



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche
scientifi

BRAS DU PAYS

UNIVERSITE DE BLIDA INSTITUT DE MECANIQUE

Thèse de magister

Spécialité : Génie Mécanique Option : Science des matériaux

ETUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS
THERMIQUES ET THERMOMECHANIQUES SUR LE
COMPORTEMENT SUPERPLASTIQUE DE L'ALLIAGE
D'ALUMINIUM 7075 (AZ5GU)

Etudiée Par:

SAHRAOUL.TAHAR

Proposée et dirigée par

Dr. HADJI. Med

UNIVERSITE DE BLIDA Janvier 1996
ALGERIE.

SOMMAIRE

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche
scientifique

UNIVERSITE DE BLIDA INSTITUT DE MECANIQUE

Thèse de magister

Spécialité : Génie Mécanique Option : Science des matériaux

**ETUDE DE L'INFLUENCE DES TRAITEMENTS
THERMIQUES ET THERMOMECHANIQUES SUR LE
COMPORTEMENT SUPERPLASTIQUE DE L'ALLIAGE
D'ALUMINIUM 7075 (AZ5GU)**

Etudiée Par: SAHRAOUL.TAHAR

Présentée devant le jury composé de :

Président : Bacha Nacer (Maitre de conférences)
Rapporteur: Hadji. Med (Maitre de conférences)
Examineurs: Rahmani.Med(Maitre de conférences)
Berghel.Said (Chargé de cours)
Brahimi.A.H. (Maitre assistant)

Invités: Benmohamed.M (Maitre assistant)
Saoudi Elyes (Maitre assistant)

SOMMAIRE

- résumé.....	i
- dédicaces.....	ii
- remerciements.....	iii
I- bibliographie.....	23
1. Introduction.....	1
2- Comportement et mise en forme superplastiques.....	2
2.1 Aspect historique de la superplasticité.....	2
2.2 Types de superplasticité.....	3
2.1 Structure superplastique fine (FSS).....	4
2.3 Conditions structurales pour les matériaux FSS.....	4
2.3.1 Taille de grains fine.....	5
2.3.2 Présence d'une seconde phase.....	5
2.3.3 Résistance de la seconde phase.....	6
2.3.4 Taille et distribution de la seconde phase.....	6
2.3.5 Nature des joints de grains.....	7
2.3.6 Mobilité des joints de grains.....	8
2.3.7 Forme des grains.....	8
2.3.8 Les joints de grains et leurs résistance à la séparation en traction.....	9
2.4-Phénomène de superplasticité.....	9
2.4.1 Mécanisme de déformation superplastique.....	10
2.4.1.1 Mouvement des grains.....	11
a/ Mécanismes de migration et de glissement.....	11
1 Migration.....	11
2 Glissement.....	11
2.5 Avantages et domaines d'applications de la superplasticité.....	13
2.5.1 Exemples et procédés de mise en forme superplastique.....	13
3- Déformation à chaud.....	15
3.1 Définition de la mise en forme à chaud.....	15
3.2 Lois de comportements.....	15
3.2.1 Ecrissage.....	16
3.2.2 Régime stationnaire.....	16
3.3 Influence de la température et de la vitesse de déformation.....	17
3.3.1 Influence de la température.....	17
3.3.2 Influence de la vitesse de déformation.....	18
4- Restauration, Recristallisation et croissance des grains.....	19
4.1 L'état déformé.....	20
4.2 Restauration.....	20

4.2.1 Restauration statique.....	20
4.2.2 Restauration dynamique.....	20
4.2.3 Changements des propriétés.....	21
4.3 Recristallisation.....	21
4.3.1 Recristallisation statique.....	21
4.3.2 Recristallisation dynamique.....	22
4.3.3 Recristallisation postdynamique.....	23
4.3.4 Les sites de germination.....	23
4.3.5 Croissance des germes.....	23
4.4 Croissance des grains.....	24
4.4.1 Croissance des grains continue.....	24
4.4.2 Croissance des grains discontinue.....	24
5. Famille d'alliages de serie 7000.....	25
5.1 Alliages d'aluminium de la famille Al-Zn-Mg.....	25
5.2 Alliages d'aluminium de la famille Al-Zn-Mg-Cu.....	25
5.3 Alliages d'aluminium à haute résistance 7075.....	26
5.3.1 Etats T appliqués au 7075.....	26
5.3.2 Domaines d'utilisation du 7075.....	27
5.4 Phénomène de durcissement et de précipitation dans l'alliage 7075.....	27
5.4.1 Nature et types de précipités.....	27
5.4.2 Séquence de précipitation dans le 7075.....	28
II. Expérimentation.....	
II-A. Techniques experimentales.....	29
1- Préparation des éprouvettes et des échantillons.....	29
2- Traitements de surfaces.....	29
2.1 Le polissage mécanique.....	29
2.1.1 Le prépolissage.....	29
2.1.2 Le polissage.....	29
2.2 Le polissage électrolytique.....	30
3- Traitements thermiques.....	30
4- Attaques chimiques.....	30
4.1- Keller's reagent.....	30
4.2- Modified Keller's reagent.....	31
5- Microscopie.....	31
5.1- Microscopie optique.....	31
5.2- Microscopie électronique à transmission.....	31
5.2 Microscopie électronique à balayage.....	31
6- Laminage.....	32
7- Mesure de la taille des grains.....	32
8- Essai de superplasticité.....	32
8.1- Le système de chauffage.....	32

8.1.1- Le four.....	32	
8.1.2- LISATC.....	32	
8.2- Le système de sollicitations.....	33	
8.3- Console de commande et acquisition.....	33	45
8.4 Le système de refroidissement.....	33	45
II.B. Résultats et interprétations.....	34	46
IV- CONCLUSION.....	41	47
V- REFERENCES.....	42	48
VI- TABLEAUX ET FIGURES.....		50
Fig (6a) Installation de l'essai de superplasticité.....		51
Fig (6b) Détail, fourchette-four.....		51
Fig (7) Schémas des traitements conçus.....		52
Fig (8a) T.E.M du 7075 AA, montrant les zones GP.....		55
Fig (8b) T.E.M du 7075 AA montrant les zones GP et la phase η'		55
Fig (9a) Evolution des caractéristiques de traction du 7075AA en fonction du temps de maintien... ..		56
Fig (9b) Evolution des caractéristiques de traction en fonction de la température du maintien.....		56
Fig (10) Analyse ponctuelle de la matrice.....		57
Fig (11) Analyse ponctuelle d'un gros précipité.....		58
Fig (12a) Variation de la taille et du nombre de grains en fonction du traitement.....		59
Fig (12b) Variation de la taille et du nombre de grains en fonction de la vitesse de déformation.....		59
Fig (13a) Eprouvettes rompues présentant une déformation localisée.....		60
Fig (13b) Aspect de la microstructure au niveau de la rupture.....		60
Fig (14a) Aspect de la structure texturée après laminage.....		61
Fig (14b) Microstructure après recristallisation.....		62
Fig (16) Courbes expérimentales de superplasticité à différentes températures.....		64
Fig (16b) Courbes expérimentales de superplasticité à différentes vitesses de déformation.....		64
Fig (15a),(15b) Influence du laminage sur l'élongation à température et vitesse variables.....		63
Fig (17) Influence du laminage sur l'écoulement superplastique.....		64
Fig (18) Effet de l'emploi de deux vitesses de déformation.....		64
Fig (19) SEM; aspect de la rupture à haute température.....		65
Fig (20a) SEM; précipités de forme sphérique.....		66
Fig (20b) SEM; Forme et aspect des grains.....		66
Fig (21a),(21b) SEM; cupules et grains allongés.....		67
Fig (21c) SEM; Glissement au niveau des joints de grains.....		68
Fig (22) SEM; Arrachement d'un grain.....		68
Fig (23) SEM; Particules sous différentes formes.....		69
Fig (24a) SEM; Cupules et cavités.....		69
Fig (24b) SEM; Détail de fig (24a).....		70
Fig (25) SEM; Cavités contenant des particules.....		70
Fig (26) SEM; Grain allongé à contours arrondis.....		71

LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

Tab (I) Familles d'alliages d'aluminium.....	45
Tab (II) Alliage 7075 pour les toles et plaques.....	45
Fig (1) Applications du 7075 A.A dans Boeing Aircraft.....	46
Fig (2) Nombre de publications concernant la superplasticité.....	47
Fig (3) Fig (4) Modeles de glissement et processus de la déformation.....	48
Fig (5) Eprouvettes de superplasticité et de traction.....	50
Fig (6a) Installation de l'essai de superplasticité.....	51
Fig (6b) Détail, éprouvette-four.....	50
Fig (7) Schémas des traitements conçus.....	52
Fig (8a) T.E.M du 7075 AA, montrant les zones GP.....	55
Fig (8b) T.E.M du 7075 AA montrant les zones GP et la phase η'	55
Fig (9a) Evolution des caractéristiques de traction du 7075AA en fonction du temps de maintien....	56
Fig (9b) Evolution des caractéristiques de traction en fonction de la température du maintien.....	56
Fig (10) Analyse ponctuelle de la matrice.....	57
Fig (11) Analyse ponctuelle d'un gros précipité.....	58
Fig (12a) Variation de la taille et du nombre de grains en fonction du traitement.....	59
Fig (12b) Variation de la taille et du nombre de grains en fonction de la vitesse de déformation.....	59
Fig (13a) Eprouvettes rompues présentant une déformation localisée.....	60
Fig (13b) Aspect de la microstructure au niveau de la rupture.....	60
Fig (14a) Aspect de la structure texturée après laminage.....	61
Fig (14b) Microstructure après recristallisation.....	62
Fig (16) Courbes expérimentales de superplasticité à différentes températures.....	64
Fig (16b) Courbes expérimentales de superplasticité à différentes vitesses de déformation.....	64
Fig (15a),(15b) Influence du laminage sur l'élongation à température et vitesse variables.....	63
Fig (17) Influence du laminage sur l'écoulement superplastique.....	64
Fig (18) Effet de l'emploi de deux vitesses de déformation.....	64
Fig (19) SEM; aspect de la rupture à haute température.....	65
Fig (20a) SEM; précipités de forme sphérique.....	66
Fig (20b) SEM; Forme et aspect des grains.....	66
Fig (21a),(21b) SEM; cupules et grains allogés.....	67
Fig (21c) SEM; Glissement au niveau des joints de grains.....	68
Fig (22) SEM; Arrachement d'un grain.....	68
Fig (23) SEM; Particules sous différentes formes.....	69
Fig (24a) SEM; Cupules et cavités.....	69
Fig (24b) SEM; Détail de fig (24a).....	70
Fig (25) SEM; Cavités contenant des particules.....	/
Fig (26) SEM; Grain allongé à contours arrondis.....	71

Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon promoteur Dr.M.Hadji pour toute la confiance et l'aide précieuse qu'il m'a apportées tout au long de ma formation.

Dédicaces

Mes remerciements, sont adressés au Dr.N.Bacha pour ses conseils et sa précieuse aide bibliographique.

A ma très chère famille, mes parents en particulier;

Je remercie le personnel **à ma très chère Nawel;** "contrôle de qualité" de F.E.N.P.M.H. Berrouaghia, en particulier Mr Madani Med, pour leur collaboration technique.

à mes chers amis, en particulier Azzedine

et à mon cher enseignant Dr. M. Hadji, je dédie ce mémoire.

J'adresse mes remerciements aux laborantins du département "essais mécaniques" du centre de développement des systèmes énergétiques de Ain Oussera, en particulier Messieurs Titouche et Boucherite pour leur aide technique.

Je remercie vivement Mr Souami du centre de développement des matériaux d'alger, ainsi que Mr Zidemel et toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

1. INTRODUCTION

Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon promoteur Dr.M.Hadji pour toute la confiance et l'aide précieuse qu'il m'a apportées tout au long de ma formation.

Mes remerciements, sont adressés au Dr.N.Bacha pour ses conseils et sa précieuse aide bibliographique.

Je remercie le personnel du laboratoire "contrôle de qualité" de l'E.N.P.M.H. Berrouaghia, en particulier Mr Madani Med, pour leur collaboration technique.

J'adresse mes remerciements aux laborantins du département "essais mécaniques" du centre de développement des systèmes énergétiques de Ain Oussera, en particulier Messieurs Titouche et Boucherite pour leur aide technique.

Je remercie vivement Mr Souami du centre de développement des matériaux d'alger, ainsi que Mr Zidelmel et toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

1. INTRODUCTION

2/ COMPORTEMENT ET MISE EN FORME SUPERPLASTIQUES

On désigne sous le nom de **superplasticité**, une propriété de déformation plastique à haute température, d'un matériau métallique qui se caractérise par des allongements à rupture importants pouvant dépasser 1000 %.

Trois conditions principales doivent être présentes afin que le phénomène de superplasticité puisse avoir lieu :

- # Taille de grains fine et stable.
- # Température de déformation élevée.
- # Vitesse de déformation faible.

Cette grande stabilité de déformation est mise en profit pour la mise en forme par thermoformage principalement de pièces de petite et moyenne séries, souvent complexes et difficiles à mettre en forme selon une autre technique.

La mise en forme superplastique trouve ainsi de nombreuses applications dans l'aéronautique essentiellement, grâce à l'utilisation des alliages d'aluminium et de titane.

Les études que nous avons entreprises concernent le comportement superplastique de l'alliage léger d'aluminium à durcissement structural du système Al-Zn-Mg-Cu; 7075, du fait que certaines pièces aéronautiques (exp:BOEING Aircraft) sont faites en 7075 et sont souvent de formes complexes, nécessitant le recours aux méthodes d'assemblages (Principalement par rivetage) d'un grand nombre de leurs parties, au détriment de leurs durée de vie (concentrations de contraintes, initiation de fissures...).

Différents traitements thermiques et thermomécaniques ont été conçus et analysés dans le but d'obtenir une structure superplastique à grains fins ($\varnothing < 12 \mu m$) aussi stable que possible aux températures élevées de déformations; du moment que la croissance des grains peut se produire d'un instant à un autre, en défavorisant l'écoulement superplastique.

Nous nous sommes intéressés en particulier, à l'étude de l'influence de l'état structural engendré par les différents traitements thermiques et thermomécaniques appliqués. En effet conscient de la complexité du problème, nous tenterons d'aborder en plus de l'aspect physico-métallurgique' l'aspect mécanique de cet alliage.

Nous cherchons à apporter une contribution à la mise en évidence des corrélations qui peuvent exister entre l'état microstructural résultant des traitements appliqués et le comportement superplastique de l'alliage.

2 / COMPORTEMENT ET MISE EN FORME SUPERPLASTIQUES

On qualifie un comportement de superplastique lorsqu'un matériau est capable d'atteindre en traction des allongements à la rupture nettement supérieurs aux valeurs habituelle (pouvant dépasser 1000%). Un tel allongement n'est possible qu'en l'absence d'une "striction localisée" qui conduirait à une rupture prématurée. Ce comportement exige donc, que le coefficient "m" de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$:

$$m = \delta \ln \sigma / \delta \ln \dot{\epsilon} \dots\dots\dots(1)$$

Soit élevé . Pour $m=1$, on aurait un comportement purement visqueux. Diverses conditions sont nécessaires pour arriver à un tel comportement telles que; domaines de température et de vitesse de déformation, microstructure et taille de grains. Le glissement intergranulaire paraît à son tour jouer un rôle essentiel dans l'explication du comportement superplastique. Les alliages superplastiques ont suscité un grand intérêt, du fait de leurs facilité de mise en forme, ainsi des alliages d'aluminium, des alliages de titane ont été mis au point pour un tel comportement [12][13].

2-1 / Aspect historique de la superplasticité:

Il a été souvent constaté que la superplasticité est un phénomène récemment découvert; l'histoire de la superplasticité peut donc dater de la proche période du bronze(environ 2200 ans AC). Genkinh[14] a spéculé que l'ancien alliage Ar, bronze(10% Wt) comme celui utilisé en Turquie pourrait être superplastique, ceci est dû à la présence de deux phases dans ces matériaux qui servent à développer des structures superplastiques à grains fins stables exigées pendant le forgeage manuel. En plus les anciens aciers de DAMASCUS utilisés depuis 300 ans AC jusqu'au 19 ème siècle [15] sont très similaires en composition au UHCS (ultra high carbone steels). L'année 1990 représentait le 78 ème anniversaire du premier rapport publié sur la superplasticité, en effet en 1912, BENGOUGH[14] donna la première description de la superplasticité dans les matériaux métalliques, il avait décrit comment qu'un certain laiton spécial avait le même comportement que le verre à haute température, où il s'étirait à un point fin en ayant aussi une très grande élongation.

L'observation et les travaux de BENGOUGH, n'ont été suivis que par des études sporadiques de plusieurs chercheurs, jusqu'à ce que BACKOFEN et ses collègues présentaient

en 1964 un travail, à ce temps les caractéristiques de l'alliage Zn-Al étaient connus et décrites, et c'est ainsi que le potentiel commercial de la superplasticité vient être exigé [14][16].

En 1920, ROSENHAIN, HAUGTN et BINGHAM [17], mettaient en évidence un comportement superplastique en déformant un alliage Ternaire ZnAlCu, où l'allongement n'était que de 60 %; huit ans après en 1928, JENKINS obtient un taux de déformation de 400% avec des alliages Ca-Zn, Pb-Sn, portés à une température de 0.8 Tf (Tf: Température de fusion) et note la remarque suivante "les déformations importantes sont dues au développement retardé de la striction". En 1934 PERSON, obtient un record avec un alliage eutectique Bi-Sn, en atteignant un taux de déformation de 1950%, de plus il montra que la taille et la forme des grains ne semblent pas changer au cours de la déformation, il fallait plus de dix ans, jusqu'en 1946, pour que le phénomène de la superplasticité soit découvert en URSS par Bochvar et ses collaborateurs, et encore plus de vingt ans, en 1962 pour que l'occident ait connaissance de cette propriété grâce aux travaux menés en URSS fig(2).

Dans certains systèmes d'alliages métalliques, des allongements (en traction) de milliers de pour-cent ont été documentés, en effet le sujet est en général intérêt scientifique [18]. Le record mondial de ce phénomène est de 4850% dans les alliages Pb-Sn 62% Wt; et a excédé dans les alliages commerciaux Al-bronze la valeur de 5500%, on note que le record mondial a été changé en deux fois avec une valeur d'élongation à la rupture de 7550% dans le système Pb-Sn et de 8000% pour les commerciaux Al-Bronze. Les matériaux superplastiques et leurs mise en forme ont été sujet de plusieurs conférences et ont été envisagées dans un avenir proche, la future technologie.

2-2: Types de superplasticité:

Depuis l'introduction de ce terme en métallurgie par BOCHVAR et SVIDER [14] en 1945, la superplasticité a été encore expliquée par l'exposant de la sensibilité à la vitesse de déformation "m", cet exposant n'est autre que la pente de la courbe de l'équation :

$$[\ln \sigma - \ln \dot{\epsilon}] \dots \dots \dots (2)$$

Beaucoup de métaux et alliages normaux ont $m < 0.2$, par contre les alliages superplastiques présentent des valeurs de $m > 0.4$. En générale, il existe deux types de comportements bien établis dans les solides polycristallins, le premier type de comportement superplastique est connus sous le nom, " fine structure superplasticity" (FSS), et le deuxième type de comportement est connu sous le nom de " internal stress superplasticity " (ISS) [19].

2-3-1/- Dans le cas des matériaux (FSS) le facteur "m" est égal à 0.5, et les matériaux se déforment principalement par le mécanisme de glissement des joints de grains GBS (grain boundary sliding), il est possible d'arriver à des valeurs de m égales à 1, dans les (FSS) par le biais de développement de matériaux à grains fins qui incorporent le glissement contrôlé comme un processus d'accommodation devant le glissement de joints de grains.

- Dans le cas des matériaux du type (ISS) où le facteur "m" est dans la majorité des cas égal à l'unité, les matériaux présentent un comportement visco-newtonnien. Ces matériaux n'ont pas besoin de structure à grains fins ils se déforment généralement par le mécanisme de "déformation par glissement" (slip).

Les principes et les concepts décrits dans la superplasticité FSS et ISS ont été appliqués pour mettre en valeur la consolidation de poudres à travers l'écoulement superplastique et le développement de la superplasticité dans les composites laminés contenant au moins un composant superplastique.

2-2-1/ Structure superplastique fine :(FSS)

Plusieurs matériaux cristallins qui sont superplastiques possèdent cette unique propriété du fait qu'ils sont des matériaux à grains fins. Les produits formés superplastiquement sont obtenus à partir de feuilles à grains fins. La méthode principale est le formage par soufflage dans lequel une pression de gaz est appliquée sur un côté de la feuille, ainsi un matériau superplastique est caractérisé par cette structure (FSS), quand la taille de grain est comprise entre 1 et 10 μ m, cette structure doit être donc, relativement stable à température élevée de manière à ce que le caractère superplastique demeure. Notons que la structure superplastique fine peut aussi permettre de meilleures propriétés à températures ambiantes.

2-3/ Conditions structurales pour les matériaux FSS:

Les conditions structurales pour développer un matériau superplastique ont été bien établies pour les matériaux à grains fins, elles sont cependant moins clairement développées pour les matériaux non-métalliques. Un nombre de conditions a été présenté pour le développement de matériaux superplastiques à grains fins [16].

2-3-1/ Taille de grain fine :

L'une des conditions majeures pour une structure superplastique fine est celle de la taille des grains "d" qui doit être petite (Il devra être noté que cette condition n'est pas d'un accord universel) [20].

Des valeurs de tailles de grains inférieures à 10 μm sont nécessaires pour un comportement superplastique. Presque invariable, la structure des matériaux à une seule phase (single phase) ne présente presque jamais un comportement superplastique. En effet le raffinement des grains présente une méthode suffisante pour l'augmentation de la vitesse de déformation du formage superplastique des alliages , un autre attribut pour atteindre des tailles de grains fines est celui que pour un taux de déformation donné, la contrainte d'écoulement diminue au fur et à mesure que la taille de grain se réduit [21].

2-3-2 / Présence d'une seconde phase :

Dans le but de maintenir une taille de grain fine à la température de formage superplastique, ainsi que pour un maintien nécessaire durant le formage superplastique, la présence d'une seconde phase dans la matrice et joint de grain est exigée. C'est pour cette raison que beaucoup, mais pas certainement tous les matériaux superplastiques sont basés sur des compositions eutectoides (ex : Fe-C), eutectiques (Al-Ca),ou monotectoides (Zn-Al) .

Ces matériaux peuvent être thermomécaniquement traités afin de produire ou de développer une structure à double phase fine. L'inhibition de la croissance du grain est toujours augmentée ou renforcée , si la quantité de seconde phase est augmentée, de telle façon que la taille de cette seconde phase reste fine et que sa distribution reste uniforme.

Au cours de ces dernières années, un grand nombre d'alliages d'aluminium a été rendu superplastique en additionnant de petites quantités de Zr ($\sim 0.5\text{Wt}\%$); on trouve dans ces cas; (Al6 Cu0.5 Zr, Al6 Mg0.4 Zr, Al9 Zr1 Mg0.2-Zr et très récemment, les alliages Al3Li0.5Zr et Al4Cu3Li0.5Zr); aussi donc une très fine distribution de ZrAl_3 est formée ,ce qui empêche la croissance du joint de grain au cours de la recristallisation de la matrice sévèrement déformée .[14][16].

2.3.3 / Résistance de la seconde phase

Il est évident de suggérer que les résistances relatives de la matrice et de la seconde phase, constituent un paramètre important dans le contrôle de la cavitation durant l'écoulement superplastique. Par exemple une addition de particules dures de Ag_3Sn à l'alliage superplastique $PbSn$ (qui ne présente pas de cavitations à l'état normal) a été cause d'un phénomène de cavitation initié exclusivement aux interfaces matrice/particules.

A partir de cette observation et de beaucoup d'autres, il a été déduit que la résistance de la seconde phase devrait être similaire à celle de la matrice. En plus de l'exemple suscit , ce type de comportement a été observé pour les particules $Ti(C,N)$ dans les aciers inox microduplex, pour les inclusions dans α/β des bronzes, pour des additions de particules grossières de Fe des bronzes et pour interface β phase / matrice dans les alliages en Zn / Ni. Il est à noter cependant que quand des particules de seconde phase sont fines et de résistance similaire à celle de la phase matrice (exemple: aciers UHCS), la cavitation n'est pas observée.

Le problème de cavitation dans les matériaux superplastiques a été sujet de débats récents et reste domaine de recherche ouvert.

2.3.4 Taille et distribution de la seconde phase :

Quand la seconde phase est considérablement plus dure que la phase matrice, elle devra être distribuée de façon uniforme et sous forme de particules fines à l'intérieur de la matrice. En présence de particules fines et dures, le phénomène de cavitation durant l'écoulement superplastique peut être en effet évité par les mécanismes variés qui se produisent au voisinage de la particule. Chung et Cahoon, ont montré comment les particules dures de Silicium peuvent minimiser la cavitation durant l'écoulement superplastique de l'Alliage à grains fins quand elles sont fines [15][16].

Les grosses particules d'un autre coté peuvent déclencher une cavitation; par exemple, dans le cas des fontes blanches traitées par les procédés de laminage à chaud, la cavitation apparaît durant l'écoulement superplastique au niveau des interfaces entre la matrice et les carbures grossiers (supérieure à 10 micromètres). Ces gros carbures ne peuvent pas être raffinés par un éventuel procédé mécanique; cependant une seule solution pourra résoudre ce problème qui est celle de l'élaboration de cette fonte par la technique de solidification rapide; du faite que les grains fins et les distributions de particules fines de seconde phase peuvent être achevées par des poudres obtenues par technique de solidification rapide. Dans la fonte blanche, produite ainsi, il n'y avait pas de cavitation après déformation plastique, ce qui confirme donc,

l'importance des effets d'une structure fine sur la ductilité à haute température et sur la rupture des matériaux à température intermédiaires.

2.3.5 La nature du joint de grain

Les joints de grains entre matrices de grains adjacents doivent avoir un angle de désorientation important du fait que le glissement des joints de grains est le mode prédominant de la déformation durant l'écoulement superplastique.

les joints à faible désorientation, comme ceux obtenus par travail à chaud extensif, ne glissent pas sous effet de contrainte de cisaillement.

Dans certains aciers à composition eutectoides par exemple, les structures ayant de faibles désorientations de grains, ne sont pas superplastiques, par ailleurs elles peuvent être en convertissant les faibles désorientations en importantes désorientations

2.3.7 La forme des grains

En utilisant les traitements thermiques ou thermomécaniques appropriés, des résultats similaires ont été obtenus dans des tôles d'aciers. Cependant une grande déformation à températures intermédiaires peut aussi changer les joints de grains à faibles désorientation en joints excessivement désorientés. Il a été montré que l'angle de désorientation des sous-joints dans les aciers INOX ferritiques est une fonction du taux de déformation. Quand le taux de déformation est élevé ($\epsilon = 15$), l'angle de misorientation peut atteindre les 15°. Ces grandes déformations étaient obtenues en torsion, et il a été montré qu'au fur et à mesure que l'angle de misorientation est augmentée, le matériau devient faible aux températures intermédiaires. Ceci est en accord avec le concept, stipulant que le glissement du joint de grain est facilité par l'augmentation d'angles de misorientation entre grains

Ce résultat suggère donc des méthodes de préparation de matériaux superplastiques difficiles du fait que les grandes déformations ($\epsilon = 15$) ne sont pas clairement atteintes dans la plupart des opérations de travail des métaux (metal working).

2.3.6 la mobilité des joints de grains

Dans les matériaux superplastiques, les joints de grains doivent être mobiles durant le GB S.

Durant le glissement des joints de grains, les concentrations de contraintes se développent aux points triples et dans d'autres encombrements à travers les joints de grains.

L'aptitude des joints de grains à la mobilité (ex: migration du joint de grain) au cours de la déformation permet donc la réduction de ces concentrations de contraintes. Le fait que le grain des matériaux superplastiques reste essentiellement équiaxe après de grandes déformations, cela explique l'évidence indirecte d'une migration de joints de grains.

2.4 Phénomènes de superplasticité

L'absence de mobilité peut conduire à des concentrations de contraintes très élevées aux points triples durant le GBS, conduisant à la création de fissures et par suite à une rupture prématurée [12].

L'habileté d'influencer le comportement des métaux dans les régions immédiatement adjacentes aux joints de grains a été utilisée dans de remarquables recherches ,parmi lesquelles on citera celles de Wayon et ses collègues qui travaillaient sur un composite d'aluminium particulier ,superplastique au voisinage de la température ambiante par diffusion du Gallium dans les joints de grains [22].

2.3.7 La forme des grains

La forme des grains doit être équiaxiale afin que le joint de grain pourrait abriter une contrainte de cisaillement permettant le GBS . Les matériaux possédant des grains allongés même fins ,et dans la direction transversale de la contrainte appliquée ne peuvent pas s'attendre à développer un glissement important des grains quand ils sont soumis à un essai de traction longitudinalement . Cependant, essai dans la direction transversale peut permettre un glissement extensif traduisant une superplasticité .

La rotation des grains devra aussi être présente durant l'écoulement superplastique ,ce qui explique ,qu'il est beaucoup plus difficile d'avoir une rotation avec des grains allongés qu'avec des grains équiaxiaux [16][23].

2.3.8 Les joints de grains et leur résistance à la séparation en traction.

Dans la phase matrice les joints de grains ne doivent pas être exposés, ou siège d'une préalable séparation en traction . Ce facteur pourrait expliquer ,la raison de l'absence de superplasticité dans les matériaux céramiques polycristallins à grains fins même en ayant $m \approx 1$ [14].

La séparation des joints de grains en traction peut être résultat de l'énergie élevée des joints de grains, essentiellement dans les céramiques ; en plus l'inhabileté des joints de grains des

céramiques polycristallins à la migration peut-aussi contribuer à la difficulté de rendre le matériau superplastique.

2.4 Phénomènes de superplasticité

La superplasticité se caractérise par la possibilité d'obtenir au cours d'une déformation à haute température des allongements importants. L'une des caractéristiques principales du comportement superplastique est la valeur élevée du coefficient "m" de sensibilité de la contrainte "σ" à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$, une équation fut donc établie:

$$\dot{\epsilon} = (A \sigma^{1/m} / D^a) \exp(-Q/RT) = K \sigma^{1/m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\dot{\epsilon} = (A \sigma^{1/m} / D^a) \exp(-Q/RT) = K / D^a \quad \dots\dots\dots(4)$$

2.4.1 Avec: A : constante

a : coefficient qui caractérise l'influence de la taille de grain

D: taille du grain du matériau

Q: énergie d'activation apparente pour la déformation

R: constante des gaz parfaits

T: température

σ: contrainte exercée.

Dans la figure (3), représentant $\text{Log } \sigma = f(\text{Log } \dot{\epsilon})$ d'un matériau superplastique, la pente de la courbe représente le coefficient "m", ainsi cette courbe de forme sigmoïde peut être divisée en trois domaines [24].

DOMAINE III : Valeur faible de "m" (~0.2), correspond au comportement habituel d'un matériau déformé à haute température.

DOMAINE II : Domaine superplastique où m prend des valeurs comprises entre 0.4 et 1.

portement, citons parmi les plus connus les modèles de glissement au joints de grains accommodés par diffusion de Ashby et Verall [12][18] fig. (4a) ou accommodés par déformation.

DOMAINE I : Valeur de m ~ 0.2, correspond au comportement habituel à haute température.

Cependant, ces différents modèles mettent en jeu les mouvements des grains sans en distinguer la nature, ne semblent s'appliquer parfaitement qu'aux alliages quasi-monophasés ou aux alliages biphasés dont les phases sont de ductibilités comparables.

REMARQUES :

déjà permettent d'interpréter les observations expérimentales, ils prévoient des valeurs élevées du coefficient "m" égales à 0.5 le plus souvent, ainsi qu'une forte influence de la taille des grains sur l'équation (3) de comportement du matériau avec des valeurs de "n" égales à 1.

#- La constante A est telle que pour une contrainte de 10 Mpa, une température $T = 0.5 T_f$, une taille de grain $D = 10 \mu m$, la vitesse de déformation $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

Il montre un intérêt de déformer les matériaux avec des grains ou phases les plus petits possibles. Cette propriété peut être utilisée en déformation à grande vitesse des matériaux dès le début de recristallisation afin de bénéficier de la superplasticité temporaire donnée à ce comportement de courte durée.

#- Pour une taille de grain plus petite, le domaine superplastique est déplacé vers des vitesses de déformations $\dot{\epsilon}$ plus grandes.

2.4.1.1 Mécanismes de migration des grains

ainsi : $\dot{\epsilon} = (A \sigma^{1/m} / D^a) \exp(-Q/RT) = K / D^a \dots\dots\dots(4)$

1/ migration:

2.4.1 Mécanismes de déformation superplastique

Le mécanisme atomique de migration de joint de grain, est un déplacement d'atomes sous ou

Le matériau superplastique à taille de grains fine, se déforme selon des mécanismes particuliers [25], le glissement aux joints de grains très faible lors de la déformation à chaud des matériaux classiques devient alors prépondérant, c'est alors que certaines mises en évidence expérimentales concernant la transition entre le domaine (II) et (III) montrent que la déformation superplastique s'effectue sans formation de sous grains [18]; ces derniers apparaissent quand on augmente la contrainte ; c'est à dire lorsque leur taille moyenne (d) peut devenir égale ou inférieure à la taille des grains du matériau (D) conformément à la relation :

2/ glissement: $d = K \sigma^{-1} \dots\dots\dots(5)$

En général le mécanisme de glissement de joints de grains est peu compris jusqu'au temps présent où K est la constante du matériau.

De nombreux modèles ont été proposés pour rendre compte de ce type de comportement, citons parmi les plus connus les modèles de glissement au joints de grains accommodés par diffusion de Ashby et Verall [12][18] fig (4a) ou accommodés par déformation plastique fig (4b).

Les vitesses de glissement des joints de grains varient considérablement d'un échantillon à l'autre.

Cependant, ces différents modèles mettent en jeu les mouvements des grains sans en distinguer la nature, ne semblent s'appliquer parfaitement qu'aux alliages quasi-monophasés ou aux alliages biphasés dont les phases sont de ductilités comparables.

Ces différents modèles permettent d'interpréter les observations expérimentales, ils prévoient des valeurs élevées du coefficient "m" égales à 0.5 le plus souvent, ainsi qu'une forte influence de la taille des grains sur l'équation (3) de comportement du matériau avec des valeurs de "n" égales à 2 ou 3 avec $n = 1/m$.

La forte dépendance en taille de grain de la vitesse de déformation montre intérêt de déformer les matériaux avec des grains ou phases les plus petits possibles. Cette propriété peut être utilisée en déformation à grande vitesse des matériaux dès le début de recristallisation afin de bénéficier des tailles de grains les plus faibles. Dès que les grains ont suffisamment grossi, cette possibilité disparaît, d'où le nom de **superplasticité temporaire** donnée à ce comportement de courte durée. mais seulement à des niveaux de contrainte très faibles et des températures relativement élevées, qu'une réponse visqueux-newtonienne est obtenue. A des contraintes très

2.4.1.1 Mouvements des grains

a/ mécanismes de migration et de glissement :

1/ migration:

Le mécanisme atomique de migration de joint de grain, est un déplacement d'atomes seuls ou un réarrangement corrélé de groupe d'atomes à travers le joint (GORDON et VANDERMEER 1966, GLEITER et LISSOWSKI 1971). C'est ainsi qu'un grain croît au détriment de ces voisins. La vitesse de migration du joint est reliée d'une manière complexe à la force motrice (Driving force) et à la présence ou l'absence d'atomes de soluté associés aux joints.

Un stade de transition apparaît dans les domaines de température 0.3 et 0.4 Tf et explique pourquoi la superplasticité n'est pas observée aux températures inférieures à 0.4Tf.

2/ glissement:

2.5 A En général le mécanisme de glissement de joints de grains est peu compris jusqu'au temps présent à cause de la connaissance imparfaite de la structure exacte des joints.

Il est très important de connaître la variété des structures des joints, plans ou ondulés, facettés et lisses. Des considérations récentes des résultats d'expériences du glissement bicristal dans un nombre de matériaux ont exigé les observations générales suivantes:[12]

*- Les vitesses de glissement des joints de grains varient considérablement d'un échantillon à un autre dans des conditions essai nominalemt identiques, montrant que les petits changements dans la structure du grain affectent considérablement le processus de glissement.

c/ Les efforts à appliquer sont plus faibles que ceux nécessaires pour déformer à chaud d'une manière conventionnelle.

*- Le processus de glissement est thermiquement activé avec des valeurs d'énergie d'activation plus élevées que celles nécessaires pour une diffusion de joints de grains.

*- Le glissement écroui ou durci (slide hardening), où l'augmentation de résistance au glissement avec l'augmentation de déformation peut se produire sans glissement cristallin significatif.

*- L'augmentation de la contrainte de cisaillement appliquée, augmente la vitesse de glissement, mais seulement à des niveaux de contrainte très faibles et des températures relativement élevées, qu'une réponse visqueux-newtonienne est obtenue. A des contraintes très élevées, la valeur de m est typiquement $1/3$.

*- La migration des joints accompagne très souvent le glissement dans les matériaux à une seule phase.

*- la vitesse de glissement initiale à travers de petites distances peut être très rapide, comparativement avec le glissement "en régime permanent" à travers de grandes distances.

Remarque

Il est à noter que les petites distances sont plus grandes qu'un diamètre de grain dans les alliages superplastiques.

2.5 Avantages et domaines d'application de la superplasticité

L'étude des caractéristiques de la superplasticité permet de mettre en évidence les intérêts suivants :

a/ La ductilité élevée des matériaux superplastiques permet de réaliser des formes complexes en une seule opération

b/ La complexité des formes peut encore être accrue en conjuguant thermoformage superplastique et soudage par diffusion.

c/ Les efforts à appliquer sont plus faibles que ceux nécessaires pour déformer à chaud d'une manière conventionnelle.

d/ Une pièce formée dans le domaine superplastique a des propriétés isotropes puisque la structure texturée disparaît après une trentaine de pour-cent de déformation superplastique .

e/ Après mise en forme superplastique les pièces utilisées à température ambiante présentent des propriétés remarquables .

Les avantages de la mise en forme superplastique sont beaucoup plus nombreux que ses inconvénients ,c'est pour cela que beaucoup de chercheurs se sont intéressés à ce comportement et à cette propriété remarquable pour mettre au point des alliages pouvant travailler dans des milieux où la ,température est élevée ,en gardant leurs propriétés mécaniques inchangées .

2.5.1 Exemples et procédés de mise en forme superplastique

Un nombre très important de techniques a été mis en évidence pour le profit d'une mise en forme superplastique ,on citera parmi ces techniques [26] :

Blow forming → Diffusion par soufflage

Vaccum forming → formage sous vide

Thermoformage

Deep drawing

Superplastic forming

Forgeage

Extrusion

Les procédés suscités peuvent être classés en deux grandes catégories :

- Les procédés dérivant de ceux utilisés pour les matières plastiques
- Les procédés classiques de déformation des métaux et alliages comme le forgeage par exemple.

3.2 Lois de comportement

Nous nous limitons dans ce paragraphe à l'étude de la variation de la contrainte d'écoulement σ , que dans des conditions isothermes cette dernière est fonction d'une part des conditions de la déformation $\dot{\epsilon}$ et T et d'autre part de la structure du matériau qui est une variable microstructurale difficile à définir , du fait que la déformation n'est pas une variable d'état .

3 / DEFORMATION A CHAUD

On parle de déformation à chaud, lorsqu'une restauration de la structure se produit, ou une recristallisation s'oppose à l'effet de l'érouissage. La limite inférieure de cette recristallisation dépend de la vitesse de déformation, de la température qu'on peut désigner suivant la composition de l'alliage entre $0.7 - 0.75 T_f$ (ou T_f est la température de fusion du métal exprimée en degrés Kelvin).

Les opérations de mise en forme à chaud se font par déformation plastique, et ont pour effets, de provoquer dans le métal, la formation d'une texture dont les caractéristiques dépendent de la température, c'est pour cela que la mise en forme à chaud occupe une place très importante dans les cycles industriels de fabrication [27].

3.1 Définition de la mise en forme à chaud

La mise en forme à chaud concerne en principe, les opérations de déformations plastiques effectuées à une température absolue $T > 0.5 T_f$. La notion de cette mise en forme à chaud correspond en général à l'utilisation de températures élevées, où la déformation produit un effet durcissant " érouissage à chaud ", éliminé partiellement ou complètement par polygonisation et recristallisation réalisées aux températures de traitements et suivies de refroidissement.

A la différence d'une polygonisation et d'une recristallisation statiques, les processus de polygonisation et de recristallisation associés à la déformation à chaud sont dits dynamiques. (§4). Il convient de souligner que les limites entre les déformations à chaud et à froid sont conventionnelles et dépendent de la vitesse de déformation, du mode et de la température du traitement, des conditions de refroidissement ainsi que de la vitesse de recristallisation du métal [28]

3.2 Lois de comportement

Nous nous limitons dans ce paragraphe à l'étude de la variation de la contrainte d'écoulement σ , que dans des conditions isothermes cette dernière est fonction, d'une part des conditions de la déformation $\dot{\epsilon}$ et T et d'autre part de la structure du matériau qui est une variable microstructurale difficile à définir, du fait que la déformation n'est pas une variable d'état.

3.2.1 Ecrrouissage

Lorsque la déformation plastique d'un métal est assurée uniquement par le glissement des dislocations, on observe une amélioration de la résistance, alors que les propriétés de plasticité diminuent ; cette consolidation a reçu le nom d'écrouissage [20] .

Le glissement simultané de nombreuses dislocations aboutie au blocage d'une partie d'entre elles contre divers obstacles (autres dislocations, joints de grains, précipités..) , par conséquent la densité des dislocations mobiles diminue [30] . En résumé, l'écrouissage résulte en:

- a / Augmentation de résistance au glissement due à la distorsion des plans réticulaires (dislocations dans le cristal)
- b/ L'augmentation de résistance à la déformation plastique (fragmentation des cristaux de l'ensemble polycristallin).
- c/ Stabilisation de l'édifice fragmenté et distordu (énergie potentielle de cohésion du système polycristallin).
- d / Variation anisotrope de la résistance à la déformation (déformation à volume constant orientée préférentiellement dans la direction de la plus grande vitesse de déformation).

Ce sont surtout les premiers mécanismes (dislocations) suivis de la fragmentation et de l'accumulation de l'énergie latente qui causent l'écrouissage.

3.2.2 Régime stationnaire

La contrainte d'écoulement ne dépend que de ϵ et T; en fait très souvent la loi de comportement est écrite sous la forme $\dot{\epsilon} = f(\sigma, T)$, car le modèle microscopique décrivant les mécanismes thermiquement activés permettent de calculer la vitesse de déformation pour une contrainte σ appliquée et une température T imposée .

La loi de comportement la plus utilisée actuellement a été proposée par Sellars et Tagart [17] .

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_1 (\text{sh } c / \sigma_1)^P \exp (- Q / RT) \quad (6)$$

Où

$\sigma_1, \dot{\epsilon}_1$: constantes de normalisation caractéristiques du matériau

P: constante

Q: énergie d'activation apparente du processus

R: constante des gaz parfaits

T: température.

Pour les faibles contraintes ($\sigma / \sigma_1 < 0.8$), la relation (6) est équivalente à

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 (\sigma / \sigma_1)^P \exp (- Q / RT) \quad \dots\dots\dots(7)$$

et qui peut être écrite par suite, après transformation

$$\sigma = \sigma_1 (\dot{\varepsilon} / \dot{\varepsilon}_1)^{1/P} \exp (mQ / RT) \quad \dots\dots\dots(8)$$

Dans ce cas on parle de loi de puissance et $m = 1/P$ (caractérisant la sensibilité à la vitesse de déformation est une constante).

A des contraintes élevées ($\sigma / \sigma_1 > 0.8$) la relation (7) devient :

$$\dot{\varepsilon} = (\dot{\varepsilon}_1 / 2^P) \exp (p \sigma / \sigma_1) \exp (- Q / RT) \quad \dots\dots\dots(9)$$

$$\dot{\varepsilon} = (\dot{\varepsilon}_1 / 2^P) \exp (p \sigma / \sigma_1 - Q / RT) \quad \dots\dots\dots(10)$$

Ainsi le coefficient

$$m = \delta \text{Ln } \sigma / \delta \text{Ln } \dot{\varepsilon}$$

décroit lorsque ε augmente . Aux grandes vitesses de déformation, on observe une relation linéaire du type

$$\sigma = \sigma_0 + \lambda \dot{\varepsilon} \quad \dots\dots\dots(11)$$

avec :

σ_0, λ : constantes dépendantes du matériau .

3.3 Influence de la température et de la vitesse de déformation

3.3.1 Influence de la température

Quand les métaux sont plastiquement déformés à des températures de déformations élevées, la contrainte d'écoulement et la microstructure que développent, dépendent largement de l'historique de la température, de la vitesse de déformation et du temps (§ 2).

La vitesse de déformation et la température sont des variables complémentaires, une augmentation de la vitesse de déformation et une réduction de la température ont pratiquement

des effets équivalents, les deux variables déterminent quel mécanisme de déformation pourrait dominer et contrôler le degré pour lequel le processus de recuit se produit. [31].

3.3.2 Influence de la vitesse de déformation

Les températures au dessus de l'ambiante ou bien de grandes vitesses de déformation produisent des structures de déformation distinctives, en particulier dans les métaux F.C.C. En diminuant la température de déformation ou en augmentant les vitesses de déformation, il en résulte une distribution uniforme des dislocations vis à vis du glissement croisé et une inhibition de la restauration dynamique [31].

a / Déformation à faible vitesse

Aux faibles vitesses de déformation, les mécanismes majeurs de déformations à hautes températures, sont le glissement des joints de grains et la contrainte induite de la diffusion atomique.

b / Déformation à grande vitesse

Durant un travail à chaud rapide, et durant un travail à froid, les mécanismes de dislocations et de l'écoulement prédominent. Cependant aux températures élevées la génération et le stockage des dislocations sont largement compensés par le processus de réarrangement activé thermiquement, connu sous le nom de restauration dynamique; l'effet microstructural de la résistance dynamique est souvent traduit par le développement d'une structure de sous-joints intergranulaires, dans laquelle ces sous-joints sont séparés suivant de petits angles.

Dans de grandes déformations, comme celles des processus d'extrusion et du laminage à chaud, un second processus d'adoucissement conventionnel, connu sous le nom de recristallisation dynamique, se déclenche et permet donc un raffinement des grains par germination dynamique et croissance de grains fins le long des joints de grains originaux.

4/ RESTAURATION, RECRISTALLISATION ET CROISSANCE DES GRAINS

La restauration, la recristallisation et la croissance des grains sont les principaux stades d'un recuit quand il est appliqué à un métal déformé à froid.

Quand celui-ci est travaillé à froid par une déformation plastique, une proportion de l'énergie est stockée à l'intérieur de l'échantillon; cette énergie emmagasinée réside donc à l'intérieur du cristal sous forme de points défectueux " lacunes, et interstices, dislocations et défauts d'empilements sous différentes formes et combinaisons qui dépendent toujours du métal.

Cependant l'échantillon déformé se trouve toujours dans un état à énergie élevée et il est thermodynamiquement instable, avec l'activation thermique; comme celle fournie lors du recuit l'échantillon écroui tend à se transformer à un état ou à des états à énergie basse à travers une séquence de processus accompagnée de changements microstructuraux [30].

D'une façon générale, ces traitements sont susceptibles de régénérer la plasticité d'un alliage écroui.

4.1 L'état déformé

Pour une meilleure compréhension de la restauration et de la recristallisation, une compréhension détaillée de l'état déformé pourrait être d'une grande utilité.

La déformation plastique est achevée principalement par le passage des dislocations à travers le réseau; dans les premiers stades de déformation les dislocations sont relativement longues, droites et moins nombreuses; avec l'augmentation du taux de déformation, plusieurs dislocations sont produites à partir d'autres systèmes de glissements, en causant des interactions entre les divers dislocations. Ces dislocations et ces amas de petites loupes tendent à s'enchevêtrer pour s'appliquer le long des joints.

En augmentant le taux de déformations, une orientation cristallographique préférée ou une texture cristallographique est donc développée à l'intérieur de l'échantillon de façon uniforme quand les grains initiaux sont orientés de façon aléatoire.[31].

4.2 Restauration

4.2.1 Restauration statique

Un chauffage jusqu'aux températures relativement peu élevées " d'habitude inférieures à 0.2 ou 0.3 T_f " déclenche le processus de restauration [30] .

Ce traitement correspond à un perfectionnement du réseau du métal écrouis ,c'est un retour vers l'état initial ,l'état déformé n'étant pas thermodynamiquement stable ,la restauration est d'autant plus complète que la température est plus élevée ,c'est une manifestation de vibration thermique des atomes ,ceux-ci sont en dehors de leurs positions d'équilibres normales due à la tension provoquée par le changement avancé dans la structure ,et la propriété qui apparaît lors d'un recuit d'un métal déformé est considérée comme étant le début de restauration ,comme la restauration se déclenche ,une séquence de changement de structure immerge .

- 1) Le recuit en dehors des points défectueux dans leurs amas .
- 2) L'annihilation et le réarrangement des dislocations .
- 3) La polygonisation " formation des sous-joints et leur croissance"
- 4) La formation de germes de recristallisation ,énergiquement capable de subir une éventuelle croissance .

Le réarrangement des dislocations est du à une diminution de l'énergie totale du système sous l'effet de la température, les dislocations s'éloignent les un des autres ,se redressent et s'alignent selon des configurations plus stables, dont l'énergie totale est moindre; ces nouvelles dislocations forment les parois des cellules polygonales .

4.2.2 Restauration dynamique

Dans le domaine d'écrouissage [32] ,on observe l'augmentation progressive de la densité de dislocations qui s'organisent en sous-joints apparaissant comme des arrangements plans réguliers, d'une, deux ou trois familles de dislocations .

Lorsque la déformation augmente, il a été observé (dans le cas de l'aluminium) que la taille moyenne des sous-grains augmente , et que la désorientation moyenne entre sous-grains augmente d'une façon considérable .

Au cours du processus de déformation ,les sous grains demeurent équiaxes ,tandis que les grains initiaux apparaissent de plus en plus déformés, cela explique que les sous grains se détruisent et se reconstruisent successivement, le phénomène est appelé " repolygonisation".

En résumé, la restauration dynamique apparaît comme un équilibre entre l'écroutissage "création de dislocations" et la restauration "réarrangement et annihilation" continue des dislocations, de telle façon que la densité des dislocations reste constante une fois atteint le régime stationnaire.[13].

4-2-3 Changements des propriétés

La restauration ne modifie pas l'ensemble des propriétés mécaniques, cependant sous l'effet de ce phénomène, la résistance mécanique de certains métaux par exemple: Aluminium, titane monocristaux de molybdène diminue sensiblement, alors que leurs plasticités augmentent, ainsi leur résistance à chaud augmente à un moment bien défini de la polygonisation. La dureté, limite élastique, limite de fatigue et plasticité du Cuivre et du Nickel ainsi que de leurs alliages s'améliorent en même temps.

Le grossissement des blocs de grains des polygones avec le temps ou l'élévation de température, conduit à la diminution de la résistance.

Dans l'Aluminium, le molybdène et le tungstène, la polygonisation est très rapide et les blocs de grains atteignent des dimensions importantes, ce qui provoque une déconsolidation, et un rétablissement de certaines propriétés physiques telle que la résistivité, ceci est dû à la diminution de la concentration des lacunes et à la redistribution des dislocations.[30].

4.3 Recristallisation

4.3.1/ Recristallisation statique :

C'est le stade au cours duquel apparaissent de nouveaux cristaux, phénomène rendu possible par le retour des atomes à leurs positions primitives; autrement dit, un phénomène qui se produit et apparaît par la germination et la croissance de nouveaux grains.

Durant l'incubation, des germes stables sont formés par suite de coalescence de sous joints qui permettra la formation de joints "grande désorientation", à partir de ce moment une croissance séquentielle de nouveaux grains se produit rapidement grâce à la grande désorientation. La vitesse de recristallisation décroît au fur et à mesure que la matrice présente d'avantage de nouveaux grains au détriment des autres.

Avec une faible déformation et une basse température de recuit, l'échantillon peut restaurer seulement, et sans déclenchement de recristallisation; il faut donc savoir que la germination des nouveaux grains se produit en des points où l'énergie est élevée, et très particulièrement dans les points triples des joints de grains déformés.

4.3.2/ Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique joue un rôle très important dans plusieurs processus de déformation plastique, elle apparaît comme un équilibre entre l'économie et la recristallisation "annihilation collective et discontinue des dislocations", telle que la densité des dislocations reste constante dans le régime stationnaire.[33][34]

La recristallisation dynamique produit essentiellement, le développement de cellules de dislocations et une structure de sous joints des grains en (orientation), une transformation d'angles faibles en élevés; pendant la déformation plastique le processus respecte un état stationnaire de la taille des grains recristallisés "ds".

La recristallisation dynamique développée par SANDSTRON et LARGNEBORG, stipule qu'il est possible d'obtenir l'état stationnaire de la taille des grains recristallisés comme une fonction du nombre de germes recristallisés par grains "Nr", ainsi en utilisant l'équation de ces deux auteurs, on aura

$$ds = (3 \epsilon_{cr} M^* \gamma / \dot{\epsilon} \ln Nr)^{1/2} \dots \dots \dots (12).$$

avec:

- γ : Energie du joint de grain
- M^* : Mobilité du joint de grain
- ϵ : vitesse de déformation imposée
- ϵ_{cr} : déformation critique pour la recristallisation.

DERBY et ASHBY [29] obtenait l'expression suivante:

$$ds = (2 \frac{\eta_c - 1}{\epsilon_c \lambda g / 3 \dot{\epsilon}})^{1/2} \dots \dots \dots (13).$$

- Où n_c : nombre critique d'intersection s de la cellule avec les joints de grains
- ϵ_c : déformation caractéristique pour atteindre l'état stationnaire .
- λ : taille des sous-joints à l'état stationnaire
- g : vitesse de croissance des joints de grains.

Il est important de noter que dans le cas des différentes approches utilisées par Sandstron et Largne ,ainsi que par Derby et Ashby,les deux modèles prédisent la proportionnalité de $d_s \propto \dot{\epsilon}^{-0.5}$.

4.3.3 Recristallisation postdynamique

La structure qui résulte à partir de la restauration dynamique reflète effectivement, une étape intermédiaire, de recuit, après que la déformation est complétée mais avant toute chute de température, une recristallisation statique peut se produire par les processus usuels de germination de nouveaux grains et de croissance de ces grains à l'intérieur de la matrice des sous joints de grains.

Si une éventuelle recristallisation dynamique est initiée durant la déformation ; le processus microstructural résultant est connu comme "Recristallisation postdynamique" qui prendra place considérablement plus rapidement que la recristallisation statique conventionnelle.

4.3.4 Les sites de germination

Plus le taux de déformation est élevé, plus le nombre de sites favorables pour la germination est grand et par ailleurs, le diamètre moyen des grains recristallisés est faible. C'est à cause de la grande hétérogénéité de la microstructure plastiquement déformée du métal ; que les germes de recristallisation sont formés à des sites bien préférés comme par exemple ceux des joints de grains.

En général, les germes à sites préférés sont des régions à volume relativement réduit en réseau et sévèrement distordues.

4.3.5 Croissance des germes

La croissance de nouveaux grains à déformation libre "strain-free grain" formés au dépend de la matrice polygonisée est accomplie par la migration des joints à grande désorientation. La force motrice, responsable de la recristallisation réside dans l'énergie de déformation résiduelle dans la matrice qui suit la restauration (énergie). Cette énergie de déformation est sous forme de dislocations existant dans les joints de grains. Cependant la force motrice responsable de la migration des joints de grains pourra influencer la cinétique de recristallisation ; par exemple les impuretés solutés ou particules fines d'une seconde phase qui pourraient inhiber la migration des joints et retarder par suite le recristallisation.

Par conséquent, une recristallisation continue peut se déclencher dans la matrice par croissance des sous-joints résultant de la réduction de l'énergie interne ; ainsi plus la dimension du grain original est petite ou fine plus il ya facilité et tendance à la recristallisation [28].

4.4 Croissance des grains

4.4.1 Croissance des grains normale ou continue

Cette croissance se produit dans les métaux purs et dans les alliages monophasés . Pendant la croissance isothermique ,l'augmentation du diamètre moyen du grain obéit à une loi de croissance empirique ,qui peut être exprimée par :

$$\bar{D} = K t^n$$

Avec \bar{D} : diamètre moyen du grain

t : temps de recuit

K,n : paramètres qui dépendent du matériau et de la température .

Ainsi lorsque \bar{D} et t sont représentés dans une échelle logarithmique ,la variation des dimensions ,forme et disposition des grains est l'une des caractéristiques structurales pendant une croissance normale des grains . Cependant au cours de cette même croissance ,la taille moyenne des grains augmente mais la forme de leur distribution reste essentiellement la même avant et après la croissance .

Le changement au niveau de la texture est minimal et graduel ;les grains initiaux sont orientés aléatoirement ,mais après une croissance normale certaines orientations préférées peuvent apparaître dans les grains finaux ,dépendant de certains facteurs tels que ,les énergies de surfaces libres des grains

4.2.2 Croissance discontinue des grains

Lorsqu'un métal écroui est recuit à une température supérieure à sa température de recristallisation primaire ;on observe par fois une croissance soudaine d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse recristallisée , ce phénomène n'exige pas de nouvelles germinations . Ce sont donc certains grains de recristallisation primaire qui croissent de façon très vite

Autrement dit si l'énergie de la matrice est l'énergie interfaciale, dès qu'un grain atteint une certaine taille critique " r ", il croit catastrophiquement en dévorant tous les grains plus petits qui l'entourent .

La croissance "discontinue" ou "catastrophique" se produit donc lorsqu'un petit nombre de grains a pu atteindre cette taille critique et ceci n'est donc possible que si la croissance continue est difficile pour la majorité des grains ,par exemple s'il existe une texture (joints de faibles désorientation peu mobiles), ou des précipités fins dispersés qui bloquent les joints.[35]

5/ Famille d'alliages de la serie 7000:

Les alliages à durcissement structural des systèmes Al-Zn-Mg-Cu sont rassemblés dans le tableau 1[2].

Selon CHEVIGNY et COLL; l'augmentation des teneurs en zinc et magnésium se traduit par une modification des caractéristiques mécaniques, une augmentation de limite d'élasticité et de la résistance à la traction au détriment de l'allongement.

Les auteurs, signalent l'importance de ces éléments dans la mesure ou ils ne déterminent pas seulement la quantité des phases durcissantes formées mais également la vitesse de trempe et donc l'auto-trempabilité et la réactivité au cours du traitement de revenu.

Les systèmes d'alliages de la série 7000 peuvent être subdivisés en deux grands groupes:

- a) les systèmes de la famille Al-Zn-Mg
- b) les systèmes de la famille Al-Zn-Mg-Cu

5.1/ alliages d'aluminium de la famille Al-Zn-Mg :

Ce sont des alliages ternaires ou :

la teneur du Zn =2.75%
et la teneur du Mg =0.3-3.5 %

On notera que d'autres éléments tels que le Cr, Mn, Zr, et Ti peuvent être présents pour différentes raisons, en plus des impuretés de Fe, et Si.

5.2 / alliages d'aluminium de la famille Al-Zn-Mg-Cu:

L'addition du cuivre au système Al-Zn-Mg permet d'augmenter considérablement les caractéristiques mécaniques des alliages correspondants.

Cette famille d'alliages peut être sans doute considérée comme celle présentant le plus de possibilités du point de vue résistance mécanique et on distingue deux sous-familles.

- Alliages faiblement chargés à bonne aptitude à la déformation
- Alliages à haute résistance.

Les alliages à haute résistance permettent d'obtenir parmi tous les alliages d'aluminium les niveaux de résistance les plus élevés à l'état T6 [4].

5.3 L'alliage d'aluminium à haute résistance 7075:

L'alliage d'aluminium 7075 est un alliage appartenant à la famille Al-Zn-Mg-Cu souvent utilisé à l'état T6 (peak aged condition) dans les structures subissant une compression et des efforts de cisaillement élevés.

Chaque pays du monde utilise ses propres compositions chimiques, à cet effet, le tableau 2[6], en donne un exemple dans deux pays différents, les Etats-Unis D'AMERIQUE et la FRANCE.

5.3.1/ Etats " T " appliqués au 7075 :

Les états fréquemment utilisés dans l'industrie sont l'état T3, T4, T6 et l'état T73.

a) **Etat T4:** il est défini comme un état de l'alliage, obtenu à la suite d'une mise en solution, suivie d'une trempe à l'eau, puis d'une maturation à la température ambiante, on obtient donc l'état mûri, qui consiste en une mise en solution à $465 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ pendant 1h 30 min puis une trempe à l'eau suivie d'une maturation de 15 jours.

b) **Etat T6 :** C'est un état obtenu par un simple revenu à $135^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ pendant 12 heures après le stade de la maturation. Ce traitement confère à l'alliage 7075 les caractéristiques mécaniques optimales qui sont comparables à celles de certains aciers de construction.

c) **Etat T73:** Cet état est obtenu par une succession de revenus à :

105°C pendant 07 heures

et 160°C pendant 24 heures

après le stade de la maturation.

d) **Etat T3 :** Cet état correspond à une mise en solution pendant une durée de maintien suivie d'une trempe, d'un écrouissage, et d'une maturation à l'ambiante.

5.3.2 Domaines d'utilisation du 7075 :

5.4.2 Séquence de précipitation dans l'alliage 7075.

L'alliage d'aluminium 7075 est utilisé principalement dans les structures aérospatiales et aéronautiques comme surfaces des ailes et surfaces inférieures des stabilisateurs verticaux, bodyframe et stringers.... voir fig (1) [10].

Cet alliage couvre aussi de nombreuses applications dans le domaine d'armement (douilles de munitions, corps de roquettes, plaques de blindage), mécanique (boulons, écrous ...), sports (bâtons de skieur..)

5.4 Phénomène de durcissement et de précipitation dans l'alliage 7075

5.4.1 Nature et types de précipités

Selon la composition chimique de l'alliage, sa teneur en Cr, Zr et Mn, on distingue trois types de particules [8]:

a) les grandes particules: (\varnothing 10 à 30 μm) représentées par les combinaisons chimiques suivantes : Mg_2Si , Al_6MnFe et $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$; ces dernières sont dues à la présence du fer et du silicium (impuretés)

Etant donnée la faible solubilité du fer et du silicium dans l'aluminium, les grandes particules sont indissolvables et ne rentrent pas en solution solide lors de la mise en solution.

b) les moyennes particules : (\varnothing 1 à 10 μm) ,sachant que les phases durcissantes du 7075 sont les phases : T ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$), S (Al_2CuMg), η (MgZn_2), θ (Al_2Cu); ces dernières ne rentrent pas totalement en solution solide dans l'aluminium lors de la mise en solution, ainsi la partie restante en excès forme les particules de dimensions moyennes, par exemple lors de la mise en solution, la phase T rentre totalement(c.a.d à 100%), tandis que la phase η représente une quantité en excès qui ne rentre pas en solution solide.

c) les petites particules(dispersoïdes): (0.01 à 0.1 μm);ce sont des combinaisons formées de chrome Cr et de zirconium Zr lors de l'homogénéisation, et qui donnent Al_3Zr et $\text{Al}_2\text{Mg}_2\text{Cr}$.

5.4.2 Séquence de précipitation dans l'alliage 7075:

La séquence de précipitation dans l'alliage 7075 prend une forme assez complexe [9][2]:

α (supersaturée) Zone GP un ou plusieurs composés intermétalliques de transition (η' , T' , ...).... et un ou plusieurs composés intermétalliques d'équilibre (η , T , ...). Par ailleurs, la précipitation de ces phases a une influence sur le comportement de l'alliage en milieu corrosif. Il en résulte de grandes difficultés sur le plan pratique lorsque l'on cherche à établir un compromis satisfaisant entre le niveau de résistance mécanique et la tenue à la corrosion.

DUBOST et BOUVAIT, ont analysé en détail trois processus de décomposition de la solution solide aux températures de revenu inférieures à 80°C. ces trois processus simultanés concurrentiels sont les suivants:

solution	: Zones GPI (planaires?)..... η' (.. η A1)	type AB3
solide	: Zones GPII (sphérique)..... η B2	type AB2
supersaturée	: Zones GPII (?)..... T' T	type AB1.5

Avec:

A=Mg B=Zn ; Al; Cu

Les phases η' , η B2 et T' sont durcissantes, la valeur de la dureté correspond à la précipitation simultanée de ces trois phases, mais la présence de ces phases sensibilise l'alliage à la corrosion sous tension.

La phase η' en plaquettes se trouve en épitaxie A1 avec la matrice:

$(001) \eta' // (111) \text{Al}$ et $/100/ \eta' // /110/ \text{Al}$

La phase η B2 ou MgZn_2 (phase d'équilibre) se trouve en épitaxie B2:

$(001) \eta // (110) \text{Al}$ et $/100/ \eta // /001/ \text{Al}$

La phase T' cubique ($\text{Mg}_{32}(\text{AlZn})_{49}$) de même structure et morphologie à la même épitaxie que la phase d'équilibre T , les relations d'épitaxie sont :

$(100) T' // (111) \text{Al}$ et $/010/ T' // /110/ \text{Al}$.

Afin de diminuer les effets de la corrosion, l'expérience des métallurgistes s'est révélée efficace en ayant recours à un traitement de sur-revenu. L'amélioration de la résistance à la corrosion ne peut être obtenue qu'au détriment des caractéristiques mécaniques[11].

Une augmentation de la température de revenu provoque une coalescence d'une partie des plaquettes η' qui se transforment en phase d'équilibre η de même morphologie et même épitaxie A1 que η' . Les autres plaquettes se dissolvent pendant que η B2 et T' croissent.

II. A. Techniques expérimentales

L'alliage ayant fait l'objet de notre étude, est un alliage d'aluminium à haute résistance appartenant à la série 7000; il s'agit donc de la nuance 7075 (Tab. 02) qui nous a été fourni par la compagnie *Air Algérie* sous forme de tôles de 300x400x2.54 (mm). Il est à noter que l'alliage a été livré à l'état T6.

1. Préparation des éprouvettes et des échantillons

Les éprouvettes utilisées dans nos tests de traction et de superplasticité sont normalisées d'après [16][28] et elles sont usinées par une fraiseuse horizontale afin de leur conférer la forme et l'épaulement convenables fig (5), alors que les échantillons ont été découpés et fixés dans une matière plastique solide et compacte afin que leur utilisation soit plus aisée.

2. Traitements de surface

Les éprouvettes et les échantillons ont subi un traitement de surface au niveau de leurs parties utiles. Ce traitement comprend les étapes suivantes :

2.1 Le polissage mécanique

Cette étape a pour but d'éliminer les stries d'usinage; ce polissage est exécuté en deux étapes:

2.1.1 Le prépolissage

Une polisseuse de type Metasinex, nous a permis le polissage mécanique préliminaire de tous les échantillons avec un arrosage abondant en eau pour éviter l'échauffement. Les papiers abrasifs étaient en carbures de Silicium.

2.1.2 Le polissage

Une polisseuse de type Montasupal (avec modes automatique et manuel) a permis le polissage en utilisant une suspension d'alumine sur des draps autocollants, et en additionnant à chaque fois des pâtes de type AP.N et AP.F.

2.2 Le polissage électrolytique

Ce type de polissage permet d'éliminer les traces d'écaillage superficielles, introduites par le polissage mécanique.

Généralement le polissage électrolytique permet l'obtention d'un poli parfait dans le cas des observations micrographiques au microscope électronique. L'échantillon servant d'anode est plongé dans un bain formé par une solution de 20% de perchlorique et 80% de méthanol à une température variant entre -40°C et -50°C (Nitrogène sous pression). La tension appliquée dans le cas de notre alliage varie entre 20 et 30 V.

3. Traitements thermiques

Au cours de ces travaux, les traitements thermiques appliqués avaient pour but de conférer à l'alliage d'aluminium étudié différents états structuraux fondamentalement distincts. Ces traitements thermiques sont de types expérimental et industriel; ils sont exécutés dans des fours électriques à moufle de type LM312.11, pouvant atteindre une température maximale de 1200°C .

4. Attaques chimiques

Les échantillons destinés à l'observation métallographique sont attaqués par plusieurs réactifs afin de révéler la structure micrographique et de mettre en évidence les détails recherchés (joints de grains, précipités...). Dans le cas du 7075, nous avons utilisé :

4.1 Keller's reagent

Cette solution consiste en : 2 ml de HF (48%)

3 ml de HCL (concentré)

5 ml de HNO_3 (concentré)

190 ml de H_2O

Dans ce réactif, les échantillons sont immergés pendant 8 à 15 secondes, puis lavés à l'eau distillée et en fin séchés. Ce réactif permet de voir la précipitation au niveau des joints de grains, la recristallisation et la non recristallisation des joints(sous joints).

4.2 Modified keller's reagent

Cette solution comprend : 2 ml HF (48%)

3 ml HCL (concentré)

20 ml HNO₃ (concentré)

175 ml H₂O

Les échantillons immergés dans la solution pendant 10 à 60 secondes. Ce réactif met en évidence la recristallisation des grains de l'alliage 7075 ayant subi des traitements thermiques.

5. Microscopie

5.1 Microscopie optique

L'examen métallographique a été effectuée par microscope métallographique inversé de type NEOPHOT32 (KARL ZEISS), avec des grossissements allant de 16X à 2000X et un contraste sur fonds noir, blanc et couleur.

5.2 Microscopie électronique à transmission

Le recours à cet appareil s'est avéré nécessaire pour l'examen des constituants, dans le cas où le pouvoir de résolution du microscope optique serait insuffisant.

Les échantillons (thin foils) ont été examinés par un microscope électronique à transmission (T.E.M) de type EM 420 T PHILIPS. Cet appareil fonctionne sous une tension de 120 KV et permet des grossissements jusqu'à 900 000 X, autrement dit un pouvoir de résolution de 2 Å. Dans la colonne du microscope, un détecteur d'électrons secondaires et rétro diffusés, permet d'obtenir des images par balayage, et toujours sur la colonne, un détecteur de rayons X, permet l'analyse chimique par la méthode de la dispersion d'énergie (EDAX), energy dispersive analysis with X ray.

5.3 Microscope électronique à balayage

Les examens des faciès de rupture à haute température et les grossissements métallographiques poussés ont été effectués par un microscope électronique à balayage de type philips

S.E.M 505, travaillant sous une tension de 30 Kv et ayant un pouvoir de résolution de 7 nm c'est à dire un grossissement de 200000X.

6. Laminage

Les plaques d'aluminium livrées avec une épaisseur de 2.54 mm, ont subi un laminage à chaud à 250°C, afin d'obtenir des réductions d'épaisseur de 57% et 78%.

7. Mesure de la taille et du nombre de grains

Installé sur le microscope métallographique Néophot32, un ensemble de lentilles graduées permet la mesure de la grosseur et du nombre de grains par la méthode de comparaison ASMI.

8. Essais de superplasticité

Pour réaliser un essai de superplasticité, deux paramètres doivent être contrôlés; la vitesse de déformation et la température. L'éprouvette est donc placée entre les mores d'une machine de traction universelle et l'ensemble (éprouvette-mores) évolue dans l'enceinte d'un four tubulaire ouvrant. L'installation conçue pour les essais de superplasticité se compose de 05 parties fig(6a).

8.1 Le système de chauffage

Le système de chauffage se compose du four et du ISATC (Instron Self Adaptive Temperature Controller).

8.1.1 Le Four

De modèle Instron S.F 375D, le four est conçu pour des essais de traction à chaud, et permet d'atteindre des températures allant jusqu'à 1000°C. Il se compose de trois compartiments de chauffage fig(6b) qui peuvent être gérés par l'ISATC séparément pour minimiser et éliminer le gradient thermique sur toute la longueur du four.

8.1.2 L'I.S.A.T.C

C'est l'unité de contrôle de la température du four, elle permet d'utiliser quatre thermocouples pour le contrôle de la température:

a/ specimen TOP : destiné au prélèvement de la température au niveau supérieur de l'éprouvette.

b/ specimen CENTER : permet le prélèvement de la température au centre de l'éprouvette.

c/ specimen BOTTOM : mesure la température au niveau bas de l'éprouvette.

d/ primary CONTROLLER : le rôle de ce thermocouple est le contrôle de la température du four et la préservation du four contre un éventuel endommagement; ce dernier doit être toujours connecté au cours des essais.

Les canaux de l'ISATC, contrôlent ainsi la température au niveau de chaque compartiment et permettent une homogénéisation de la température à l'intérieur du four. pour notre cas; et vu les petites dimensions de nos éprouvettes fig (5), trois canaux ont été connectés, primary, top et bottom fig (6b). Ces trois températures sont toutes affichées sur l'ISATC.

8.2 Le système de sollicitation

Une machine de traction universelle modèle INSTRON 1185 de capacité 100 KN permet d'exercer la sollicitation de traction sur une éprouvette plate placée entre ses deux mores. Le déplacement du more inférieur monté sur une traverse se fait mécaniquement par le biais d'une vis sans fin. La vitesse de cette traverse peut être choisie sur le panneau de contrôle de la machine.

8.3 Console de commande et acquisition

Tous les paramètres de contrôle sont programmables manuellement à partir de la face externe du contrôleur qui présente différentes touches à cet effet, comme il peut être programmé par ordinateur par le biais des interfaces disponibles sur sa partie postérieure. Cet appareil permet par la même occasion de recueillir la charge et le déplacement et de les porter sur une table traçante d'une façon simultanée.

8.4 Le système de refroidissement

Disposé entre le more supérieur et la cellule de charge fig(6a), un dispositif de refroidissement permet l'évacuation de la chaleur transférée par le four. Ce dispositif se compose d'un disque en acier Inox muni d'une entrée et d'une sortie pour le liquide caloporteur, d'une pompe et d'un bac d'eau. A l'aide cette pompe l'eau peut circuler à l'intérieur du disque en y extrayant de la chaleur; ainsi effet de la température sur la cellule de charge est éliminé.

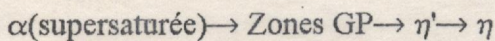
II.B. Résultats et interprétations

2.1 Traitements thermiques

1. Evolution de la structure

Avant d'aborder la conception de traitements liés au comportement superplastique du 7075, nous avons jugé utile, de mettre en évidence les principaux changements de microstructure, engendrés par des traitements appropriés de types industriel et expérimental afin de montrer la relation directe existante entre microstructure et propriétés mécaniques.

A cet effet, des traitements thermiques de simple revenu à différents temps de maintien TB, TC et TD fig (7), ont montré l'évolution microstructurale qui se produit dans notre alliage, confirmant ainsi la séquence de précipitation ;



et montrant l'influence de cette dernière sur les propriétés mécaniques de traction de cette alliage. Les figures (8a,8b) montrent le type de précipitations déclenchées par les traitements sus-cités.

Un simple revenu à 135°C pendant 6h déclenche la précipitation d'amas atomiques(zones GP), tandisque pour un maintien de 12h, on voit l'apparition d'un mélange phasal et zonal enregistrant ainsi des valeurs de résistance optimale fig (9a,9b), et montrant qu'une précipitation phasal (η) se fait généralement au niveau des joints de grains.

Vu l'importance industrielle de cet état, connu sous le nom de Peak aged state, nous avons procédé à une analyse EDAX, ponctuelle, de la matrice et des précipités; cependant l'analyse ponctuelle de la matrice fig (10), signale la présence de l'Al,Zn,Mg,Mn,Fe et Cu où les teneurs d'Al et de Zn sont les plus élevées. L'analyse ponctuelle d'un précipité sphérique fig (11), a signalé la présence de tous les éléments trouvés dans la matrice, mais on note en plus les teneurs élevées du Zn et du Cu et la présence du Cr. Cette composition chimique confirme la présence des dispersoïds dans notre alliage formés d'atomes de Cr et de Mn.

En se basant sur la première condition nécessaire pour qu'un comportement superplastique puisse avoir lieu, qui est la taille des grains, nous avons réservé la première étape de nos travaux à la conception de traitements purement thermiques, en décelant à chaque fois leurs influences sur le comportement superplastique de notre alliage.

2. Conception des traitements

2.1 Traitements thermiques

Les traitements thermique de la fig (7), ont été conçus dans le but d'avoir une structure aussi fine et stable que possible. A cet effet, nous avons jugé utile de commencer par voir l'influence de l'évolution microstructurale de l'alliage traduite par la séquence de précipitations sur le comportement superplastique de l'alliage.

Il est à rappeler qu'au cours de la conception de tous les traitements, les conditions essais étaient constantes c'est à dire une vitesse de déformation et une température fixées respectivement à $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et 490°C ; toutes les éprouvettes testées dans ces conditions n'enregistraient pas d'allongements importants ($\epsilon < 120\%$), cependant, on signale une remarque très importante concernant l'apparition de striction ou déformation localisée dans les éprouvettes testées.

L'examen métallographique des éprouvettes rompues, montre des grains de tailles assez importantes défavorisant l'écoulement superplastique, et précise que les grains varient en taille et en nombre du bout de rupture jusqu'à l'extrémité de l'éprouvette. La fig (12a,12b) schématise cette variation en montrant que le traitement TB donne de meilleurs résultats par rapport aux autres, même en changeant les conditions essais. L'analyse métallographique des bouts d'éprouvettes rompues et présentant des déformations localisées (striction), a permis la mise en évidence d'un nombre de grains de taille fine parmi d'autres de grande taille, en effet les petits grains apparus présentent une taille variant entre 05 et 10 μm fig (13b) et cette taille augmente au fur et à mesure qu'on s'éloigne du bout de rupture.

L'apparition des petits grains est due principalement à une recristallisation produite au cours de la déformation à haute température, un phénomène connu sous le nom de Recristallisation dynamique difficile à expliquer et reste sujet de recherche ouvert jusqu'à l'heure actuelle. Cependant la striction apparue est due à une concentration de contraintes au niveau des régions à grains recristallisés, et qui oblige le matériau à céder à la rupture prématurée; ainsi sur la même fig (13a), les grains flous ne sont autres que les grains non recristallisés.

Comme première remarque à noter à ce stade, nous signalons qu'au fur et mesure que le taux de striction diminue, l'allongement augmente et le matériau tend vers l'écoulement superplastique.

Une fois le traitement thermique est fixé à TB, à cause des meilleurs résultats provisoires qu'il présente, une tentative de variation des conditions de déformation par le biais de la variation de la

vitesse de déformation ($T = 490^{\circ}\text{C}$), était négative à cause de la permanence des gros grains et de la striction localisée fig(12b).

2.2 Traitements thermomécaniques avec étirage

Toujours dans le but d'obtenir une structure à grains fins stable, nous avons pensé au déclenchement d'une recristallisation par le biais d'un étirage par traction à 250°C , cependant fidèles au traitement TB fig (7), les éprouvettes ont subi un étirage de 50% avant et après le traitement; c'est alors qu'à une température de 490°C et avec une vitesse de déformation de $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, les elongations ne dépassaient même pas les 100%; ce qui montre effet néfaste de l'étirage sur l'écoulement de l'alliage.

Les résultats obtenus peuvent être expliqués par l'apparition des concentrations de contraintes autour des particules; du moment que notre alliage présente divers types de particules de formes et tailles variables; ainsi lors de l'application de la charge pour étirage, ces concentrations de contraintes provoquent l'initiation de microvides (microvoids) dirigés dans la même direction de sollicitations et encourageant l'alliage à céder à la rupture. Il est à noter donc, que l'étirage de l'alliage 7075 provoque plus, une rupture qu'une éventuelle recristallisation.

2.3 Traitements thermomécaniques avec laminage

2.3.1 Traitements thermiques

Partant de effet néfaste de l'étirage sur le comportement superplastique de l'alliage; une deuxième tentative de déclencher une recristallisation a été entamée par le biais des traitements thermiques individuels.

La conception des traitements thermiques de raffinement des grains est basée principalement sur la présence de diverses formes et tailles de particules dans l'alliage 7075; à cet effet plusieurs traitements ont été conçus et analysés.

La tentative d'obtenir une recristallisation est basée principalement sur les déformations existantes autour des particules, c'est alors qu'un refroidissement à l'air, après une mise en solution, déclenche une précipitation dense et grossière à partir de la décomposition de la solution solide supersaturée suivie d'un hyper revenu (over aging) pendant 2h fig (7, TG, TH, TI, TJ, TK, TL); les particules ainsi formées auront tendance à une éventuelle coalescence provoquant des déformations au niveau de leurs contours, qui abritent des dislocations qui sont siège de germination et de recristallisation.

Une fois les conditions d'essai sont fixées à $T = 480^\circ\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, l'allongement s'est trouvé amélioré jusqu'à 250%, cependant l'examen métallographiques des éprouvettes rompues, montre que même avec une taille de grains fine avant les essais, les grains auront tendance à croître sous effet de la température et de la vitesse de déformation faible, ce qui explique l'instabilité de la structure au cours des essais au détriment de l'écoulement superplastique. A cet effet, des traitements thermiques de type TK et TL fig (7) ont été conçus dans le but de maintenir la taille des grains fixe et de retarder leur croissance pendant l'écoulement superplastique, et c'est grâce à ces traitements que

l'élongation s'est améliorée de 100% et est devenue 350%, dans des conditions de température et de vitesse de déformation de 480°C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

En combinant différentes conditions essai au traitement TL fig (7), la meilleure élongation reste toujours avec $T = 480^\circ\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et ne dépasse pas 350%, à cause de la taille insuffisante des grains.

2.3.2 Introduction du laminage

Le recours au laminage s'est avéré nécessaire, vu l'impossibilité d'obtenir une taille de grains fine et stable par traitements thermiques et par étirage. Une réduction d'épaisseur de 57%, a produit une structure texturée apte à abriter une éventuelle recristallisation grâce aux défauts créés.

En conservant le traitement thermique; permettant la précipitation de particules dense et grossière c'est à dire le traitement TH, l'alliage ainsi traité a subi un laminage à chaud, en produisant une structure texturée à grains allongés fig (14a), c'est alors qu'on note l'apparition des PFZ (Precipitate Free Zones) au niveau des joints de grains, produite par la température et le maintien poussés du traitement de sur revenu.

La présence des PFZ, est résultat de la coalescence des particules se trouvant au voisinage des joints de grains, du moment qu'elles auront besoin d'atomes de soluté pour croître; les atomes ainsi fournis pour leur coalescence proviennent des joints de grains par le biais de la diffusion atomique, et c'est alors que les joints s'appauvrissent et les particules s'enrichissent en atomes de soluté, en provoquant une dénudation complète des joints de grains.

Avec cette microstructure et dans des conditions de déformation de 480°C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ les élongations atteignaient 450%, et c'est à ce moment que effet du laminage s'impose pour favoriser l'écoulement superplastique.

Plusieurs gammes de traitements se sont succédées afin d'obtenir une structure superplastique à grains fins, TM, TO, TN jusqu'à ce que le traitement TP fournissait une elongation de 550% avec une déformation homogène à travers toute la longueur de l'éprouvette.

2.3.2.1 Influence du taux de laminage

En augmentant la réduction de l'épaisseur jusqu'à 78% pour le même traitement qui devient TT, la valeur de l'élongation s'est améliorée d'une façon remarquable en devenant 700% fig (14a); le traitement favorisant cet écoulement superplastique de l'alliage 7075 a permis un raffinement de grains de 12µm de diamètre, on note aussi que cette elongation est obtenue à $T = 490^{\circ}\text{C}$ et $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

interprétation détaillée du traitement TT

- Comme il a été déjà expliqué, une mise en solution à 490°C avec refroidissement à l'air, déclenche la décomposition de la solution solide supersaturée en précipités denses et grossiers.
- Le traitement de sur revenu à 350°C /2h est conçu de telle façon à rendre les particules suffisamment grandes pour initier une éventuelle recrystallisation au niveau de leurs contours grâce à la déformation plastique produite dans ces régions.
- Durant le laminage à chaud, une sévère déformation se produit autour des grandes particules; qui n'ont pas été affectées par le déformation, en produisant à son tour des dislocations qui seront sites pour la germination.
- Pendant la recrystallisation, de nouveaux grains sont formés dans ces défauts au voisinage des grandes particules fig (14d).
- Après recrystallisation, la croissance des nouveaux grains est freinée par les petites particules dispersées, engendrées par les traitements de revenu, et c'est ainsi qu'on aura une taille de grains fine et stable.

Le rôle du revenu artificiel après la recrystallisation, est de précipiter la phase d'équilibre stable afin d'augmenter la distribution des particules de seconde phase. Durant la déformation superplastique, les particules de la phase d'équilibre non dissoutes et la dispersion des particules insolubles retardent la croissance des grains à haute température.

2.3.3 Variation de la température et de la vitesse de déformation

Une tentative de la variation de la température et de la vitesse de déformation du traitement ayant permis l'obtention de 700% d'élongation a conduit à l'obtention des courbes schématisées aux fig (16a,16b), en confirmant que le maximum d'élongation garde toujours des conditions d'essai de température et de vitesse de déformation égales à 490°C et $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; en outre le taux de laminage présente un effet remarquable dans l'écoulement superplastique, du fait que le nombre de grains recristallisés augmente avec le taux de laminage fig (15a,15b,17).

Nous noterons en fin de nos conceptions que l'emploi de deux vitesses de déformation différentes dans un même essai, dans le but de profiter de la taille fine des grains au début des tests, s'est montrée sans améliorations remarquables fig (18).

2.4 Examens des faciès d'éprouvettes rompues à haute température

Le recours au microscope électronique à balayage s'est avéré nécessaire, pour expliquer les causes de ruptures et pour mieux comprendre le processus de déformation au cours de l'écoulement superplastique; du fait que la température de essai peut avoir un effet important sur l'apparition de l'endommagement, et peut même influencer le mode de rupture. Cependant pour le cas du 7075, qui présente des changements de structures, tels que la précipitation à des températures bien déterminées, il est très difficile de séparer effet de la température de la rupture.

Avant de s'introduire dans les examens des faciès de nos éprouvettes, et pour avoir une idée sur l'aspect de la rupture à haute température, il est important de noter certains détails caractéristiques de ce type de rupture .

La fig (19) montre d'une façon générale l'aspect de la rupture d'une éprouvette déformée à haute température; cependant le premier détail à déceler; est la présence d'une oxydation sur le faciès due à la température élevée, et on remarque une irrégularité du contour de l'éprouvette .

La face interne de l'éprouvette présente des cupules caractéristiques à la rupture ductile; tandis que la face externe latérale présente des porosités qui sont probablement dues à des fusions partielles du métal fig 19 détail A).

En s'introduisant dans le coeur de l'éprouvette; moyennant des grossissements poussés, on signale la présence de grains dont les bordures sont arrondies; ces grains fig (20a) sont séparés par des

espaces vides traduisant leurs déplacements au cours d'une éventuelle déformation, et sont allongés dans la direction de la sollicitation; en plus et juste au voisinage de ces grains, nous notons l'existence de précipités sphériques presque détachés de la structure fig(20b). Nous tenons à rappeler que ce type de détails caractérise une rupture après écoulement superplastique.

Dans toutes les éprouvettes examinées, nous rencontrons la présence de cupules (dimples), dont la taille varie d'un traitement à un autre et d'un essai à un autre fig (21a). Cependant les fig (21b,21c), montrent des grains allongés et séparés des microvides; ce détail confirme donc, que le processus de déformation a été accommodé par glissement des joints de grains (GBS) .

A l'intérieur d'une cavité du même échantillon, on note l'existence d'un certain nombre de grains fig (22) allongés et arrachés presque totalement de la texture. La présence de particules de différentes tailles et formes dans notre alliage fig (23), favorise l'apparition du phénomène de cavitation fig (24); ce phénomène est très fréquent dans tous les alliages d'aluminium à durcissement par précipitation.

CONCLUSIONS

La croissance des cavités est contrôlée par les déformations plastiques de la région qui les environne fig (24a,24b), et conduit souvent à des ruptures soudaines à haute température. Des cavités occupant un volume important, sont distribuées de façon aléatoire à travers tout l'échantillon, et sont formées autour des particules de taille importante fig (25a,25b); tandis que la formation des cavités au niveau des joints de grains fig (26), est due aux déformations accommodées par glissement des joints de grains qui favorise l'écoulement superplastique dont les ruptures sont souvent de type transgranulaire.

III. CONCLUSIONS

Avec l'utilisation de traitements thermomécaniques conçus, l'alliage d'aluminium à haute résistance 7075, est rendu superplastique en présentant des allongements à la rupture qui dépassent 700 %, dans des conditions de déformations appropriées ($T=490^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). Les résultats des travaux entamés dans ce sens ont permis les conclusions suivantes :

L'emploi de traitements thermiques (seuls), ne permet pas d'obtenir une structure superplastique fine; cette inaptitude à l'écoulement superplastique se traduit par une déformation localisée, qui oblige l'alliage à céder à la rupture.

L'introduction de l'étirage s'est avérée très dégradant pour l'alliage 7075, à cause de l'apparition de microvides et de cavités, limitant les allongements et provoquant des ruptures prématurées.

L'emploi d'un laminage s'est montré bénéfique, en produisant une structure superplastique fine par le biais d'une éventuelle recristallisation, et permettant à l'alliage 7075 d'atteindre des allongements importants.

Avec l'augmentation du taux de laminage, la superplasticité de l'alliage 7075 s'améliore.

L'écoulement superplastique de l'alliage 7075, n'est parfait, que lorsqu'il existe une stabilité de la taille des grains au cours des déformations à haute température; c'est alors que l'introduction d'un traitement de double revenu, après recristallisation s'est avérée indispensable afin de retarder la croissance des grains et de sauvegarder la structure fine.

L'obtention d'une structure **fine et stable**, est indispensable pour que l'alliage 7075 devienne superplastique; cependant le traitement que nous avons conçu (TF. fig 7), ne permet pas seulement d'avoir une taille de grains fine, mais en plus, la stabilité de cette structure est renforcée et permet à l'alliage 7075 d'être remarquablement superplastique

REFERENCES

- [1] D. Altenpohl; Un regard à l'intérieur de l'aluminium. Verlag-GmbH. Dusseldorf, avril 1976.
- [2] A. Sadok, thèse de docteur ingénieur; étude du comportement mécanique sous sollicitations cycliques du A.A 7075 Université pierre et marie curie, Paris, Février 1985.
- [3] B. Thoma, G. Henry; durcissement des aciers et alliages, Technique de l'ingénieur Précis M1.2.1988
- [4] B. Dubost, P. Sainfort; durcissement par précipitation des alliages d'aluminium, TI M(240,241).1992
- [5] Barralis; précis de métallurgie, Afnor Paris 1985.
- [6] Ministère de la défense nationale; manuel de réparations structurales, fiche de renseignements des alliages d'aluminium.87
- [7] G. Pomey, R. Devalley TI, M3; traitements thermiques des alliages d'aluminium, avril 1990.
- [8] T.H, Sanders Jr et G. T Staley; review of fatigue and fracture research on high strength aluminium alloys.1989
- [9] H. Deleiris; métaux et alliages, masson 1971.
- [10] Boeing structural engineering hand book, june 08 1987 and march 01 1983.
- [11] M. Hadji; cours de physique du solide, université de Blida 1991.
- [12] G. A. chadwick and D. A smith; grain boundary strucyure and properties, materials science series, academic press 1976.

- [13] T. R. Bieller, T.G. Nieh; superplastic like behaviour at high strain rates in mechanically alloyed aluminium, *scripta metallurgica* n=01, january 1988, page 81.
- [14] Progress in materials science, volume 33, number 03, 1989.
- [15] Y. Maehara and Y. Ohmori; microstructural change during superplastic deformation of δ ferrite/austenite duplex stainless steel; *metallurgical transactions A*. volume 18, april 1987, page 663.
- [16] Deformation processing and structure, american society for metals, 1982 ASM seminar.
- [17] F. Montheillet, lois de comportement et évolutions structurales en mise en forme TI précis M613. 1992
- [18] R. Baudalet, M. Suery; mise en forme superplastique TI, M613-1. 1990
- [19] Y. Combres, C. Levaillant; superplasticity of dual phase alloys, *international journal of plasticity*, 5 volume 6. 1990, page 505.
- [20] P. Hasen, V. Gerold, and G. Kostorz; strength of metals and alloys, volume 1, 5th international conference. W Germany august, 1979.
- [21] Anthony W. Thompson; substructure strengthening mechanisms, *metallurgical transactions A*, V 8a, june 1977.
- [22] L. Ping, H. Xiaoxu; the characteristics of cavitation during superplasticity of warm rolled Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy, *scripta metallurgica* 2 V 25, february 1991, page 387.
- [23] John Gittus; creep viscoelasticity and creep fracture in solids, ASM 1978.
- [24] H. Chokshi, A. Meyers; the prospects for superplasticity at high strain rates; *scripta metallurgica* 4 V 24, april 1990, page 605.
- [25] G. Saada. A. Zaoui; déformation plastique, T I, précis M 45.

- [26] Metal handbook; superplasticity sheet forming V 4, 9th edition.
- [27] J. M. Durlot; des matériaux, école polytechnique de Montréal Canada. 89
- [28] Recovery and recrystallization of different grades of high purity Al determined using a low temperature calorimeter, Scripta Metallurgica 12 V 22 December 1988, page 1917.
- [29] A Roos, B Millet; précis de métallurgie appliquée. 1991
- [30] I Iakhtine; métallographie et traitements thermiques des métaux. Edition 4 MIR 1986.
- [31] A.S.M handbook; metallography and microstructures, 9th edition, V9.
- [32] C.W Prie; comments on the extent of simultaneous recovery during recrystallization and its effects on recrystallization kinetics.
- [33] Bernard Schmith; métallurgie théorique générale, ENP, Algérie Nov 82.
- [34] Flow and fracture at elevated temperatures, A.S.M, Materials science seminar, 1983.
- [35] Benard; métallurgie générale. 1987

Pays	Designation	Composition chimique	Traitement	R _r Kg/mm ²	R _{0,2} Kg/mm ²	A%
FRANCE	AZ5GU	Zn = 5 - 6,5	X536 ou X530	50 - 51	42 - 43	8 - 10
		Cu = 0,3 - 1,9				
		Si = 0,3 - max				
		Mg = 2 - 3,7				
		Fe = 0,4 - max				
		Mn + Cr = 0,3 - 1				
SUISSE	7075	Zn = 5,1 - 6,1	T6	49 - 54	42 - 46	3 - 8
		Mg = 2,1 - 2,9				
		Cu = 1,2 - 2,0				
		Cr = 0,18 - 0,4				
		Mn = 0,3 max				
		Fe = 0,7 max				
		Si = 0,5 max				

Tableau II: Alliage 7075 A.A pour les toles et plaques [6]

Tableaux et Figures

SERIE	Alliage
1XXX	Aluminium teneur > 99%
2XXX	Aluminium Cuivre
3XXX	Aluminium Manganèse
4XXX	Aluminium Silicium
5XXX	Aluminium Magnésium
6XXX	Aluminium Magnésium Silicium
7XXX	Aluminium Zinc
8XXX	Autres alliages d'Aluminium

Tableau I: Famille d'alliages d'aluminium [1]

Pays	Designation	Composition chimique	Traitement	Rr Kg/mm ²	R ₀₂ Kg/mm ²	A%
FRANCE	AZ5GU	Zn = 5 - 6.5 Cu = 0.3 - 1.9 Si = 0.3 - max Mg = 2 - 3.7 Fe = 0.4 - max Mn + Cr = 0.3 - 1	X 536 ou X 530	50 - 51	42 - 43	8 - 10
ETATS UNIS	7075	Zn = 5.1 - 6.1 Mg = 2.1 - 2.9 Cu = 1.2 - 2.0 Cr = 0.18 - 0.4 Mn = 0.3 max Fe = 0.7 max Si = 0.5 max	T6	49-54	42-46	3-8

Tableau II: Alliage 7075 A.A pour les toles et plaques [6]

SERIE	Alliage
1 XXX	Aluminium teneur > 99 %
2 XXX	Aluminium Cuivre
3 XXX	Aluminium Manganèse
4 XXX	Aluminium Silicium
5 XXX	Aluminium Magnésium
6 XXX	Aluminium Magnésium Silicium
7 XXX	Aluminium Zinc
8 XXX	Autres alliages d'Aluminium

Tableau I: Famille d'alliages d'aluminium [1]

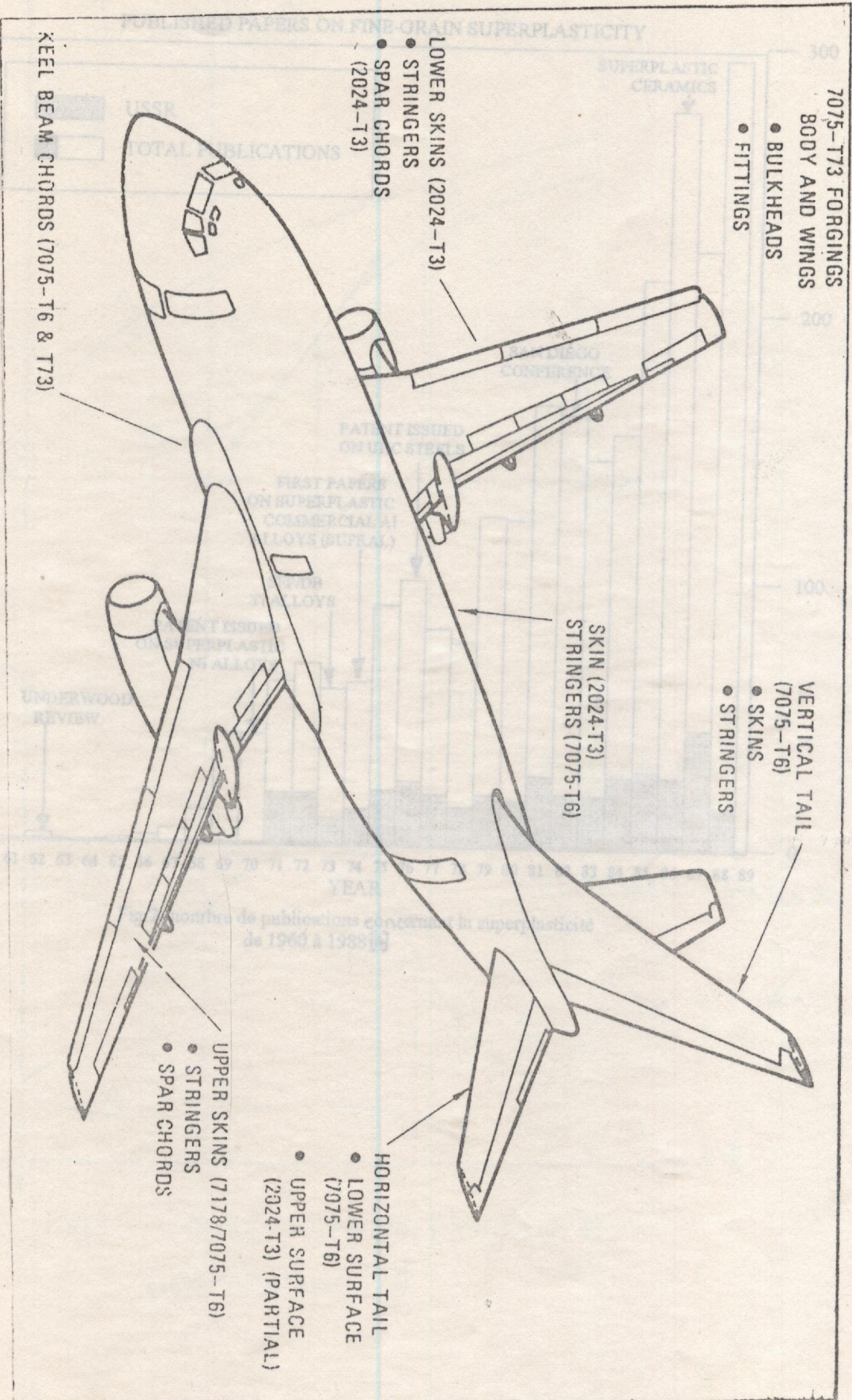


FIG1 Applications du 7075 dans 707-727-737 Boeing aircraft [6].

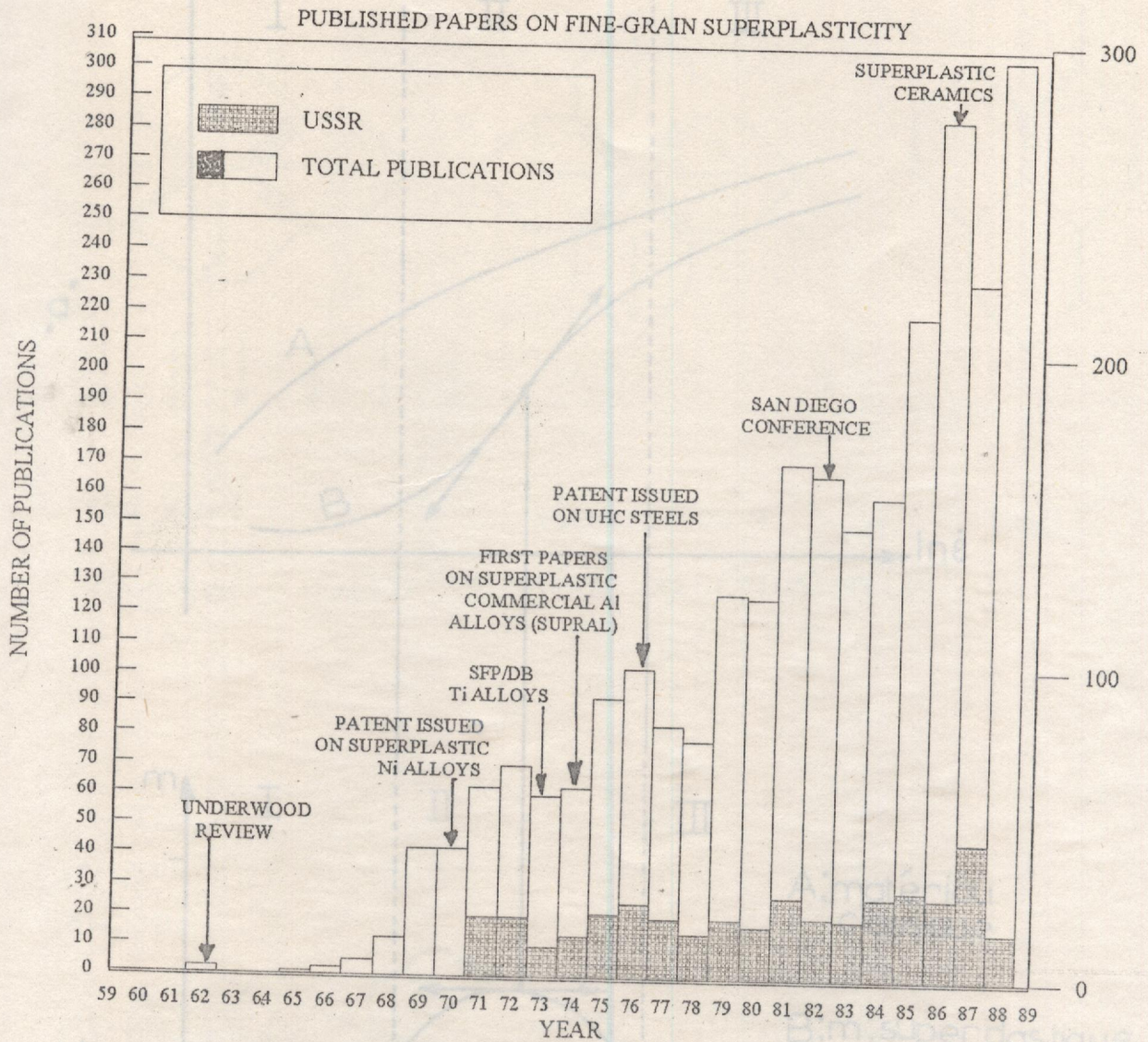


Fig.2. nombre de publications concernant la superplasticité de 1960 à 1988

Fig.3. Comportements, plastique et superplastique

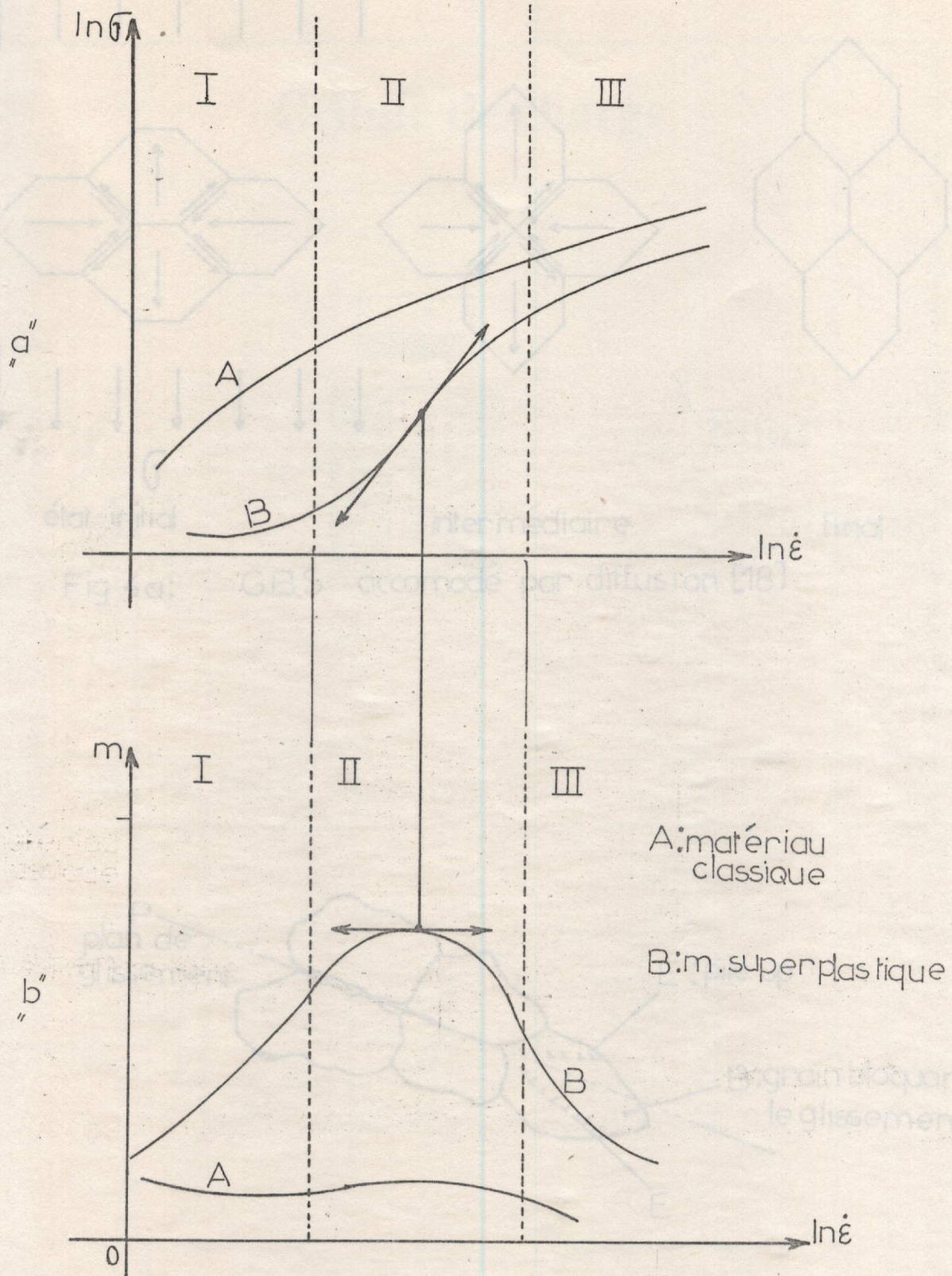


Fig.3. Comportements, plastique et superplastique. [18]

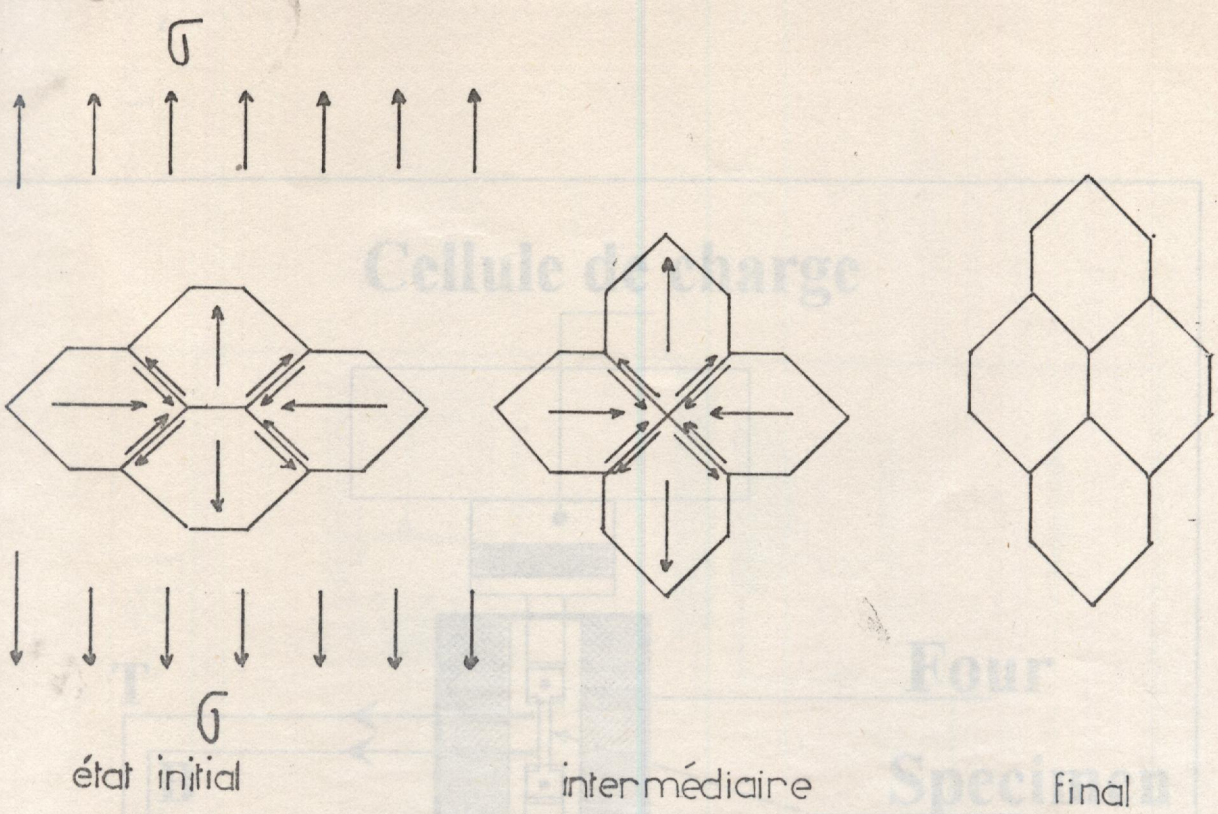


Fig 4a: G.B.S. accomodé par diffusion [18]

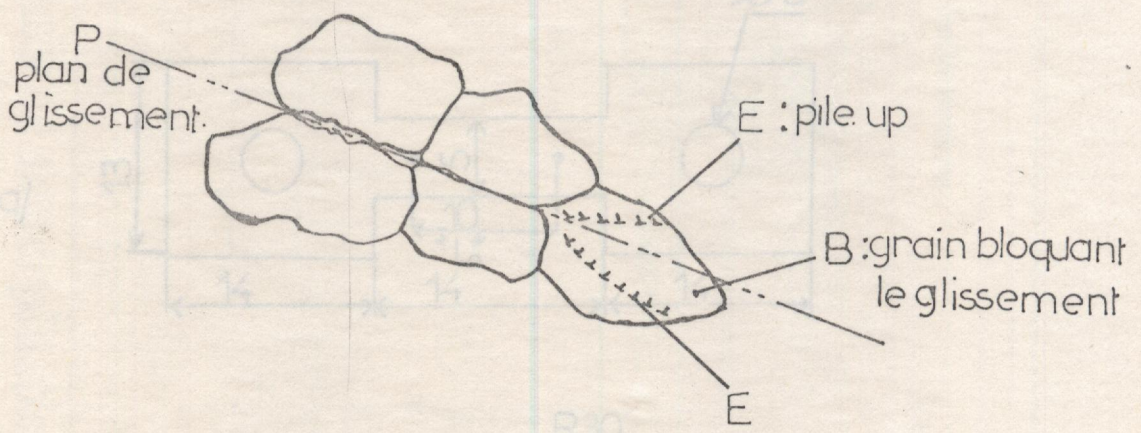


Fig 4b: G.B.S. accomodé par déformation plastique.

Cellule de charge

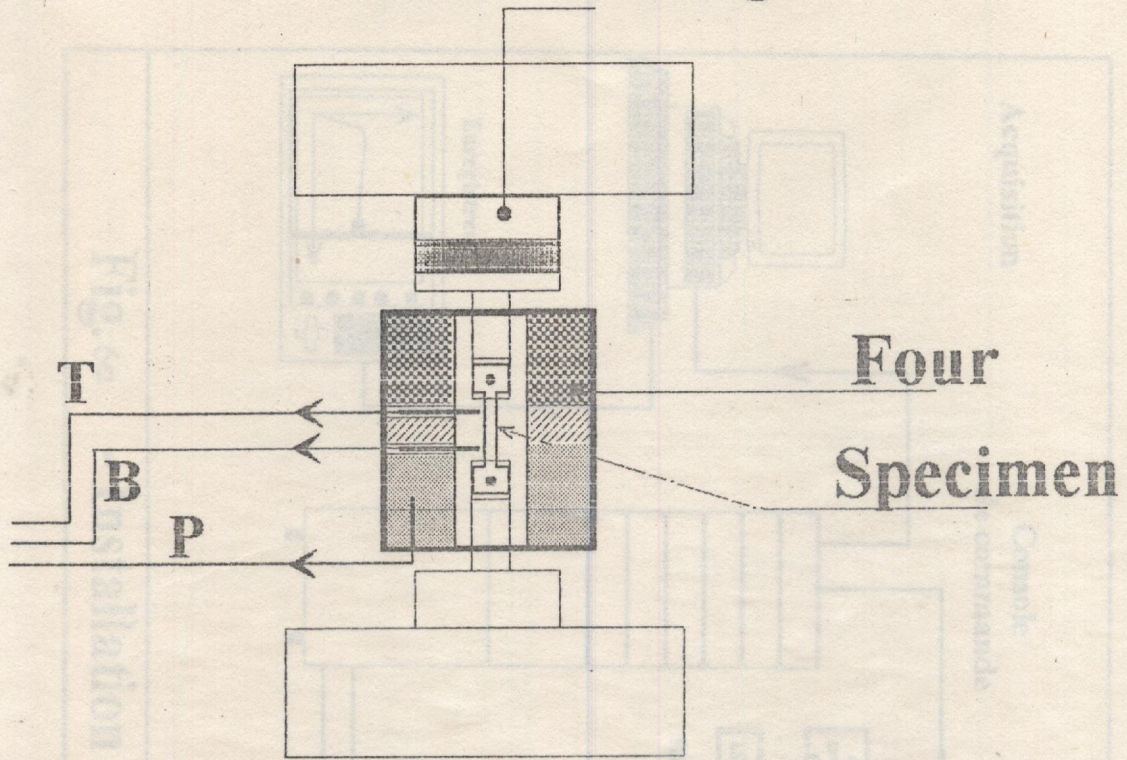


FIG 6b: Détail éprouvette-four

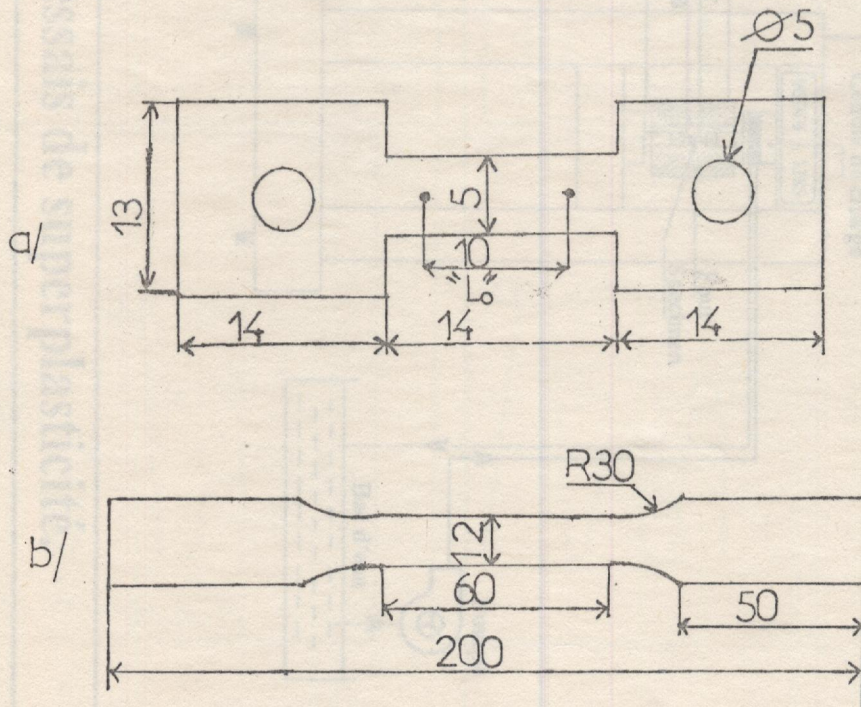


FIG5. Eprouvettes a: superplasticité
b: traction [JL].

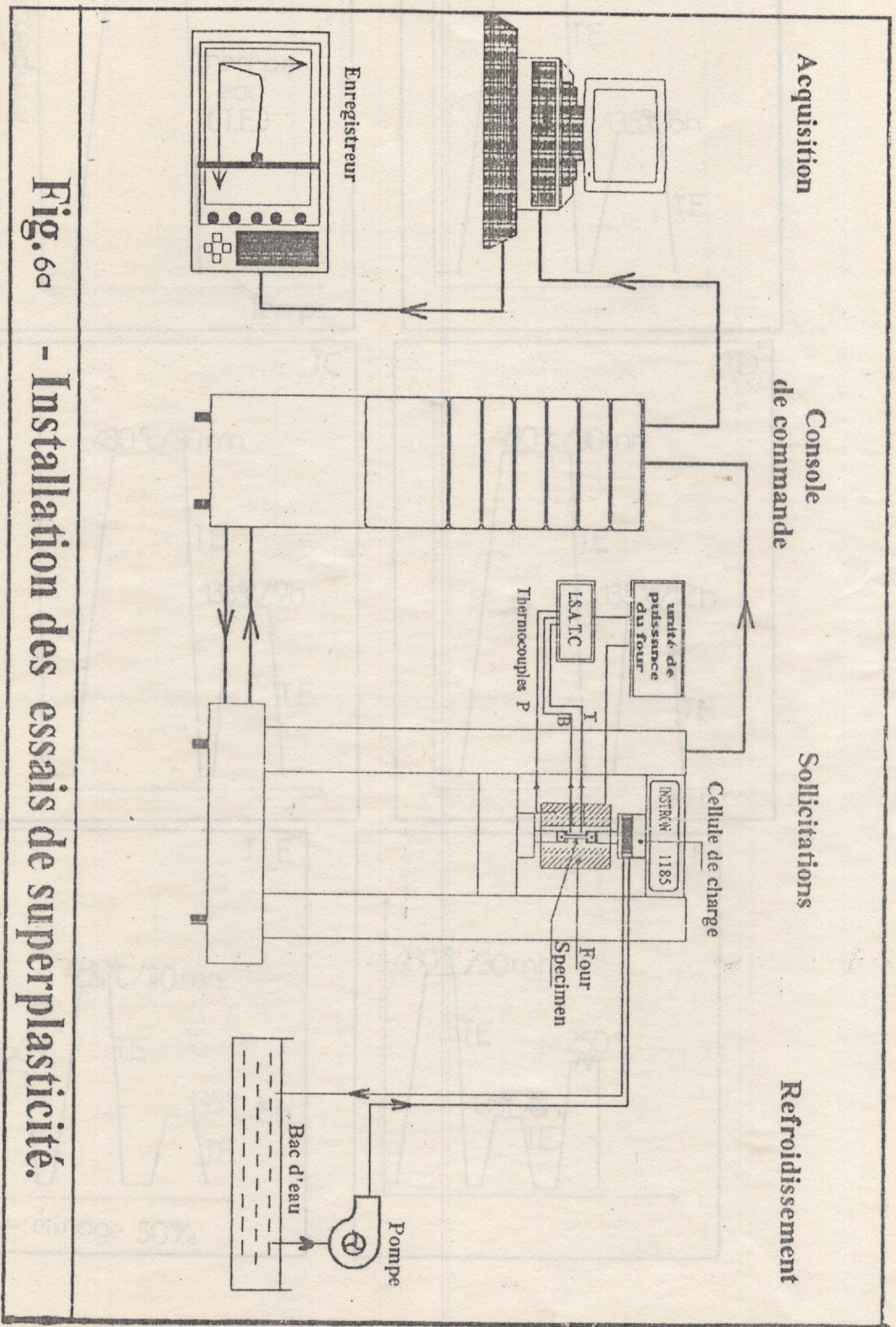


Fig. 6a - Installation des essais de superplasticité.

Fig. 7. Schéma des traitements conçus

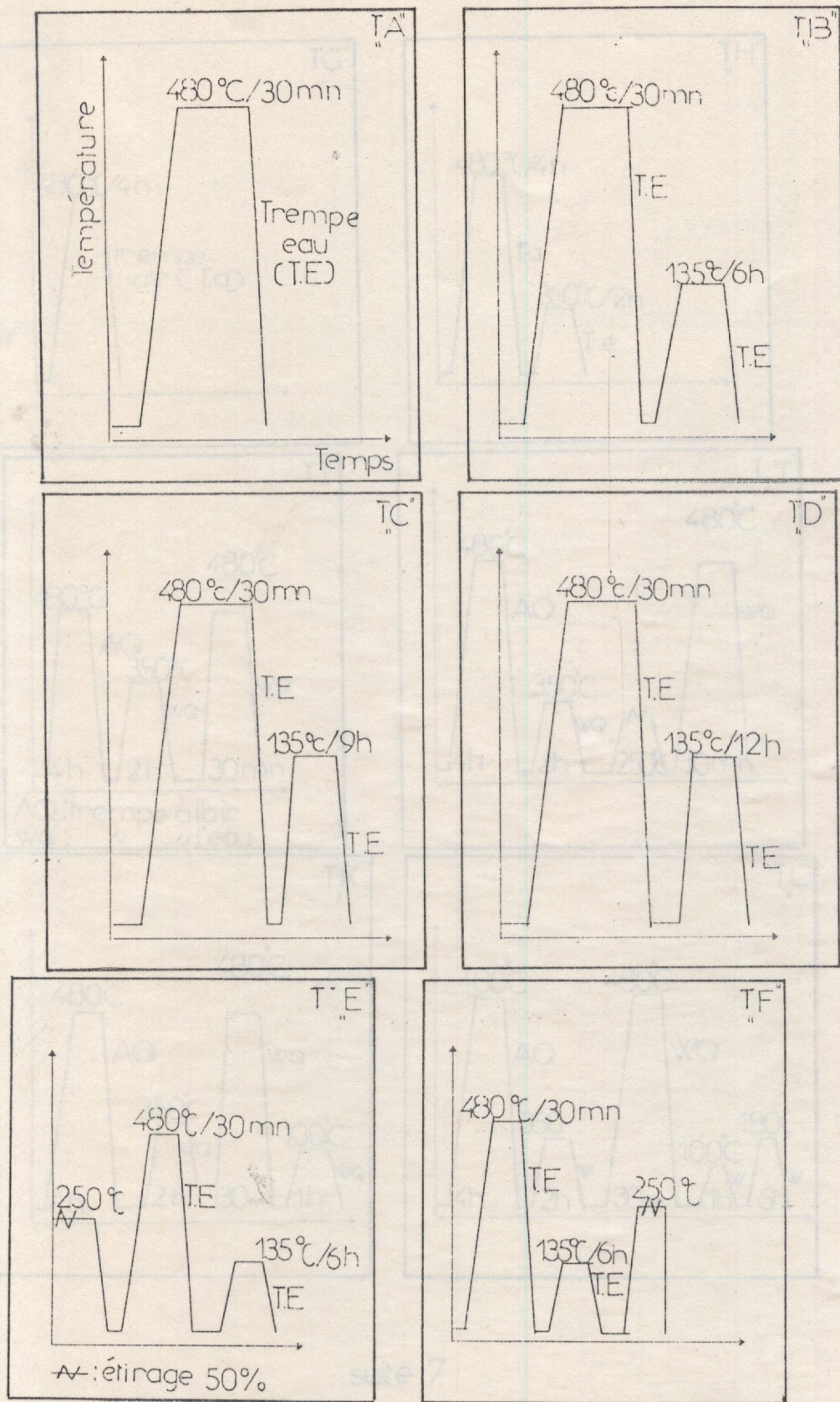
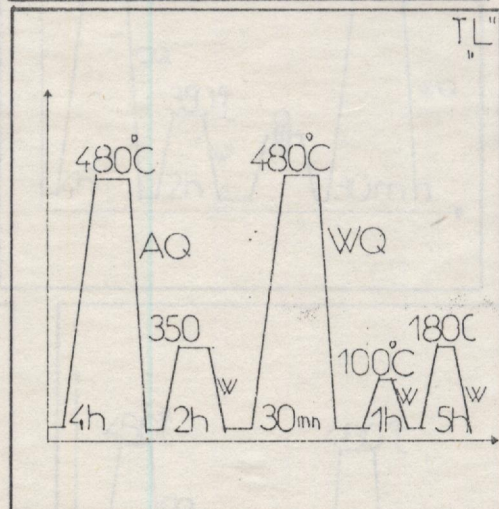
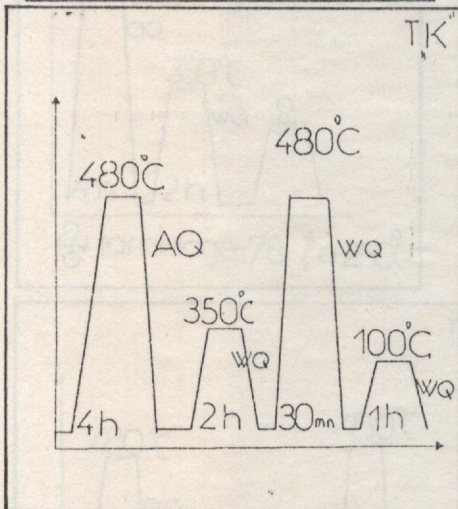
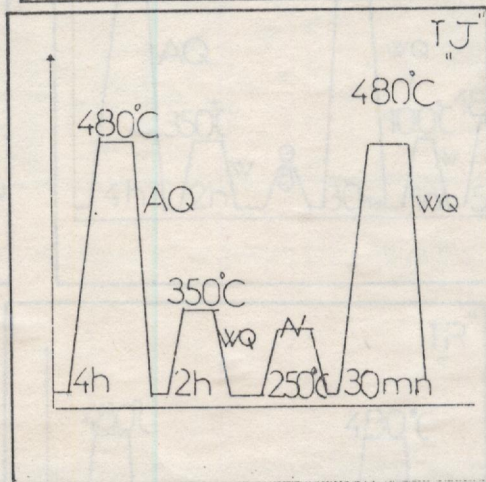
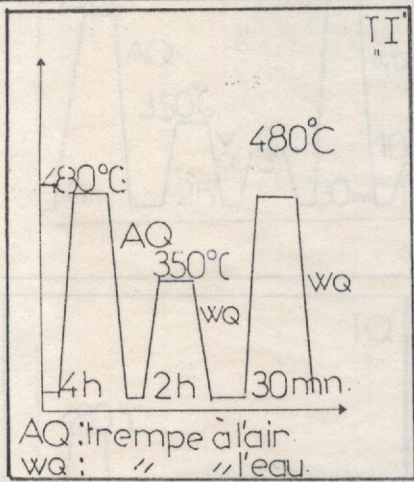
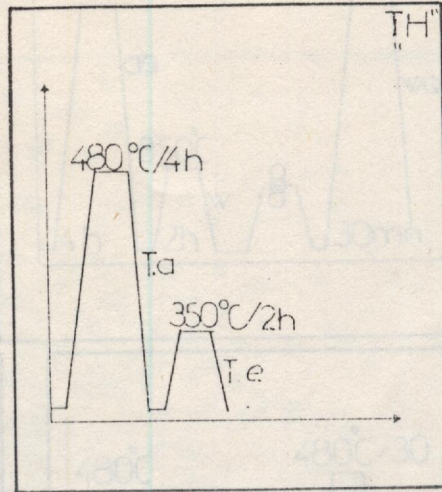
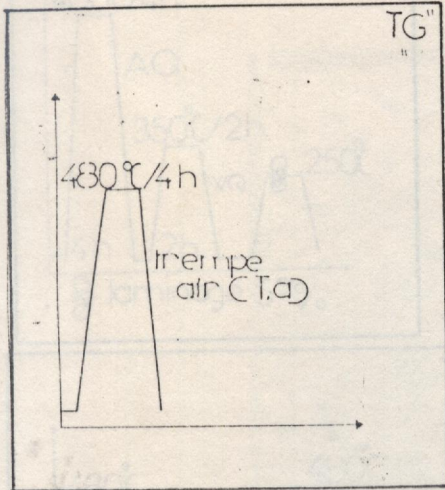
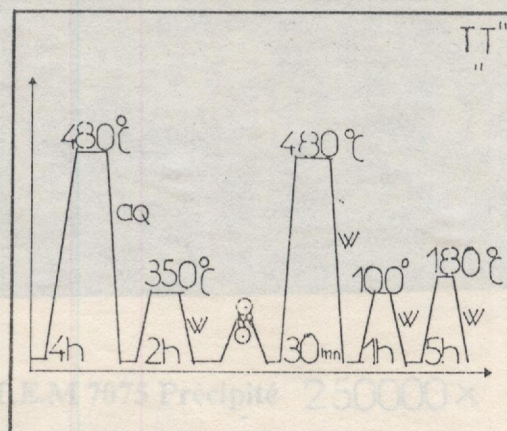
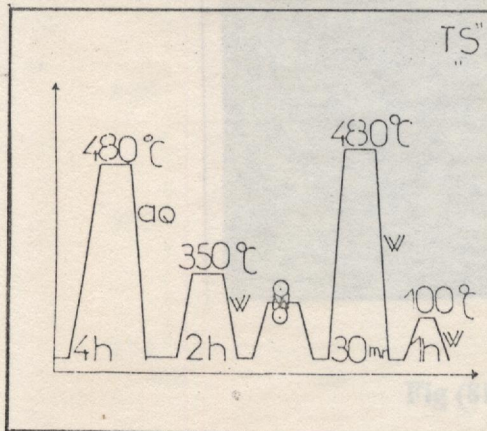
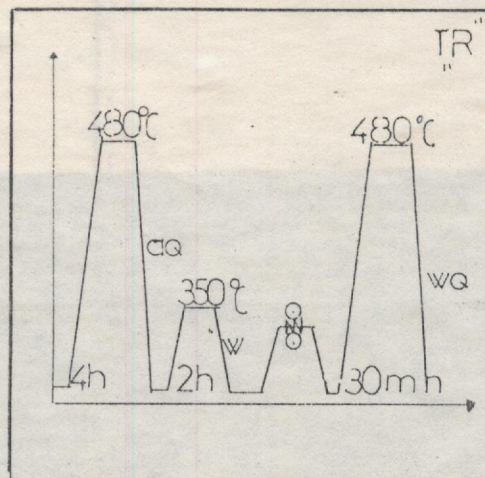
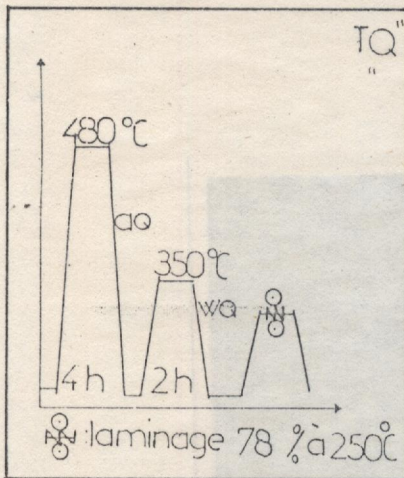
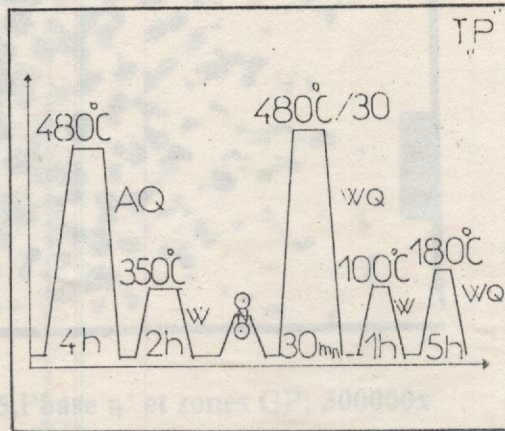
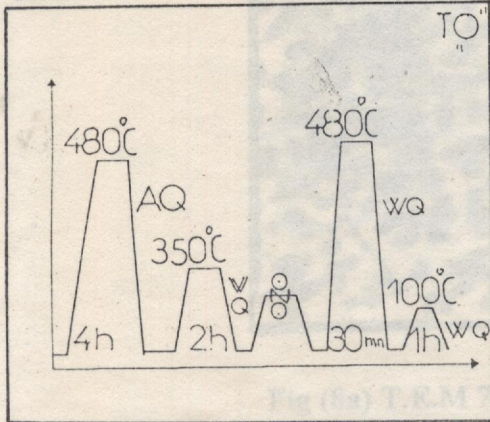
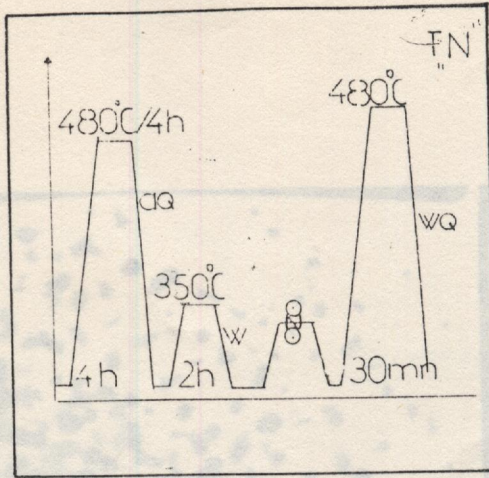
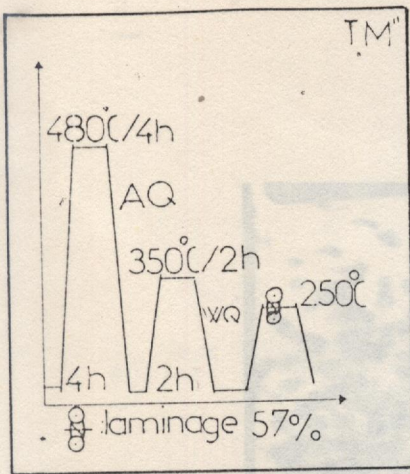


Fig 7. Schémas des traitements conçus.



suite 7



suite 7

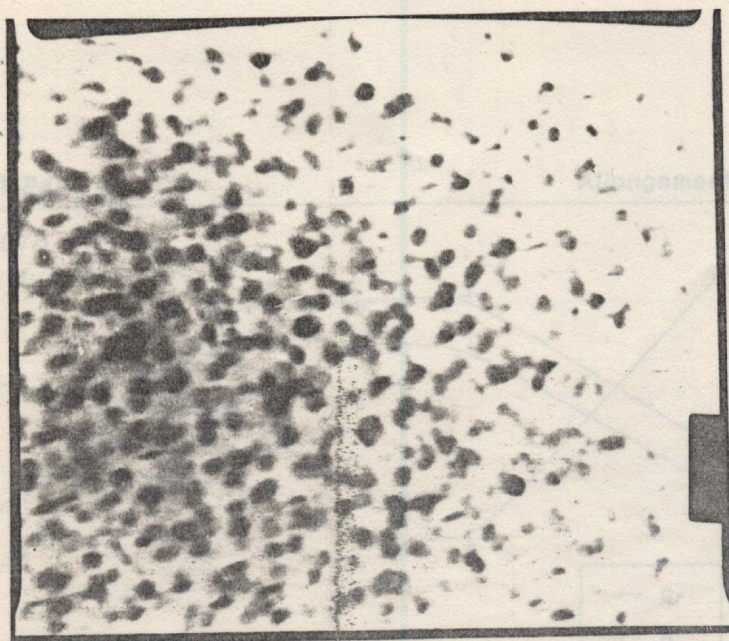


Fig (8a) T.E.M 7075, Phase η' et zones GP; 300000x

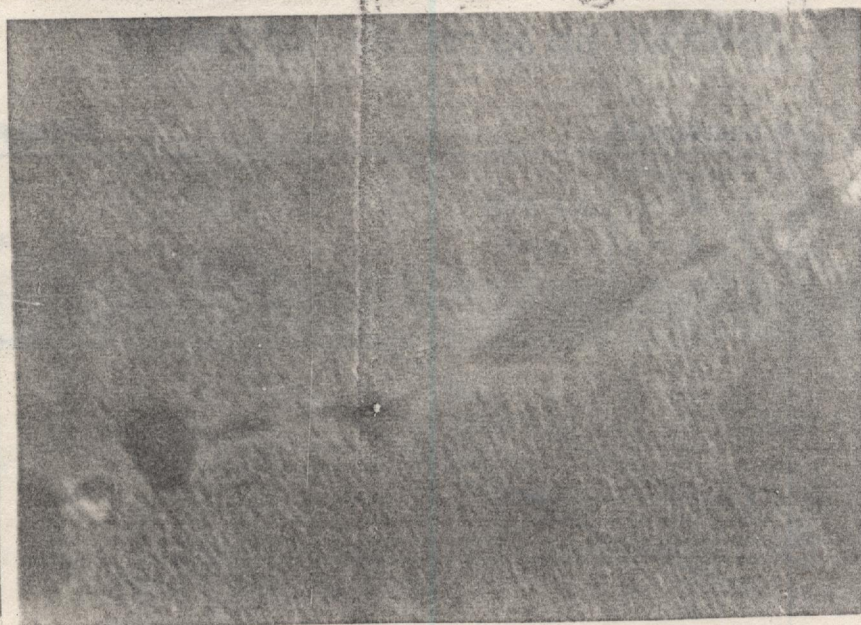


Fig (8b) T.E.M 7075 Précipité 250000x

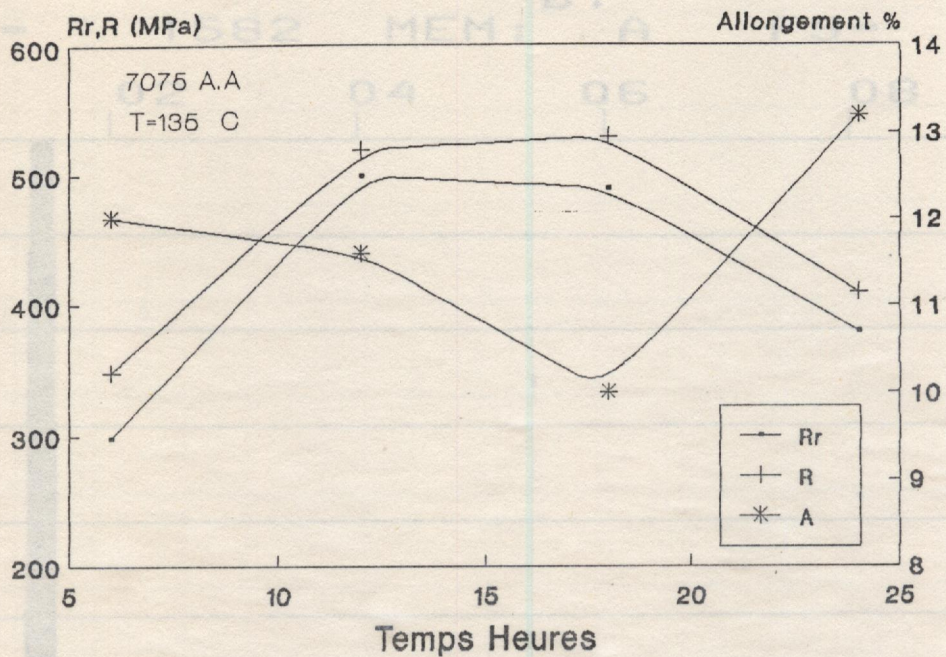


Fig 9a: Caractéristiques de traction en fonction du temps de maintien

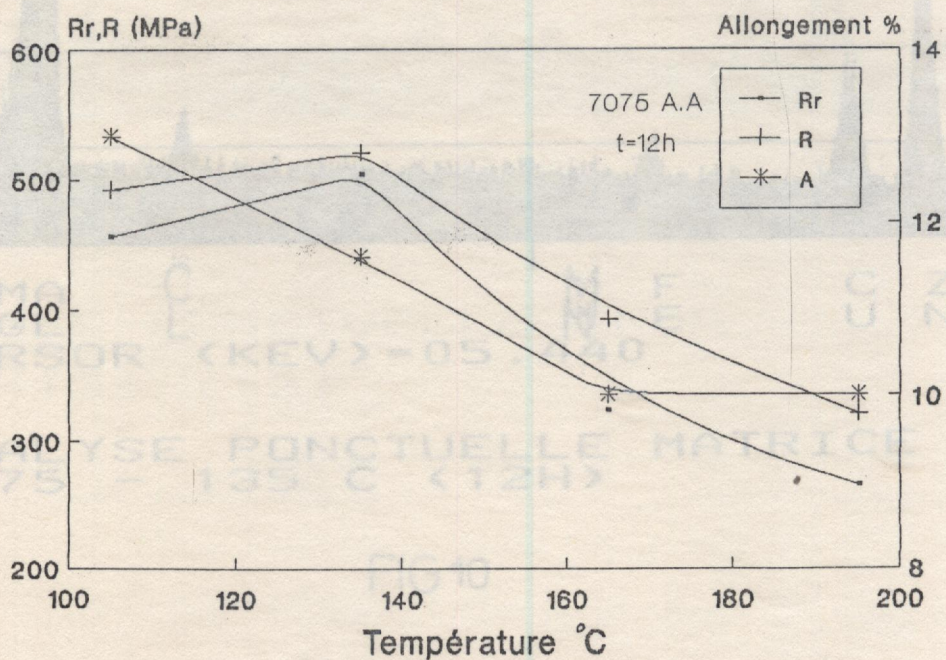
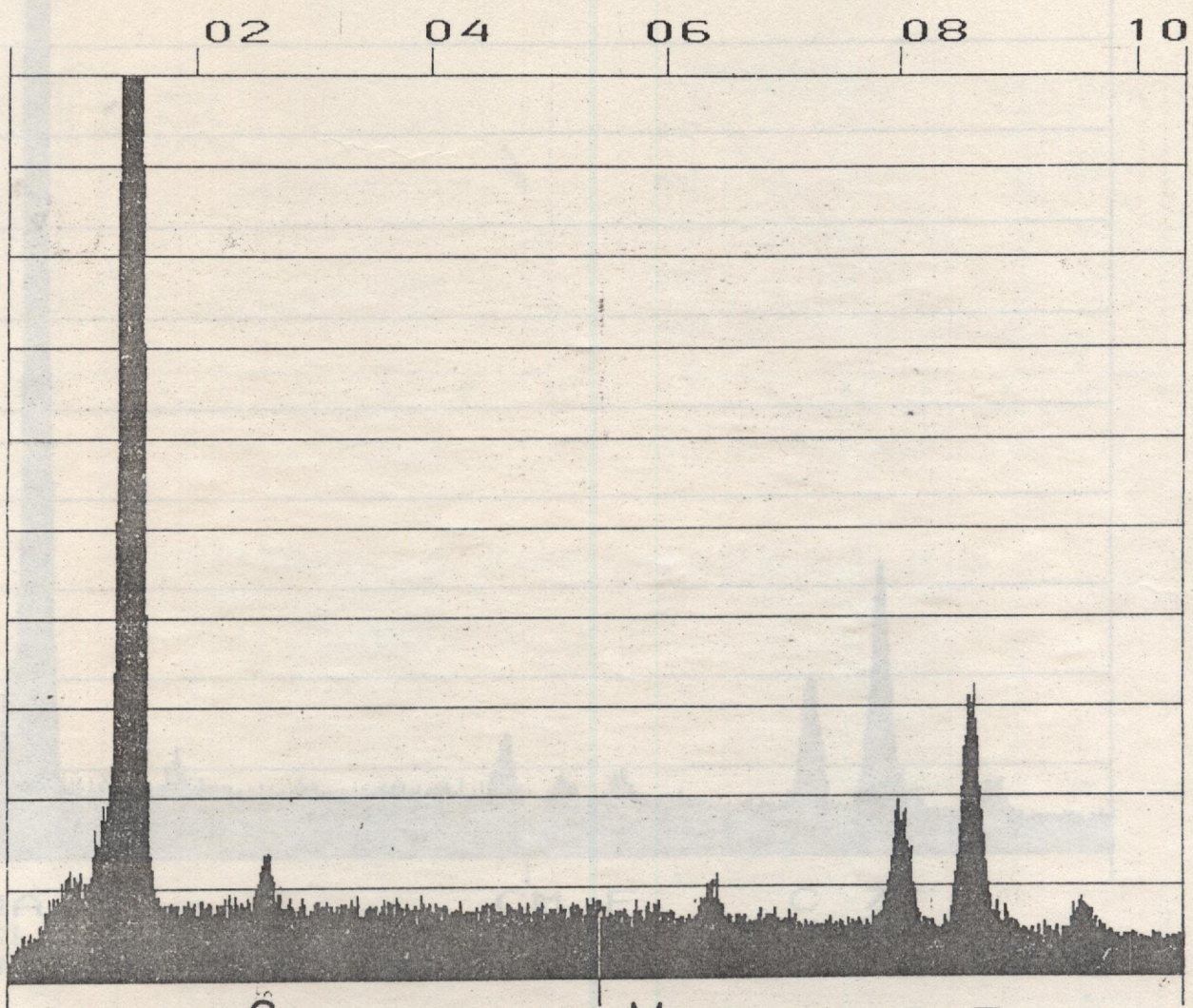


Fig 9b: Caractéristiques de traction en fonction de la température de maintien.

30-MAY-95 00:31:02
RATE: CPS TIME 160LSEC
00-20KEV:10EV/CH PRST: OFF

30-MAY-95 00:16:08 FS= 50
RATE: CPS TIME 128LSEC
00-20KEV:10EV/CH PRST: OFF
A: B:
FS= 1582 MEM: A FS= 50



MA GL CL MN FE CU ZN
CURSOR (KEV) = 05.440 EDAX

ANALYSE PONCTUELLE MATRICE
7075 - 135 C (12H)

FIG 10

30-MAY-95 00:31:02
 RATE: CPS TIME 160LSEC
 00-20KEV:10EV/CH PRST: OFF
 A: B:
 FS= 2383 MEM: A FS= 50

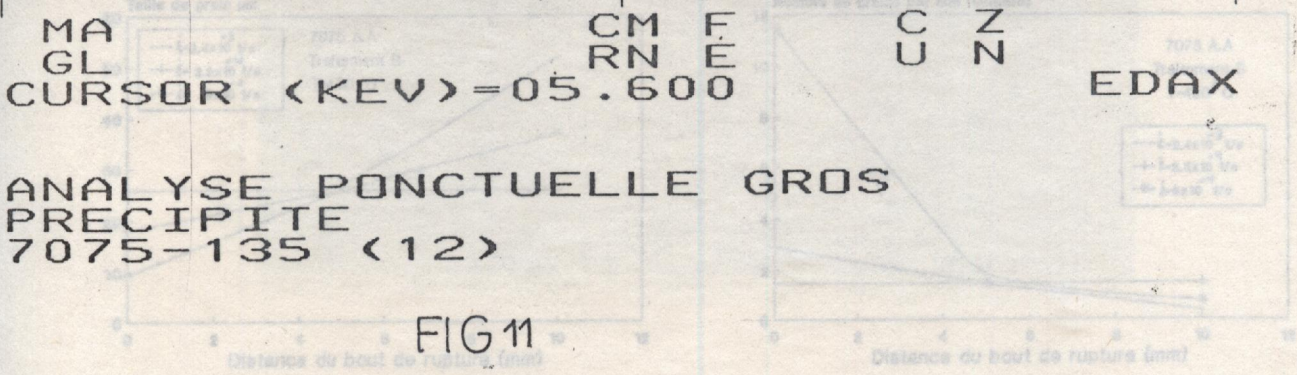
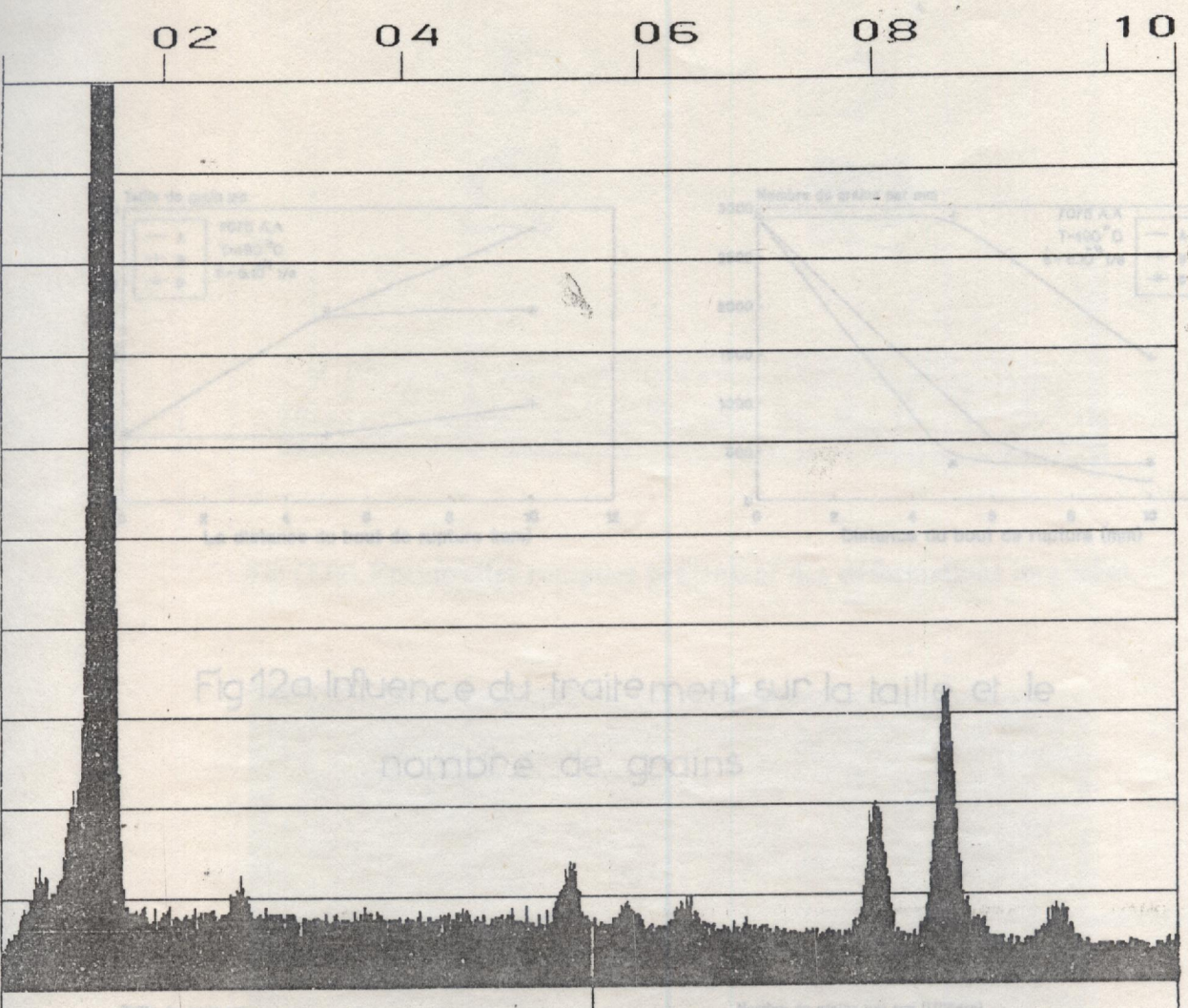


Fig12a Influence du traitement sur la taille et le nombre de grains

Fig12b Influence de la vitesse de déformation sur la taille et le nombre de grains

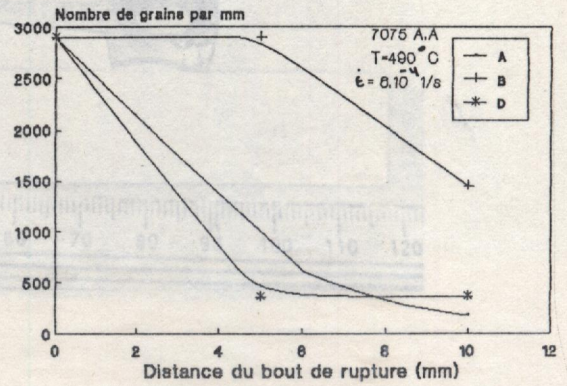
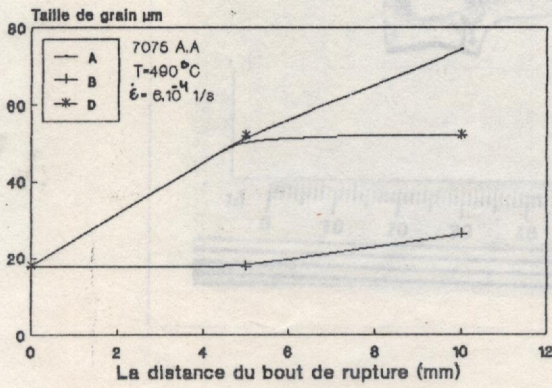


Fig (13a) Epruvettes rompues présentant des déformations localisées.

Fig 12a. Influence du traitement sur la taille et le nombre de grains

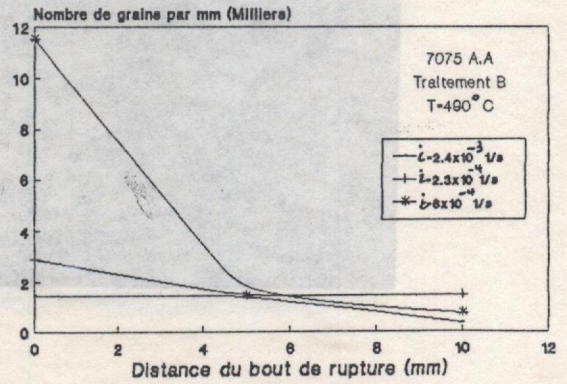
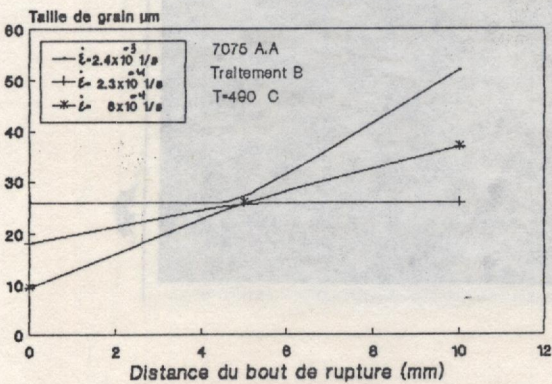


Fig (13b) Aspect de la microstructure au niveau de la rupture, 250x

Fig 12b. Influence de la vitesse de déformation sur la taille et le nombre de grains

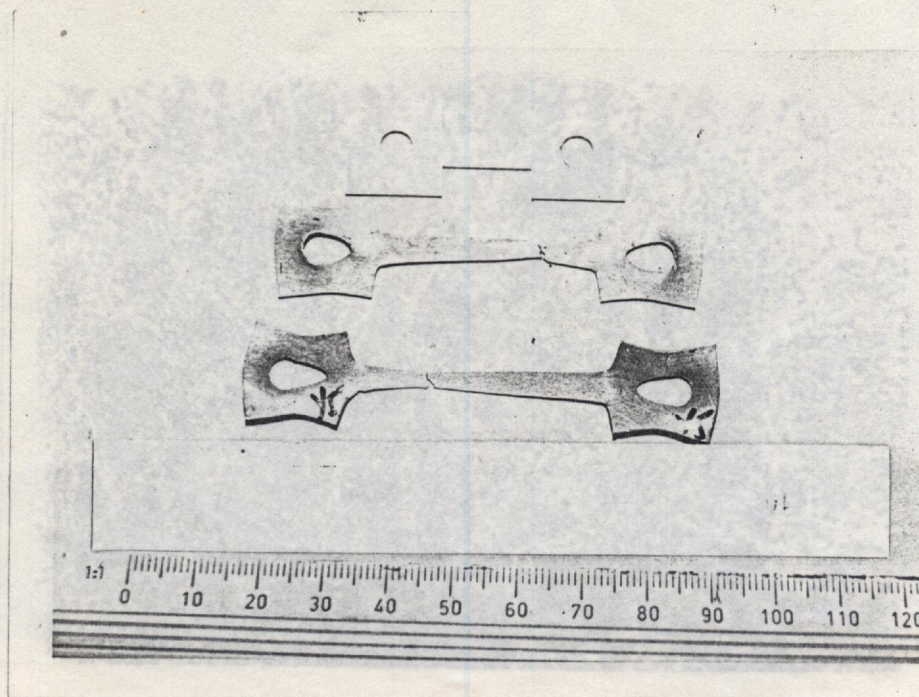


Fig (13a) Eprouvettes rompues présentant des déformations localisées.

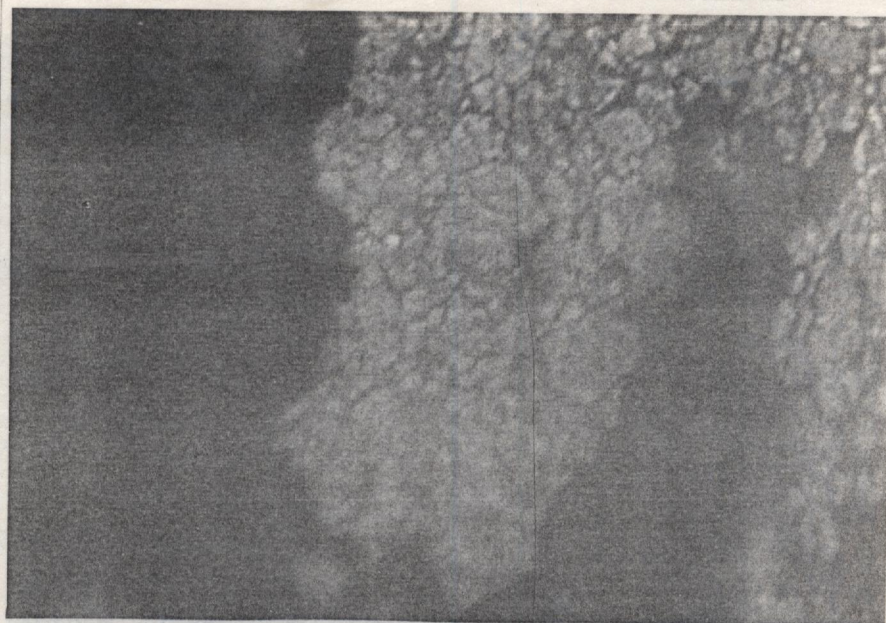


Fig (13b) Aspect de la microstructure au niveau de la rupture, 250x.

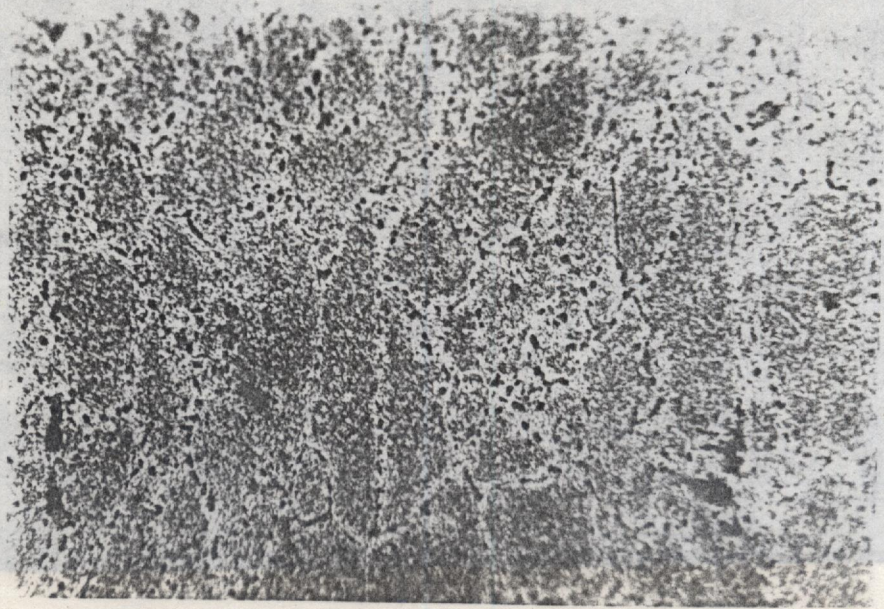


Fig (14c) Eprovette allongée de 700 % avec le traitement "TT"

Fig (14a) Structure avec grains allongés, juste après laminage, 250x

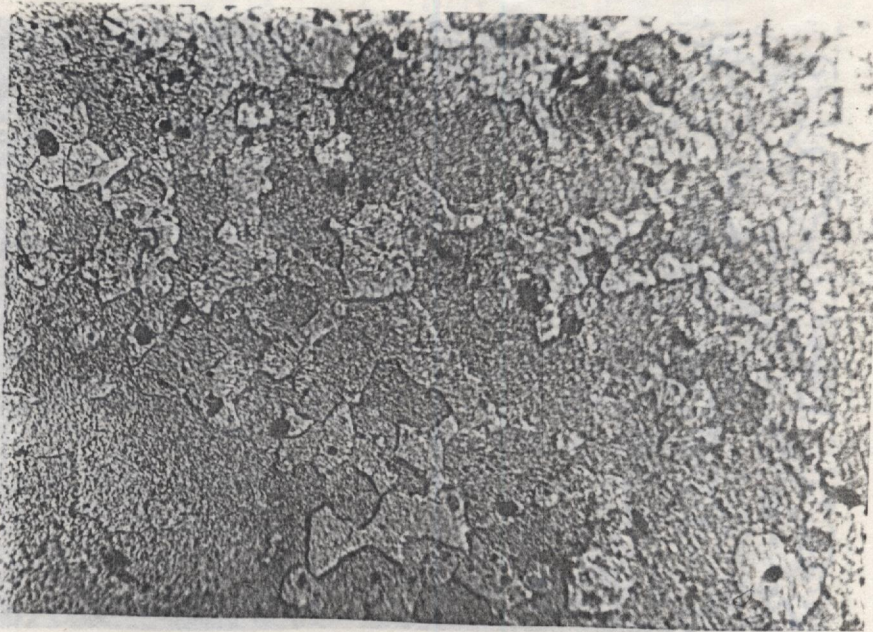


Fig (14b) Microstructure après recristallisation, 250x

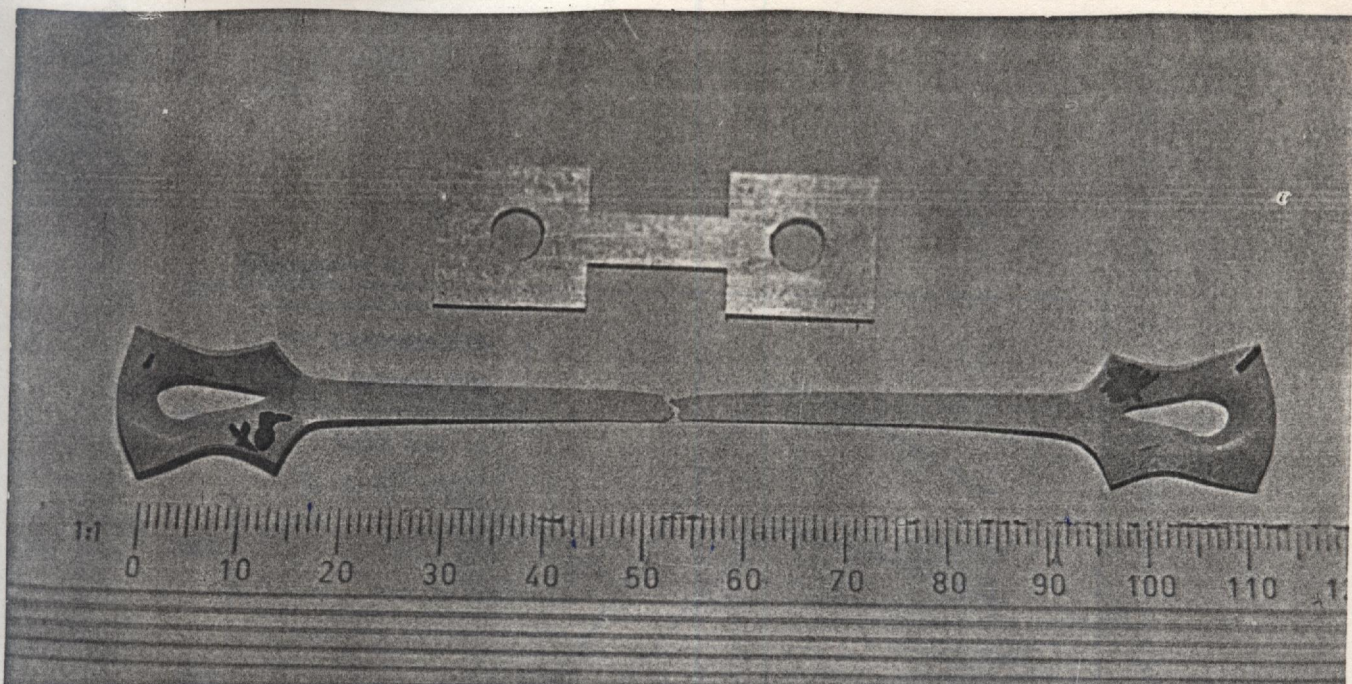


Fig (14c) Eprovette allongée de 700 % avec le traitement "TT"

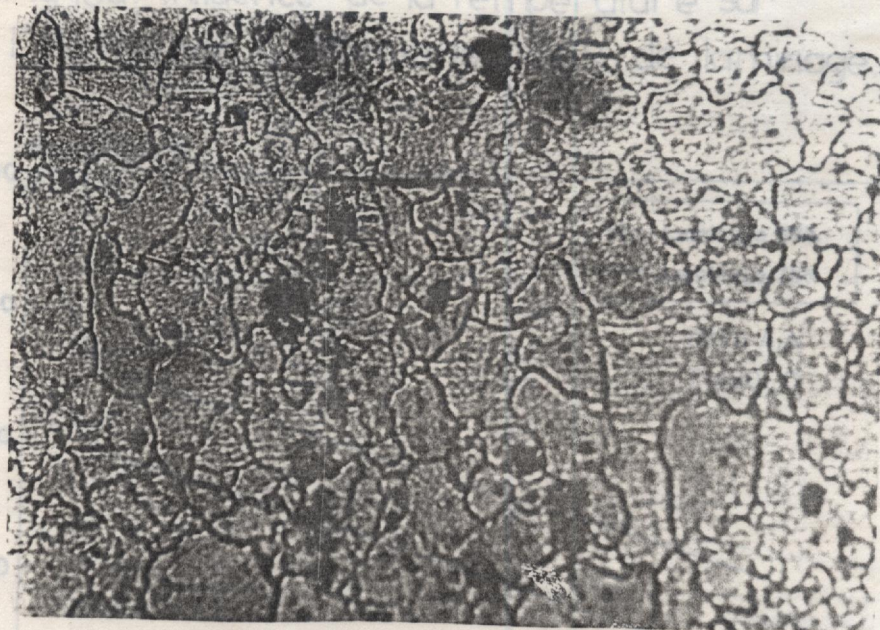


Fig (14d) Recristallisation au voisinage des gros précipités, 400x

Vitesse de déformation $\times 10^3$ (1/s)

Fig 15b: influence de la vitesse de déformation sur l'élongation à différents taux de laminage.

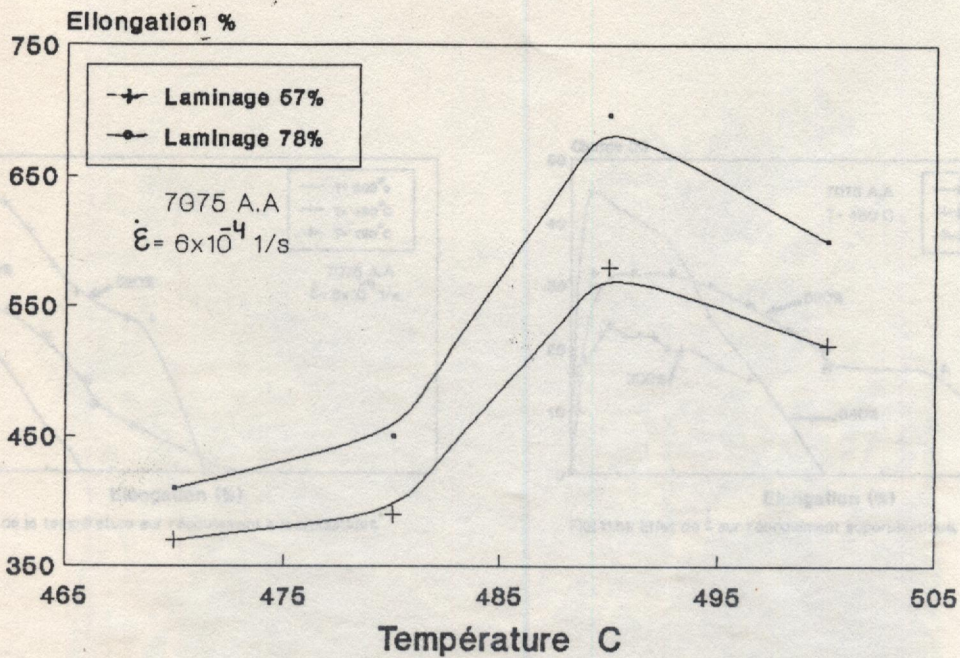


Fig 15a: influence de la température sur l'élongation à différents taux de laminage.

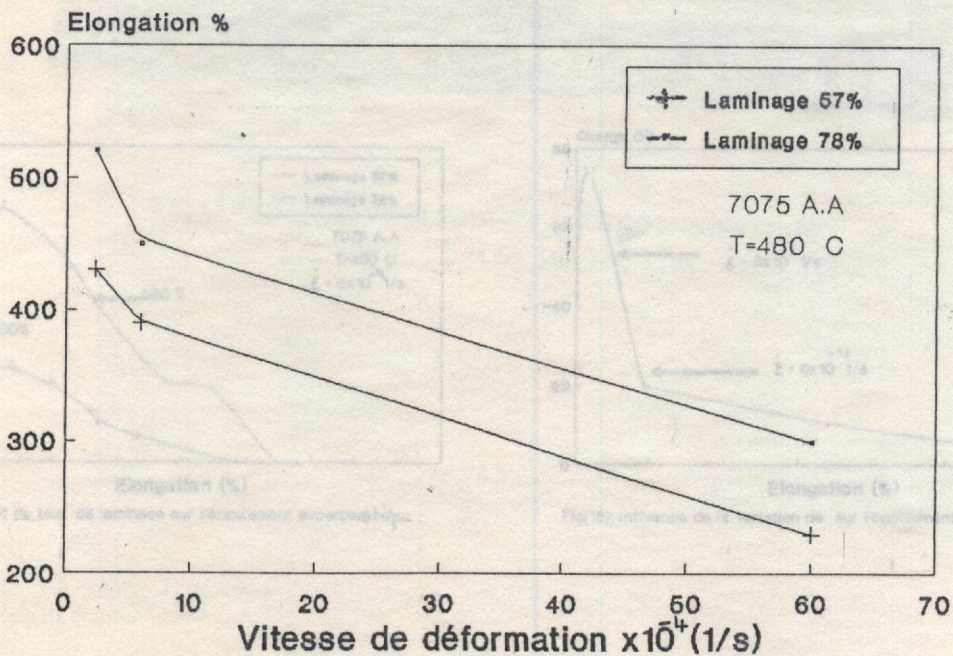
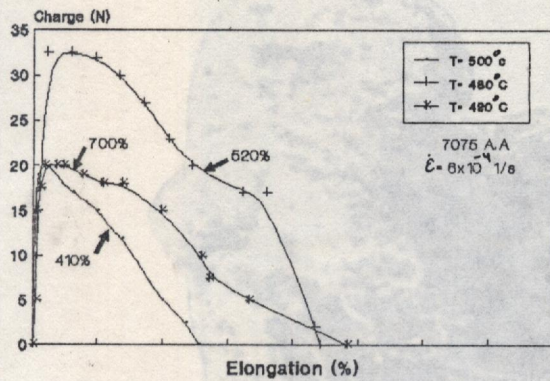
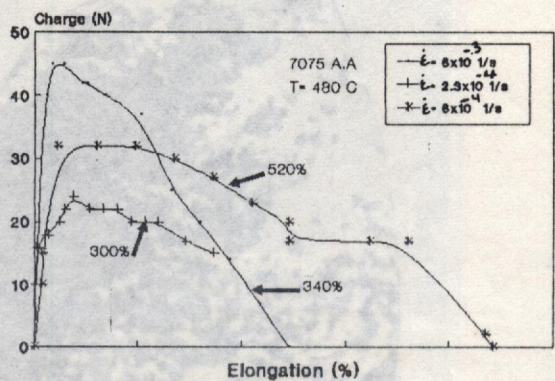


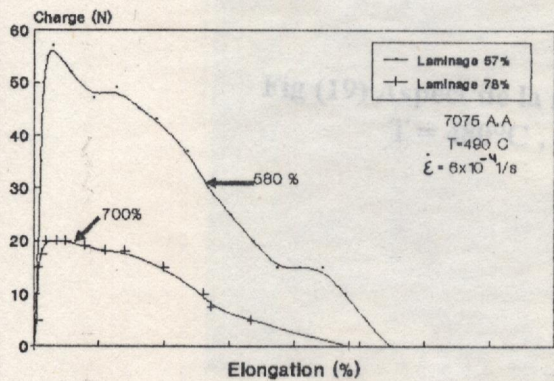
Fig 15b: influence de la vitesse de déformation sur l'élongation à différents taux de laminage.



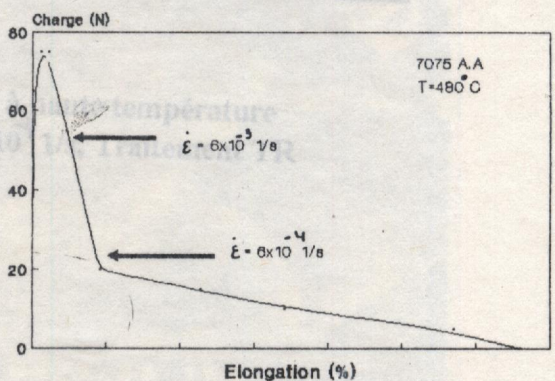
Fig(16.a): Effet de la température sur l'écoulement superplastique.



Fig(16.b): Effet de $\dot{\epsilon}$ sur l'écoulement superplastique.



Fig(17): Effet du taux de laminage sur l'écoulement superplastique.



Fig(18): Influence de la variation de $\dot{\epsilon}$ sur l'écoulement superplastique.



Fig (19) Aspect de la rupture à haute température
 $T = 480^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ 1/s}$, Traitement TR

Fig (20b) Disposition et aspect des grains

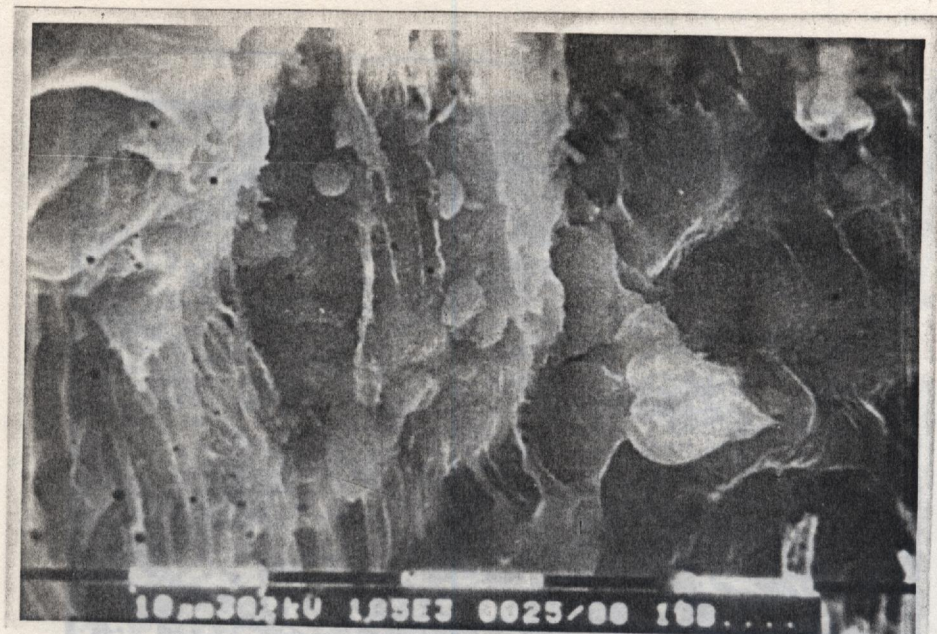


Fig (20a) Précipités de forme sphérique
 $T = 480^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ 1/s}$, Traitement TQ

Fig (21a) Cupules et grains allongés
 $T = 490^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ 1/s}$, Traitement TR



Fig (20b) Disposition et aspect des grains

Fig (21b) Détail; grains allongés avec microvoides.



Fig (21a) Cupules et grains allongés
 $T = 490^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4} \text{ 1/s}$, Traitement TR

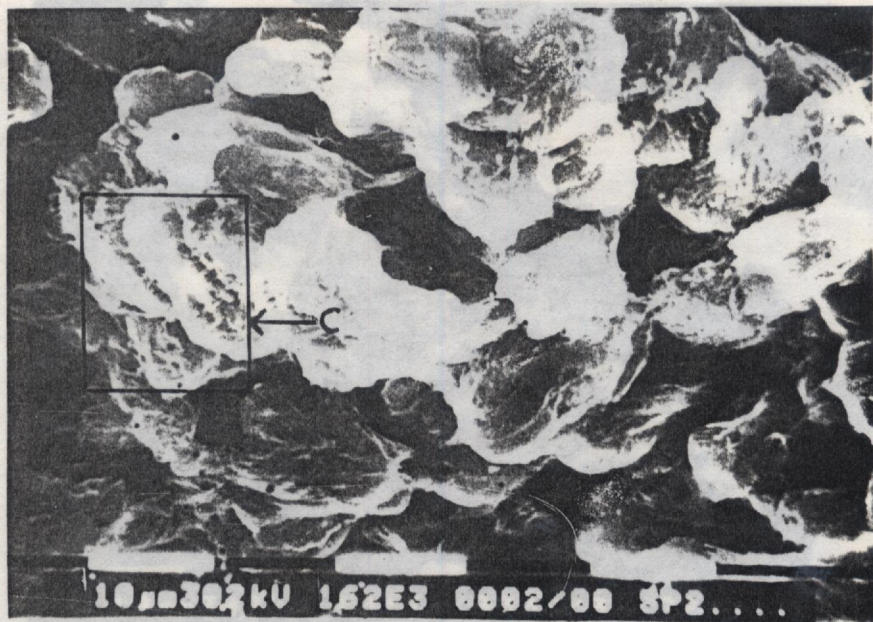


Fig (21b) Détail; grains allongés avec microvides.

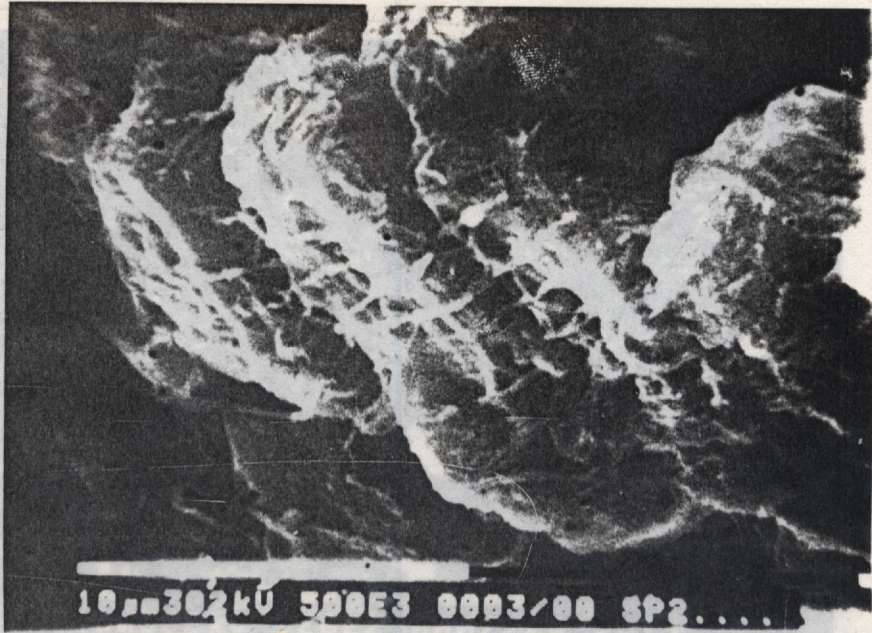


Fig (21c) Glissement au niveau des joints de grains
 Fig (21) Particules sous différentes formes
 $T = 480^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4}$ 1/s, Traitement TD

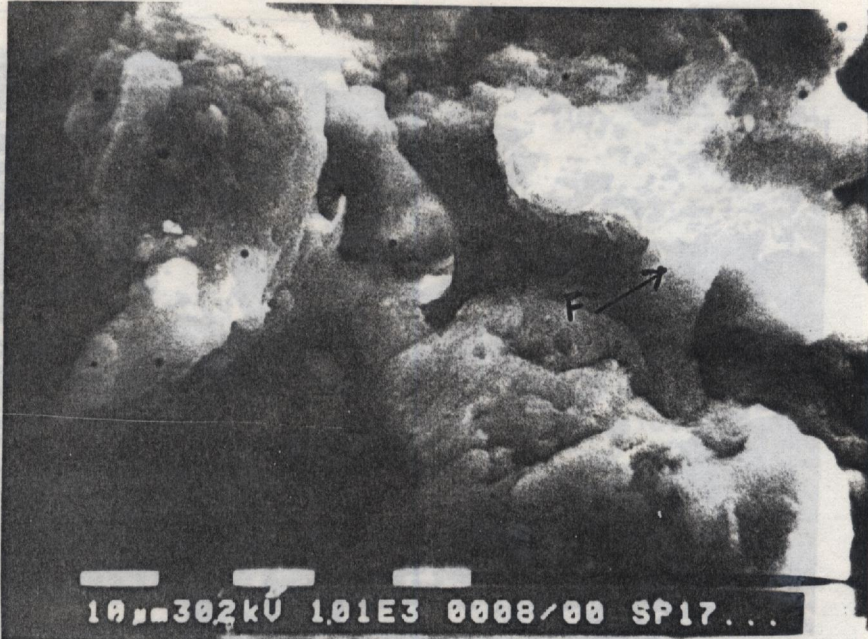


Fig (22) Grain arraché de la structure
 $T = 480^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4}$ 1/s, Traitement TF.
 $T = 480^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 6 \times 10^{-4}$ 1/s, Traitement TJ