).

Pour cela, on procède à l'examen au microscope par réflexion d'une surface polie et généralement attaquée .

### II.6.1 Prélèvement de l'échantillon :

Le prélèvement se pratique le plus souvent soit à la scie, soit à la trançonneuse, et l'on obtient généralement un cube de 10 à 15 mm d'arête. A la rigueur, on peut se contenter d'observer une surface de quelques millimètres carrés; on examine aussi des fils, des copaux, des toles; l'échantillon est alors enrobé dans une matière plastique (résine synthétique). La technique d'enrobage tend à s'étendre à tous les échantillons. Le mode de prélèvement ne doit pas provoquer une grande élévation de température sinon il pourrait y avoir modification de la constitution de l'alliage .

## II.6.2 - Polissage :

Le polissage consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen ultérieur. Pour cela, on frotte le métal sur des abrasifs de plus en plus fins; on prolonge l'action de chacun d'eux jusqu'à ce que les raies créées par le produit précédent aient disparu. Cette condition est facile à constater si l'on prend soin de rayer l'échantillon rigoureusement dans un certain sens avec un abrasif, et dans le sens perpendiculaire avec le suivant.

D'une façon générale, prendre soin d'éviter l'échauffement de l'échantillon,

Le polissage comporte trois phases :

a) Dressage : il est effectué à la meule. Il est bon aussi d'abattre les angles, si possible, afin de ne pas déchirer les papiers et feutres ultérieurement.

b) Dégrossissage : il s'opère à l'aide d'une série échelonnée de papiers émeris de plus en plus fins, du grade 120 au grade 1000, en général, en passant par les grades intermédiaires: 320 et 600.

c) Finissage : l'échantillon est poli généralement sur un disque en feutre .

L'abrasif employé est soit de la poudre d'alumine en suspension dans un liquide, soit de la pate diamantée . Dans les deux cas, les résultats ont été satisfaisants pour notre alliage .

Le polissage doit permettre d'arriver à une surface comparable à un miroir dont les rayures très fines sont invisibles à l'oeil nu .

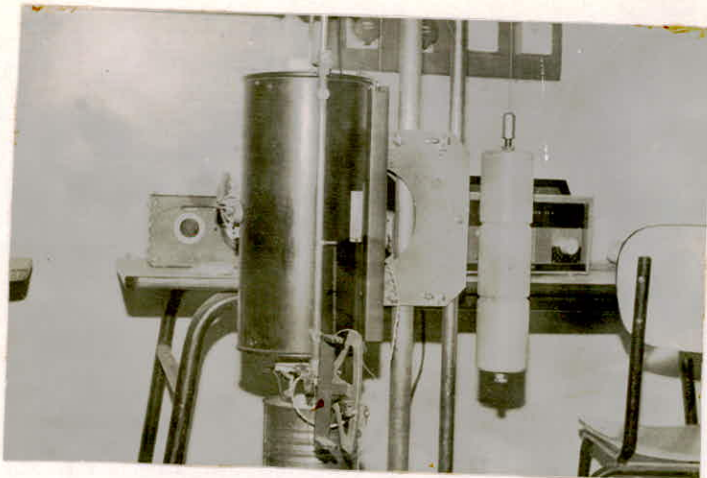
## II.6.3 - Attaque :

Le réactif d'attaque adopté est l'acide fluoridrique HF( 40% concentré ) dilué à 99 % dans l'eau . ~~-----~~ HF 1%

La durée de l'attaque est de 2 à 3 mn .



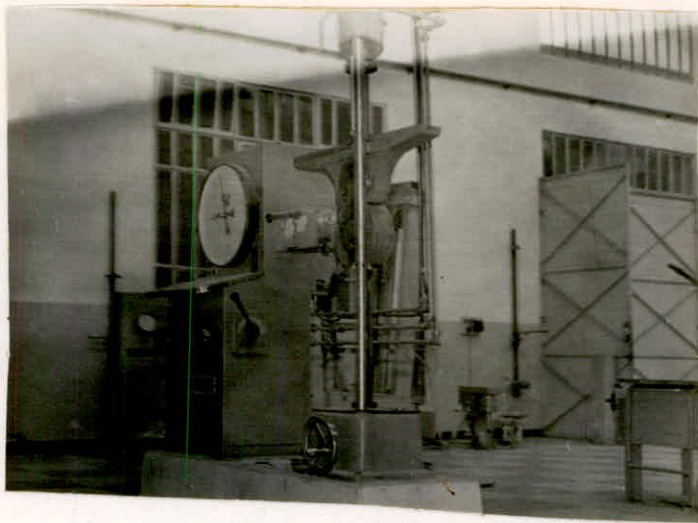
- Poche d'élaboration -



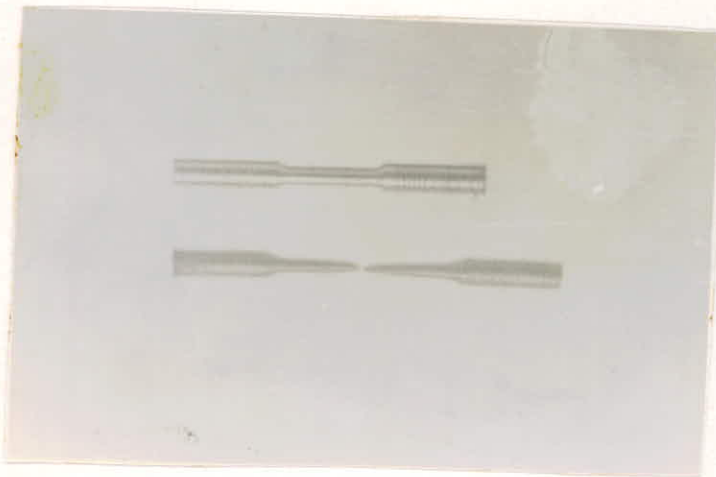
- Four d'homogénéisation et trempé -



- Etuve utilisée pour le vieillissement -



- Machine de traction (utilisée) -



- Alliage 22,40% Al -



- Alliage 21,98% Al -

CHAPITRE : III

Résultats expérimentaux et discussion



### III . 1 - Essai de traction :

Les essais de traction ont été réalisés , à la température ambiante , sur des éprouvettes de composition 22,40 % Al ayant subies différents traitements thermiques .

Notre but étant :

- de mettre en évidence la superplasticité de l'alliage d'une part et ,
- d'étudier les paramètres qui influent sur la superplasticité en provoquant sa disparition d'autre part ;

nous avons fait varier les deux paramètres suivants :

- . taille des grains
- . vitesse de traction .

Cependant, nous avons étudié ces deux paramètres indépendamment .

#### III.1.1 - Taille des grains :

Le vieillissement à température donnée ( inférieure à la température du palier entectoïde : 275°C) de l'éprouvette trempée( ayant pour structure la phase unique  $\alpha'$  ) provoque la précipitation de la deuxième phase de l'alliage (phase  $\beta$ ) . Plus la température est élevée plus la précipitation est accélérée .

Ainsi, nous avons commencé par un vieillissement à 100°C pendant 5 h, puis à 200°C pendant 45 h, et le résultat était que l'alliage gardait toujours son comportement superplastique . Alors nous avons choisi la température de vieillissement de 250°C .

Trempées et vieilles à cette température ,les éprouvettes ont subi des essais de traction à vitesse constante :

$$\frac{dL}{dt} = 1,33 \frac{\text{mm}}{\text{mn}} .$$

Les courbes contrainte - déformation obtenues sont représentées dans les figures : 15,16,17,18 et 19 .

Pour comparer le comportement en traction de ces éprouvettes en fonction du temps de vieillissement, nous avons rassemblé ces résultats dans les figures 20 et 21 et dans le tableau 1 .

Par ailleurs, nous avons vu que les matériaux superplastiques possèdent une microstructure particulière, constituée de grains équiaxes très petits (de l'ordre de quelques microns seulement). A cet égard, la superplasticité est d'autant plus notable que la dimension moyenne conférée aux grains du matériau est plus faible .

Cependant, le maintien à une température de vieillissement a pour effet de grossir la taille des grains; celle-ci est d'autant plus grande que le temps de maintien est long .

Donc le grossissement des grains, par vieillissement, doit provoquer la diminution de l'allongement total relatif  $\epsilon_a$  ( % ) . Cela est bien vérifié par nos résultats .

- Tableau 1 -

- Température de trempe : 375°C .
- Température de vieillissement : 250°C .
- Vitesse de traction : 1,33  $\frac{\text{mm}}{\text{mn}}$  .

Temps de vieillissement(h)	Allongement( % )	Contrainte maximale $\times 10^{-5} \frac{\text{N}}{\text{mm}^2}$
0	92	2,67
1	64	2,85
22,5	48	3,39
45	40	3,49
116	34,8	3,71

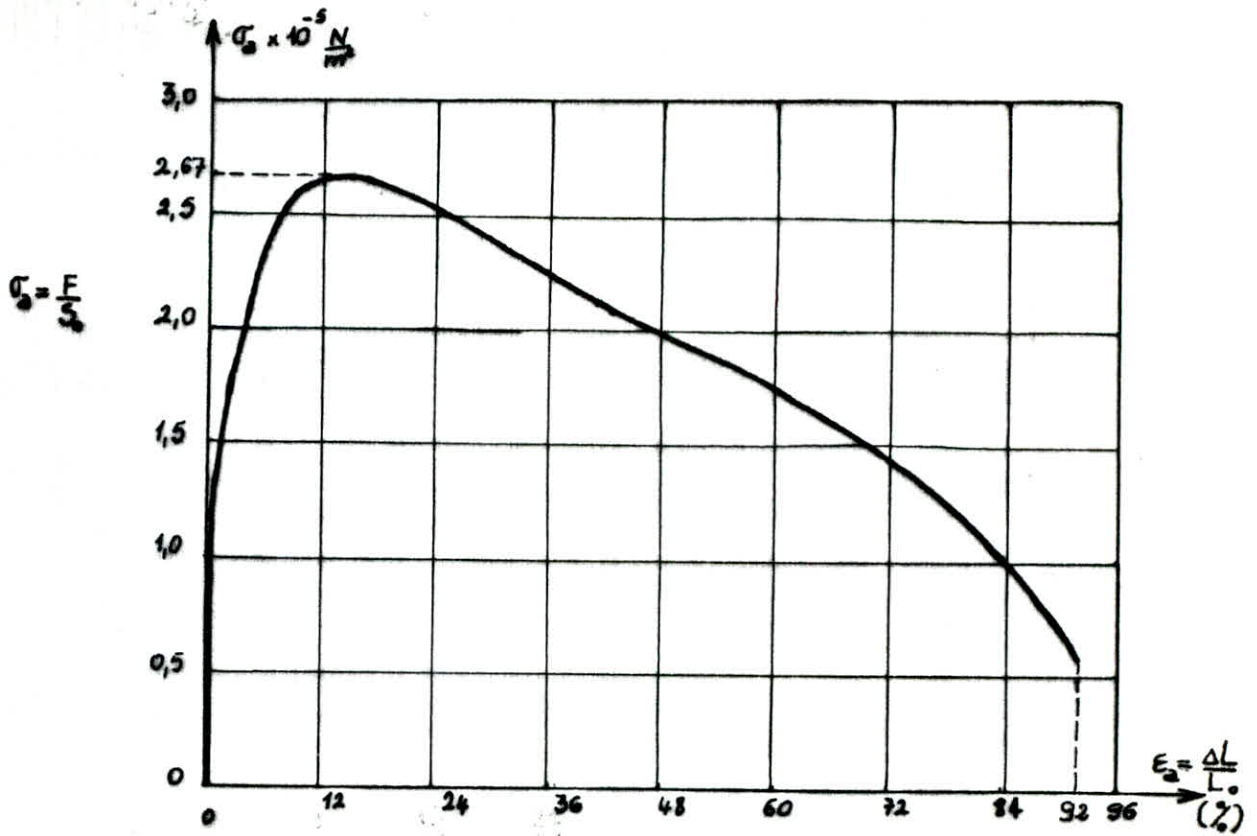


Fig15. éprouvette trempée  
(22,40% Al)

Vitesse de traction =  $1,33 \frac{mm}{mn}$

$$\epsilon_{a1} = 92\%$$

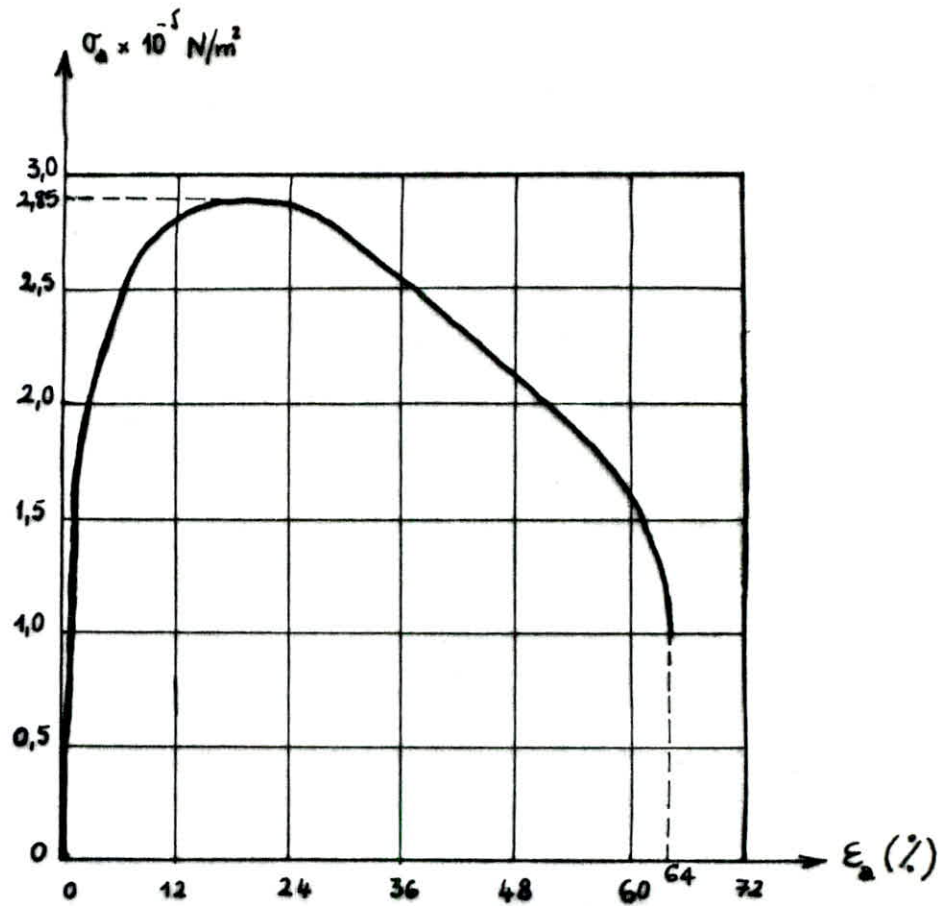


Fig.16\_épreuve trempée  
(2240%Al) et vieillie à  
250°C, t=1h.

Vitesse de traction =  $1,33 \frac{\text{mm}}{\text{mn}}$

$\epsilon_{e2} = 64\%$

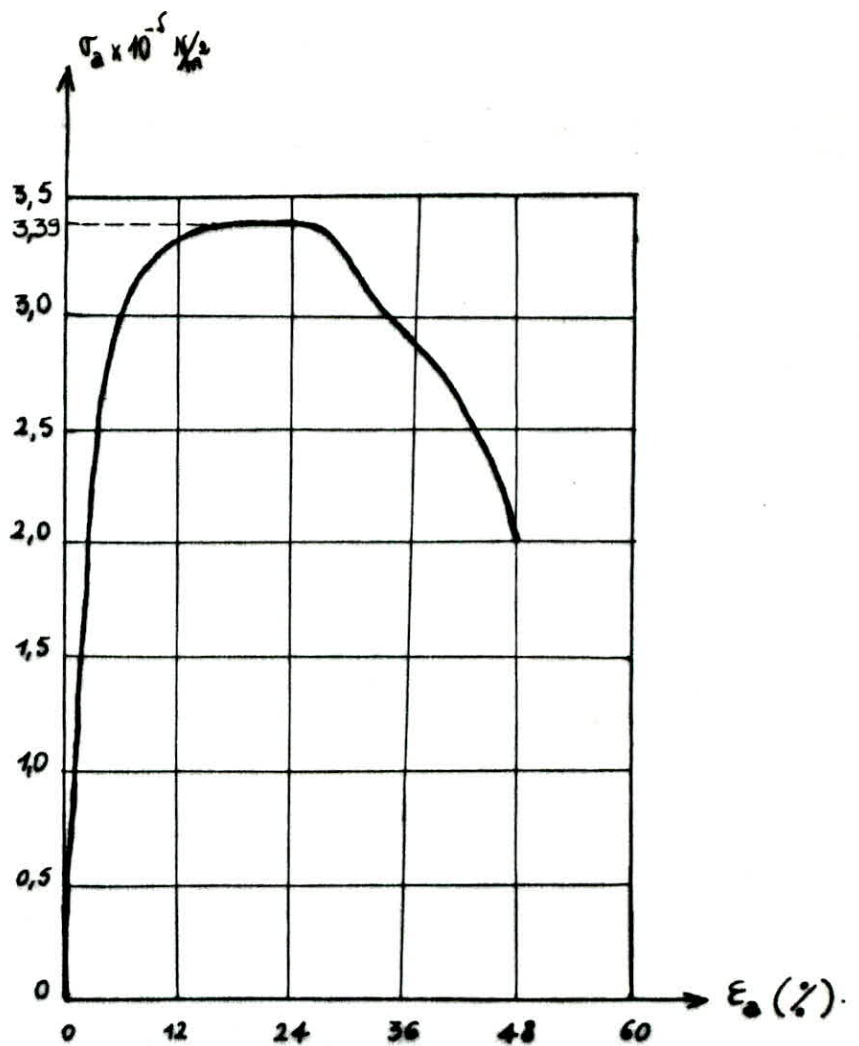


Fig.17\_épreuve trempée  
(22,40%Al) et vieillie à  
250°C , t=22h 30mn.

Vitesse de traction =  $1,33 \frac{\text{mm}}{\text{mn}}$

$$\epsilon_{a3} = 48\%$$

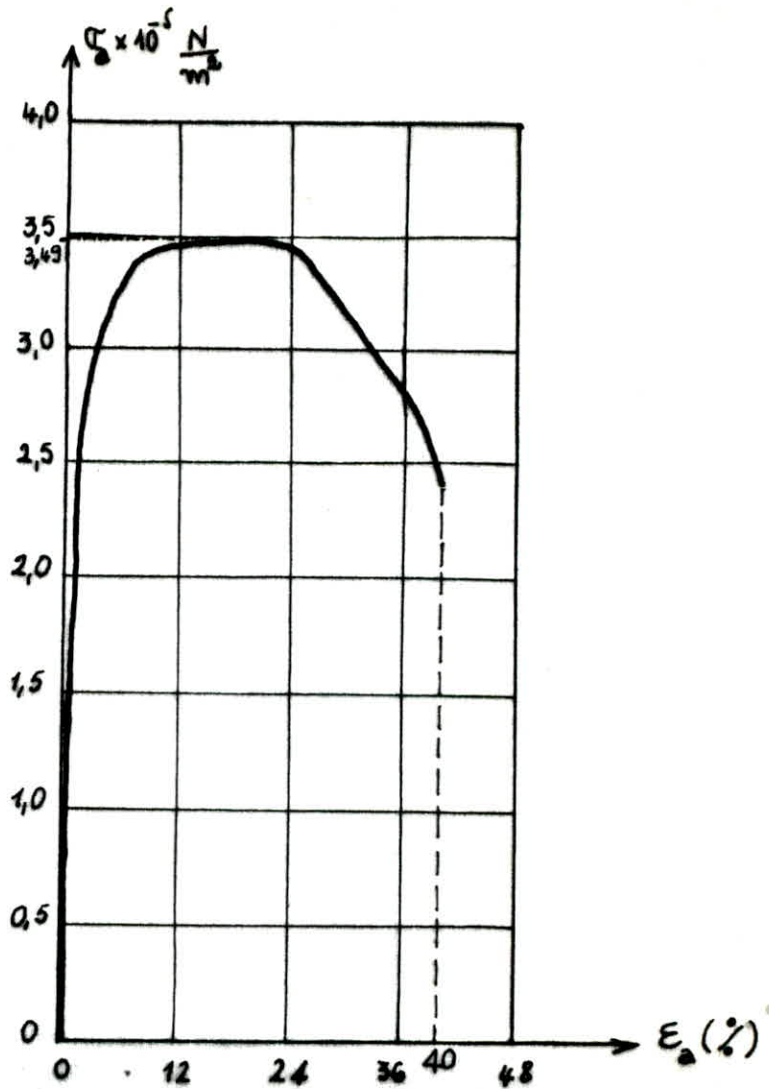


Fig.18\_épreuve trempée  
(22,40%Al) et vieillie  
à 250°C, t=45h.

Vitesse de traction = 1,33  $\frac{\text{mm}}{\text{mn}}$

$\epsilon_{24} = 40\%$

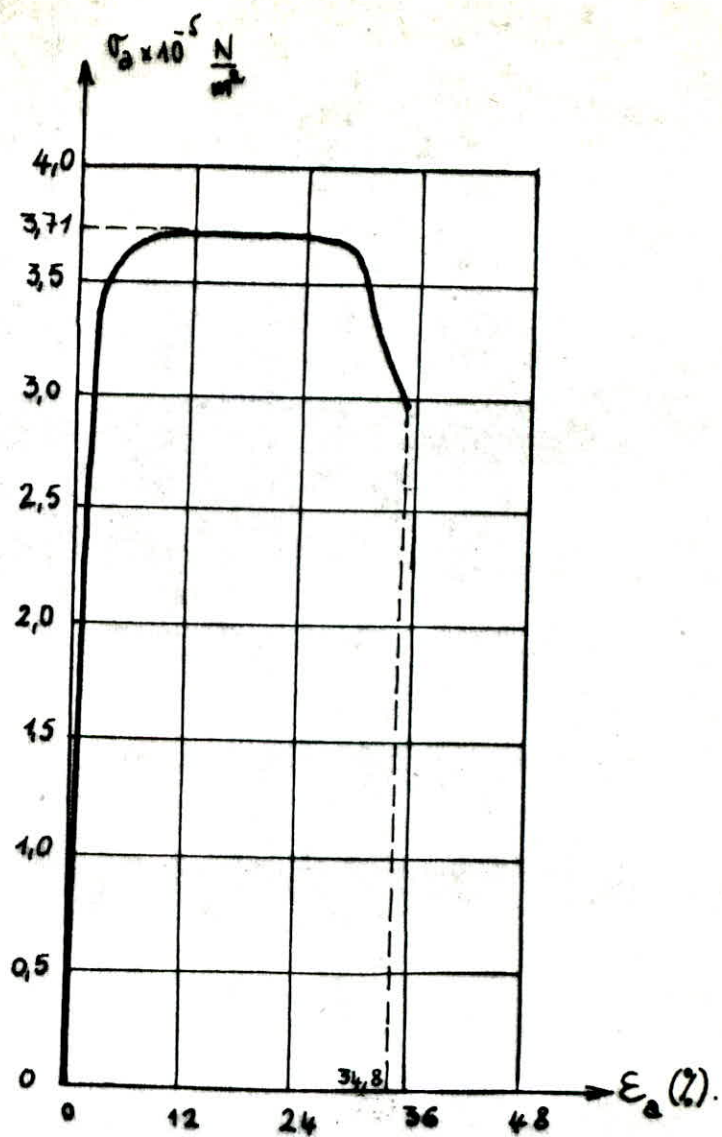


Fig.19 éprouvette trempée  
 (22,40%Al) et vieillie  
 à 250°C , t=116 h.

Vitesse de traction = 1,33  $\frac{\text{mm}}{\text{mn}}$

$\epsilon_{25} = 34,8\%$

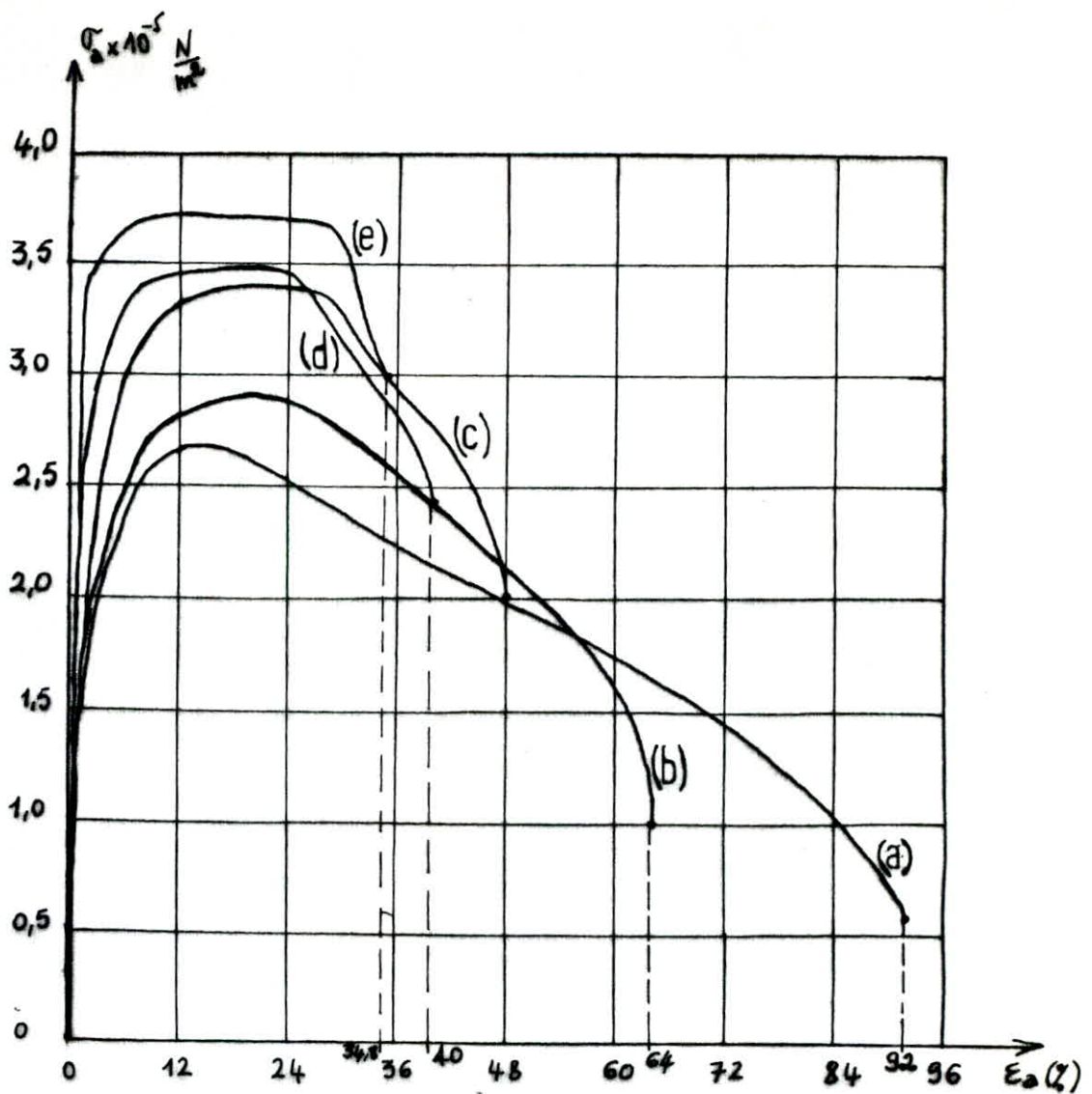


Fig. 20. épreuves trempées  
(22,40%Al), vieilles à 250°C et  
maintenues pendant des  
temps différents.

- (a) - maintien : 0 h.
- (b) - maintien : 1 h.
- (c) - maintien : 22 h 30 mn.
- (d) - maintien : 45 h.
- (e) - maintien : 116 h.



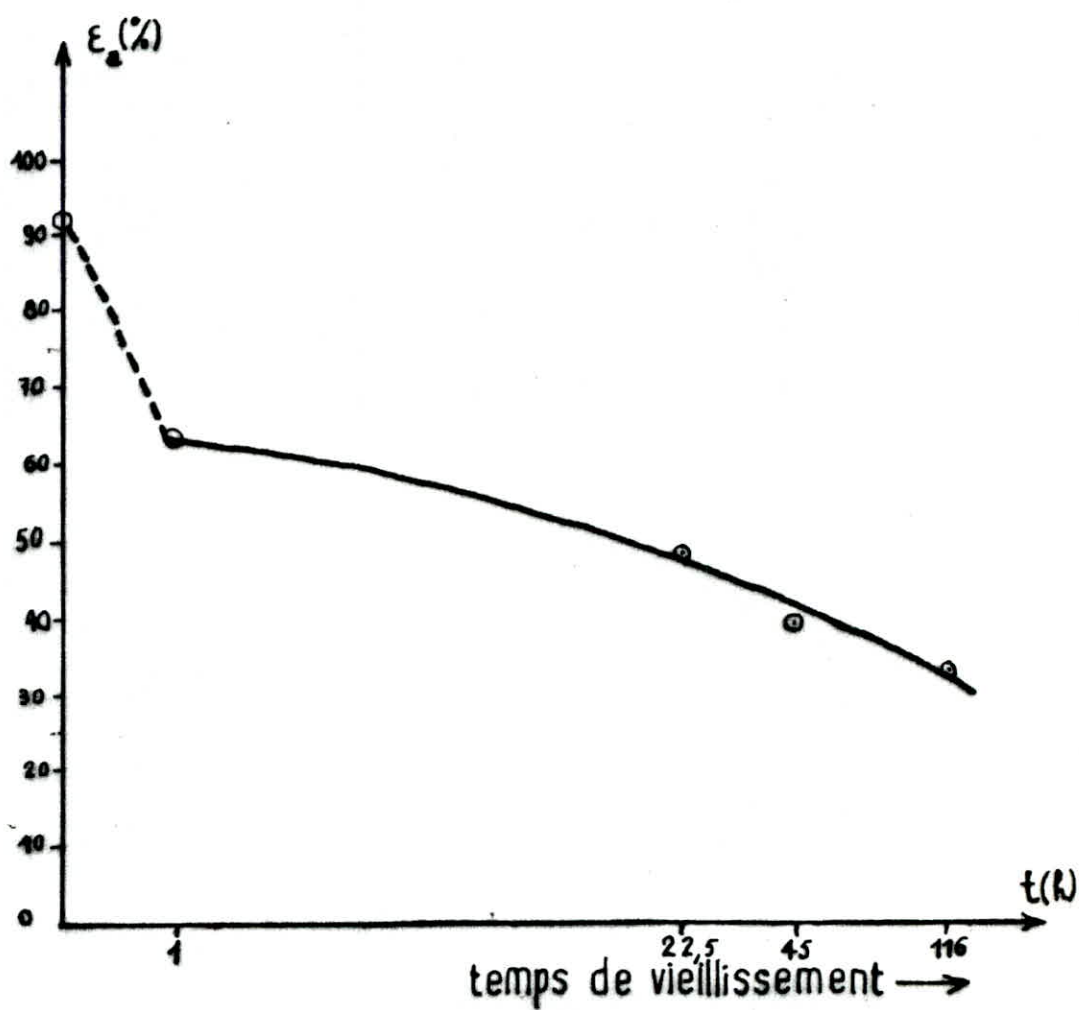


Fig.21 variation de l'allongement % en fonction du vieillissement, à température constante ( $250^{\circ}\text{C}$ ).

On verifie que :

$$\epsilon_{a_1} > \epsilon_{a_2} > \epsilon_{a_3} > \epsilon_{a_4} > \epsilon_{a_5}$$

avec  $t_1 < t_2 < t_3 < t_4 < t_5$

où  $\epsilon_a$  : est l'allongement total relatif ( %) et  $t$ : le temps de vieillissement .

### III.1.2 - Vitesse de traction :

Parmi les conditions d'apparition de la superplasticité, la vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}$  ( $\dot{\epsilon} = \frac{1}{L} \frac{dL}{dt}$ ) doit être faible.

En gardant un grain équiaxe et de taille très faible (éprouvettes trempées), nous avons réalisé des essais de traction à différentes vitesses de traction ( $\frac{dL}{dt}$ ) et les résultats obtenus sont représentés dans les figures : 22,23, et 24 .

Pour comparer le comportement en traction de ces éprouvettes en fonction de la vitesse ( $\frac{dL}{dt}$ ), nous avons reporté les résultats obtenus dans les figures : 25,26 et dans le tableau 2 .

- Tableau 2 -

. éprouvetts trempées depuis : 375°C .

Vitesse de traction $\frac{dL}{dt}$ ( $\frac{mm}{mn}$ )	Allongement ( % )	Contrainte maximale $\times 10^{-5} N/m^2$
1,33	92	2,67
15,5	44,4	2,95
21	36	3,07
100	0	4,33

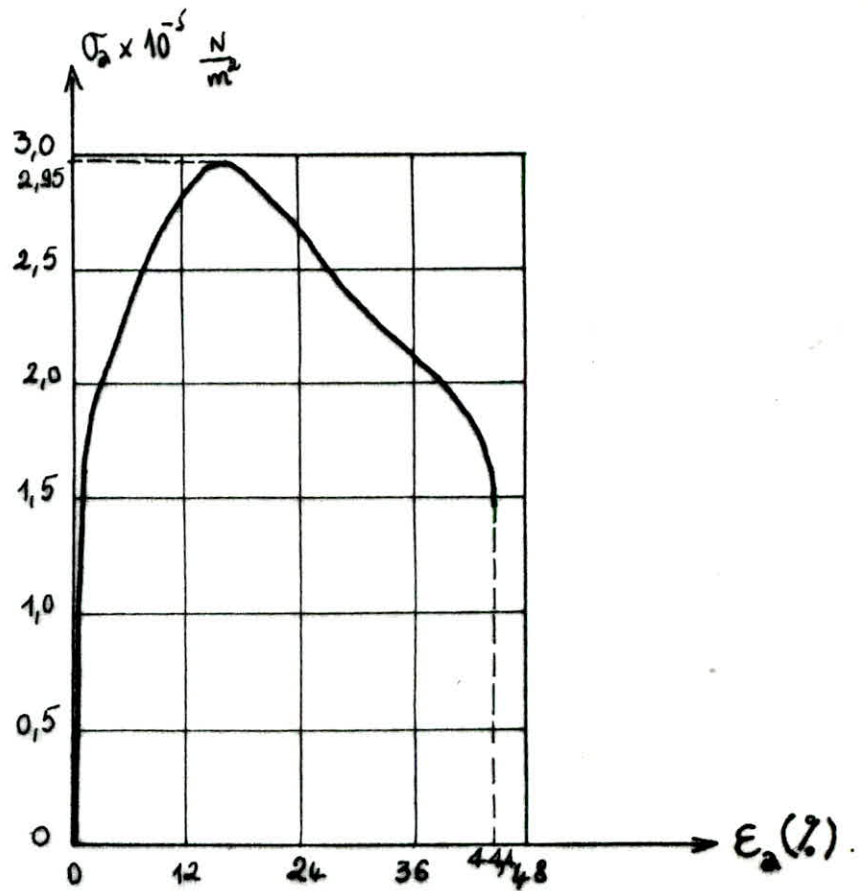


Fig. 22\_ éprouvette trempée  
( 22,40%Al )

Vitesse de traction =  $15,5 \frac{mm}{mn}$  .

$\epsilon_{a_s} = 44,4\%$
---------------------------

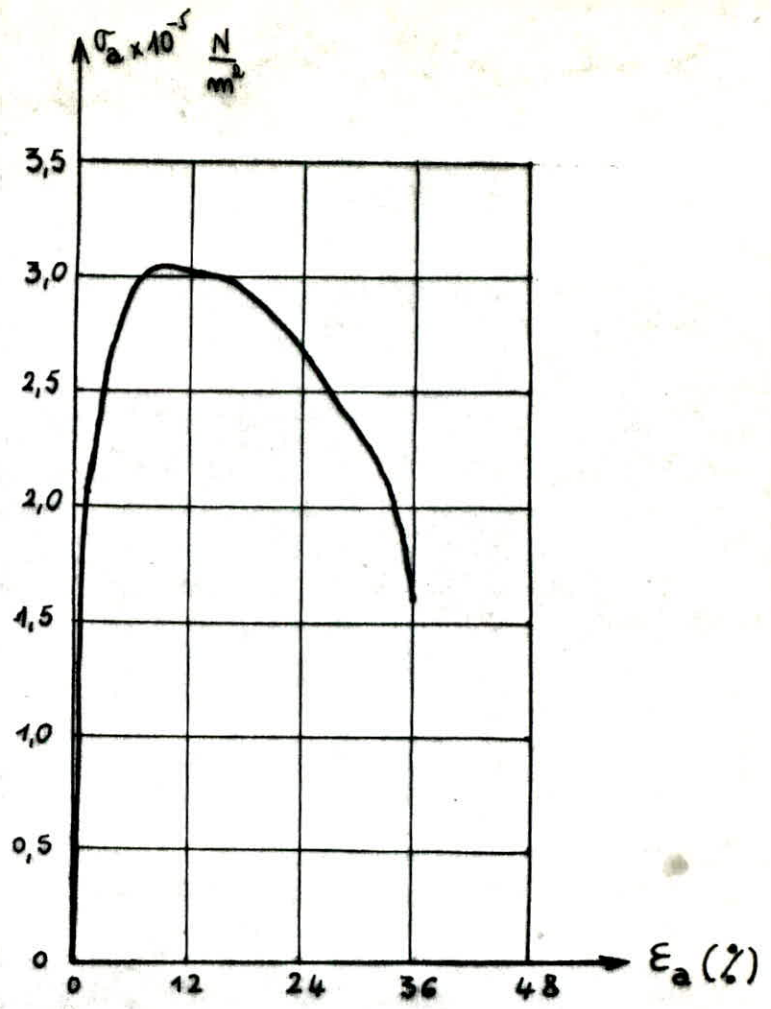


Fig.23.éprouvette trempée  
(2240% Al)

Vitesse de traction =  $21 \frac{\text{mm}}{\text{mn}}$  .

$\epsilon_{a_f} = 36\%$

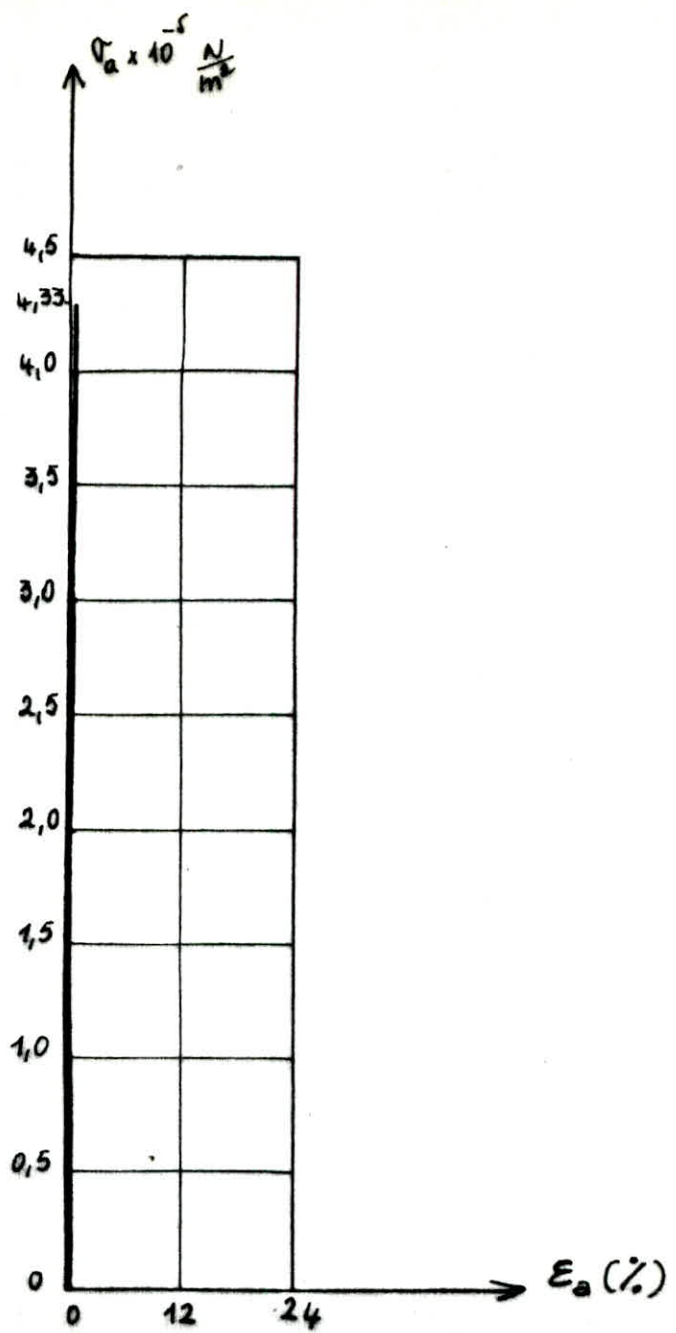


Fig.24-épreuve trempée  
(22,40%Al)

Vitesse de traction =  $100 \frac{\text{mm}}{\text{mn}}$  .

$$\epsilon_a \approx 0\%$$

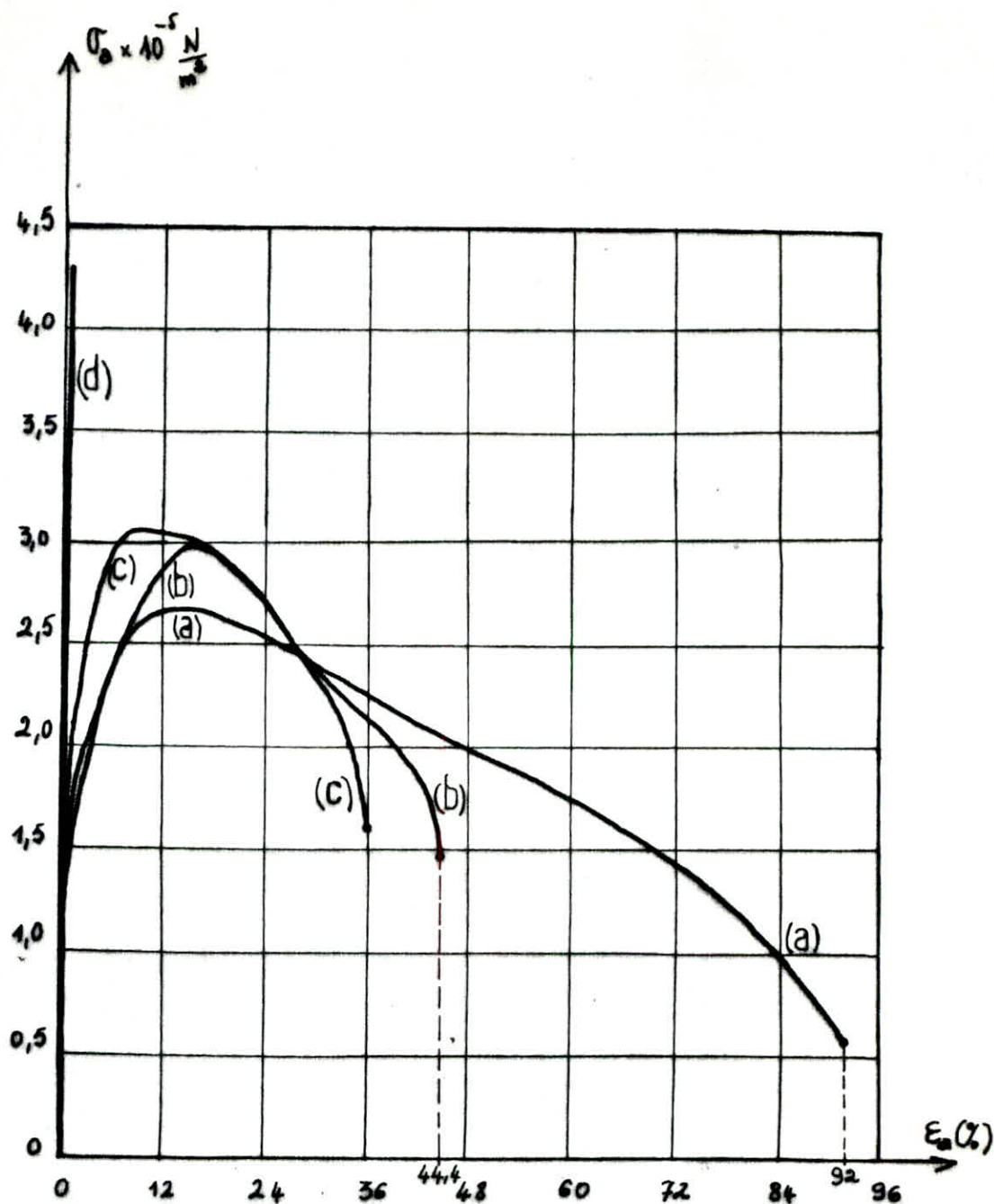


Fig.25\_épreuves trempées  
(22,40%Al)

$$(a) - \frac{dl}{dt} = 1,33 \frac{mm}{mn} \quad (b) - \frac{dl}{dt} = 15,5 \frac{mm}{mn} .$$

$$(c) - \frac{dl}{dt} = 21 \frac{mm}{mn} \quad (d) - \frac{dl}{dt} = 100 \frac{mm}{mn} .$$

$$\frac{dl}{dt} = \text{Vitesse de traction} .$$

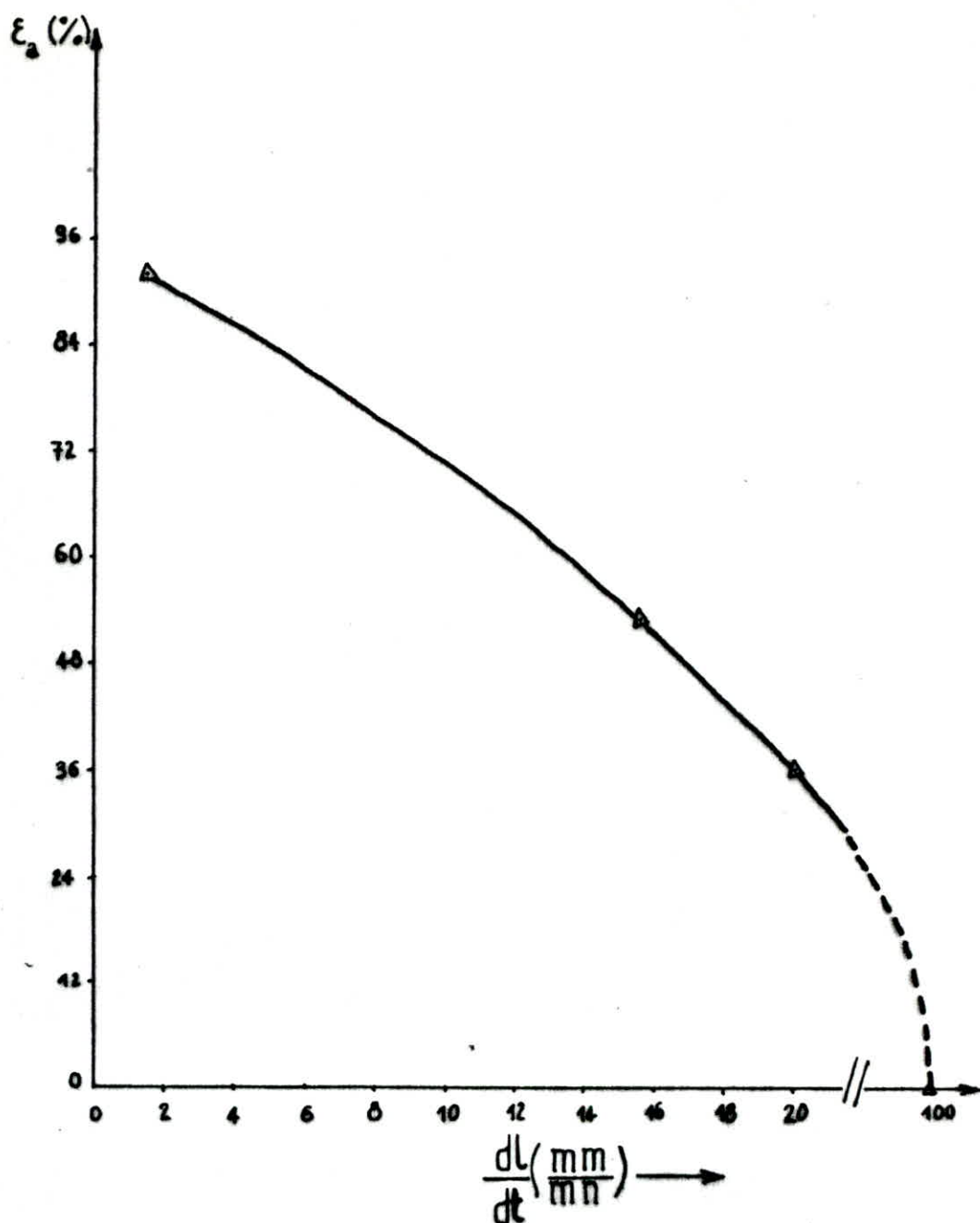


Fig.26 - variation de l'allongement %, des éprouvettes trempées (2240%Al), en fonction de la vitesse de traction.

On remarque que plus la vitesse de traction est grande, plus l'allongement total relatif est grand :

$$\varepsilon_{a_1} > \varepsilon_{a_6} > \varepsilon_{a_7} > \varepsilon_{a_8}$$

Ainsi, on peut dire que la superplasticité disparaît au fur et à mesure que la vitesse de traction augmente .

### III.1.3. Composition chimique :

Nous avons également étudié l'alliage de composition Zn-21,98 % Al .

L'essai de traction effectué, à la température ambiante, sur une éprouvette trempée a démontré le comportement superplastique de cet alliage (  $\varepsilon_a = 98\%$  ) . La courbe contrainte-déformation correspondante est donnée par la figure 27 .

Pour conclure, nous voulons indiquer que des essais de traction à haute température (  $T = 260^\circ\text{C}$  ), sur des éprouvettes trempées des deux alliages, pourraient donner des allongements allant jusqu'à 1500 % .

### III. 2 . Observations microscopiques :

Nous présentons ici quelques microstructures de l'alliage 22,40 % Al pour différent état .

A l'état brut de coulée, on constate les grains  $\beta$  qui entourent les grains  $\alpha$  constituant ainsi l'entectoïde ( fig 28 ) .

Après la trempe rapide à partir de la phase unique  $\alpha'$  ( hyper-trempe ) la structure de celle-ci est figée à la température ambiante .





Fig.27\_ éprouvette trempée  
(21,98%Al).

Vitesse de traction =  $2,75 \frac{mm}{mn}$ .

$$\epsilon_{a3} = 98\%$$

Elle est constituée de grain très petits favorisant d'ailleurs la superplasticité (fig 29) .

Aussi on observe le phénomène de précipitation de la phase  $\beta$  dans la matrice constituée par la phase  $\alpha'$  dans les figures 30 et 31. Dans ces figures , on constate la germination des dendrites (phase  $\beta$ ) et leur croissance en fonction du temps de maintien . De même les grains grossissent avec le temps. Donc on peut dire que la taille des grains (des deux phases ) augmente lorsque le temps augmente, ce qui diminue la superplasticité jusqu'à une certaine taille où la superplasticité disparaît totalement et l'on obtient le phénomène de plasticité normale .

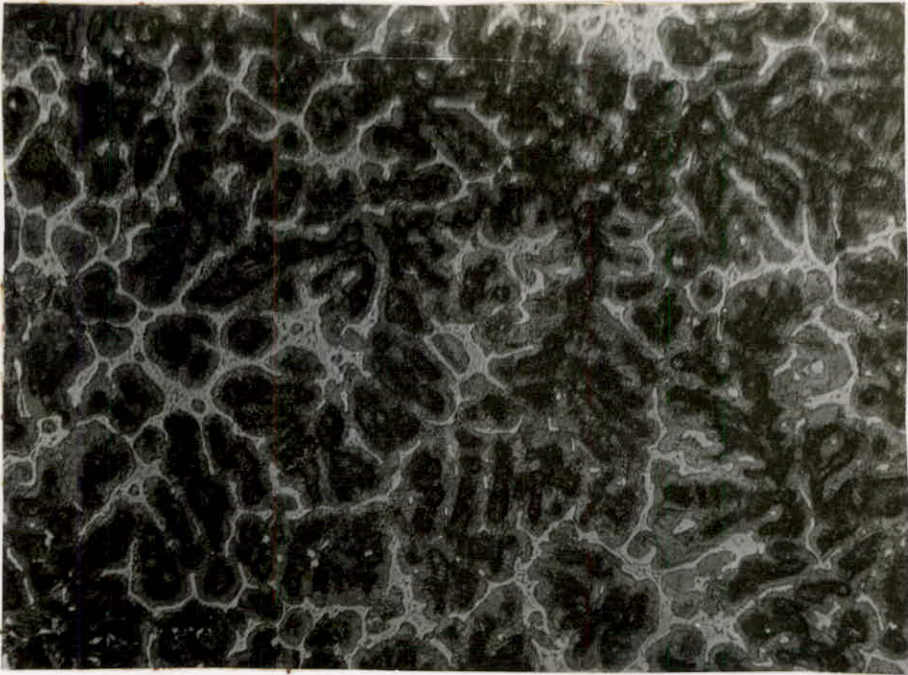


fig. 28 - échantillon brut de coulé -  
G = 500.



fig. 29 - échantillon trempé -  
G = 1600.

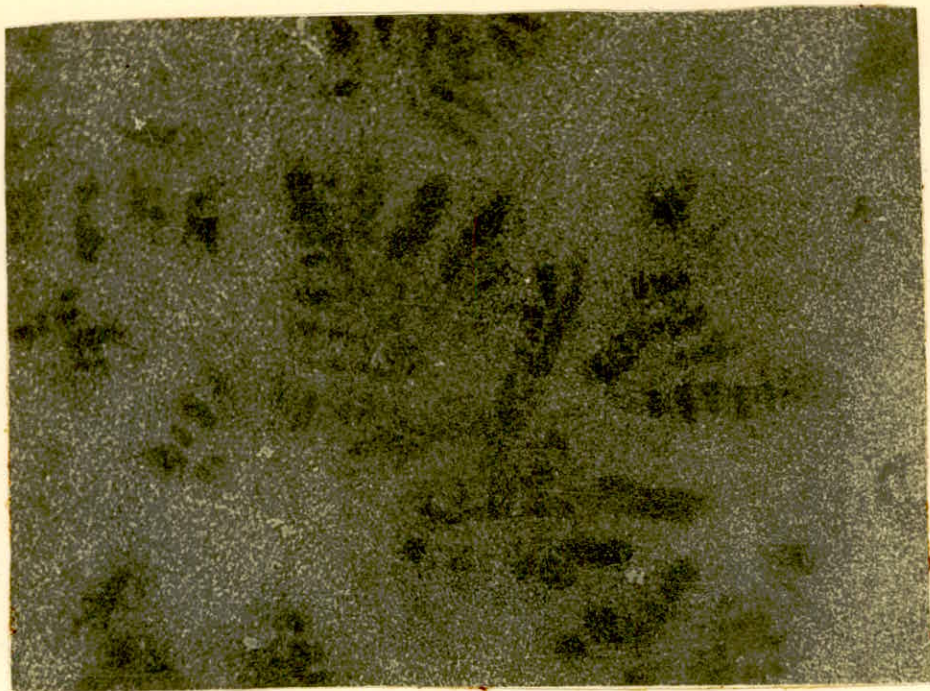


fig. 30 - échantillon vieilli à  $200^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 1\text{h}$ .  
 $G = 500$ .



fig. 31 - échantillon vieilli à  $200^{\circ}\text{C}$ ,  $t = 10\text{h}$ .  
 $G = 500$ .

## CONCLUSIONS GENERALES .

Nous avons effectué des essais de traction sur l'alliage Zn-22,40 % Al .

A l'état trempé, cet alliage manifeste le comportement superplastique. En faisant varier la taille des grains et la vitesse de traction, nous avons observé que :

- . lorsque la taille des grains augmente, l'allongement total relatif diminue,

- . de même, lorsque la vitesse de traction augmente, l'allongement total relatif diminue .

L'alliage Zn - 21,98 % Al manifeste également le comportement superplastique à l'état trempé . On peut déduire que l'alliage superplastique eutectoïde (Zn- 22 % Al) peut être réalisé, à l'échelle industrielle, en tolérant un écart de la composition eutectoïde sans affecter notablement au comportement superplastique .

### - Mise en forme des matériaux superplastiques - Applications . [29]

Les propriétés superplastiques sont évidemment très séduisantes en principe pour toutes les opérations métallurgiques qui exigent des allongements importants difficiles à obtenir sans rupture dans les conditions normales, l'emboutissage par exemple, et plus généralement toutes les opérations de mise en forme.

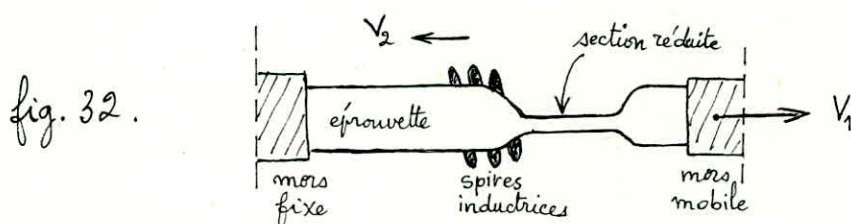
Les possibilités considérables de déformation des matériaux superplastiques ont donné lieu à des applications fort intéressantes. Citons, parmi celles-ci, les plus importantes :

#### . Tréfilage sans filière :

Pour obtenir des allongements élevés au cours de l'étrépage d'une barre ou d'un tube, il suffirait théoriquement de se placer dans les conditions où le matériau est superplastique, mais une

telle réalisation imposerait la construction de fours très longs sans gradient . La méthode de tréfilage sans filière permet d'éviter cette difficulté . Son principe, dû à JOHNSON [12] est schématiquement représenté sur la figure 32 . Ce procédé consiste à déplacer avec une vitesse  $V_1$  une des extrémités d'une barre ou d'un tube dont l'autre extrémité est solidement amarrée; alors que la barre est chauffée localement par un inducteur qui est animé d'une vitesse  $V_2$  dans la direction opposée à celle de l'effort exercé . Ce chauffage a pour but de porter une portion de la barre à une température la rendant superplastique et à faire progresser ensuite de façon uniforme la réduction de section . Le taux  $R$  de réduction de section en % est donné en fonction des vitesses  $V_1$  et  $V_2$  par la relation :

$$R = \frac{100 \cdot V_1 / V_2}{V_1/V_2 + 1}$$



Des réductions d'aires de 83 % correspondant à des allongements de 500 % ont été obtenues en une seule passe pour un rapport de vitesse ( $V_1/V_2$ ) égal à 5 . La section est uniforme lorsque tous les paramètres sont contrôlés, de même, en modifiant la valeur du rapport  $V_1/V_2$  en cours d'opération , on peut façonner des barres à section variable .

Cette technique a déjà été appliquée à certains alliages utilisés en aéronautique (Ti-6% Al-4% V , par exemple ) qui sont difficiles à mettre en forme par les méthodes traditionnelles .

. Utilisation du vide ou d'une pression gazeuse :

La mise en forme de tôles métalliques ayant un comportement superplastique à grains fins est réalisée soit par aspiration sous vide (thermoformage), soit par application d'une pression gazeuse (soufflage). Le principe consiste à appliquer une feuille d'un alliage superplastique contre une forme femelle en effectuant le vide ou en envoyant une pression gazeuse .

Des portes de voitures et de réfrigérateurs ont ainsi été réalisées en une seule opération à partir de feuilles (tôles) de Prestal (alliage entectoïde Zn- 22 % Al ), portées à 260°C et déformées par application d'une pression de  $300 \text{ kN.m}^{-2}$  (  $30 \text{ g.mm}^{-2}$  )  
Des maquettes de carrosserie ont également été moulées de la sorte, ainsi que des panneaux de châssis d'automobile .

Cette technique de mise en forme présente les avantages suivants :

- elle permet de réaliser en une seule opérations les formes complexes, ce qui réduit d'une part le nombre d'installations de mise en forme et d'autre part les opérations d'assemblages ultérieurs,
- l'usure des outils est sensiblement nulle et la main d'oeuvre est minimisée ,
- la faible taille des grains donne un aspect très lisse aux surfaces ,
- enfin, le prestal étant superplastique vers 260°C , sa mise en forme ne nécessite pas des installations de chauffage importantes

Cependant, il faut que le prix de revient du matériau de base est plus élevé que celui de matériaux plus traditionnels. D'autre part, les temps de mise en forme sont encore trop longs, de quelques secondes à quelques minutes suivant la complexité de la forme, la nature du matériau superplastique et son épaisseur; aussi, pour

obtenir une production équivalente, le nombre d'installations devrait être multiplié -

Notons finalement qu'on peut assez facilement par un traitement thermique approprié faire grossir le grain pour sortir du domaine superplastique après mise en forme, ce qui élimine les inconvénients de la superplasticité en service qui se traduirait évidemment par une tenue au fluage déplorable .

• Développement futur :

La superplasticité cependant, malgré ses avantages n'est pas encore aussi utilisée industriellement qu'elle pourrait l'être. Ce la tient sans doute au fait que les vitesses de déformation que l'on doit utiliser sont assez faibles et surtout que les matériaux dans les conditions superplastiques sont en fait mal adoptés aux processus métallurgiques industriels classiques .

ALNAIB et DUNCAN (1970) qui ont étudié expérimentalement les conditions diverses de mise en forme, font remarquer qu'il est probable que l'avenir des matériaux superplastiques est lié au développement de nouvelles techniques de mise en forme spécialement conçues pour ces matériaux , plutôt qu'à leur utilisation dans les techniques classiques .

Les recherches actuelles semblent s'orienter dans deux voies complémentaires :

- des études sont entreprises pour mettre au point des techniques de mise en forme originales parfaitement adoptées aux matériaux superplastiques .

- des travaux sont développés sur les matériaux : on essaie d'augmenter les vitesses de déformation dans le domaine superplastique en réalisant des alliages à grains fins et plus stables. On s'efforce d'améliorer les caractéristiques des matériaux à la température



d'utilisation ; à cet effet, une étude récente vient de montrer que des additions de cuivre inférieures à 1 % dans le prestal ne modifient pas le comportement superplastique et étend jusqu'à 100°C les caractéristiques mécaniques du prestal.

Afin de diminuer les prix de revient des matériaux à comportement superplastique, on essaie de rendre superplastique des alliages industriels par un traitement thermomécanique qui affine le grain .

( filage, laminage, forgeage ,...) et le rend stable au cours des opérations de mise en forme. Il reste aussi à concevoir des machines qui utiliseraient le caractère superplastique temporaire de ces alliages en synchronisant de telles opérations .

- BIBLIOGRAPHIE -

- 1 - RAGAB.A.R., .BAUDELET.B, B. DUNCAN. (1975)  
Mem. Sc. Rev. Metall. 205 .
- 2 - WEGRIA.j, PICCININ.A, COSSE.P. ( 1977)  
Rev. Metall. 387 .
- 3 - POIRIER . J.P. (1976)  
Plasticité à haute température des solides cristallins  
Ed. Eyrolles .
- 4 - ROSENHAIN W. , HAUGHTON J.L., BINGHAM K.E.(1920).  
J. Inst. Met., 23,261.
- 5 - PEARSON C.E. (1934). -  
J. Inst. Met.,54,111.
- 6 - GEORGES CIZERON - (1972)  
Technique de l'ingenieur . M 145 .
- 7 - BOCHVAR A.A. , SVIDERSKAYA Z.A. (1945)  
Izv. Akad. Nauk S.S.S.R. 9 821 .
- 8 - PRESNYAKOV A.A. , CHERVYAKOVA V.V. (1959) -  
Fiz. Metallov i Metalloved,8,114 .
- 9 - BACKOFEN W.A., TURNER I.R. , AVERY D.H. (1964) -  
Trans. ASM,57,980 .
- 10 - ALDEN T.H. (1969). -  
Acta Met. ,17,1435 .
- 11 - UNDERWOOD E.E. (1962).-  
J. of Metals, Dec. , . 914.
- 12 - JOHNSON R.H. (1970).-  
Metall. Review 146,
- 13 - . BAUDELET- B (1971)  
Mem. Sc. Rev. Met. № 7 - 8 . 479 .

- 14 - B. BAUDELET B. ( 1975)  
Mem. Sc. Rev. Met. 101 .
- 15 - BAUDELET.B (1976)  
Mise en forme des métaux et alliages Ed. CNRS
- 16 - ROSSARD C. (1966).-  
Rev. Met., 63,225 .
- 17 - HART E.W. (1967).-  
Acta Met. ,15, 351 .
- 18 - CAMPBELL J.D. ( 1967).-  
J. Mech. Phys. Solids, 15, 359 .
- 19 - WRAY P.J. (1970) . -  
J. Appl. Phys., 41,3347 .
- 20 - DE JONG M., RATHENAU G.W. (1959).-  
Acta Met., 7, 246.
- 21 - OELSCHLAGEL D., WEISS V. (1966). -  
Trans ASM ,59,143 .
- 22 - GIFKINS R.C. (1967). -  
J. Inst. Met. , 95,373 .
- 23 - FLOREEN S.(1967).-  
Scripta Met.,1, 19 .
- 24 - NAZIRI H., PEARCE R. (1969). -  
J. Inst. Met., 97, 326 .
- 25 - ASHBY M.F., VERRALL R.A. (1973):-  
Acta Met., 21,149.
- 26 - ROBERT IEBRE. ( 1972 )  
Technique de l'ingenieur M 460 .
- 27 - JAOUUL B. -  
Etude de la plasticité et application aux métaux  
Ed. DUNOD (1965).

28 - MOTOHASHI Y. , SHIBATA T.

Rev. Aluminium

- Nov. (1981) 748

- Sep. (1982) 546

29 - PADMANABHAN .K.A. , DAVIES.G.J. (1980)

Superplasticity , Springer - Verlag Berlin

