



HAL
open science

Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000

David Dumont

► **To cite this version:**

David Dumont. Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000. Mécanique [physics.med-ph]. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2001. Français. NNT: . tel-00370456

HAL Id: tel-00370456

<https://theses.hal.science/tel-00370456>

Submitted on 24 Mar 2009

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

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

INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE

N° attribué par la bibliothèque

LLLLLLLLLLLLLL

THESE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'INPG

Spécialité : SCIENCE ET GENIE DES MATERIAUX

préparée au Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques-
ENSEEG

dans le cadre de l'Ecole Doctorale « **MATERIAUX ET GENIE DES PROCÉDES** »

présentée et soutenue publiquement

par

David DUMONT

le 2 Avril 2001

Titre :

**Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la
série 7000**

Directeurs de thèse :

Yves Bréchet

Alexis Deschamps

JURY

M. André Pineau	,Président
M. Roger Fougères	,Rapporteur
M. Thomas Pardoën	,Rapporteur
M. Yves Bréchet	,Examineur
M. Alexis Deschamps	,Examineur
M. Dave Embury	,Examineur
M. Christophe Sigli	,Examineur
M. Jean Christophe Ehrström	,Examineur

CHAPITRE II. : MATÉRIAU	7
1. CARACTÉRISTIQUES DE LA MICROSTRUCTURE DES ALLIAGES 7000	7
<i>A. Nature des phases présentes dans le système Al-Zn-Mg-Cu.....</i>	7
1. Les précipités durcissants	7
2. La phase β : les dispersoïdes	8
3. Les particules intermétalliques	9
<i>B. Précipitations activées pendant les traitements thermiques de trempe et de revenu</i>	9
1. La précipitation hétérogène grossière	10
2. La précipitation homogène fine	12
<i>C. Bilan sur la microstructure des alliages 7000</i>	13
2. MATÉRIAUX ET TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES	16
<i>A. Alliages et zone de prélèvement des échantillons.....</i>	16
<i>B. Les traitements thermomécaniques</i>	17
1. L'homogénéisation	18
2. Le laminage à chaud	18
3. La mise en solution.....	18
4. La trempe.....	19
5. Le détensionnement.....	21
6. Le revenu.....	22
3. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE SUR LA TÉNACITÉ DES ALLIAGES 7000 (BIBLIOGRAPHIE)	24
<i>A. Les particules intermétalliques</i>	24
<i>B. Les dispersoïdes :.....</i>	27
<i>C. Les précipités durcissants : caractéristiques de la déformation plastique de la matrice</i>	29
1. La localisation de la déformation	30
2. L'influence de la précipitation intragranulaire sur la ténacité.....	31
<i>D. La structure granulaire.....</i>	32
<i>E. La microstructure des joints de grains.....</i>	34
1. Les particules sur les joints de grains	34
2. La zone dénudée en précipités (PFZ)	36
<i>F. Aspects microstructuraux considérés dans cette thèse.....</i>	38

CHAPITRE III. : TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES.....	41
1. LES ESSAIS MÉCANIQUES.....	41
<i>A. Caractérisation du durcissement structural.....</i>	<i>41</i>
1. La dureté.....	41
2. Les essais de traction.....	42
<i>B. Caractérisation de la résistance à l'entaille.....</i>	<i>44</i>
1. Les essais sur éprouvettes CT.....	45
2. Les essais de déchirement type KAHN (Navy notched tear test).....	47
(a) L'essai CT : inadapté dans le cadre de notre étude.....	47
(b) L'essai KAHN : mode opératoire et interprétation.....	48
(c) Pertinence en tant qu'essai de ténacité et limites.....	49
2. CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE.....	54
<i>A. La microscopie optique.....</i>	<i>54</i>
<i>B. La microscopie électronique à balayage : conventionnelle ou FEG.....</i>	<i>55</i>
<i>C. La microscopie électronique en transmission.....</i>	<i>56</i>
<i>D. La diffusion centrale de rayons X aux petits angles : SAXS.....</i>	<i>56</i>
1. Principes généraux et dispositif expérimental.....	56
2. La préparation des échantillons.....	58
3. L'interprétation.....	59
3. LA FRACTOGRAPHIE.....	62
<i>A. La fractographie post-mortem.....</i>	<i>62</i>
<i>B. La fractographie In situ : la microstructure varie.....</i>	<i>63</i>

CHAPITRE IV. LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES.....	67
1. CARACTÉRISATION DU DURCISSEMENT STRUCTURAL	67
<i>A. Les mesures de dureté</i>	67
1. Influence du revenu	67
2. Influence de la vitesse de trempe.....	69
3. Détermination des cinétiques de revenu	69
<i>B. Les essais de traction monotone</i>	70
1. Evolution de la limite d'élasticité.....	71
(a) Correspondance dureté / limite d'élasticité.....	71
(b) Anisotropie.....	73
2. Evolution de l'écrouissage	74
(a) Evolution classique de l'écrouissage des polycristaux	75
(b) Influence du revenu	75
(c) Influence de la vitesse de trempe	76
3. Propriétés liées à l'endommagement et à la rupture en traction simple	77
(a) Evolution de la déformation à striction.....	77
(b) Evolution de la contrainte à striction	78
<i>C. Bilan sur le comportement en traction des alliages 7000</i>	79
2. CARACTÉRISATION DE LA RÉSISTANCE À L'ENTAILLE: ESSAIS DE TÉNACITÉ	81
<i>A. Correspondance UIE / K_Q: représentativité de l'essais KAHN</i>	81
<i>B. Les essais sur éprouvettes CT</i>	82
<i>C. Les essais de déchirement sur éprouvettes KAHN</i>	83
1. Influence du revenu	83
2. Influence de la vitesse de trempe.....	83
3. Anisotropie	85
4. Influence de la composition de l'alliage via la sensibilité à la trempe.....	86
<i>D. Bilan sur la résistance à l'entaille des alliages 7000</i>	86

CHAPITRE V. CARACTÉRISATION DE LA MICROSTRUCTURE.....	91
1. CARACTÉRISATION DES PRINCIPAUX CONSTITUANTS DE LA MICROSTRUCTURE	91
<i>A. La structure granulaire</i>	91
<i>B. Les particules intermétalliques</i>	93
<i>C. Les précipités de trempe et de revenu</i>	96
1. Caractérisation qualitative de la précipitation grossière	96
(a) Précipitation en bandes sur les dispersoïdes	96
(b) Précipitation sur les joints et sous-joints de grains	103
(c) Bilan sur la précipitation de trempe	104
2. Caractérisation quantitative	105
(a) Caractérisation de la précipitation de revenu	105
(b) Caractérisation de la précipitation de trempe	107
2. OBSERVATION DES FACIÈS DE RUPTURE	110
<i>A. Présentation des différents mécanismes élémentaires</i>	110
1. Rupture ou décohésion des particules intermétalliques	110
2. Rupture transgranulaire en cisaillement	113
3. Rupture transgranulaire ductile.....	114
4. Rupture inter(-sub-)granulaire ductile	115
<i>B. Analyse quantitative des faciès de rupture</i>	116
Paramètres contrôlant l'endommagement sur les particules intermétalliques.....	117
2. Paramètres contrôlant la propagation de la fissure	119
(a) Influence du revenu	120
(b) Influence de la vitesse de trempe	120
(c) Influence de la direction de sollicitation	120
3. BILAN : PARAMÈTRES CLÉS POUR LA MODÉLISATION	121

CHAPITRE VI. : MICROMÉCANISMES ET MODÉLISATION	125
1. MODÉLISATION DE LA TÉNACITÉ DES ALLIAGES 7000 : BIBLIOGRAPHIE	125
A. Modèles liés à la formation de cavités à l'interface des particules de seconde phase.....	125
B. Modèles liés à l'hétérogénéité du glissement dans la matrice	127
C. Modèles liés à la localisation de la déformation aux joints de grains.....	129
D. Modélisation de la ténacité d'alliages commerciaux	131
2. MODÉLISATION DE LA RUPTURE DUCTILE PAR DES APPROCHES LOCALES	134
A. La germination des cavités.....	134
B. La croissance des cavités	135
1. Croissance isolée de cavités très espacées	135
2. Croissance de cavités interagissant entre elles.....	136
(a) le modèle de Gurson-Tvergaard.....	136
(b) Le modèle de Rousselier.....	136
3. La coalescence des cavités	137
(a) Coalescence par dépassement d'une fraction critique de cavités.....	137
(b) Coalescence par dépassement d'une charge critique entre les cavités.....	138
3. RATIONALISATION DE L'INFLUENCE DE LA VITESSE DE TREMPÉ ET DU REVENU SUR L'ÉNERGIE CRITIQUE DE RUPTURE	140
A. Démarche générale	140
B. Mécanismes de dissipation élémentaires	142
1. Estimation de l'énergie critique d'une rupture purement transgranulaire	142
2. Estimation de l'énergie critique d'une rupture purement intergranulaire	144
C. Description globale de la rupture à plusieurs mécanismes	148
1. Rappel	148
2. Les grandes tendances observées.....	148
(a) Evolution pendant le revenu	148
(b) Evolution liée aux différentes vitesses de trempe	149
(c) Différences entre les deux alliages.....	150
(d) Problèmes d'anisotropie	151
3. Principes de calibration des paramètres.....	151
D. Résultats	154
1. Influence du revenu	157
2. Influence de la vitesse de trempe.....	158
3. Comparaison des deux alliages.....	158
4. Problèmes d'anisotropie	159

Chapitre I. Introduction

1. Positionnement du problème et contexte industriel

Nous nous sommes intéressés dans cette thèse à l'étude de matériaux utilisés dans l'industrie aéronautique civile (Airbus et Boeing principalement), pour constituer la voilure des avions. Pour une telle application le matériau doit offrir à la fois une faible densité et de très bonnes propriétés mécaniques. Les alliages d'aluminium offrent un des meilleurs compromis entre ces deux propriétés.

Pour répondre aux attentes de l'industrie aéronautique, les producteurs d'aluminium cherchent sans cesse à optimiser les alliages existants ou à en développer de nouveaux, plus performants. Actuellement les alliages d'aluminium ayant les meilleures caractéristiques mécaniques appartiennent à la série 7000. Les principaux éléments d'addition sont dans ce cas le zinc, le cuivre et le magnésium. Le durcissement structural dans ces alliages permet d'obtenir les propriétés mécaniques requises.

Pour résister aux différentes sollicitations mécaniques, les tôles constituant les ailes d'avions ont longtemps été renforcées à l'aide de raidisseurs. L'ensemble (tôle + raidisseur) était assemblé par un procédé de rivetage. Les concepteurs ont toutefois constaté que les rivets induisent de fortes concentrations de contraintes. Celles-ci sont responsables de la formation de fissures de fatigue et sont de ce fait néfastes pour la tenue mécanique des ailes. Les producteurs se sont donc tournés vers une autre solution, dite intégrale. Elle consiste à usiner l'ensemble de la structure dans une même tôle. Cette solution implique l'utilisation de produits beaucoup plus épais, allant jusqu'à 200 mm d'épaisseur. Tout au long de cette thèse nous parlerons ainsi de « tôles fortes ».

Toutefois la production de tôles plus épaisses pose problème car l'étape de trempe, qui consiste en un refroidissement rapide des produits en les plongeant dans de l'eau froide, est moins efficace. Une trempe lente favorise la précipitation de phases grossières qui appauvrit la solution solide et de fait réduit le potentiel de durcissement structural qui confère les caractéristiques mécaniques de la tôle. On parle dans ce cas de problème de sensibilité à la trempe.

Dans ce contexte Pechiney a récemment développé un nouvel alliage, le 7040, qui peut remplacer efficacement l'alliage 7050 utilisé jusqu'alors. Ce nouvel alliage, moins chargé en éléments d'addition, est moins sensible à la trempe. Pour une faible vitesse de refroidissement, il offre ainsi un durcissement maximal équivalent. Il est bien adapté à la problématique des « tôles fortes ».

Le cahier des charges de tôles destinées à la voilure impose d'autre part un bon compromis entre la limite d'élasticité et la ténacité. Ces deux propriétés sont connues pour être antinomiques, le maximum de durcissement structural correspondant à un minimum de ténacité. L'alliage 7040 offre un meilleur compromis: avec une limite d'élasticité comparable, il fournit une résistance à l'endommagement supérieure, en partie grâce à une moindre précipitation grossière pendant le refroidissement.

Enfin, pour une bonne tenue en corrosion sous contraintes, les producteurs d'aluminium ont besoin d'appliquer des traitements thermiques au delà du pic de durcissement structural. Le mode de production des tôles est ainsi choisi en fonction du compromis limite d'élasticité, ténacité et corrosion qui est recherché. C'est donc à un produit avancé de la procédure de conception d'alliage que nous nous intéressons dans cette thèse.

2. Problématique scientifique

Le cycle thermomécanique pour produire les tôles d'alliages 7000, laminage - trempe - revenu, développe une microstructure qui dépend fortement des paramètres du procédé. Les particules de faible taille déterminent les propriétés plastiques de la matrice, en termes de limite d'élasticité et de taux d'écroutissage. La microstructure comporte également des phases grossières, qui ont des conséquences importantes sur le comportement mécanique car elles constituent des sites privilégiés d'endommagement.

Sachant que de multiples paramètres du procédé thermomécanique de ces alliages influent sur la ténacité via une modification de la microstructure et des propriétés plastiques, l'objectif de la thèse est d'arriver à une compréhension intégrée des relations entre ces trois pôles (ténacité, propriétés plastiques et microstructure). Ils ont chacun séparément fait l'objet d'études approfondies.

En particulier on insistera sur l'influence de la vitesse de trempe, point déterminant pour les produits épais, et sur l'effet du revenu. L'étude nécessitera une caractérisation complète de la microstructure, à toutes les échelles. Parallèlement il s'agira d'étudier les propriétés mécaniques en traction et en résistance à l'entaille. Nous verrons ensuite les relations existant entre ces deux comportements. Nous nous attacherons en permanence à corrélérer l'évolution mécanique à l'évolution microstructurale observée.

3. Méthodologie

Pour traiter ce problème nous avons utilisé à la fois des approches de caractérisation et de modélisation.

• Caractérisation des microstructures:

Nous avons utilisé une large gamme de techniques expérimentales afin de caractériser les différentes entités de la microstructure à diverses échelles, et ce de façon quantitative :

- ◆ microscopie optique,
- ◆ microscopie électronique à balayage, conventionnelle ou à canon à émission de champ (FEG),
- ◆ microscopie électronique en transmission,
- ◆ diffusion centrale de rayons X aux petits angles, au rayonnement synchrotron à Grenoble (ESRF).

• Caractérisation des propriétés mécaniques:

- ◆ essais de traction monotones uniaxiales, afin de caractériser les

- propriétés plastiques de la matrice,
- ◆ essais classiques de ténacité sur des éprouvettes CT,
- ◆ essais de déchirement sur des éprouvettes KAHN.

La majeure partie de la caractérisation de la résistance à l'endommagement a été menée par le biais des essais de déchirement. Ceux-ci sont plus faciles à mettre en œuvre et sont bien représentatifs de la ténacité.

• *Identification des différents mécanismes de rupture:*

Il est indispensable de bien déterminer les divers modes de rupture mis en jeu, pour ensuite connaître les paramètres microstructuraux ayant une influence sur le chemin de propagation de la fissure. Nous nous sommes efforcés de fournir une caractérisation la plus quantitative possible.

- ◆ observation au MEB des faciès de rupture post mortem:
fractographie,
- ◆ observations in situ au MEB de la surface d'éprouvettes de traction entaillées.

• *Rationalisation du compromis limite d'élasticité / ténacité*

Nous avons développé un modèle simple, incluant explicitement les paramètres pertinents de la microstructure et les paramètres clés des propriétés mécaniques uniaxiales. Il reproduit de manière quantitative l'influence de la trempe et du traitement thermique de revenu sur la résistance en déchirement des deux alliages de l'étude.

4. Plan du mémoire

Une première étape de la thèse a consisté à bien connaître l'ensemble du cycle thermomécanique de production des tôles de la série 7000. Nous verrons en particulier dans le chapitre II dans quelle mesure ces traitements modifient certaines caractéristiques de la microstructure. Nous dresserons ensuite un état des lieux synthétique sur les interactions entre cette microstructure et le comportement en ténacité du matériau.

Le chapitre III décrira l'ensemble des techniques expérimentales utilisées dans cette thèse pour caractériser l'influence de la trempe et du revenu sur les propriétés mécaniques et sur la microstructure. Par ailleurs nous montrerons la bonne représentativité de l'essai de déchirement KAHN pour comparer la ténacité de différents alliages.

Ensuite le chapitre IV présentera de façon systématique l'influence des traitements thermiques et de la direction de sollicitation sur le comportement mécanique du matériau. Nous commencerons par décrire l'influence mise en évidence par des essais de traction simple, en considérant notamment l'évolution de la limite d'élasticité, du taux d'érouissage et aussi des propriétés représentatives de la rupture. Nous montrerons ensuite dans quelle mesure la trempe et le revenu ont des effets très nets sur la résistance à l'entaille.

La seconde partie expérimentale concerne la caractérisation de la microstructure. Elle sera présentée dans le chapitre V. En particulier nous décrirons précisément l'évolution des deux familles de précipités grossiers, apparaissant pendant un refroidissement lent après la mise en solution : les précipités sur les joints de grains (intergranulaires) et les précipités en bandes, sur les dispersoïdes (transgranulaires). Parallèlement nous avons essayé, par une étude fractographique, de quantifier l'influence de la trempe et du revenu sur l'endommagement des particules intermétalliques, et sur les mécanismes de rupture majoritaires.

Le dernier chapitre présentera les résultats d'une modélisation simple de la résistance à l'entaille des alliages 7000. Cette modélisation rationalise les effets mis en évidence dans le chapitre IV, en prenant en compte directement les principales évolutions de la microstructure.

La conclusion résumera les faits majeurs de ce travail et dégagera les perspectives envisageables.

Chapitre II. : Matériau

1. Caractéristiques de la microstructure des alliages 7000

La grande diversité des phases présentes dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu rend ce système très complexe : elles peuvent être stables ou métastables, elles sont susceptibles d'améliorer le comportement mécanique du matériau par durcissement structural ou au contraire d'être à l'origine d'un endommagement catastrophique. La compréhension de l'évolution de la ténacité avec le revenu et la trempe suppose de bien connaître l'ensemble de ces phases. Nous commencerons donc par présenter rapidement la nature de chacune des phases présentes dans ce système, pour ensuite décrire la phénoménologie des précipitations activées pendant la trempe et le revenu. On pourra se reporter aux thèses de Deschamps (1997) et Godard (1999) pour une description plus détaillée.

A. Nature des phases présentes dans le système Al-Zn-Mg-Cu

Les différentes phases susceptibles d'apparaître dans les alliages de la série 7000 peuvent être réparties en trois catégories : *les précipités durcissants*, qui contrôlent les propriétés mécaniques plastiques du matériau (limite d'élasticité et taux d'écroutissage), *les dispersoïdes*, qui permettent de maîtriser les phénomènes de recristallisation *et les particules intermétalliques*. Nous ne parlerons pas des couches d'oxydes, qui se forment en fonderie lorsque l'alliage est encore en phase liquide. Certes elles représentent des sources potentielles d'endommagement mais sont presque totalement éliminées pendant la coulée, quand elle est faite selon les règles de l'art. Les caractéristiques de la phase T ne seront pas non plus décrites car les résultats de Embury et Nicholson (1965) tendent à montrer qu'elle n'existe que dans les alliages avec plus de 2%_{poids} de magnésium et après des revenus à des températures supérieures à 190°C. Nous décrirons les différentes phases observées par ordre de taille croissante.

1. Les précipités durcissants

(a) Les zones GP (Guinier-Preston)

A basses températures, après la trempe et pendant la période de maturation à l'ambiante, la solution solide se décompose pour former des zones Guinier-Preston. Leur solvus est estimé aux environs de 120°C. Cette précipitation est favorisée par les lacunes issues de la trempe (voir le § 2.B.4.), qui accélèrent les phénomènes de diffusion des atomes et servent de sites de germination.

Les zones GP des alliages Al-Zn-Mg se présentent sous la forme de petits amas sphériques de solutés. Elles s'ordonnent rapidement pour constituer des plans alternativement riches en zinc et en magnésium, parallèles aux plans {100} de la matrice d'aluminium. La morphologie en sphères a été une première fois observée en microscopie électronique en transmission par Embury et Nicholson (1965) et récemment en haute résolution par Mukhopadyay et al (1994).

(b) La phase métastable η'

Le durcissement structural maximum des alliages de la série 7000 est conditionné par les caractéristiques (fractions et tailles) des précipités η' . Ces derniers se présentent sous la forme d'une phase métastable, cohérente ou semi-cohérente. Ils se répartissent en fines plaquettes (2nm selon Dubost et Sainfort, 1991) parallèles aux plans $\{111\}$ de la matrice d'aluminium.

En outre de par la faible épaisseur de ces plaquettes, la structure cristallographique n'a pu être déterminée précisément par les techniques actuelles et est toujours l'objet d'une controverse. Généralement on admet malgré tout que cette phase a une structure hexagonale, suivant la relation d'orientation $(0001)_{\eta'} // (111)_{Al}$ et $(10\bar{1}0)_{\eta'} // (110)_{Al}$. La valeur du paramètre de maille a , avec cette hypothèse, est souvent prise égale à 0.496 nm (Deschamps, 1997). Les résultats sur le paramètre c ont par contre longtemps divergé (d'un facteur 3 suivant les publications). Les derniers travaux de Li et al (1999) tendent toutefois à confirmer la valeur de 1.402 nm, déjà avancée par Graf (1957), Auger et al (1974) et Regner (1981).

Très peu d'études ont par ailleurs cherché à caractériser la composition de la phase η' . Suivant les techniques et les auteurs, les résultats divergent énormément en particulier au sujet de la teneur en aluminium. Ceci posera quelques problèmes dans le cadre de cette étude, puisque la détermination de la fraction de précipités par diffusion centrale de rayons X, passe par la connaissance de la composition exacte (voir le chapitre III).

(c) La phase η

La phase thermodynamiquement stable η est semi-cohérente lorsqu'elle est de petite taille, et incohérente sinon. Elle a la composition théorique $MgZn_2$ dans les alliages ternaires et $Mg(Zn,Cu,Al)_2$ pour les alliages au cuivre. Les quelques études menées jusqu'alors ne parviennent pas à cerner sa composition exacte. Il est par contre bien admis qu'elle présente une structure hexagonale avec pour paramètres de maille a_{η} , compris entre 0,515 et 0,523 nm et c_{η} entre 0,848 et 0,862 nm.

Bon nombre de relations d'orientation entre cette phase et la matrice d'aluminium, ont en outre été observées expérimentalement. L'article de Degisher et al (1980) en propose un excellent récapitulatif. Le large éventail de variantes (11 en tout) est lié à la grande diversité des sites de germination : les précipités η' , les dislocations, les joints et sous-joints de grains... Il est également intéressant de noter que pour les alliages industriels seules quelques-unes de ces variantes sont rencontrées : η_1 , η_2 et η_4 .

2. La phase β : les dispersoïdes

Certains éléments sont ajoutés afin de contrôler la taille de grains et la fraction recristallisée, par des phénomènes d'ancrages des joints de grains. Le chrome et le manganèse ont longtemps été utilisés dans ce but. Depuis quelques années les industriels se sont tournés vers le zirconium. Ce dernier précipite avec l'aluminium à haute température pendant la coulée et/ou l'homogénéisation, pour former des dispersoïdes de type Al_3Zr . Par ailleurs la diffusion du zirconium dans la matrice d'aluminium étant faible, on considère généralement que cette précipitation évolue peu pendant les traitements thermiques ultérieurs (Nes, 1972).

En outre les dispersoïdes présentent deux structures différentes, l'une stable appelée β et l'autre métastable β' . La structure stable ne se forme qu'après des traitements à haute température et n'intervient pas dans cette étude. Les précipités β' rencontrés dans nos observations ont une structure cubique L_{12} avec un paramètre de maille égal à 0.408 nm (Nes, 1972).

Il est à noter que le zirconium, en tant qu'élément péritectique, se situe après solidification au cœur des bras de dendrite. L'opération de laminage conduit à un aplatissement des grains et les dispersoïdes sont en conséquence répartis en bandes allongées suivant la direction de laminage.

3. Les particules intermétalliques

Plusieurs types de précipités grossiers se forment pendant la coulée. Ils contiennent des éléments présents à l'état d'impuretés dans les alliages industriels, comme le fer et le silicium, et forment des composés intermétalliques extrêmement stables tels que les phases Mg_2Si et Al_7Cu_2Fe (Di Russo, 1986). Leur taille varie entre 1 et 10 μm . Par ailleurs les traitements thermomécaniques ultérieurs conduisent à de fortes modifications de leur morphologie : les particules se brisent pendant l'opération de mise en forme et tendent à se répartir en amas très élancés, alignés selon la direction de laminage.

Une autre phase S précipite également dans le cas des alliages quaternaires contenant du cuivre. Sa composition est proche de Al_2CuMg . Moins stable que les précédentes, elle peut se dissoudre pendant le traitement d'homogénéisation.

Le Tableau II-1 offre un récapitulatif de la structure et des paramètres de maille de chacune de ces phases :

phase	structure	Paramètres cristallographiques
Al_7Cu_2Fe	tétraogonale	a = 0.634 nm c = 1.487 nm
Mg_2Si	cfc	a = 0.635
S - Al_2CuMg	orthorombique	a = 0.4 nm b = 0.923 nm c = 0.714 nm

Tableau II-1 : Nature cristallographique des particules intermétalliques.

Enfin les particules intermétalliques conditionnent la position des grains recristallisés dans les alliages de la série 7000. En effet pendant le laminage, elles accumulent à l'interface avec la matrice une forte concentration d'énergie, stockée sous forme de dislocations. Elles peuvent ensuite servir de sites de recristallisation selon un mécanisme de type « PSN » (particle stimulated nucleation, Humphreys et Hatherly, 1995).

B. Précipitations activées pendant les traitements thermiques de trempe et de revenu

La précipitation dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu est très complexe de par la diversité de taille des particules mais aussi la multiplicité des sites de germination activés. Le travail de Godard (1997) a fourni, pour un alliage 7010 comparable à ceux de cette thèse, un excellent récapitulatif des intervalles de température de germination, pour chaque type de précipité. Il a

ainsi divisé l'ensemble de la précipitation en trois grandes familles : la précipitation hétérogène intergranulaire, la précipitation hétérogène intragranulaire et la précipitation homogène. La Figure II-1 montre en particulier que la germination hétérogène peut intervenir pendant la trempe dans un vaste domaine de température.

Nous nous concentrerons ici sur les principales familles de précipités se formant dans les alliages 7040 et 7050. Nous insisterons en premier lieu sur la précipitation hétérogène induite par la trempe, sur les joints et sous-joints de grains d'une part (intergranulaire) et sur les dispersoïdes d'autre part (intragranulaire). Viendra ensuite la description de la précipitation homogène de revenu, à l'origine du durcissement structural, et qui a déjà été très largement étudiée par Deschamps (1997) au cours de sa thèse.

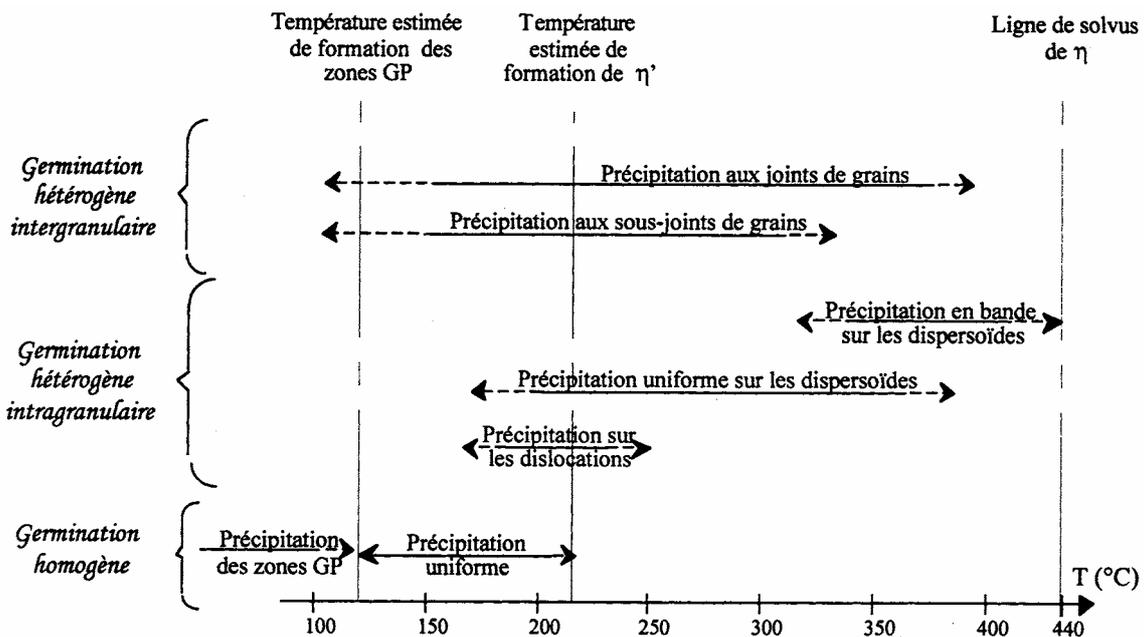


Figure II-1 : Différents sites de germination actifs dans l'alliage 7010. D'après Godard, 1999.

1. La précipitation hétérogène grossière

Dans cette partie nous décrivons les principales familles de précipités hétérogènes qui apparaissent dans les systèmes quaternaires de la série 7000. Nous ne présenterons pas la précipitation dynamique sur les dislocations car elle n'a pas été prise en considération dans cette thèse. On pourra se reporter au travail de Deschamps (1997) pour une bibliographie approfondie sur ce sujet.

(a) Précipitation sur les joints et sous-joints de grains

Les (sous-) joints de grains représentent des sites préférentiels de précipitation pour deux raisons :

- ils favorisent la germination, en libérant l'énergie qu'ils ont stockée,
- la diffusion des solutés est plus facile qu'à l'intérieur du grain, étant donnée la forte concentration de défauts (lacunes): la croissance des précipités est donc accélérée.

Une trempe trop lente peut ainsi être à l'origine de la précipitation grossière (quelques centaines de nm) de la phase η sur les joints et sous-joints de grains. Les travaux d'Unwin et Nicholson (1969) ont également montré que des revenus à haute température pouvaient favoriser la germination de ce type de précipitation.

Les résultats de Godard (1999) semblent par ailleurs indiquer que la germination aux joints de grains pendant la trempe est quasi instantanée. Elle est également rapide pendant le revenu : Unwin et Smith (1969) ont observé au cours de maintiens à 100°C que le nombre de précipités n'évoluait plus entre 1h et 20 heures de traitement. Les précipités germent dès le début du revenu.

En outre la différence de structure entre les joints et sous-joints de grains a une influence sur cette précipitation intergranulaire. Les joints de fortes désorientations, en opposition aux sous-joints, sont plus désordonnés. Ils ont de ce fait stocké davantage d'énergie et représentent des puits de lacunes plus efficaces. Les processus de germination et de croissance devraient donc être plus rapides. C'est pour cette raison que la germination sur les joints est activée plus tôt pendant la trempe (voir la Figure II-1) : elle a lieu entre 400°C et 100°C sur les joints et uniquement à partir de 350°C sur les sous-joints (Godard, 1999). L'écart reste toutefois très faible. Les différentes vitesses de trempe, mises en œuvre dans cette thèse, n'ont pas permis de le détecter.

Les conséquences de cette précipitation hétérogène sur la microstructure des joints de grains sont multiples. Elle se traduit directement par la présence de particules grossières et fragilisantes. Elle passe parallèlement par la diffusion vers le joint de solutés et de lacunes. La précipitation est de ce fait responsable du développement de zones dénudées en précipités (precipitate free zone ou PFZ) dans le voisinage immédiat du joint. Nous verrons plus tard l'influence de ces paramètres sur le comportement mécanique du matériau (voir le §3.E).

(b) En bandes sur les dispersoïdes

Les dispersoïdes peuvent aussi représenter des sites préférentiels de germination hétérogène. Cette précipitation n'apparaît toutefois que pour les alliages très sensibles à la trempe (alliages très chargés), et / ou trempés très lentement. Godard (1999), dans sa thèse, a longuement caractérisé ce type de précipités hétérogènes. Il les a ainsi répartis en deux familles : précipités uniformes ou positionnés en bandes.

La différence entre ces deux familles réside selon lui dans la taille du germe, et non dans sa nature. Il s'agit dans les deux cas de la phase β' , cohérente. Les dispersoïdes se présenteraient sous la forme de cuboïdes plus petits (20nm) pour la précipitation uniforme (40 nm, pour la précipitation en bandes). Cette différence de taille s'accompagnerait de plus d'une légère perte de cohérence du germe, dans le dernier cas. Il ne peut en aucun cas s'agir de l'autre variant β , qui se présente sous la forme de baguettes.

La précipitation sur dispersoïdes apparaît d'autre part plus ou moins tôt, pendant la trempe. Les sites uniformes sont activés entre 200°C et 350°C alors que ceux en bandes interviennent entre 325°C et le solvus de la phase η (440°C pour le 7010). En outre, la vitesse de germination diffère selon la famille de précipités : elle est instantanée dans les cas des précipités en bandes, et est plus progressive dans le cas de la précipitation uniforme.

Il faut toutefois rester prudent quant à la pertinence de ces distinctions. Nous avons vu au § A.2 que le zirconium est réparti pendant la mise en forme en bandes parallèles au plan de laminage. Il peut donc difficilement y avoir une précipitation uniforme sur les dispersoïdes.

Les interprétations de Godard (1999) ont été exclusivement menées à partir d'observations en microscopie électronique à transmission. Cette technique très locale n'est pas adaptée à l'étude de la précipitation en bandes particulièrement hétérogène. Nous montrerons dans cette thèse que la précipitation sur les dispersoïdes est dans tous les cas répartie en bandes (voir le chapitre V).

2. La précipitation homogène fine

La précipitation homogène dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu dépend fortement de la composition de l'alliage mais aussi de la température de maintien pendant le revenu. Deux mécanismes distincts sont généralement proposés dans la littérature :

- Solution solide \rightarrow zones Guinier-Preston (GP) $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$
- Solution solide $\rightarrow T' \rightarrow T$

Les travaux de Mondolfo (1971) tendent à montrer que le second mécanisme est favorisé dans les alliages avec une teneur en magnésium dépassant 2% en poids. En fait l'apparition de la phase T nécessite une énergie d'activation plus élevée que celle de la phase η . En outre, Embury et Nicholson (1965) prétendent qu'elle ne peut avoir lieu que pour des revenus à températures élevées, supérieures à 190°C. Ainsi, pour des traitements thermiques à basses températures (160°C, dans cette thèse), seul le premier mécanisme est activé. Nous nous concentrerons donc, exclusivement, sur la séquence de précipitation favorisant la germination de la phase η .

(a) Formation des zones GP

Il est maintenant établi que la formation des zones GP est étroitement liée à la sursaturation locale en lacunes de trempe. Ces lacunes s'associent avec les atomes de solutés en solution solide, pour former de petits complexes. La liaison lacune – soluté étant plus faible à l'intérieur de la zone GP, le complexe se dissout au contact du précipité, les lacunes se libèrent, génèrent une sursaturation à l'interface et repartent en solution solide pour former un nouveau complexe (Girifalco et Herman, 1965). Ce mécanisme de « pompe à lacunes » maintient ainsi une concentration en lacunes constante pendant toute la période de maturation. La germination des zones GP n'est donc pas homogène, elle a lieu sur des amas de lacunes.

Le niveau de la sursaturation en lacunes, après trempe, est par ailleurs contrôlé par deux paramètres principaux : la température de mise en solution et la vitesse du refroidissement qui suit. Ces paramètres ont été ajustés et fixés, dans cette thèse, de telle sorte que la germination des zones GP soit optimale. On pourra se reporter à la thèse de Deschamps (1997) pour une revue bibliographique approfondie. Il semblerait qu'une mise en solution au delà de 520°C conduise à l'annihilation de lacunes pendant la trempe, par formation de boucles de dislocations. Un refroidissement trop lent, après le traitement thermique, conduit parallèlement à une baisse importante de la concentration en lacunes. Cette dernière remarque est toutefois sujette à controverse puisque les résultats sur l'influence de la vitesse de trempe sur la cinétique de germination des GP divergent.

La formation des GP se caractérise enfin par une énergie d'activation faible, d'environ 0.4 eV (Lorimer et Nicholson, 1966), dans un domaine de température allant de l'ambiante à 100-155°C (les résultats dépendent de la technique d'investigation utilisée).

(b) Dissolution des zones GP et précipitation de η'

La précipitation de la phase η' constitue l'étape essentielle du mécanisme de durcissement structural, car sa finesse contrôle les caractéristiques mécaniques maximales que la tôle pourra acquérir. La germination de cette phase peut avoir lieu en différents endroits :

- dans le volume, pour des matériaux avec une faible sursaturation en lacunes (trempe lente) et sans zones GP (pas de maturation à l'ambiante). La précipitation est très difficile et le durcissement qui en découle est catastrophiquement bas (Ryum, 1975).

- sur des amas de lacunes, en l'absence de zones GP (entre 120 °C et 150°C). La vitesse de trempe est dans ce cas un paramètre excessivement critique (Zahra et al, 1981).

- sur les zones GP (dès 60°C, d'après Lendvai et al, 1979).

C'est dans ce dernier cas que le durcissement structural est optimal. La nature exacte du mécanisme est encore un sujet de discussion. Il s'agit pour certains d'une germination hétérogène. D'autres prétendent que la précipitation s'opère par transformation de phases directe, d'une GP vers le précipité η' . Les derniers résultats de Mukhopadhyay et al (1994), en microscopie électronique à haute résolution, sembleraient confirmer l'hypothèse de la germination hétérogène η' sur les zones GP.

La dissolution des zones GP et la germination de η' se font en outre dans une même gamme de température allant de 100 à 150°C. La germination de η' sur les GP ne peut se faire que si les zones ont une taille suffisante. Il est donc impératif de maximiser le domaine de recouvrement des deux phases. Ceci passe concrètement par une vitesse lente de montée en température pendant le revenu. La réversion des GP est alors suffisamment lente pour permettre simultanément la germination de η' .

La composition de l'alliage contrôle également l'étendue du domaine de recouvrement. La germination de η' commencerait ainsi avant la fin de la réversion des GP, pour des teneurs en zinc supérieures à 2.5% atomique. L'ajout de cuivre aurait également une influence bénéfique en stabilisant la phase η' et en élargissant le domaine de température. L'alliage est de ce fait moins sensible à la vitesse de montée en température.

(c) Précipitation de η

La précipitation dans la matrice de la phase η peut se produire selon deux mécanismes :

- directement par transformation de la phase η' , essentiellement suivant l'orientation η_2 .

- par germination hétérogène sur η' , suivant l'orientation η_1 .

C. Bilan sur la microstructure des alliages 7000

La compréhension des mécanismes de rupture des alliages 7000, passe nécessairement par une connaissance complète de l'ensemble des constituants microstructuraux. La Figure II-2 présente un bref récapitulatif des principaux éléments caractéristiques des tôles fortes en alliage Al-Zn-Mg-Cu.

L'opération de laminage s'accompagne ainsi d'une forte évolution de la structure granulaire, en termes de forme de grain (texture morphologique) mais aussi d'orientation de chaque cristal (texture cristallographique) (voir le Chapitre II.2.B.2).

L'intérieur des grains se caractérise en outre par la présence de précipités durcissants, répartis de façon homogène (*intragranulaire*), d'une taille variant de quelques Å pour les zones GP à quelques dizaines de nm pour les précipités η .

Les dispersoïdes, et les précipités grossiers qui ont germé sur ces derniers pendant une trempe lente, représentent également des éléments importants de la microstructure de ces alliages. Ils sont répartis en bandes *transgranulaires*.

La structure des joints de grains (*intergranulaire*) constitue un autre point important, notamment par la présence de précipités hétérogènes de trempe de quelques centaines de nm et de zones dénudées en précipité (PFZ).

Parallèlement les particules intermétalliques fragiles au fer et au silicium, sont réparties de façon très hétérogène sous forme d'amas orientés suivant la direction de laminage.

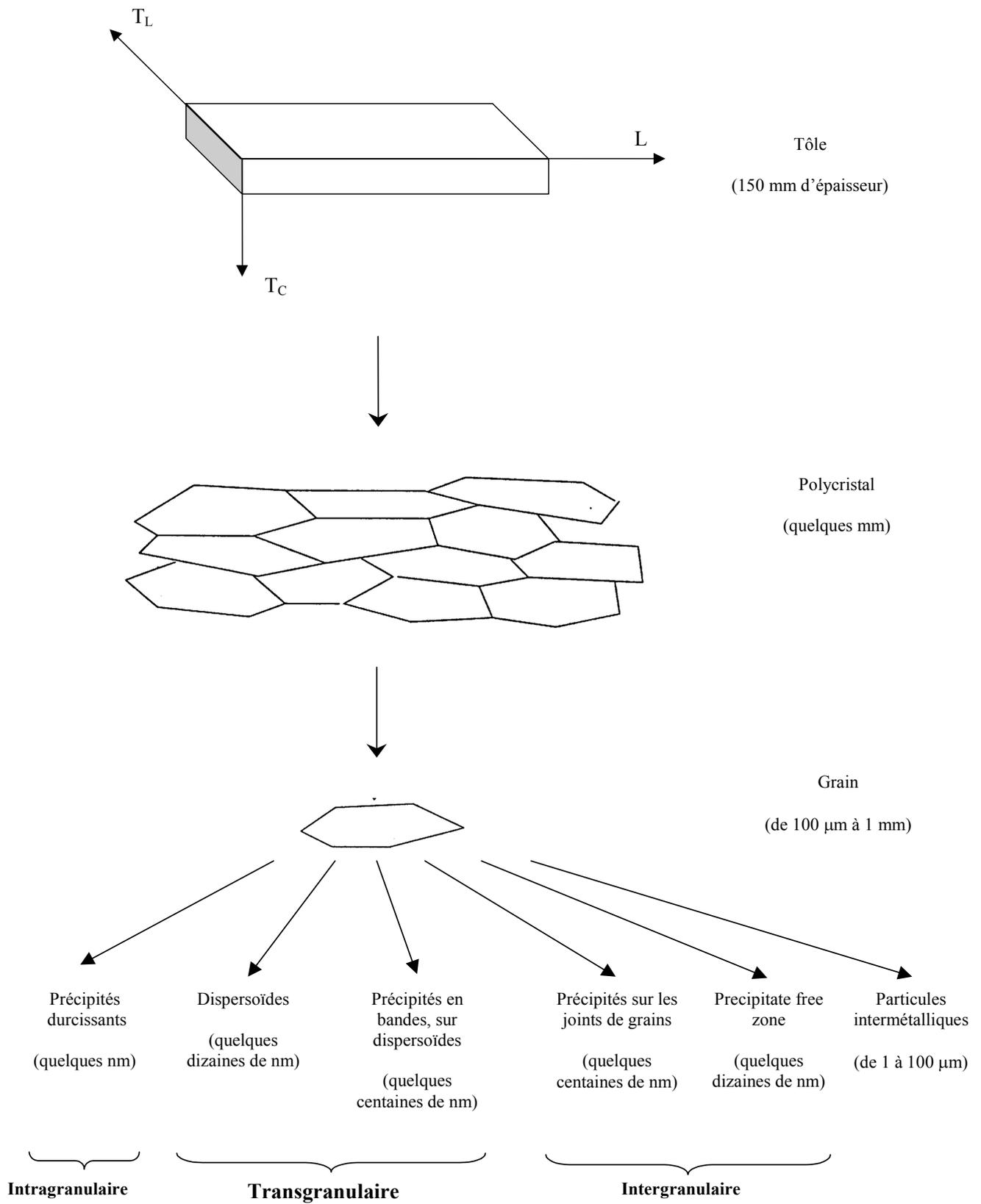


Figure II-2 : Représentation schématique des constituants caractéristiques de la microstructure des alliages Al-Zn-Mg-Cu, sous forme de tôles fortes (150 mm d'épaisseur)

2. Matériaux et traitements thermomécaniques

A. Alliages et zone de prélèvement des échantillons

Une solution pour que le matériau soit moins sensible à la vitesse de trempe, consiste à utiliser des alliages moins chargés en solutés, afin notamment de minimiser la précipitation sur les joints de grains. D'où l'idée d'étudier dans la thèse deux nuances différentes (voir Tableau II-2) : les alliages AA 7040 et AA 7050.

	Zn	Mg	Cu	Zr	Fe	Si
7010	6.5	2.3	1.5	0.1	0.1	0.1
7040	6.51	2.01	1.64	0.11	0.08	0.05
7050	6.33	2.46	2.2	0.11	0.1	0.08

Tableau II-2: Teneur des principaux éléments (en poids %) des deux alliages 7040 et 7050 étudiés. Pour comparaison, le 7010 de la thèse de Deschamps, 1997, a été ajouté.

Les deux nuances se distinguent principalement par leur teneur en zinc, magnésium et cuivre. Le zirconium, favorisant la formation de dispersoïdes type Al_3Zr , est utilisé comme antirecristallisant. L'alliage 7050 étant davantage chargé en éléments d'addition est le plus sensible à la vitesse de trempe. On note également la présence de fer et de silicium pouvant former des intermétalliques, présence qui est importante dans les processus d'endommagement des 7000.

Les alliages 7040 et 7050 ont été respectivement livrés à l'état T7651 et T351 (voir la Figure II-5). Un nouveau traitement de mise en solution permet cependant de dissoudre complètement les précipités résultant des revenus antérieurs. Le matériau utilisé dans cette thèse a été fourni par Pechiney, Centre de Recherches de Voreppe, sous la forme de « lingots » de 150 mm d'épaisseur, directement prélevés dans des tôles du site de production d'Issoire (voir Figure II-5). Les trois principales directions d'une tôle laminée sont définies à la Figure II-3.

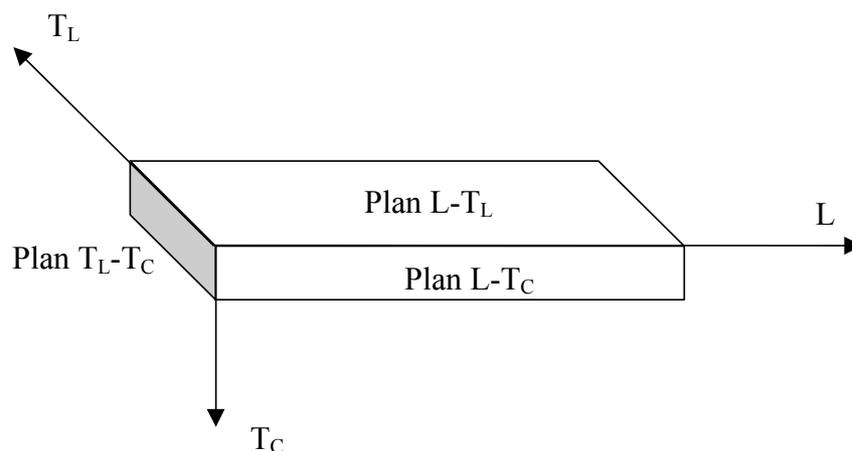


Figure II-3 : Définition des directions principales de la tôle

Une mesure de l'évolution de la dureté sur l'épaisseur de ces lingots, a mis en évidence une hétérogénéité non négligeable des caractéristiques mécaniques. Il semble d'ailleurs que les écarts constatés se maintiennent en dépit des traitements de mise en solution (voir Figure

II-4). Les observations en microscopie optique tendent à montrer que ces écarts ne peuvent être liés à un gradient de fraction de grains recristallisés. Il s'agirait donc plutôt d'une hétérogénéité de nature chimique, résultant de macroségrégations issues de la solidification. En conséquence, durant toute la thèse, les échantillons ont été prélevés dans la zone approximativement homogène, allant de 1 cm de la surface à quart épaisseur.

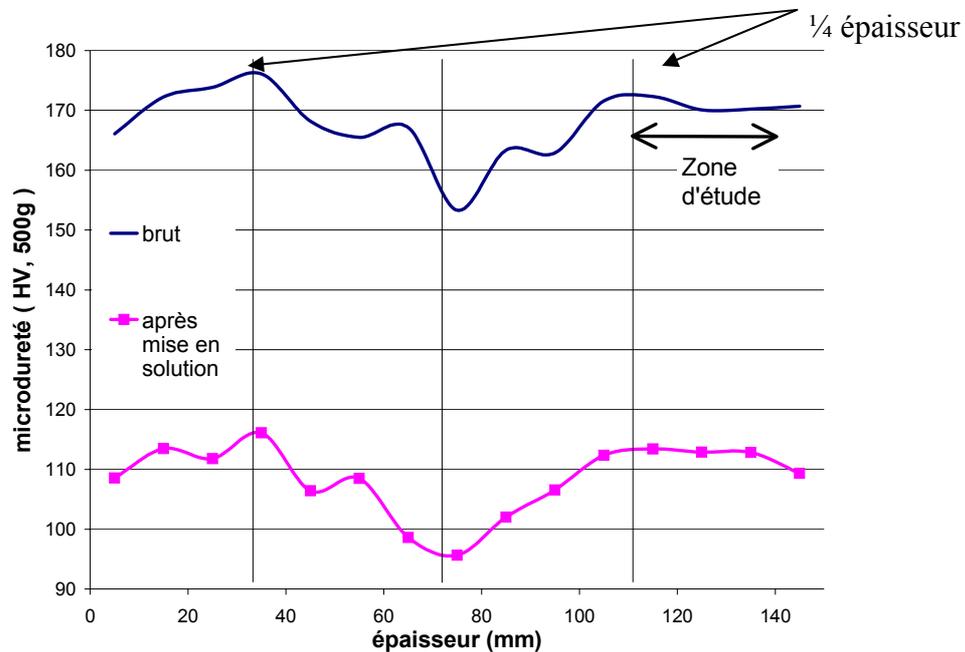


Figure II-4 : Evolution de la dureté le long de l'épaisseur du lingot de 7040, dans l'état de livraison (brut), et après une mise en solution

B. Les traitements thermomécaniques

A l'échelle industrielle, les alliages aéronautiques de la série 7000 suivent un traitement thermomécanique spécifique, qui permet d'obtenir les propriétés particulières (durcissement, ténacité, tenue en fatigue, résistance à la corrosion...) exigées par les clients. La Figure II-5 ci-dessous présente les diverses étapes de ce traitement.

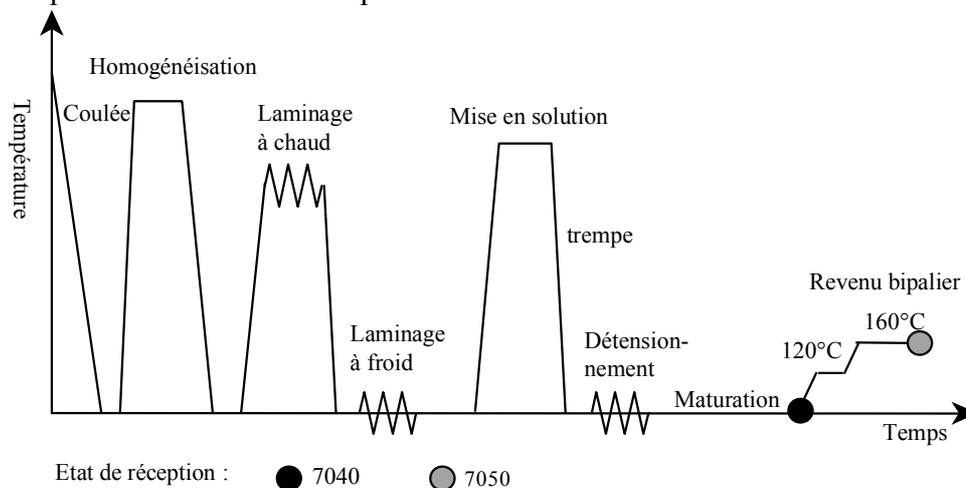


Figure II-5 : Cycle thermomécanique utilisé dans l'industrie pour les alliages 7000

Nous décrirons dans cette partie, à chaque étape du processus d'élaboration, les phénomènes métallurgiques qui conduisent à une modification de la microstructure et du comportement mécanique du matériau.

La thèse vise à maîtriser l'influence des paramètres de trempe et de revenu sur la résistance à l'endommagement des alliages 7000. Les alliages de l'étude, livrés dans des états de revenu divers, ont donc subi un premier traitement visant à remettre en solution la majorité des phases ayant précipité pendant le cycle industriel, pour contrôler la précipitation ultérieure.

Nous commencerons par présenter les caractéristiques des premières phases de l'élaboration que nous n'avons pas contrôlées : la coulée, l'homogénéisation et le laminage à chaud. Nous présenterons ensuite les dernières phases du traitement, en insistant sur les histoires thermiques que nous avons adoptées pour la thèse : la mise en solution, la trempe, la maturation à l'ambiante et le revenu. L'intérêt du détensionnement sera simplement mentionné, puisqu'il n'a pas été mis en œuvre dans la thèse, par souci de simplification.

1. L'homogénéisation

Le matériau se présente, en sortie de fonderie, sous la forme de plateaux très épais, environ 500 mm. Il est ensuite soumis à un traitement à très haute température (450-500°C) dans l'objectif d'homogénéiser d'une part la composition mais aussi les caractéristiques mécaniques.

Cette étape modifie sensiblement la microstructure. Elle conduit à une uniformisation de la teneur des éléments en solution solide. Elle provoque également la précipitation de nouvelles phases comme les dispersoïdes, et la dissolution des particules intermétalliques, de la phase S (Al_2CuMg) en particulier.

2. Le laminage à chaud

Le laminage est en fait la principale étape de mise en forme des tôles des alliages 7000. Il permet d'amener les plateaux à l'épaisseur désirée, qui est de 150 mm dans notre cas. Cette opération s'effectue à chaud, directement en sortie des fours d'homogénéisation. Elle conduit ainsi à d'importantes modifications de la microstructure à cause des fortes températures et déformations mises en jeu.

La structure granulaire est ainsi largement affectée par le laminage à chaud. Elle est initialement constituée de gros grains équiaxes issus de la fonderie, qui évoluent vers une microstructure largement fibrée, avec des grains type « crêpes », aplatis selon le plan de laminage et alignés dans la direction L . Cette étape de mise en forme agit d'autre part sur les particules fragiles d'intermétalliques, en les brisant puis en les alignant pour former des amas.

3. La mise en solution

La mise en solution est principalement utilisée afin de dissoudre la plus grande partie des composés ayant précipité pendant les étapes antérieures (coulée, homogénéisation et laminage à chaud). L'objectif consiste alors à remettre en solution solide tous les éléments d'addition : zinc, magnésium et cuivre. Elle est également optimisée pour son influence sur la structure granulaire. Un ajustement des paramètres caractéristiques (vitesse de montée en température, temps et température de maintien) permet effectivement de maîtriser les phénomènes de

restauration et de recristallisation, et de contrôler la taille de grains ou la fraction recristallisée. Ce traitement à haute température a pour dernier effet d'augmenter considérablement la concentration en lacunes, jusqu'à environ 10^{-4} d'après Embury et Nicholson (1965). Cette augmentation de la densité de lacunes est primordiale car elle représente un élément moteur de la précipitation durcissante pendant le revenu.

Comme le rappelle Thompson (1975), il est alors préférable pour optimiser cette mise en solution de travailler à température plus élevée, plutôt que d'avoir des traitements plus longs. Nous avons donc cherché à atteindre une température la plus haute possible, tout en restant en dessous de la limite de brûlure, qui correspond à la température au dessus de laquelle se produit une fusion locale du matériau. Après refroidissement, on trouverait alors des cavités à l'endroit où se trouvaient ces poches liquides.

Par souci de comparaison vis à vis de la sensibilité à la trempe, il est impératif d'utiliser le même traitement thermique pour les deux alliages. En effectuant une DSC sur la nuance la plus chargée- le 7050-, la température de brûlure la plus basse a été évaluée à 486°C . Nous avons ainsi déterminé la température de mise en solution optimale : 483°C . La Figure II-6 présente le profil thermique choisi. La montée en température se fait très lentement jusqu'à 483°C afin d'éviter tout risque de dépassement de la température de consigne. Des observations en optique et au MEB ont permis de vérifier que la température critique de brûlure n'est effectivement pas dépassée. En outre, le temps total de mise en solution est suffisamment court (80 minutes) pour ne pas affecter notablement la structure granulaire.

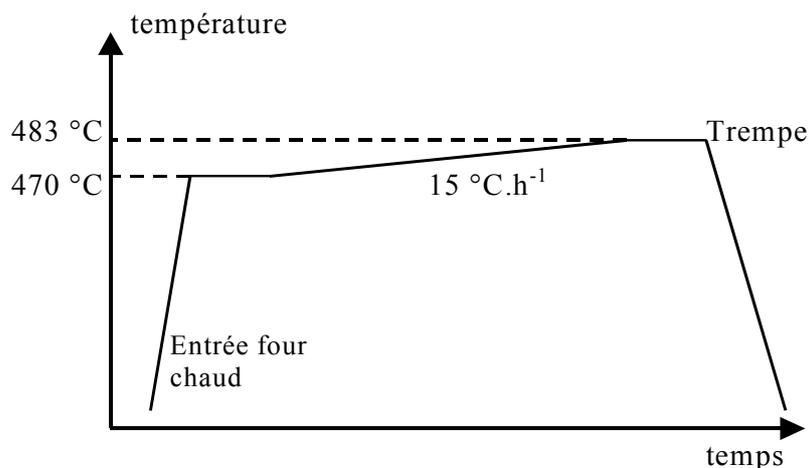


Figure II-6 : Mise en solution optimisée (temps total du traitement : 80 minutes)

4. La trempe

L'objectif de la trempe est de conserver le matériau dans l'état obtenu après le traitement de mise en solution, c'est à dire avec les éléments d'addition en solution solide et une forte densité de lacunes. La trempe industrielle consiste à plonger les tôles dans un grand volume d'eau froide. Pour les produits minces, les vitesses de trempe ainsi atteintes sont élevées car les alliages d'aluminium présentent l'avantage d'avoir une excellente conductivité thermique. Par contre, dans le cas de produits épais, le refroidissement global de la pièce est plus long et les vitesses de trempe ne sont pas uniformes : elles restent plus faibles à cœur de tôle. Le

gradient thermique ainsi provoqué conduit à la formation de fortes contraintes internes dans le matériau.

Le contrôle de ces contraintes résiduelles est impératif car il conditionne la maîtrise dimensionnelle et la tenue mécanique des produits, lors des opérations de mises en forme ultérieures. Ces contraintes peuvent diminuer la contrainte critique de rupture du matériau. La rupture peut alors se produire directement pendant la trempe (tapure) ou localement pendant des opérations d'usinage. Parallèlement ces contraintes internes favorisent les conditions de corrosion sous contraintes.

Ce fort gradient thermique, pendant la trempe des produits épais, se traduit également par un maintien plus long, à une température élevée, du matériau à cœur de tôle. Il en résulte une importante précipitation hétérogène, qui appauvrit la solution solide et par voie de conséquence, diminue le « pouvoir » durcissant du matériau. En outre, cette précipitation affaiblit sensiblement la résistance à l'endommagement (voir 3.E.1).

Différentes techniques de trempe ont donc été mises en œuvre dans cette thèse, afin de contrôler l'ampleur de la précipitation hétérogène, et de mettre en évidence son influence sur le comportement mécanique. La Figure II-7 présente les vitesses de trempe typiques que l'on peut atteindre dans le cas de tôles d'aluminium. Notre but est de simuler la trempe industrielle effectuée sur des produits de 150 mm d'épaisseur. Selon la Figure II-7, la vitesse de refroidissement à cœur est dans ce cas de l'ordre de $4^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (point A). Avec de l'eau bouillante, l'épaisseur équivalente est de 13 mm (point B). Nous avons donc mis en place un système de sandwich, constitué de notre éprouvette d'une épaisseur de 3 mm, entourée de deux plaques de 5 mm, que l'on immerge pour la trempe dans de l'eau bouillante. Par la suite, cette trempe sera appelée sandwich.

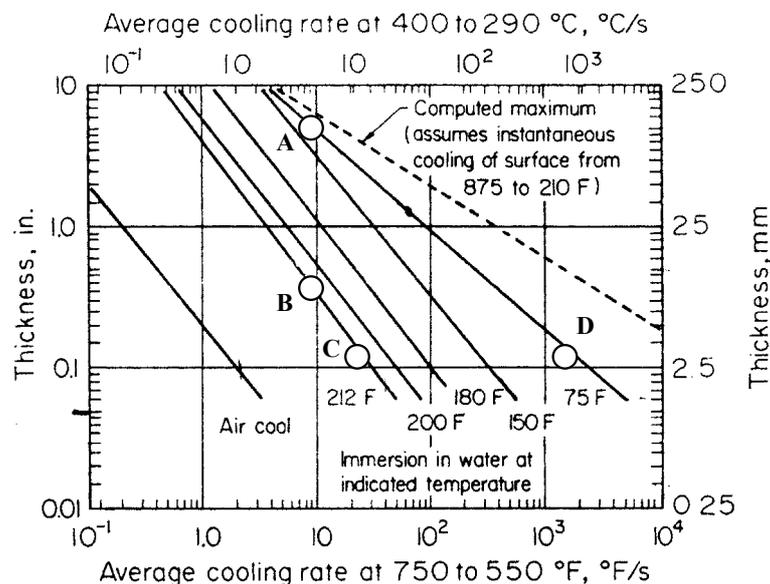


Figure II-7 : Influence de l'épaisseur et de la température de l'eau sur la vitesse moyenne de trempe, à mi-épaisseur, pour des tôles d'aluminium (d'après). [Pour rappel, $^{\circ}\text{C} = 5/9.(^{\circ}\text{F} - 32)$]

Deux autres techniques de refroidissement, plus rapides, ont également été utilisées dans la thèse. Les échantillons sont pour cela plongés directement dans de l'eau bouillante ou froide

ce qui donne sur des éprouvettes de 3 mm, des vitesses de refroidissement respectives de $11^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (point C) et d'environ $850^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ (point D).

Nous avons pu mesurer expérimentalement les vitesses de refroidissement de ces trois trempes, après le traitement de mise en solution, en insérant un thermocouple dans un échantillon refondu de l'alliage 7040. Les résultats sont présentés à la Figure II-8. Les vitesses mesurées sont bien comparables à celles prévues à la Figure II-7 (voir le Tableau II-3).

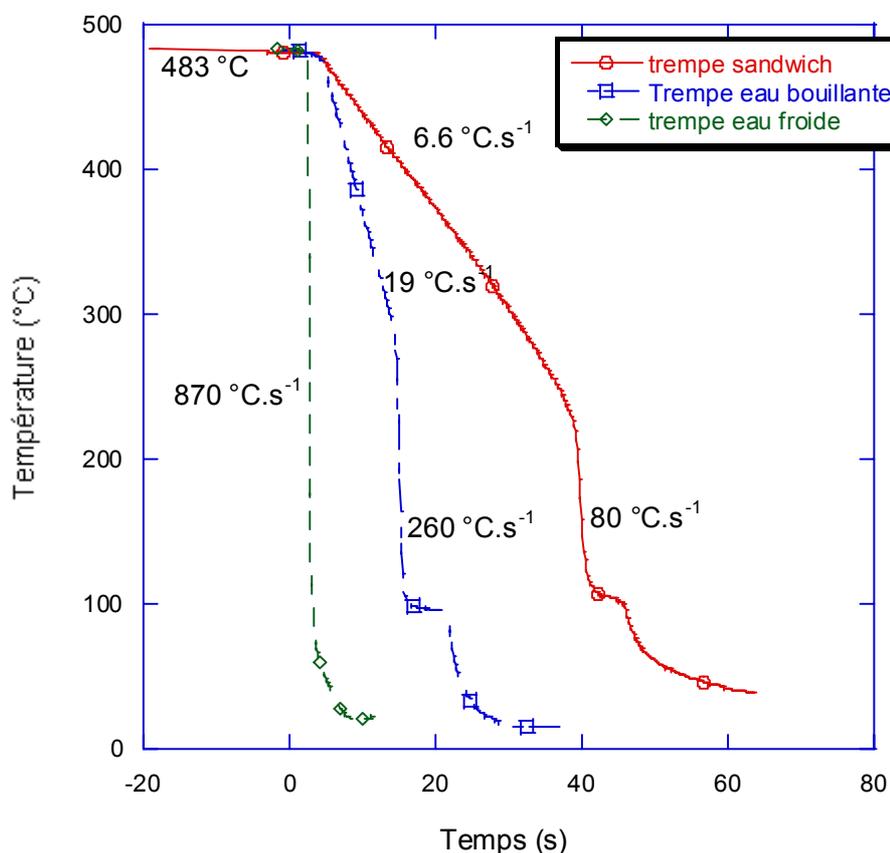


Figure II-8: Différence de vitesse de refroidissement entre les trempes à l'eau froide, à l'eau bouillante et sandwich.

Trempe	Froide	Bouillante	Sandwich
Vitesse de refroidissement prévue	$850^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	$11^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	$4^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$
Vitesse de refroidissement réelle	$870^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	$19^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	$6,6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$

Tableau II-3 : Vitesses de trempe à cœur, pour les éprouvettes de 3 mm

Par la suite dans ce rapport, les trempes froide, bouillante et sandwich seront respectivement citées sous les abréviations F, B et S.

5. Le détensionnement

Le paragraphe précédent a montré dans quelle mesure la trempe de produits de fortes épaisseurs conduisait au développement de contraintes résiduelles. L'intérêt du détensionnement est d'abaisser le niveau de ces contraintes en les relaxant plastiquement.

Pour ce faire, les tôles subissent une déformation plastique d'environ 2 %. L'axe de traction est toujours suivant la direction de laminage.

Deschamps dans sa thèse (1997) a largement étudié l'influence de ce détensionnement sur la précipitation fine lors du revenu. Nous avons choisi de *ne pas appliquer* ce traitement mécanique sur nos échantillons, pour limiter le nombre de paramètres susceptibles d'influencer le comportement en ténacité.

6. Le revenu

A ce stade du cycle thermomécanique, le matériau se caractérise par une forte concentration d'éléments d'addition en solution solide, et par une forte densité de lacunes. Cet état, très instable, va tendre à se décomposer en de nouvelles phases, qui conduiront à un durcissement structural. Les paramètres du traitement de revenu (température et temps de maintien) sont alors optimisés afin de maximiser l'ampleur de la précipitation fine durcissante.

Une première étape du mécanisme de durcissement des alliages Al-Zn-Mg-Cu (voir le § 1.B.2) consiste en la germination des zones Guinier-Preston. Celles-ci se forment très lentement à température ambiante, pendant la période dite de maturation. Pour cette thèse, les échantillons ont donc été laissés pendant trois jours et demi à l'air libre. A la fin de cette période, la cinétique de précipitation des zones GP est suffisamment lente pour que l'on puisse négliger des écarts de maturation de moins d'une heure.

Ensuite le revenu permet de terminer la séquence de durcissement structural par précipitation des phases η' puis η . Au cours de ce revenu l'état de dureté passe par un maximum (état T6). Cette amélioration des caractéristiques mécaniques du matériau s'accompagne toutefois d'une nette diminution de la résistance à la corrosion et de la ténacité. Il est de ce fait préférable, industriellement, d'utiliser des traitements au delà du pic de durcissement, des sur-revenus, afin d'améliorer le compromis entre toutes ces propriétés. Les revenus bi-paliers sont par ailleurs très souvent appliqués car ils stabilisent les phases intermédiaires du mécanisme de durcissement.

Un revenu du même type que ceux pratiqués dans l'industrie, a été utilisé dans cette thèse. Les montées en température ont toutes été fixées à $30^\circ\text{C}\cdot\text{h}^{-1}$. Le traitement comporte un premier palier de 6 heures à 120°C , et un second à 160°C (voir Figure II-9). Les différents temps de revenu nécessaires pour obtenir les caractéristiques mécaniques désirées, ont été déterminés par dureté (voir le chapitre 4).

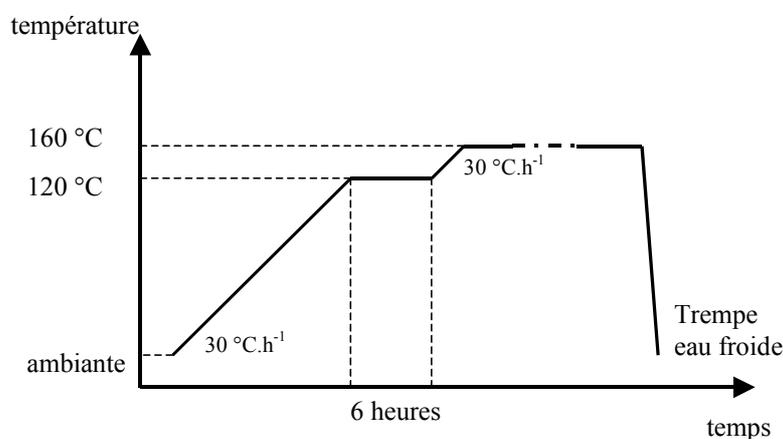


Figure II-9: revenu bi-palier, appliqué pendant cette thèse

→ En résumé, Pechiney Centre de Recherches de Voreppe nous a fourni deux alliages, 7040 et 7050, sous la forme de lingots directement prélevés dans des tôles industrielles. Les échantillons de cette thèse ont été découpés dans une zone stable allant de 1cm de la surface au quart de l'épaisseur totale de la tôle. Ils ont ensuite subi différents traitements thermiques, schématisés à la Figure II-10 :

- une *mise en solution*, pour dissoudre les phases ayant précipité pendant les étapes précédentes.

- une *trempe* plus ou moins rapide, afin d'étudier l'influence de la précipitation grossière. Nous avons utilisé dans la thèse trois techniques de trempe différentes:

- ◆ *trempe à l'eau froide (F)*,
- ◆ *trempe à l'eau bouillante (B)*,
- ◆ *et trempe sandwich (S)*.

- une *maturation à l'ambiante*, pour initier le durcissement structural par formation des zones Guinier-Preston.

- un *revenu* plus ou moins avancé, afin d'étudier l'influence de la précipitation fine durcissante.

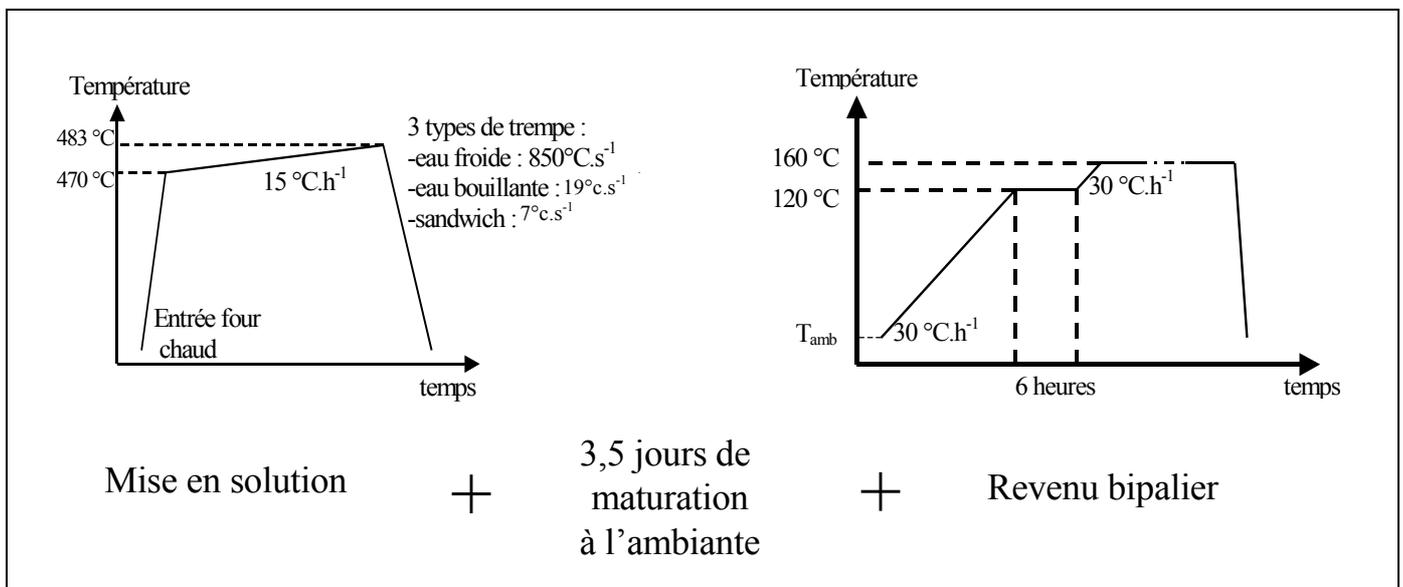


Figure II-10 :Récapitulatif des différents traitements thermiques utilisés dans cette thèse.

3. Influence de la microstructure sur la ténacité des alliages 7000 (Bibliographie)

Le comportement en ténacité des alliages 7000 a fait l'objet de nombreuses recherches depuis le début des années soixante. Cependant l'état actuel des connaissances ne permet pas d'expliquer de façon systématique les relations entre la microstructure et la résistance à l'entaille du matériau. Plusieurs constituants de la microstructure ont en effet une influence sur la ténacité. Cette influence dépend parfois des caractéristiques d'un autre paramètre et est de ce fait difficilement mise en évidence par l'expérience. Dans d'autres cas l'effet est indirect, voire contradictoire. Nous essaierons ici de présenter un état des lieux exhaustif et synthétique de toutes les influences déjà identifiées.

Bon nombre de paramètres microstructuraux sont susceptibles d'influencer le comportement en ténacité des alliages aéronautiques de la série 7000. Ils peuvent être répartis en quatre catégories :

- a) les *particules intermétalliques* grossières résultant de la fonderie, sur lesquelles la mise en solution est inefficace : phases au fer ou silicium ;
- b) les particules intermédiaires plus fines formées pendant le traitement d'homogénéisation : *les dispersoïdes* ;
- c) les *précipités durcissants* ;
- d) les *précipités hétérogènes de trempe*.

D'autres aspects de la microstructure, comme la structure granulaire (taille de grains, fraction recristallisée) ou les caractéristiques autour du joint de grains (en particulier les zones dénudées en précipité) peuvent avoir une influence, mais il est très difficile de la dissocier de celle des autres paramètres.

A. Les particules intermétalliques

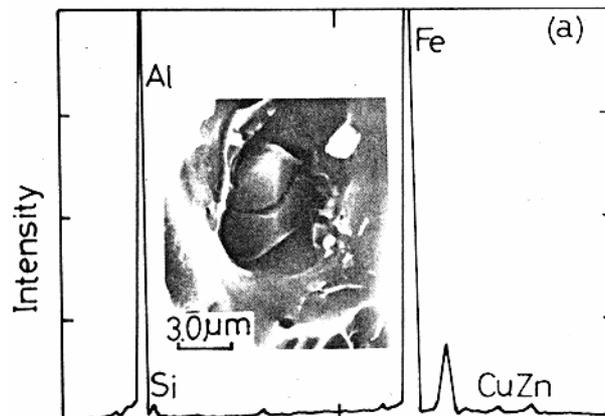


Figure II-11 : Analyse EDX d'un Al-Zn-Mg-Cu, montrant la présence d'une particule au fer, en fond de cupule. D'après Niinomi, 1987.

Les particules grossières sont en fait les sources privilégiées d'endommagement des alliages de la série 7000. Elles se présentent sous la forme de phases partiellement solubles de type Al_2CuMg / Mg_2Si , ou insolubles de type $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ (Lapasset et Renon, 1982, voir Figure II-11). De très faibles niveaux de déformation plastique conduisent à la formation de microcavités à l'interface de ces constituants. Ceux-ci se fractionnent par clivage ou plus fréquemment subissent une décohérence à l'interface, lorsque la plus grande contrainte principale dépasse une valeur critique (Broek, 1973 et 1974).

Burghard (1974) a remarqué que seule une partie de ces particules participent à la formation de cavités. De plus, il n'est pas nécessaire d'atteindre des niveaux de déformation élevés. Les travaux de Cai et Evans (1992) montrent que les premiers stades de la déformation se traduisent par la rupture des plus grosses particules. La fissuration des plus petites n'intervient que plus tard, pour des déformations plus importantes (voir Figure II-12). Il est par ailleurs possible d'observer la rupture des intermétalliques (en particulier les plus gros), en dehors de la zone déformée plastiquement (Broek, 1974).

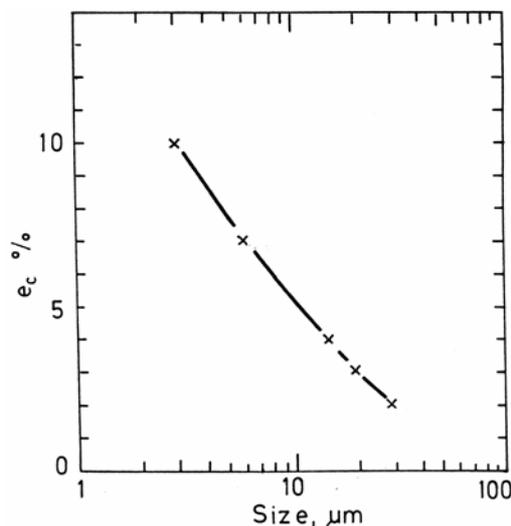


Figure II-12 : Déformations critiques nécessaires à la rupture de particules grossières de différentes tailles.
D'après Cai et Evans, 1992.

L'endommagement dû à la présence des phases grossières intervient dans la première phase du processus de rupture, afin d'initier les fissures. C'est ainsi que de nombreux travaux expérimentaux présentent une ténacité qui diminue systématiquement lorsque la teneur en particules intermétalliques au fer ou silicium augmente (Peel et al, 1972, Blind et Martin, 1983, Ohira et Kishi, 1986 ou Achon, 1994, voir Figure II-13).

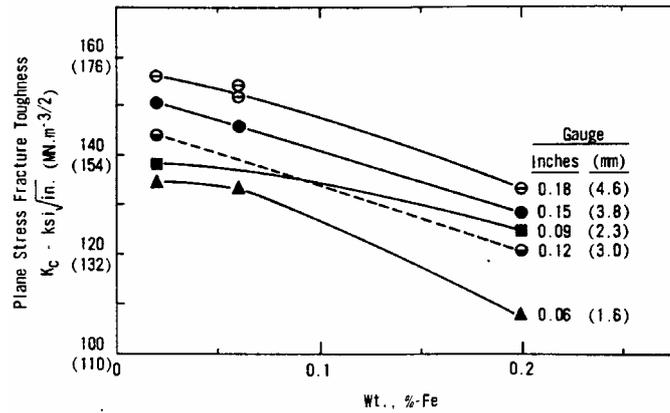


Figure II-13 : Influence de la teneur en fer sur la ténacité d'un 7075, pour différentes épaisseurs d'éprouvette. D'après Thompson, 1975.

Mais il est désormais admis que l'étape finale de la rupture est contrôlée par d'autres particules plus petites, que sont les dispersoïdes ou les précipités durcissants (Broek, 1974 et Santner, 1978). La jonction des microfissures formées sur les intermétalliques, a lieu selon un mode transgranulaire ductile (Lapasset et Renon, 1982, Cai et Evans, 1992). Yeh et Liu (1986) ont ainsi montré qu'une augmentation de la teneur en fer s'accompagnait d'une plus grande fraction de rupture transgranulaire sur le faciès de rupture (voir Figure II-14). Ce résultat peut paraître surprenant puisqu'une augmentation de la rupture transgranulaire est souvent associée à une meilleure ténacité. Ce raisonnement n'est en fait valable que lorsque la propagation de la fissure seule est prise en compte (c'est à dire pour une teneur en impuretés constante). La tendance observée s'explique simplement par le fait que l'espacement moyen, entre particules grossières, est de plus en plus faible ce qui facilite la jonction des microfissures.

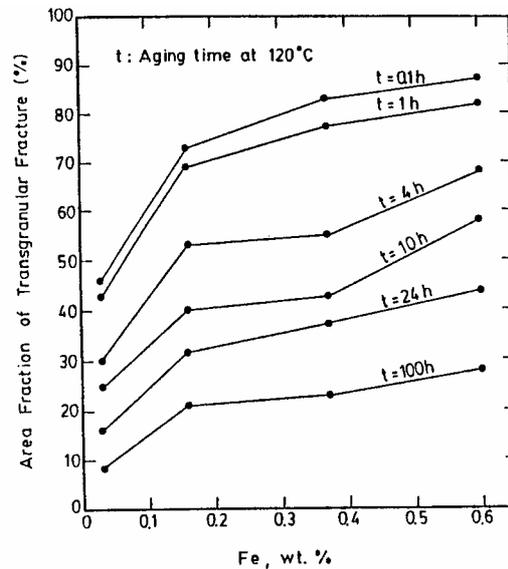


Figure II-14 : Variations de la fraction de rupture transgranulaire avec la teneur en fer, pour différents temps de maintien à 120°C ($f_{Si} < 0.01\%$). D'après Yeh et Liu, 1986.

Il devrait en conséquence exister une fraction maximale de particules au fer et au silicium, à partir de laquelle la rupture se réduit à l'étape d'endommagement sur les intermétalliques. Les résultats de Ohira et Kishi (1986) sur des 7075 tendent à montrer que cette teneur limite est

d'environ 0.4 poids %. Santner (1978), sur les mêmes alliages, arrive quant à lui une fraction de 0.2%. Les producteurs d'aluminium ont donc tout intérêt à s'éloigner le plus possible de ces valeurs critiques. Santner précise toutefois que le niveau de pureté minimum (fer + silicium), raisonnablement atteignable d'un point de vue commercial, est de 0.11 %. Il est suffisamment bas pour permettre une rupture en deux étapes, qui favorise la résistance à l'entaille: endommagement des particules intermétalliques, puis coalescence des cavités.

Enfin, la répartition de ces phases insolubles par rapport à la structure granulaire peut notablement influencer la ténacité. Pour les produits laminés, elles sont cassées puis alignées selon la direction de laminage. La mise en forme du matériau conduit ainsi à la formation d'agglomérats de particules compactées, appelés amas (Thompson, 1975 et Lapasset et Renon, 1982). Cet alignement des phases grossières est néfaste car il diminue la ténacité mesurée dans le sens travers court, et dans une plus faible mesure, dans le sens travers long. Le sens de prélèvement des éprouvettes fait donc varier l'influence des intermétalliques (Embury et Nes, 1974). Cela a été mis en évidence en prenant différentes orientations (Achon et al, 1996), mais aussi diverses épaisseurs d'éprouvettes, afin de faire varier les conditions de déformation (voir Figure II-13 et Tableau II-4).

Specimen Orientation*	K_{Ic} (ksi $\sqrt{\text{in.}}$)	Yield Strength (ksi)	Ultimate Tensile Strength (ksi)	Elongation pct
L-T	27.8	69.8	80.3	10.8
L-S	31.4			
T-S	27.1	67.5	78.6	7.4
T-L	21.2			
S-T	19.8	63.4	73.5	2.6
S-L	18.2			

Tableau II-4 : Ténacité d'un 7075 T651, pour différentes orientations d'éprouvettes. D'après Thompson, 1975.

B. Les dispersoïdes :

Les dispersoïdes au chrome ou au zirconium sont utilisés dans les alliages 7000 pour retarder les phénomènes de recristallisation et de grossissement de grain par des processus d'ancrage. Ils ont en ce sens une influence indirecte sur la ténacité, puisqu'ils contrôlent l'effet de la structure granulaire (Bryant, 1972, Thompson, 1975 et Hahn et Rosenfield, 1975). C'est aussi pour cette raison que les travaux expérimentaux cherchant à étudier l'influence des antirecristallisants, restent difficiles à mettre en œuvre.

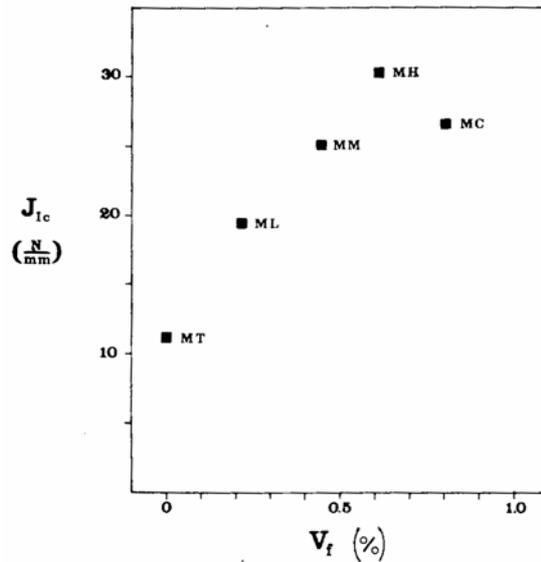


Figure II-15: Ténacité en fonction de la fraction volumique de dispersoïdes, pour différents alliages Al-Mg-Si (à taille de grain et limite d'écoulement équivalentes). Seul l'alliage MC contient des phases au fer. D'après Blind et Martin, 1983.

Plusieurs études tendent cependant à montrer que les dispersoïdes agissent directement sur la ténacité. Les résultats de Dunwoody et al (1973), Thompson et Zinkham (1975) et Blind et Martin (1983, voir Figure II-15) montrent qu'une fraction plus importante d'antirecristallisants est favorable à la résistance à l'endommagement. Ces phases au zirconium non cisailables bloquent en effet les premières bandes de glissement apparaissant au début de la déformation. Les dislocations en s'accumulant conduisent ensuite à un élargissement et à un rapprochement de ces bandes. Il en résulte un glissement plus homogène, une contrainte exercée par la matrice sur le joint de grains plus faible et une part de rupture intergranulaire moins importante.

Thompson et al (1971) prétendent plus simplement que les dispersoïdes sont favorables à la ténacité, puisqu'ils représentent d'autres sites de germination pendant la trempe (Godard, 1999). Les fissures se propagent alors plus difficilement au niveau des joints de grains, car ceux-ci sont moins décorés en précipités grossiers. Toutefois cet effet semble peu raisonnable car la solution solide appauvrie par la précipitation grossière sur les phases au zirconium n'est pas majoritairement localisée autour des joints de grains. Il s'agit en effet d'une précipitation *transgranulaire*. Elle a donc peu de chances de limiter efficacement la précipitation sur les joints et sous joints de grains.

Dans certains cas, par contre, les dispersoïdes peuvent être défavorables à la résistance à l'entaille. Le lieu et le moment où va commencer la rupture ductile sont certes contrôlés par les caractéristiques des particules de seconde phase au fer, mais les résultats de Broek (1973), repris par Thompson et Zinkham (1975) et Hahn et Rosenfield (1975), tendent à montrer que le processus de rupture dépend davantage des dispersoïdes. En effet la déformation critique nécessaire à la coalescence des microcavités formées initialement sur les intermétalliques, dépend pour une grande part de la nature et de la distribution en taille des phases au zirconium. En particulier, les antirecristallisants trop gros (environ 40 nm) peuvent agir de la même manière que les particules grossières et représentent des sources d'endommagement par formation de cavités à l'interface avec la matrice (Chen et Knott, 1981 ou Uguz et Martin, 1995).

En étudiant l'alliage 7075, Kirman (1971) a ainsi expliqué qu'une diminution de la teneur en dispersoïdes au chrome se traduisait par une augmentation de l'énergie nécessaire à une rupture transgranulaire. Broek (1973) a d'ailleurs remarqué que l'espacement entre les cupules sur le faciès de rupture se rapprochait de l'espacement entre les dispersoïdes (voir la Figure II-16). Ludtka et Laughlin (1982) ont également observé cette tendance dans des alliages Al-Zn-Mg-Cu sans phases au fer et ce, indépendamment du mode de rupture. Leurs travaux mettent alors en évidence une rupture intergranulaire essentiellement contrôlée par la formation de cavités à la surface des particules au chrome sur les joints de grains, les précipités η intergranulaires n'intervenant que dans la phase de coalescence.

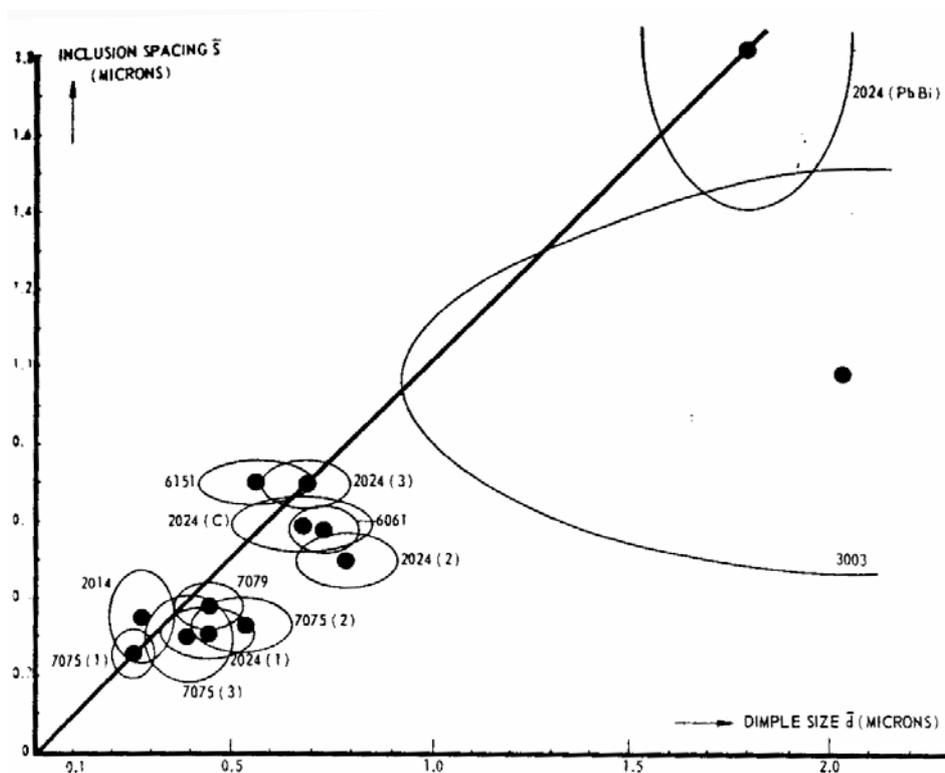


Figure II-16: Relations entre la taille des cupules et l'espacement entre dispersoïdes, pour différents alliages d'aluminium. D'après Broek, 1973.

Selon Chen et Knott (1981), rejoints par Uguz et Martin (1989 et 1995), il est ainsi préférable d'utiliser les dispersoïdes au zirconium, afin de minimiser leur effet défavorable sur la ténacité. Ils sont, en tant qu'antirecristallisant, aussi efficaces que les phases au chrome, mais présentent l'avantage d'être plus petits, avec une forme parfaitement sphérique et en semi-cohérence avec la matrice. De ce fait leur énergie d'interface est plus faible et rend la formation de cavités par décohésion à l'interface plus difficile.

C. Les précipités durcissants : caractéristiques de la déformation plastique de la matrice

La présence de précipités durcissants se traduit par une modification importante des propriétés plastiques, en particulier en termes de limite d'écoulement et de coefficient d'écrouissage. Mais l'évolution de la nature de ces précipités peut être également responsable d'une localisation variable de la déformation dans le matériau, via la planéité du glissement.

A partir d'essais de déchirement, Kirman (1971) a décrit l'évolution de la résistance à l'endommagement en fonction du temps de revenu ou encore du durcissement structural. Ainsi, en partant d'un état sous-revenu, la ténacité diminue jusqu'à atteindre un minimum au niveau du pic de durcissement, puis remonte légèrement pour un état sur-revenu (voir la Figure II-17). Kirman a bien précisé, qu'à limite d'écoulement constante, un état sous-revenu est plus tenace que l'état sur-revenu correspondant. Ces résultats ont été très souvent confirmés dans la littérature : Hahn et Rosenfield (1975), Garrett et Knott (1978), Sugamata et Kaneko (1982)... Seul Queeney (1974) a trouvé des conditions expérimentales (revenu à 120°C) qui présentaient une ténacité maximale au pic de durcissement. Ainsi le traitement de revenu contrôle très nettement le comportement en ténacité des alliages 7000. Nous chercherons dans la thèse à comprendre cet effet.

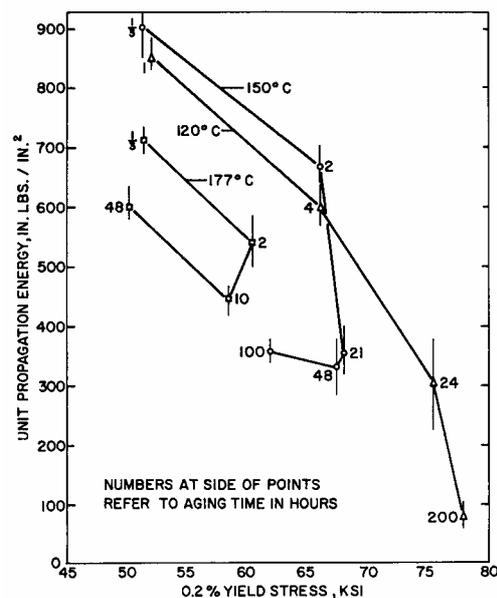


Figure II-17: Variations de l'énergie de propagation de fissure en fonction de la limite d'écoulement, pour différentes températures de revenu. D'après Kirman, 1971.

1. La localisation de la déformation

Afin de mieux comprendre l'influence du revenu sur la ténacité, il est nécessaire de connaître le comportement du matériau pendant la déformation. Au cours des premières étapes du mécanisme de durcissement structural, l'alliage se compose de zones Guinier-Preston, en complète cohérence avec la matrice, et / ou de précipités η' , partiellement cohérents. Ces précipités sont donc facilement cisailés par les dislocations qui se disposent sous forme d'empilements coplanaires (Kirman, 1971). Le glissement plastique est ainsi très planaire. Les travaux de Ryum (1967, 1968 et 1969), sur les alliages Al-Zn-Mg, ont montré que la déformation se faisait alors plutôt sous la forme très hétérogène de bandes de cisaillement sur les plans $\{111\}$. Cette tendance a été retrouvée ultérieurement dans bon nombre d'études : Welpmann et al (1980) sur un Al-Zn-Mg-Cu et Sanders et Starke (1982) ou Gregson et Flower (1985) sur des Al-Li.

La localisation planaire de la déformation dans la matrice est désormais bien admise. Ryum et al (1967) ont suggéré les premiers qu'elle peut conduire à une importante concentration de contraintes, en tête de la bande de glissement. Celle-ci peut entraîner une rupture

intergranulaire ductile, en renforçant l'endommagement des particules sur les joints de grains (Ryum, 1968). Starke et al (1981) pour leurs alliages Al-Li, et Kuramoto et al (1996) sur des Al-Zn-Mg ont de la même manière avancé que les bandes de cisaillement se bloquent sur les joints, transfèrent la déformation à la zone dénudée en précipités et renforcent la rupture intergranulaire. Toutefois, comme l'ont souligné Vasudévan et Doherty (1987), l'influence d'un glissement localisé sur ce mode de rupture ne peut être sensible que si les joints de grains sont déjà affaiblis, notamment par des particules grossières. La formation des bandes ne fait, en d'autres termes, que renforcer indirectement l'effet défavorable des précipités intergranulaires.

Mais la concentration de contraintes, en tête de la bande de glissement, peut être accommodée par cisaillement dans le grain adjacent. En ce sens, la formation des bandes $\{111\}$ favorise une rupture transgranulaire. Welpmann et al (1980) ont ainsi observé sur un 7075, à -196°C , une rupture sur des facettes de cisaillement $\{111\}$, pour des états sous-revenus. Nes (1978) sur des Al-Zn-Mg et Gregson et Flower (1985) sur des Al-Li ont remarqué la même tendance, à température ambiante.

Ainsi, que l'alliage ait tendance à rompre selon un mode transgranulaire ou intergranulaire, la présence de bandes de cisaillement a un effet défavorable. Il est donc toujours préférable d'avoir un glissement homogène dans la matrice. Par ailleurs, la nature des précipités durcissants est souvent utilisée pour expliquer l'évolution du mode de rupture pendant le revenu. Mais ce type de raisonnement n'est plus valable pour des traitements allant au delà du pic de durcissement, puisqu'il traduit, en général, le passage du mode de cisaillement des précipités à celui du contournement (Sanders et Starke, 1982). Le glissement devrait en principe être moins planaire.

2. L'influence de la précipitation intragranulaire sur la ténacité

La localisation de la déformation, via la formation de bandes de cisaillement intense, permet d'expliquer qualitativement la chute de la ténacité pendant le sous-revenu. Elle accélère tous les processus d'amorçage et de propagation de fissures, que ce soit dans la matrice ou au niveau des joints de grains. Les résultats de Hahn et Rosenfield (1975) confirment cette tendance en expliquant que, pendant le sous-revenu, le matériau perd petit à petit la capacité à s'écrouir du fait de la déformation localisée en bandes. La propagation de la fissure, d'un amas d'intermétalliques à un autre, est du coup plus rapide, selon un mode transgranulaire ductile sur les dispersoïdes ou les précipités intragranulaires. En comparant la résistance à l'endommagement d'un 7075 après différentes températures de revenu, Kirman (1971) prétend au contraire ne pas observer d'effet direct de la microstructure de la matrice sur la ténacité. Ceci est probablement lié au fait que l'écoulement plastique est dans son cas davantage contrôlé par les caractéristiques des dispersoïdes au chrome. La formation des bandes se fait alors dès les tout premiers stades du revenu, indépendamment de la précipitation fine.

Parallèlement, seuls Ludtka et Laughlin (1982) ont tenté d'expliquer à partir de l'évolution de la précipitation dans la matrice, pourquoi la résistance à l'endommagement est minimale après un revenu au pic de durcissement. Le point critique est selon eux la concentration de la déformation dans la PFZ autour des joints de grains. Cette zone, comparée au reste du matériau, apparaît comme d'autant plus molle après un traitement au pic, puisque l'écart

$(\sigma_{\text{matrice}} - \sigma_{\text{PFZ}})$ y est alors maximal. C'est donc dans ces conditions que la localisation de la déformation, et par suite l'endommagement sont les plus importants.

En fait peu d'auteurs prétendent que la précipitation durcissante contrôle directement le comportement en ténacité. Ils associent plus volontiers la baisse de la résistance à l'endommagement pendant le revenu, à un élargissement de la PFZ ou à un grossissement des précipités sur les joints de grains (Kirman, 1971). Il semble pourtant que c'est dans une combinaison des effets sur l'écroutissage (voir le chapitre IV), la limite d'élasticité, la planéité de la déformation et la fragilisation des joints de grains qu'il faille rechercher l'interprétation de l'effet des traitements thermiques sur la ténacité.

D. La structure granulaire

De nombreux paramètres, représentatifs de la structure granulaire, sont susceptibles d'influencer la résistance à l'endommagement. Thompson et Zinkham (1975), en s'appuyant sur la Figure II-18, prétendaient que le taux de recristallisation, la forme et la taille des grains sont les paramètres majeurs contrôlant la ténacité.

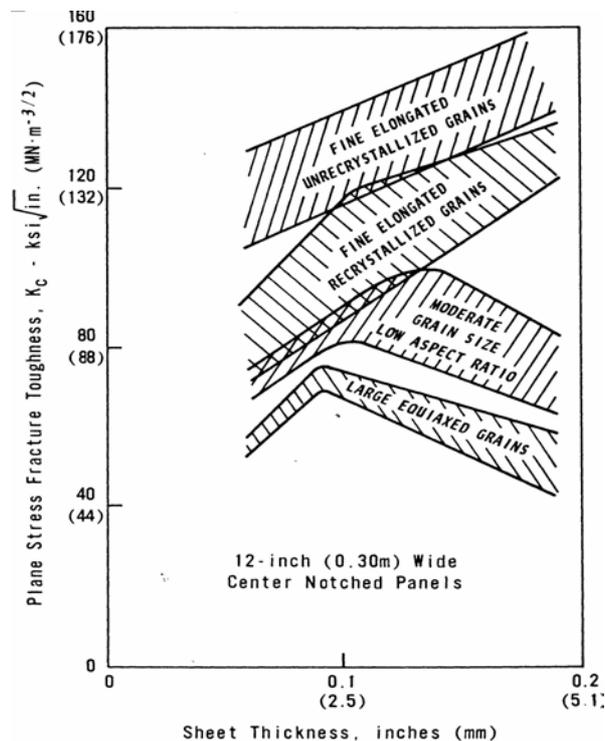


Figure II-18 : Effet de la recristallisation, des formes et tailles de grains sur la ténacité d'un 7075. D'après Thompson, 1975.

Plusieurs études sur l'influence de la taille de grains ont été menées. Thompson et Zinkham (1975), affirment que la ténacité augmente en diminuant la taille des grains (voir la Figure II-19). Gräf et Hornbogen (1977) les rejoignent mais précisent que ce comportement n'est valable que lorsque le mode de rupture intergranulaire est majoritaire, c'est-à-dire pour des revenus au pic (T6). Cela peut expliquer pourquoi Niinomi et Kobayashi (1987), qui ont majoritairement décrit des modes de rupture transgranulaire, ont observé des ténacités maximales ne correspondant pas aux tailles de grains les plus fines.

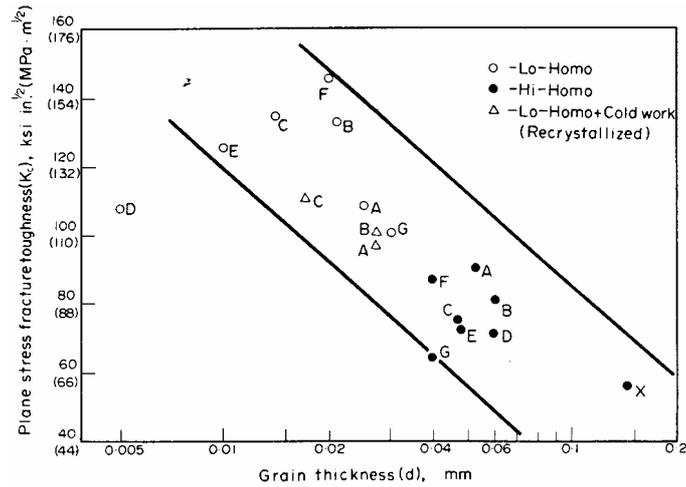


Figure II-19 : Variations de la ténacité avec la taille de grains. D'après Thompson et Zinkham, 1975.

Les travaux traitant de l'influence de la fraction de grains recristallisés, sont également légèrement en désaccord. On prétend très souvent qu'une microstructure n'ayant subi aucune recristallisation, est favorable à la ténacité. Un grain recristallisé, du fait de la forte désorientation entre grains voisins, présente en effet un joint moins résistant et favorise une rupture de type intergranulaire. Les recherches de Alcaron et al (1991), Dorward et Beerntsen (1995, voir la Figure II-20), Lapasset et Renon (1982) ou encore plus récemment Morère (1999), ont effectivement mis en évidence une très légère influence de la fraction recristallisée allant dans ce sens. Mais le taux de recristallisation est certainement, pour la ténacité, un paramètre du second ordre.

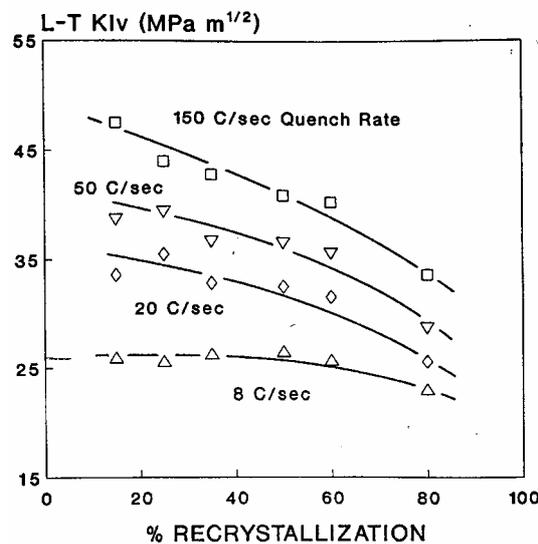


Figure II-20 : Influence de la fraction recristallisée sur la ténacité d'une tôle (14 mm) de 7050 revenu T6 D'après Dorward et Beerntsen, 1995.

Pour rappel, les vitesses de trempe industrielles sur tôles épaisses sont de l'ordre de $6,6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Ainsi, comme le montre la Figure II-20, l'écart maximum ne dépasse pas $5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ chez Dorward et Beerntsen (1995), $4,5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pour Alarcon et al (1991) et environ $1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pour Morère (1999). Lapasset et Renon (1982) ont d'ailleurs préféré écrire qu'il n'y avait pas d'influence du tout, et que les différences observées étaient de l'ordre de l'erreur expérimentale. Au contraire les résultats de Thompson et Zinkham (1975) présentent des effets considérables (écart maximum de $120 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ pour le deuxième alliage de la Figure

II-21) mais les auteurs eux-mêmes annoncent que la contribution de la fraction recristallisée est négligeable par rapport à l'effet taille de grains. Ces travaux ne font en fait que mettre en évidence la complexité des études sur la ténacité des alliages 7000: avec leurs expériences, les auteurs ne peuvent identifier clairement l'effet de chaque paramètre.

Morère (1999) et Dorward et Beerntsen (1995, voir la Figure II-20) ont d'autre part montré que l'influence de la fraction recristallisée était plus nette pour des trempes rapides. C'est probablement aussi pour cette raison que Thompson et Zinkham (1975) ont observé de gros écarts, étant donné les faibles épaisseurs des tôles de leur étude (voir la Figure II-21).

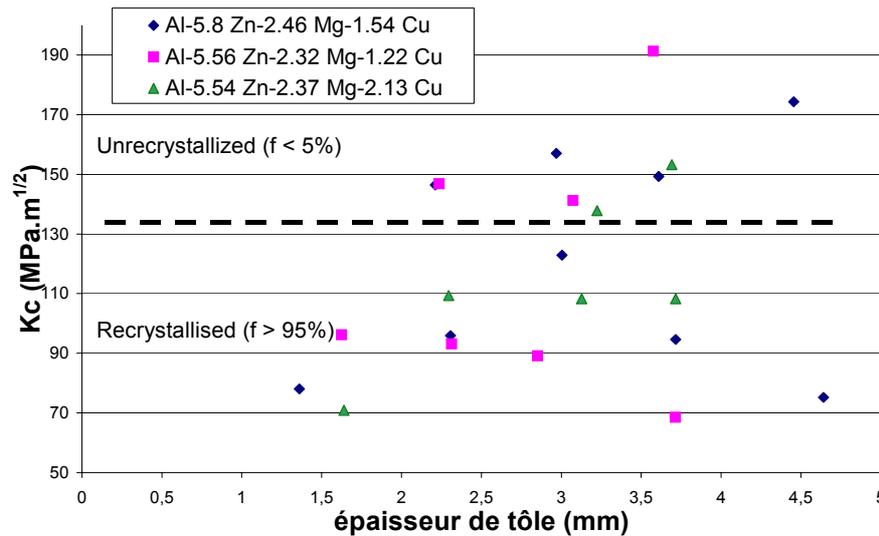


Figure II-21 : Influence de la fraction recristallisée sur la ténacité d'alliages 7000, dopés en zirconium (0.11 %), pour différentes épaisseurs de tôle. Reprise des résultats de Thompson et Zinkham, 1975.

E. La microstructure des joints de grains

Les caractéristiques des joints de grains peuvent influencer le comportement en ténacité du matériau, en offrant notamment à la fissure un chemin moins coûteux en énergie. Il est utile de rappeler que le mécanisme de formation des PFZ, dans les alliages de la série 7000, est associé à un "vent" de lacunes, indépendamment de la formation de précipités sur les joints de grains. Il est de ce fait expérimentalement possible d'étudier une large gamme d'états de précipitation intergranulaire et de PFZ (Raghavan, 1980).

1. Les particules sur les joints de grains

Une trempe lente, dans les alliages 7000, s'accompagne d'une précipitation intergranulaire grossière, avec des fractions volumiques importantes. Thomas et Nutting (1957), rejoints par Sedriks et al (1969), ont été les premiers à montrer que cette précipitation intergranulaire peut être responsable de la formation de cavités, qui favorisent un mode de rupture intergranulaire ductile. L'effet néfaste sur les caractéristiques mécaniques, via cette formation de cavités, a été de nombreuses fois mis en évidence dans la littérature. Une proportion non négligeable de particules sur les joints de grains entraîne, pour un même niveau de limite d'écoulement, une baisse très sensible de la ductilité (Cornish et Day, 1971 et Thompson et al, 1971) et de la

ténacité (Unwin et Smith, 1969, voir la Figure II-22, Embury et Nes, 1974 et Dorward, 1986, sur des Al-Li-Cu).

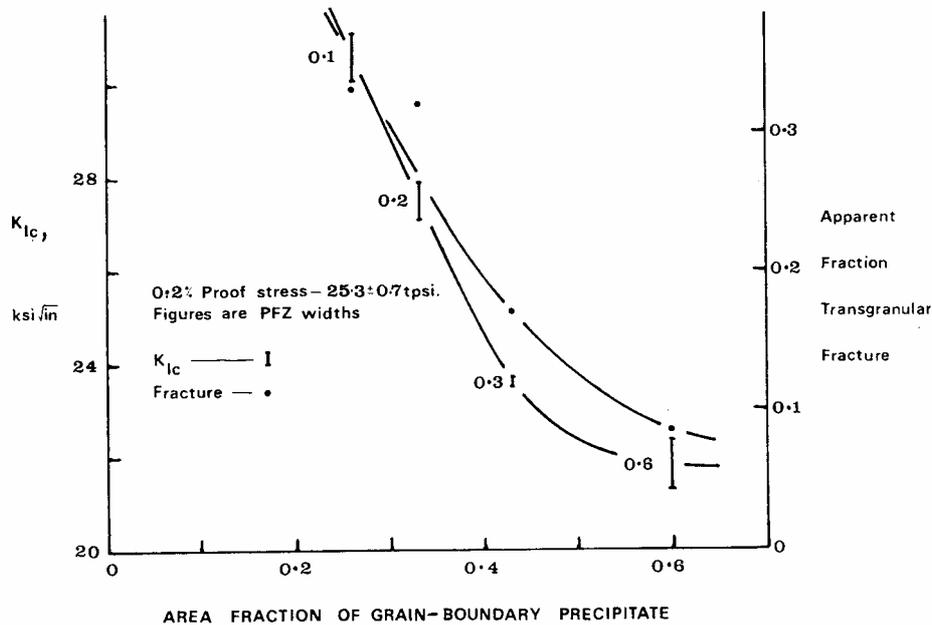


Figure II-22: Influence de la précipitation aux joints de grains sur la ténacité d'un Al-6% Zn-3% Mn. D'après Unwin et Smith, 1969

L'évolution de la résistance à l'endommagement en fonction du revenu a été pour la première fois étudiée par Kirman (1971) sur un 7075. Ses résultats montrent que les précipités sur les joints de grains sont responsables d'une rupture intergranulaire, notamment pour les états revenus au pic et sur-revenus. Cette tendance est selon lui, liée à l'augmentation de la taille et de la fraction volumique des particules sur les joints, du fait du grossissement pendant le traitement de revenu. Les travaux de Hahn et Rosenfield (1975), Van Stone et Psioda (1975), Garrett et Knott (1978), Lynch (1991) sur les Al-Li confirment ce raisonnement. Le développement de la population des joints de grains pendant le revenu conduit à une diminution progressive de la contrainte nécessaire à la rupture intergranulaire.

Kirman (1971) a d'autre part remarqué que l'espacement sur le faciès de rupture entre les cupules ductiles sur joints de grains est proche de la distance séparant deux précipités intergranulaires, avant rupture. Burghard (1974) a également observé une bonne corrélation sur ses Al-Cu. Mais il a montré que la taille des cupules est bien souvent supérieure à l'espacement des précipités sur les joints. En fait, une fois la cavité formée, les particules dans le voisinage direct n'ont plus d'influence sur la croissance de cette cavité. Les travaux de Kawabata et Izumi (1976 a et b) sur des Al-Zn-Mg ont ainsi montré que seules les plus grosses agissent et participent à l'endommagement par formation des microcavités. Il existerait même, selon eux, vingt à quarante fois moins de cupules que de précipités sur les joints de grains.

Les résultats de Ludtka et Laughlin (1982), sur des alliages 7075 sans impuretés au fer ou au silicium, confirment cette tendance. Les cavités intergranulaires se forment sur les particules intergranulaires les plus grosses, dans ce cas les dispersoïdes au chrome. L'espacement de ces dispersoïdes se corrèle d'ailleurs bien avec la distance entre cupules sur les joints de grains. Mais les auteurs précisent également que les précipités η , plus petits, participent au processus de coalescence des cavités, associé à la propagation de la fissure.

En résumé, il a été clairement montré qu'une grande proportion de particules sur les joints de grains est défavorable à la ténacité, et mène à une rupture intergranulaire ductile. Le rôle de la taille de ces particules n'a par contre pas encore été systématiquement étudié. Mais on peut s'attendre à ce que les plus grosses particules endommagent davantage que les plus petites. La forme doit de même avoir une influence non négligeable. Des précipités allongés en plaquettes, comparés à d'autres plus sphériques, favorisent une plus grande concentration de contraintes et sont davantage susceptibles de générer des cavités (Vasudévan et Doherty, 1987 et Mou et al, 1995).

2. La zone dénudée en précipités (PFZ)

Selon plusieurs travaux, l'influence de ces zones molles sur la réponse du matériau à une sollicitation mécanique peut être très sensible. Varley et al (1957-58) furent les premiers à émettre l'idée qu'elles sont responsables, en particulier, d'une importante localisation de la déformation autour des joints de grains, qui ne fait qu'amplifier le processus d'endommagement sur les précipités intergranulaires, décrit au paragraphe précédent.

Les travaux de Sedriks et al (1969) et d'Unwin et Smith (1969), entre autres, représentent une preuve irréfutable de cette localisation de la déformation dans les PFZ, pour des alliages Al-Zn-Mg. Des observations en microscopie en transmission ont en effet mis en évidence de fortes densités de dislocations autour des joints de grains, sur des éprouvettes légèrement déformées. Gräf et Hornbogen (1977 b) ont d'ailleurs entrepris une étude quantitative qui présente des déformations en cisaillement dans la PFZ (de 500 nm de large dans leur cas, soit bien plus que ce qui est rencontré dans la pratique), dix fois supérieures à celle imposée macroscopiquement par essai de traction ($\varepsilon \sim 0.1$).

Hornbogen et Gräf (1977 a), Welpmann et al (1980) et Ludtka et Laughlin (1982) ont également précisé que l'étendue de cette localisation de la déformation augmente avec la différence de niveaux de contrainte entre la matrice et cette zone dénudée en précipités. Plus le revenu progresse, plus l'intérieur du grain se durcit et plus la PFZ représente une zone molle où les dislocations peuvent s'accumuler. Un traitement de revenu au pic conduit à un écart ($\sigma_{\text{matrice}} - \sigma_{\text{PFZ}}$) maximum et fournit les conditions optimales pour que la déformation se concentre dans la PFZ.

Ainsi les zones dénudées en précipités contribuent à une fragilisation intergranulaire supplémentaire en favorisant des concentrations plus importantes de déformation autour du joint. L'impact sur les performances mécaniques reste pourtant un sujet de désaccord. D'un côté, les résultats d'Unwin et Smith (1969) sur les Al-Zn-Mg montrent que la largeur de la PFZ n'a pas d'effet sur la ductilité. De l'autre, les travaux de Starke (1970) Ryum (1967 et 1968) et Lynch (1973) expliquent qu'une augmentation de la largeur de la zone molle améliore les caractéristiques d'allongement à rupture. Il est selon eux préférable d'avoir de larges PFZ car cela favorise une plus grande relaxation des contraintes, concentrées autour des joints de grains.

D'autres enfin (Lin et al, 1982, Starke et Lin, 1982 et Vasudévan et Doherty, 1987), pour compléter la confusion, prétendent qu'une absence totale de PFZ permet d'avoir une meilleure ductilité, puisque la déformation ne se localise plus autour du joint. Elle se répartit de façon plus homogène dans le matériau et doit donc atteindre une valeur plus élevée pour que le processus d'endommagement sur les précipités intergranulaires se déclenche (voir la Figure II-23).

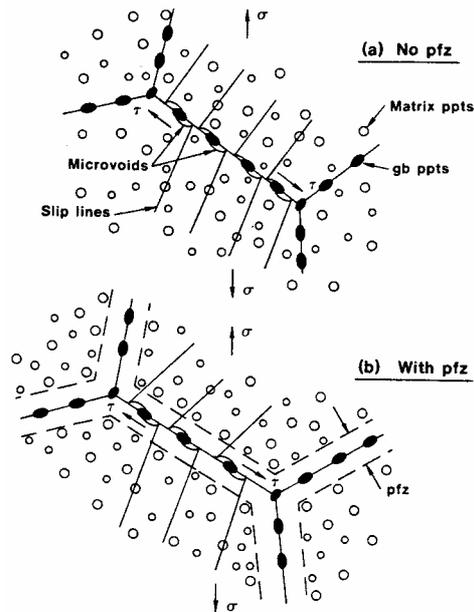


Figure II-23: Représentation schématique du processus de déformation, sans (a) et avec (b) une zone dénudée en précipités. D'après Vasudévan et Doherty, 1987.

Il semble finalement que la PFZ, intrinsèquement, n'a que peu d'influence sur la résistance à l'endommagement (Thompson, 1975, Vasudévan et Doherty, 1987). Unwin et Smith (1969), en faisant varier sa largeur, à limite d'écoulement et précipitation intergranulaire constantes, n'ont observé aucun effet de la zone dénudée sur la ténacité (voir la Figure II-24). Les travaux de Kirman (1971) conduisent aux mêmes conclusions. Ce dernier précise d'ailleurs que la largeur de la PFZ, en restant constante pendant le revenu, ne peut être responsable des écarts observés entre les états sous- et sur-revenus. Le raisonnement de Ludtka et Laughlin (1982), à partir de la différence ($\sigma_{\text{matrice}} - \sigma_{\text{PFZ}}$), peut par contre fournir une explication qualitative (voir Chapitre II.3.C.2).

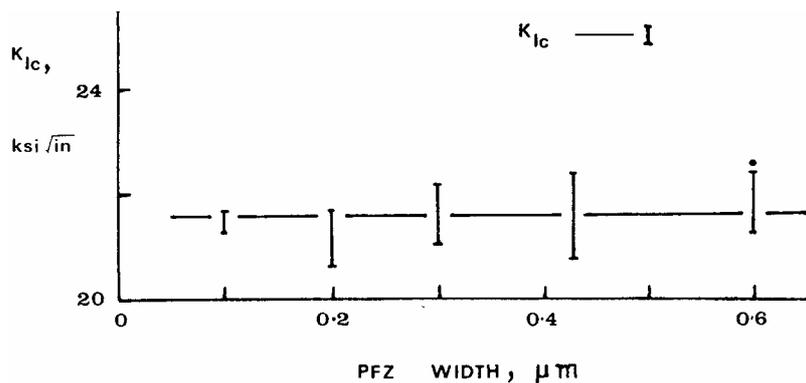


Figure II-24: Evolution de la ténacité d'un Al-6% Zn-3% Mg en fonction de la largeur de la zone dénudée en précipités. D'après Unwin et Smith, 1969.

F. Aspects microstructuraux considérés dans cette thèse



Les nombreux travaux réalisés jusqu'alors ont fourni une liste confuse et parfois contradictoire de paramètres de la microstructure ayant une influence sur la ténacité des alliages de la série 7000. Seuls quelques uns vont intervenir dans notre étude. L'influence de la teneur en dispersoïdes, de la structure granulaire, de la fraction de grains recristallisés ou encore de la largeur des PFZ ne sera pas prise en compte. Pour des raisons de simplification, qui seront justifiées par nos résultats expérimentaux, on considèrera en effet que ces paramètres ne varient pas d'un alliage à l'autre, et qu'ils n'évoluent pratiquement pas pendant les traitements thermiques.

Le but de ce travail est de cerner l'effet des précipitations inter-, trans- et intragranulaire par l'intermédiaire des différentes vitesses de trempe et temps de revenu. Il sera en particulier possible de tenir compte de l'évolution de la plasticité de la matrice, en termes d'écrouissage et de limite d'élasticité. Parallèlement l'influence des précipités intergranulaires sur les joints et sous-joints de grains et transgranulaires en bandes sur les dispersoïdes sera mise en évidence.

L'effet des particules intermétalliques a également été considéré, non pas en terme de fraction volumique, étant donné le peu de différence existant entre les deux alliages (voir chapitre V), mais plutôt en termes de morphologie et de répartition spatiale. L'alignement de ces particules selon la direction de laminage pourrait être en partie responsable de la forte anisotropie observée en ténacité. Nous montrerons par ailleurs que cet effet s'ajoute purement et simplement aux autres effets rencontrés.

Chapitre III. : Techniques expérimentales

L'objectif de la thèse est de mettre en évidence et de comprendre les corrélations existant entre la résistance à l'entaille des alliages de la série 7000 et leur microstructure. L'étude passe ainsi par une caractérisation du comportement mécanique de l'alliage. Nous décrirons dans ce chapitre les essais mis en œuvre afin d'étudier le durcissement structural du matériau. Nous insisterons en particulier sur l'intérêt des mesures de dureté pour préparer les essais de traction monotone uniaxiale. Nous expliquerons ensuite en quoi l'essai de déchirement type KAHN représente pour la thèse une alternative idéale aux essais sur éprouvettes CT, pour caractériser la ténacité des alliages 7000.

Une bonne compréhension des mécanismes mis en jeu passe de plus par une caractérisation quantitative et fine de la microstructure, depuis l'échelle macroscopique jusqu'à l'échelle microscopique. Dans la deuxième partie nous présenterons les différentes techniques de microscopie utilisées dans la thèse: optique, MET, MEB conventionnel ou avec un canon à émission de champ (FEG). Nous décrirons également le fonctionnement d'une expérience de diffusion centrale de rayons X aux petits angles. Cette technique a permis de caractériser quantitativement les différentes familles de précipité, de trempe et de revenu, qui se développent pendant les traitements thermiques.

Nous présenterons enfin les différentes techniques mises en œuvre pour déterminer les principaux mécanismes d'endommagement et de rupture apparaissant dans les alliages 7000.

1. Les essais mécaniques

A. Caractérisation du durcissement structural

1. La dureté

Dans un premier temps, le durcissement structural a été caractérisé à l'aide d'un microduromètre LEITZ. Cette technique permet de comparer facilement et rapidement les propriétés mécaniques de différents états métallurgiques (trempe et/ou revenu), en terme de dureté Vickers. Elle est donc particulièrement adaptée à notre étude et a permis de déterminer les cinétiques de précipitation durcissante de nos deux alliages. C'est aussi par cette méthode que nous avons pu déterminer la zone stable de prélèvement des échantillons (voir chapitre 2).

Pour effectuer ces mesures de dureté, les échantillons doivent être polis au papier abrasif puis avec une pâte diamantée 1 μm . Une masse de 500g (maximum de l'appareillage) a été choisie pour maximiser les écarts de tailles d'empreintes, entre différents états. Le test s'effectue pendant une durée de 25 secondes.

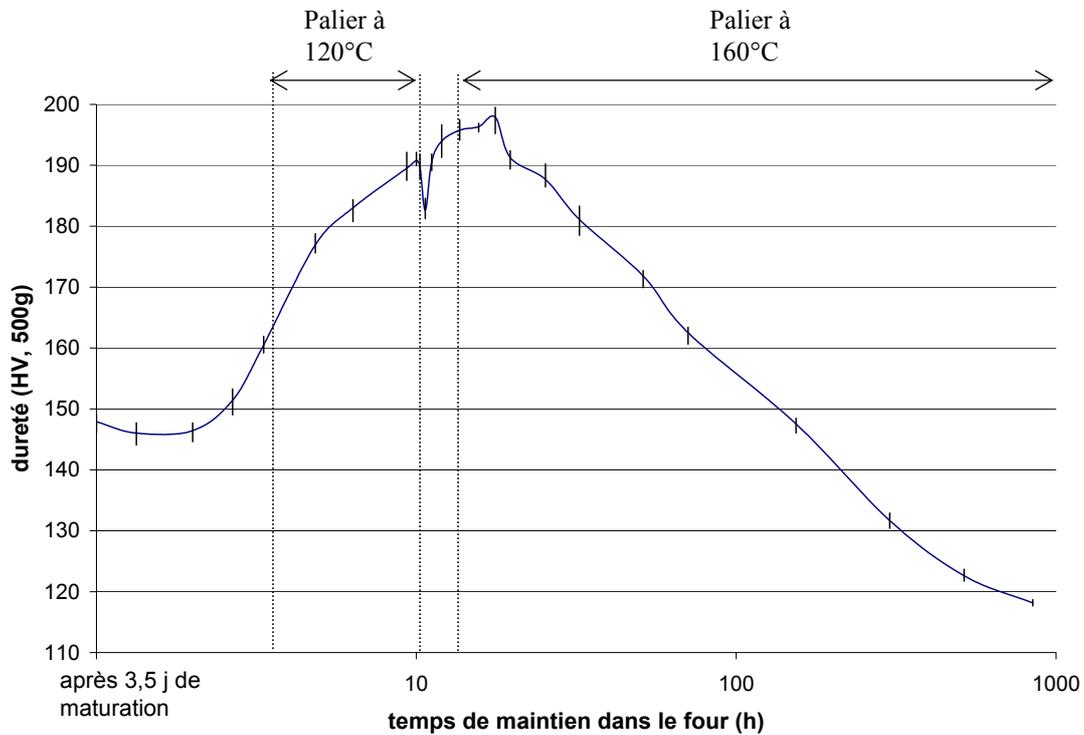


Figure III-1: Evolution pendant le revenu bipalier (120°C puis 160°C) de la dureté d'un 7050, trempé à l'eau bouillante.

La dureté Vickers est ensuite reliée à la moyenne des diagonales de l'empreinte d suivant la relation qui suit :

$$dureté(HV) = \frac{189.F.10^3}{d^2}$$

où F est égal à 4.903 N (force correspondant à une masse de 500g) et d en μm .

Les mesures ont été systématiquement effectuées dans le plan de laminage, L- T_L . Chaque point reporté sur la courbe est la moyenne d'un minimum de cinq essais de dureté (voir Figure III-1). La déviation standard reste toujours de l'ordre de 2HV.

2. Les essais de traction

Les mesures de dureté ont permis de caractériser les cinétiques de durcissement. Nous avons ensuite réalisé des essais de traction monotone afin de caractériser les propriétés plastiques de la microstructure, en termes notamment de limite d'élasticité et d'écrouissage.

Les essais ont été réalisés sur une machine Instron, munie d'un capteur de force 1000 kg. La vitesse de déplacement de la rampe est maintenue constante, assurant une vitesse de déformation à peu près stable d'environ 5.10^{-3} s^{-1} . Le déplacement est systématiquement mesuré à l'aide d'un extensomètre (distance initiale entre les couteaux : 12.5 mm).

Les éprouvettes plates ont été prélevées dans la zone « stable » de notre matériau définie au chapitre 2, dans le plan de laminage. Elles ont été découpées par électroérosion suivant les dimensions décrites à la Figure III-2. Par souci de cohérence avec les essais de ténacité, deux directions de sollicitation ont été expérimentées : sens de traction L pour un essai de ténacité L-T et respectivement T_L pour l'essai de ténacité T-L (voir la Figure III-3).

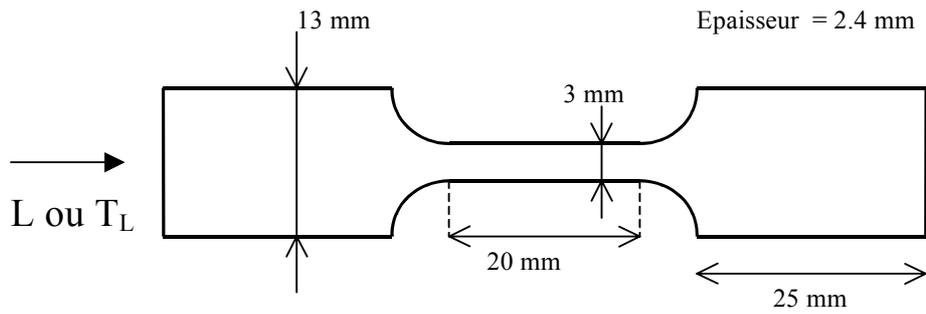


Figure III-2 : Dimensions des éprouvettes plates de traction monotone, prélevées dans le plan de laminage.

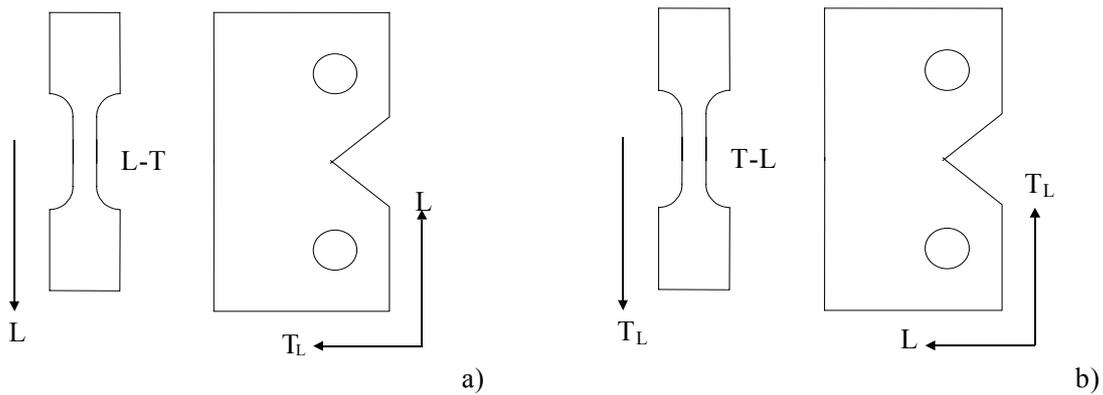


Figure III-3: Correspondance entre les essais de traction et les essais de ténacité. a) essai L-T et b) essai T-L.

Le déplacement δl indiqué par l'extensomètre permet de calculer la déformation $\varepsilon_{\text{vraie}}$ suivant l'expression : $\varepsilon_{\text{vraie}} = \ln(1 + \delta l / l_0)$. La contrainte σ_{vraie} s'obtient à partir de la force F mesurée par le capteur, et en tenant compte de la diminution de section au cours de l'essai (hypothèse de conservation de volume) : $\sigma_{\text{vraie}} = F/S = F(1 + \delta l / l_0) / S_0$. Ces mesures restent valables tant que la déformation est homogène à l'échelle macroscopique sur la partie utile de l'éprouvette, c'est-à-dire avant le phénomène de striction.

Nous avons également vérifié la reproductibilité des essais de traction (voir la Figure III-4). Le Tableau III-1 rappelle que l'erreur sur la détermination des contraintes $\sigma_{0,2\%}$ et σ_{max} ne dépasse pas 1% (soit un maximum de 5MPa). L'estimation de la ductilité, et par voie de conséquence le calcul de l'énergie plastique dissipée jusqu'à rupture, sont sujets à des variations plus importantes.

	$\sigma_{0,2\%}$ (Mpa)	$A_{\text{striction}}$ (%)	σ_{max} (MPa)
moyenne	477,5	6,1	542,8
déviation	5	1	5

Tableau III-1 : Reproductibilité des limites d'écoulement, allongements à striction et contraintes maximales calculées à partir des essais de traction (voir Figure III-4).

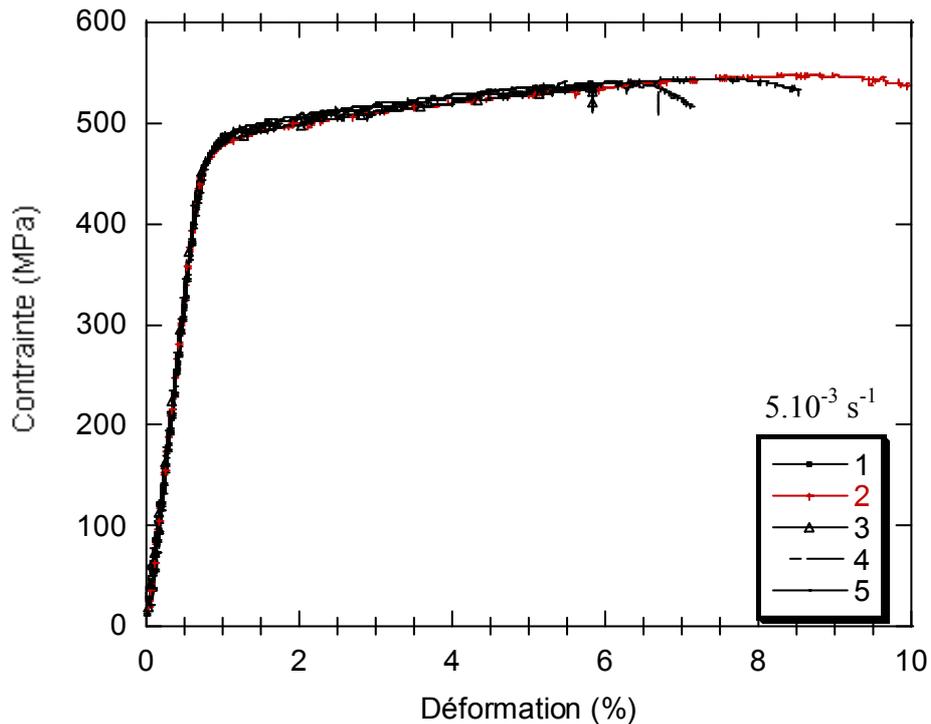


Figure III-4 : Traction d'un 7040 trempé eau froide, légèrement sur-revenu. Superposition des courbes obtenues pour cinq expériences, montrant la reproductibilité des essais (voir Tableau III-1)

D'autre part, l'érouissage du matériau au cours de la déformation, a été caractérisé en fonction de son état métallurgique. Le taux d'érouissage $\theta = \left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)$ n'est autre que la pente de la courbe de traction $\sigma = f(\varepsilon)$. La détermination de ce paramètre ne peut se faire directement à partir des données brutes, du fait des nombreuses instabilités présentes dans le domaine plastique. Celles-ci sont liées, dans les états sous-revenus, au passage pendant l'essai de bandes de type Portevin-Le Chatelier, le long de la partie utile de l'éprouvette. L'utilisation d'un programme de lissage type *spline* (suivant la procédure décrite par Thijsse, 1998) nous a permis à la fois d'éliminer le bruit sur la courbe et ensuite de calculer la dérivée. Les résultats rapportés dans la thèse seront toujours présentés sous la forme de graphes $\theta = f(\sigma - \sigma_{0,2\%})$ qui permettent de comparer la capacité des matériaux à s'érouir, en fonction de leur microstructure, quelle que soit leur limite d'écoulement, et qui est directement reliée à leur capacité à stocker les dislocations.

B. Caractérisation de la résistance à l'entaille

Notre étude vise à mettre en évidence l'influence des différentes précipitations –de trempe et de revenu- sur la résistance à l'entaille des alliages de la série 7000. Nous avons donc cherché à déterminer l'évolution d'un paramètre représentatif de la ténacité en fonction de caractéristiques du revenu (temps de maintien à la température de revenu ou encore la limite d'écoulement), et pour différentes vitesses de trempe.

La ténacité est représentative de la capacité du matériau à résister à la propagation d'une fissure, lorsqu'il est soumis à une charge. Elle est généralement représentée par un paramètre K, appelé facteur critique d'intensité de contrainte. Ce paramètre reflète l'ampleur de la

déformation plastique qui s'est accumulée en tête de fissure, avant que celle-ci ne se propage. Il dépend aussi du mode de chargement et de la géométrie de l'éprouvette.

Expérimentalement, l'essai le plus couramment utilisé pour caractériser la ténacité d'un matériau, est l'essai sur éprouvettes CT (compact tension). Il offre une mesure directe de ce facteur d'intensité de contrainte critique et peut ainsi être directement utilisé dans des concepts de mécanique de la rupture.

Toutefois, pour des raisons détaillées au § 1.B.2(a), cet essai ne remplit pas convenablement le cahier des charges de la thèse. Nous avons de ce fait préféré utiliser des tests de déchirement sur éprouvettes entaillées (KAHN). Quelques expériences sur éprouvettes CT ont toutefois été réalisées pour permettre de calibrer, si nécessaire, l'ensemble des résultats de déchirement.

Nous commencerons donc par décrire le mode opératoire de l'essai classique de ténacité pour ensuite expliquer le fonctionnement, l'intérêt et la bonne représentativité de l'essai KAHN.

1. Les essais sur éprouvettes CT

Ces essais ont été effectués selon les recommandations de la norme ASTM E399-83, sur des éprouvettes type CT20. La Figure III-5 décrit la géométrie de ces éprouvettes, qui permettent de solliciter le matériau en conditions de déformation plane. Toutefois, pour obtenir des vitesses de trempe équivalentes à celles de l'essai KAHN, l'épaisseur B a été arbitrairement fixée à 13 mm, épaisseur totale du sandwich que nous avons adopté pour la thèse (voir chapitre 2).

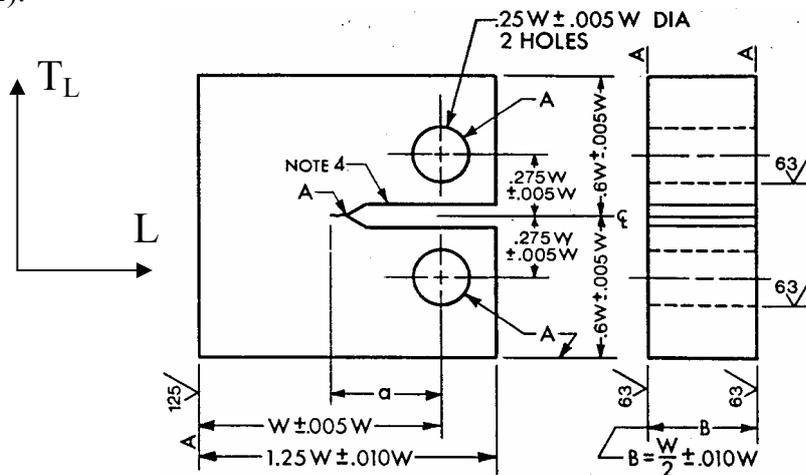


Figure III-5 : Géométrie des éprouvettes CT, pour W égal à 40 mm, à l'exception de l'épaisseur B fixée arbitrairement à 13 mm

Ce type de mesure nécessite une première étape de pré-fissuration en fatigue, afin d'avoir un fond de fissure le plus aigu possible avant la sollicitation finale. La longueur de cette pré-fissure est fixée de telle sorte que le rapport a/W soit proche de 0.5 (voir les résultats en annexe). Les éprouvettes subissent enfin une traction monotone, à vitesse de déplacement imposée. On enregistre la force et le déplacement entre deux points, situés dans l'axe de sollicitation.

Le calcul du facteur d'intensité de contrainte, K_Q , se fait à partir de la relation suivante :

$$K_Q = (P_Q / B.W^{1/2}) f(a/W) \quad \text{Équation III-1}$$

$$\text{avec } f(a/W) = \frac{(2 + a/W) \cdot (0.886 + 4.64a/W - 13.32a^2/W^2 + 14.72a^3/W^3 - 5.6a^4/W^4)}{(1 - a/W)^{3/2}} \quad \text{Équation III-2}$$

P_Q est déterminé selon la procédure décrite à la Figure III-6. Il suffit de placer la charge P_5 sur la courbe force / déplacement, de telle sorte que la ligne OP_5 ait une pente égale à 95 % de la pente élastique. P_Q est alors défini comme suit :

Si la force en tout point de l'enregistrement qui précède P_5 est plus faible que P_5 , P_Q est pris égal à P_5 (situation du type I)

Si, par contre, il existe un maximum de charge qui précède P_5 et lui est supérieur, P_Q est alors pris égal à ce maximum (situations du type II ou III).

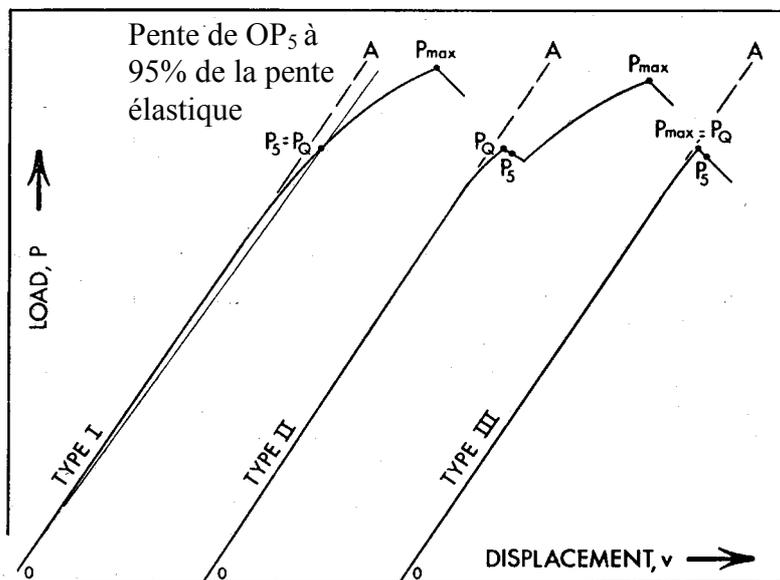


Figure III-6 : Détermination de la charge P_Q selon le type de courbe force/déplacement obtenu lors de l'essai.

Plusieurs critères (conditions de déformation plane, symétrie de la fissure et plasticité limitée) doivent être remplis pour pouvoir assimiler le K_Q ainsi calculé, au K_{IC} toujours utilisé par les approches de mécanique de la rupture. Le plus important d'entre eux est le respect des conditions de déformation plane. Pour ce faire, il est nécessaire que l'épaisseur de l'éprouvette (13mm pour nous) soit supérieure à une valeur minimum calculée par la relation :

$$\text{épaisseur}_{\min} = 2.5 \cdot (K_Q / \sigma_{0.2\%})^2 \quad \text{Équation III-3}$$

Il se peut que tous les critères ne soient pas remplis. Mais le paramètre K_Q est de toute façon toujours mesuré dans les mêmes conditions expérimentales et est bien représentatif de la résistance de notre matériau à la propagation de la fissure, dans ces conditions. Ainsi, même si les essais ne fournissent pas le véritable K_{IC} , il est raisonnable de comparer différents états métallurgiques selon la valeur de K_Q .

2. Les essais de déchirement type KAHN (Navy notched tear test)

Plusieurs chercheurs ont pris le parti d'utiliser l'essai de déchirement du type KAHN pour caractériser la ténacité de leur matériau : citons par exemple Kaufman et Knoll (1964), Holt et Kaufman (1968), Kirman (1971), Senz et Spuhler (1975), Garrett et Knott (1978), Singleton et Royster (1988) ou Dudgeon et al (1994). En outre, plusieurs auteurs japonais (notamment Kobayashi et Niinomi 1987, 1988) ont travaillé sur la représentativité de cet essai vis à vis des autres tests de ténacité. A l'origine (1948), il fut mis en place afin de comparer rapidement et efficacement la résistance à l'entaille de divers alliages ou états métallurgiques. L'existence de travaux et publications récents, sur le sujet, est une première preuve de l'intérêt de cet essai.

Nous présenterons dans un premier temps les avantages de la méthode, par comparaison notamment avec les essais sur éprouvettes CT pour ensuite décrire précisément le mode opératoire et les paramètres qui sont mesurés. Nous pourrions ainsi discuter de la représentativité de ce test en tant qu'essai de ténacité, et de ses limites éventuelles.

(a) L'essai CT : inadapté dans le cadre de notre étude

La caractérisation de la ténacité passe généralement par la mise en œuvre d'essais sur éprouvettes CT. Toutefois, de part le grand nombre de conditions de trempe et de revenu que nous voulions étudier, il est rapidement devenu évident que cet essai était trop lourd à mettre en œuvre pour notre étude. Dans la gamme de limites d'écoulement étudiée, ce type d'essai impose une épaisseur d'éprouvette au moins égale à 35 mm pour les états sous-revenus (voir le paragraphe précédent). Or, pour des raisons d'inhomogénéité de notre matériau (voir au chapitre 2), seule une petite zone allant de la surface à quart épaisseur (soit 27 mm X 2), est utilisée dans la thèse. Il était donc nécessaire de trouver un mode opératoire moins coûteux en matériau.

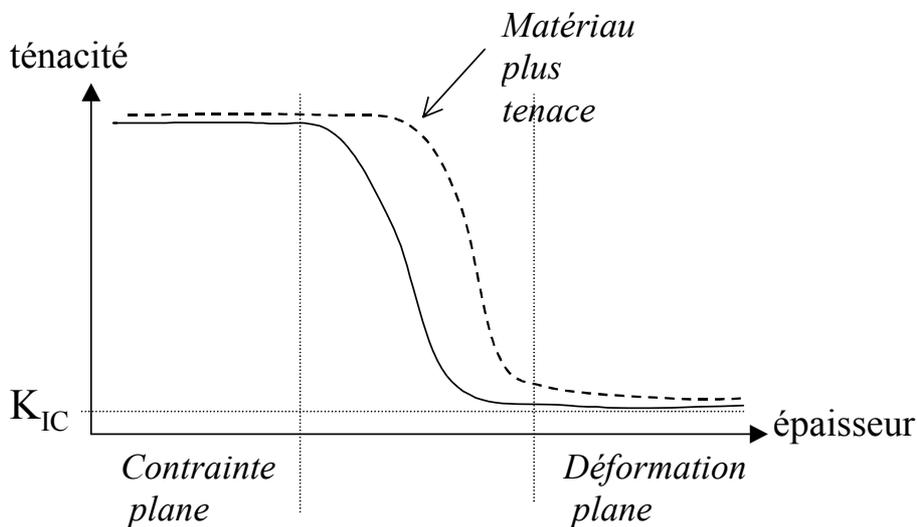


Figure III-7 : Influence des conditions d'essai sur la détermination de la ténacité.

Chercher à diminuer la quantité de métal utilisée conduit à réduire la section des éprouvettes, au risque de s'écarter des conditions idéales de sollicitation en déformation plane. Toutefois, comme l'indique la Figure III-7, se rapprocher des conditions en contrainte plane n'est pas forcément un inconvénient puisque cela peut permettre de distinguer plus facilement différents niveaux de ténacité. Ceci est particulièrement intéressant dans notre cas puisque le

but de la thèse est de comparer la résistance à l'entaille de plusieurs alliages et états de revenu, et non pas d'évaluer une ténacité de manière absolue, telle qu'elle pourrait être utilisée dans un calcul de dimensionnement.

(b) L'essai KAHN : mode opératoire et interprétation

Le test de déchirement sur éprouvettes entaillées répond parfaitement aux attentes définies au paragraphe précédent. La Figure III-8 rappelle la géométrie utilisée dans ce type d'essai. Les éprouvettes sont fines (3 mm) et réduisent la quantité de métal à utiliser. Elles ont été dans tous les cas prélevées dans le plan de laminage, suivant deux axes de sollicitation : sens L (essai dit L-T) et sens T_L (essai T-L).

L'étape préliminaire de préfiessuration en fatigue n'étant plus nécessaire, les éprouvettes sont montées directement sur un banc de traction classique. Il est malgré tout indispensable d'avoir un rayon de courbure en fond de fissure le plus faible possible, afin d'initier convenablement la fissure. Pour ce faire, les éprouvettes ont été préparées par électroérosion (découpe avec un fil de 250 μm). Thompson et Zinkham (1975), ont utilisé une technique comparable avec une lame de scie très fine, et montré que les résultats ainsi obtenus sont très proches de ceux avec une préparation classique par fatigue.

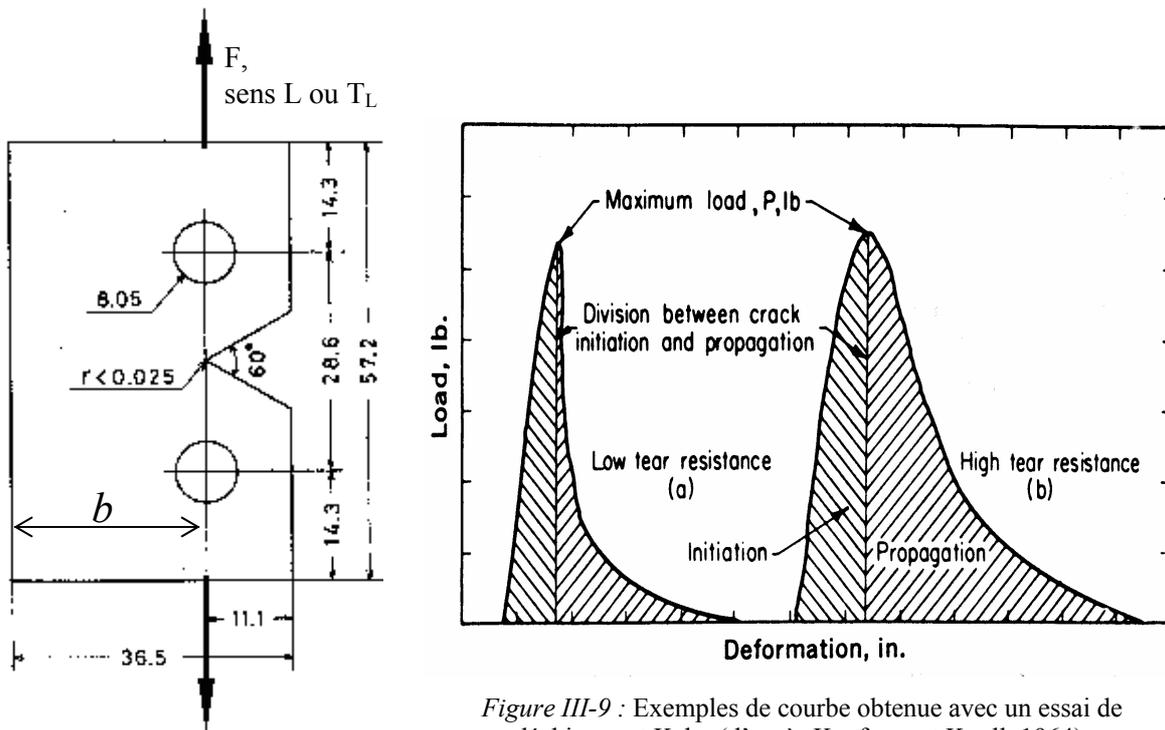


Figure III-8 : Format d'éprouvette pour un essai de déchirement Kahn (épaisseur t de 3mm).

Figure III-9 : Exemples de courbe obtenue avec un essai de déchirement Kahn (d'après Kaufman et Knoll, 1964).

Les essais ont été réalisés sur une machine Instron, munie d'un capteur de force de 5000 kg. La vitesse de déplacement de la rampe est maintenue constante, assurant une vitesse de déformation comparable à celle des essais de traction, soit environ $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Il est ensuite

possible, à partir des courbes force / déplacement enregistrées (voir la Figure III-9), d'évaluer différents paramètres. On considère que le début de la propagation de la fissure coïncide avec le maximum de la force mise en jeu.

Il suffit alors de calculer l'aire sous la courbe, de part et d'autre du pic, pour quantifier les deux énergies normalisées d'initiation et de propagation de fissure : UIE et UPE (unit initiation et propagation energy),

$$UIE = \frac{\text{énergie pour initier la fissure}}{b.t} \text{ et } UPE = \frac{\text{énergie pour propager la fissure}}{b.t}$$

On peut également accéder à la contrainte maximale, souvent appelée de contrainte de déchirement, et évaluée en résistance des matériaux selon la formule suivante (cas d'une poutre sous l'effet d'un moment fléchissant) :

$$\sigma_{\text{déchirement}} = \frac{P}{A} + \frac{MY}{I} \quad \text{Équation III-4}$$

P étant la charge maximum atteinte pendant l'essai (en N), A la section en tête du V de l'éprouvette (en m^2), M le moment fléchissant (en N.m) et I le moment d'inertie (en m^4). Etant donné la géométrie des éprouvettes KAHN, nous obtenons les relations suivantes :

$$I = \frac{t.b^3}{12}, \quad M = \left(\frac{P}{2}\right).b, \quad A = b.t \text{ et } Y = \frac{b}{2}$$

D'où l'expression finale de la contrainte de déchirement :

$$\sigma_{\text{déchirement}} = \frac{P}{b.t} + \left[\frac{\left(\frac{P.b}{2}\right) \frac{b}{2}}{\frac{t.b^3}{12}} \right] = \frac{4P}{b.t} \quad \text{Équation III-5}$$

La reproductibilité des essais de ténacité de matériaux relativement fragiles est généralement problématique. En fait, les processus de rupture et de propagation de fissure sont le reflet de la réponse d'un petit volume de matière en tête de la fissure. Du fait de l'hétérogénéité du matériau, ce comportement local est sujet à de larges variations. La plupart des normes conseillent d'effectuer un minimum de trois essais par état. Pour des raisons évidentes, nous n'avons ici mis en œuvre qu'un essai pour chaque condition de revenu, de trempe et d'alliage. En outre, un test de reproductibilité sur cinq mesures nous a donné une déviation standard relative de l'ordre de 10%.

(c) Pertinence en tant qu'essai de ténacité et limites

Les résultats des travaux de Kaufmann et Hunsicker (1964) tendent à montrer une excellente corrélation entre l'énergie de propagation de fissure obtenue par un test KAHN, et un K_{IC} déterminé par essai classique. Ils ont mis en évidence une relation linéaire qui lie l'UPE au carré du facteur d'intensité de contraintes (voir la Figure III-10). Toutefois, étant donné l'influence de l'épaisseur des éprouvettes, mise en évidence à la Figure III-7, il faut s'attendre à ce que la relation dépende sensiblement de la géométrie choisie.

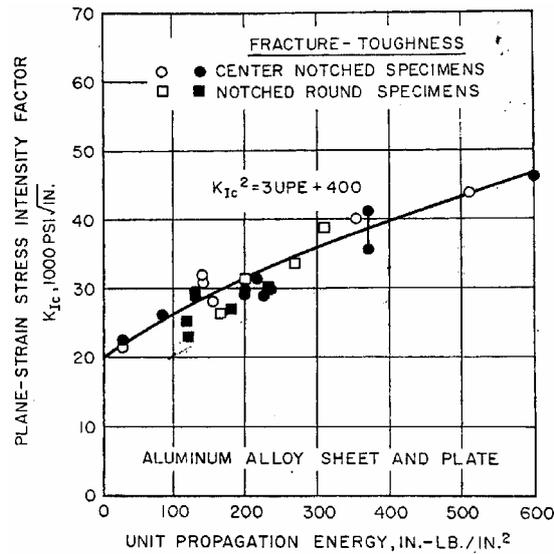


Figure III-10 : Relations entre le K_{Ic} et l'énergie de propagation de fissure, UPE (d'après Kaufman et Hunsicker, 1964).

L'étude de Garrett et Knott (1978), sur un alliage de la série 2000, explique également que l'essai KAHN, en termes d'UPE, est parfaitement adapté pour traiter l'influence du revenu. L'allure classique de courbe, constatée par Kirman (1971, voir le chapitre II), est bien retrouvée pour l'énergie de propagation de fissure UPE (voir la Figure III-11).

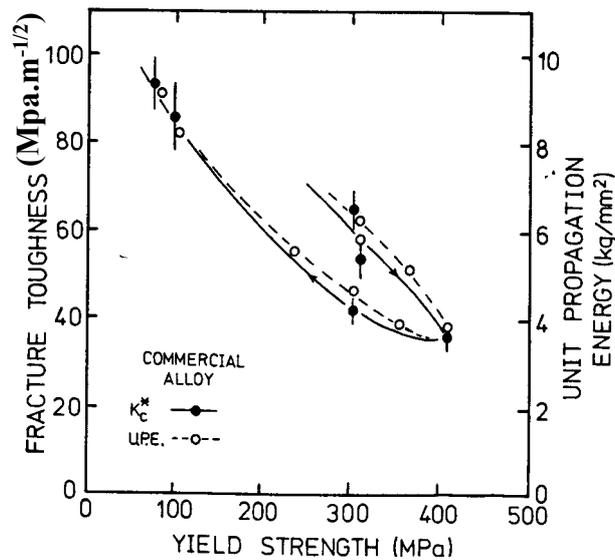


Figure III-11 : Evolution de l'énergie de propagation de fissure et du K_{Ic} (éprouvettes CTS) en fonction de la limite d'écoulement, pour un alliage 2014 (d'après Garrett et Knott, 1978).

D'autres auteurs, comme Senz et Spuhler (1975), préfèrent utiliser un autre paramètre R (appelé notched yield ratio), faisant intervenir la contrainte de déchirement selon l'équation qui suit :

$$R = \frac{\sigma_{\text{déchirement}}}{\sigma_{0.2\%}} \quad \text{Équation III-6}$$

où $\sigma_{0.2\%}$ est la limite d'écoulement évaluée par un essai de traction uniaxiale.

Kaufman et Knoll (1964) ont d'ailleurs montré que ces deux paramètres fournissent une classification comparable de la ténacité de différents alliages (voir Tableau III-2).

Order of Increasing Toughness ^a	Tear Test				Crack-Toughness Test				
	Unit Propagation, Energy, in·lb per sq in.			Tear Strength /Yield Strength		Critical Strain-Energy Release Rate, in·lb per sq in.			
1.....	Alclad	2020-T6	31	Alclad	2020-T6	0.65	Alclad	2020-T6	103
2.....		2020-T6	64		2020-T6	0.67		2020-T6	125
3.....		7178-T6	99		7178-T6	0.75		7178-T6	215
4.....		2024-T86	107		2024-T86	0.80		2024-T86	226
5.....		2014-T6	183		2014-T6	0.98		2014-T6	340
6.....		6071-T6	229		7075-T6	1.02		7075-T6	409
7.....		7075-T6	234		6071-T6	1.16		6071-T6	432
8.....		5456-H24	424		7079-T6	1.34		7079-T6	893
9.....		7079-T6	524		5456-H24	1.44	Alclad	5456-H24	... ^b
10.....	Alclad	2024-T3	558		2024-T3	1.46		2024-T3	... ^b
11.....		5154-H38	604		5154-H38	1.55		5154-H38	... ^b
12.....		2024-T3	688		2024-T3	1.58		2024-T3	... ^b
13.....		6061-T6	744		6061-T6	1.60		6061-T6	... ^b
14.....		5456-0	1219		5456-0	2.10		5456-0	... ^b

^a Average of longitudinal and transverse directions, where applicable.

^b Not placed specifically by the crack toughness test.

Tableau III-2 : Classification relative de différents alliages à partir d'essais de déchirement Kahn et d'essais classiques sur panneaux fissurés au centre (d'après Kaufman et Knoll, 1964)

Les résultats de nos essais, en termes de classification par alliage ou par état de trempe et/ou de revenu, n'ont pas présenté de désaccord avec les tests sur éprouvettes CT menés en parallèle dans la thèse ou en interne au Centre de Recherches de Voreppe. Certains auteurs (Shapiro, 1984 et Singleton et Royster, 1988) précisent cependant qu'il est utile de normaliser les énergies de propagation par la limite d'écoulement, si l'on cherche à comparer la valeur globale de la résistance à l'entaille de différents matériaux.

Si toutefois il est impératif de raisonner à partir de paramètres classiques de ténacité, Yeh et al (1994) ont présenté une méthode s'appuyant sur des simulations par éléments finis, permettant de calculer les courbes R en fonction des résultats de l'essai Kahn. Kobayashi et al (1988) ont de la même manière cherché à calculer un K_{IC} , mais la corrélation avec des résultats sur éprouvettes CT est encore imparfaite. Notre objectif était de comparer la ténacité de différents états, et non pas d'en déterminer la valeur absolue. De telles approches étaient hors du champ d'investigations de cette thèse.

Les auteurs ayant utilisé l'essai KAHN construisent très souvent leurs raisonnements à partir de l'évolution de l'UPE. Il se trouve que les courbes force / déplacement obtenues pendant notre thèse, ne présentent pas systématiquement de régime de propagation de fissure (voir la Figure III-12). Il peut arriver qu'une fois la contrainte maximale atteinte, la rupture soit brutale. Il est alors impossible de classer et comparer la résistance à l'entaille de ces états, avec ce paramètre.

Plusieurs phénomènes peuvent expliquer ce comportement. La rigidité du banc de traction utilisé peut être, notamment, mise en cause. Le capteur de déplacement présente en effet de grosses instabilités pendant le régime de propagation (lorsqu'il y en a un) et semble sensible à la relaxation élastique de la traverse. Il y aurait donc une dépense d'énergie plus importante au début de la rupture, ce qui la rendrait brutale.

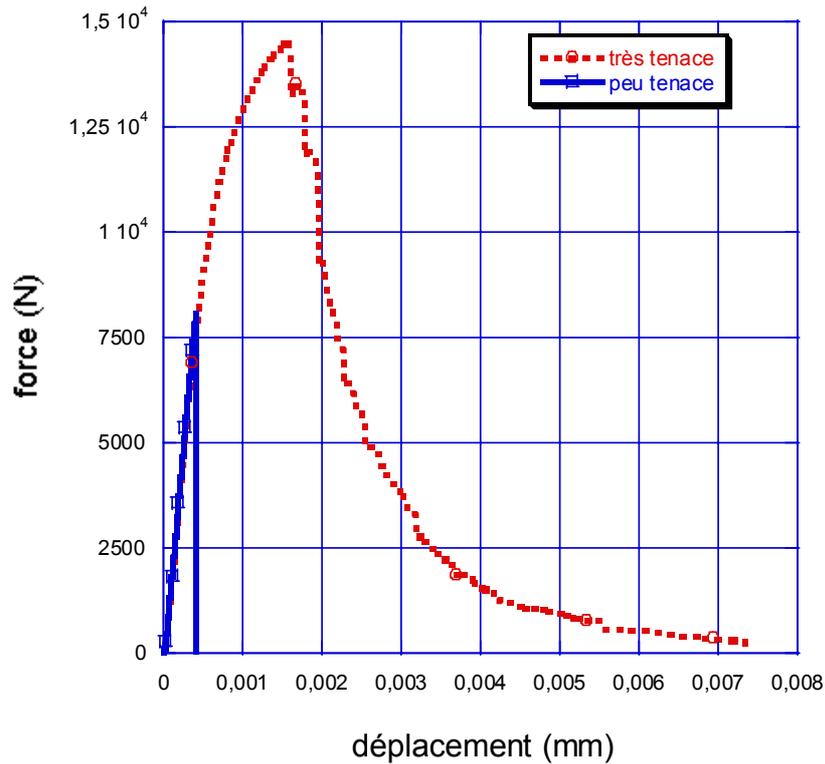


Figure III-12 : Courbes force / déplacement obtenues pendant la thèse. La rupture est brutale pour les états peu tenaces.

Cependant, les résultats de Ludtka et Laughlin (1982) tendent à montrer que ce comportement serait également lié à une ténacité trop faible de nos états de revenu. En effet, de la même manière, ils n'ont pas pu caractériser les UPE de divers alliages 7000 pour des valeurs de K_{IC} inférieures à $40 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, à cause de ruptures trop brutales.

Afin de pouvoir comparer tous les états métallurgiques, sans exception, nous avons donc pris le parti de représenter la ténacité par l'énergie d'initiation de fissure, UIE. Celle-ci fournit une classification en parfait accord avec celle des essais CT. Les résultats de Niinomi et Kobayashi (1987) et Dudgeon et al (1994) montrent de plus que les deux énergies évoluent dans le même sens, les plus fortes UPE correspondant aux plus fortes UIE et inversement (voir la Figure III-13). Il est donc raisonnable d'utiliser l'énergie d'initiation comme paramètre représentatif de la ténacité.

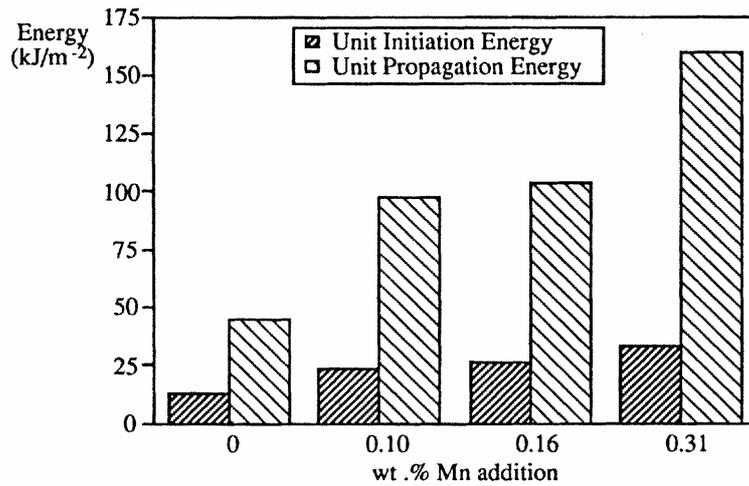


Figure III-13 : Influence de la teneur en magnésium sur les énergies déterminées pendant l'essai KAHN de divers alliages de la série 6000. D'après Dudgeon et al, 1994.

Il est également toujours possible d'utiliser le rapport R défini par l'équation III-6. La pertinence de ce paramètre avait déjà été reconnue par Senz et Spuhler (1975), et est confirmée par nos résultats : voir la Figure III-14.

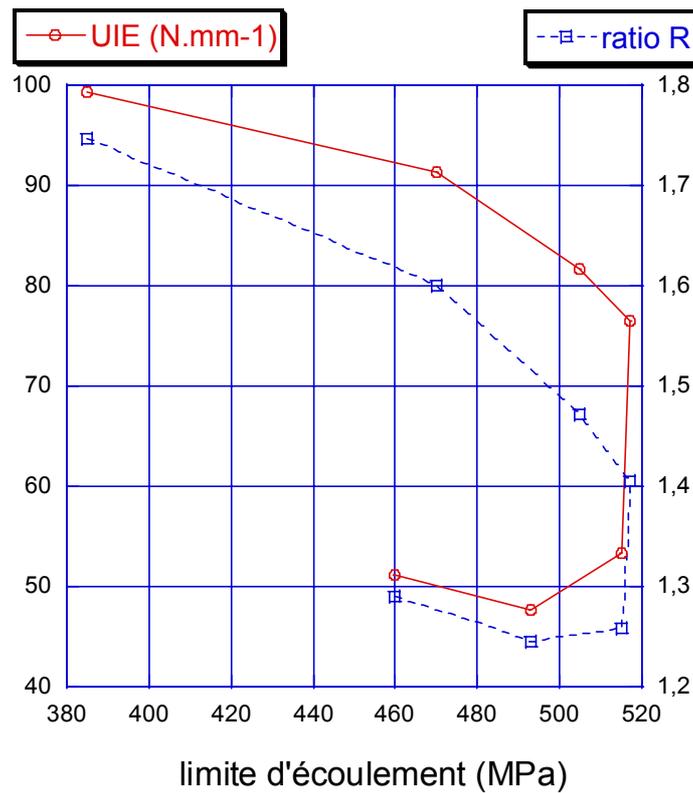


Figure III-14 : Evolution pendant le revenu d'un 7040 trempé à l'eau froide, de l'énergie d'initiation de fissure et du rapport R ($\sigma_{\text{tear}}/\sigma_{0,2\%}$).

2. Caractérisation de la microstructure

La caractérisation quantitative de la microstructure des alliages de la série 7000, de part la diversité de ses composants en termes de taille et de nature, nécessite l'utilisation de plusieurs techniques d'investigations. Celles-ci se répartissent en deux catégories :

- les approches locales telles que la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage ou la microscopie électronique en transmission,
- et les approches globales telles que la diffusion centrale de rayons X.

Les premières méthodes permettent de décrire les caractéristiques de la structure granulaire et des intermétalliques. Mais elles ne suffisent pas pour la caractérisation de la précipitation de trempe et de revenu. Comme le montre le Tableau III-3, le microscope en transmission ne peut fournir qu'une analyse qualitative ou semi-quantitative, du fait surtout du mode de préparation des lames d'observation. De plus, en raison de la grande variété de taille des précipités, une caractérisation quantitative ne peut être obtenue que par combinaison des résultats de la diffusion centrale de rayons X en laboratoire et en rayonnement synchrotron (ESRF, Grenoble).

	Structure granulaire	Particules intermétalliques	Précipitation fine (R<10nm)	Précipitation grossière (R>10 nm)
Détermination qualitative	Optique	Optique	MET	MEB-FEG + MET
Détermination quantitative	Optique	MEB	RX aux petits angles (au laboratoire)	RX aux très petits angles ESRF + MEB-FEG

Tableau III-3 : Différentes techniques de caractérisation de la microstructure.

A. La microscopie optique

La microscopie optique a été utilisée afin de caractériser la structure granulaire : taille et forme des grains, fraction recristallisée. Les échantillons sont polis au papier abrasif puis à la pâte diamantée jusqu'à 1 μm . Ensuite une attaque chimique à 50°C (solution composée de 10% d'acide orthophosphorique à 67% et d'eau distillée) permet de révéler la structure granulaire (joints et sous-joints de grains), par attaque préférentielle des précipités η . Il est donc préférable d'observer un état légèrement sur-revenu (T76 par exemple), pour lequel la précipitation intergranulaire est favorisée.

Afin d'obtenir une évaluation de la fraction recristallisée pour chaque alliage, les zones non fibrées de plusieurs micrographies ont été reportées sur des calques pour être ensuite traitées par analyse d'image avec le logiciel *Image Tool*. Les résultats représentent la moyenne des fractions calculées sur six photos différentes.

L'étude des phases intermétalliques, au fer ou au silicium, peut également se faire par les biais de la microscopie optique. L'observation d'une surface polie, sans attaque chimique, met en évidence la présence de Mg_2Si sous forme de phases sombres, et de $\text{S-AlCu}_2\text{Mg}$ et Al_7FeCu_2 sous forme de précipités blancs. Une attaque à l'acide nitrique (25% de HNO_3 dilué dans

l'eau, à 70°C pendant 4-5 minutes) oxyde la phase AlCu_2Mg . Par comparaison des observations avec et sans attaque, il est donc possible de distinguer tous les types de particules (voir les thèses de Achon, 1994 et de Solas, 1997). Cette technique a toutefois été utilisée uniquement pour déterminer la position relative des intermétalliques par rapport à la structure granulaire.

B. La microscopie électronique à balayage : conventionnelle ou FEG

Une étude plus quantitative des intermétalliques a été menée par le biais d'un microscope électronique à balayage conventionnel et d'un logiciel d'analyse d'images. Le contraste de phases, obtenu en électrons rétrodiffusés (voir la Figure III-15), permet effectivement de distinguer des précipités noirs (Mg_2Si), des précipités blancs allongés (à base (Fe,Cu)) et d'autres précipités blancs globulaires (à base (Mg,Cu)). Le logiciel *Image Tool* a ensuite permis de calculer une moyenne sur dix photos des fractions surfaciques d'intermétalliques au silicium (phases noires) et au cuivre (phases blanches). L'erreur sur la mesure peut être importante (25%) du fait d'une part de la répartition spatiale très hétérogène et d'autre part des faibles fractions mises en jeu.

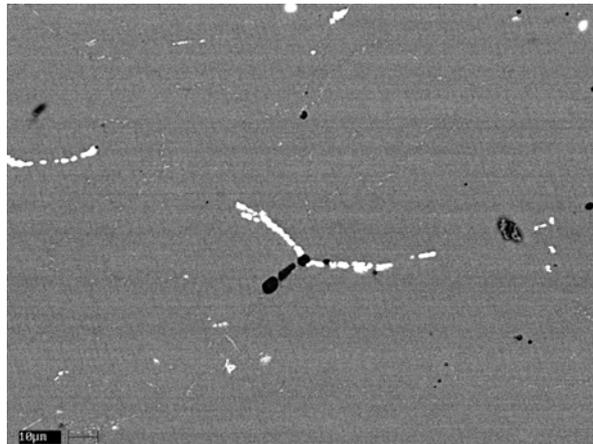


Figure III-15 : Observation en électrons rétrodiffusés au MEB des précipités intermétalliques au Si (phases noires) et au Fe-Cu (phases claires)

La technique de microscopie à balayage munie d'un canon à émission de champ (FEG), au Centre de Recherches de Voreppe, a d'autre part été utilisée pour décrire la précipitation grossière de trempe. Elle offre, dans ce cas, une excellente alternative à la microscopie en transmission puisque les zones observables sont alors beaucoup plus grandes (quelques cm^2) avec un temps de préparation des échantillons très sensiblement diminué (voir au Chapitre III.2.C). L'intérêt de cette technique par rapport au MEB classique s'explique par un gain en résolution d'un facteur 10 environ. Au niveau de l'échantillon, le faisceau fait au mieux 50 Å dans le cas du MEB conventionnel (image nette jusqu'à X 10000) mais environ 10 Å pour le FEG, avec une concentration en électrons 100 fois supérieures (image nette jusqu'à X 100000).

Les échantillons subissent simplement un polissage équivalent à celui utilisé pour la microscopie optique, suivi d'une étape finale avec une suspension au $\frac{1}{4}$ de micron. Il n'a pas été nécessaire dans notre étude d'effectuer un décapage ionique. L'observation des précipités de trempe se fait de la même manière que pour les intermétalliques par contraste de phase (en électrons rétrodiffusés).

C. La microscopie électronique en transmission

La microscopie électronique en transmission a essentiellement été utilisée dans notre étude afin de caractériser la précipitation inter- et intragranulaire, pour différents états de trempe et de revenu.

La préparation des lames est réalisée selon la séquence suivante :

- découpe à la scie diamantée,
- affinement par polissage mécanique jusqu'à 100-130 μm ,
- découpe de disques de 3 mm de diamètre par ultrasons,
- attaque électrolytique au TENUPOL, dans une solution 1/3 acide nitrique (67%) et 2/3 méthanol, la tension étant fixée à 15V et la température à -20°C .

Les échantillons sont ensuite observés dans un microscope type JEOL 3010, avec une tension d'accélération de 300kV, et un porte-objet double inclinaison.

Cette technique est parfaitement adaptée à l'étude de la précipitation fine, à l'intérieur des grains. Elle est par contre problématique quand il s'agit de caractériser les précipités sur les joints de grains ou en bandes. Ces derniers, plus gros, sont susceptibles d'être arrachés par le polissage électrolytique s'ils sont trop proches du bord de la lame. La difficulté consiste donc à s'écarter du bord pour pouvoir observer les précipités grossiers, tout en gardant de bonnes conditions d'observation.

La méthode est en outre limitée à une description qualitative de ces éléments, du fait de leur répartition très hétérogène. Les résultats dépendent sensiblement de la position du trou de la lame par rapport, notamment, aux bandes de précipités. Il est de ce fait raisonnable d'évaluer par microscopie en transmission la taille moyenne de ces phases, mais en aucun cas d'en déterminer la fraction volumique.

D. La diffusion centrale de rayons X aux petits angles : SAXS

(small-angle X-ray scattering)

La diffusion centrale de rayons X constitue le complément idéal d'une étude au microscope électronique en transmission. Elle fournit en particulier une information quantitative, en termes de tailles et de fractions volumiques. Par ailleurs, ces paramètres sont obtenus par diffusion à travers l'épaisseur, et sont donc bien représentatifs des caractéristiques moyennes du matériau. Le volume observé est d'environ $80 \times 100 \times 100 \mu\text{m}^3$.

La diffusion centrale s'avère, de plus, être une technique parfaitement adaptée à l'étude des alliages de la série 7000. Deschamps (1997 et 1999) l'avait déjà largement utilisée dans sa thèse pour caractériser l'évolution de la précipitation fine pendant le revenu. Nous avons choisi d'utiliser cette méthode afin d'étudier simultanément les caractéristiques de la précipitation fine et de la précipitation plus grossière, formée pendant la trempe.

1. Principes généraux et dispositif expérimental

La théorie sur la diffusion centrale (détaillée au § 2.D.3) montre que la diffusion des rayons X par des particules, a lieu à des angles d'autant plus faibles que celles-ci sont grandes. Ainsi la mesure d'un spectre de diffusion aux petits angles donne accès à la taille moyenne des précipités présents dans la microstructure.

Dans ce type d'expérience, il n'y a pas véritablement de limite inférieure de détection des particules. Par exemple, la mise en évidence de la présence de zones Guinier-Preston de quelques Å ne pose aucun problème. Il existe par contre une borne supérieure, qui dépend du mode opératoire choisi. Le dispositif du laboratoire LTPCM (tube en cuivre classique) offre la possibilité de mesurer des particules, d'un rayon maximum de 10 nm. Il est de ce fait parfaitement adapté à l'étude de la précipitation fine de revenu, mais ne permet pas de caractériser les précipités de trempe, qui peuvent atteindre 100 nm. D'où la nécessité de mettre en œuvre une expérience à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility), allant jusqu'aux *TRES* petits angles.

La forte différence de numéro atomique entre le cuivre et le zinc d'une part, et l'aluminium et le magnésium d'autre part, se traduit, en outre, par une importante différence de densité électronique et par conséquent par un bon contraste des phases contenues dans les alliages de la série 7000.

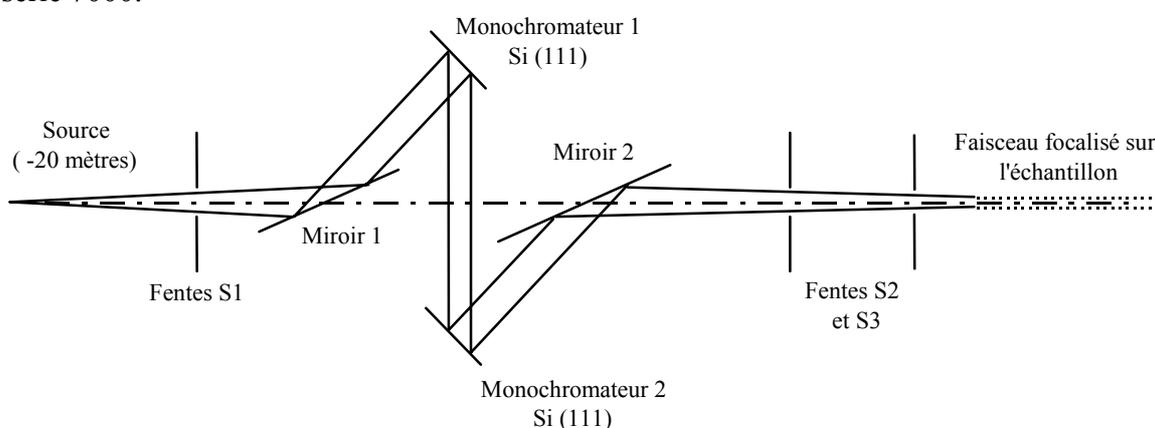
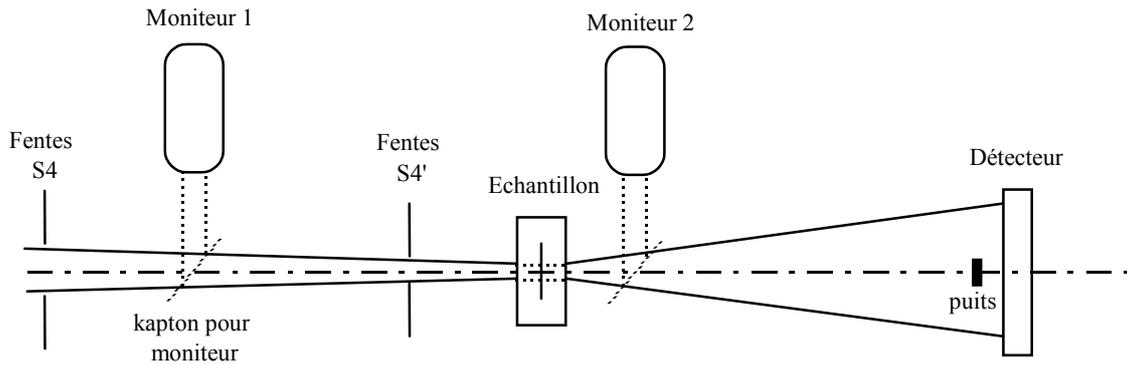


Figure III-16 : Schéma de principe de la ligne D2AM : obtention d'un faisceau monochromatique

Le dispositif expérimental de la ligne D2AM à l'ESRF est décrit par les Figure III-16 et Figure III-17. Ses caractéristiques principales sont résumées ci-après :

- ◆ la longueur d'onde est fixée par deux monochromateurs (voir Figure III-16) à 1.492 \AA avec une dispersion $\delta\lambda/\lambda$ très faible de $1.4 \cdot 10^{-4}$,
- ◆ l'intensité du faisceau incident est d'environ 10^{11} rayons X par seconde. Cette importante brillance permet d'obtenir d'excellentes statistiques avec des temps d'acquisition pourtant courts (environ 10 minutes),
- ◆ le calcul de la transmission se fait par l'intermédiaire de moniteurs placés avant et après l'échantillon (voir la Figure III-17). Toutefois cette méthode ne peut fournir de mesure directe de l'intensité incidente, d'où l'utilisation d'un échantillon étalon dont on connaît déjà les caractéristiques.



L'ensemble de la ligne est sous vide

Figure III-17 : Schéma de principe de la ligne D2AM : dispositif de diffusion centrale.

Une seule expérience ne suffit pas à couvrir un éventail de longueurs d'onde allant de quelques \AA à 1000\AA . Deux types de distances échantillon – détecteur ont donc été mis en place :

- une distance courte (60 cm environ), pour la caractérisation des précipités de revenu (montage aux petits angles)
- et une longue (environ 2 m) pour l'observation des précipités de trempe (montage aux très petits angles)

Une description simultanée des deux familles passe ensuite par la superposition des deux spectres, pour couvrir la totalité de l'éventail de longueurs d'ondes.

La taille du faisceau incident, au niveau de l'échantillon, est approximativement de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Etant donnée la forte hétérogénéité spatiale de la précipitation de trempe, et notamment de celle en bandes (voir le chapitre 5), nous avons systématiquement effectué la moyenne de neuf mesures, espacées d'environ 1 mm.

Nous avons d'autre part utilisé un détecteur 2D, d'une résolution spatiale de $100 \mu\text{m}$, sur une surface de $5 \times 5 \text{ cm}^2$. L'intérêt d'un tel détecteur est double : il permet d'une part d'améliorer la statistique en calculant une moyenne circulaire de l'intensité ; il offre d'autre part la possibilité d'étudier les problèmes d'anisotropie des échantillons.

Un puits a enfin été placé dans l'axe du faisceau incident afin de stopper le faisceau transmis. Il permet de ne pas endommager le détecteur par de trop fortes intensités, et d'éviter les phénomènes de saturation qui masqueraient la diffusion liée à la précipitation.

2. La préparation des échantillons

Il est impératif pour une telle expérience de contrôler l'épaisseur de l'échantillon, afin de maximiser le nombre d'interactions entre rayons X et électrons et ainsi obtenir un signal intense, et parallèlement de minimiser la part de ce signal absorbée par le matériau. Ces deux exigences opposées conduisent à un compromis sur l'épaisseur de l'échantillon. L'épaisseur est optimale lorsque la relation suivante est respectée :

$$Tr = \exp\left(-\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{\text{alliage}} \cdot \rho_{\text{alliage}} \cdot t\right) \approx e^{-1} \quad \text{Équation III-7}$$

où Tr est la transmission de l'échantillon, t son épaisseur, ρ la masse volumique de l'alliage (2.88 pour le 7040 et 2.91 pour le 7050) et (μ/ρ) le coefficient d'absorption massique. Ce dernier dépend de la longueur d'onde utilisée et de la concentration massique de chaque élément. Le calcul propose alors une épaisseur optimale d'environ 80 μm .

La préparation des échantillons est semblable à celle utilisée pour les lames de microscopie électronique en transmission. Il s'agit tout d'abord de polir mécaniquement jusqu'à 120 μm environ. Les échantillons sont ensuite polis électrochimiquement à l'aide d'une solution d'un tiers d'acide nitrique concentré à 68 % et de deux tiers de méthanol. Pour cela, la solution doit être maintenue à une température de -20°C ; la tension est fixée à 10-15 V.

3. L'interprétation

La première étape de l'interprétation consiste à normaliser l'intensité du signal obtenu et à soustraire le signal non représentatif des précipités présents dans le matériau. Il s'agit concrètement de soustraire le bruit de fond (signal enregistré en l'absence d'échantillon), l'intensité de Laue (signal provenant de l'intensité diffusée par la solution solide désordonnée) et la fluorescence du fer.

Une fois normalisée, l'intensité peut être reliée au rayon de Guinier, selon la relation :

$$I \propto \exp(-q^2 R_{\text{guinier}}^2 / 3) \quad \text{Équation III-8}$$

où q est le vecteur d'onde défini par la loi de Bragg $q=4\pi \cdot \sin(\theta)/\lambda$, et R_{guinier} le rayon équivalent.

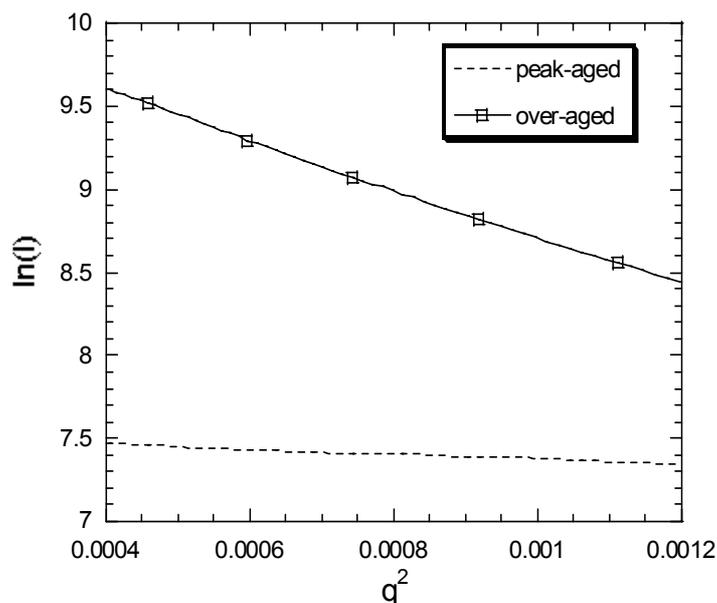


Figure III-18 : Représentation de Guinier pour le 7050 trempé à l'eau froide, après différents temps de revenu.

Selon la théorie, cette approximation n'est valable que lorsque le produit ($q \cdot R_{\text{guinier}}$) reste très inférieur à 1. En fait, en accord avec les travaux de Deschamps (1997), les courbes représentant l'évolution de $\ln(I)$ en fonction de q^2 montrent un domaine linéaire dans l'intervalle $0.8 < (q \cdot R_{\text{guinier}}) < 2$ (voir la Figure III-18). Par conséquent, la méthode appliquée pour évaluer ce rayon de Guinier consiste à partir d'une valeur de R arbitraire, calculer la régression linéaire de la courbe sur le domaine $0.8R - 2R$, qui permet de déterminer un nouveau R_{guinier} et à recommencer sur le nouveau domaine, jusqu'à atteindre une convergence vers une valeur stable.

Les différences de pentes, observées dans la Figure III-18, témoignent de l'influence du revenu sur la taille des précipités intragranulaires. Une pente plus élevée, en valeur absolue, est ainsi représentative d'une famille de précipités de taille plus importante.

Il est également possible d'évaluer la fraction volumique de précipités de chaque famille à partir de l'intensité intégrée Q (Glatter et Kratky, 1982) :

$$Q = \int_0^{\infty} Iq^2 dq = 2\pi^2 (\Delta\rho)^2 f \cdot (1-f) \quad \text{Équation III-9}$$

où f est la fraction volumique et $\Delta\rho$ la différence de densité électronique entre la matrice et le précipité. $\Delta\rho$ est pris égal au rapport de la différence de numéro atomique (Δz) sur le volume atomique moyen (environ $16,5 \text{ \AA}^3$). Par souci de simplification, les précipités ont toujours été considérés comme étant de la phase pure $\text{Mg}(\text{Zn,Cu})_2$ (Deschamps et al, 1999).

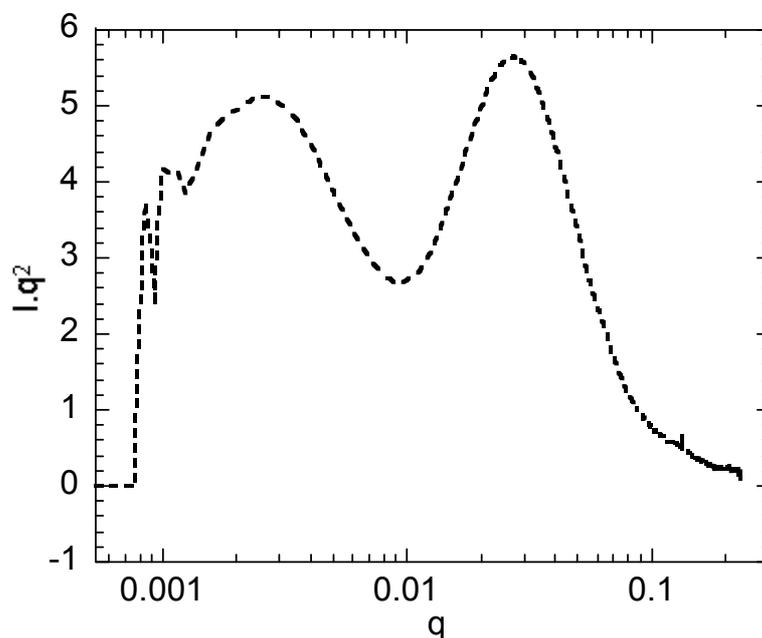


Figure III-19 : Courbe $I \cdot q^2$ en fonction de q , pour le 7050, sur-revenu et trempé lentement. Présence de deux bosses de diffusion représentatives de deux familles de précipités.

Les fractions volumiques des différentes familles de précipités peuvent ainsi être évaluées en mesurant l'aire sous chaque pic des courbes représentant $(I \cdot q^2)$ en fonction de q (voir la Figure III-19). Cette méthode pose toutefois quelques problèmes dans la pratique.

D'une part, l'expérience menée à l'ESRF ne nous permet pas d'atteindre des valeurs de

vecteurs d'onde suffisamment petites pour visualiser entièrement la partie gauche du premier pic. Les fractions volumiques ainsi mesurées sont donc sensiblement sous-évaluées. D'autre part, dans le cas d'une diffusion bimodale, il aurait été théoriquement nécessaire de décorrélérer la part du signal émis par chacune des familles. Nous avons, par approximation, simplement calculé l'aire sous la courbe de part et d'autre du minimum entre les deux bosses. Dans le cas où les deux pics sont bien séparés, et où le pic correspondant aux plus petits angles est bien individualisé, nous avons considéré que ces approximations sont suffisantes.

3. La fractographie

A. La fractographie post-mortem

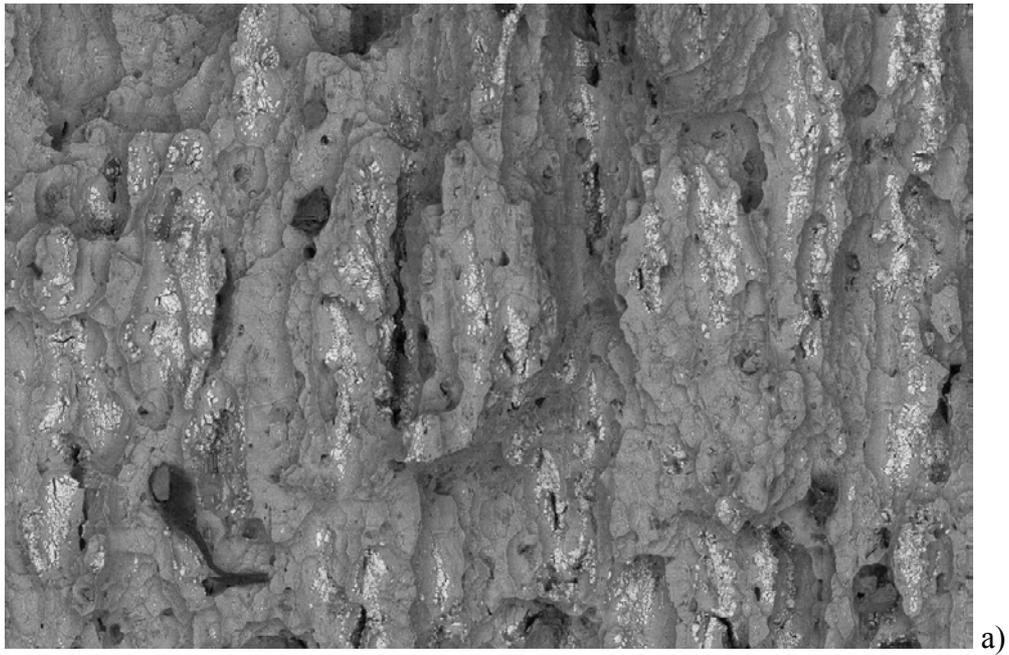
La caractérisation des mécanismes d'endommagement et de rupture a constitué une part importante du travail. Il s'agit principalement de mettre en évidence les interactions entre la microstructure et le chemin choisi par la fissure pour se propager. Les deux principales méthodes d'investigation sont la microscopie optique pour les surfaces planes et polies et le MEB conventionnel pour les faciès de rupture.

Des observations en optique permettent en effet d'identifier la microstructure, située en dessous du plan moyen de propagation de fissure, dans un plan perpendiculaire à celui-ci. Il est, pour ce faire, nécessaire d'effectuer une attaque chimique afin de révéler la structure granulaire. On peut alors déterminer quel a été le chemin préférentiel de propagation de la fissure : le long des (sous-) joints de grains, en intergranulaire, ou à travers le grain, transgranulaire. Cette technique permet également de caractériser l'endommagement des particules intermétalliques, à proximité du faciès.

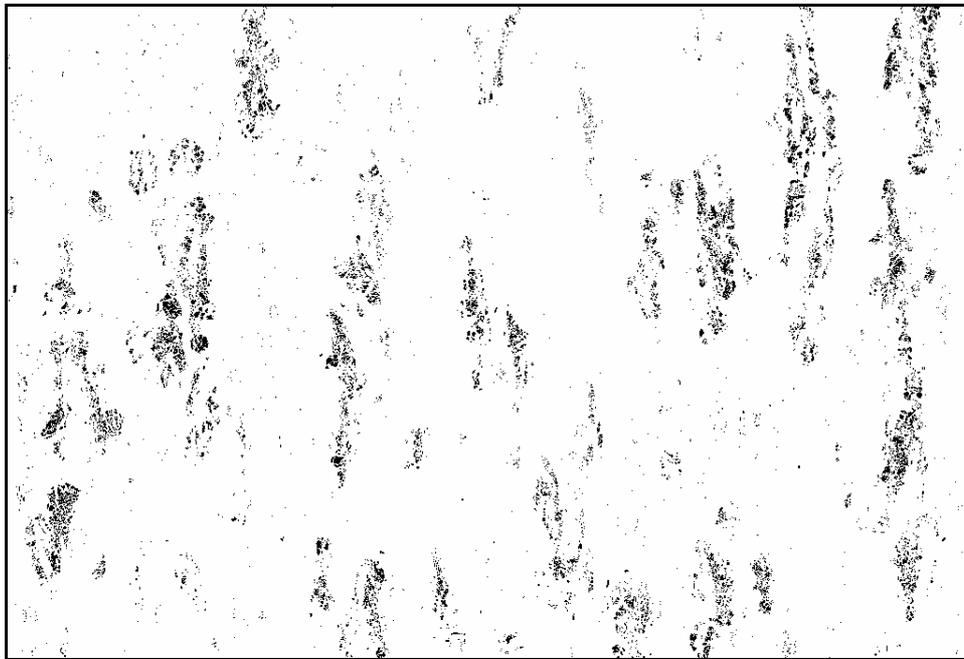
La microscopie électronique à balayage reste cependant l'outil indispensable à l'observation des surfaces de rupture. Le contraste obtenu en électrons secondaires permet de visualiser le relief et de distinguer les différents modes de rupture : transgranulaire en cisaillement, transgranulaire ductile et inter(-sub)granulaire.

Nous avons également cherché à évaluer la proportion de chacun de ces modes suivant les divers états métallurgiques. Les résultats sont le fruit d'une simple observation visuelle des photos MEB, et restent de ce fait très subjectifs. Ils permettent malgré tout de dégager des tendances très nettes sur l'influence du revenu et / ou de la trempe sur la propagation de la fissure. Les écarts sont jugés significatifs lorsqu'ils sont supérieurs à 25%.

Le MEB fournit d'autre part un excellent contraste chimique, avec les électrons rétrodiffusés. Nous avons pu, de cette manière, caractériser la fraction surfacique de particules intermétalliques sur les faciès de rupture (phases au fer) pour les divers alliages et états métallurgiques. Une étude quantitative a pu être menée en traitant un minimum de cinq images pour chaque cas, avec le logiciel d'analyse *Image Tool*, afin d'évaluer la fraction surfacique de phases au fer sur la surface projetée du faciès de rupture (voir la Figure III-20 a) et b)). Une limitation de ces résultats est que nous n'avons pas tenu compte de la surface effective du faciès de rupture, qui peut évoluer suivant la microstructure et le mode de propagation de la fissure (inter- ou transgranulaire).



a)



b)

Figure III-20 : Faciès de rupture d'un 7040. Méthode d'analyse des intermétalliques : a) image MEB brute et b) image après un seuillage avec le logiciel Image Tool.

B. La fractographie In situ : la microstructure varie

L'observation à l'aide d'un microscope électronique à balayage de la surface d'une éprouvette entaillée en cours de traction, nous a permis d'étudier plus précisément l'endommagement des particules intermétalliques au fer et au cuivre. De ce fait nous avons utilisé le contraste de phase en électrons rétrodiffusés.

Pour des raisons évidentes de taille d'éprouvette, nous n'avons pas pu reproduire la géométrie exacte de l'essai KAHN. Le dispositif expérimental imposait les dimensions de l'éprouvette à

utiliser (voir la Figure III-21). Celles-ci ont été usinées par électroérosion. L'épaisseur a été fixée par un polissage mécanique à 2mm environ en fonction de la position des particules intermétalliques par rapport à la surface observée. Par ailleurs la profondeur de l'entaille a été ajustée à l'aide d'une lame de rasoir de telle sorte que la tête de fissure soit positionnée directement en face d'un intermétallique. Il est à noter que ces éprouvettes de traction in situ sont sollicitées dans des conditions de contrainte et de déformation différentes de celles pour les éprouvettes KAHN.

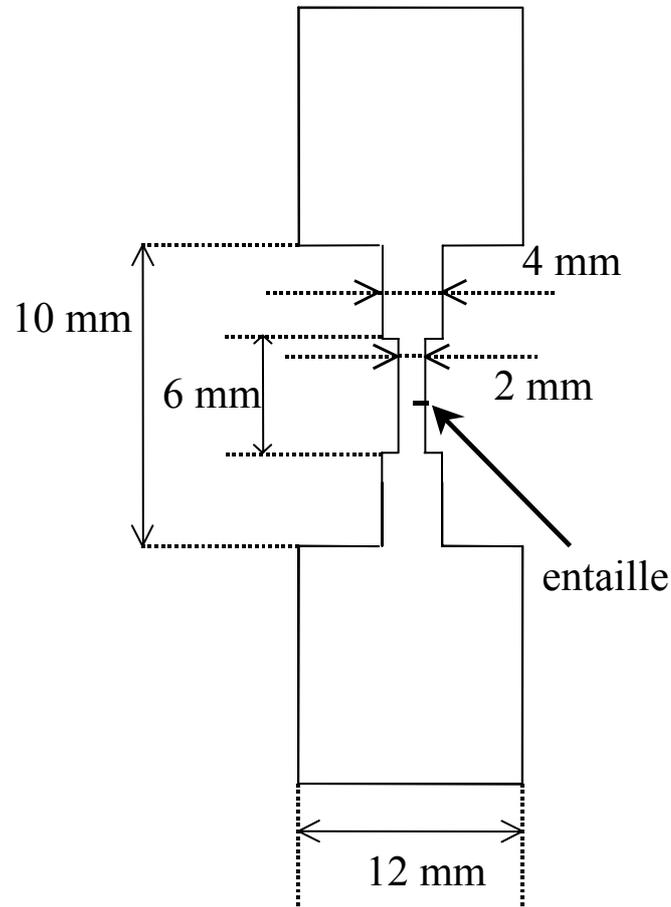


Figure III-21: Dimensions des éprouvettes de traction in situ au MEB.

Chapitre IV. Les propriétés mécaniques

Dans ce chapitre nous décrirons principalement l'influence de la vitesse de trempe et du revenu sur le comportement mécanique des alliages aéronautiques de la série 7000, en particulier sur la limite d'élasticité, sur le taux d'écroissage et sur la ténacité. Nous commencerons par exposer la caractérisation du durcissement structural, par mesures de microdureté puis par essais de traction monotone uniaxiale. Viendra ensuite la présentation des résultats des essais de ténacité, sur des éprouvettes de type CT et KAHN.

1. Caractérisation du durcissement structural

A. Les mesures de dureté

La microdureté est la technique idéale pour caractériser les cinétiques de durcissement structural car elle est à la fois rapide et peu coûteuse en matériau. Elle permettra par la suite de limiter le nombre d'éprouvettes de traction nécessaires à une caractérisation complète des propriétés plastiques de différents états de trempe et de revenu.

1. Influence du revenu

Les Figure IV-1 et Figure IV-2 montrent l'évolution de la microdureté classiquement observée pendant le traitement de revenu. Ce dernier est effectué après maturation à la température ambiante qui initie le mécanisme de durcissement structural par précipitation de zones Guinier-Preston (voir le Chapitre II).

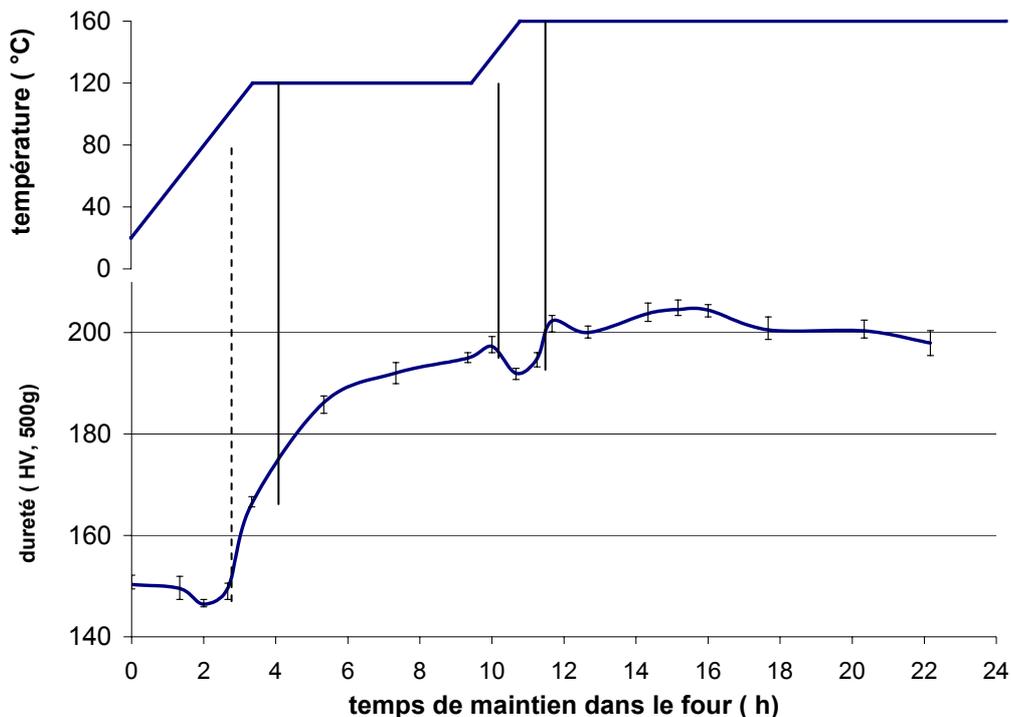


Figure IV-1 : Evolution de la dureté pendant le revenu du 7050, après une trempe eau froide et une maturation de 3.5 jours.

L'allure générale de ces courbes nous permet de remarquer plusieurs points. Une réversion plus ou moins prononcée apparaît systématiquement vers 80°C, lors de la montée en température au premier palier. Elle correspond à la dissolution des zones de Guinier-Preston, qui se sont formées pendant la période de maturation à température ambiante. En outre, cette réversion est d'autant plus marquée que la trempe est lente. Ce résultat rejoint les conclusions de la thèse de Deschamps (1997).

Une autre baisse de dureté, apparemment commune à tous les états, se produit juste après la fin du premier palier à 120°C. Cette légère baisse est assurément liée à la réversion des phases métastables lors de la montée en température. Plus précisément, il peut s'agir de la dissolution des zones GP restantes, ou de la dissolution des plus petits précipités η' avant l'apparition de la phase η ; ce décalage provoquerait temporairement une légère baisse de durcissement. Enfin, quelque soient l'alliage et l'état métallurgique, le pic de durcissement est observé pendant le palier à 160°C, température nécessaire à la précipitation de la phase η .

Par ailleurs, la comparaison des Figure IV-2 a) et b) montre que le 7050 a un potentiel de durcissement structural plus important. L'écart après une trempe à l'eau froide s'élève à 12HV. Ceci s'explique simplement par le fait que cet alliage est le plus chargé et favorise la formation d'une plus grande fraction volumique de précipités, quand on a convenablement trempé la solution solide.

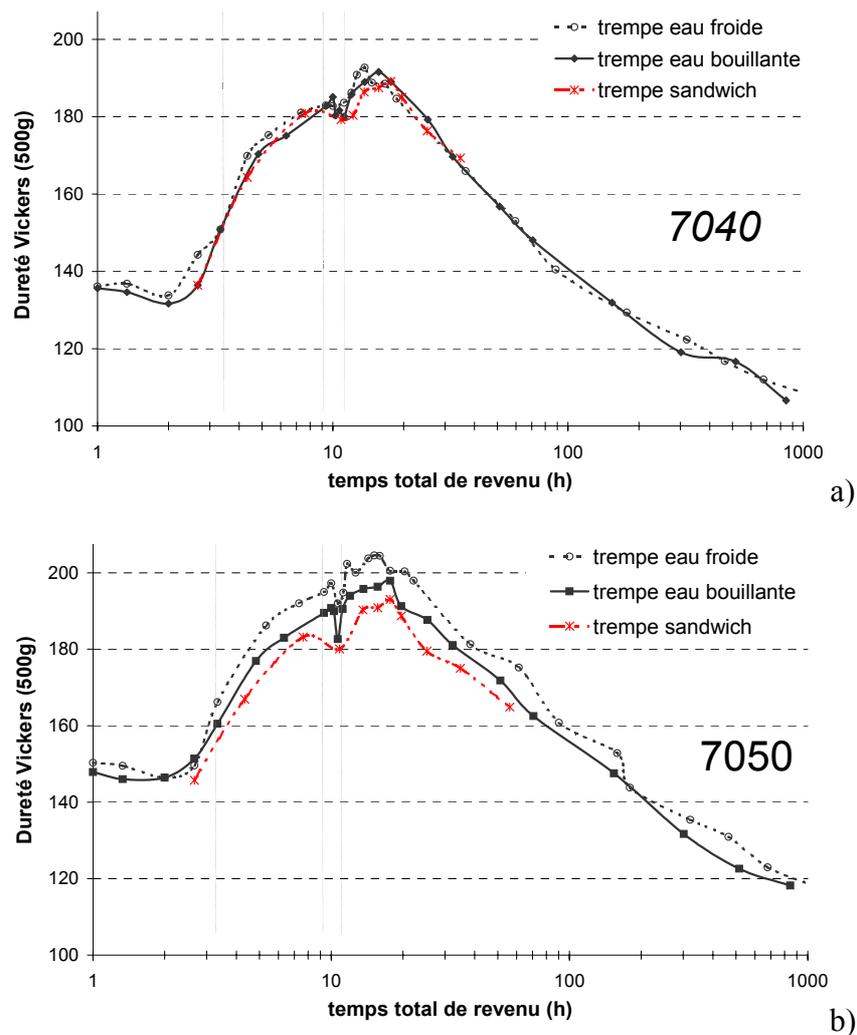


Figure IV-2 : Durcissement structural du 7040 a) et du 7050 b) après 3.5 jours de maturation à température ambiante, pour différentes vitesses de trempe.

2. Influence de la vitesse de trempe

Le chapitre II a rappelé dans quelle mesure la vitesse de trempe contrôle à la fois la concentration d'éléments d'addition restant en solution solide, susceptible de donner lieu à une précipitation durcissante, et le niveau de sursaturation en lacunes, qui détermine la cinétique de diffusion. Ce dernier effet a des répercussions directes sur la dureté observée directement après la période de maturation à température ambiante. Une trempe lente, en affaiblissant la concentration en lacunes, ralentit sensiblement la précipitation durcissante des zones Guinier-Preston. Une trempe plus lente se traduit donc systématiquement par une dureté plus faible au début du revenu.

L'influence de la vitesse de trempe sur la sursaturation en éléments en solution solide dépend par contre fortement de l'alliage considéré (voir les Figure IV-2 a) et b)). La différence de dureté au niveau du pic, entre un état trempé à l'eau froide et un état après une trempe sandwich, est seulement de 3HV pour le 7040 et s'élève à 11HV pour le 7050. La Figure IV-2 a) montre en outre que la différence est nulle pour le 7040 sur-revenu. La trempe lente est responsable d'une précipitation grossière sur les joints de grains ou sur les dispersoïdes qui affaiblit la concentration en éléments d'addition disponibles ensuite pour la précipitation durcissante pendant le revenu. Le chapitre 5 sur la caractérisation de la microstructure montrera que cette précipitation grossière est nettement plus importante dans le cas du 7050. On peut considérer que le 7040 est par opposition peu sensible à la trempe. Une conséquence importante pour les tôles fortes est que les deux alliages fournissent après trempe lente un durcissement maximum équivalent, bien que leur composition nominale soit sensiblement différente (voir la Figure IV-3).

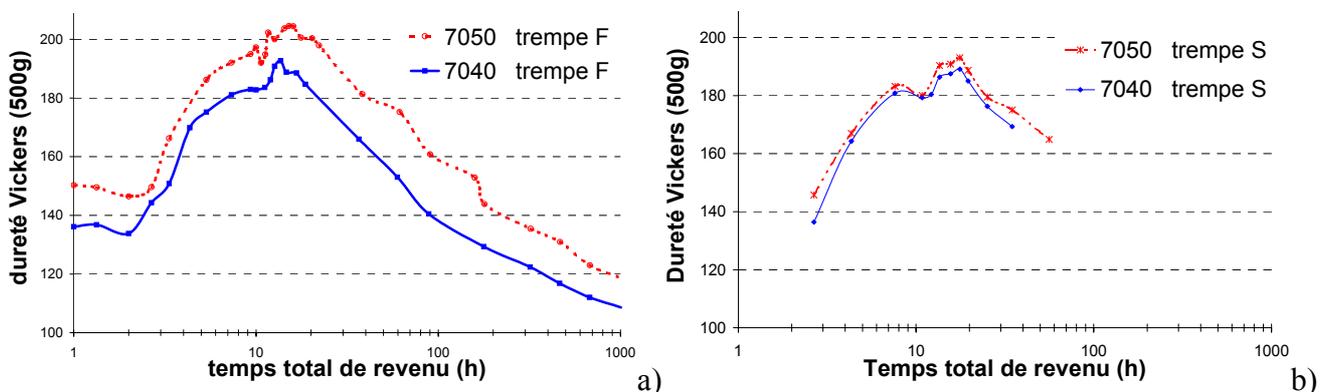


Figure IV-3 : Durcissement structural des alliages 7040 et 7050 après 3.5 jours de maturation à température ambiante, suivie d'une trempe rapide a) et d'une trempe lente b).

3. Détermination des cinétiques de revenu

Le premier intérêt de ces mesures de dureté reste la détermination des cinétiques exactes du durcissement. Elles ont permis de choisir les caractéristiques de revenu (température et temps) correspondant à trois états de référence définis comme suit:

- l'état *sous-revenu*, pour une dureté de 170HV,
- l'état *revenu au pic* de durcissement,
- et l'état *sur-revenu*, pour une dureté de 170HV également.

Ainsi une différence de ténacité entre les états sous- et sur-revenu ne pourra être attribuée à une différence de dureté. Le Tableau IV-1 propose un récapitulatif des conditions de revenu nécessaires pour obtenir ces trois états.

	trempe	sous-revenu	revenu au pic	sur-revenu
7040	eau froide	1h à 120°C	3h à 160°C	21h30 à 160°C
	eau bouillante	1h30 à 120°C	5h à 160°C	21h30 à 160°C
	sandwich	1h30 à 120°C	7h à 160°C	23h à 160°C
7050	eau froide	1h40 à 120°C	5h à 160°C	60h à 160°C
	eau bouillante	1h40 à 120°C	7h à 160°C	40h30 à 160°C
	sandwich	1h30 à 120°C	6h à 160°C	41h à 160°C

Tableau IV-1: Récapitulatif des différentes conditions de revenu nécessaires à l'obtention des trois états de référence. Sont indiqués la température du palier et le temps de maintien sur ce palier.

La définition de ces trois états de référence soulève deux remarques. On peut noter que l'égalité de la dureté des états sous- et sur-revenu ne s'apparente pas à une égalité de limite d'élasticité, à cause de la forte différence du taux d'érouissage de ces deux états (voir le § B.1(a) pour plus de détails). On peut d'autre part constater que le temps nécessaire pour atteindre le pic de durcissement est plus grand après une trempe lente, du fait de la plus faible concentration en lacunes qui contrôlent la cinétique de précipitation.

B. Les essais de traction monotone

Le comportement mécanique de nos alliages a ensuite été caractérisé à partir des courbes force / déplacement enregistrées pendant les essais de traction sur éprouvettes plates. A partir de ces résultats bruts nous avons pu tracer l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie (voir la Figure IV-4 pour exemple). En suivant la procédure décrite dans le chapitre III, nous pouvons ensuite déterminer plusieurs paramètres représentatifs du domaine des déformations homogènes: la limite d'élasticité et le taux d'érouissage. Les propriétés liées à la rupture sont elles caractérisées par la déformation et la contrainte avant striction de l'éprouvette de traction.

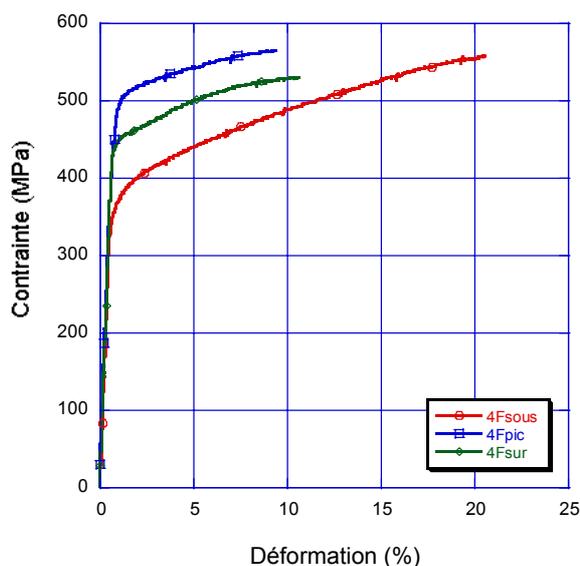


Figure IV-4 : Essais de traction suivant la direction de laminage d'un 7040, trempé à l'eau froide, pour les trois états de revenu de référence.

1. Evolution de la limite d'élasticité

Il est possible à partir des courbes de traction d'évaluer la contrainte correspondant à une déformation plastique de 0,2% ($\sigma_{0,2\%}$), appelée limite d'élasticité conventionnelle. Nous montrons ici la bonne correspondance entre le comportement décrit par l'évolution de la dureté et le comportement en terme de limite d'élasticité. Nous insistons ensuite sur les problèmes d'anisotropie de ce paramètre, en comparant les directions principales L et T_L .

(a) Correspondance dureté / limite d'élasticité

En premier lieu, la Figure IV-5 montre la bonne correspondance entre les pics de dureté et de limite d'élasticité. Cela confirme l'utilité des mesures de dureté, pour déterminer les cinétiques de durcissement pendant le revenu.

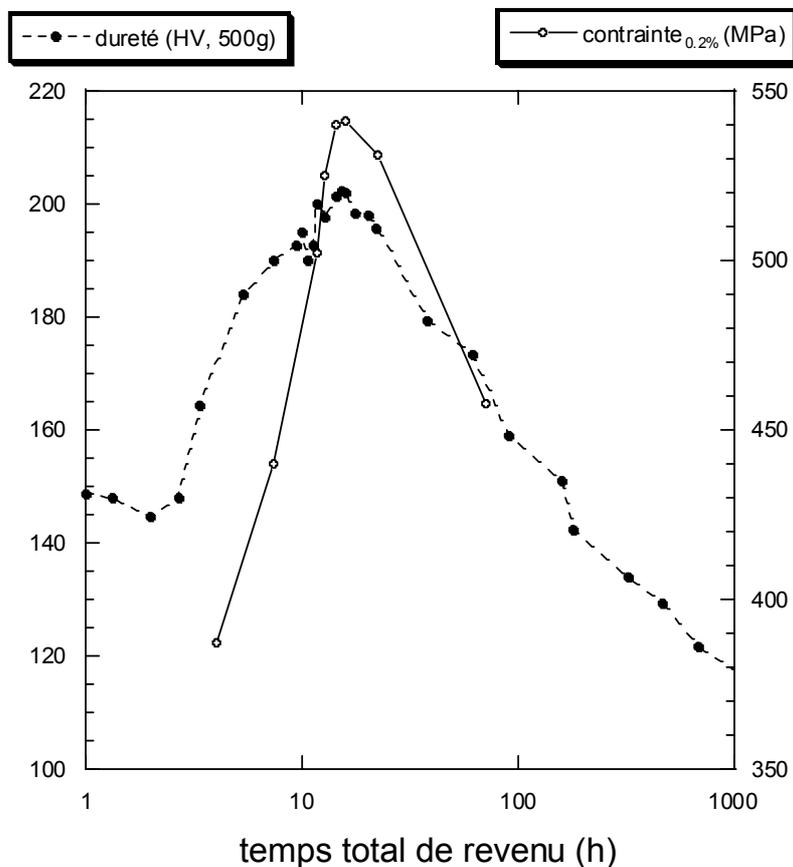


Figure IV-5 : Correspondance dureté / $\sigma_{0,2\%}$ pour le 7050 après une trempe eau froide.

Qualitativement, on retrouve les tendances déjà observées avec les courbes de dureté (voir les Figure IV-6 et Figure IV-7): l'alliage le plus chargé (7050) subit un durcissement structural plus efficace et l'alliage le moins chargé (7040) est beaucoup moins sensible à la trempe. Cette dernière remarque est d'autant plus valable lorsqu'on s'écarte vers les états sur-revenus. Nous retrouvons en outre, pour nos deux alliages sollicités suivant la direction travers long T_L , l'équivalence du durcissement au pic après une trempe sandwich ($\sigma_{0,2\%} \sim 500\text{MPa}$): certes les résultats des Figure IV-6 et Figure IV-7 présentent l'évolution de la limite d'élasticité suivant deux directions orthogonales, mais il sera montré au § 1.B.1.(b) que le comportement du 7050 est isotrope dans le plan L- T_L .

Les résultats de la Figure IV-7 sont surprenant puisque le 7040 trempé à l'eau bouillante offre une meilleure limite d'élasticité qu'après une trempe rapide. L'écart étant toutefois très faible nous pouvons raisonnablement l'associer à la marge d'erreur de l'expérience évaluée à environ 5MPa (voir le § 1.A.2 du chapitre III). Nous pouvons simplement conclure que les 7040 trempés à l'eau froide et à l'eau bouillante présentent une limite d'élasticité équivalente. La baisse est par contre très nette après une trempe sandwich (environ 20 MPa). Les observations microstructurales montreront que ce phénomène est lié à la précipitation hétérogène, notamment sur les dispersoïdes. Cette précipitation n'est activée pour le 7040 qu'à partir d'une trempe sandwich, c'est à dire pour des vitesses de refroidissement inférieures à $6,6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Ceci explique le faible écart pour cet alliage entre les trempes à l'eau froide et à l'eau bouillante. L'influence de la trempe est par contre visible pour le 7050 dès la trempe à l'eau bouillante (vitesse de refroidissement inférieure à $19^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), puisque dans ce cas la précipitation hétérogène a déjà été activée.

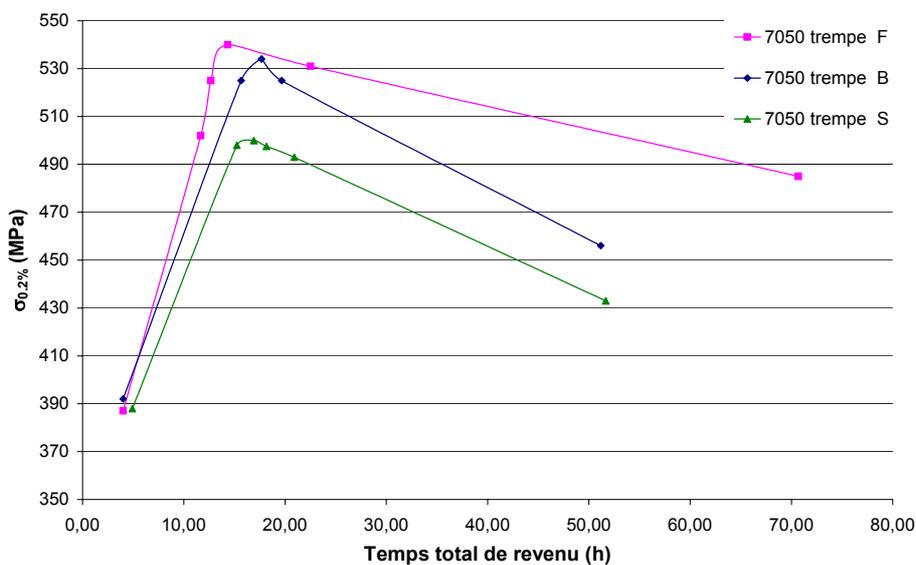


Figure IV-6: Evolution pendant le revenu de la limite d'élasticité du 7050, après différentes vitesses de trempe. L'axe des éprouvettes est aligné suivant la direction de laminage L.

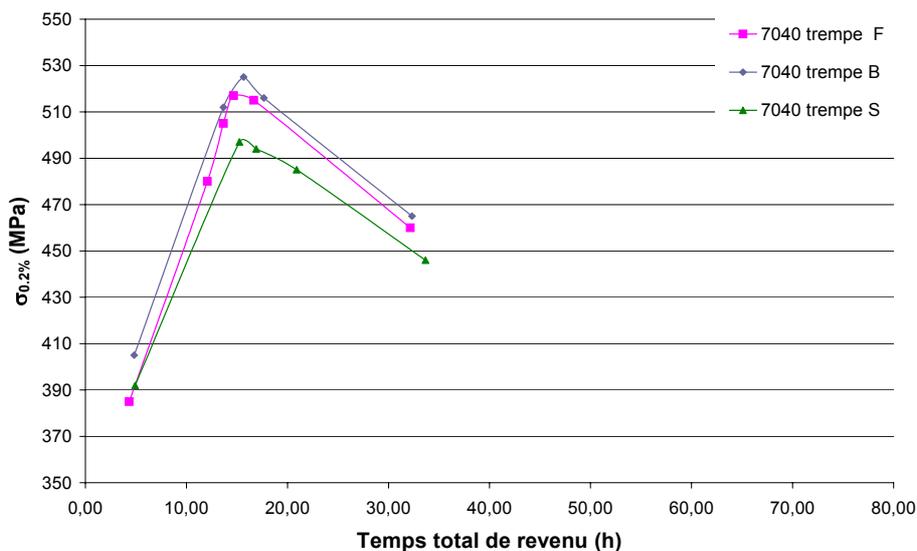


Figure IV-7: Evolution pendant le revenu de la limite d'élasticité du 7040, après différentes vitesses de trempe. L'axe des éprouvettes est aligné suivant la direction travers long T_L .

Quantitativement, comme le montre la Figure IV-8, la limite d'élasticité et la microdureté sont corrélées de façon à peu près linéaire suivant un rapport d'environ 2,7, notamment une fois le pic de durcissement atteint. A titre de comparaison Deschamps (1997) obtenait un rapport de 3,3 pour l'alliage 7010. Cette évolution est liée au fait que la dureté intègre des informations relatives à la fois à la limite d'élasticité et à l'écrouissage. Un essai de dureté provoque en effet une déformation plastique de quelques %. Etant donné que l'écrouissage évolue pendant le revenu (voir le § 1.B.2(b)), il est naturel d'observer une évolution de la correspondance entre $\sigma_{0,2\%}$ et HV. Cet écrouissage est en particulier beaucoup plus fort pour les états sous-revenus. Sa contribution masque alors celle de la limite d'élasticité. Par contre il est comparable pour les états revenus au pic et sur-revenus. Ceci explique pourquoi la relation de linéarité n'est valable qu'à partir du pic.

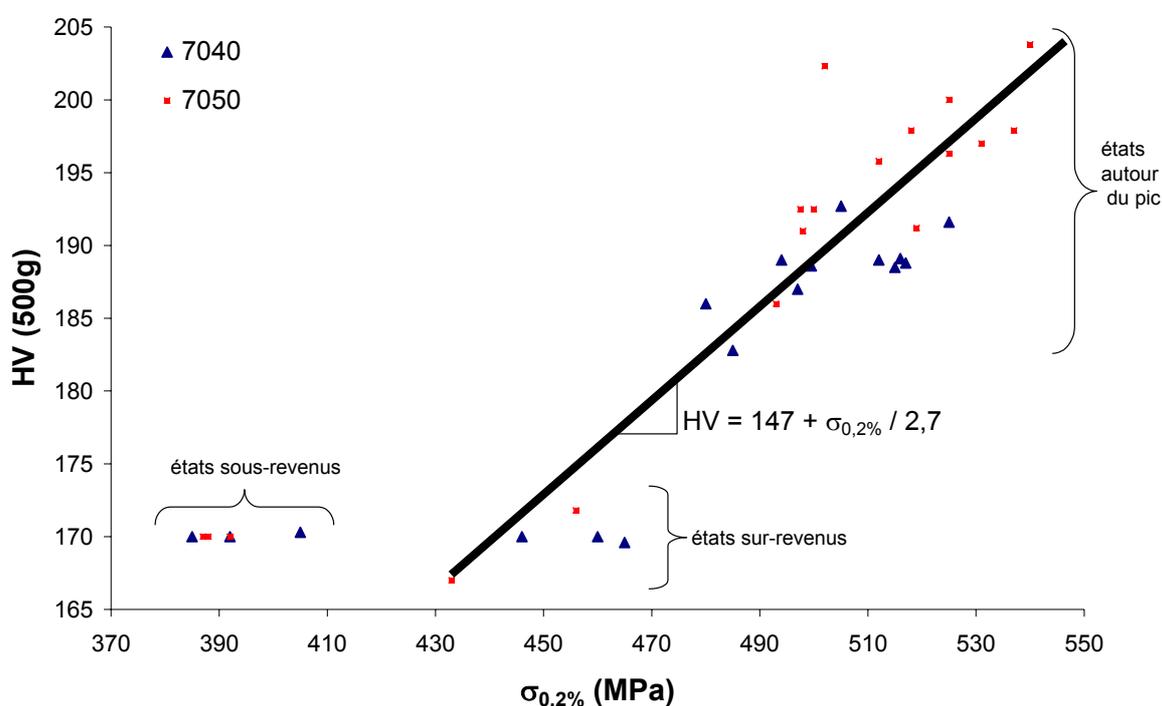


Figure IV-8 : Evolution de la dureté avec la limite d'élasticité, pour les alliages 7040 et 7050.

(b) Anisotropie

La limite d'élasticité est une grandeur anisotrope qui dépend fortement de l'angle entre la direction de laminage et l'axe principal des éprouvettes de traction. La dureté n'est pas sensible à l'orientation de l'échantillon par rapport à l'indentation. Nous avons ainsi prélevé les éprouvettes suivant deux directions orthogonales: L et T_L . La Figure IV-9 rappelle l'ensemble des résultats pour les deux alliages, après une trempe à l'eau froide.

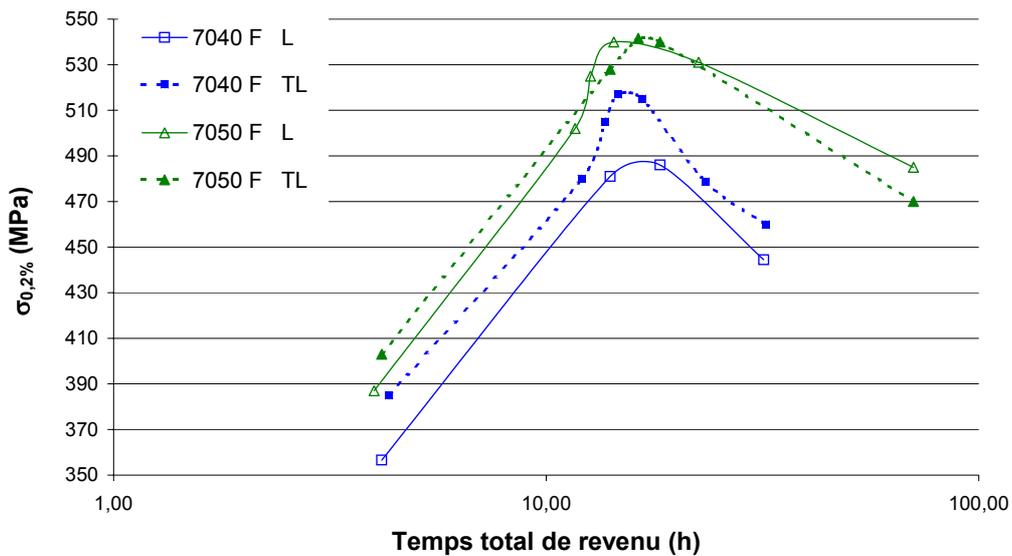


Figure IV-9: Influence de la direction de prélèvement des éprouvettes (L et T_L) sur la traction des 7040 et 7050, après une trempe à l'eau froide.

Solas (1997) a étudié l'anisotropie en limite d'élasticité après avoir prélevé ses éprouvettes suivant différentes directions du plan (L- T_C). Son travail a montré que cette anisotropie est principalement liée à la présence d'une forte texture cristallographique de laminage, et non pas à l'orientation préférentielle des grains suivant l'axe L, pendant la mise en forme.

La Figure IV-9 montre que le 7040 présente une forte anisotropie dans le plan (L- T_L), la limite d'élasticité suivant la direction de laminage étant sensiblement plus faible. Le comportement mécanique du 7050 dans le plan (L- T_L) est par contre isotrope. En fait les tôles n'ont pas subi un même laminage et possèdent en conséquence une texture cristallographique très différente. En accord avec les conclusions de Solas (1997) ces résultats ne sont donc pas surprenants.

Par ailleurs, le fait qu'une traction suivant l'axe L donne une moins bonne limite d'élasticité peut paraître surprenant. C'est en tout cas en désaccord avec les travaux de Achon (1994) ou de Thompson (1975, voir le chapitre II), dans lesquels la direction T_L est systématiquement moins performante. Il faut noter que les tôles de ces deux dernières études ont subi un détensionnement, que nous n'avons pas appliqué dans cette thèse. Le détensionnement consiste en une déformation plastique d'environ 2% suivant l'axe L des tôles. Ici, la moins bonne limite d'élasticité suivant L peut s'expliquer par l'absence d'écroutissage lié à ces 2% de déformation plastique.

2. Evolution de l'écroutissage

Les courbes contrainte / déformation issues des essais de traction permettent également d'évaluer l'écroutissage du matériau. Nous rappellerons brièvement le comportement classique de l'écroutissage des monocristaux et les limitations à prendre en considération pour l'appliquer au cas des polycristaux. Nous nous concentrerons ensuite sur l'influence du revenu et de la vitesse de trempe sur ce paramètre.

(a) Evolution classique de l'écroutissement des polycristaux

Dans le cas des monocristaux, le comportement plastique se décompose classiquement en quatre stades dépendant de l'activation et de l'interaction des divers systèmes de glissement (voir la Figure IV-10, Rollett et Kocks, 1994):

- *Stade I*, dit de glissement simple : un seul système de glissement est activé,
- *Stade II* : activation d'un deuxième système de glissement, qui par interaction avec le premier mène à l'écroutissement maximal,
- *Stade III* : activation du glissement dévié qui se traduit par un adoucissement progressif par annihilation des dislocations (phénomène de restauration dynamique),
- *Stade IV* : stabilisation de la valeur de l'écroutissement.

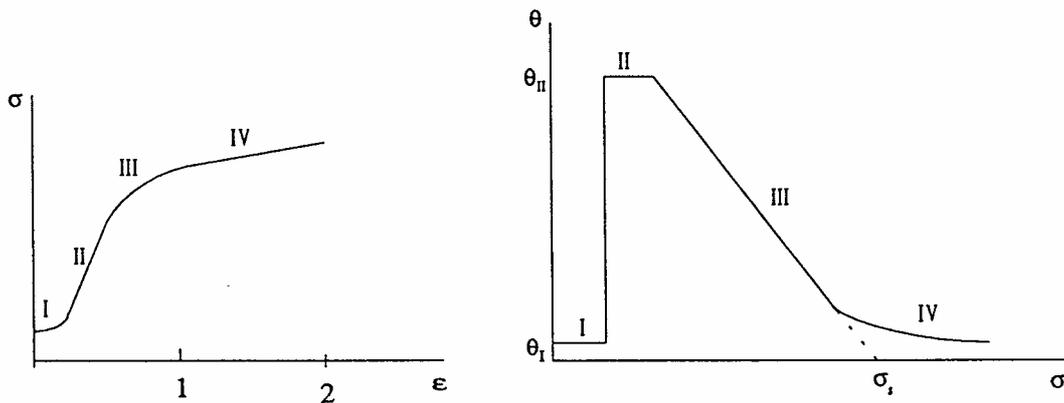


Figure IV-10 : Définition des différents stades d'écroutissement sur les courbes contrainte / déformation et écroutissement / déformation. Cas du monocristal.

Les polycristaux sont constitués d'un ensemble de grains, chacun pouvant être assimilé à un monocristal. Ce système est rendu complexe car chaque grain se comporte différemment suivant son orientation par rapport à l'axe principal de sollicitation et active plus ou moins tardivement ses propres systèmes de glissement. Les courbes contrainte/déformation obtenues ne présentent alors pas de stade I. La compatibilité entre les grains impose en effet l'activation simultanée de plusieurs systèmes de glissement dès le début de la déformation. Parallèlement, le stade IV n'est observé que pour de très grandes déformations principalement obtenues pendant des essais de torsion ou de compression. Pour ces raisons, seuls les stades II et III seront abordés ici.

(b) Influence du revenu

Les précipités, qu'il s'agisse de zones GP ou de phases formées au cours du revenu, constituent des obstacles au mouvement des dislocations. Ils sont des sites potentiels de stockage des dislocations et d'autre part accélèrent le phénomène de restauration dynamique en modifiant la solution solide. Ils sont ainsi responsables de grandes modifications du taux d'écroutissement du matériau. Ceci a déjà été étudié sur les alliages 7000 par Deschamps (1997) et Solas (1997). On pourra se reporter à leurs travaux pour une étude précise. Nos propres expériences ont donné des résultats tout à fait analogues comme le montre la Figure IV-11.

L'écroutissement le plus fort est obtenu après les traitements sous-revenus. Le matériau se constitue alors d'une solution solide et de zones GP. Ces dernières ne représentent pas des sites de stockage efficaces pour les dislocations et ne peuvent être à l'origine du fort taux

d'écrouissage observé. Celui-ci résulte de l'interaction entre les dislocations, de la limitation de la restauration dynamique par la forte concentration de solutés en solution solide, et éventuellement d'une précipitation dynamique induite par la plasticité.

Par ailleurs, l'état correspondant au pic de durcissement présente un écrouissage minimal car, à ce stade, les précipités sont cisailables et ne permettent pas de stocker les dislocations. Parallèlement on n'a pas de précipitation dynamique et la solution, appauvrie, ne contrôle plus la restauration dynamique. Cet état favorise en outre une déformation très hétérogène car le précipité, une fois cisailé, sera beaucoup plus facilement traversé par une autre dislocation, ce qui aboutit à la formation de bandes de cisaillement. Ce processus entraîne une forte localisation de la déformation qui induit une baisse rapide du taux d'écrouissage.

Enfin, un traitement de sur-revenu se traduit par une augmentation significative du taux d'écrouissage. A ce stade, le matériau se compose de précipités η contournés par les dislocations selon le mécanisme d'Orowan. Ce contournement aboutit à la formation de dislocations géométriquement nécessaires, qui, en s'accumulant, favorisent un écrouissage plus important.

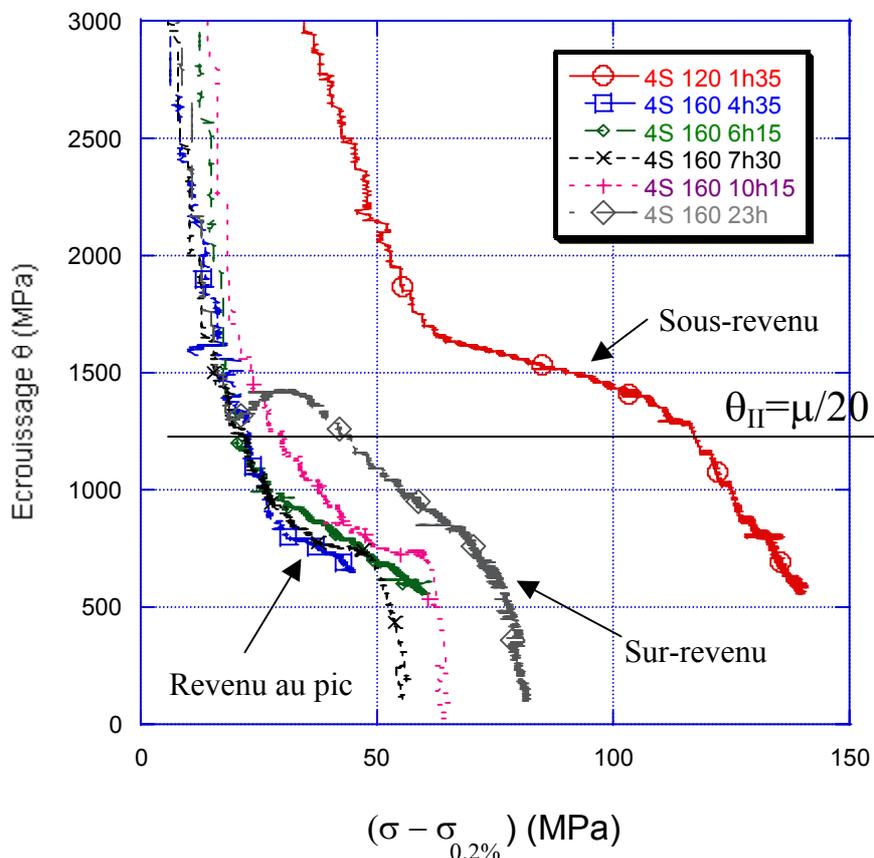


Figure IV-11 : Evolution de l'écrouissage du 7040 après une trempe type sandwich, pour différents temps de revenu (160 23h correspond à un traitement de 23h dans le second palier à 160°C). Influence de l'état de précipitation..

(c) Influence de la vitesse de trempe

La Figure IV-12 présente l'évolution du taux d'écrouissage des alliages 7040 et 7050 après les deux trempes extrêmes (froide ou sandwich) et pour différents états de revenu. Nous

n'avons pas observé d'influence nette de la vitesse de trempe sur l'écroissage de nos alliages de la série 7000. Ceci est en accord avec les conclusions du travail de thèse de Solas (1997).

Il semble toutefois que le 7050 sous-revenu présente une légère sensibilité à la trempe, l'état trempé lentement ayant un taux d'écroissage légèrement plus faible. Nous montrerons dans le chapitre V que la précipitation grossière induite par une trempe lente est beaucoup plus importante pour cet alliage. Le fait que l'influence ne soit visible que pour les états sous-revenus montre bien que l'écroissage est dans ce cas contrôlé par la concentration de solutés en solution solide. Après une trempe lente, la teneur en solutés est plus faible et la restauration dynamique plus facile.

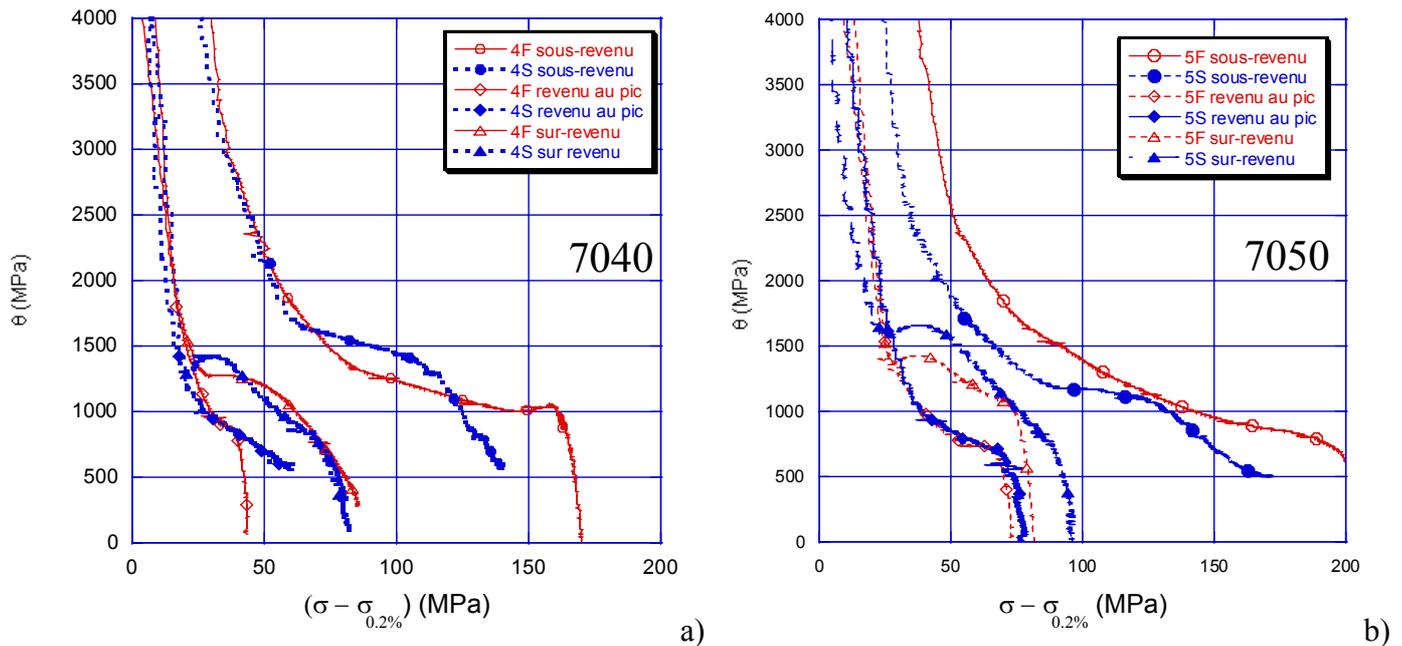


Figure IV-12 : Influence de la vitesse de trempe sur le taux d'écroissage du 7040 a) et du 7050 b), pour les trois états de revenu de référence.

3. Propriétés liées à l'endommagement et à la rupture en traction simple

L'apparition d'une striction pendant les essais de traction représente la fin du domaine des déformations homogènes. Nous avons choisi de caractériser mécaniquement le processus de rupture par la contrainte et la déformation à striction, correspondant au tout début de la localisation. Par ailleurs il est utile de rappeler combien la mesure de ces paramètres est sujette à d'importantes variations (voir le test de reproductibilité présenté au chapitre III). Nous chercherons donc simplement, dans l'interprétation des résultats, à dégager des tendances générales.

(a) Evolution de la déformation à striction

Comme on peut s'y attendre, la déformation à striction évolue pendant le revenu de façon analogue au taux d'écroissage (voir les Figure IV-13 a) et b)). Elle est élevée (supérieure à 10%) pour les états sous-revenus, minimale au pic et légèrement supérieure pour les états sur-revenus. Nous pouvons d'autre part considérer que la vitesse de trempe n'a pas d'influence sur ce paramètre. Les faibles écarts relevés sur les Figure IV-13 a) b) restent effectivement dans la marge d'erreur de l'expérience (supérieure à 10% en valeur relative).

La comparaison des deux orientations de sollicitation met d'autre part en évidence une anisotropie de la déformation à striction variable suivant l'alliage. Les variations observées pour le 7050 ne sont pas significatives car elles sont dans la marge d'erreur de l'essai. Par contre le 7040 présente une déformation à striction globalement deux fois plus élevée dans le sens L, pour les états sous-revenu et revenu au pic. On retrouve ici une sensibilité au sens de prélèvement des éprouvettes identique à celle observée pour la limite d'élasticité. Elle est d'ailleurs cohérente avec l'influence du revenu mis en évidence ci-dessus. Les états sous-revenus, qui présentent les limites d'élasticité les plus faibles, ont les domaines de déformations homogènes les plus longs. Il est donc naturel qu'une moins bonne limite d'élasticité du 7040 suivant la direction de laminage se corrèle avec une meilleure déformation à striction.

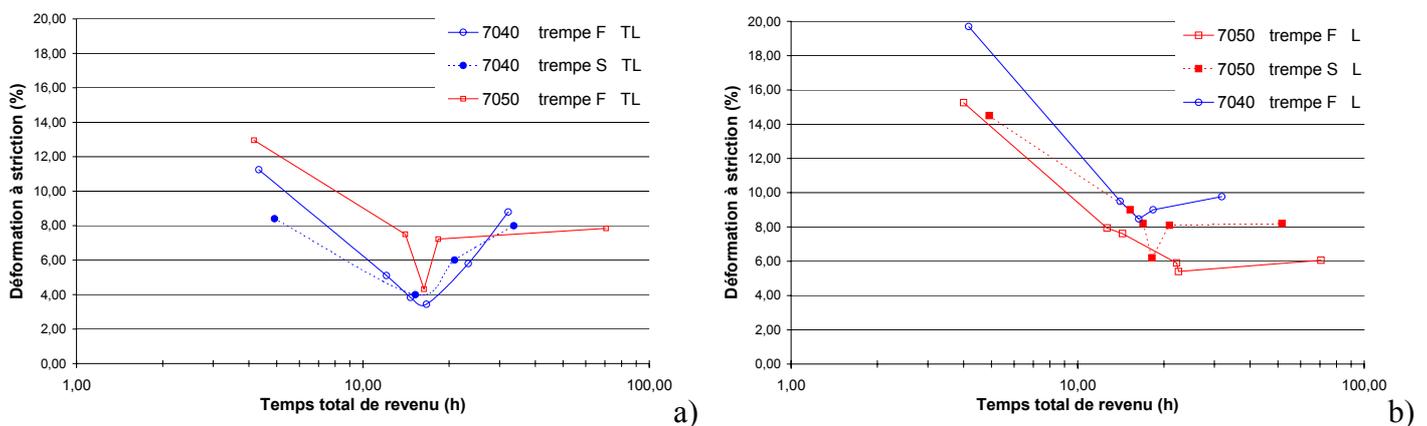


Figure IV-13 : Evolution de la déformation à striction des alliages 7040 et 7050, trempés à l'eau froide ou sandwich, et tractionnés suivant la direction T_L . a) ou L b).

(b) Evolution de la contrainte à striction

L'influence du revenu sur la contrainte à striction est comparable à celle sur la limite d'élasticité mais dans une plus faible mesure. La contrainte est de la même manière la plus élevée pour les états revenus au pic. L'écart entre les 3 états de référence reste toutefois plus faible et ne dépasse pas 30 MPa pour le 7040. Ceci s'explique simplement en considérant l'évolution du taux d'érouissage, décrite au § 1.B.2(b) précédemment. Un état sous-revenu compense ainsi une faible limite d'élasticité par un fort taux d'érouissage dans le domaine plastique et présente une contrainte à striction proche de celle pour un revenu au pic, où l'érouissage est minimum.

En outre nous avons montré que la vitesse de trempé n'avait pas d'influence significative sur le taux d'érouissage, à l'exception du 7050 sous-revenu (voir la Figure IV-12). Il est donc normal que son effet sur la contrainte à striction soit le même que sur $\sigma_{0.2\%}$. On retrouve en particulier que pour le 7040 l'écart entre les trempes eau froide et bouillante est négligeable alors qu'une trempé sandwich est responsable d'une baisse sensible de la contrainte, d'environ 15 MPa (20 MPa en limite d'élasticité). Pour le 7050 l'écart entre les trempes extrêmes est d'environ 35MPa (40 MPa en $\sigma_{0.2\%}$).

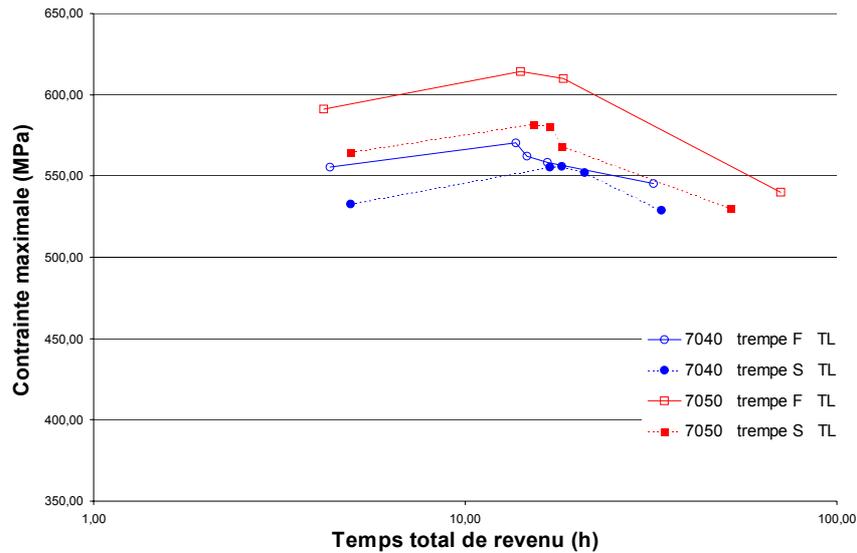


Figure IV-14 : Evolution pendant le revenu de la contrainte à striction des essais de traction.

C. Bilan sur le comportement en traction des alliages 7000

La Figure IV-15 propose une synthèse de l'influence du revenu sur les principaux paramètres de traction :

- la limite d'élasticité et la contrainte à striction sont maximales au pic,
- le taux d'écroissage et la déformation à striction sont minimaux au pic et augmentent légèrement avec un sur-revenu.

En outre l'influence de la vitesse de trempe est sensible sur la limite d'élasticité, sur la contrainte à striction et dans une moindre mesure sur le taux d'écroissage (uniquement pour les états sous-revenus).

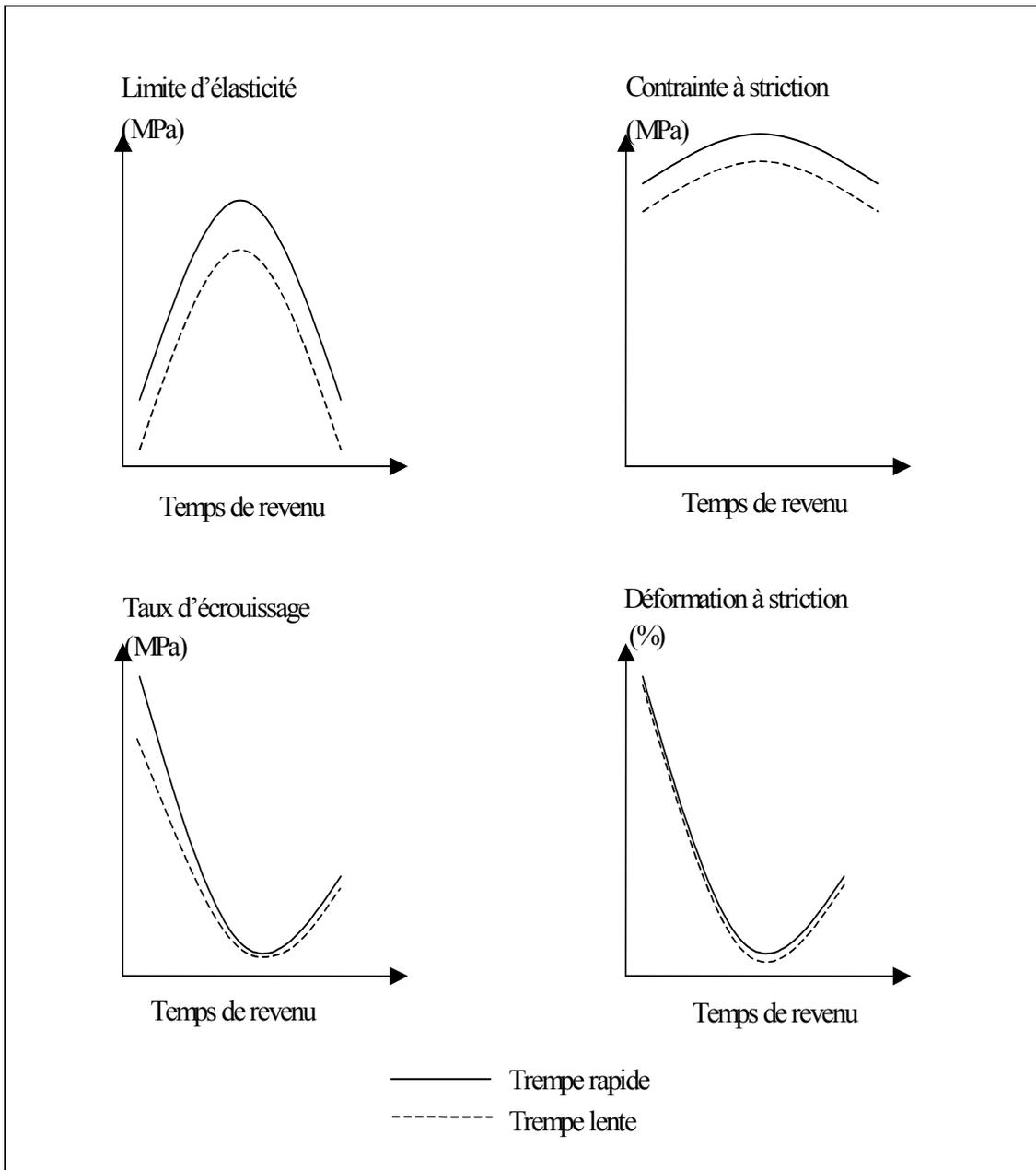


Figure IV-15 : Récapitulatif sur l'influence de la vitesse de trempe et du temps de revenu sur le comportement en traction des alliages de la série 7000.

2. Caractérisation de la résistance à l'entaille: essais de ténacité

Dans cette partie nous caractériserons l'influence de la vitesse de trempe et du revenu sur la résistance à l'endommagement des alliages de la série 7000. Deux types d'éprouvettes ont été utilisées dans la thèse afin de simuler l'endommagement par le biais d'une entaille : les éprouvettes CT (compact tension) et les éprouvettes de déchirement du type KAHN. Pour rappel (voir le chapitre III pour la description des techniques expérimentales), ces deux essais se distinguent comme suit :

- *pour un essai CT*, les éprouvettes de 13 mm d'épaisseur subissent une préfissuration en fatigue afin de minimiser le rayon de courbure en fond d'entaille, puis sont tractionnées jusqu'à rupture dans des conditions de déformation plane. Il en découle une mesure directe du facteur d'intensité de contrainte critique K_{IC} , ou ténacité.

- *pour un essai KAHN*, l'étape de préfissuration en fatigue est supprimée. Le rayon de courbure en fond d'entaille est donc fixé par l'usinage. Les éprouvettes sont alors directement tractionnées jusqu'à rupture, d'où la notion d'essai de déchirement. Leur épaisseur (3mm) est trop faible pour obtenir des conditions de déformation planes. Le paramètre représentatif de la ténacité est dans ce cas l'énergie d'initiation de fissure, UIE.

La première partie mettra en évidence la pertinence de l'essai KAHN en tant qu'essai de ténacité. Nous présenterons ensuite les résultats des essais CT afin de dégager les tendances générales de l'influence de la trempe et du revenu. La description des essais KAHN permettra enfin de préciser chaque influence et déterminera l'effet de la composition de l'alliage et les problèmes d'anisotropie.

A. Correspondance UIE / K_Q : représentativité de l'essais KAHN

Nous avons mis en évidence une corrélation entre l'énergie d'initiation de fissure évaluée par essai KAHN et le paramètre K_Q des essais sur éprouvettes CT. Le facteur critique d'intensité de contrainte est directement proportionnel à la racine carrée de l'énergie développée jusqu'à rupture. Kaufman et Hunsicker (1964, voir la Figure 3-9) avaient ainsi mis en évidence une relation de linéarité entre l'énergie de propagation de fissure et le carré du K_{IC} . La Figure IV-16 montre que cette linéarité est de même bien respectée avec l'énergie d'initiation de fissure :

Ces résultats sont une preuve supplémentaire de la pertinence de l'essai KAHN, en tant qu'essai de ténacité. Ils prouvent d'autre part que l'UIE, au même titre que l'UPE, est un paramètre représentatif de la résistance à l'entaille d'un matériau.

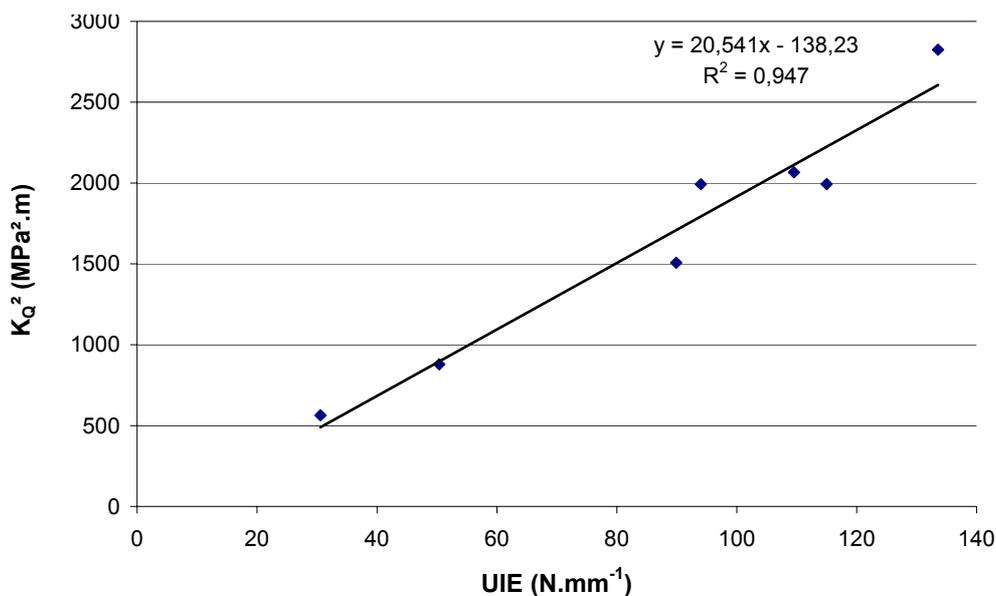


Figure IV-16 : Evolution du facteur critique d'intensité de contrainte K_Q obtenu par essai CT en fonction de l'énergie d'initiation de fissure déterminée avec les éprouvettes KAHN. Correspondance entre les deux essais.

B. Les essais sur éprouvettes CT

Le Tableau IV-2 montre l'évolution du facteur d'intensité de contrainte critique K_Q pour quatre états du 7050 ayant une dureté de 170HV. Ces essais nous ont permis de vérifier que les états de référence préalablement définis offraient des résistances à l'entaille suffisamment éloignées pour être significatives, notamment après des trempes lentes. Le nombre d'éprouvettes fracturées est certes faible mais permet de retrouver certaines tendances :

- la ténacité des états sous-revenus est supérieure à celle des états sur-revenu, à dureté et par extension limite d'élasticité (si on néglige l'influence de l'écroûissage pendant la mesure de dureté) équivalentes (Kirman, 1971),
- les états trempés plus lentement sont moins tenaces (Unwin et Smith, 1969).

Trempe	sous-revenu	sur-revenu
Froide	45.5	<u>38.8</u>
Sandwich	<u>29.6</u>	<u>23.8</u>

Tableau IV-2 : Facteur d'intensité de contrainte critique K_Q du 7050 sous- et sur-revenu (états de référence définis au § I.A.3), après une trempe à l'eau froide ou sandwich. Les valeurs soulignées respectent les critères de validation imposés par la norme (en particulier celui de déformation plane) et sont assimilables à de vrais K_{IC} .

Le 7050 trempé à l'eau froide et sous-revenu présente la ténacité la plus élevée. Selon la norme (voir le § I.B.1 du chapitre III), une traction en conditions de déformation plane aurait dans ce cas nécessité une éprouvette d'une épaisseur minimale de 35 mm (au lieu de 13 mm). Dans ce cas nous ne pouvons assimiler le K_Q déterminé à un K_{IC} . Les autres essais respectent par contre tous les critères imposés par la norme.

C. Les essais de déchirement sur éprouvettes KAHN

Les résultats dans ce paragraphe seront systématiquement présentés sous la forme de graphes traçant l'évolution de l'énergie d'initiation de fissure en fonction de la limite d'élasticité. Cette représentation a déjà été utilisée par Kirman (1971, § III.C du chapitre 2)) pour étudier l'effet du revenu. Elle permet surtout de visualiser directement l'influence de l'histoire thermique sur le compromis $\sigma_{0,2\%}$ / ténacité.

1. Influence du revenu

La Figure IV-17 met en évidence l'influence du revenu sur l'énergie d'initiation de fissure, pour le 7050 trempé à l'eau froide. On retrouve bien l'allure déjà mise en évidence par Kirman (1971). A limite d'élasticité équivalente, l'état sous-revenu présente une meilleure ténacité que l'état sur-revenu. Les conditions de revenu au pic de durcissement correspondent par ailleurs à une résistance à l'entaille minimale.

Toutefois les résultats de la Figure IV-20 montrent qu'un revenu au delà du pic ne se traduit pas systématiquement pour le 7040 par une amélioration de la ténacité : l'énergie d'initiation de fissure se maintient au niveau obtenu au pic. Une conséquence importante est qu'après une trempe rapide, la différence de ténacité entre un sous-revenu et son sur-revenu correspondant est plus importante pour le 7040 que pour le 7050.

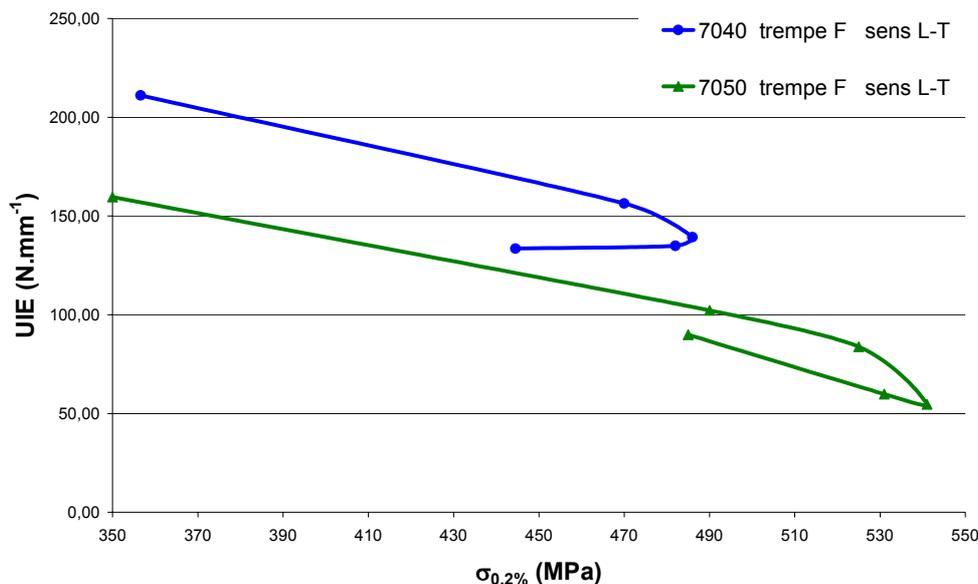


Figure IV-17 : Evolution de l'énergie normalisée d'initiation de fissure en fonction de la limite d'élasticité, pour le 7040 et le 7050, après une trempe eau froide (orientation de l'éprouvette :L-T).

2. Influence de la vitesse de trempe

L'influence de la vitesse de trempe est clairement mise en évidence par les résultats des Figure IV-18 et Figure IV-19. Il ne fait aucun doute qu'une trempe plus lente conduit à une baisse importante de la résistance à l'entaille. Nous verrons dans le chapitre 5, en accord avec les résultats d'Unwin et Smith (1969), que cette baisse de la ténacité se corrèle bien avec une

augmentation du mode de rupture intergranulaire, étant donné la plus forte concentration de précipités grossiers sur les joints et sous-joints de grains.

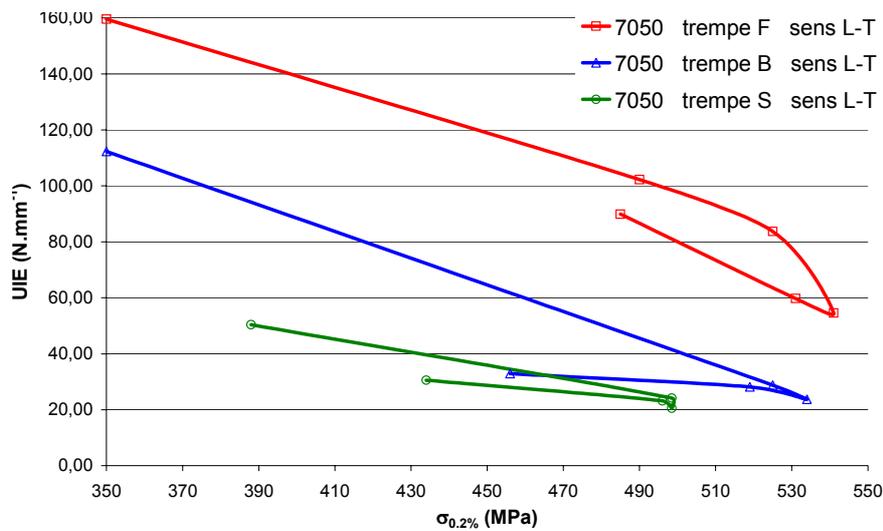


Figure IV-18 : Evolution de l'énergie normalisée d'initiation de fissure en fonction de la limite d'élasticité, pour le 7050 orienté L-T.

Il semble par ailleurs que l'influence de la vitesse de trempe l'emporte sur l'effet du revenu, pour les états trempés très lentement. On pourra pour s'en convaincre observer l'évolution de l'énergie d'initiation de fissure après une trempe sandwich (voir les Figure IV-18 et Figure IV-19). Ceci sous-entend que la plasticité de la matrice, en termes de limite d'élasticité et de taux d'érouissage, est alors un paramètre moins important pour contrôler le niveau de ténacité. L'endommagement se ferait davantage sur les précipités grossiers sur les (sous-) joints de grains, indépendamment de l'ampleur de la déformation à l'intérieur du grain.

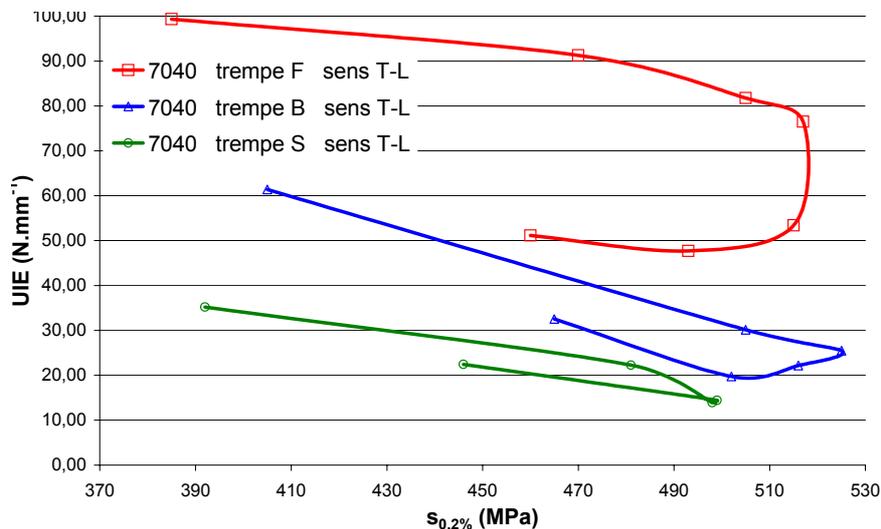


Figure IV-19: Evolution de l'énergie normalisée d'initiation de fissure en fonction de la limite d'élasticité, pour le 7040 orienté T-L.

Nous pouvons enfin remarquer que l'effet de la trempe est bien plus net sur la résistance à l'entaille que sur le durcissement structural. La ténacité de l'alliage 7050 subit en particulier une chute d'environ 70% (à limite d'élasticité équivalente) entre une trempe eau froide et

sandwich, alors que le durcissement structural est moins efficace de 5,4% (voir les mesures de dureté à la Figure IV-2 b)). La remarque est d'autant plus valable pour le 7040 puisque son énergie d'initiation de fissure chute globalement d'environ 60% alors que sa limite d'élasticité est pratiquement insensible à la vitesse de trempe (baisse de 1,8%, voir la Figure IV-2 a)). Ceci tend à montrer qu'une faible fraction volumique de précipitation grossière induite par la trempe suffit à modifier notablement la ténacité des alliages aéronautiques. Nous rejoignons ici les conclusions de Burghard (1974) et de Kawabata et Izumi (1976 a et b) selon lesquelles seule une petite partie des précipités intergranulaires (moins de 5%) participent à l'endommagement en formant des cavités.

3. Anisotropie

La Figure IV-20 met en évidence la forte anisotropie de la ténacité de nos alliages. En accord avec les travaux de Thompson (1975) et plus récemment Achon (1994), l'orientation L-T est systématiquement supérieure au sens T-L. L'écart entre les deux orientations s'élève globalement à 50 % pour chaque alliage.

Il est par ailleurs intéressant de noter que l'influence de l'orientation de l'éprouvette est identique pour les deux alliages après les essais de résistance à l'entaille, alors que l'alliage 7050 est isotrope dans le plan L-T_L après les essais de traction (voir le § 1.B.1(b)). Les travaux de Solas (1997) ont montré que l'anisotropie en limite d'élasticité résulte d'une forte texture de laminage. Nous montrerons au chapitre suivant que l'anisotropie en ténacité se corrèle avec la fraction et l'orientation des particules intermétalliques. D'autre part, dans le sens T-L, la ténacité semble dépendre beaucoup moins des caractéristiques de revenu. L'observation des faciès de rupture montrera que dans ce cas la résistance à l'entaille est davantage contrôlée par les intermétalliques.

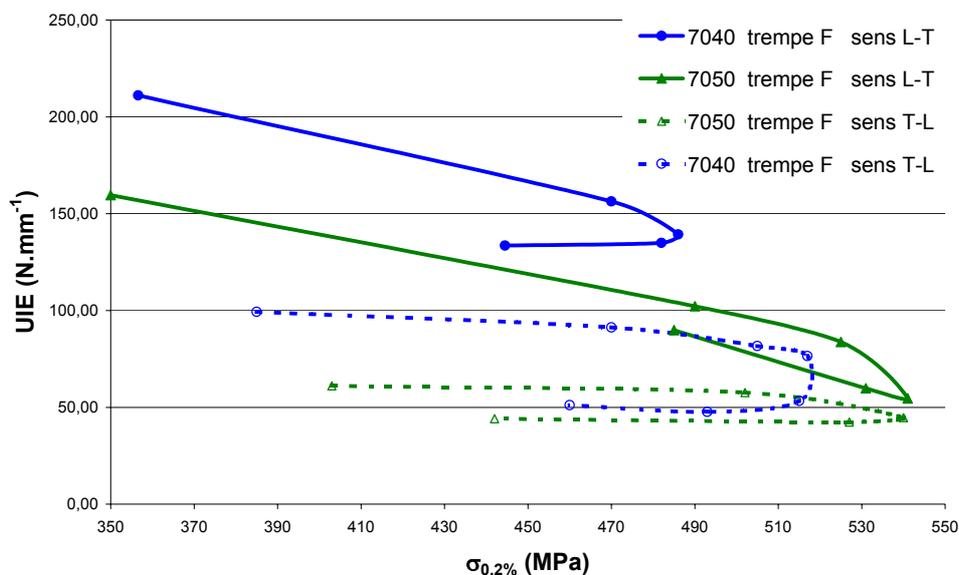


Figure IV-20 : Evolution de l'énergie normalisée d'initiation de fissure en fonction de la limite d'élasticité, pour le 7040 et le 7050, après une trempe eau froide. Influence de l'orientation des éprouvettes.

4. Influence de la composition de l'alliage via la sensibilité à la trempe

La Figure IV-21 compare la ténacité des alliages 7040 et 7050 pour les deux vitesses de trempe extrêmes. Que ce soit après une trempe à l'eau froide ou sandwich, l'alliage 7040 offre une résistance à l'entaille très nettement supérieure : pratiquement trois fois plus élevée après une trempe rapide et un revenu au pic de durcissement. Les résultats de la Figure IV-20 montrent d'ailleurs que cette supériorité est valable indépendamment de l'axe de sollicitation choisi.

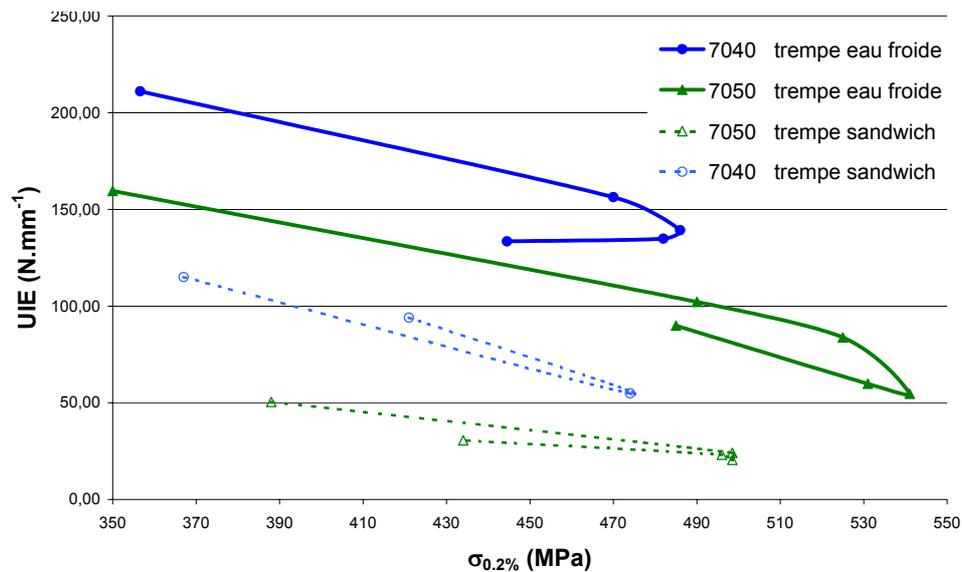


Figure IV-21 : Evolution de l'énergie normalisée d'initiation de fissure en fonction de la limite d'élasticité, pour le 7040 et le 7050, après différentes vitesses de trempe (orientation de l'éprouvette :L-T).

Le 7040, en tant qu'alliage le moins chargé, possède ainsi un durcissement structural moins efficace mais présente grâce à une moindre sensibilité à la trempe un meilleur compromis ténacité / limite d'élasticité pour l'application aux tôles fortes de 150 mm d'épaisseur. Pour des revenus au delà du pic, le 7040 trempé lentement présente effectivement une énergie d'initiation de fissure équivalente à celle du 7050 trempé rapidement. Parallèlement sa limite d'élasticité se maintient davantage après une trempe lente (baisse de 1,8% au lieu de 5,4% pour le 7050, d'après les mesures de dureté).

D. Bilan sur la résistance à l'entaille des alliages 7000

Les essais sur éprouvettes CT et les essais de déchirement sur éprouvettes KAHN ont permis de caractériser de façon systématique la résistance à l'entaille des deux alliages de la thèse, pour différents traitements thermiques. La Figure IV-22 représente schématiquement l'allure des courbes obtenues.

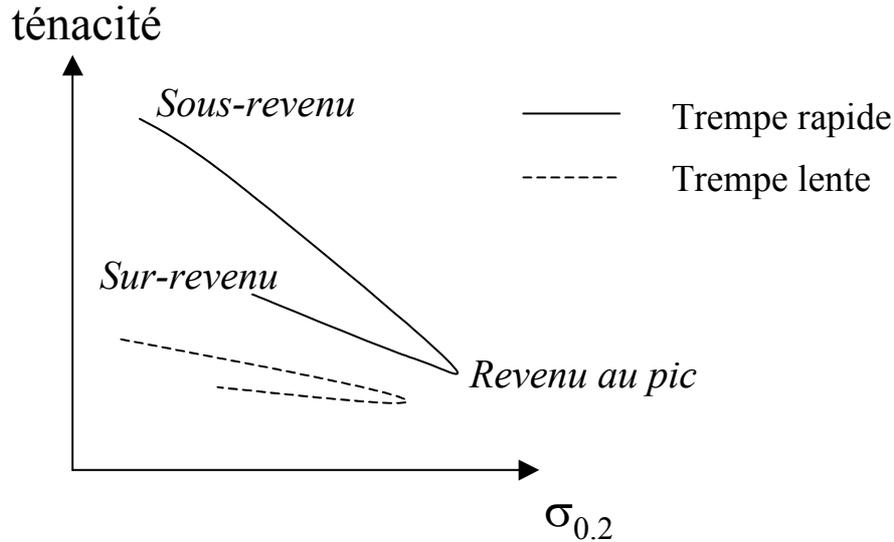


Figure IV-22 : Evolution de la ténacité en fonction de la limite d'élasticité. Influence de la vitesse de trempe et du revenu.

Plusieurs tendances communes aux deux alliages ont ainsi été mises en évidence :

- effet du vieillissement : la ténacité diminue lorsque la limite d'élasticité augmente ; de plus un état sur-revenu résiste moins à l'entaille que l'état sous-revenu équivalent (i.e. ayant la même limite d'élasticité).

- effet de la vitesse de trempe : une trempe sandwich ($6,6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) conduit à une baisse d'environ 60 % de la résistance à l'entaille de nos alliages 7000, et ce malgré une chute de la limite d'élasticité de seulement 35MPa pour le 7050. Nous corrèlerons cette effet avec l'ampleur de la précipitation grossière sur les joints de grains.

- influence du sens de sollicitation : les éprouvettes orientées T-L sont environ 50% moins tenaces que les éprouvettes L-T. Ce résultat est surprenant au vu du comportement en limite d'élasticité puisque :

- ◆ la limite d'élasticité du 7050 est isotrope

- ◆ la limite d'élasticité du 7040 est plus élevée suivant l'orientation T_L que suivant la direction de laminage.

Nous rapprocherons ces résultats de la distribution spatiale des particules intermétalliques grossières.

Chapitre V. Caractérisation de la microstructure

Nous décrivons dans un premier temps les principaux constituants de la microstructure des alliages de la série 7000, par ordre de taille décroissant. Nous commencerons ainsi par présenter la structure granulaire en s'intéressant plus particulièrement à la fraction de grains recristallisés. Nous examinerons ensuite les caractéristiques des particules intermétalliques en insistant sur leur orientation préférentielle suivant la direction de laminage. Nous terminerons par la présentation des précipitations fine (de revenu) et grossière (induite par une trempe lente).

La deuxième partie de ce chapitre s'attachera à déterminer à partir de l'observation des faciès de rupture, quels sont les paramètres microstructuraux ayant une influence significative sur l'initiation et la propagation d'une fissure lors d'un essai de résistance à l'entaille.

1. Caractérisation des principaux constituants de la microstructure

A. La structure granulaire

Les deux alliages de notre étude présentent une structure granulaire mixte composée principalement de grains restaurés et de quelques grains recristallisés (voir Figure V-1 et Figure V-2). Le niveau de recristallisation est à peu près uniforme sur toute l'épaisseur, à l'exception du bord de la tôle où il est sensiblement plus élevé. Nous nous limiterons ici à la caractérisation de la zone de prélèvement présentée au Chapitre II, allant de 1 cm de la surface au quart de l'épaisseur totale (soit 37.5 mm).

Le Tableau V-1 présente pour chaque alliage la fraction de grains recristallisés dans cette zone. Cette fraction surfacique a été déterminée par analyse d'image de micrographies optiques (voir le chapitre III sur les techniques expérimentales). Il apparaît que le 7050 est légèrement plus recristallisé que le 7040. L'écart reste toutefois trop faible pour expliquer la différence de résistance à l'entaille entre les deux alliages. En effet nous avons vu dans la bibliographie du chapitre II que la différence de ténacité entre deux états complètement restauré ou complètement recristallisé ne dépasse pas $5 \text{ MPa.m}^{1/2}$.

Alliage	7040	7050
Fraction de grains recristallisés	17.4%	26%

Tableau V-1 : Fraction surfacique de grains recristallisés pour le 7040 et le 7050 (+/- 2%).

Nous n'avons pas observé de variation de la fraction de grains recristallisés pendant les traitements thermiques mis en œuvre dans la thèse, notamment pendant la mise en solution de 80 minutes au-delà de 470°C. En fait une grande quantité d'énergie est stockée dans le matériau pendant le laminage à chaud. Les échantillons de notre étude ont été prélevés dans des tôles issues de la production. La mise en solution industrielle a dissipé la quasi-totalité de l'énergie stockée, en favorisant les processus de restauration et de recristallisation. Les deux alliages que nous avons reçus possèdent donc une structure stable, restaurée et/ou recristallisée (voir Figure V-2 a) et b)).

Le premier traitement thermique que nous utilisons cherche à remettre en solution tous les éléments ayant précipité pendant les revenus précédents. Il est appliqué à un matériau qui ne dispose plus de suffisamment d'énergie stockée sous la forme de défauts structuraux, pour provoquer une nouvelle recristallisation. D'autre part la présence de nombreux antirecristallisants (dispersoïdes au zirconium) ne permet pas un grossissement sensible des grains et sous-grains, lors des traitements relativement courts que nous avons pratiqué. Ainsi par la suite nous considérerons que la structure granulaire est identique pour tous les états de revenu et de trempe étudiés.

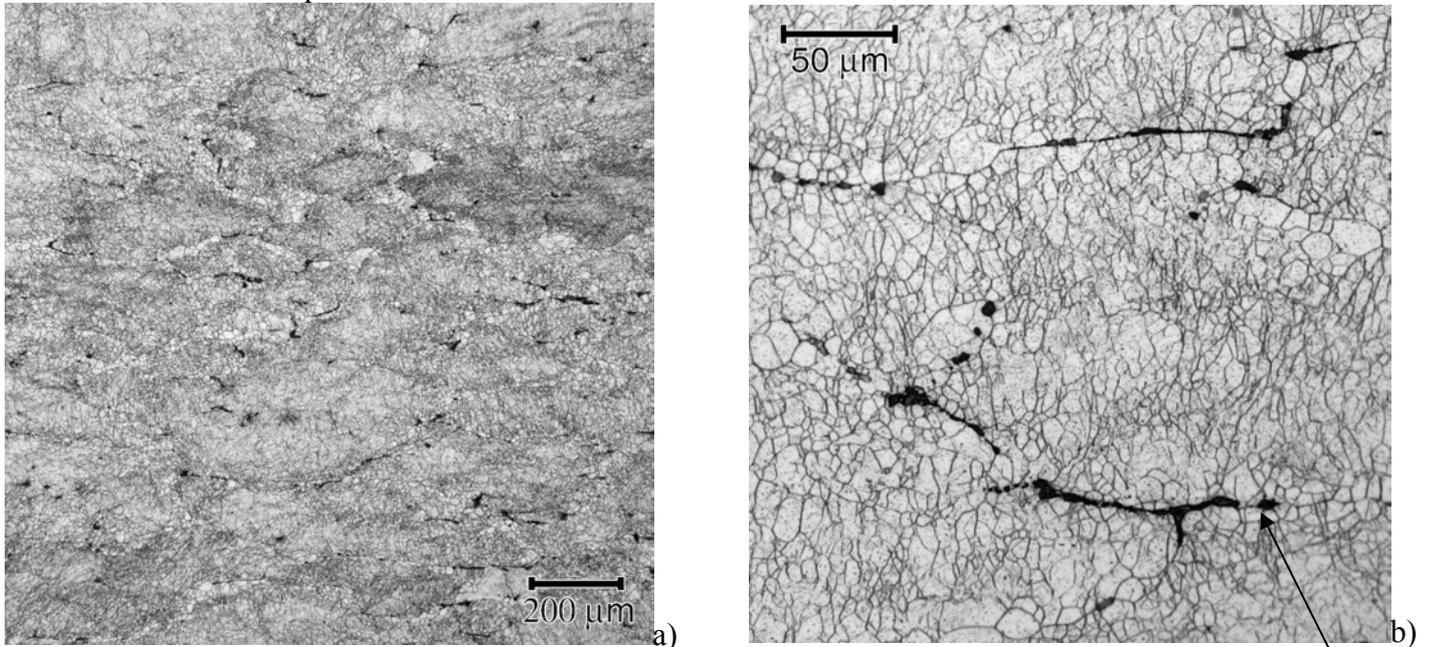


Figure V-1 a) et b) : Structure granulaire du 7040 sur-revenu, dans la zone stable de prélèvement définie au chapitre II.

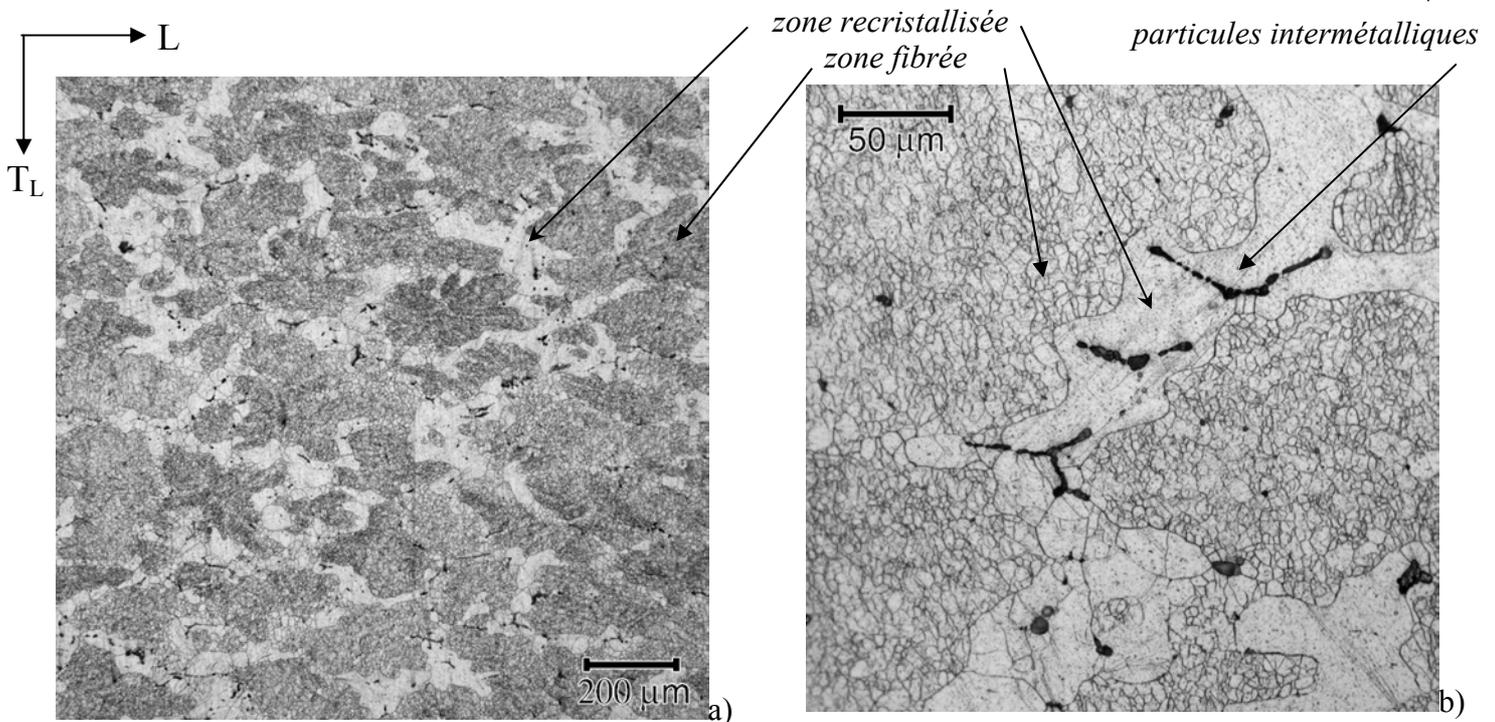


Figure V-2 a) et b) : Structure granulaire du 7050 sur-revenu, dans la zone stable de prélèvement, définie au chapitre II.

La dimension des grains recristallisés est à peu près équivalente pour les deux alliages, avec un diamètre d'environ 50 μm . Ils sont cependant à peu près équiaxes pour le 7050 alors qu'ils sont légèrement élançés suivant la direction de laminage pour le 7040, avec un facteur de forme de l'ordre de 2. Par ailleurs les grains restaurés se composent de sous-grains d'un diamètre de 5 à 10 μm .

Par ailleurs plusieurs paramètres peuvent être à l'origine de la différence de fraction recristallisée entre les deux alliages :

- *le laminage à chaud* : la température de laminage, le taux de déformation à chaque passe et le temps écoulé entre chaque passe contrôlent l'écrouissage final du matériau et de fait l'énergie qu'il a emmagasiné pendant la mise en forme. Si l'alliage a stocké davantage d'énergie, la recristallisation statique pendant la mise en solution industrielle sera plus importante.

- *les antirecristallisants* : les dispersoïdes de type Al_3Zr ralentissent les processus de restauration et de recristallisation en exerçant une force d'ancrage sur les joints de grains. D'après Zener (publié par Smith, 1948), cette force dépend du rayon R et de la fraction volumique f_v des particules suivant l'expressions suivante :

$$F_{Zener} \propto \frac{f_v \gamma}{R} \quad \text{Équation V-1}$$

γ représente l'énergie d'interface avec la matrice. Les compositions nominales en zirconium de chaque alliage sont toutefois équivalentes (0.11 % poids). On peut s'attendre à ce que les fractions volumiques de dispersoïdes soient elles aussi très proches. En outre nos observations en microscopie en transmission montrent qu'ils ont un diamètre moyen de 20 nm pour les deux alliages. L'effet d'encrage des dispersoïdes est également contrôlé par l'énergie d'interface avec la matrice. Nous n'avons pas examiné la cohérence de cette phase dans la thèse.

- *les particules intermétalliques* : elles servent en effet de germes pour la recristallisation selon un mécanisme type PSN (particle stimulated nucleation, Humphreys et Hatherly, 1995). Leur efficacité en tant que germe dépend à la fois de leur fraction volumique et de leur taille. Nous verrons dans le paragraphe suivant que le 7050 possède davantage de phases au fer et au silicium. Il n'est donc pas surprenant que cet alliage possède plus de grains recristallisés. Cependant la comparaison des Figure V-1 a) et Figure V-2 a) tend à montrer que la plupart des intermétalliques du 7050 ont participé à la formation d'un grain recristallisé alors que le 7040 présente plusieurs intermétalliques au milieu de grains restaurés. En conséquence la différence serait plutôt due à une morphologie et à une taille différentes de ces particules. Elles sont plus grosses pour le 7050 et favorisent le stockage à leur voisinage dans la matrice d'une plus grande énergie.

B. Les particules intermétalliques

L'observation de surfaces polies en électrons rétrodiffusés (voir la Figure V-3) fait apparaître deux familles de particules intermétalliques. Les Figure V-4 a) et b) montrent le résultat de l'analyse X de chacune de ces familles. On peut facilement distinguer de la matrice d'aluminium (en fond gris) les précipités blancs représentant les phases au cuivre et au fer :

$\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ou Al_2CuMg (S) (Lapasset et Renon, 1982). Les précipités noirs sont liés à la présence de phases au silicium. Leur analyse montre qu'il s'agit de la phase Mg_2Si ; la présence d'aluminium sur le spectre s'explique simplement par le fait que la sonde électronique a une taille supérieure à la largeur des particules. Elle enregistre ainsi un signal non négligeable émis par la matrice.

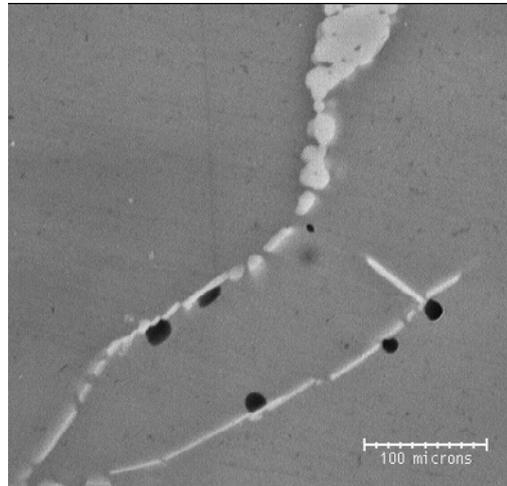


Figure V-3 : Observation au MEB en électrons rétrodiffusés du 7040, dans le plan L-T_L.

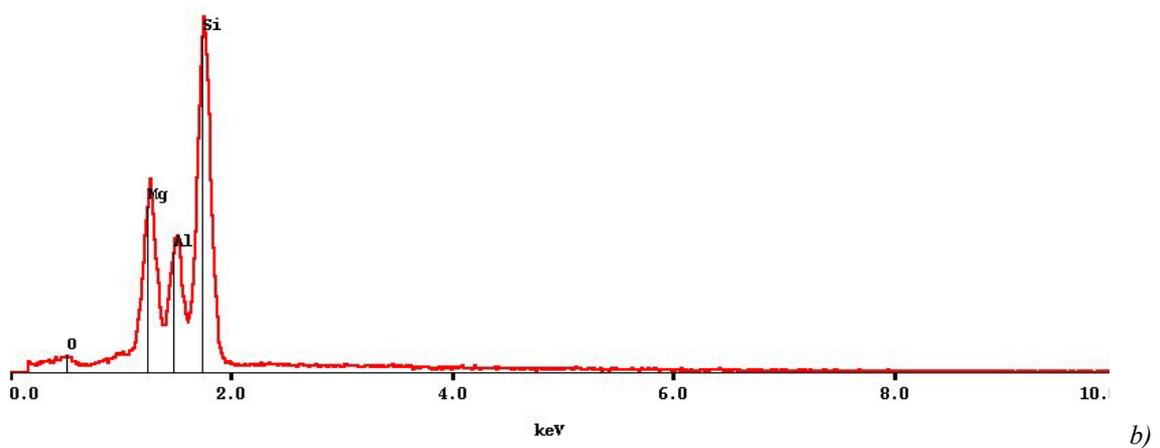
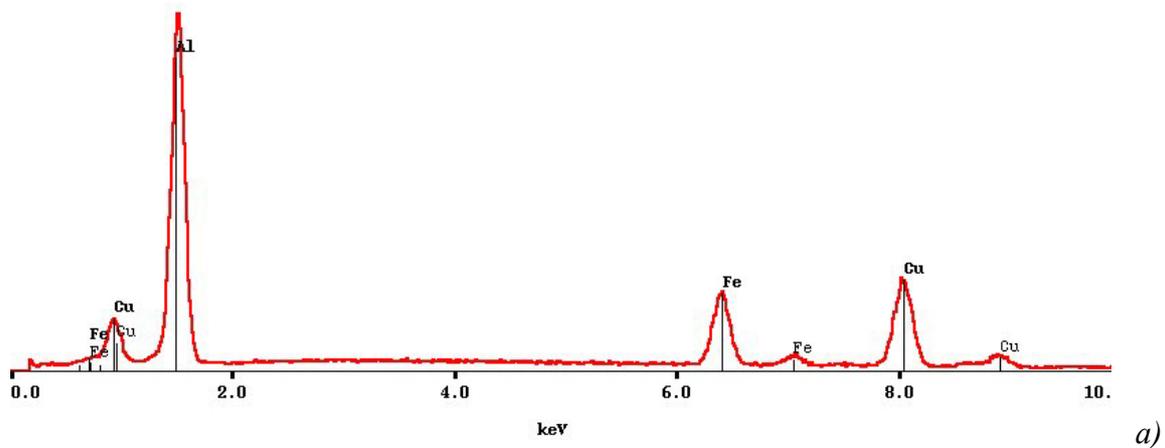


Figure V-4 : Analyse X au MEB des phases claires a) et phases sombres b).

Les fractions de particules au silicium (phases sombres) et au fer/cuivre (phases claires) sont reportées dans le Tableau V-2 pour les deux alliages. Elles ont été estimées par analyse d'image. Comme le laissaient présager les compositions nominales, le 7050 contient beaucoup plus de particules intermétalliques. Les proportions relatives des différentes familles sont identiques pour les deux alliages : 20% de Mg₂Si et 80 % de phases au fer et au cuivre.

	7040	7050
f_{surf} de Mg₂Si (en %)	0.12 (+/-0.04)	0.18 (+/-0.02)
f_{surf} de phases au fer et au cuivre (en %)	0.45 (+/- 0.1)	0.69 (+/-0.18)
f_{surf} totale d'intermétalliques (en %)	0.57	0.87

Tableau V-2 : Fractions surfaciques de particules intermétalliques dans les alliages 7040 et 7050.

La morphologie et la distribution de ces particules dépendent très nettement de leur nature et parfois de l'alliage considéré. Les phases au silicium se présentent globalement sous la forme de globules d'environ 10 µm de diamètre. Elles sont réparties aléatoirement dans le matériau.

Par ailleurs les phases au fer n'ont pas la même morphologie pour les deux alliages. Elles se présentent principalement sous la forme d'amas très élancés, orientés suivant la direction de laminage pour le 7040 (voir la Figure V-5 a)). L'alignement de ces particules résulte de l'opération de laminage qui casse puis réarrange les phases grossières en agglomérats linéaires de particules plus petites. Ces amas présentent une faible largeur de moins de 10 µm sur des longueurs allant jusqu'à 200 µm. Les phases blanches du 7050 ont par contre un facteur d'élancement nettement moins élevé de l'ordre de 5, avec une largeur d'environ 10 µm. Contrairement au 7040, elles ne sont pas particulièrement alignées suivant la direction de laminage dans le plan L-T_L (voir la Figure V-2 a) et la Figure V-5 b)). En fait les tôles de chaque alliage n'ont pas été laminées de la même manière. L'ampleur du laminage croisé est en particulier un paramètre déterminant pour l'anisotropie du matériau, en termes de morphologie de la microstructure (texture morphologique mais aussi cristallographique) et par conséquent de comportement mécanique.

Via un mécanisme de germination type PSN, cette différence majeure de morphologie et de répartition des phases au fer/cuivre a de sensibles répercussions sur les caractéristiques des grains recristallisés. La finesse des particules du 7040, en comparaison au 7050, ne permet pas un stockage d'énergie suffisant pour initier aussi efficacement la recristallisation. Elle peut ainsi expliquer la plus faible fraction recristallisée du 7040. D'autre part la faible orientation des phases au fer/cuivre du 7050 est à l'origine de la répartition des grains recristallisés sous forme de colliers (voir la Figure V-2 a)). Les grains recristallisés du 7040 sont au contraire regroupés en amas alignés suivant la direction de laminage.

Enfin la répartition différente des phases intermétalliques fragiles a, comme on le verra par la suite, des conséquences importantes sur la ténacité des deux alliages.

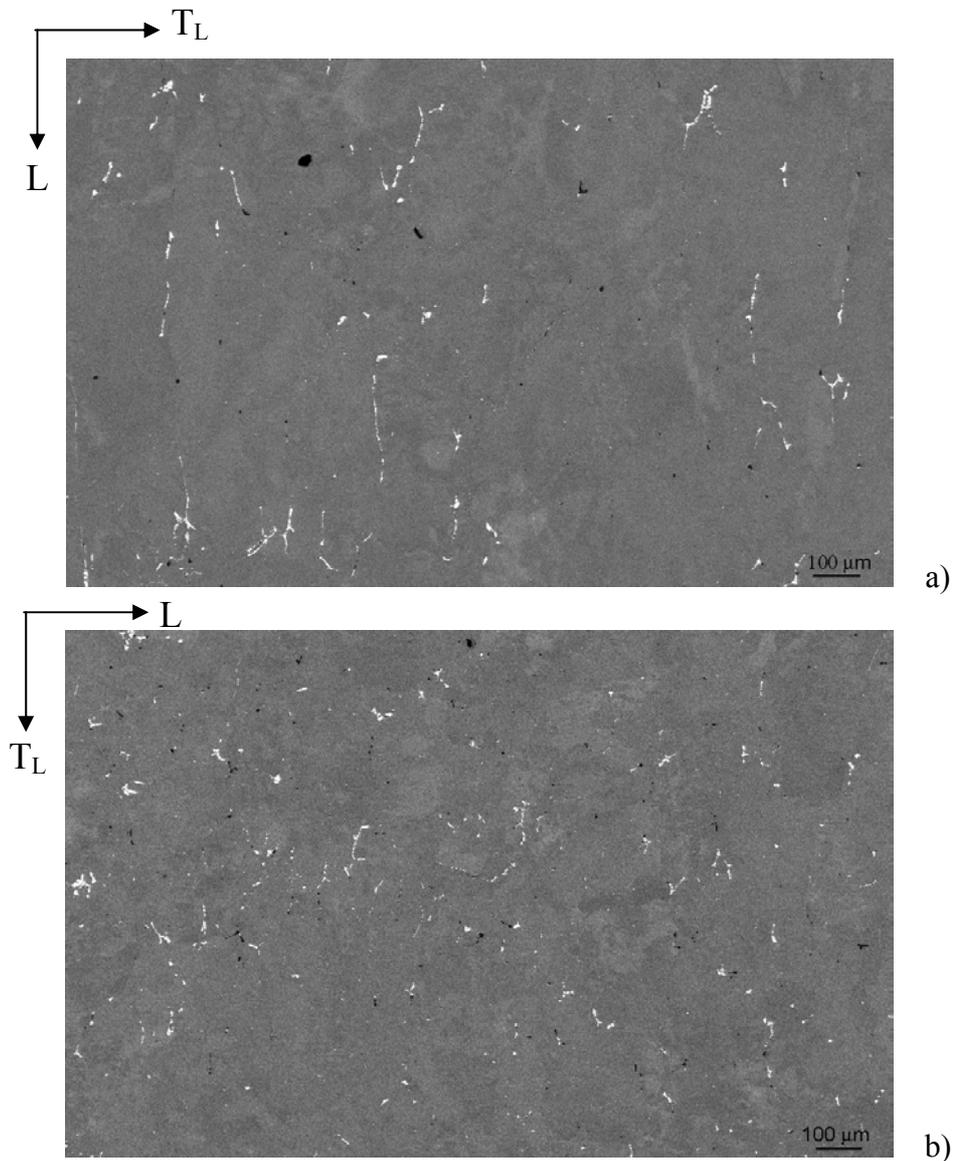


Figure V-5 : Observation en électrons rétrodiffusés au MEB des particules intermétalliques du 7040 a) et du 7050 b) dans le plan L- T_L . Noter la différence d'orientation et de fraction volumique entre les deux alliages.

C. Les précipités de trempe et de revenu

Nous commencerons ici par décrire qualitativement les différentes caractéristiques des précipités apparaissant pendant la trempe, en bandes sur les dispersoïdes d'une part, et sur les joints et sous-joints de grains d'autre part. Nous présenterons ensuite les résultats de leur caractérisation quantitative par diffusion centrale de rayons X, sous forme de rayon moyen et de fraction volumique.

1. Caractérisation qualitative de la précipitation grossière

(a) Précipitation en bandes sur les dispersoïdes

Une trempe lente favorise la germination de précipités grossiers sur les dispersoïdes. La Figure V-6 montre un exemple dans le cas du 7050 après une trempe sandwich. On observe distinctement au centre de l'image le précipité globulaire au zirconium d'un diamètre de 20-

30 nm sur lequel a germé un précipité η hexagonal. Un examen détaillé du diagramme de diffraction montre qu'il s'agit dans ce cas de l'orientation η_4 .

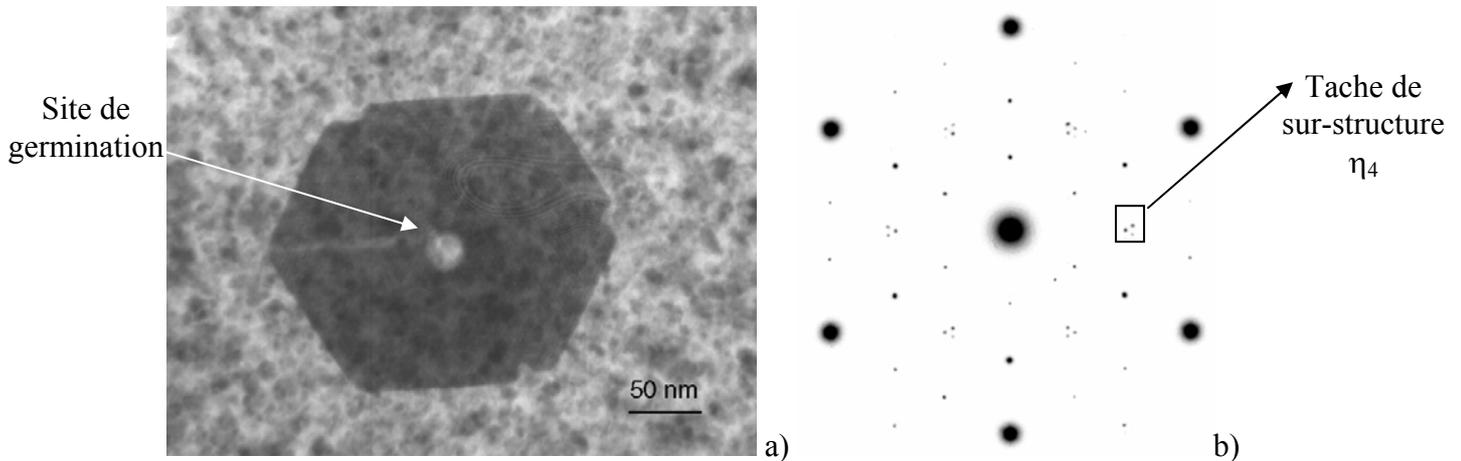


Figure V-6 a) : Observation en microscopie électronique en transmission d'un précipité η ayant germé sur un dispersoïde Al_3Zr pendant une trempe sandwich du 7050. b) : diagramme de diffraction $\langle 111 \rangle Al$ correspondant.

Les observations en microscopie électronique à transmission montrent que cette précipitation sur dispersoïdes n'apparaît que dans les cas suivants :

- le 7040 après une **trempe sandwich** : voir Figure V-7 a) et b).
- le 7050 après une **trempe à l'eau bouillante** (voir Figure V-8 a) et b)) et après une **trempe sandwich** (voir Figure V-9 a) et b)).

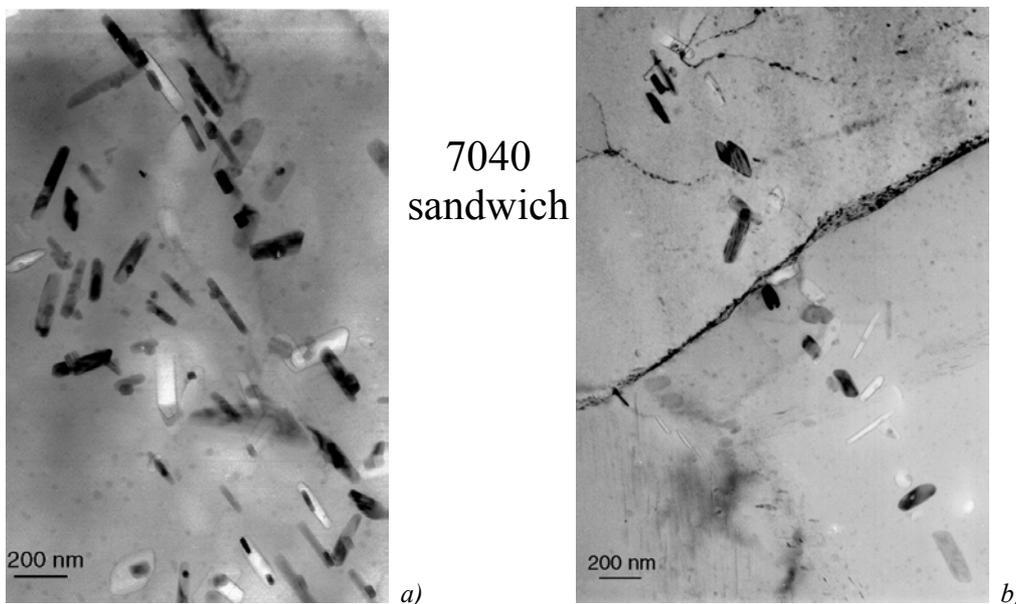


Figure V-7 a) et b) : Observation au microscope électronique à transmission de précipités en bandes sur dispersoïdes pour le 7040 après une trempe sandwich et sous-revenu.

7050 bouillante

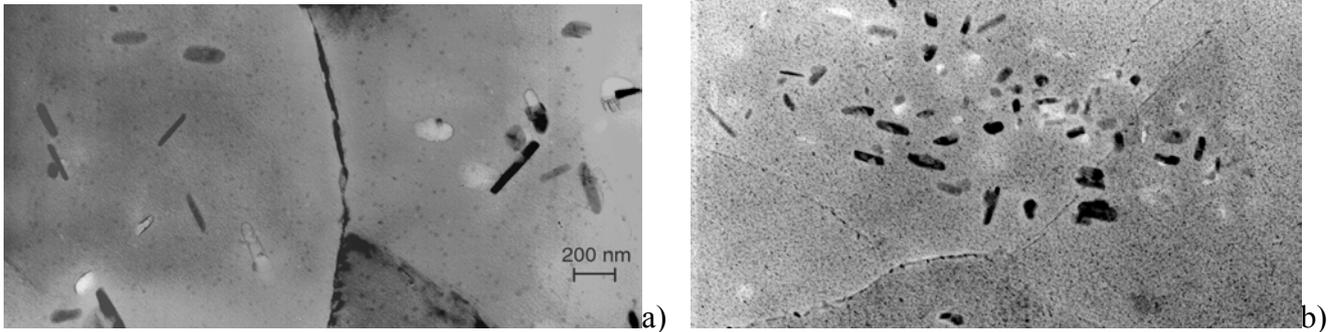
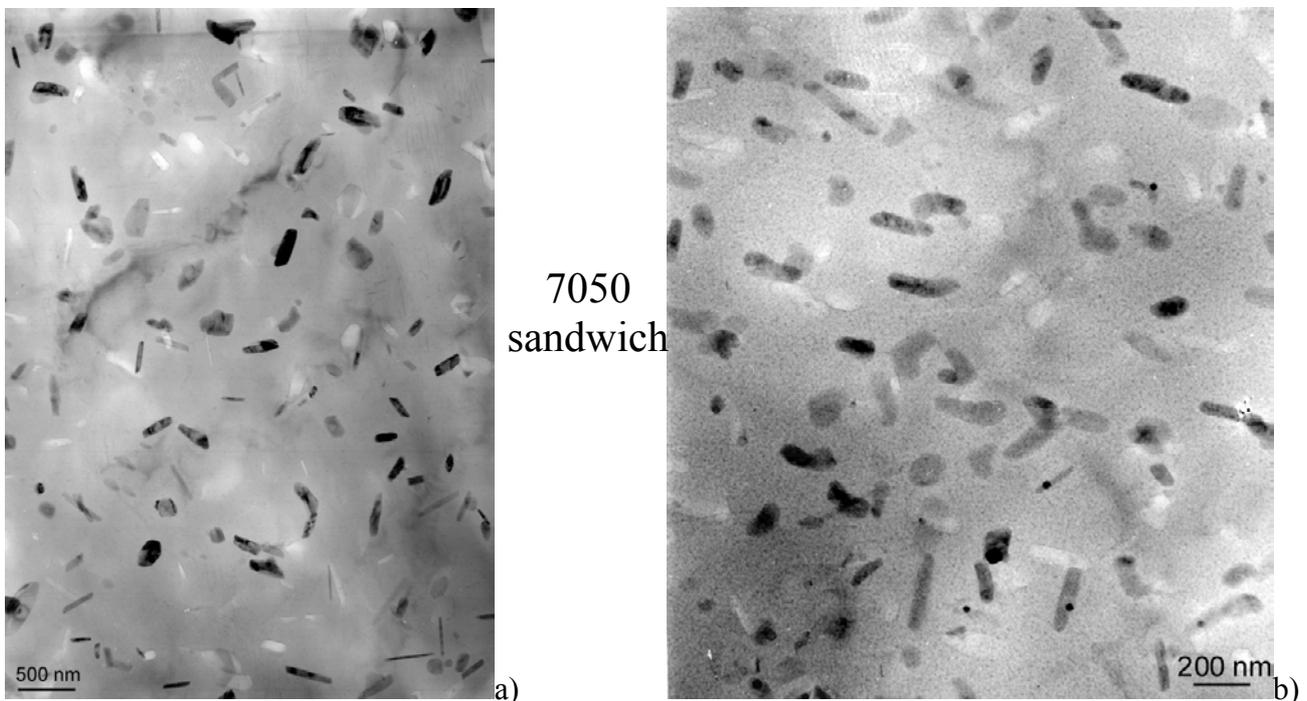


Figure V-8 : Observation au microscope électronique à transmission de précipités en bandes sur dispersoïdes pour le 7050 après une trempe à l'eau bouillante et sous-revenu a) ou sur-revenu b).



7050 sandwich

Figure V-9 : Observation au microscope électronique à transmission de précipités en bandes sur dispersoïdes pour le 7050 après une trempe sandwich et sous-revenu a) ou revenu au pic b).

Le 7050 est l'alliage le plus sensible à la précipitation pendant la trempe sur les dispersoïdes Al_3Zr . Cette forte sensibilité se traduit par l'apparition de bandes très hétérogènes de précipités η , qui traversent les joints de grains (voir Figure V-8 b)). Elles apparaissent pour le 7050 dès la vitesse de trempe intermédiaire alors qu'elles ne sont présentes pour le 7040 que pour des trempes sandwich (voir Figure V-7 b)). D'autre part une trempe plus lente se traduit par un élargissement de ces bandes, qui rappelle la précipitation uniforme mise en évidence par Godard (1999). Les observations en MEB-FEG et en optique, présentées ci-après, montreront cependant qu'il s'agit bien encore d'une répartition en bandes.

Par ailleurs nous avons essayé de déterminer à partir de ces observations au MET un diamètre moyen de précipités sur dispersoïdes. Ces derniers apparaissent généralement sous la forme de bâtonnets. Nous avons choisi de considérer leur hauteur comme grandeur caractéristique,

par souci de comparaison avec l'analyse quantitative aux rayons X. Le rayon déterminé par cette technique est effectivement représentatif de la plus grande longueur du précipité. Les résultats sont présentés dans le Tableau V-3. La dispersion de ces mesures est assez forte : 260 nm en sous-revenu et 180 nm au pic de durcissement pour le 7050 trempé sandwich ! Elle résulte de la faible statistique des observations en microscopie électronique en transmission ; le nombre de précipités en bandes analysés est trop faible. On peut toutefois en déduire quelques remarques :

- *influence du revenu* : la taille des précipités en bandes varie peu.
- *influence de la vitesse de trempe* : les écarts observés ne sont pas significatifs. Il semblerait que la vitesse de trempe influence essentiellement l'étape de germination de ces particules. Elle ne contrôlerait ainsi que leur fraction volumique.
- *influence de la composition de l'alliage* : la hauteur des bâtonnets est d'environ 200 nm pour les deux alliages.

		sous-revenu	revenu au pic	sur-revenu
7040	sandwich	190	180	-
7050	bouillante	205	-	200
	sandwich	260	180	210

Tableau V-3 : Evaluation à partir de plusieurs images en microscopie électronique à transmission de la taille moyenne des précipités en bandes sur dispersoïdes (longueur maximale, +/- 40, en nm).

Nous avons parallèlement observé cette précipitation sur dispersoïdes à l'aide du MEB-FEG du Centre de Recherches de Voreppe pour mieux comprendre la répartition des bandes dans le matériau (voir les Figure V-10 à Figure V-13). Les tendances mises en évidence par la microscopie en transmission sont retrouvées : le 7050 est l'alliage le plus sensible à la vitesse de trempe et la trempe sandwich sur le 7040 entraîne une plus faible précipitation sur dispersoïdes que la trempe à l'eau bouillante sur le 7050. Ces observations ont parallèlement montré que cette précipitation est activée dans le 7040 dès la trempe à l'eau bouillante, en très faible quantité (voir la Figure V-10). Les bandes sont alors simplement constituées d'un alignement d'une dizaine de précipités, qui n'ont pu être observés au MET. On s'aperçoit plus généralement que les précipités sont dans tous les cas répartis en bandes. Celles-ci peuvent atteindre pour le 7050 trempé sandwich des largeurs de 100 μm , dans le plan L-T_L.

De la même manière que pour le MET nous avons parallèlement évalué la taille moyenne de ces précipités à l'aide des observations en MEB-FEG. Le temps de préparation et d'observation des échantillons est beaucoup plus faible pour cette dernière technique. Elle fournit d'autre part une meilleure statistique car les zones analysées sont nettement plus grandes. Nous obtenons cependant une dispersion importante qui peut s'expliquer par le mode de préparation des échantillons. La surface est simplement observée après un polissage mécanique qui rend le contraste entre le précipité et la matrice beaucoup moins net que sur une image MET. Les tailles moyennes ainsi déterminées sont donc légèrement surévaluées. Toutefois les résultats restent comparables à ceux du Tableau V-3 :

		sous-revenu	sur-revenu
7040	bouillante	250	-
	sandwich	200	250
7050	bouillante	180	-
	sandwich	270	230

Tableau V-4 : Evaluation à partir des images au MEB-FEG de la taille moyenne des précipités en bandes sur dispersoïdes (longueur maximale, +/- 30, en nm).

Nous retrouvons que les précipités en bandes ont une taille d'environ 200 nm, indépendamment de l'alliage, de l'état de revenu ou de la vitesse de trempe.

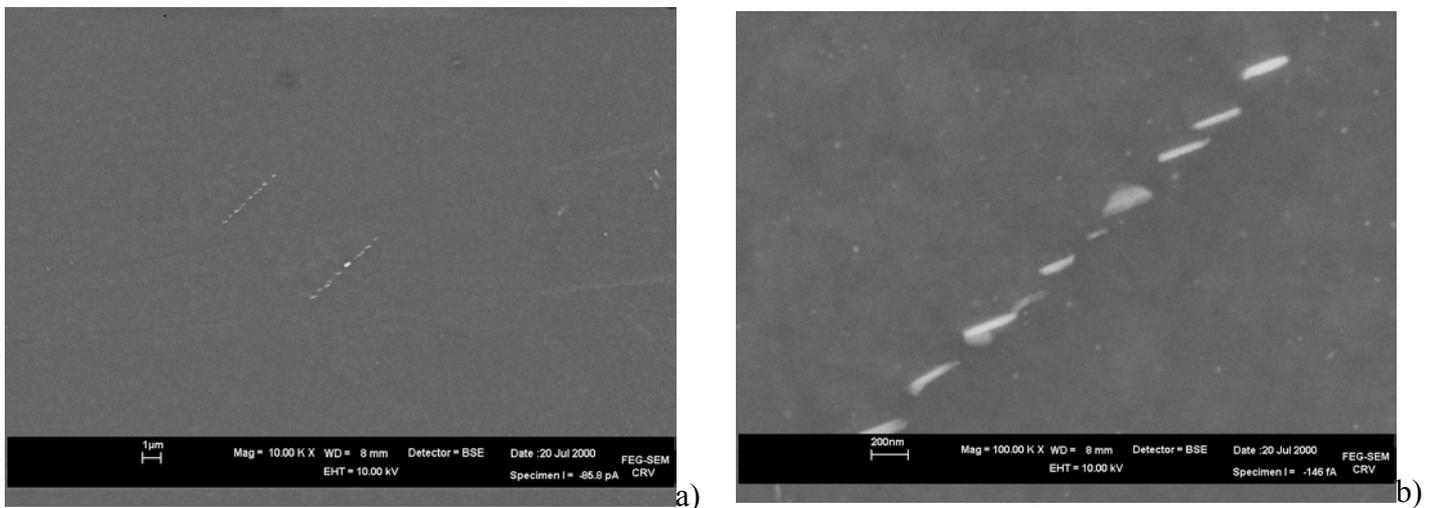


Figure V-10 a) et b) : Observation en électrons rétrodiffusés avec un MEB-FEG du plan L-TL du 7040 après une trempe à l'eau bouillante et sous-revenu.

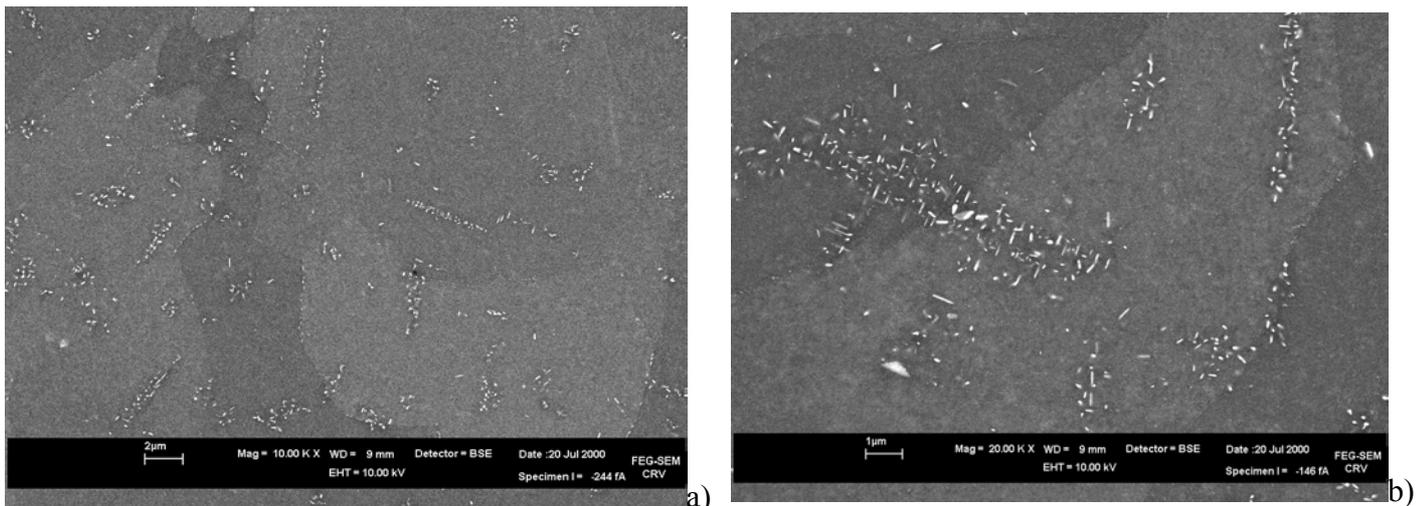


Figure V-11 a) et b) : Observation en électrons rétrodiffusés avec un MEB-FEG du plan L-TL du 7040 après une trempe sandwich et sous-revenu.

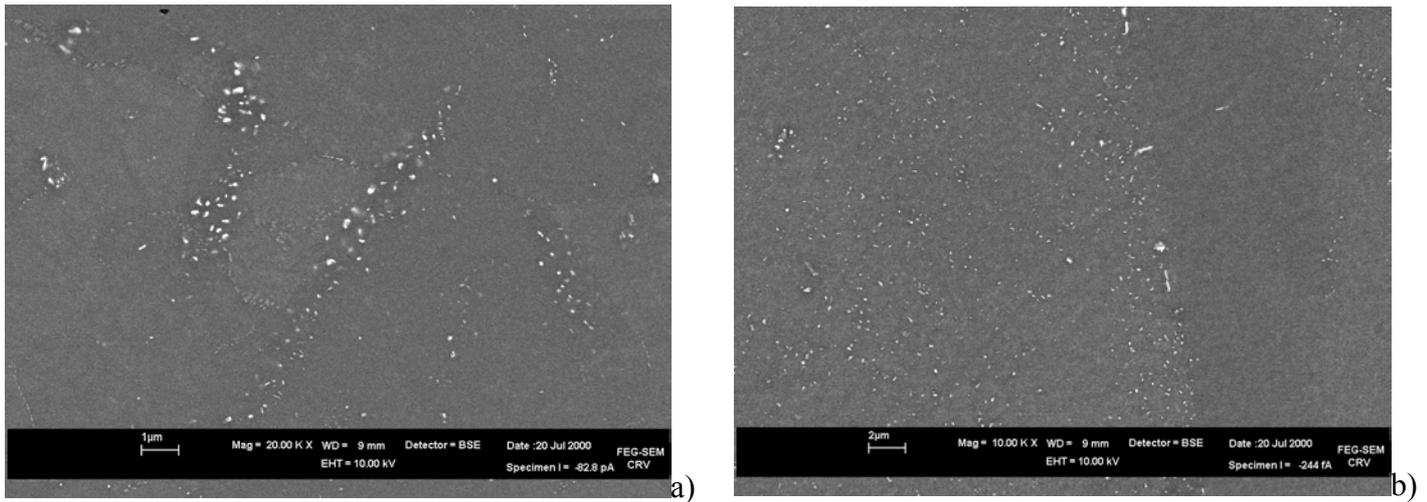


Figure V-12 a) et b) : Observation en électrons rétrodiffusés avec un MEB-FEG du plan L-TL du 7050 après une trempe à l'eau bouillante et sous-revenu.

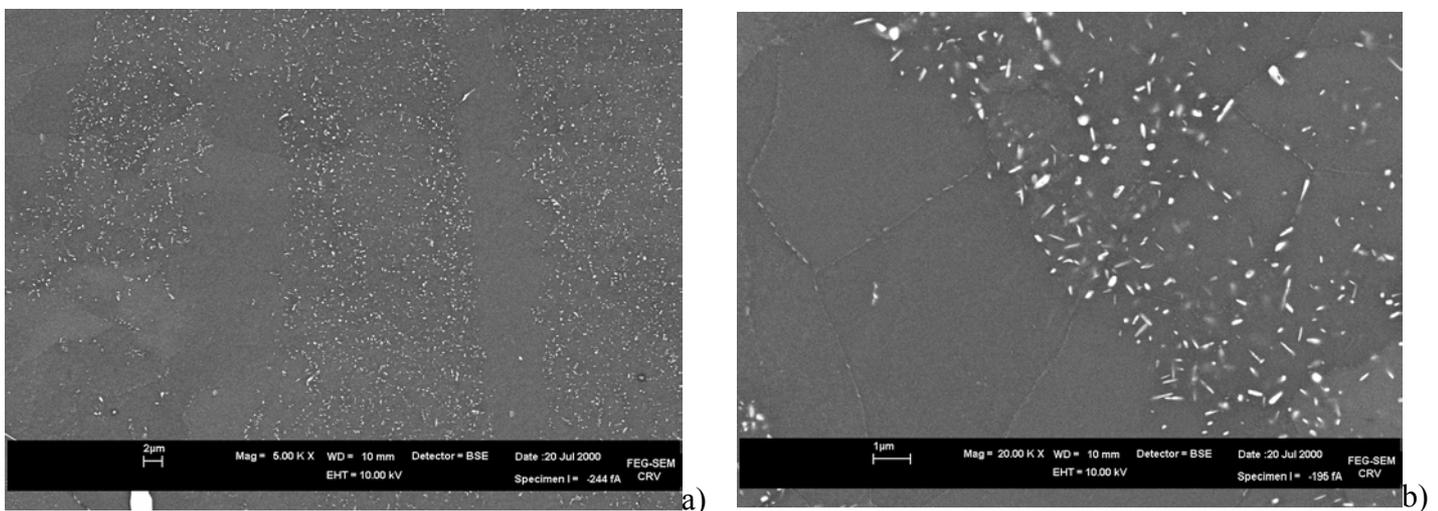


Figure V-13 a) et b) : Observation en électrons rétrodiffusés avec un MEB-FEG du plan L-TL du 7050 après une trempe sandwich et sous-revenu.

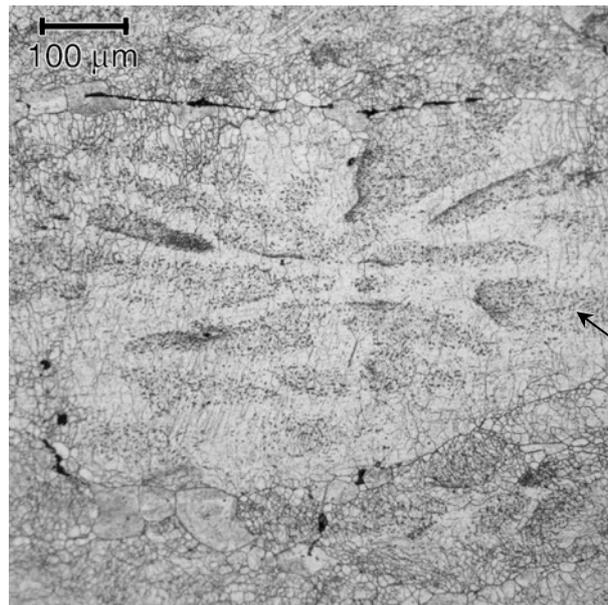
D'autre part, par analyse d'image, nous avons évalué la fraction surfacique de ces précipités (voir le Tableau V-5). La dispersion observée dans ce cas est liée à la forte hétérogénéité spatiale des précipités sur dispersoïdes. Il est en effet difficile de visualiser à la fois plusieurs bandes pour augmenter la statistique, tout en gardant une bonne résolution sur les précipités. On peut toutefois retenir les ordres de grandeurs : les fractions varient entre 0.3 et 1%.

		sous-revenu	sur-revenu
7040	bouillante	< 0,05	-
	sandwich	0,33	0,44
7050	bouillante	0,55	-
	sandwich	2,8	1

Tableau V-5 : Evaluation à partir des images au MEB-FEG de la fraction surfacique (en %) des précipités en bandes sur dispersoïdes.

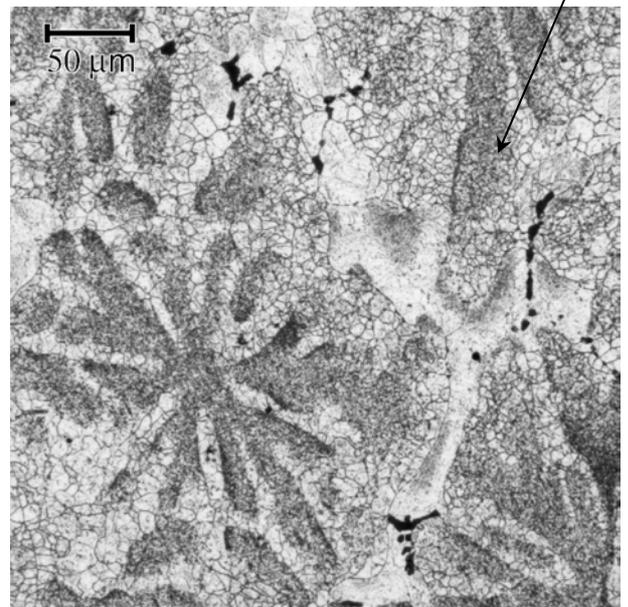
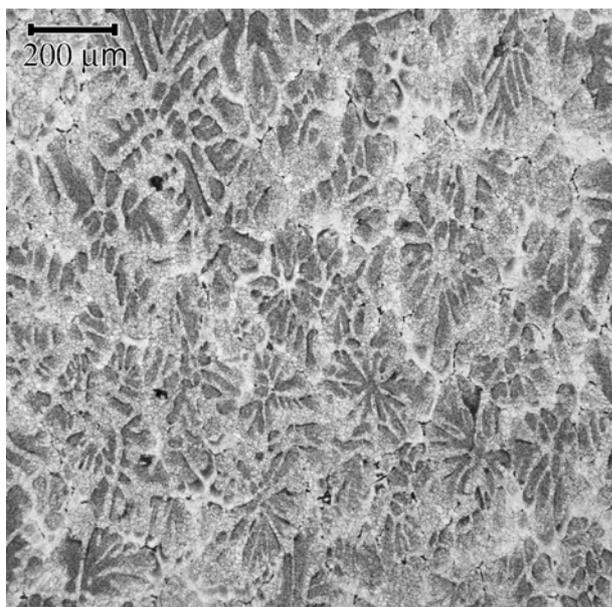
Enfin, dans le cas de la trempe sandwich, la précipitation grossière sur les dispersoïdes est très intense. Nous avons ainsi remarqué que ces précipités η , attaqués par l'acide

orthophosphorique et regroupés en bandes très denses, apparaissent en microscopie optique à de faibles grossissements. On les devine à la Figure V-14 pour l'alliage 7040. Elles sont très nettement mises en évidence pour l'alliage plus sensible à la trempe, le 7050 (voir la Figure V-15). Les résultats montrent une répartition sous forme de « dendrites », qui rappelle nettement les micrographies que l'on pourrait obtenir d'un matériau brut de solidification. Les bandes observées en microscopie en transmission et en FEG ne sont rien d'autre que des bras de dendrites concentrés à cœur en zirconium (c'est un élément péritectique). Le traitement d'homogénéisation postérieur à la fonderie n'a pas permis de répartir uniformément le zirconium dans le matériau. L'opération de laminage a par contre aplati cette structure dendritique dans le plan L-T_L (voir le § 1.A.2 du chapitre II).



Bandes de précipités η sur les dispersoïdes

Figure V-14 : Observation par microscopie optique, après attaque à l'acide orthophosphorique, du 7040 après une trempe sandwich et sur-revenu.



a)

b)

Figure V-15 a) et b) : Observation par microscopie optique, après attaque à l'acide orthophosphorique, du 7050 après une trempe sandwich et sur-revenu.

(b) Précipitation sur les joints et sous-joints de grains

Dans cette partie nous ne distinguerons pas la précipitation sur les joints de grains, de celle sur les sous-joints. Une étude rapide nous a en effet montré que la différence entre les deux n'était pas sensible.

Nous avons caractérisé la précipitation de trempe sur les joints de grains à partir des observations en microscopie électronique en transmission (voir de la Figure V-16 à la Figure V-21). Elle apparaît parfois sous une forme globulaire pendant le revenu des états trempés à l'eau froide (voir Figure V-16 et Figure V-17). Dans les états trempés lentement elle est surtout présente sous la forme de plaquettes allongées suivant la direction du joint. Dans ce cas la taille des précipités ne semble pas évoluer pendant le revenu.

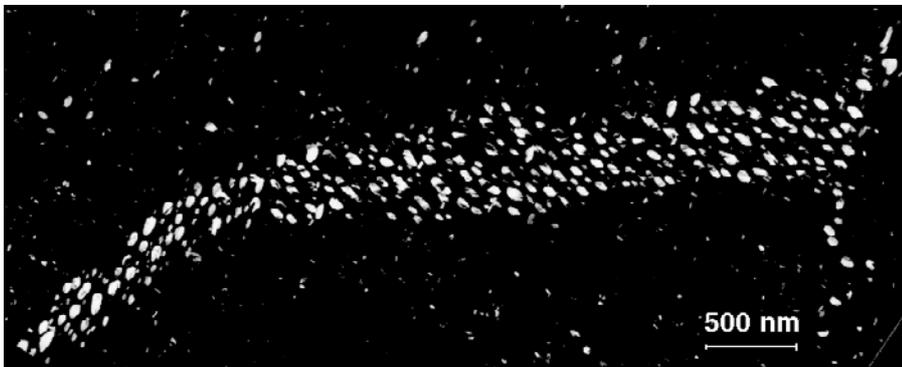


Figure V-16 : Observation au MET d'un 7040 trempé à l'eau froide et sur-revenu.



Figure V-17 : Observation au MET d'un 7050 trempé à l'eau froide et sur-revenu.

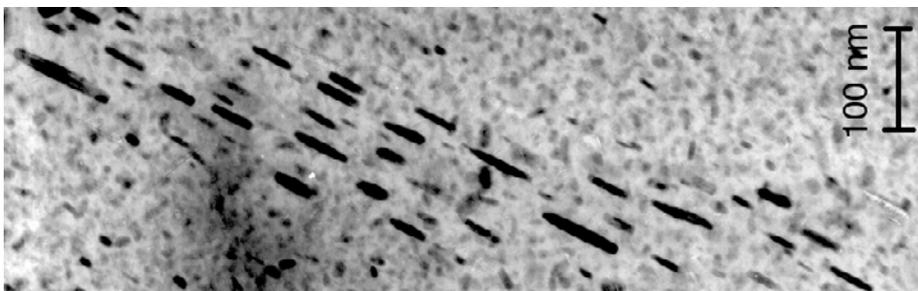


Figure V-18 : Observation au MET d'un 7040 trempé à l'eau bouillante.

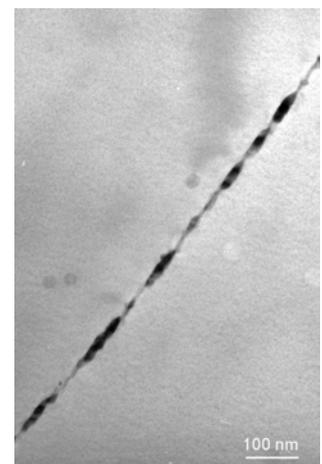


Figure V-19 : Observation au MET d'un 7050 trempé à l'eau bouillante.

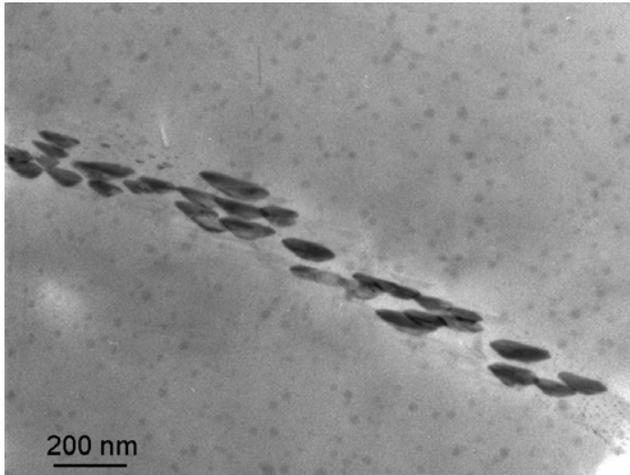


Figure V-20 : Observation au MET d'un 7040 trempé sandwich.

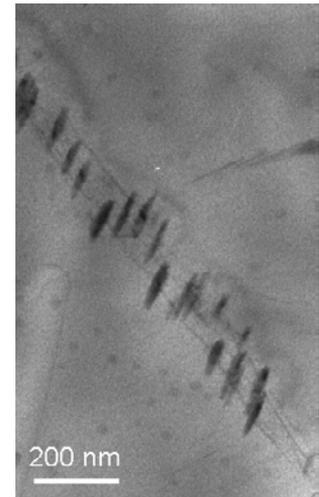


Figure V-21 : Observation au MET d'un 7050 trempé sandwich.

A partir de ces observations nous avons essayé de déterminer la taille moyenne des précipités sur les joints et sous-joints de grains. Les résultats sont reportés dans le Tableau V-6 :

	7040		7050	
	sous	sur	sous	sur
froide	-	40	-	41
bouillante	50-60	52	65	50
sandwich	60 ou 110	110	70	80

Tableau V-6 : Evaluation à partir des images en microscopie électronique à transmission de la taille moyenne des précipités sur les (sous)-joints de grains (grande dimension, en nm).

De part la nature de la technique et notamment la faible taille de la zone analysée, ce genre de mesure est classiquement sujet à de fortes variations. Nous pouvons retenir que les précipités sur les joints apparaissant pendant le revenu d'un état trempé rapidement ont un rayon d'environ 20 nm. Par ailleurs la longueur des plaquettes formées pendant une trempe lente après la mise en solution, ne dépend pas de l'alliage. Contrairement aux précipités en bandes sur dispersoïdes, elle dépend par contre de la vitesse de trempe. Ils sont plus gros après la trempe sandwich (60 nm au lieu de 50 nm pour le 7040 et 75 nm au lieu de 60 nm pour le 7050) car le matériau est resté plus longtemps à haute température : environ 20 secondes de plus au dessus de 300°C d'après les mesures de vitesse de trempe (voir la chapitre II).

(c) Bilan sur la précipitation de trempe

La trempe lente de nos alliages 7000 conduit à la formation de précipités grossiers sur les dispersoïdes, et sur les joints et sous-joints de grains. Il est clairement apparu que le 7050 est beaucoup plus sensible que le 7040, la précipitation grossière de ce dernier après une trempe sandwich ($19^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) étant moins importante que pour le 7050 après une trempe à l'eau bouillante ($6,6^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). L'évaluation à partir des observations MET et MEB-FEG de la taille moyenne des précipités permet de dégager les tendances suivantes (voir le Tableau V-7) :

- *les bandes sur dispersoïdes* : les précipités ont une taille moyenne de 200 nm quels que soient l'alliage et l'état de revenu / trempe. L'influence de la vitesse de trempe se traduit surtout en terme de fraction volumique.

- *les précipités sur les joints de grains* : une trempe plus lente se traduit par la formation de précipités intergranulaires plus gros : 40 nm après une trempe eau froide, 50 nm après une trempe eau bouillante et 60-70 nm après une trempe sandwich. Leur taille ne dépend par contre pas de l'alliage et du revenu. La fraction de ces précipités est sensiblement plus faible que celle sur les dispersoïdes.

	Taille moyenne	Fraction surfacique
Précipités en bandes sur dispersoïdes	200 nm	jusqu'à 1-2%
Précipités sur les joints et sous-joints de grains	40 à 100 nm	?

Tableau V-7 : Ordre de grandeur des tailles moyennes et fractions surfaciques des précipités grossiers.

2. Caractérisation quantitative

Nous décrivons ici l'expérience de diffusion centrale de rayons X mise en œuvre au Synchrotron à Grenoble (ESRF), afin de caractériser simultanément les précipitations de trempe (grossières) et de revenu (fines). Nous représenterons toujours les résultats en traçant l'évolution du produit (Iq^2) en fonction de q (voir le chapitre III pour une description précise de l'interprétation de l'expérience). Pour rappel l'aire sous cette courbe est directement proportionnelle à la fraction volumique de précipités dans le matériau. La présence d'un pic est représentative d'une distribution en taille de particules. Les valeurs de q les plus faibles sont représentatives des précipités les plus grands.

(a) Caractérisation de la précipitation de revenu

La technique de diffusion centrale de rayons X est particulièrement adaptée à la détection de particules très petites comme les zones Guinier-Preston. On peut d'après les résultats de la Figure V-22 décrire qualitativement l'évolution de la précipitation fine pendant le revenu :

- au fur et à mesure que le revenu progresse nous observons une translation vers la gauche du pic correspondant au maximum de (Iq^2). Cette translation est représentative du grossissement des précipités pendant le traitement thermique.

- l'aire sous la courbe ($Iq^2 = f(q)$) augmente progressivement lorsque l'on passe de l'état brut de maturation à l'état sous-revenu. Ce comportement témoigne de l'augmentation de la fraction volumique de précipité pendant le revenu.

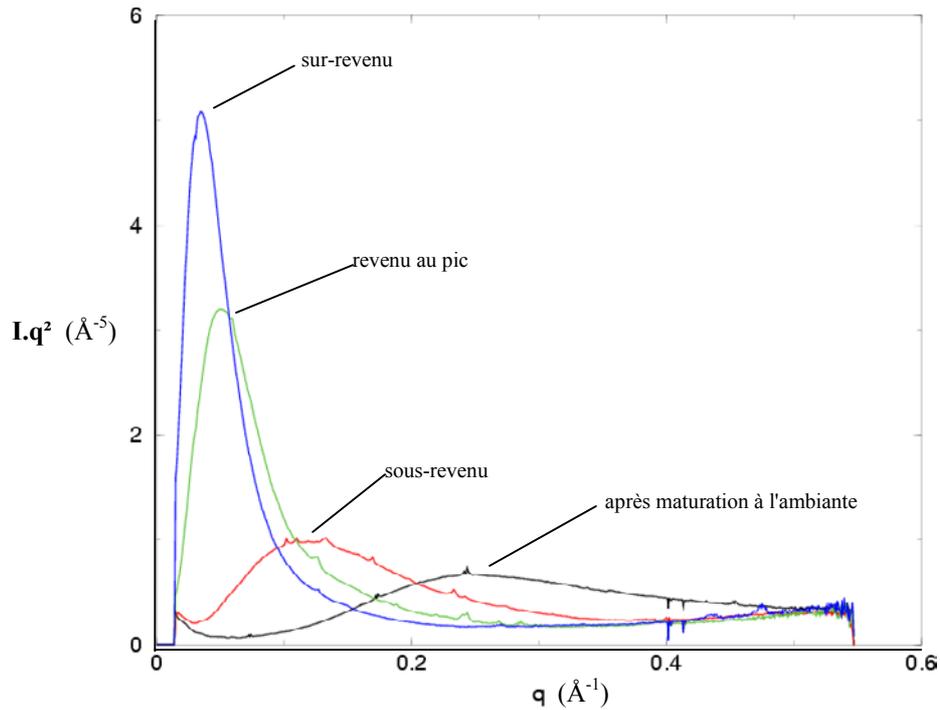


Figure V-22 : Evolution de la courbe $I.q^2 = f(q)$ pendant le revenu du 7040 trempé à l'eau froide.

Le Tableau V-8 présente l'ensemble des résultats sur la caractérisation quantitative de la précipitation fine de revenu, en termes de rayon de Guinier (en Å) et de fraction volumique (%). Rappelons que la fraction volumique est déterminée à partir de l'hypothèse suivante sur la composition des précipités : $Mg(Zn,Cu)_2$. Cette hypothèse peut être loin de la réalité notamment pour les états sous-revenus. Nous pouvons ainsi comparer les caractéristiques de la précipitation structurale en fonction de la composition de l'alliage. Le rayon des précipités fins intragranulaires est compris entre 0,6 nm après maturation à l'ambiante (zones Guinier-Preston) et 7 nm après un sur-revenu (précipités η stables).

Pour les états sur-revenus, le temps total de traitement thermique dépend à la fois de l'alliage et de la vitesse de trempé (voir le chapitre IV). Nous préférons donc dégager les tendances sur la fraction volumique en fonction du comportement de l'état revenu au pic. Les temps nécessaires sont dans ce cas équivalents (environ 5h à 160°C). Les caractéristiques de l'état revenu au pic sont d'autre part intéressantes car elles déterminent le durcissement maximal du matériau.

	Alliage	7040			7050		
		Trempe	Froide	Bouillante	Sandwich	Froide	Bouillante
R (en Å)	brut de maturation				5,9		5,9
	Sous-revenu	12,9	13,5	14,3	12,8	12,4	14,5
	Revenu au pic	26,6	30,8	32,3	29,0	35,4	32,9
	Sur-revenu	48,6	48,1	47,7	67,0	70,6	54,1
fv (en %)	Revenu au pic	3,46	3,66	3,37	3,53	3,41	3,35
	Sur-revenu	4,42	4,29	3,80	4,73	4,45	3,79

Tableau V-8 : Caractéristiques de la précipitation fine de revenu pour les différents états de trempé et de revenu et pour les deux alliages.

Nous pouvons alors constater que la précipitation fine du 7050 présente des rayons de Guinier généralement plus grands que dans le cas du 7040. La baisse de fraction volumique due à la trempe sandwich est par ailleurs plus importante pour le 7050 : perte de 5,3% par rapport à la fraction après trempe rapide, 2,7% pour le 7040. Ceci est une conséquence directe de la précipitation grossière en bandes ou sur les joints de grains qui est apparue pendant la trempe et a appauvri la solution solide du matériau.

L'état de revenu au pic correspond à la période de transition entre le cisaillement et le contournement des précipités durcissants. La théorie prévoit que le durcissement maximum du matériau est alors directement proportionnel à la racine carrée de la fraction de précipités intragranulaires (voir la thèse de Deschamps, 1997, pour plus de détails). Nous pouvons ainsi évaluer l'influence de la vitesse de trempe sur le durcissement structural. Le calcul nous donne :

$$\frac{\left(\sqrt{f_{\text{froide}}} - \sqrt{f_{\text{sandwich}}}\right)_{7050}}{\left(\sqrt{f_{\text{froide}}} - \sqrt{f_{\text{sandwich}}}\right)_{7040}} = 1,99 \quad \text{Équation V-2}$$

Nous avons par les essais de traction caractérisé l'influence de la trempe sur la limite d'écoulement :

$$\frac{\left(\sigma_{\text{froide}} - \sigma_{\text{sandwich}}\right)_{7050}}{\left(\sigma_{\text{froide}} - \sigma_{\text{sandwich}}\right)_{7040}} = \frac{40}{25} = 1,6 \quad \text{Équation V-3}$$

On retrouve bien que la perte de durcissement à cause de la trempe sandwich est plus importante pour le 7050 que pour le 7040. L'approche théorique surestime légèrement l'écart entre les deux alliages mais ne tient pas compte du durcissement secondaire par solution solide. Ce dernier phénomène devrait en effet être plus important pour le 7050 puisqu'il s'agit de l'alliage le plus chargé. D'autre part pour le calcul nous avons pris l'hypothèse que la composition des précipités est identique pour le 7040 et le 7050. Elle dépend en fait du rapport des compositions nominales des alliages en cuivre et zinc par rapport au magnésium. Cette erreur pourrait également expliquer la différence car la composition des précipités conditionne l'estimation de la fraction volumique (voir le chapitre III).

Parallèlement nous avons observé expérimentalement (voir le chapitre IV) que le durcissement structural est comparable pour les deux alliages après une trempe sandwich. On retrouve ici ce résultat car les états revenus au pic présentent dans ce cas des rayons (32,5 Å) et fractions volumiques (3,36%) équivalents.

(b) Caractérisation de la précipitation de trempe

Nous avons également utilisé cette technique de diffusion centrale aux rayons X afin de caractériser la précipitation grossière de trempe. La plus grande sensibilité à la trempe du 7050 est nettement mise en évidence (voir Figure V-23). Après une trempe à l'eau froide ou bouillante, le 7040 ne présente en effet qu'une seule bosse de diffusion, liée à la présence des précipités fins de revenu. Une trempe lente sur le 7050 s'accompagne par contre de

l'apparition d'une deuxième bosse plus à gauche (qui correspondant donc à des précipités plus gros !). Cette bosse est représentative de la diffusion de rayons X par les précipités grossiers issus de la trempe.

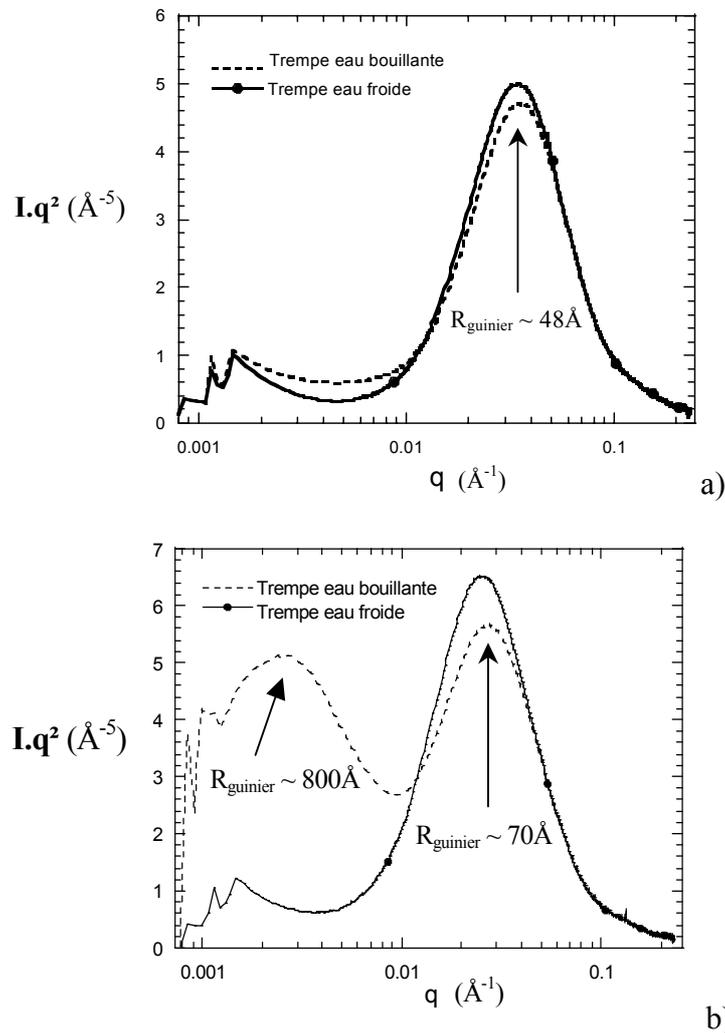


Figure V-23 : Courbes représentant $I \cdot q^2$ en fonction de q pour le 7040 a) et le 7050 b) après une trempe à l'eau froide ou bouillante et sur-revenu.

Quelle que soit la vitesse de trempe étudiée, l'expérience sur le 7040 ne révèle que la présence d'une famille de précipités fins, formés pendant le revenu. Les observations au MET ou au MEB-FEG avaient pourtant montré qu'une précipitation grossière apparaissait également dans cet alliage, sur les joints de grains et en bandes sur les dispersoïdes. Deux points peuvent être à l'origine de cette différence avec le 7050 :

- il se peut que la taille moyenne des précipités grossiers du 7040 soit supérieure à celle pour le 7050 et dépasse le rayon maximal détectable par l'expérience à l'ESRF (1000 \AA environ, soit une longueur maximale de 200 nm). Les résultats de la caractérisation à partir des images sur le MEG-FEG montrent cependant qu'il n'y a pas de différence de taille entre les deux alliages pour la précipitation en bande ou sur les joints et sous-joints de grains.
- la deuxième explication plus probable serait que la fraction de précipités de trempe est trop faible pour que le signal diffusé par ceux-ci soit détecté. La caractérisation sur

les images au MEB-FEG montre effectivement que la fraction dans l'alliage 7040 après une trempe sandwich est sensiblement plus faible que pour le 7050 trempé à l'eau bouillante.

L'analyse quantitative de ces précipités de trempe n'a donc été possible que pour l'alliage 7050, après une trempe lente à l'eau bouillante. Le Tableau V-9 montre le résultat de cette caractérisation :

		Alliage	7050
		Trempe	Bouillante
R (en Å)	Sous-revenu		997
	Revenu au pic		757
	Sur-revenu		703
fv (en %)	Revenu au pic		0,38
	Sur-revenu		0,39

Tableau V-9 : Caractéristiques de la précipitation grossière du 7050 pour les différents états de trempe et de revenu.

Il est difficile d'évaluer correctement le rayon de Guinier équivalent car la partie gauche de la courbe atteint le vecteur d'onde minimum que l'expérience peut atteindre. De plus la condition de validation, $0,8 < (q.R_{\text{Guinier}}) < 2$ (voir le chapitre III), ne peut être vérifiée. Les rayons obtenus varient malgré tout entre 70 et 100 nm et correspondent parfaitement aux longueurs de précipités en bandes de 200 nm, déterminées à partir des observations en MET et MEB-FEG (voir le § 1.C.1(c)). Nous pouvons également en conclure que cette expérience n'a pas détecté la diffusion des rayons X par les précipités sur les joints de grains, dont le rayon varie entre 20 et 40 nm. Ce résultat sous-entend alors que la fraction de précipités sur les joints de grains est nettement plus faible que celle sur les dispersoïdes.

La détermination de la fraction volumique est encore plus problématique. Toutefois l'intensité intégrée ne varie pas pendant le revenu (0,38-0,39 %) et semble indiquer que cette précipitation n'évolue pas pendant le traitement thermique à 160°C. Cela semble être respecté pour les temps de revenu que nous avons utilisés, soit 70 heures au maximum. Le résultat principal reste cependant que la fraction de précipitation grossière après une trempe à l'eau bouillante représente environ 10% de la fraction de précipitation fine durcissante. La fraction de 0,4 % est d'ailleurs tout à fait équivalente aux 0.55% estimés à partir des observations au MEB-FEG.

En conclusion, la technique de diffusion centrale de rayons X reproduit de façon statistique les résultats déjà déterminés par les microscopies MET et/ou MEB-FEG :

- la fraction volumique de précipités de trempe dans le 7040 trempé à l'eau bouillante est très faible.
- la fraction volumique de précipités en bandes dans le 7050 trempé à l'eau bouillante est d'environ 0.5%.
- la taille moyenne de ces précipités en bandes est d'environ 200 nm de longueur.

2. Observation des faciès de rupture

Avant d'interpréter l'ensemble des faciès de rupture, il est nécessaire de rappeler les différents mécanismes d'endommagement opérant dans le matériau. Les alliages de la série 7000 présentent effectivement la particularité de se rompre majoritairement suivant des modes mixtes. Il est ainsi délicat de dégager des tendances nettes, pour différents traitements de trempe et de revenu.

Tous les mécanismes répertoriés dans la thèse de Solas (1997) sont retrouvés dans les alliages 7040 et 7050 : la rupture à partir des particules intermétalliques, la rupture transgranulaire en cisaillement, la rupture transgranulaire ductile et la rupture intergranulaire. Nous commencerons par décrire chacun de ces mécanismes pour ensuite présenter leur influence sur le chemin de propagation choisi par la fissure, en fonction des caractéristiques de trempe et de revenu.

A. Présentation des différents mécanismes élémentaires

1. Rupture ou décohéation des particules intermétalliques

Quels que soient l'axe de sollicitation des éprouvettes KAHN ou l'état de trempe et de revenu, nous observons des particules intermétalliques au fer ou au silicium sur les faciès de rupture des alliages 7040 et 7050 (voir la Figure V-24).

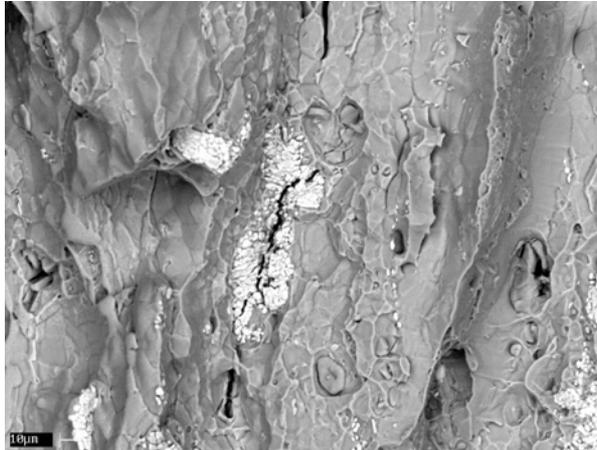


Figure V-24 : Faciès de rupture d'une éprouvette T-L d'un 7040 trempé à l'eau froide et sur-revenu. Cas de rupture des particules intermétalliques (phases claires sur l'image en électrons rétrodiffusés).

Nous avons mis en œuvre des expériences de traction in situ d'éprouvettes entaillées afin d'observer à la surface l'évolution de l'endommagement avant la propagation finale de la fissure. Dès le début du domaine plastique il apparaît que les plus grosses phases au silicium se décohéationnent de la matrice d'aluminium (voir la Figure V-25 a)). Puis très rapidement se produit la rupture fragile de tous les intermétalliques (fer et silicium) en tête de l'entaille. Elle se fait perpendiculairement à l'axe de sollicitation sur toute la longueur de l'intermétallique (voir la Figure V-25 b)).

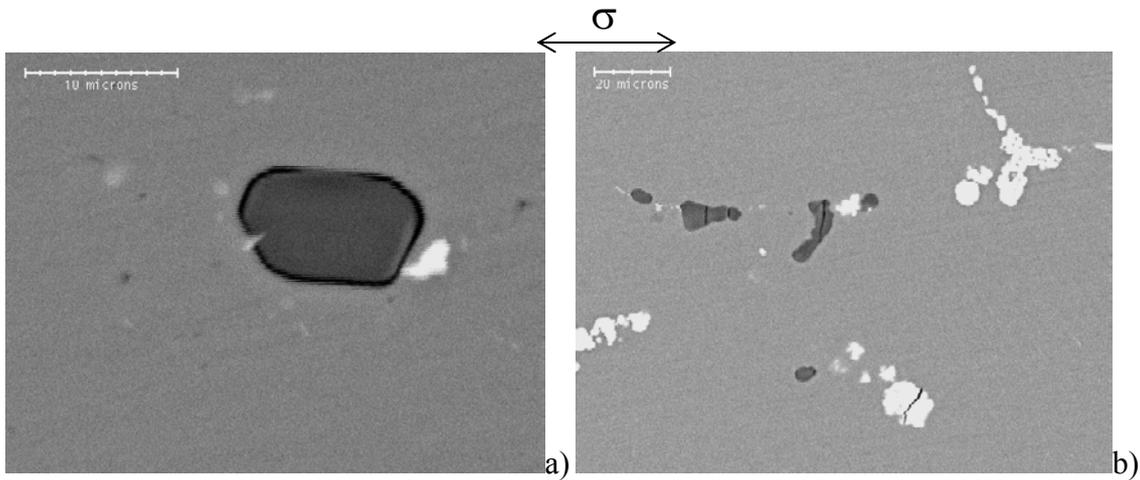


Figure V-25: Observation in situ au MEB en électrons rétrodiffusés, d'une éprouvette de ténacité L-T d'un 7040 après une trempe eau froide et sous-revenu. a) Décohésion à l'interface des particules Mg_2Si puis b) rupture fragile de toutes les particules intermétalliques perpendiculairement à l'axe de sollicitation.

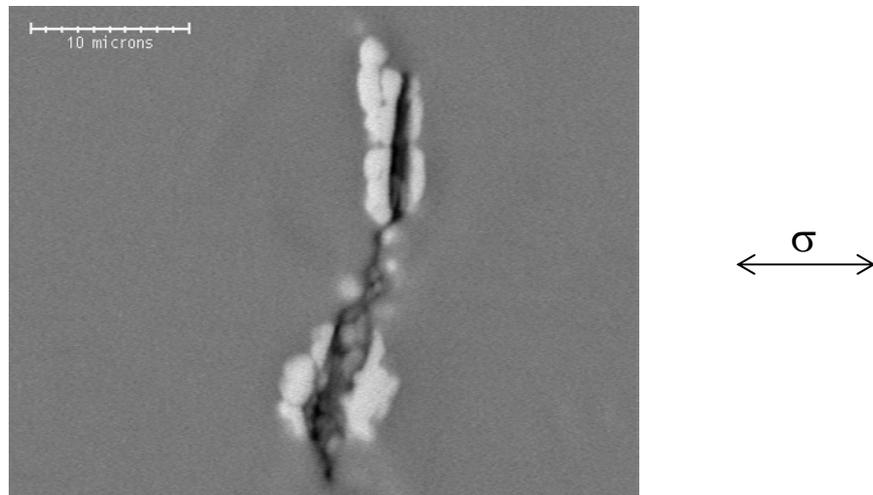


Figure V-26: Observation in situ au MEB en électrons rétrodiffusés, d'une éprouvette de ténacité T-L d'un 7040 après une trempe eau froide et revenu au pic. Etape de coalescence de la fissure.

Dans le cas de l'orientation T-L où les amas se présentent sous une forme longiligne très étroite, perpendiculaires à l'axe de sollicitation, la rupture se produit en deux temps. Nous observons en premier lieu la fissuration indépendante de chaque petit intermétallique constituant l'amas. Vient ensuite une étape de coalescence entre microfissures: la fissure se propage sur toute la longueur de l'alignement (voir la Figure V-26).

D'autre part ces expériences in situ nous ont permis de déterminer l'amplitude de la zone d'endommagement sur les intermétalliques avant le début de propagation de la fissure. Les résultats sur l'orientation T-L sont peu reproductibles car la rupture est brutale et ne permet pas d'examiner à temps la totalité de la surface de l'éprouvette. La traction des éprouvettes sous-revenues et orientées L-T, plus tenaces, a montré que l'endommagement s'effectue sur la totalité de la section en face de l'entaille. Ce résultat est certes conditionné par l'état de triaxialité des contraintes de ces éprouvettes in situ, qui n'est pas nécessairement identique à celui des éprouvettes KAHN. Mais il nous permet de déterminer parmi les deux mécanismes possibles d'endommagement des intermétalliques (voir la Figure V-27), lequel se développe effectivement. En fait, avant que la fissure ne commence à se propager, la quasi-totalité des

intermétalliques est déjà endommagée à l'intérieur d'une "zone d'endommagement" en tête de l'entaille. Il s'agit donc du mécanisme b) de la Figure V-27.

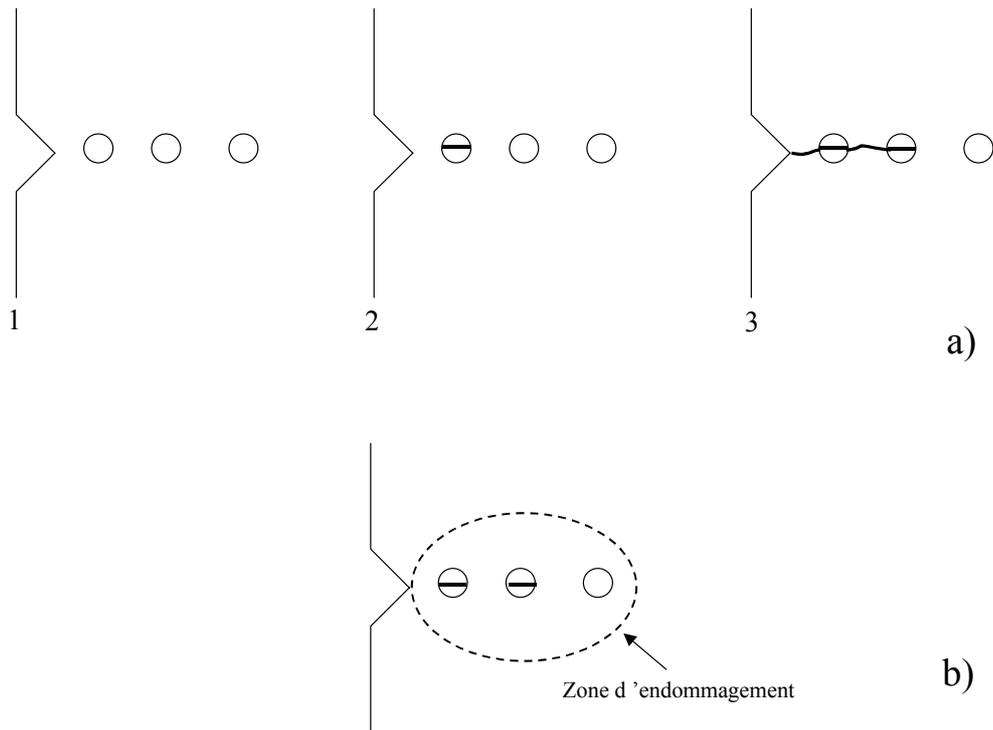


Figure V-27: Différents mécanismes possibles d'endommagement des particules intermétalliques: a): endommagement du premier intermétallique, plastification de la matrice jusqu'à propagation de la fissure, endommagement du deuxième intermétallique, etc... ou b): endommagement des intermétalliques dans une "process zone" avant le début de propagation de la fissure

Nous avons pu vérifier sur les éprouvettes KAHN déjà fracturées que les intermétalliques présents de part et d'autre du plan de propagation de la fissure étaient effectivement endommagés eux aussi.

Intermétalliques fissurés

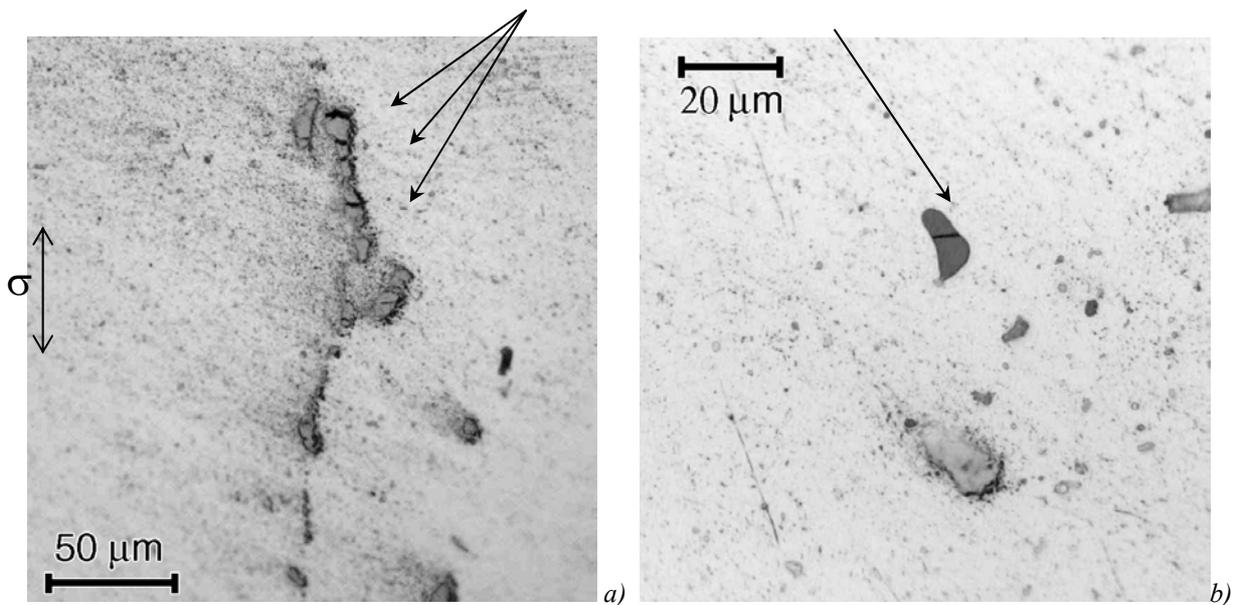


Figure V-28 : Observation en microscopie optique des intermétalliques endommagés, de part et d'autre du plan de propagation de la fissure, sur l'éprouvette KAHN du 7040, sous-revenu et trempé à l'eau froide. Phases au fer a) et au silicium b).

2. Rupture transgranulaire en cisaillement

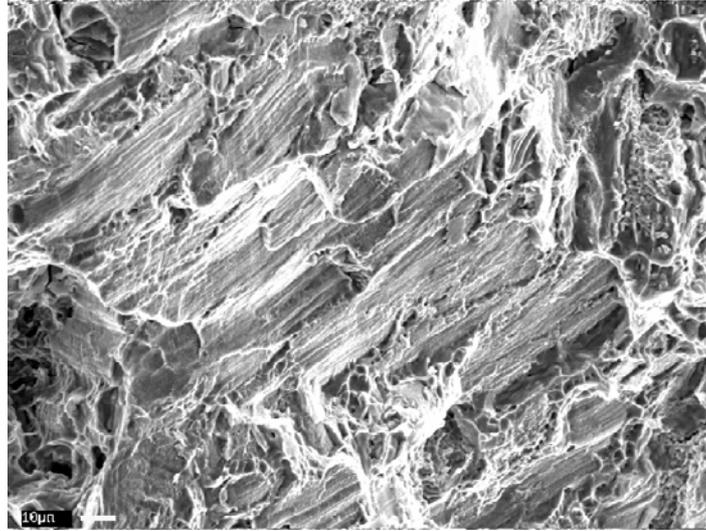
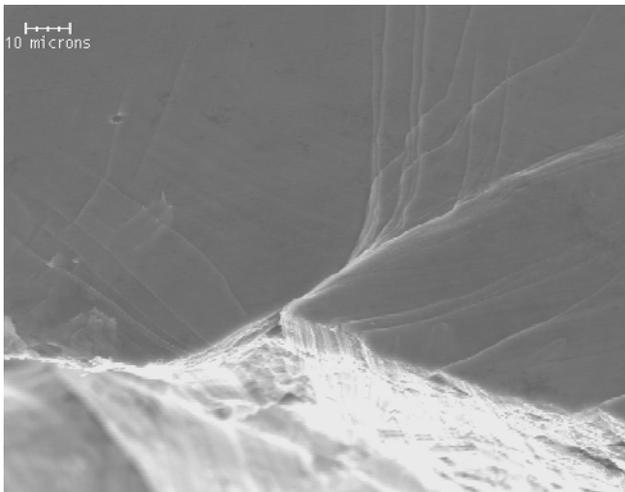
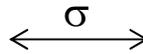
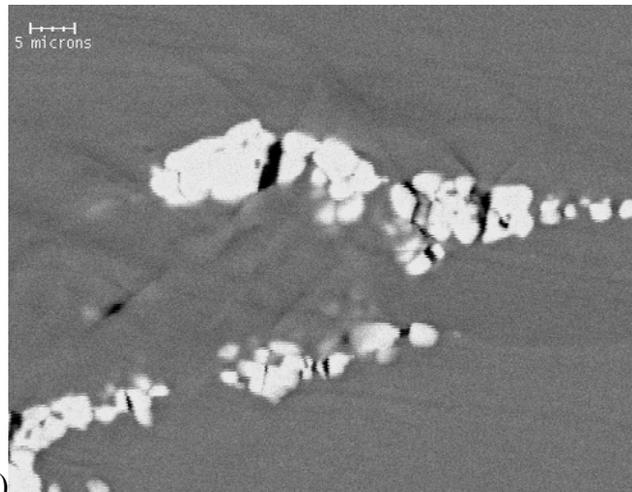


Figure V-29 : Faciès de rupture d'un 7040 trempé à l'eau froide et sous-revenu. Cas d'une rupture transgranulaire en cisaillement.

Le mode de rupture transgranulaire en cisaillement est apparu pour les deux alliages, dans des états sous-revenus. Le matériau est alors constitué de précipités durcissants du type zone Guinier-Preston et / ou de la phase η' . Ces précipités peuvent être cisailés par les dislocations. De ce fait la déformation plastique n'est pas répartie uniformément dans le matériau et se localise à l'intérieur de bandes de glissement, à l'origine de ce mécanisme de rupture transgranulaire en cisaillement.



a)



b)

Figure V-30 a) et b): Observation in situ au MEB en électrons rétrodiffusés, d'une éprouvette de ténacité L-T d'un 7040 après une trempe eau froide et sous-revenu. Formation des lignes de glissement.

Ce type de mécanisme a été mis en évidence en observant les faciès de rupture au MEB en électrons secondaires (voir la Figure V-29). Il apparaît sous la forme de surfaces planes traversées par des lignes de glissement. Nous avons également pu observer le développement de ces lignes pendant l'essai de traction in situ d'une éprouvette de 7040 sous-revenu. Elles se développent à 45° de l'axe de sollicitation en fond d'entaille (voir la Figure V-30 a)) ou dans la continuité de la fissure d'un intermétallique (voir la Figure V-30 b)).

3. Rupture transgranulaire ductile

La rupture transgranulaire ductile est le mécanisme prédominant dans les alliages 7040 et 7050 (voir Figure V-31). Contrairement aux résultats de Solas (1997) sur l'alliage 7010, nous l'observons sur les faciès de rupture de tous les états de trempe et de revenu. Les cavités d'une taille micrométrique se forment sur des particules de petite taille, telles que les intermétalliques isolés et d'une taille inférieure à 1 μm , les dispersoïdes ou les précipités η en bandes qui se sont formés pendant la trempe.

Ces particules sont difficilement visibles en fond de cupule (Figure V-32) et sont généralement trop petites pour que l'on puisse en déterminer la composition à partir d'une analyse X au MEB. La Figure V-33 a) montre cependant le cas d'un précipité suffisamment gros pour être caractérisé. Les résultats de la Figure V-33 b) tendent à montrer qu'il s'agit de la phase globulaire S. Ce cas reste toutefois largement minoritaire.

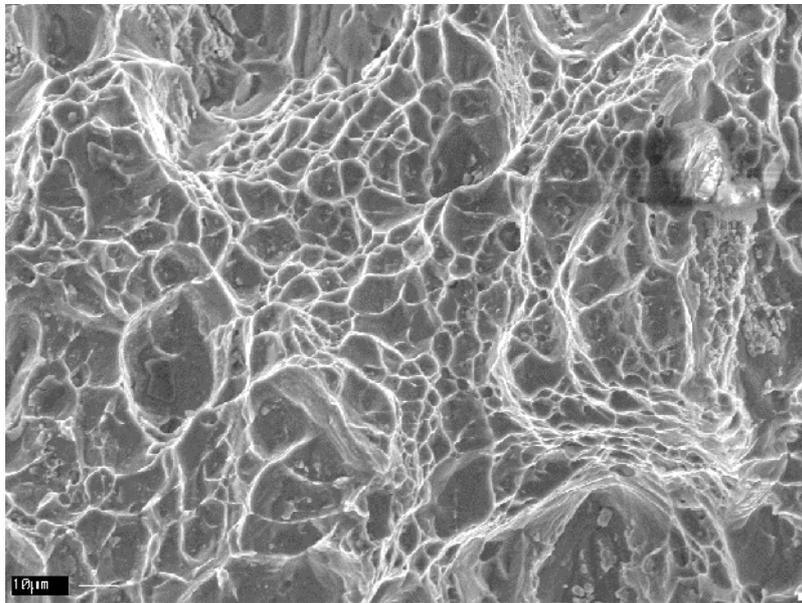


Figure V-31 : Faciès de rupture d'un 7040 trempé à l'eau froide et sur-revenu. Cas d'une rupture transgranulaire ductile.

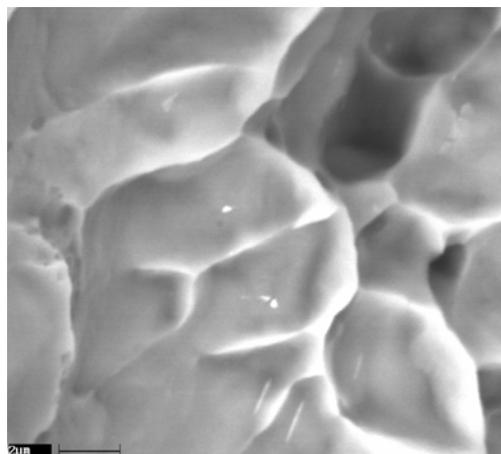


Figure V-32 : Faciès de rupture d'un 7040 trempé à l'eau froide et sous-revenu. Cette image en électrons rétrodiffusés révèle les petites particules en fond de cupule.

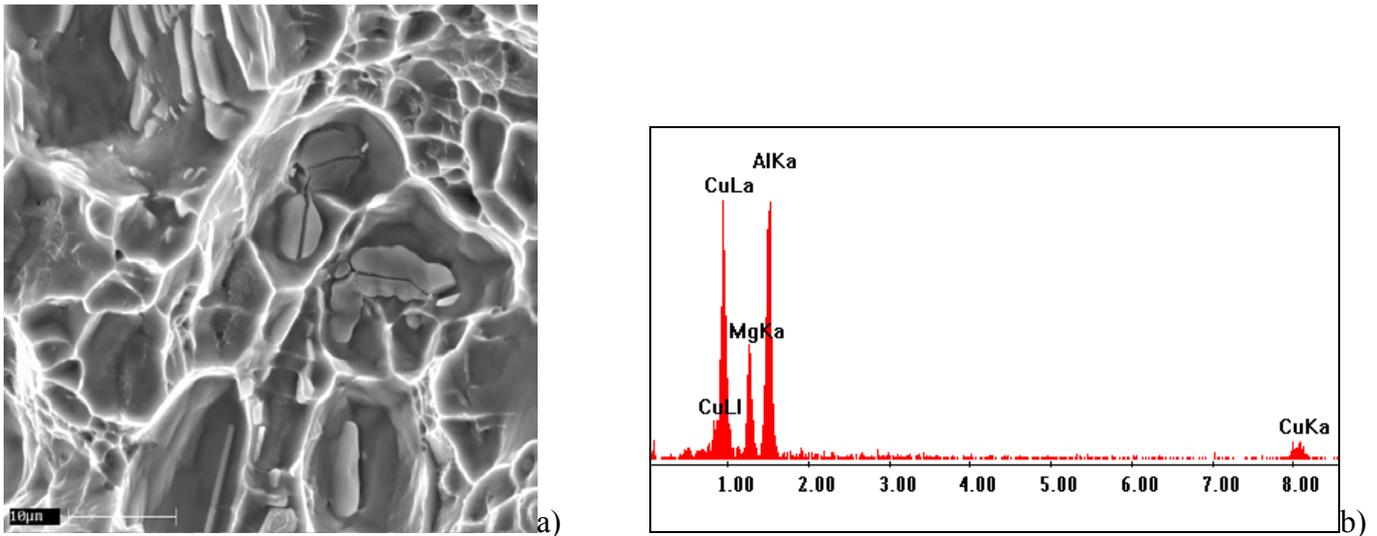


Figure V-33 : Faciès de rupture d'un 7050 trempé à l'eau froide et sur-revenu. Particule S en fond de cupule a) et analyse X correspondante b).

4. Rupture inter(-sub-)granulaire ductile

La propagation de la fissure le long des joints et sous-joints de grains est le dernier type de mécanisme intervenant dans la rupture des alliages 7040 et 7050. Elle est favorisée pour les états présentant une importante fraction de précipités intergranulaires (trempe lente). Elle apparaît cependant également pour les états ayant été trempés rapidement, pour des revenus au delà du pic. Deux phénomènes expliquent la rupture intergranulaire dans ce cas :

- le revenu conduit à la formation sur les joints de grains de précipités η qui, après un traitement de revenu au pic, ont atteint une taille suffisante pour fragiliser le joint et faciliter une propagation intergranulaire de la fissure (Kirman, 1971).
- La périphérie du joint de grain représente une zone plus molle après un traitement au pic car à cet instant la différence de limite d'écoulement entre la matrice et la PFZ est maximale. De ce fait la déformation se localise davantage aux joints de grains et les fragilise plus rapidement, par le développement de cavités au niveau des précipités intergranulaires grossiers (Ludtka et Laughlin, 1982).

Par ailleurs la morphologie du faciès de rupture pour ce mécanisme dépend de la nature du grain, restauré ou recristallisé. Il semble que les surfaces soient plutôt facettées pour les grains recristallisés alors qu'elles présentent une forme arrondie pour les grains restaurés (voir les Figure V-34 et Figure V-35).

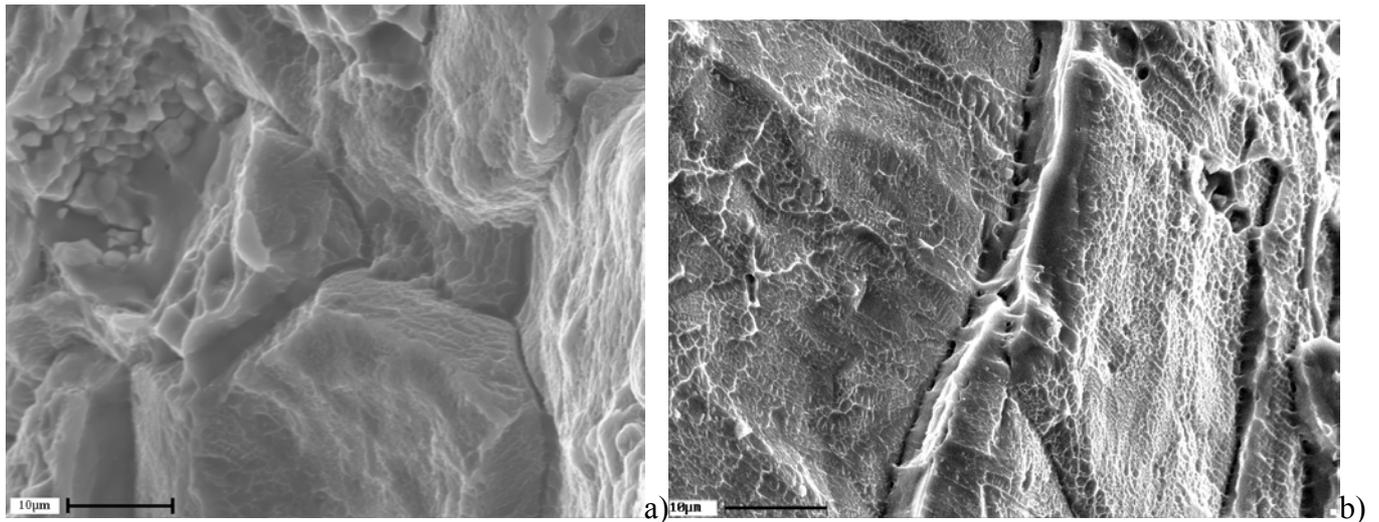


Figure V-34 : Faciès de rupture d'un 7050 après une trempe sandwich et revenu au pic. Cas d'une rupture intergranulaire.

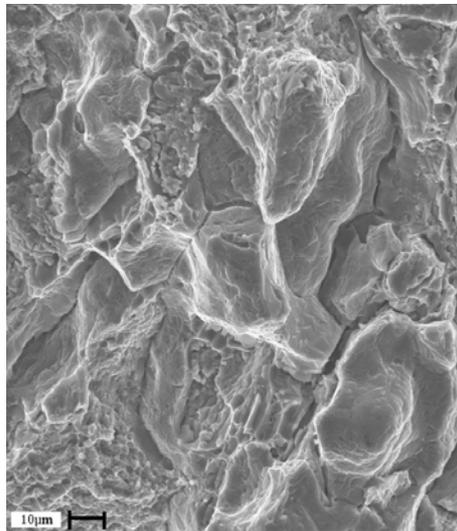


Figure V-35 : Faciès de rupture d'un 7050 après une trempe sandwich et revenu au pic. La surface de rupture est arrondie dans le cas de joints de grains restaurés.

B. Analyse quantitative des faciès de rupture

Après avoir présenté les différents mécanismes mis en jeu pendant la rupture de nos alliages 7000, nous allons maintenant décrire plus précisément l'influence de la vitesse de trempe, de l'état de revenu et de la direction de sollicitation sur chacun de ces mécanismes.

1. Paramètres contrôlant l'endommagement sur les particules intermétalliques

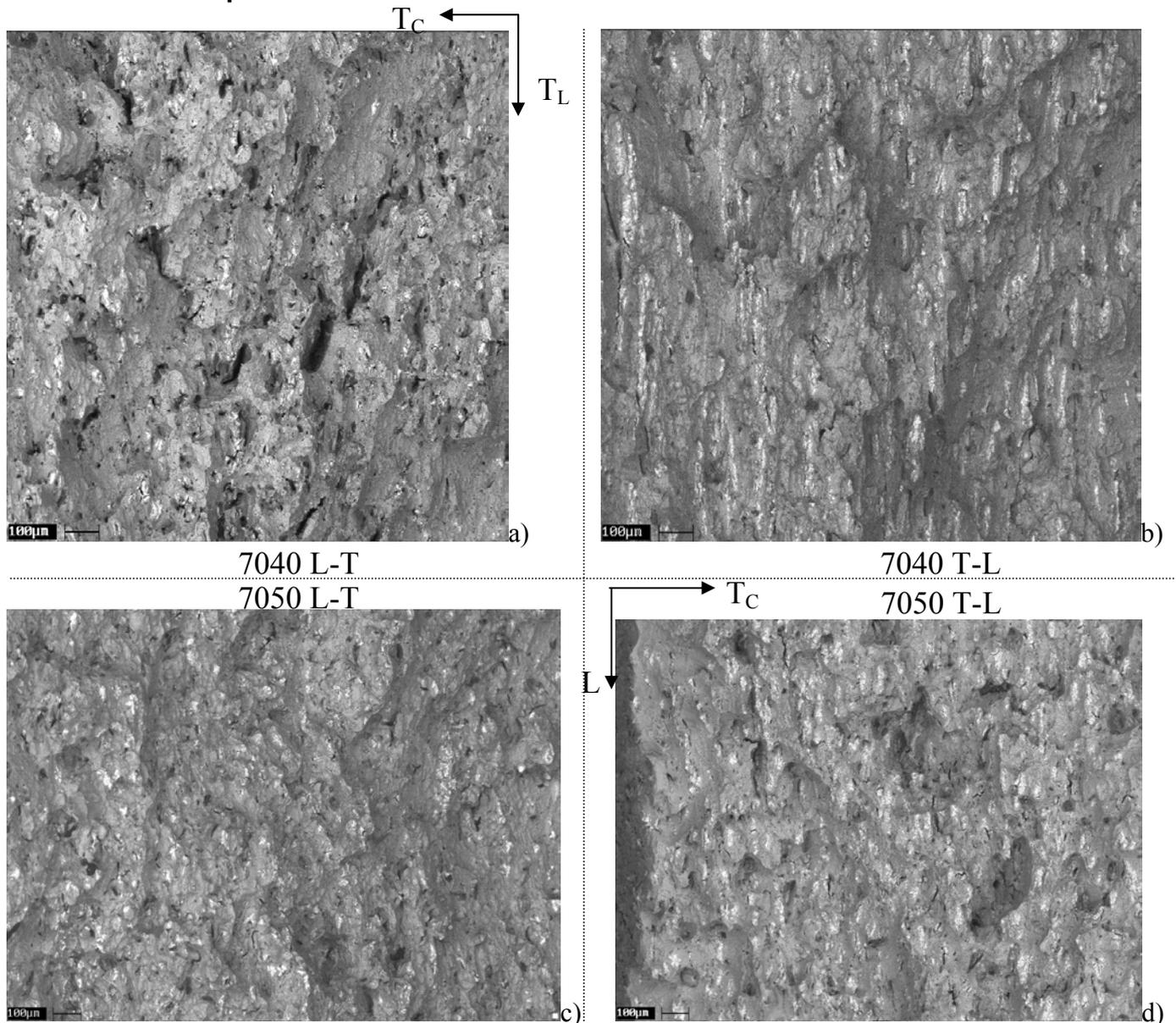


Figure V-36 : Observation en électrons rétrodiffusés des faciès de rupture du 7040 L-T a), 7040 T-L b), 7050 L-T c) et 7050 T-L d).

Afin de caractériser les phases au fer présentes sur les surfaces de rupture nous avons observé les faciès avec un MEB en électrons rétrodiffusés (voir les Figure V-36 a), b) c) et d)). Nous retrouvons certains points qui ont déjà été soulevés au § 1.B à partir de l'observation de surfaces polies :

- en comparant les images correspondant à l'orientation L-T, il apparaît que l'endommagement des phases au fer est plus important pour l'alliage 7050. Ceci n'est pas surprenant puisque cet alliage est le plus chargé en particules intermétalliques.
- les particules intermétalliques sont nettement allongées suivant la direction de laminage pour l'alliage 7040 (voir l'orientation T-L). On retrouve cette morphologie pour l'alliage 7050 mais de façon moins prononcée.

- les essais de traction suivant l'orientation T-L sollicitent davantage les particules au fer que suivant l'orientation L-T.

Le contraste entre les phases au fer et le reste du faciès étant suffisant, nous avons évalué par analyse d'images la proportion de ces phases pour chaque alliage, pour différents état de trempe et de revenu et suivant les deux directions de sollicitation étudiées dans la thèse. Les résultats sont présentés dans le Tableau V-10:

		sous-revenu		revenu au pic		sur-revenu	
		froide	sandwich	froide	sandwich	froide	sandwich
T-L	7040	3,7	3,4	4,1	3,7	3,9	3,9
	7050	-	3,4	3,4	-	3,4	3,4

a)

		sous-revenu		revenu au pic		sur-revenu	
		froide	sandwich	froide	sandwich	froide	sandwich
L-T	7040	0,7	0,7	-	-	0,6	0,9
	7050	-	2,2	2,2	2,2	2,3	2,1

b)

Tableau V-10 : Fraction surfaciques (en %, +/- 15% en valeur relative) de phases intermétalliques au fer et au cuivre sur les faciès de rupture des éprouvettes orientées T-L a) et L-T b).

Il est avant tout intéressant de noter que les fractions surfaciques ainsi obtenues sont largement supérieures à celles déterminées par analyse des surfaces polies. Dans le cas du 7040, nous observons en effet pratiquement dix fois plus de phases au fer et au cuivre sur les faciès de rupture de l'orientation T-L: 3,8% en moyenne au lieu de 0,45% sur surfaces polies. La fissure en se propageant passe donc préférentiellement par les particules intermétalliques.

	f_{surf} globale	f_{surf} sur les faciès de rupture	
		T-L	L-T
7040	0,45%	3,80%	0,70%
7050	0,69%	3,40%	2,20%

Tableau V-11: Comparaison des fractions surfaciques globales et sur les faciès de rupture des particules au fer et au cuivre.

L'influence de la direction de sollicitation est également assez frappante : pour chaque alliage, la fraction de phases au fer sur les faciès de rupture ne varie pas suivant les conditions de trempe et de revenu. Les différences sont par contre très marquées suivant l'orientation et l'alliage. L'ampleur de l'endommagement sur les particules intermétalliques est donc contrôlée de façon dominante par leur position par rapport à l'axe de traction et ne semble pas dépendre de la précipitation grossière de trempe ou de la plasticité de la matrice. Ceci a d'ailleurs été confirmé par nos essais de traction in situ, au cours desquels la rupture ou décohésion des intermétalliques se produisait très tôt dans le domaine plastique, et bien avant le début de la propagation de la fissure. Ce résultat est important pour la compréhension de la rupture des alliages 7000 car il permet dans une modélisation de la ténacité, de découpler l'influence des particules intermétalliques de l'effet du reste de la microstructure. Les particules jouent un rôle de site d'initiation du dommage et de concentration de contraintes de façon équivalente, quelle que soit la microstructure de l'alliage.

Nous pouvons parallèlement comparer la résistance à l'entaille du matériau avec les fractions de phases au fer observées sur les faciès. Les éprouvettes ayant subi une traction suivant l'orientation L-T offrent la meilleure résistance à l'entaille et possèdent un minimum d'intermétalliques sur leurs surfaces de rupture (0,7% comparé à 3,8% et 2,2% comparé à 3,4%).

Par ailleurs l'alliage le moins tenace, le 7050, est aussi celui pour lequel l'endommagement des particules fragiles est le plus fort (2,2% comparé à 0,7% dans le sens L-T). Cette dernière tendance n'est toutefois pas parfaitement respectée pour l'orientation T-L puisque la fraction pour le 7040 s'élève à une moyenne de 3,8 % alors qu'elle n'est que de 3.4% pour le 7050. On peut associer cette faible différence à la morphologie particulière des intermétalliques de l'alliage 7040. Etant bien alignés suivant la direction de laminage, ils constituent des chemins privilégiés de propagation pour la fissure.

2. Paramètres contrôlant la propagation de la fissure

En visualisant l'ensemble des fractographies des éprouvettes KAHN, nous avons entrepris d'estimer de façon comparative la part de chaque mécanisme élémentaire sur la rupture des alliages 7040 et 7050 (à l'exception de l'endommagement des particules intermétalliques qui d'après le paragraphe précédent ne dépasse pas 4%). Nous avons ainsi caractérisé la quasi-totalité des conditions de trempe, revenu, axe de sollicitation et alliage. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau V-12.

		7040		7050	
		froide	sandwich	froide	sandwich
Kahn T-L	sous-revenu	35% trans cisaillement, 65% trans ductile	20% trans ductile, 40% trans cisaillement, 40 % inter	50% trans cisaillement, 50% trans ductile	20% inter, 80 % trans ductile
	revenu au pic	10% inter, 90% trans ductile	-	25% inter, 75% trans ductile	-
	sur-revenu	100% trans ductile	50% inter, 50 % trans ductile	10% inter, 90% trans ductile	20% inter, 80% trans ductile

a)

		7040		7050	
		froide	sandwich	froide	sandwich
Kahn L-T	sous-revenu	66% trans cisaillement, 33% trans ductile	-	10% inter, 15% trans cisaillement, 75% trans ductile	5% trans cisaillement, 45% inter, 50 % trans ductile
	revenu au pic	-	50% inter, 50% trans ductile	-	50% inter, 50 % trans ductile
	sur-revenu	5% inter, 10 % trans cisaillement, 85% trans ductile	-	20% inter, 80 % trans ductile	30% inter, 70 % trans ductile

b)

Tableau V-12 : Estimation de la fraction surfacique de chaque mécanisme de rupture pour les deux alliages, après trempe eau froide ou sandwich, et les trois états de revenu de référence. Résultats sur les faciès de rupture des éprouvettes T-L a) et L-T b).

(a) Influence du revenu

Il est possible au regard des résultats de dégager des tendances assez nettes suivant les trois états de revenu de référence :

- *les états sous-revenus* : la rupture se fait généralement suivant un mode mixte, transgranulaire en cisaillement et transgranulaire ductile après une trempe rapide, avec en supplément le mécanisme de rupture intergranulaire après trempe lente. La rupture transgranulaire en cisaillement n'est activée que pour ces états sous-revenus car les précipités durcissants sont alors cisailables et conduisent à la formation de bandes de glissement intenses. La part de ce mécanisme peut monter jusqu'à 66% pour l'état le plus tenace (7040 L-T).

- *les états revenus au pic* : le mécanisme transgranulaire en cisaillement a totalement disparu. La rupture suit un mode mixte intergranulaire et transgranulaire ductile. Le mécanisme transgranulaire ductile est prépondérant après une trempe rapide (>75%). Par ailleurs les rapports semblent s'équilibrer après une trempe lente (50%–50%).

- *les états sur-revenus* : la rupture suit également un mode mixte, transgranulaire ductile et intergranulaire. Bien que la tendance soit assez peu marquée, il semble que la proportion de rupture intergranulaire soit plus faible qu'après un revenu au pic. Comme l'ont suggéré Ludtka et Laughlin (1982), nous pouvons associer cette baisse à un écart moins important entre la limite d'écoulement de la matrice et celle de la zone molle autour du joint. Suivant ce raisonnement la rupture intergranulaire est en effet moins intense car la localisation de la déformation dans la PFZ est moins importante. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre VI suivant.

(b) Influence de la vitesse de trempe

Une vitesse de trempe plus lente s'accompagne d'une fragilisation des joints de grains par une forte précipitation grossière. Il est donc naturel que la part de rupture intergranulaire augmente quand la vitesse de trempe diminue. A l'exception du 7050 L-T, c'est aussi le seul traitement qui conduise à une proportion non négligeable de rupture intergranulaire pour un état sous-revenu.

(c) Influence de la direction de sollicitation

Les grains sont orientés suivant la direction de laminage pendant la mise en forme des tôles. On s'attend donc à ce que la rupture intergranulaire soit plus importante pour les éprouvettes ayant subi un essai de traction suivant la direction T-L. Les écarts sont toutefois beaucoup trop faibles pour que l'on puisse démontrer de façon convaincante une telle tendance.

3. Bilan : paramètres clés pour la modélisation

Les particules intermétalliques

- La fraction de particules intermétalliques endommagées sur le faciès de rupture ne dépend pas des conditions de trempe ou de revenu.
- La répartition et la morphologie des intermétalliques, différente entre les deux alliages, peut être à l'origine de l'anisotropie observée en résistance à l'entaille.

Influence du revenu

Les tendances observées sont représentées schématiquement sur la Figure V-37. Les mécanismes conduisant à la rupture finale de l'éprouvette de ténacité sont répartis comme suit :

- *états sous-revenus* : la rupture est bimodale transgranulaire en cisaillement et transgranulaire ductile après une trempe à l'eau froide. Une vitesse de trempe plus lente est à l'origine de l'apparition de la rupture intergranulaire ductile.
- *états revenus au pic et sur-revenus* : on observe une rupture mixte transgranulaire ductile et intergranulaire. La proportion de rupture intergranulaire semble être légèrement plus faible pour les états sur-revenus.

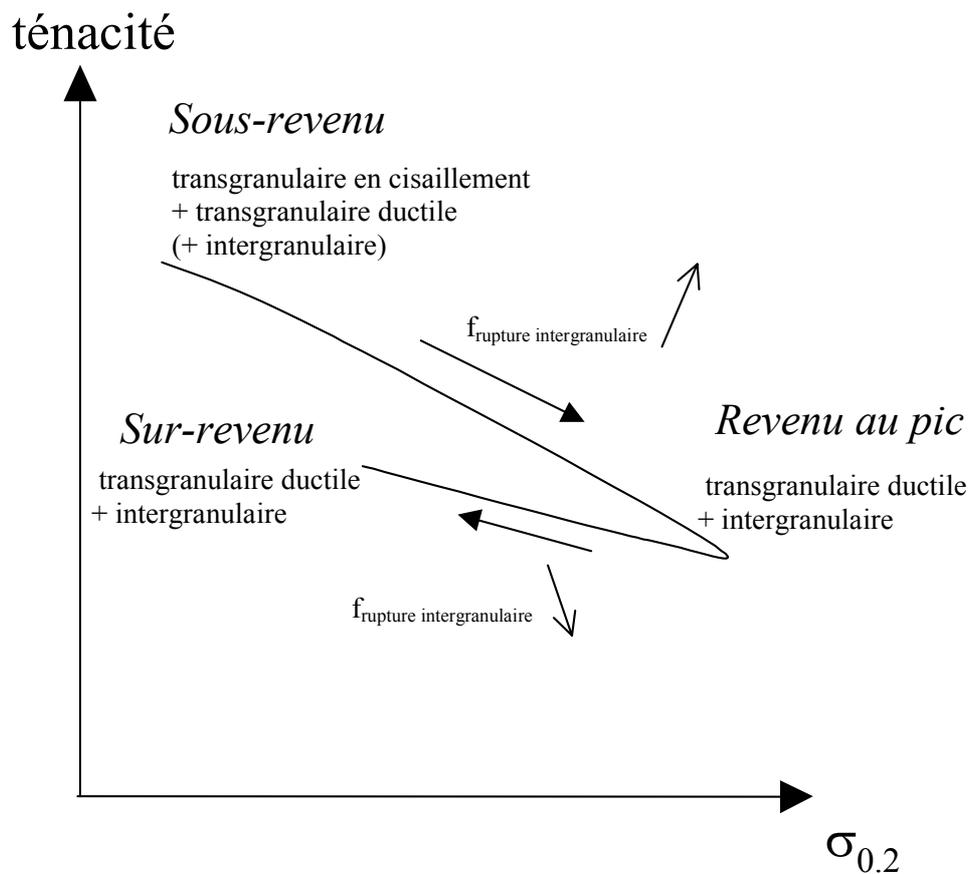


Figure V-37 : Représentation schématique de l'influence du revenu sur le mécanisme de rupture des alliages 7000.

Influence de la vitesse de trempe

L'influence de la vitesse de trempe est rappelée à la Figure V-38. Une trempe lente favorise la précipitation de phases grossières sur les joints de grains. En les fragilisant elle facilite le mécanisme de rupture intergranulaire.

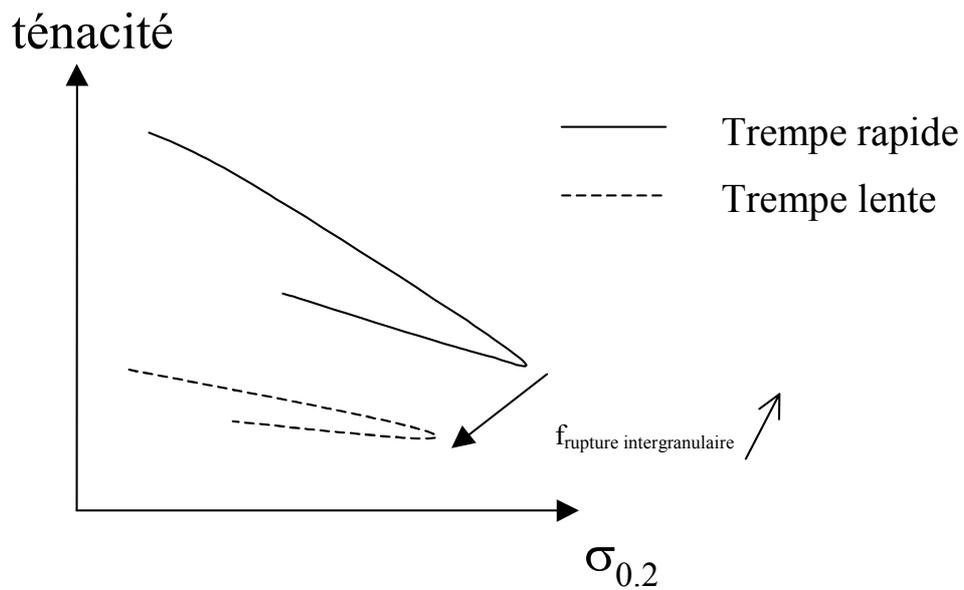


Figure V-38 : Représentation schématique de l'influence de la vitesse de trempe sur le mécanisme de rupture des alliages 7040 et 7050.

Chapitre VI. : Micromécanismes et modélisation

1. Modélisation de la ténacité des alliages 7000 : bibliographie

La microstructure des alliages de la série 7000 est complexe. Les longueurs typiques qui les caractérisent varient de quelques Å (zones Guinier-Preston) à 100 µm (taille de grain). Très souvent, la réponse du matériau lors d'une sollicitation mécanique fait intervenir divers composants de la microstructure simultanément. Le processus de rupture implique alors plusieurs mécanismes.

Nous avons rappelé au chapitre V précédent que quatre modes d'endommagement et de rupture prévalaient dans notre matériau :

- *l'endommagement des particules intermétalliques au fer et au silicium, par décohésion à l'interface ou rupture,*
- *la rupture transgranulaire ductile,*
- *la rupture transgranulaire en cisaillement engendrée par la présence de bandes intenses de glissement à l'intérieur du grain,*
- *la rupture intergranulaire ductile.*

La grande majorité des travaux sur la modélisation de la ténacité considère que la rupture du matériau se fait suivant un seul de ces mécanismes. Nous avons montré dans le chapitre V que cette hypothèse n'est pas réaliste : deux modes de rupture, intergranulaire et transgranulaire, coexistent.

Dans un premier temps nous présenterons l'état actuel de la modélisation sur chacun de ces mécanismes de rupture. Nous décrirons ensuite les rares travaux sur alliages commerciaux, qui ont pris en compte la rupture suivant plusieurs modes.

A. Modèles liés à la formation de cavités à l'interface des particules de seconde phase

Rice et Johnson (1970) ont développé un modèle de rupture ductile, en partant de l'hypothèse que la propagation de la fissure a lieu lorsqu'une déformation suffisante est atteinte à une distance critique δ_c en tête de fissure. Ce modèle estime correctement l'évolution de la résistance à l'endommagement en prenant une distance critique de l'ordre de l'espacement entre particules grossières $\lambda_{intermétalliques}$:

$$\delta_c = \frac{K_{IC}^2}{2.E.\sigma_Y} \approx \lambda_{inclusions} \quad \text{Équation VI-1}$$

avec σ_Y la limite d'écoulement, E le module d'Young. Mais il est à noter que la distance critique ne se corrèle pas toujours parfaitement avec l'espacement entre amas d'intermétalliques, notamment parce que seule une partie des phases grossières se décohésionne (Burghard, 1974).

Ayant constaté que de faibles niveaux de déformation peuvent provoquer la formation de cavités sur les phases grossières, Hahn et Rosenfield (1975) ont pris l'hypothèse que l'étape limitante de la rupture est la propagation de la fissure d'un intermétallique fissuré à une autre, ou la croissance des cavités. Ils ont pour cela repris le modèle de Rice et Johnson (1970) et exprimé la distance critique δ_c en fonction du diamètre D et de la fraction volumique f_v des intermétalliques. Ceci donne une expression de la ténacité de la forme :

$$K_{IC} = \sqrt{\left(2 \cdot \sigma_Y \cdot E \cdot \left(\frac{\pi}{6}\right)^{1/3} \cdot D\right) \cdot f_v^{-1/6}} \quad \text{Équation VI-2}$$

La relation ci-dessus décrit assez bien l'effet de la fraction volumique sur la ténacité, selon une loi linéaire en $f_v^{-1/6}$ (voir la Figure VI-1 ou les travaux de Ohira (1986)). Mais cette équation a d'autres implications qui sèment le doute sur la validité du modèle et de ses hypothèses. Comme l'ont remarqué Van Stone et Psioda (1975), les résultats expérimentaux montrent que la ténacité décroît lorsque la taille des intermétalliques augmente, contrairement à ce que prédit le modèle. La relation de proportionnalité directe entre la ténacité et la racine carré de la limite d'écoulement n'est pas non plus réaliste puisque la résistance à l'endommagement diminue lorsque σ_Y augmente, à teneur en intermétalliques équivalente (Kirman, 1971).

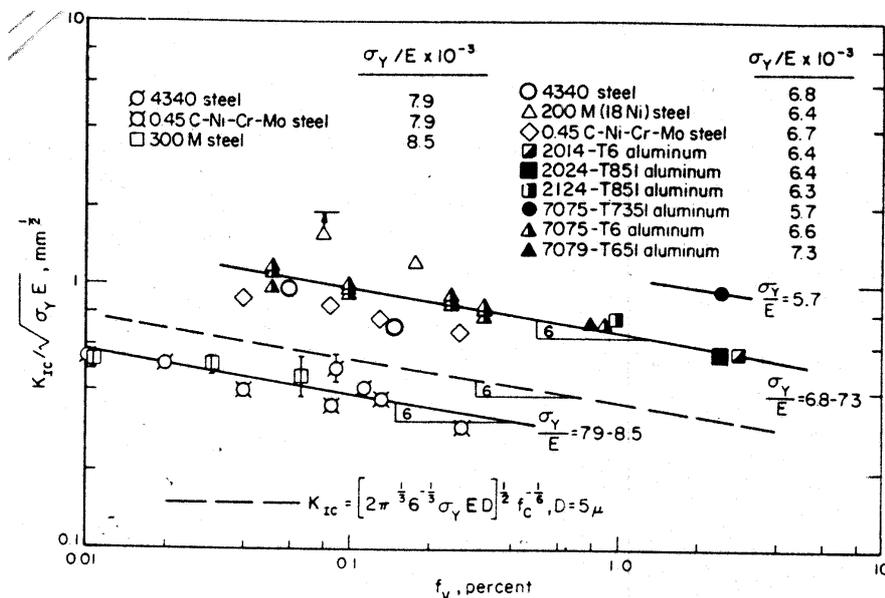


Figure VI-1 : Influence de la fraction volumique des particules grossières d'intermétalliques (taille > 1µm), sur la ténacité de différents matériaux. D'après Hahn et Rosenfield, 1975.

Selon Van Stone et Psioda (1975), les résultats du modèle sont faussés car ils ne tiennent pas du tout compte de la formation des cavités à l'interface particules grossières / matrice. Le fait que l'équation VI-2 montre bien l'effet de la fraction volumique est plutôt une conséquence

directe de l'influence des particules intermétalliques sur la germination des cavités, et non sur la croissance et la coalescence de ces cavités (c'est-à-dire la propagation de la fissure).

Garett et Knott (1978) ont construit un autre modèle en considérant que la rupture se produit lorsque la déformation maximale en tête de fissure dépasse une valeur critique ε_c . Ils ont alors proposé la relation suivante, expliquant l'influence du revenu sur la résistance à l'endommagement :

$$K_{IC} = \sqrt{\left(\frac{2.C.E.\varepsilon_c.\sigma_Y.n^2}{(1-\nu^2)}\right)} \quad \text{Équation VI-3}$$

C est une constante de l'ordre de 0.025 et n l'exposant caractérisant l'écrouissage. Garrett et Knott (1978) ont remarqué que la déformation vraie ε_c , nécessaire à la rupture, est approximativement constante pour une distribution et une fraction volumique de phases grossières constantes. La comparaison avec l'expérience donne ainsi une bonne corrélation entre K_{IC} et $n\sqrt{\sigma}$ pour différents alliages commerciaux.

Chen et Knott (1981) ont obtenu une relation similaire dans leur étude de l'influence des dispersoïdes sur la rupture des alliages 7475 et 7010. La différence réside dans l'hypothèse que l'amorçage de la fissure commence lorsque la contrainte au niveau de l'interface particule / matrice dépasse la contrainte de cohésion σ_c . Cette contrainte de cohésion étant liée au diamètre d et à l'espacement des particules intermétalliques λ (Ashby, 1968), Chen et Knott (1981) ont obtenu l'équation suivante :

$$K_{IC} = \sqrt{\left(\frac{mb}{10.A}.E.\sigma_c.\sigma_Y.n^2.\frac{\lambda}{d}\right)} \quad \text{Équation VI-4}$$

m et A étant des constantes, b le vecteur de Burgers. Les auteurs de ces deux derniers modèles considèrent que l'influence sur la ténacité des propriétés plastiques de la matrice est mieux décrite, par comparaison avec les travaux de Hahn et Rosenfield (1975). Ainsi la ténacité présente effectivement un minimum au pic de durcissement, lié à la compétition des termes de limites d'élasticité et de taux d'écrouissage.

Eswarada Prasad et al (1993) ont utilisé avec succès le modèle de Chen et Knott pour expliquer l'anisotropie de la résistance à l'endommagement pour leurs alliages Al-Li. Dans ce cas, les particules sur les joints de grains constituent les phases intermétalliques. Après simplification, le modèle se réduit à une relation simple du type $K_{IC} \propto \sqrt{(\sigma_Y.n^2.\lambda)}$ qui explique correctement les différences observées suivant les directions L-T, T-L et L+45°. L'anisotropie de n et σ_Y est due à la forte texture de laminage (Solas, 1997), les variations de λ étant liées à la morphologie type « crêpe » des grains.

B. Modèles liés à l'hétérogénéité du glissement dans la matrice

La résistance à l'endommagement est plus ou moins importante suivant l'intensité des bandes de cisaillement dans le grain. La formation de ces bandes est souvent connue comme la conséquence du cisaillement des précipités durcissants par les dislocations en mouvement,

lors de la déformation. Le cisaillement du précipité se traduit par un adoucissement local. La bande de glissement représente une zone affaiblie et le glissement a lieu préférentiellement dans ce plan. Il s'en suit une distribution très hétérogène du glissement et une concentration de la déformation.

La localisation de la déformation dans les bandes de cisaillement peut mener à une rupture transgranulaire par décohésion de ces bandes. Elle provoque une diminution de la résistance à l'endommagement puisque la déformation critique nécessaire à l'amorçage de la fissure est plus rapidement atteinte localement. Le mécanisme de rupture dépend ainsi de caractéristiques de l'intérieur des grains : espacement et largeur des bandes de cisaillement (voir la Figure VI-2), et taille et fraction volumique des précipités dans la matrice. Ces paramètres sont contrôlés par la température et le temps de maintien du revenu.

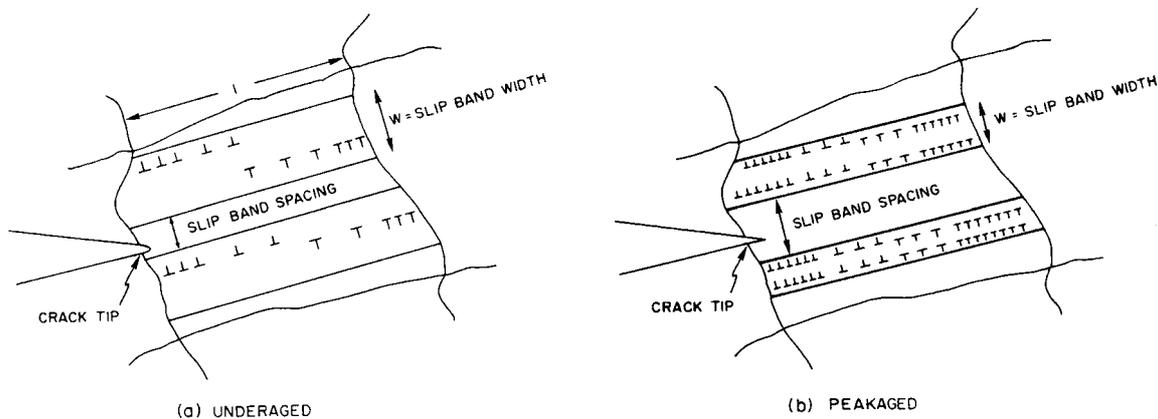


Figure VI-2 : Influence de l'état de revenu sur la largeur et l'espacement des bandes de cisaillement dans la matrice : (a) sous-revenu et b) sur-revenu). D'après Jata et Starke, 1986.

Les premiers modèles de ténacité déterminés par Garrett et Knott (1978) ou Hahn et Rosenfield (1975 et 1968) prennent en compte les variations de la plasticité de la matrice par le biais de la limite d'écoulement et de l'écrouissage. Mais ils ne tiennent pas compte de l'hétérogénéité de la plasticité du fait de la présence des bandes de cisaillement. Hors la largeur et l'espacement de ces bandes varient avec les caractéristiques du revenu. Jata et Starke (1986) ont alors proposé un nouveau modèle pour expliquer l'évolution de la ténacité lorsque la rupture est complètement transgranulaire (les états sous-revenus) :

$$K_{IC} = \sqrt{(8 \cdot \sin(\alpha) \cdot E \cdot \sigma_Y \cdot W \cdot \frac{\delta}{\lambda} \gamma^c)} \quad \text{Équation VI-5}$$

avec α l'angle entre la bande de cisaillement et le plan de rupture, E le module d'Young, σ_Y la limite d'écoulement, δ la taille de la zone plastique en tête de fissure, λ l'espacement entre les bandes de cisaillement et γ^c le cisaillement dans la bande. L'application de ce modèle aux résultats expérimentaux de Vasudévan et Suresh (1985) sur les alliages Al-Li estime correctement l'évolution de la ténacité avec la limite d'écoulement. Mais il ne s'applique qu'à des systèmes présentant une microstructure isotrope, une distribution uniforme de taille de grains et une teneur en intermétalliques négligeable.

Roven (1992) a modifié ce dernier modèle en faisant intervenir le facteur de Taylor M , qui traduit la texture cristallographique de l'alliage, et la taille moyenne de grain D . Il obtient alors la relation suivante :

$$K_{IC} = \sqrt{\frac{2.D^2.W.\sigma_Y.E}{M.\tan(\alpha).\lambda^2}} \quad \text{Équation VI-6}$$

Il est à noter que ce modèle prévoit une amélioration de la ténacité si la taille de grain augmente. Ce résultat est en contradiction avec les conclusions présentées par Thompson et Zinkham (1975).

C. Modèles liés à la localisation de la déformation aux joints de grains

Embury et Nes (1974) furent les premiers à prendre en compte la localisation de la déformation dans les PFZ, pour prévoir l'évolution de la ténacité. Ils ont pour cela trouvé une expression de la déformation critique ε_{PFZ} à concentrer dans la PFZ, pour que la fissure se propage au joint de grains, en fonction de la fraction volumique des précipités sur les joints de grains f_{GB} . Ils ont finalement obtenu la relation suivante :

$$K_{IC}^2 = E.\sigma_r.\varepsilon_{PFZ} = E.\sigma_r.\left(\sqrt{1/f_{GB}} - 1\right)/2 \quad \text{Équation VI-7}$$

σ_r étant pris égal à la contrainte à rupture. Ce modèle, appliqué aux résultats expérimentaux d'Unwin et Smith (1969) sur un alliage Al-Zn-Mg, prédit une évolution correcte de la ténacité (voir la Figure VI-3). Il s'applique également parfaitement aux résultats expérimentaux de Vasudévan et Doherty(1987).

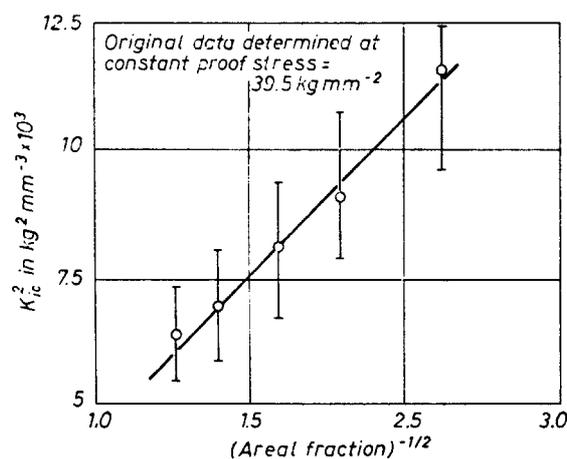


Figure VI-3 : Influence de la précipitation aux joints de grains sur la ténacité d'un 7000. Comparaison entre modèle et expérience. Exploitation des données expérimentales d'Unwin et Smith (1969). D'après Embury et Nes, 1974.

Hornbogen et Gräf (1976) ont également construit un modèle en tenant compte de la localisation de la déformation dans les PFZ. Ils ont pour cela modifié la relation classique de Hahn et Rosenfield (1975), liant la ténacité aux paramètres d'essais de traction, en introduisant différentes caractéristiques de la PFZ et la taille de grain moyenne D :

$$K_{1C} = \sqrt{(L.E.\sigma_{PFZ}.n_{PFZ}^2.\varepsilon_{PFZ}.\frac{W_{PFZ}}{D})} \quad \text{Équation VI-8}$$

L est une constante empirique homogène à une longueur, σ_{PFZ} , n_{PFZ} , ε_{PFZ} et W_{PFZ} sont respectivement la limite d'écoulement, l'écrouissage, la déformation à rupture et la largeur des PFZ. Ce modèle est valable dans des conditions de déformation plane, lorsque la rupture est complètement intergranulaire, pour un matériau sans particule intermétallique et avec une microstructure isotrope. L'influence de la taille de grain est correctement décrite puisque de nombreux travaux tendent à montrer que la ténacité augmente quand D diminue (Thompson et Zinkhan (1975), Starke et Sanders (1981)...). La dépendance en $D^{-1/2}$ est en accord avec les résultats de Srinivas (1991).

Il est nécessaire, pour appliquer ce modèle, de déterminer la déformation critique que peut supporter la PFZ : ε_{PFZ} . Pour ce faire, il est possible d'utiliser l'expression obtenue par Embury et Nes (1974), en fonction des caractéristiques de la précipitation sur les joints de grains. Kawabata et Izumi (1976) ont fourni une autre équation liant ε_{PFZ} à différents paramètres de la zone dénudée, pour les alliages Al-Zn-Mg-Cu :

$$\varepsilon_{PFZ} = q.k.\frac{W_{PFZ}}{d_{GB}^3.N_{GB}} \quad \text{Équation VI-9}$$

où q est le rapport entre la déformation à l'intérieur des PFZ et celle des grains, k est une constante dépendant de l'énergie d'interface précipités intergranulaires / matrice et de l'énergie du joint, d_{GB} est la taille des précipités intergranulaires et N_{GB} le nombre de ces précipités par unité de surface.

Expérimentalement, ces modèles posent problème du fait de la dépendance qu'ils impliquent avec la largeur des PFZ. Unwin et Smith (1969) ou Cornish et Day (1971) n'ont effectivement observé aucune influence de W_{PFZ} sur la ductilité ou la résistance à l'endommagement. Starke et Lin (1982) ont même suggéré qu'une absence totale de PFZ pourrait être bénéfique à la ductilité !

Très récemment, Li et Reynolds (1998) ont comparé les deux approches de Hornbogen-Gräf (1976) et Embury-Nes (1974) pour expliquer l'évolution de la ténacité pendant un revenu supplémentaire d'un Al-Cu-Mg-Ag. Les écarts observés pour des traitements thermiques très longs semblent être mieux décrits par l'approche de Hornbogen, même si les différences de ténacité concernées sont très faibles, de l'ordre du MPa.m^{1/2}.

Li et Buttler (1999) ont remarqué que les modèles ci-dessus considèrent séparément les influences des précipités aux joints de grains et des PFZ. Selon eux les paramètres déterminants sont les champs de contrainte et de déformation autour des précipités intergranulaires. Ils ont alors proposé une relation du type :

$$K \propto \left(\frac{W_{PFZ}}{d_{GB}} \right) \quad \text{Équation VI-10}$$

Ce rapport est une mesure indirecte de l'influence relative de l'intérieur du grain par rapport à la PFZ (voir la Figure VI-4). Un rapport faible (W_{PFZ} faible) indique que l'état de contrainte

est imposé par les propriétés de la matrice. Un rapport élevé indique au contraire que la PFZ contrôle le processus en localisant la déformation.

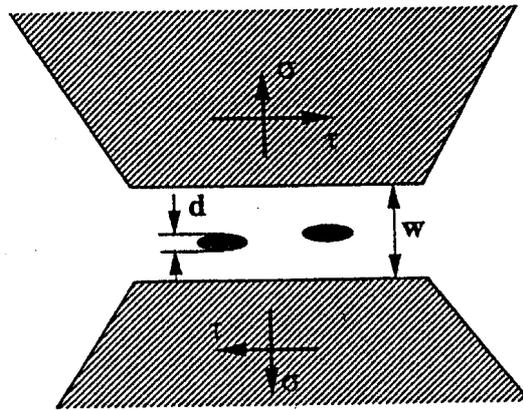


Figure VI-4 : Structure modèle schématisant les caractéristiques de la microstructure d'alliages d'aluminium à durcissement structural. D'après Li et Butler, 1999.

Cette approche peut permettre d'expliquer qualitativement l'évolution de la ténacité, observée dans plusieurs travaux (Vasudévan et Doherty, 1987 ou Starke et Lin, 1982). Elle peut en particulier donner une explication à la non influence de la PFZ observée par Unwin et Smith (1969).

D. Modélisation de la ténacité d'alliages commerciaux

Les alliages commerciaux ont la particularité de présenter simultanément trois types de mode de rupture : la rupture des particules grossières, la rupture transgranulaire due à la présence de microcavités dans la matrice et la rupture intergranulaire ductile. Les différents modèles présentés précédemment sont en fait une mise en équation de chacun de ces modes de rupture. C'est pourquoi, par la suite, on utilisera les appellations suivantes :

- $(K_{IC})_{trans}$ faisant référence à la mise en équation de Jata-Starke (1986)
- et
- $(K_{IC})_{inter}$ pour la mise en équation de Hornbogen et Gräf (1977) et de Kawabata et Izumi (1976)

Hornbogen et Gräf (1977) furent les premiers à tenter de modéliser la ténacité d'un alliage présentant un mode de rupture bimodal, transgranulaire et intergranulaire. Ils ont alors proposé la relation suivante, f étant la fraction de joints de grains par où la fissure s'est effectivement propagée :

$$K_{IC} = (K_{IC})_{inter} \cdot f + (K_{IC})_{trans} \cdot (1 - f) \quad \text{Équation VI-11}$$

Sugamata et Blankenship (1993) ont par une approche similaire obtenu une relation dépendant des fraction surfaciques de rupture intergranulaire f_{inter} et transgranulaire f_{trans} sur les faciès de rupture.

$$K_{IC} = (K_{IC})_{inter} \cdot f_{inter} + (K_{IC})_{trans} \cdot f_{trans} \quad \text{Équation VI-12}$$

Ces équations impliquent que les facteurs d'intensité de contrainte, associés à chaque mode de rupture, peuvent s'additionner de façon linéaire. En fait, les énergies dissipées par chaque mode sont ainsi additionnables, mais pas les K_{IC} (Kamat et Hirth, 1996). Ainsi, la ténacité de l'alliage ne peut être modélisée par de telles relations, type loi des mélanges.

Kawabata et Izumi (1977) ont de la même manière essayé de modéliser la résistance à l'endommagement de leurs Al-Zn-Mg. Ils considèrent que la zone plastique se répartit en trois zones : la partie dénudée en précipité autour des joints de grains, les bandes dans la matrice où se concentre la déformation et le reste qui est très faiblement déformé plastiquement. Le bilan de l'énergie dissipée dans ces trois zones mène à une expression de la ténacité du type :

$$K_{IC} = k_1 \cdot \sqrt{f_{trans}} + k_2 \quad \text{Équation VI-13}$$

f_{trans} ayant la même signification qu'au modèle précédent, k_1 et k_2 étant des constantes (k_1 est homogène à une ténacité et k_2 est sans unité). Ce modèle prédit parfaitement l'évolution de la ténacité observée expérimentalement, pour différentes fractions de rupture transgranulaire (voir Figure VI-5). Mais il ne peut s'appliquer à un alliage commercial, présentant une fraction non négligeable de grains recristallisés, en particulier parce qu'il ne prend pas en considération l'influence des particules grossières intermétalliques.

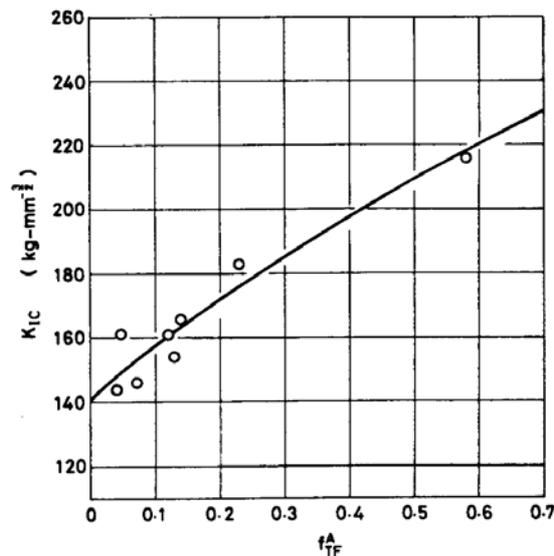


Figure VI-5 Evolution de la ténacité avec la fraction de rupture transgranulaire d'un alliage Al-6%Zn-2.5%Mg. D'après Kawabata et Izumi, 1977.

Très récemment, Deshpande (1996) et Gokhale (1998) ont essayé de modéliser la résistance à l'endommagement de l'alliage industriel 7050, en tenant compte en particulier de la teneur en intermétalliques. Ils ont construit leur modèle à partir d'un bilan sur l'énergie dissipée, de la même manière que Kawabata et Izumi (1977). L'influence des particules au fer apparaît dans l'expression de la ténacité, par l'intermédiaire de la fraction surfacique f_{Fe} de phases grossières sur le faciès de rupture :

$$[K_{IC}]^2 = [(K_{IC})_{inter}]^2 \cdot (1 - f_{Fe}) + \{ [(K_{IC})_{trans}]^2 - [(K_{IC})_{inter}]^2 \} f_{trans} \quad \text{Équation VI-14}$$

Etant donné que $(K_{IC})_{trans} > (K_{IC})_{inter}$, la ténacité augmente bien avec la fraction de rupture transgranulaire, conformément aux observations d'Unwin et Smith (1969).

Le travail de Deshpande et Gokhale (1996) se distingue surtout car il tient compte de l'influence des grains recristallisés et des phases grossières. Ils prédisent en particulier l'anisotropie de la ténacité en fonction de la fraction surfacique de grains recristallisés, projetés sur le plan de rupture moyen. Les résultats du modèle tendent par ailleurs à montrer que l'influence de la fraction recristallisée n'est plus sensible pour des fractions supérieures à 10% (30% selon l'auteur). En deçà, l'effet prédit est considérable, mais aucun point expérimental ne permet de confirmer la tendance (voir Figure VI-6).

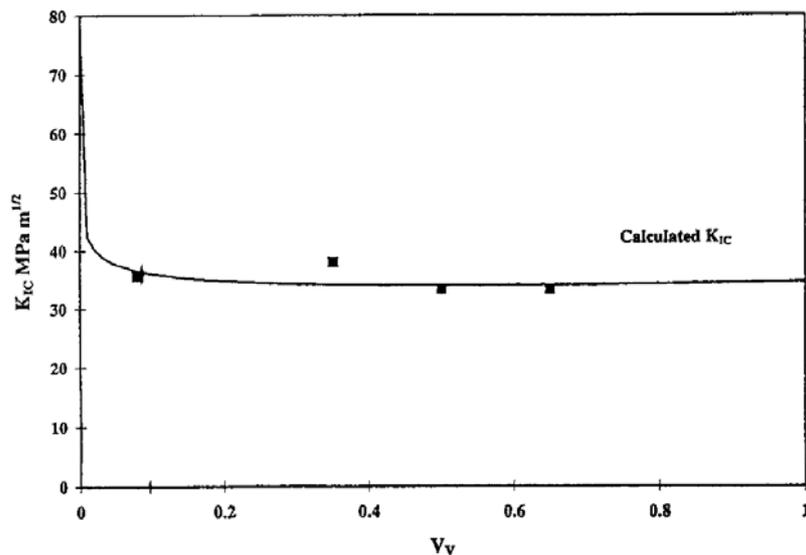


Figure VI-6 : Influence de la fraction recristallisée sur la ténacité L-T d'un 7050 trempé eau froide et revenu au pic. Comparaison entre modèle et point expérimentaux. D'après Gokhale et Deshpande, 1998.

2. Modélisation de la rupture ductile par des approches locales

Les modèles de rupture ductile, développés par des approches locales, tiennent principalement compte de l'influence de l'état de triaxialité des contraintes dans le matériau sur le développement des cavités. Dans cette thèse nous cherchons plutôt à maîtriser l'effet de la microstructure sur la résistance à l'entaille, par des approches du type Embury-Brown ou Embury-Nes. Notre objectif est de déterminer la contribution des différents mécanismes élémentaires de rupture. Dans cette partie nous présentons pour information un état des lieux de ces approches locales.

Il est désormais bien établi que le processus de rupture ductile dans les matériaux métalliques se développent en trois étapes successives :

- la germination de cavités par décohesion ou rupture des particules fragiles intermétalliques (phases au fer et au silicium pour les alliages d'aluminium),
- la croissance de ces cavités jusqu'à une taille critique,
- puis leur coalescence, qui conduit à la rupture finale.

Nous décrirons l'ensemble des modèles sur la rupture ductile en les répartissant suivant ces trois étapes du développement des cavités.

A. La germination des cavités

La formation des cavités dans les alliages 7000 se produit par une décohesion de l'interface des particules intermétalliques, ou par leur rupture. La modélisation de cette étape revient donc à définir un critère d'amorçage des cavités, faisant intervenir la taille, la forme et la cohérence de ces particules intermétalliques avec la matrice. Dans la littérature deux approches ont déterminé la déformation macroscopique critique à partir de laquelle commence l'étape de germination. La première, valable dans le cas de particules submicroniques, a été développée par Goods et Brown (1976) en s'appuyant sur la théorie des dislocations. Elle aboutit à l'expression de la déformation critique suivante :

$$\varepsilon_c \approx \frac{r_P}{b} \left(\frac{\sigma_c - \sigma_m}{G} \right)^2 \quad \text{Équation VI-15}$$

b est le vecteur de Burgers, G le module de cisaillement, r_P le rayon moyen des particules intermétalliques, σ_m la contrainte hydrostatique et σ_c la contrainte critique de décohesion. Toutefois ce modèle est en désaccord avec la plupart des observations expérimentales car il prédit une plus grande déformation critique pour les particules les plus grosses.

De la même manière Argon et al (1975), puis Needleman (1987), ont déterminé un modèle de germination à partir de la théorie de la mécanique des milieux continus. Dans le cas d'un matériau avec écrouissage, pour des particules d'une taille micrométrique n'interagissant pas entre elles, la déformation s'exprime suivant la relation :

$$\varepsilon_c \propto \left(\frac{\sigma_c - C * \sigma_m}{\sigma_y} \right)^n \quad \text{Équation VI-16}$$

σ_y est la limite d'écoulement plastique et C une constante égale à 0,5 (Needleman, 1987). Une autre approche, développée par Beremin (1981) a permis de prendre en compte de l'interaction entre les particules sources d'endommagement.

B. La croissance des cavités

Si l'espace entre les cavités est grand par rapport à leur diamètre, nous pouvons considérer que les cavités croissent indépendamment les unes des autres. On considère pour la modélisation que chacune se trouve dans un volume infini avec son propre champ de contraintes et de déformations. Dans ce cas l'endommagement n'affecte pas les propriétés mécaniques macroscopiques. La rupture se produit lorsqu'il atteint une valeur critique qui dépend exclusivement du matériau. Dans d'autres cas, les modèles tiennent compte de l'interaction entre les cavités. Dans cette partie nous distinguerons donc les différentes approches en considérant si elles ont pris en compte cette interaction ou non.

1. Croissance isolée de cavités très espacées

Les modèles présentés ci-après sont dits "*découplés*". Ils prennent l'hypothèse que l'endommagement des inclusions n'affecte pas le comportement global du matériau. La rupture est exprimée à partir d'un paramètre de l'endommagement, qui atteint une valeur critique. Il peut par exemple s'agir du taux de croissance des cavités.

Rice et Tracey (1978) ont déterminé une loi de croissance en considérant le cas de cavités sphériques dans un milieu parfaitement plastique isotrope. Ils ont obtenu l'expression suivante:

$$\ln\left(\frac{R}{R_0}\right) = \int_{\varepsilon_0}^{\varepsilon_r} 0,283 \cdot \text{sign}(\sigma_m) \cdot \exp\left(1,5 \frac{\sigma_m}{\sigma_0}\right) d\varepsilon_p \quad \text{Équation VI-17}$$

σ_0 est la contrainte d'écoulement plastique, $d\varepsilon_p$ l'incrément de déformation plastique et ε_0 la déformation limite de décohésion des particules.

Mudry (1982) a fourni une extension de ce modèle en l'appliquant au cas d'un matériau avec écrouissage

$$\ln\left(\frac{R}{R_0}\right) = \int_{\varepsilon_0}^{\varepsilon_r} 0,283 \cdot \text{sign}(\sigma_m) \cdot \exp\left(1,5 \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}}\right) d\varepsilon_p \quad \text{Équation VI-18}$$

Le rapport (σ_m / σ_{eq}) est représentatif de la triaxialité des contraintes.

Huang (1989) a également repris la première approche de Rice et Tracey (1978) en prenant en compte des termes de degrés plus élevés. Ses résultats montrent que la vitesse de croissance qu'ils avaient établi devrait être multipliée par un facteur d'environ 1,5.

Tous ces modèles prédisent une forte dépendance (exponentielle) de la vitesse de croissance avec le taux de triaxialité. Le dernier modèle de Huang (1989) a été plusieurs fois utilisé avec succès pour des matériaux présentant un endommagement ductile. Citons par exemple les travaux sur des aciers de Mudry (1982) et Bauvineau (1996).

2. Croissance de cavités interagissant entre elles

Les approches que nous décrivons dans cette partie, assimilent le matériau comportant des cavités à un matériau poreux, ayant la capacité de s'adoucir sous l'action d'un chargement. Elles sont souvent citées dans la littérature sous le nom de *modèles couplés*. Elles permettent de décrire le comportement du matériau par l'intermédiaire de potentiels élastoplastiques, et conduisent à une expression directe de l'endommagement sous la forme de la fraction volumique de cavités f .

(a) le modèle de Gurson-Tvergaard

Les travaux de Gurson (1977) ont conduit à une formulation des potentiels plastiques pour différentes morphologies de cavités. En considérant que la matériau est rigide et parfaitement plastique, on obtient pour des particules sphériques l'expression suivante:

$$\Phi = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_0^2} + 2f \cosh\left(\frac{3\sigma_m}{2\sigma_0}\right) - (1 + f^2) = 0 \quad \text{Équation VI-19}$$

σ_0 est la contrainte d'écoulement plastique et σ_{eq} la contrainte équivalente du matériau poreux. Cette approche a été étendue par Mudry (1982) au cas d'un matériau écrouissable, en remplaçant la contrainte d'écoulement de la matrice par la contrainte équivalente de Von Mises σ_y . Toutefois la comparaison avec les résultats expérimentaux montre que ce modèle surévalue la ductilité du matériau. On associe généralement cette différence au fait que l'interaction entre les cavités n'est pas prise en compte. Pour cette raison Tvergaard (1982) a modifié la formulation du potentiel en introduisant trois paramètres q_1 , q_2 et q_3 :

$$\Phi = \frac{\sigma_{eq}^2}{\sigma_y^2} + 2q_1 f \cosh\left(q_2 \frac{3\sigma_m}{2\sigma_0}\right) - (1 + q_3 f^2) = 0 \quad \text{Équation VI-20}$$

En s'appuyant sur le résultat de simulations par éléments finis, Tvergaard (1982) a montré que ces paramètres valent respectivement 1.5, 1 et $q_3=q_1^2$. Il est ensuite possible à partir du potentiel plastique ainsi défini de modéliser l'évolution de la fraction volumique de cavités:

$$f(\varepsilon_{eq}^p) = f_0 \exp\left(\int_{\varepsilon_{eq}^{p,decohesion}}^{\varepsilon_{eq}^p} \left[q_1 \sinh\left(q_2 \frac{3\sigma_m}{2\sigma_y} \varepsilon_{eq}^p \right) \right] d\varepsilon_{eq}^p \right) \quad \text{Équation VI-21}$$

ε_{eq}^p est la déformation plastique nécessaire à la formation d'une cavité dans le volume élémentaire et f_0 la fraction initiale de cavités, que l'on assimile à la fraction volumique d'inclusions.

(b) Le modèle de Rousselier

Par une approche thermodynamique, en considérant l'endommagement comme une variable interne, Rousselier (1981) a exprimé le potentiel par la relation suivante:

$$\Phi = \frac{\sigma_{eq}}{\rho} + B(\beta) \cdot D \cdot \exp\left(\frac{\sigma_m}{\rho\sigma_1}\right) - R(p) = 0 \quad \text{Équation VI-22}$$

ρ est la densité relative ($\rho = (1-f)$), σ_{eq} est la contrainte équivalente du matériau poreux, et p et β sont des variables internes respectivement représentatives de l'écrouissage et de l'endommagement du matériau. Les paramètres D et σ_1 sont deux constantes, dépendant du matériau. En général on considère que σ_1 vaut environ deux tiers de la limite d'écoulement du matériau.

La loi de croissance des cavités est donnée par la relation:

$$\frac{\dot{R}}{R} = \frac{D}{3} \dot{\epsilon}_{eq}^p \cdot \exp\left(\frac{\sigma_m}{\rho\sigma_1}\right) \quad \text{Équation VI-23}$$

Selon l'auteur, $R(p)$ est caractéristique de la courbe d'écrouissage et p s'assimile à la déformation plastique équivalente du matériau. L'endommagement est alors représenté par:

$$B(\beta) = \frac{\sigma_1 f_0 \exp(\beta)}{1 - f_0 + f_0 \exp(\beta)} \quad \text{Équation VI-24} \quad \text{et} \quad \dot{\beta} = \dot{p} \exp\left(\frac{\sigma_m}{\rho\sigma_1}\right) \quad \text{Équation VI-25}$$

Il est intéressant de remarquer que la forme de ce potentiel est linéaire avec la porosité f , alors que le modèle de Gurson-Tvergaard prévoit une forme quadratique.

3. La coalescence des cavités

On considère généralement que la fissure commence à se propager pour conduire à la rupture finale du matériau, lorsque le processus de coalescence des cavités est déclenché. Les deux principaux modèles développés jusqu'alors se distinguent à partir du paramètre critique de début de coalescence qui a été choisi:

- les premiers travaux prennent l'hypothèse que la coalescence démarre lorsque la porosité a atteint une fraction volumique critique.
- le modèle de Thomason (1990) considère que la coalescence s'initie, dès que la charge appliquée sur le matériau situé entre les particules endommagées, dépasse une valeur critique.

(a) Coalescence par dépassement d'une fraction critique de cavités

Pour justifier ce type d'approches les auteurs prennent l'hypothèse que l'initiation du processus de coalescence s'assimile simplement à la fin de l'étape de croissance. La rupture finale du matériau intervient brutalement et catastrophiquement dès le début de la coalescence, et ce en appliquant une faible déformation macroscopique supplémentaire. Ces modèles sont donc simplement des extensions des modèles de croissance cités précédemment (voir § B).

Ainsi, dans le cas des modèles de croissance isolée des cavités, le paramètre critique de début de coalescence est le taux de croissance $(R/R_0)_c$. Cette technique a été utilisée par plusieurs équipes. Citons en particulier le travail de Achon (1994) sur des alliages de la série 7000. Cependant ces modèles ne sont pas satisfaisant pour l'instant. Ils considèrent que le taux de croissance critique est une valeur intrinsèque du matériau. En fait il dépend largement de la

triaxialité des contraintes. En conséquence il est difficile de fixer un taux de croissance constant, en tant que critère de rupture.

Parallèlement plusieurs travaux ont étendu les modèles ayant tenu compte de l'interaction entre les cavités. Il s'agit dans ce cas de définir une fraction volumique critique de cavités. De la même manière que pour le taux de croissance, la valeur de ce paramètre est intrinsèque au matériau. D'après Mudry (1982) la coalescence s'initie dès que l'adoucissement provoqué par la croissance des cavités compense l'écroutissage du matériau. Il a ainsi obtenu le critère suivant:

$$\frac{\partial \sigma_{eq}}{\partial \sigma_{eq}^p} = 0 \quad \text{Équation VI-26}$$

Ce critère permet d'établir une expression de la fraction critique de porosité (Renevey, 1998). Il est ensuite possible de déterminer la fraction volumique initiale de cavités f_0^c nécessaire pour que la rupture se produise pour une déformation appliquée ε_{eq}^p .

Cette approche décrit convenablement le comportement global du matériau mais elle ne tient pas compte de l'accélération de la déformation dans les tout derniers instants du processus de croissance. Pour cette raison, Tvergaard et Needleman (1984) ont introduit la notion de porosité effective f^* suivant la relation:

$$f^* = f \text{ pour } f \leq f_c$$

$$f^* = f_c + \frac{f_u^* - f_c}{f_f - f_c} (f - f_c) \text{ pour } f > f_c \quad \text{Équation VI-27}$$

f_c est la fraction critique de début de rupture de l'éprouvette, $f_u^* = 1/q_1$ et f_f est la porosité correspondant à la perte de résistance du matériau. Toutefois cette approche est également problématique car elle détermine un paramètre critique dépendant lui aussi de la triaxialité des contraintes. De la même manière, il n'est donc pas propre au matériau.

(b) Coalescence par dépassement d'une charge critique entre les cavités

Ce type de modèle a été développé par Thomason (1990). L'approche cherche à prédire la rupture par coalescence en déterminant la contrainte macroscopique de rupture. Elle peut s'appliquer aux cas de matériaux écroutissables.

D'après l'auteur, le processus de coalescence s'initie lorsque la déformation autour des cavités est pratiquement uniaxiale et dès que la charge plastique dans l'espace entre les cavités a atteint une valeur critique. Pour ce modèle on considère que la coalescence suit la loi déterminée par Rice et Tracey (1978) ou celle développée par Gurson (1977). Les paramètres intervenant sont le taux de triaxialité, les forme, taille et espacement des cavités. L'avantage principal de ce modèle est qu'il ne fait intervenir aucun paramètre ajustable.

Thomason a proposé deux formulations, une 2D (pour des conditions de déformations planes) et une 3D. On pourra se référer à sa revue synthétique (1990) pour une description détaillée de la mise en place du modèle. Le matériau est représenté par une répartition périodique de sources d'endommagement. L'approche revient dans tous les cas à déterminer une relation

liant la contrainte macroscopique appliquée (choisie uniaxiale), à la contrainte critique dans l'espace inter-cavités pour que la coalescence débute.

Le modèle de Thomason (1990) a été récemment utilisé pour décrire la rupture ductile d'un acier inoxydable (Couturier, 1999). D'une manière générale, il prédit des ductilités plus faibles que celles envisagées par le modèle de Gurson (1977).

3. Rationalisation de l'influence de la vitesse de trempe et du revenu sur l'énergie critique de rupture

A. Démarche générale

Compte tenu de la complexité des mécanismes entrant en jeu dans la rupture de ces matériaux, et en particulier, de la coexistence de plusieurs mécanismes de rupture concurrents, il serait illusoire de prétendre estimer quantitativement la ténacité. En particulier, il faudrait pour le faire prendre en compte correctement les états de contraintes qui sont susceptibles de modifier notablement les mécanismes de croissance des cavités responsables de la rupture ductile (tel que c'est le cas pour l'approche locale de la rupture). Notre propos est ici de rationaliser les effets observés en corrélant les évolutions microstructurales avec les énergies dissipées au cours de la rupture. Notre approche se bornera donc à s'appuyer sur des modèles simples de type « zone cohésive » pour évaluer les mécanismes dissipatifs opérant au cours de la rupture intergranulaire ou transgranulaire.

Nous utiliserons pour calculer l'énergie dissipée lors de la propagation transgranulaire (E_{trans}) un modèle récemment développé par Zehnder et Hui (2000). Leur approche consiste à coupler une énergie de décohésion avec la dissipation plastique dans le grain. La limite d'élasticité et le taux d'écroutissage jouent un rôle central dans ce modèle.

Parallèlement nous déterminerons l'énergie dissipée lors de la propagation intergranulaire (E_{inter}) par une méthode similaire. Nous calculerons l'énergie dissipée par la déformation plastique du matériau jusqu'à ce que la déformation locale dans la PFZ atteigne la valeur critique conduisant à la décohésion du joint de grain. Cette valeur critique de la déformation locale dépend très fortement de la couverture du joint de grain par les précipités.

En outre pour calculer l'énergie moyenne dans un mode de propagation mixte, il est nécessaire d'effectuer la moyenne sur les grandeurs extensives, les énergies, et non sur les ténacités :

$$E_{totale} = f_{inter} \cdot E_{inter} + f_{trans} \cdot E_{trans} \quad \text{Équation VI-28}$$

Il faut pour cela connaître la fraction de rupture intergranulaire (f_{inter}) et la fraction de rupture transgranulaire (f_{trans}) : le problème majeur réside dans la détermination de ces fractions. Elles dépendent de la géométrie des grains aussi bien que des énergies relatives des différents modes. Une idée simple que nous avons testé correspondait à choisir la proportion des deux modes qui maximisait la vitesse de propagation : la fissure tendrait à se propager en mode I et à suivre les chemins de dissipation minimale. Qualitativement cette approche permet de comprendre l'influence possible de la structure granulaire, mais elle n'est pas satisfaisante pour prédire les fractions intergranulaire et transgranulaire observées expérimentalement : par exemple, compte tenu de ce que la propagation le long des joints de grains dissipe moins d'énergie, dans le sens long une fissure a toutes les raisons de se propager de façon intergranulaire ; cela favorise le mode I et minimise la dissipation. Pourtant la fraction surfacique de mode intergranulaire observée expérimentalement n'excède jamais 50% : cela est sans doute dû à l'irrégularité de la structure granulaire qui force la fissure à « bifurquer » pour se propager de façon constante en intergranulaire. Nous avons donc renoncé à prédire directement la fraction surfacique de rupture intergranulaire, qui est une grandeur importante dans la modélisation de la ténacité. Par contre nous avons considéré que le paramètre

contrôlant cette fraction, pour une structure granulaire donnée, est le rapport des énergies de propagation intergranulaires et transgranulaires.

Les essais mécaniques présentés au chapitre IV nous ont permis de déterminer l'énergie d'initiation de fissure pour chaque alliage, et pour différents états de trempe et de revenu. Nous avons par ailleurs mis en évidence la relation linéaire liant cette énergie et au carré du facteur critique d'intensité de contrainte, déterminé par des essais sur éprouvettes CT. Ainsi, par notre modélisation, nous essaierons de prédire l'évolution de l'énergie critique de rupture estimée à partir de la relation linéaire de lissage obtenue au chapitre IV:

$$E_{\text{totale}} = G_{\text{critique}} = \frac{K_{\text{critique}}^2}{E} = \frac{(20,5.UIE - 138)}{E} \quad \text{Équation VI-29}$$

Nous avons utilisé les résultats expérimentaux sur les fractions de rupture transgranulaires et intergranulaires pour pondérer la contribution des énergies de propagation respectives à la ténacité. L'ajustement d'un point expérimental présentant une rupture totalement transgranulaire nous permet de calibrer un des paramètres ajustables du modèle de Zehnder et Hui (2000). La valeur du paramètre équivalent dans le modèle de rupture intergranulaire est plus délicate à estimer, car elle n'influence la ténacité que via la fraction relative inter et trans et non pas via la dissipation due à la rupture intergranulaire qui est toujours négligeable. Le choix de la valeur de ce paramètre correspondant à l'énergie de décohésion du joint de grains est effectuée de façon à ce que la corrélation entre la fraction surfacique du mode intergranulaire (mesurée expérimentalement) et le rapport des énergies dissipées dans les deux modes (calculée par les modèles) soit optimale. La valeur de l'énergie de cohésion ainsi déterminée est d'un ordre de grandeur acceptable.

Une fois déterminées ces valeurs « de base », nous nous sommes attachés à comprendre dans le cadre de cette modélisation les effets de la trempe, du revenu, de l'anisotropie, et la différence entre les deux alliages, sur la ténacité. Il ne saurait être question d'avoir une description quantitative de ces effets, au degré de simplicité où nous avons abordé le problème. Il s'agit de comprendre l'effet des paramètres dominants susceptibles de varier au cours des traitements thermiques. Nous nous attacherons ainsi à déterminer l'ampleur de l'influence d'une variation de la limite d'élasticité, du taux d'écrouissage, du taux de couverture des joints de grains, d'une précipitation grossière intragranulaire sur les dispersoïdes.

Il ressort de ce travail que la résistance des joints de grains, susceptible d'évoluer au cours du traitement thermique, a un effet sur la ténacité essentiellement parce qu'elle contrôle la fraction surfacique de rupture transgranulaire ou intergranulaire. La dissipation plastique à l'intérieur des grains, liée à la limite d'élasticité et à au taux d'écrouissage, reste toujours le terme dominant dans l'énergie dissipée. L'effet de la vitesse de trempe est liée principalement à une diminution de l'énergie de cohésion interne aux grains, due à une précipitation grossière sur les dispersoïdes, et à une modification du taux de couverture des joints de grains.

B. Mécanismes de dissipation élémentaires

1. Estimation de l'énergie critique d'une rupture purement transgranulaire

Zehnder et Hui (2000) ont récemment développé un modèle simple permettant d'exprimer algébriquement l'énergie critique de rupture, en tenant compte des propriétés plastiques du matériau. Ce modèle réutilise en fait une approche déjà formulée par Tvergaard et Hutchinson (1992). La rupture en tête de fissure est modélisée par une loi de type traction/séparation, souvent rappelée sous le nom de modèle de zone cohésive. Les travaux de Tvergaard et Hutchinson (1992) passent par l'utilisation intensive et complexe de simulations par éléments finis. Le modèle développée par Zehnder et Hui (2000) est intéressant car il permet de déterminer rapidement l'influence de la plasticité du matériau sur son comportement en ténacité.

Le principe de ce modèle est schématisé à la Figure VI-7. La propagation de la fissure conduit à la rupture des forces de cohésion. Ceci entraîne une relaxation du matériau qu mène à une dissipation d'énergie plastique. Les principaux paramètres contrôlant la loi de traction / séparation (σ, δ) sont la contrainte critique de séparation des interfaces $\sigma_{\text{décohésion}}$ et le travail de séparation Γ_{trans} . Pour une sollicitation en mode I, δ est le déplacement suivant la direction de sollicitation, normale au plan moyen de propagation de la fissure. σ est la contrainte de traction appliquée dans cette même direction.

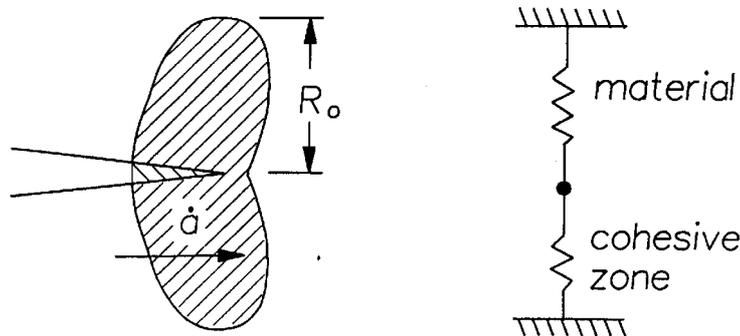


Figure VI-7: La déformation dans la zone cohésive et dans la zone plastique en tête de fissure est modélisée par deux ressorts inélastiques. D'après Zehnder et Hui, 2000.

La première contribution énergétique représente le travail de décohésion par unité d'aire (Γ_{trans} en J.m^{-2}) nécessaire à la création de l'interface. Dans le cas d'une simple séparation de liaisons atomiques nous pouvons raisonnablement calculer ce travail en prenant une énergie d'interface γ_s égale à $\mu b/10$. Nous obtenons alors:

$$\Gamma_{\text{trans}} = 2\gamma_s = 2 \cdot \frac{\mu b}{10} \approx 1 \text{J.m}^{-2} \quad \text{Équation VI-30}$$

avec μ égal à 26 GPa et b égal à 2,8 Å. Wei et Hutchinson (1999) ont toutefois rappelé que le travail de séparation peut être beaucoup plus important dans le cas où la rupture passe par la germination, la croissance et la coalescence de cavités dans le matériau. Les particules intermétalliques constituent la source majeure d'endommagement dans les alliages 7000. Nous pouvons donc calculer l'ordre de grandeur du travail de séparation en prenant la taille moyenne de ces particules comme grandeur caractéristique. Le calcul nous donne:

$$\Gamma_{trans} \approx \sigma_{décohésion} \cdot \delta_{critique} = 6kJm^{-2} \quad \text{Équation VI-31}$$

en prenant une contrainte de décohésion de 600 MPa et une taille caractéristique de 10 μm .

Wei et Hutchinson (1999) précisent également que généralement le travail de séparation des interfaces se compose essentiellement de l'énergie dissipée plastiquement pendant les processus de croissance et coalescence des cavités. Dans ce cas le travail dépend directement de l'espacement entre les sources d'endommagement. Cet espacement est inversement proportionnel à la racine cubique de la fraction volumique d'intermétalliques dans le matériau. Nous devrions donc avoir une expression de l'énergie dissipée de la forme:

$$E_{trans} \propto f_{intermétalliques}^{-1/3} \quad \text{Équation VI-32}$$

Ce résultat est d'ailleurs en accord avec l'expression que Hahn et Rosenfield ont déjà obtenue (1975, voir le § 1.A). Nous pourrions par la suite utiliser cette dépendance en $f_{intermétalliques}^{-1/3}$. En particulier nous tiendrons compte des différences observées entre les deux alliages, et entre les deux orientations L-T et T-L. Dans la pratique nous avons déterminé l'énergie de cohésion Γ_{trans} d'un état présentant une rupture complètement transgranulaire ductile. Nous avons ainsi obtenu une valeur de 3000 Jm^{-2} du même ordre de grandeur que les 6000 Jm^{-2} calculés ci-dessus. Les autres énergies de cohésion Γ_{trans} (autre orientation et/ou autre alliage) ont été calculées en tenant compte des différentes fractions surfaciques de particules au fer sur les faciès de rupture, évaluées au chapitre V.

La deuxième contribution énergétique dépend de la plastification de la zone en tête de fissure. Nous considérerons que le matériau se comporte suivant une loi d'écoulement avec écrouissage:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon_{totale} \quad \text{pour } \sigma < \eta\sigma_{0,2\%} \quad \text{Équation VI-33}$$

$$\text{et } \sigma = \sigma_{0,2\%} + k \left(\varepsilon_{totale} - \frac{\sigma}{E} \right)^n \quad \text{pour } \sigma > \eta\sigma_{0,2\%} \quad \text{Équation VI-34}$$

Le paramètre η tient compte de l'état de contrainte en tête de fissure. Par approximation nous considérerons que la géométrie des éprouvettes KAHN favorise des conditions de contraintes planes. Dans ce cas le paramètre η vaut 1,2 (Zehnder et Hui, 2000). Dans ce modèle, la fissure commence à se propager lorsque la contrainte atteint la valeur critique $\sigma_{décohésion}$. L'énergie totale de rupture se calcule alors simplement d'après les expressions suivantes (voir la Figure VI-8):

$$E_{trans} = \Gamma_{trans} \quad \text{pour } \sigma < \eta\sigma_{0,2\%} \quad \text{Équation VI-35}$$

$$E_{trans} = \Gamma_{trans} + \Phi_p \cdot R_p \quad \text{pour } \sigma > \eta\sigma_{0,2\%} \quad \text{Équation VI-36}$$

R_p représente la taille de la zone plastique. D'après Irwin (1961), R_p dépend de la limite d'élasticité suivant la relation (en conditions de contraintes planes):

$$R_p = \frac{E \cdot \Gamma_{trans}}{\pi \cdot \sigma_{0,2\%}^2}$$

Équation VI-37

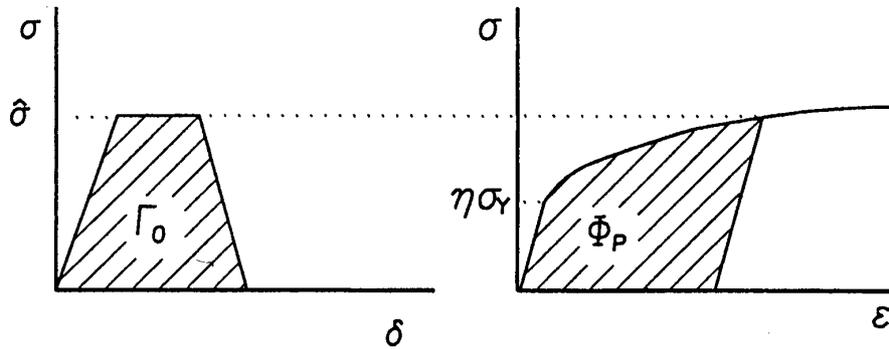


Figure VI-8: L'énergie dissipée pendant la propagation d'une fissure est la somme de l'énergie de cohésion et du travail de plastification dans la zone plastique (aires hachurées). D'après Zehnder et Hui, 2000.

Après calcul de l'énergie plastique dissipée, nous obtenons une expression de l'énergie de rupture en mode transgranulaire ductile:

$$E_{trans} = \Gamma_{trans} \left\{ 1 + \frac{E}{\pi} (\eta \sigma_{0,2\%})^{\frac{1-n}{n}} \left[\frac{\left(\frac{\sigma_{décohésion}}{\eta \sigma_{0,2\%}} - 1 \right)^{\frac{1}{n}}}{k} \left(\frac{\sigma_{décohésion}}{\eta \sigma_{0,2\%}} \right)^{\frac{1}{n}} \right] \right\} \quad \text{Équation VI-38}$$

Il est intéressant de noter que le rapport $(\sigma_{décohésion}/\sigma_{0,2\%})$ intervient dans l'expression. Ceci explique la bonne représentativité du rapport $R=(\sigma_{déchirement}/\sigma_{0,2\%})$ (notched yield ratio, voir le chapitre III) en tant que paramètre de ténacité.

En outre nous pouvons d'ores et déjà remarquer que cette énergie en mode transgranulaire traduit bien l'influence du revenu sur la ténacité: le rapport $(\sigma_{décohésion}/\sigma_{0,2\%})$ est en effet minimal après un traitement au pic; le modèle prédit donc une dissipation minimale d'énergie.

Enfin, par souci de simplicité, nous avons pris pour la contrainte de décohésion de ce modèle la contrainte à striction de nos essais de traction (voir le chapitre IV). Il serait éventuellement possible d'utiliser un modèle du type Embury-Brown et de prendre en compte l'influence de l'état de contrainte sur la vitesse de croissance des cavités, jusqu'à les faire atteindre une taille critique.

2. Estimation de l'énergie critique d'une rupture purement intergranulaire

Les modèles de rupture intergranulaire, présentés au §1.C, prennent exclusivement en considération les caractéristiques de la microstructure des joints de grains. Nous essaierons avec ce modèle de tenir compte également de l'énergie dissipée par la déformation plastique autour du joint, non seulement dans la zone dénudée en précipité mais aussi dans la matrice.

Par souci de simplicité, nous considérerons pour ce modèle que notre matériau se déforme suivant une loi d'écoulement avec écrouissage linéaire noté h . En outre nous distinguerons la déformation plastique autour du joint (dans la zone dénudée en précipité) de celle à l'intérieur du grain, en définissant deux lois d'écoulement différentes:

$$\text{dans le grain: } \sigma_{\text{grain}} = \sigma_g + h_g \cdot \varepsilon_g \quad \text{Équation VI-39}$$

$$\text{et autour du joint: } \sigma_{\text{GB}} = \sigma_b + h_b \cdot \varepsilon_b \quad \text{Équation VI-40}$$

La Figure VI-9 représente schématiquement un joint de grain et son environnement immédiat. D représente la taille de grain, et d la largeur de la PFZ. Par la suite ces paramètres interviendront dans le calcul par l'intermédiaire du rapport $\Phi = d/D$. On suppose que l'intérieur des grains et la zone dénudée en précipité sont chargés en série. On a donc en permanence égalité entre les contraintes σ_{grain} et σ_{GB} .

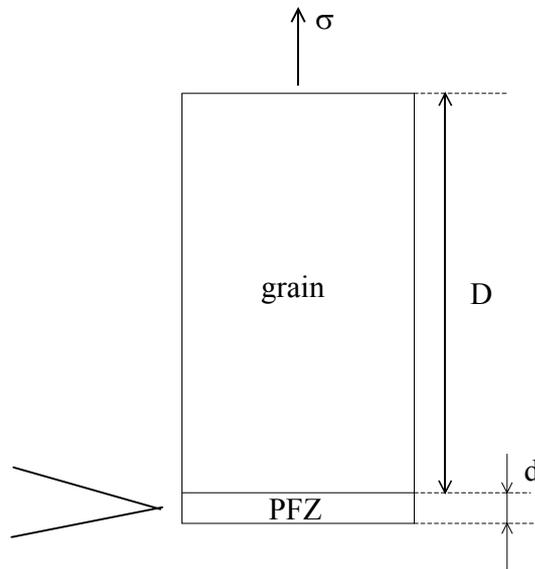


Figure VI-9: Représentation schématique du joint de grains et de son environnement.

Suivant en cela le modèle de Embury-Nes (1974), nous considérons dans ce modèle que la propagation de la fissure le long du joint de grain se produit dès que la déformation dans la PFZ a atteint une valeur critique ε^* . A partir des lois d'écoulement définies précédemment nous obtenons les relations suivantes pour la contrainte à rupture σ_R , liée à la déformation critique ε^* :

$$\sigma_R - \sigma_g = h_g \cdot \varepsilon_g \quad \text{et} \quad \sigma_R - \sigma_b = h_b \cdot \varepsilon_b = h_b \cdot \varepsilon^*$$

Par différence, nous obtenons une expression de la déformation correspondante à l'intérieur du grain, au moment où se produit la rupture:

$$\varepsilon_g = \frac{(\sigma_b - \sigma_g + h_b \cdot \varepsilon^*)}{h_g} \quad \text{Équation VI-41}$$

Finalement nous obtenons les expressions des déformations ε_R et contraintes à rupture σ_R du matériau, au niveau macroscopique:

$$\varepsilon_R = (1-\Phi) \left[\frac{(\sigma_b - \sigma_g)}{h_g} + \frac{h_b}{h_g} \cdot \varepsilon^* \right] + \Phi \cdot \varepsilon^* \quad \text{Équation VI-42}$$

$$\text{et } \sigma_R = \sigma_b + h_b \cdot \varepsilon^* \quad \text{Équation VI-43}$$

La Figure VI-10 représente schématiquement la réponse du matériau sollicité en traction. Dans ce cas, l'aire sous la courbe correspondant à l'énergie totale dissipée dépend à la fois de la microstructure du joint de grains (via la déformation critique à rupture ε^*) et des propriétés plastiques de la matrice. Au fur et à mesure que la contrainte imposée augmente, le matériau se déforme élastiquement, puis la zone dénudée en précipité commence à se plastifier ($\sigma_{\text{appliquée}} > \sigma_b$) et enfin l'ensemble du matériau se trouve dans le domaine plastique ($\sigma_{\text{appliquée}} > \sigma_g$).

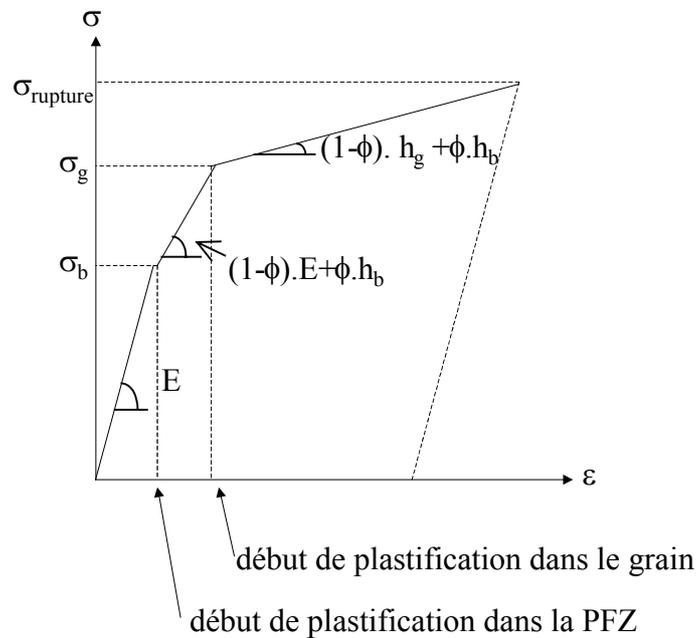


Figure VI-10: représentation schématique de la courbe contrainte/déformation, en tenant compte de la plastification autour du joint de grains.

Après simplification (ϕ négligeable devant 1), le calcul nous fournit une expression de l'énergie dissipée par rupture intergranulaire:

$$W_{\text{inter}} = \frac{(\sigma_{\text{rupture}}^2 - \sigma_g^2)}{2h_g} = \frac{((\sigma_b + h_b \cdot \varepsilon^*)^2 - \sigma_g^2)}{2h_g} \quad \text{Équation VI-44}$$

L'énergie dissipée par la rupture intergranulaire dépend non seulement de la résistance intrinsèque du joint de grains (ε^*) mais aussi des caractéristiques de déformation plastiques de la zone dénudée en précipités (σ_b , h_b) et de l'intérieur du grain (σ_g , h_g). Un traitement thermique modifiant l'intérieur des grains aura de tout de même une influence sur la dissipation par une rupture intergranulaire.

Par ailleurs nous utilisons le modèle de Embury et Nes (1974) pour relier la déformation critique autour du joint (ϵ^*) à l'ampleur de la précipitation de trempe:

$$\epsilon^* = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{\sqrt{f_{GB}}} - 1 \right) \quad \text{Équation VI-45}$$

Nous obtenons finalement la relation suivante:

$$W_{\text{inter}} = \frac{1}{2h_g} \left(\left(\sigma_b + \frac{h_b}{2} \left(\frac{1}{\sqrt{f_{GB}}} - 1 \right) \right)^2 - \sigma_g^2 \right) \text{ en J.m}^{-3} \quad \text{Équation VI-46}$$

Nous obtenons enfin une expression de l'énergie de rupture intergranulaire en multipliant la dernière relation par la taille de la zone plastique, de la même manière que pour le calcul de l'énergie transgranulaire :

$$E_{\text{inter}} = \frac{E\Gamma_{\text{inter}}}{2\pi\sigma_{0,2\%}^2 h_g} \left(\left(\sigma_b + \frac{h_b}{2} \left(\frac{1}{\sqrt{f_{GB}}} - 1 \right) \right)^2 - \sigma_g^2 \right) \text{ en Jm}^{-2} \quad \text{Équation VI-47}$$

Pour l'application numérique nous avons utilisé les valeurs suivantes:

- $\sigma_b = 170$ MPa, correspondant à la limite d'écoulement d'une solution solide pure. En effet la zone dénudée en précipité dans les alliages 7000 ne se forme pas par un processus de drainage des solutés mais par le passage d'un "vent" de lacunes (Raghavan, 1980).

- σ_g sera pris égale à la limite d'élasticité évaluée par les essais de traction.

- $h_b = 1300$ MPa

- h_g vaut respectivement 1300, 1000 et 1200 MPa pour les états sous-revenu, revenu au pic et sur-revenu. Ces valeurs ont été déterminées à partir des essais de traction. Nous ne tenons pas compte de la faible sensibilité à la trempe du 7050, en terme de taux d'écroutissage.

- f_{GB} varie entre 20 % pour les trempes à l'eau froide et 40 % pour les trempes sandwich. La déformation critique déterminée à partir du modèle de Embury et Nes (1974) dépend très sensiblement de la fraction de précipités sur les joints de grains.

- $\Gamma_{\text{inter}} = 500$ Jm⁻². Elle est environ dix fois plus faible que l'énergie de cohésion de la matrice.

Rappelons ici que ce modèle ne peut être quantitatif car il prend en compte une simple contrainte uniaxiale. Par contre il permettra de déterminer les tendances associées à des variations de la microstructure.

C. Description globale de la rupture à plusieurs mécanismes

1. Rappel

L'objectif de la modélisation consiste à déterminer l'énergie critique de rupture de différents états de revenu et de trempe de deux alliages. Cette modélisation passe par la détermination de l'énergie dissipée par une propagation transgranulaire et par une propagation intergranulaire. Nous disposons dans les deux cas des grandeurs issues des courbes de traction présentées au chapitre IV, en termes de limite d'élasticité, de contrainte à striction et de taux d'écroutissage. Nous calculerons l'énergie totale dissipée en pondérant les énergies de chaque mécanisme élémentaire par leurs fractions respectives, mesurées expérimentalement sur les faciès de rupture.

2. Les grandes tendances observées

(a) Evolution pendant le revenu

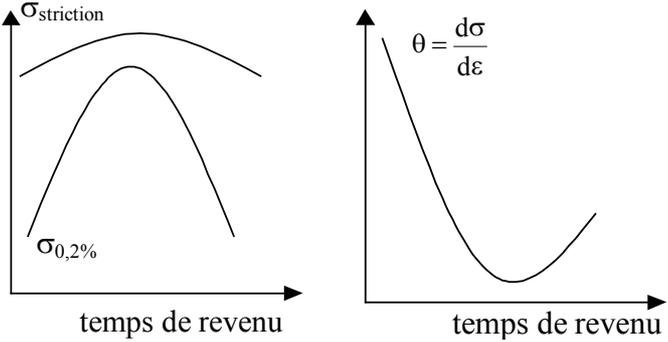
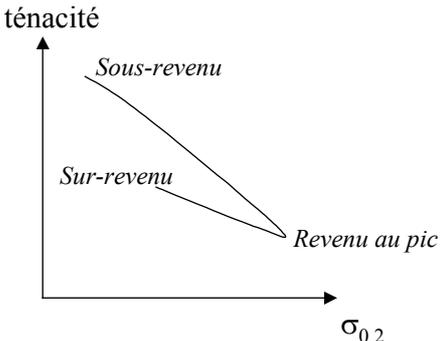
plasticité de la matrice	
résistance à l'entaille	
évolution de la microstructure	<ul style="list-style-type: none"> • précipitation fine durcissante à l'intérieur du grain. • précipitation grossière sur les joints et sous-joints de grains (uniquement pour les états après trempe rapide).
fractographie	<ul style="list-style-type: none"> • la baisse de ténacité au pic de durcissement s'accompagne d'une augmentation de la fraction de rupture intergranulaire. • le sur-revenu s'accompagne d'une légère baisse de la fraction de rupture intergranulaire.

Tableau VI-1 : Influence du revenu sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques des alliages 7000.

L'influence du revenu sur la résistance à l'entaille se résume ainsi : un revenu au pic entraîne une ténacité minimale ; un état sur-revenu est systématiquement moins tenace que l'état sous-revenu correspondant. On peut associer ces tendances à l'évolution de la dissipation plastique pendant le revenu. D'une part le rapport ($\sigma_{striction}/\sigma_{0,2\%}$) est minimal après un traitement au pic. D'autre part, l'écroutissage en sur-revenu est nettement moins fort qu'en sous-revenu.

Parallèlement la fraction de rupture intergranulaire est maximale après un revenu au pic de durcissement. Nous montrerons que ce maximum s'associe avec un minimum du rapport (E_{inter}/E_{trans}).

(b) Evolution liée aux différentes vitesses de trempe

plasticité de la matrice	
résistance à l'entaille	
évolution de la microstructure	<ul style="list-style-type: none"> • précipitation grossière sur les joints et sous-joints de grains, qui n'évolue pas pendant le revenu. • précipitation grossière en bandes sur les dispersoïdes, qui n'évolue pas pendant le revenu.
Fractographie	<ul style="list-style-type: none"> • la fraction de rupture intergranulaire augmente lorsque la vitesse de trempe diminue.

Tableau VI-2 : Influence de la vitesse de trempe sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques des alliages 7000.

L'influence de la vitesse de trempe sur le comportement mécanique des tôles fortes d'alliages 7000 est remarquable. Elle se traduit par une sensible baisse de la limite d'élasticité. Elle entraîne surtout une chute de la ténacité, qui s'accompagne d'une nette augmentation de la fraction de rupture intergranulaire. Là aussi nous essaierons de corrélérer cette tendance avec les variations du rapport (E_{inter}/E_{trans}).

Les deux familles de précipitations induites par une trempe lente, sur les joints et sous-joints de grains (intergranulaire) ou sur les dispersoïdes (transgranulaire) sont susceptibles d'avoir

une influence. Nous montrerons que ces deux familles contribuent largement à modifier la ténacité du matériau.

(c) Différences entre les deux alliages

plasticité de la matrice	<ul style="list-style-type: none"> la limite d'élasticité et la contrainte à striction sont plus élevés dans le 7050.
résistance à l'entaille	
microstructure	<ul style="list-style-type: none"> la fraction de particules intermétalliques est plus élevée dans le 7050. les particules intermétalliques du 7040 sont davantage alignées suivant la direction de laminage. le 7050 est plus sensible à la précipitation grossière de trempe.
fractographie	<ul style="list-style-type: none"> la fraction de rupture intergranulaire est légèrement plus importante dans le 7050. l'endommagement des particules intermétalliques est plus important dans le 7050.

Tableau VI-3 : Différences de microstructure et de propriétés mécaniques entre les alliages 7040 et 7050.

Quelle que soit l'orientation et la vitesse de trempe considérée, l'alliage 7040 offre toujours la meilleure résistance à l'entaille. L'observation des faciès de rupture a montré que seul l'endommagement des particules intermétalliques diffère sensiblement d'un alliage à l'autre. Il est plus important pour l'alliage 7050, le moins tenace. Nous essaierons de quantifier cette différence de ténacité à partir des diverses fractions de particules intermétalliques observées sur les faciès de rupture

(d) Problèmes d'anisotropie

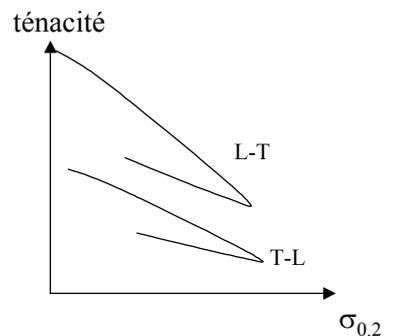
plasticité de la matrice	la limite d'élasticité et la contrainte à striction sont: <ul style="list-style-type: none">• isotropes dans le plan L-T_L pour le 7050.• légèrement plus faibles dans la direction de laminage pour le 7040.
résistance à l'entaille	
microstructure	<ul style="list-style-type: none">• les particules intermétalliques sont alignées suivant la direction de laminage.
fractographie	<ul style="list-style-type: none">• l'endommagement des particules intermétalliques est plus important pour une sollicitation mécanique suivant T-L.

Tableau VI-4 : Anisotropie des propriétés mécaniques des alliages 7000. Lien avec la microstructure.

L'effet de la direction de sollicitation est bien net : l'orientation L-T est systématiquement plus tenace que l'orientation T-L. La structure granulaire de nos alliages ne présente pas une forte anisotropie dans le plan de laminage. Nous ne pouvons donc associer l'effet de la direction de sollicitation à une orientation particulière des joints.

Les seules entités microstructurales présentant une telle anisotropie sont les particules intermétalliques. Elles sont alignées suivant la direction de laminage pendant la mise en forme des tôles. Cette tendance est d'ailleurs retrouvée sur les faciès de rupture. La conséquence importante de cette alignement est que les fractions de particules intermétalliques sur les surfaces de rupture sont plus élevées pour une sollicitation suivant T-L.

Parallèlement les propriétés plastiques, notamment la limite d'élasticité, sont légèrement anisotropes dans le plan de laminage, pour l'alliage 7040. Cependant l'alliage 7050 ne semble pas être sensible à la direction de sollicitation. Malgré tout il présente une forte anisotropie en terme de résistance à l'entaille. Nous pouvons donc difficilement expliquer cette tendance à partir d'une différence de dissipation plastique d'énergie.

3. Principes de calibration des paramètres

Les essais de traction uniaxiale nous permettent d'évaluer la limite d'élasticité, la contrainte à striction et le taux d'érouissage du matériau, pour toutes les conditions de trempe et de revenu. Parallèlement nous avons déterminé en observant les faciès de rupture, la fraction de rupture intergranulaire pour chacune de ces conditions. Enfin nous connaissons approximativement la fraction surfacique de précipités grossiers sur les joints de grains (en tenant compte de la taille et de l'espacement).

Les seuls paramètres que nous devons donc estimer pour calculer directement l'énergie critique totale sont :

- l'énergie de cohésion de l'intérieur des grains : Γ_{trans} .

et • l'énergie de cohésion des joints de grains : Γ_{inter} .

Qualitativement nous savons correctement prendre en compte l'influence de la plasticité de la matrice sur l'énergie dissipée par chaque mécanisme élémentaire. Par contre il nous est plus difficile de considérer l'influence des particules intermétalliques et de la couverture des joints de grains. Nous décrivons ci-dessous la démarche que nous avons adoptée, afin de trouver à partir des données expérimentales les données manquantes à notre modèle.

La première étape consiste à déterminer la valeur de l'énergie de cohésion de l'intérieur des grains Γ_{trans} . Il suffit de reproduire la résistance à l'entaille d'un état ne présentant pas de rupture intergranulaire. Seul l'alliage 7040, en sur-revenu, après une trempe à l'eau froide nous offre cette possibilité.

Une fois la valeur de Γ_{trans} fixée nous pouvons essayer de reproduire l'influence de la vitesse de trempe. Nous constatons que, quelles que soient les valeurs de l'énergie de cohésion des joints de grains ou la fraction de précipités grossiers intergranulaires, le modèle sous-estime l'effet de la vitesse de trempe. Ceci s'explique car la contribution de l'énergie dissipée par une propagation intergranulaire est négligeable en comparaison de celle dissipée par le mécanisme transgranulaire. Après une trempe lente, l'énergie totale critique est majoritairement contrôlée par l'énergie dissipée par ce dernier mécanisme.

Cependant il est impossible de négliger l'augmentation de la fraction de précipités sur les joints de grains, associée à un refroidissement plus lent pendant la trempe. Dans ce cas la contrainte de décohésion du joint $\sigma_{décohésion}$ serait effectivement indépendante des caractéristiques de trempe. Parallèlement nous savons que la précipitation grossière pendant le refroidissement trop lent est responsable d'une plus faible limite d'élasticité $\sigma_{0.2\%}$, par appauvrissement de la solution solide. De ce fait notre modèle de rupture intergranulaire, qui relie l'énergie à la différence $((\sigma_{décohésion})^2 - (\sigma_{0.2\%})^2)$ (voir le § B.2), prédit une augmentation de l'énergie dissipée, qui implique une augmentation du rapport (E_{inter}/E_{trans}) et donc une diminution de la fraction de rupture intergranulaire. Ceci va à l'inverse de nos observations sur les faciès de rupture.

Nous avons donc pris en compte la hausse du taux de couverture des joints de grains. La déformation locale de décohésion, déterminée par le modèle de Embury et Nes (1974), dépend très sensiblement de la fraction de précipités intergranulaires f_{GB} . Nous avons déterminé un intervalle de fractions possibles pour que la contrainte de décohésion correspondante soit à la fois supérieure à la limite d'élasticité du grain, et au plus du même ordre de grandeur que les contraintes à striction mesurées par les essais de traction. Nous pouvons ainsi faire varier la fraction de 20 à 40%. Nous avons considéré, en accord avec nos observations en microscopie, qu'elle n'évolue pas sensiblement pendant le revenu. Nous pourrions cependant expliquer le plus fort écart de ténacité entre les états sous et sur-revenus, pour les états trempés rapidement, en prenant en compte une légère augmentation de cette précipitation.

En outre nous n'avons jusqu'alors considéré qu'une des deux familles apparaissant pendant la trempe. Les précipités grossiers en bandes, sur les dispersoïdes, influencent également la résistance à l'entaille en modifiant l'énergie de cohésion à l'intérieur des grains. Ils représentent effectivement de nouvelles sources d'endommagement certes plus petites que les particules intermétalliques (200 nm), mais dans de fortes proportions (avec des fractions volumiques atteignant 1%). L'étape suivante consiste donc à déterminer une seconde énergie de cohésion $\Gamma_{trans-sandwich}$ qui permet de reproduire la ténacité des états trempés lentement.

Une fois déterminées les énergies de cohésion de l'intérieur des grains de l'alliage 7040, après trempes rapides et lentes, nous devons évaluer les énergies correspondantes pour l'autre alliage. Si l'on ne considère que la précipitation fine intragranulaire, formée pendant le revenu, ces énergies devraient être équivalentes. Cependant les particules intermétalliques, plus nombreuses dans l'alliage 7050, sont responsables d'un endommagement plus conséquent. Davantage de microcavités se forment avant le début de propagation de la fissure, sur ces particules au fer et au silicium. Nous devons tenir compte de cette différence. Pour le calcul nous utilisons le fait que l'énergie de cohésion est directement proportionnelle à l'inverse de la racine cubique de $f_{intermétalliques}$. Nous obtenons alors la relation suivante :

$$\frac{\Gamma_{trans7050}}{\Gamma_{trans7040}} = \sqrt[3]{\frac{f_{intermétalliques7040}}{f_{intermétalliques7050}}} \quad \text{Équation VI-48}$$

Il est ainsi possible de déterminer les énergies de cohésion équivalentes pour le 7050, après une trempe rapide ou lente. Notons que nous faisons ici l'hypothèse que la précipitation grossière sur les dispersoïdes est identique dans les deux alliages. Nous avons montré dans le chapitre V qu'elle est plus intense dans le 7050. Toutefois l'influence de la vitesse de trempe est correctement prédite par cette approche.

Il reste enfin à déterminer l'énergie de cohésion des joints de grains Γ_{inter} . Nous pouvons raisonnablement considérer qu'elle est identique dans les deux alliages. Par contre nous ne disposons pas d'état de revenu et de trempe présentant une rupture purement intergranulaire. Il est donc impossible de déterminer cette énergie de cohésion de la même manière que Γ_{trans} . Nous avons ajusté ce paramètre afin de maximiser la corrélation entre le rapport (E_{inter}/E_{trans}) et la fraction de rupture intergranulaire. Le résultat est présenté à la Figure VI-11 :

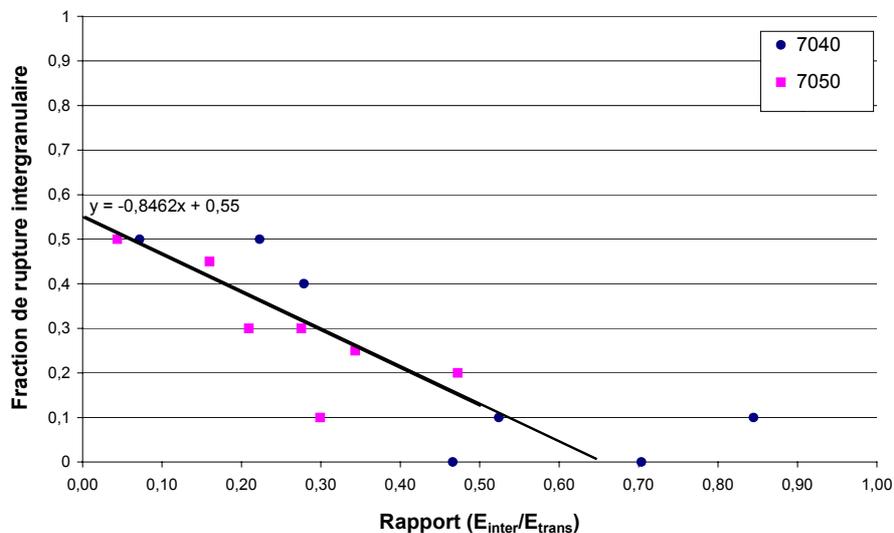


Figure VI-11 : Correspondance entre la fraction de rupture intergranulaire observée expérimentalement et le rapport (E_{inter}/E_{trans}) calculé par le modèle.

L'énergie de cohésion du joint de grains, ainsi déterminée, s'élève à 500 J.m^{-2} . Elle est comme on s'y attendait plus faible que l'énergie de cohésion de l'intérieur des grains, d'environ un ordre de grandeur. Par contre nous nous attendions à obtenir une loi telle que :

$$f_{\text{intergranulaire}} = 0 \text{ pour } (E_{\text{inter}}/E_{\text{trans}}) = 1$$

$$\text{et } f_{\text{intergranulaire}} = 1 \text{ pour } (E_{\text{inter}}/E_{\text{trans}}) = 0$$

Pour les directions de sollicitations que nous avons utilisées, les joints de grains sont toujours en moyenne alignés perpendiculairement à l'axe de traction et favorisent une rupture intergranulaire en mode I. Si l'énergie dissipée par propagation aux joints de grains est nulle ($(E_{\text{inter}}/E_{\text{trans}}) = 0$), on s'attend à ce que la rupture soit totalement intergranulaire. De la même manière, si les deux énergies sont équivalentes ($(E_{\text{inter}}/E_{\text{trans}}) = 1$), la rupture sera essentiellement transgranulaire : la proportion d'intergranulaire dépend en effet de la probabilité qu'un joint de grain soit exactement placé en face de la fissure. Cette probabilité est très faible.

Les résultats de la Figure VI-11 montrent une bonne correspondance entre la fraction de rupture aux joints de grains et le rapport $(E_{\text{inter}}/E_{\text{trans}})$. En particulier, à la marge d'erreur près pour déterminer les fractions surfaciques (environ +/- 10%), nous obtenons bien une relation monotone. Cependant, d'une part le rapport $(E_{\text{inter}}/E_{\text{trans}})$ critique pour que la rupture soit complètement transgranulaire, et d'autre part la fraction de rupture intergranulaire pour des énergies E_{inter} négligeables, sont plus faibles que ce que nous espérons. Nous pouvons associer cette différence à la nécessité pour la fissure de bifurquer pour que la propagation continue le long des joints de grains.

Par un lissage linéaire nous avons obtenu la relation semi-empirique suivante :

$$f_{\text{intergranulaire}} = -0.8462 \cdot \frac{E_{\text{inter}}}{E_{\text{trans}}} + 0.55 \quad \text{Équation VI-49}$$

Les courbes présentées dans le paragraphe suivant ont été construites en tenant compte de cette expression. Les résultats ne dépendent plus des fractions de rupture inter et transgranulaire, mesurées sur les faciès de rupture.

D. Résultats

Nous présentons ici l'évolution de l'énergie critique de rupture pour l'alliage 7040, qui nous a servi de référence afin de calculer l'énergie de cohésion dans le grain Γ_{trans} . Parallèlement nous montrons les résultats de la modélisation sur l'alliage 7050, sollicité suivant l'autre direction, pour mettre en évidence la pertinence du calcul de Γ_{trans} correspondant, en tenant compte des fractions de particules intermétalliques (voir Figure VI-12 et Figure VI-13).

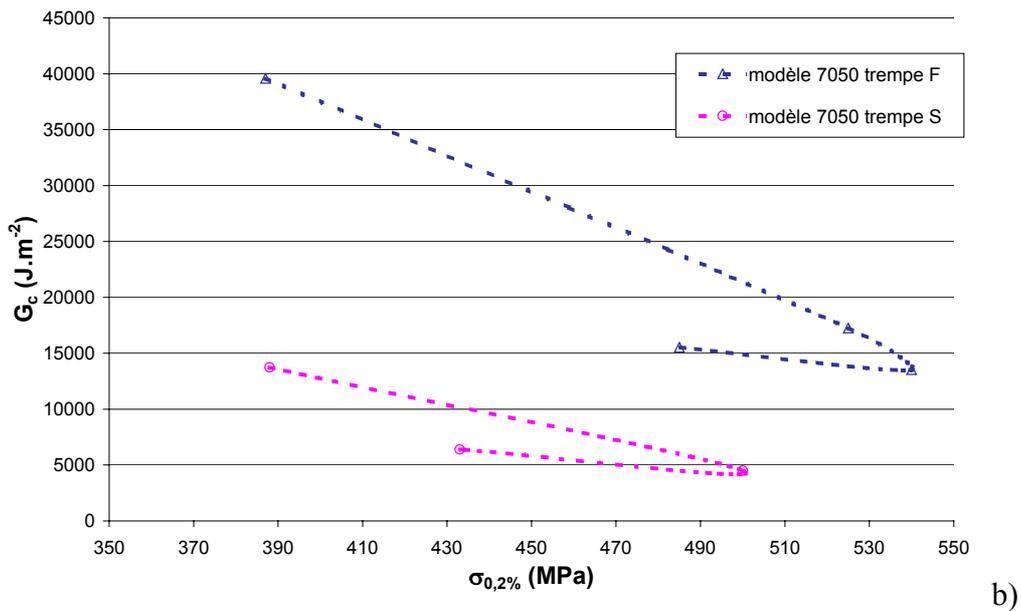
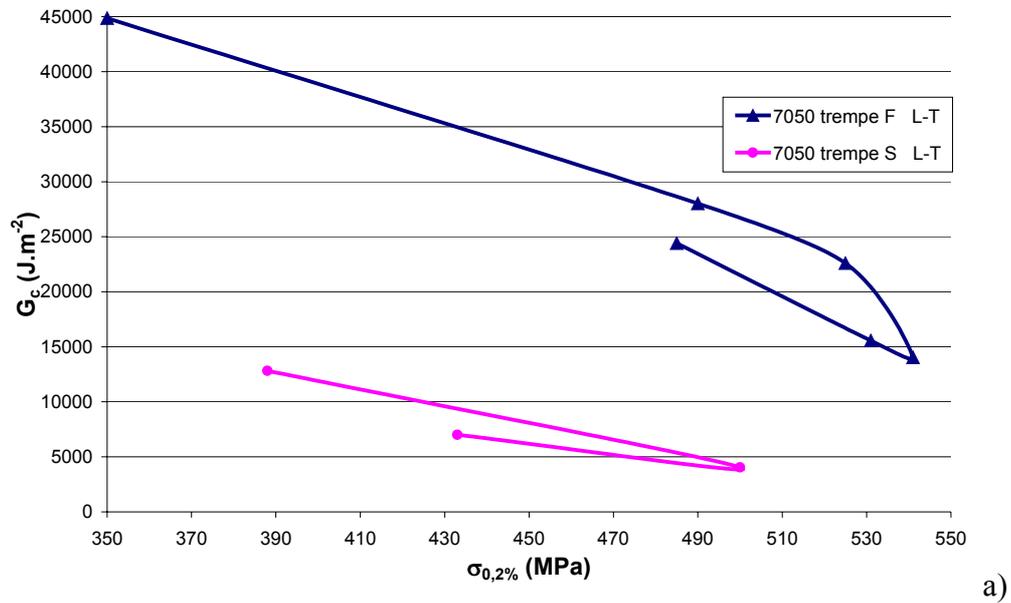


Figure VI-12 : Evolution de l'énergie critique de propagation de la fissure pendant le revenu du 7050, après une trempe à l'eau froide ou sandwich. Comparaison entre les résultats expérimentaux a) et le modèle b).

Avec :

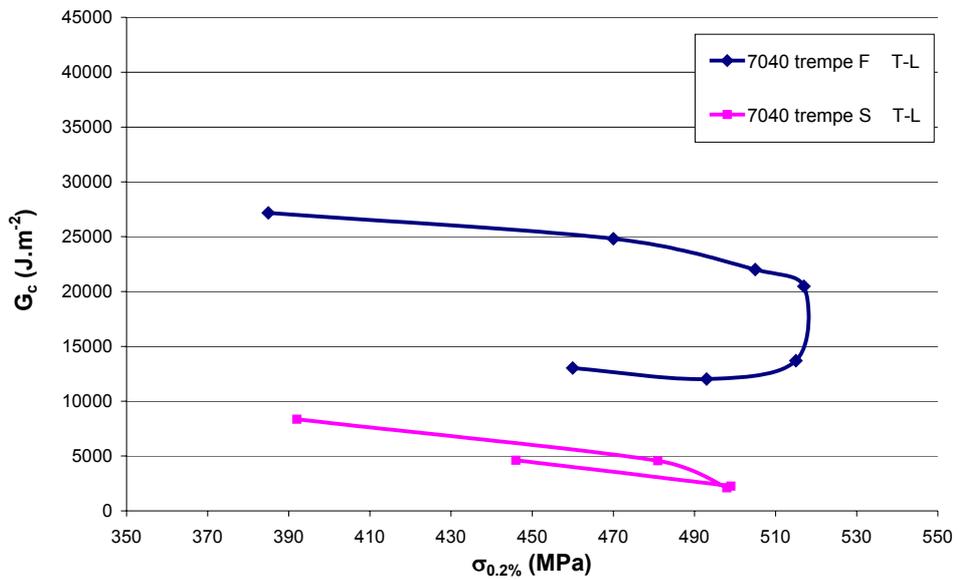
$$\Gamma_{\text{trans-trempe eau froide}} = 3500 \text{ J.m}^{-2}$$

$$\Gamma_{\text{trans-trempe sandwich}} = 2000 \text{ J.m}^{-2}$$

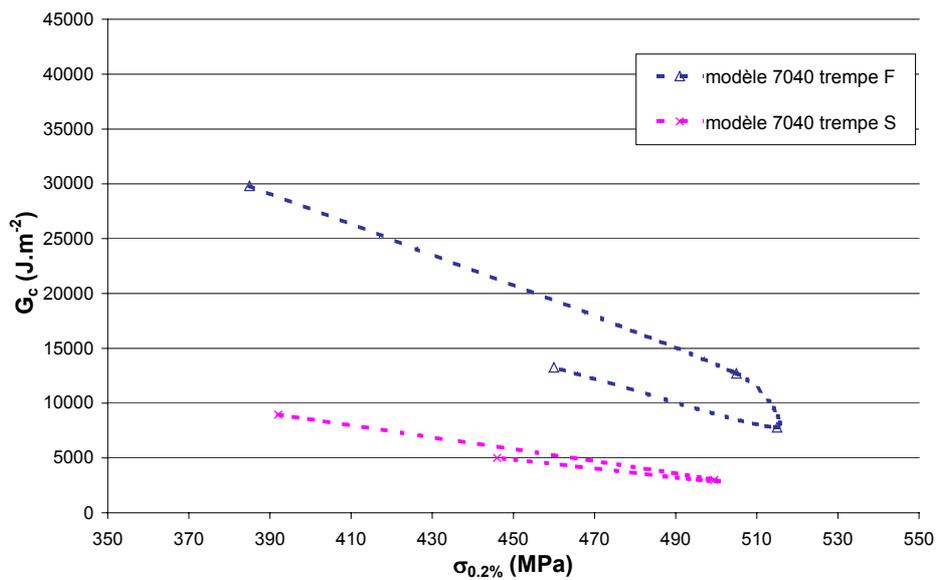
$$f_{\text{précipités intergranulaires-trempe eau froide}} = 0,2$$

$$f_{\text{précipités intergranulaires-trempe sandwich}} = 0,4$$

$$\Gamma_{\text{inter}} = 500 \text{ J.m}^{-2}$$



a)



b)

Figure VI-13 : Evolution de l'énergie critique de propagation de la fissure pendant le revenu du 7040, après une trempe à l'eau froide ou sandwich. Comparaison entre les résultats expérimentaux a) et le modèle b).

Avec :

$$\Gamma_{\text{trans-trempe eau froide}} = 2915 \text{ J.m}^{-2}$$

$$\Gamma_{\text{trans-trempe sandwich}} = 1670 \text{ J.m}^{-2}$$

$$f_{\text{précipités intergranulaires-trempe eau froide}} = 0,2$$

$$f_{\text{précipités intergranulaires-trempe sandwich}} = 0,4$$

$$\Gamma_{\text{inter}} = 500 \text{ J.m}^{-2}$$

1. Influence du revenu

Qualitativement l'influence du revenu sur la ténacité est bien prédite. Nous retrouvons que la résistance à l'entaille est minimale au pic de durcissement. Cette tendance est en fait prédite par chaque modèle élémentaire. Elle traduit simplement la baisse de l'énergie dissipée plastiquement. L'écart entre les états sous- et sur-revenu est également bien reproduit, car les modèles prennent en compte la différence de taux d'érouissage entre ces deux états. Dans ce cas cet écart s'explique donc uniquement par une différence de dissipation plastique.

En outre nous pouvons remarquer que les prédictions du modèle sont plus exactes après une trempe lente qu'après une trempe à l'eau froide. Nous pouvons associer la plus forte différence pour les trempes rapides à la contribution du mécanisme de rupture transgranulaire en cisaillement. Nous avons en effet considéré que l'énergie nécessaire au développement de ce mode de rupture était égale à celle nécessaire au mécanisme de rupture transgranulaire ductile. Nous pouvons raisonnablement penser qu'elle est en fait plus faible dans le cas du cisaillement, car la localisation de la déformations en bandes intenses implique que le volume de matière dans lequel se fait la dissipation est moindre.

Par ailleurs nous n'avons pas considéré la précipitation sur les joints de grains qui se développe pendant le revenu des états trempés rapidement (voir la caractérisation microstructurale du chapitre V). Nous avons essayé de prendre en compte cette précipitation en variant la fraction de précipités sur les joints de 20% en début de revenu, à 30 % à la fin. Le résultat est présenté à la Figure VI-14.

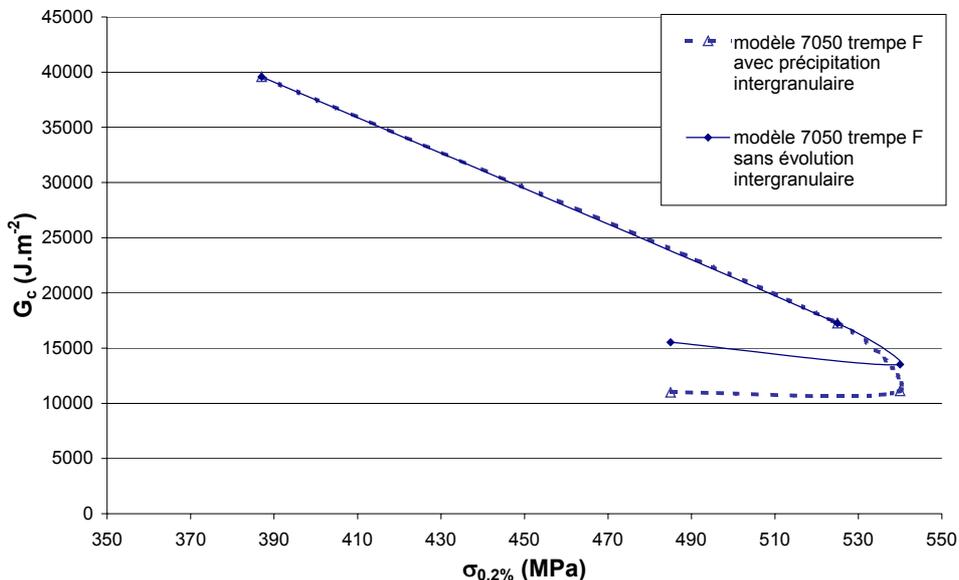


Figure VI-14 : Evolution de l'énergie critique de propagation de la fissure pendant le revenu du 7040, après une trempe à l'eau froide. Influence de la précipitation sur les joints de grains pendant le revenu.

Nous constatons que l'effet de cette précipitation grossière pendant le revenu sur la résistance à l'entaille, est très net pour les états traités au delà du pic. Nous en déduisons que la différence entre les états sous et sur-revenus est contrôlée par deux paramètres :

- le taux d'érouissage, qui est plus faible en sur-revenu
- l'évolution pendant le revenu de la fraction de précipités intergranulaires, f_{GB} .

Ce raisonnement permet également d'expliquer le plus faible écart observé après les trempes sandwich. En effet la fraction de précipités sur les joints de grains n'évolue alors plus pendant le revenu.

En outre le minimum de ténacité ne correspond pas toujours à l'état revenu au pic (voir la Figure VI-13). La ténacité de l'alliage 7040 est en effet minimale pour des traitements sur-revenus. Nous pouvons qualitativement expliquer cette tendance à partir de la précipitation intergranulaire de revenu. L'énergie totale dissipée peut continuer à baisser au delà du pic si parallèlement la fraction de précipités sur les joints de grains augmente sensiblement à cet instant. Certes le traitement de sur-revenu entraîne une légère augmentation du taux d'écrouissage. Mais parallèlement la contrainte de décohésion du joint est beaucoup plus faible et l'énergie dissipée plastiquement continue à baisser.

2. Influence de la vitesse de trempe

L'influence de la vitesse de trempe sur la résistance à l'entaille est bien reproduite par la modélisation:

- une trempe plus lente est à l'origine d'une baisse importante de la résistance à l'entaille.
- l'influence du revenu est beaucoup plus faible après une trempe lente.

Un refroidissement trop lent après la mise en solution s'accompagne de l'apparition de deux familles de précipités grossiers : sur les joints de grains et sur les dispersoïdes en bandes. Nous avons expliqué au § C.3 dans quelle mesure ces deux familles agissent sur l'énergie critique de rupture :

- l'augmentation de f_{GB} entraîne une baisse importante de E_{inter} et par voie de conséquence du rapport (E_{inter}/E_{trans}) , qui traduit une hausse de la fraction de rupture intergranulaire. L'énergie totale, étant majoritairement contrôlée par la fraction et l'énergie dissipée par une propagation de fissure transgranulaire (E_{inter} est négligeable), baisse de façon importante
- l'augmentation de la fraction de précipités grossiers intragranulaires, contribue à diminuer l'énergie de cohésion de l'intérieur des grains.

3. Comparaison des deux alliages

Nous avons essayé de tenir compte d'une différence de précipitation intergranulaire entre les deux alliages pour expliquer la meilleure ténacité de l'alliage 7040. Cependant les écarts prédits par notre modèle ne sont pas significatifs, probablement car le travail total nécessaire au déclenchement de la rupture est principalement contrôlé par l'énergie dissipée par rupture transgranulaire. Par contre la fraction de particules intermétalliques influence nettement l'énergie de cohésion Γ_{trans} de l'intérieur du grain. Nous avons estimé cet effet en tenant compte des fractions d'intermétalliques observées sur les faciès de rupture (voir le chapitre V et le § C.3). Les résultats sont présentés dans le Tableau VI-5 :

	T-L	L-T
Γ_0 7050/ Γ_0 7040	~1	0,68

Tableau VI-5 : Influence de la fraction de particules intermétalliques sur l'énergie de cohésion des grains (modèle transgranulaire). Différence entre les alliages.

L'influence des intermétalliques explique bien la différence de ténacité des deux alliages. Le travail nécessaire pour que la fissure se propage suivant un mécanisme transgranulaire est plus important dans le 7040, pour l'orientation L-T. Ce mécanisme étant prépondérant dans les alliages de la série 7000, on comprend pourquoi l'effet des intermétalliques est si fort. Pour l'orientation T-L, l'effet prédit est quasi nul. Les résultats mécaniques montrent effectivement que la différence entre les deux alliages est dans ce cas beaucoup plus faible.

En résumé la plus faible ténacité de l'alliage 7050 s'associe à deux paramètres de la microstructure :

- *les particules intermétalliques*. La fraction volumique de ces particules est plus élevée pour le 7050. L'énergie de cohésion en mode transgranulaire est en conséquence plus faible.
- *les précipités grossiers de trempe*. L'alliage 7050 est nettement plus sensible à la vitesse de tempe, notamment pour la précipitation en bandes sur les dispersoïdes. Après trempe sandwich, l'énergie de cohésion par rupture transgranulaire baisse donc davantage pour l'alliage 7050 que pour le 7040.

4. Problèmes d'anisotropie

Par un principe identique nous avons pu comparer les énergies de cohésion pour la rupture transgranulaire, suivant les deux principales directions de sollicitation. Les résultats sont présentés dans le Tableau VI-6 suivant :

	7040	7050
Γ_0 T-L/ Γ_0 L-T	0,56	0,86

Tableau VI-6 : Influence de la fraction de particules intermétalliques sur l'énergie de cohésion des grains (modèle transgranulaire). Différence entre les deux directions de sollicitation, L-T et T-L.

Globalement nous retrouvons deux tendances importantes. D'une part l'énergie de cohésion Γ_0 est systématiquement plus importante pour une sollicitation suivant l'orientation L-T que T-L. La différence de 50 % pour le 7040 rappelle d'ailleurs l'écart observé expérimentalement au chapitre IV. D'autre part cette différence est plus faible pour le 7050 : environ 15%. Les résultats de nos essais de déchirement montrent effectivement que l'écart est plus faible, mais pas dans une telle mesure.

L'anisotropie de résistance à l'entaille est donc en partie contrôlée par l'alignement des particules intermétalliques, pendant l'opération de laminage. Cette différence est plus faible pour l'alliage 7050 car ces particules sont dans ce cas moins orientées suivant la direction de laminage.

Conclusions et Perspectives

Chapitre I. Conclusions et perspectives

L'objectif principal de cette thèse était de comprendre l'influence du revenu, de la vitesse de trempe et de l'alliage sur le compromis limite d'élasticité / ténacité dans les alliages 7000, compromis critique pour une conception performante des ailes d'avion. Nous avons essayé de maîtriser ces effets en les associant à l'évolution des principaux paramètres de la microstructure, à toutes les échelles. Pour cela nous avons utilisé une approche partant de la caractérisation de la microstructure et des mécanismes de rupture. Nous avons fait le choix délibéré de ne pas changer les conditions de sollicitation mécanique (le contraire nous aurait conduit naturellement dans la voie des approches locales de la modélisation de la rupture ductile, voie qu'il sera bien sur nécessaire d'explorer) mais plutôt de focaliser notre attention sur les relations qualitatives entre les variations de la microstructure et les modifications de la ténacité. Notre objectif était donc avant tout de bien dégager les paramètres microstructuraux dominants.

Les principaux résultats de la thèse dans cette direction se résument comme suit :

• *Influence du traitement de revenu :*

Le revenu modifie largement les propriétés plastiques du matériau, par un processus de durcissement structural. Nous avons bien retrouvé que le maximum de durcissement correspond à un minimum de ténacité. Ce comportement s'explique simplement par l'évolution de l'énergie plastique dissipée au cours de la déformation, en fonction de la limite d'élasticité et du taux d'écroutissage, ceci quel que soit le mécanisme de rupture du matériau : intergranulaire ou transgranulaire. L'énergie dissipée est minimale pour un revenu au pic car dans ces conditions la différence ($\sigma_{\text{rupture}} - \sigma_{0,2\%}$) est la plus faible.

Un autre point marquant concerne la différence entre les états sous et sur-revenus, à limite d'élasticité équivalente : les sous-revenus sont systématiquement plus tenaces que les sur-revenus correspondants. Nous avons montré que ce comportement était associé aux plus faibles taux d'écroutissage des états sur-revenus. Dans une moindre mesure il s'explique également par le développement, pendant le revenu, d'une légère précipitation intergranulaire qui affaiblit les joints de grains. Toutefois ce dernier effet n'est significatif que pour les matériaux ayant été trempés rapidement.

• *Influence de la vitesse de trempe :*

Le refroidissement lent après mise en solution conduit à des modifications majeures de la microstructure. Il s'accompagne de la formation de deux familles de précipités grossiers : les précipités sur les joints et sous-joints de grains (intergranulaires) et les précipités en bandes sur les dispersoïdes (transgranulaires). Nous avons montré que ces deux familles contribuent largement à affaiblir la ténacité des tôles fortes.

La fragilisation des joints de grains par la précipitation intergranulaire conduit à une nette augmentation de la fraction de rupture intergranulaire. L'énergie dissipée par la propagation d'une fissure aux joints de grains étant plus faible que celle dissipée par une propagation à travers la matrice, cette augmentation de la proportion de rupture intergranulaire s'accompagne d'une baisse sensible de la résistance à l'entaille.

Toutefois nous avons montré que la prise en compte de ce phénomène ne suffit pas à prédire la forte influence de la vitesse de trempe sur la ténacité. Il faut également tenir compte d'une baisse importante de l'énergie dissipée en mode transgranulaire, liée à la présence des précipités grossiers en bandes sur les dispersoïdes. On peut estimer que les deux effets – précipitation intergranulaire et précipitation sur les dispersoïdes, jouent un rôle d'amplitude équivalente dans la baisse de ténacité.

•*Influence des intermétalliques :*

Les phases intermétalliques sont les sources principales d'endommagement dans les alliages de la série 7000. Nous avons montré que leur influence sur la ténacité ne dépendait ni des conditions de trempe, ni des conditions de revenu : on peut pour ainsi dire découpler les différents effets. Les principales caractéristiques de ces particules, en termes de fraction volumique et de morphologie, sont par contre déterminantes. L'alignement des particules suivant la direction de laminage pendant la mise en forme des tôles est en grande partie responsable de l'anisotropie très marquée en ténacité. D'une manière générale, plus la teneur en phases au fer et au silicium est élevée, moins bonne est la ténacité.

•*Différence entre les deux alliages :*

L'alliage 7040 a été récemment développé par Pechiney pour améliorer le compromis ténacité/ limite d'élasticité des tôles fortes destinées à la voilure des avions. La supériorité de cet alliage, par rapport au 7050, a été clairement mise en évidence dans cette thèse. Quelles que soient les conditions de trempe ou le sens de sollicitation, l'alliage 7040 est toujours le plus tenace.

La supériorité après trempe rapide s'explique principalement par la fraction volumique de particules intermétalliques. L'alliage 7040 est moins chargé en éléments d'addition, en particulier en fer et en silicium. Après trempe lente, il faut ajouter à cet effet des intermétalliques l'influence de la précipitation grossière de trempe. L'alliage 7050, étant plus chargé, est nettement plus sensible à un refroidissement lent. Nous pouvons en particulier noter le rôle crucial des précipités en bandes sur les dispersoïdes, qui diminuent fortement l'énergie dissipée par une rupture transgranulaire.

Ainsi à chaque effet du procédé sur le comportement en ténacité, nous avons associé une cause microstructurale. Une fois identifiées, celles-ci ont été traduites dans un modèle simple de résistance à l'entaille qui permet de rationaliser les grandes tendances.

Cette étude sur la ténacité des alliages de la série 7000 ouvre de nombreuses perspectives, tant du point de vue industriel que scientifique. Dans un premier temps les résultats montrent que l'influence des différents paramètres du procédé est beaucoup plus sensible sur la résistance à l'entaille que sur la limite d'élasticité du matériau. Au niveau stratégique, l'optimisation du compromis $R_{0,2\%}$ / ténacité passe donc surtout par une amélioration de la ténacité. Par ailleurs le rôle central des particules intermétalliques a bien été mis en évidence. Il est clair que les producteurs d'aluminium gagneraient à améliorer le niveau de pureté (fer et silicium notamment) de leurs alliages. Ils disposent déjà des solutions technologiques adaptées pour

purifier davantage leur matériau. Ces solutions sont toutefois très coûteuses à l'échelle industrielle.

Ce travail a également montré le rôle nocif des particules antirecristallisantes, au zirconium. Certes elles limitent les phénomènes de migration des joints de grains (grossissement de grains, recristallisation). Elles servent cependant de sites de germination pour des précipités grossiers de trempe, qui limitent considérablement la résistance à l'entaille. Il pourrait être intéressant de tester le comportement du matériau avec des teneurs plus faibles en zirconium, ou de changer de type d'antirecristallisant comme par exemple le scandium. Une autre solution consisterait à contrôler la nature ou la taille des dispersoïdes, en modifiant par exemple la température du traitement d'homogénéisation avant laminage.

Plus généralement la ténacité des tôles fortes pose problème pour des raisons de sensibilité à la trempe. Nous avons vu que la précipitation grossière pendant un refroidissement lent est moindre pour l'alliage 7040, moins chargé en éléments d'addition. On peut se demander s'il serait possible d'optimiser la ténacité des 7000 en déchargeant davantage encore l'alliage.

Le travail de rationalisation présenté en fin de manuscrit a surtout cherché à prendre en compte les conséquences de l'évolution de la microstructure pendant les traitements thermiques. Une suite logique de cette étude serait de coupler, par une approche locale, les paramètres microstructuraux et la triaxialité des contraintes.

Enfin le problème clé pour le modèle simple que nous avons développé reste la prédiction des fractions de rupture intergranulaire. A ce stade il est impératif de savoir comment se comporte une fissure dans un matériau présentant des chemins de dissipation différents. Il faut également tenir compte de la difficulté pour la fissure de bifurquer hors de son plan moyen de propagation.

Références

- Achon P., *thèse de l'ENSM de Paris*, **1994**
- Achon P., Ehstrom J.C. and Pineau A., *J. de Physique IV*, **1996**, vol. 6, p. C6-3
- Alarcon O.E., Nazar A. M. et Monteiro W. A. : *Mat. Sci. Eng.*, **1991**, vol. 138, p. 275
- Argon A.S., Im J. and Safoglu R., *Met. Trans.*, **1975**, vol. 6A, p. 825
- Argon A.S. and Im J., *Met. Trans.*, **1975**, vol. 6A, p. 839
- Ashby M.F., *Phil. Mag.*, **1966**, vol. 14, p. 1157
- Auger P., Raynal J.M., Bernole M. and Graf R., *Mém. Et Et. Sc. Rev. De Métall.*, **1974**, vol. 71, p. 557
- Baskes M.I., *Eng. Fract. Mech.*, **1974**, vol. 6, p. 11
- Bauvineau L., *thèse de l'ENSM de Paris*, **1996**
- Becker R., Needelmans A., Suresh S., Tvergaard V. and Vasudévan A.K., *Acta. Met.*, **1989**, vol. 37, N°1, p. 99
- Beremin F.M., *Met. Trans A*, **1981**, vol. 5A, p. 723
- Blanchette Y., Dickson J.I. and Bassim M.N., *Eng. Frac. Mech*, **1986**, vol. 24, N°5, p. 647
- Blanchette Y., Bailon J.P. and Dickson J.I., *Eng. Frac. Mech*, **1989**, vol. 33, N°4, p. 643
- Blind J.A. and Martin J.W., *Mat. Sci. Eng.*, **1983**, vol. 57, p. 49
- Broek D., *Eng. Fract. Mech.*, **1973**, vol. 5, N°5, p. 55
- Broek D., *proceedings of an international conference on prospects of fracture mechanics*, **1974**, p. 19
- Bryant A. J., *J. Inst. Met.*, **1972**, vol. 100, p. 191
- Burghard H.C., *Met. Trans.*, **1974**, vol. 5, p. 2083
- Cai H., *PhD thesis of the University of Newcastle*, **1991**
- Cai H., Evans J.T. and Holroyd J.H., *Acta. Met.*, **1991**, Vol. 39, N°10, p. 2243
- Cai H. and Evans J.T., *Eng. Fract. Mech.*, **1992**, vol. 42, N°4, p. 589
- Chen C. Q. and Knott J. F. : *Met. Sci.*, **1981**, vol. 15, p. 357
- Clayton J.Q. and Knott J.F., *Met. Sci.*, **1976**, p. 63
- Conserva M. and Fiorini P., *Met. Trans.*, **1973**, vol. 4, p. 857
- Cornish A.J. and Day M.K.B., *J. Inst. Met.*, **1971**, vol. 99, p. 377
- Couturier R., *thèse de l'ENSM de Paris*, **1999**
- Degisher H.P., Lacom W., Zahra A. and Zahra C.Y., *Zeitschrift fur Metalkunde*, **1980**, vol. 71, p. 231
- Deschamps A., *thèse de l'INP de Grenoble*, **1997**
- Deschamps A., Bréchet Y. and Livet F., *Mat. Sc. Tech.*, **1999**, vo. 15, p. 993
- Deshpande N.U., Gokhale A.M., Denzer D.K. and Liu J., *Met. Mat. Trans. A*, **1998**, vol. 29A, p. 1191
- Di Russo E., *Met. Sci. Tech.*, **1986**, vol. 4, p. 37
- Dorward R.C., *J. Mat. Sci. Letters*, **1986**, vol. 5, p. 1015

Dorward R. C. and Beerntsen D. J., *Met. and Mat. Trans. A*, vol. 26A, **1995**, p. 2481

Dubost B. and Sainfort P., *Techniques de l'Ingénieur*, 1991

Dudgeon H. D., Parson N. C., Court S. A. and Ricks R. A., *ICAA4*, **1994**, p. 443

Dunwoody B. J., Moore D. M. and Thomas A. T. : *J. Inst. Met.*, **1973**, vol. 101, p. 172

Embury J. D. and Nicholson R.: *Acta Met.*, **1965**, vol. 13, p. 403

Embury J. D. and Nes E., *Z. Metallkunde*, **1974**, vol. 65, p. 45

Eschbach L., Uggowitzer P.J. and Speidel M.O., *Mat. Sci. Eng A*, **1998**, vol. 248A, p. 1

Eswara Prasad N., Kamat S.V., Prasad K.S. and Malakondaiah G., *Eng. Frac. Mech.*, **1993**, vol. 46, N°2, p. 209

Evensen J.D., Ryum N. and Embury J.D., *Mat. Sci. Eng.*, **1975**, vol. 18, p. 221

Feng W.X., Lin F.S. and Starke E.A., *Met. Trans. A*, **1984**, vol. 15A, p. 1209

Fu-shiong L. and Starke E. A. Jr., *Mater. Sci. Eng.*, **1980**, vol 43, p. 65

Garret G. G. and Knott J. F. : *Met. Trans.A*: **1978**, vol 9A, p. 1187

Girifalco L.A. and Herman H., *Acta Met.*, **1965**, vol. 13, p. 583

Glatter O. and Kratky O., “*Small Angle X-Ray Scattering*”, **1982**, London, Academic Press

Gokhale A.M., Deshpande N.U., Denzer D.K. and Liu J., *Met.Mat. Trans. A*, **1998**, vol. 29A, p. 1203

Goods S.H. and Brown L.M., *Acta Met.*, **1979**, vol. 27, p. 1

Graf R., *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, **1957**, vol. 24, p. 337

Gräf M. and Hornbogen E., *Acta Met.*, **1977**, vol. 25, p. 883

Gregson P.J. and Flower H.M., *Acta Met.*, **1985**, vol. 33, p. 527

Gurson A.L., *J. Eng. Mater. And Tech.*, **1977**, vol. 99, p. 2

Hahn G. T. and Rosenfield A. R. : *Met. Trans.*, **1975**, vol. 6A, p. 653

Hahn G.T., Hoagland R.G. and Rosenfield A.R., *Met. Trans A*, **1976**, vol. 7A, p. 49

Hahn G. T., *Met. Trans.*, **1984**, vol. 15A, p. 947

Haynes M.J. and Gangloff R.P., *Met. Mat. Trans. A*, **1997**, vol. 28A, p. 1815

Hirth J.P. and Froes F.H., *Met. Trans. A*, **1977**, vol. 8A, p. 1165

Holt M. and Kaufman J. G. : *Materials Technology – An Interamerican Approach*, **1968**, ASME, p. 426

Hornbogen E. and Gräf M., *Acta Met.*, **1977**, vol. 25, p. 877

Hornbogen E. and Kreye H., *J. Mat. Sci.*, **1982**, vol. 17, p. 979

Huang Y., *J. Appl. Mech.*, **1989**, vol. 58, n°4, p. 1084

Humphreys F.J. and Hatherly M., *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon, **1995**

Irwin G.R., *Proceedings of the 7th Sagamore Ordnance Materials Research Conference*, Syracuse University, New York, **1961**, vol. 4, p. 63

Jata K.V. and Starke E.A., *Met. Trans. A*, **1986**, vol. 17A, p. 1011

Kamat S.V. and Hirth J.P., *Acta Met.*, **1996**, vol. 44, N°1, p. 201

Kamat S.V. and Hirth J.P., *Acta. Met.*, **1996**, vol. 44, N°3, p. 1047

Kaufman J. G. and Knoll A. F. : *Mater. Res. Std.*, **1964**, vol. 4, p. 151

Kaufman J. G. and Hunsicker H.Y.: *Fracture Toughness Testing at Alcoa Laboratories*, **1964**, p. 290

Kawabata T and Izumi O., *Acta Met.*, **1976 a**, vol. 24, p. 817

Kawabata T. and Izumi O., *J. Mat. Sci.*, **1976 b**, vol. 11, p. 892

Kawabata T. and Izumi O., *Acta. Met.*, **1977**, vol. 25, p. 505

Kawabata T. and Izumi O., *J. Mat. Sci.*, **1979**, vol. 14, p. 1071

Kawabata T. and Izumi O., *Acta. Met.*, **1980**, vol. 29, p. 229

Kikuchi M., Shiozawa K. and Weertman J.R., *Acta Met.*, **1981**, vol. 29, p. 1747

Kirman, *Met. Trans.*, **1971**, vol. 2, p. 1761

Kobayashi T., Niinomi M. and Ikeda K., *J. Jpn. Light Met.*, **1987**, vol. 38, p. 9

Kobayashi T., Niinomi M., Takabayashi Y. and Kohmura S., *J. Jpn. Light Met.*, **1988**, vol. 38, p. 723

Kuramoto S., Itoh G. and Kanno M., *Met. Mat. Trans. A*, **1996**, vol. 27A, p. 3081

Lapasset G. and Renon C., *la Recherche Aérospatiale* , **1982**, vol 5, p. 313

Lendvai J., Honyek G. and Kovacs I., *Scripta Met.*, **1979**, vol. 13, p. 593

Levy N., Marcal P. V., Ostergren W. J. and Rice J. R., *Int. J. Frac. Mech.*, **1971**, vol 7, p. 143

Li B.Q. and Reynolds A.P., *J. Mat. Sci.*, **1998**, vol. 33, p. 5849

Li M. and Butler F., *the Integration of Materials, Process and Product Design, Zabaras et al, Rotterdam*, **1999**, p. 47

Li X.Z., Hansen V., Gjonnes J. and Wallenberg L.R., *Acta Met.*, **1999**, vol. 47, p. 2651

Lin F.S., Chakraborty S.B. and Starke E.A., *Met. Trans. A*, **1982**, vol. 13A, p. 401

Lorimer G.W. and Nicholson R.B., *Acta Met.*, **1966**, vol. 14, p. 1009

Ludtka G. M. and Laughlin D. E., *Met. Trans. A*, **1982**, vol. 13A, p. 411

Lynch S.P., *Met. Sc. J.*, **1973**, vol. 7, p. 93

Lynch S.P., *Mat. Sci Eng. A*, **1991**, vol. 136A, p. 25

McClintock F.A., *J. of Appl. Mec.*, **1968**, p. 363

Mondolfo L.F., *Met. Mat.*, **1971**, vol. 5, p. 95

Morère B. : *thèse de l'ENSM de Saint-Etienne*, **1999**

Mou Y., Howe J.M. and Starke E.A., *Met. Mat. Trans. A*, **1995**, vol. 26A, p. 1591

Mudry F., *thèse de l'université de technologie de Compiègne*, **1982**

Mukhopadhyay A.K., Yang Q.B. and Singh S.R., *Acta Met.*, **1994**, vol. 42, p. 3083

Needleman A., *J. Appl. Mech.*, **1987**, vol.54, p. 525

Nes E., *Acta Met.*, **1972**, vol. 20, p. 499

Nes E., *Zeitschrift fur. Metallkunde*, **1978**, vol. 69, p. 35

Niinomi M. and Kobayashi T., *Zeitschrift. für Metallkunde*, **1987**, p. 39

Ohira T. and Kishi T., *Mat. Sci. Eng.*, **1986**, vol. 78, p. 9

Patton G. : *thèse de l'ENSM de Nancy*, **1995**

Peel C.J., Wilson R.N. and Forsyth P.J.E., *Met. Sci. J.*, **1972**, vol. 6, p. 102

Queeney R. A., *Met. Trans.*, **1974**, vol. 5, p. 308

Raghavan M., *Met. Trans. A*, **1980**, vol. 11A, p. 993

Regner C., *thèse de l'INP de Grenoble*, **1981**

Renevey S., thèse UFR Scientifique d'Orsay, **1998**

Reynolds A.P. and Li Q., *Scripta Mat.*, **1996**, vol. 34, N°11, p. 1803

Rice J. R. and Johnson M. A., *Inelastic Behavior of solids*, **1970**, p. 641

Rice J. R. and Tracey D.M., *J. Mech. Phy. Solids*, **1978**, vol. 17, p. 201

Rolett A.D. and Kocks U.F., *Solid State Phenomena*, **1994**, vol. 35-36, p. 1

Rousselier G., *Three-dimensional Constitutive relations and Ductile Fracture*, ed. S. Nemat-Nasser, **1981**, p. 331

Roven H.J., *Scripta Met. Mat.*, **1992**, vol. 26, p. 1383

Ryum N., Haegland B. and Lindtveit T., *Z. Metallkunde*, **1967**, Vol. 58, p. 28

Ryum N., *Acta. Met.*, **1968**, vol. 16, p. 327

Ryum N., *Acta. Met.*, **1969**, vol. 17, p. 921

Ryum N., *Aluminium*, **1975**, vol. 51, p. 595

Sanders T.H. and Starke E.A., *Met. Trans. A*, **1976**, vol. 7A, p. 1407

Sanders T.H. and Starke E.A., *Acta. Met.*, **1982**, vol. 30, p. 927

Santner J. S., *Met. Trans. A*, **1978**, vol. 9A, p. 769

Sedriks A.J., Slattey P.W. and Pugh E.N., *Trans. of the ASM*, **1969**, vol. 62, p. 815

Senz R. R. and Spuhler H., *Metal Progress*, **1975**, p. 64

Shapiro E., *Proceedings of the 6th Conference on Fracture*, **1984**, vol. 2, p. 1379

Singleton O. R. and Royster D. M., *Journal of Metals*, **1988**, p. 40

Smith C.S., *Trans. Met. Soc. A.I.M.E.*, **1948**, vol. 175, p. 15

Solas D. : *thèse de l'INP de Grenoble*, **1997**

Srinivas M., Malakondaiah G., Armstrong R.W. and Rama Rao P., *Acta. Met.*, **1991**, vol. 39, N°5, p. 807

Staley J.T., Doherty R.D. and Jaworski A.P., *Met. Trans. A*, **1993**, vol. 24A, p. 2417

Starke E.A., *J. of Met.*, **1970**, p. 54

Starke E.A., Sanders T.H. and Palmer I.G., *J. of Met.*, **1981**, p. 24

Starke E.A. and Lin F.S., *Met. Trans. A*, **1982**, vol. 13A, p. 2259

Sugamata M. and Kaneko J., *J. Jpn. Light Met.*, **1982**, vol. 33, p. 407

Suresh S., Vasudévan A.K., Tosten M. and Howell P.R., *Acta. Met.*, **1987**, vol. 35, p. 25

Susuki H., Kanno M. and Saitoh H., *J. Jpn. Light Met.*, **1983**, vol. 33, p. 257

Teirlinck D., Ashby M.F. and Embury J.D., *ICF6, New Dehli*, **1984**, p. 105

Thijsse B.J., Hollanders M.A. and Hendrikse J., *American Inst. of Physics*, **1998**, vol. 12, n°4, p. 393

Thomas G. and Nutting J., *J. Inst. Met.*, **1957-58**, vol. 86, p. 7

- Thomason P.F., *Ductile Fracture of Metals*, Pergamon Press, **1990**
- Thompson D. S., Subramanya B. S. and Levy S. A., *Met. Trans.*, **1971**, vol. 2, p. 1149
- Thompson D. S. and Zinkham R. E. : *Eng. Fract. Mech.*, **1975**, vol. 7, p. 389
- Thompson D. S. : *Met. Trans.*, **1975**, vol. 6A, p. 677
- Toda H., Kobayashi T. and Takahashi A., *Mater. Sci. Eng. A*, **2000**, vol 280, p. 69
- Tvergaard V., *Int. J. Fract.*, **1982**, vol. 18, p. 237
- Tvergaard V. and Needleman A., *Acta Met.*, **1984**, vol. 32, p. 157
- Tvergaard V. and Hutchinson J.W., *J. Mech. Phys. Solids*, **1992**, vol. 40, p. 1377
- Uguz A. and Martin J.W., *Proceedings of the 7th Conference on Fracture*, **1989**, vol. 2, p. 1045
- Uguz A. and Martin J.W., *J. Mat. Sc.*, **1995**, vol.30, p. 5923
- Unwin P. N. T. and Nicholson R., *Acta Met.*, **1969**, vol. 17, p. 1379
- Unwin P. N. T. and Smith G. C., *J. Inst. Met.*, **1969**, vol. 97, p. 299
- Van Stone R. H. and Psioda J. A., *Met. Trans A.*, **1975**, vol. 6A, p. 668
- Varley P.C., Day M.K.B. and Sendorek A., *J. Inst. Met.*, **1957-58**, vol. 86, p. 337
- Vasudévan A.K, Ludwiczak E.A., Baumann S.F., Doherty R.D. and Kersker M.M., *Mat. Sci. Eng.*, **1985**, vol. 72, p. L25
- Vasudévan A.K. and Suresh S., *Mat. Sci. Eng.*, **1985**, vol. 72, p. 37
- Vasudévan A. K. and Doherty R. D., *Acta. Met.*, **1987**, vol. 35, p. 1193
- Venkateswara Rao K.T., Yu W. and Ritchie R.O., *Met. Trans. A*, **1989**, vol. 20A, p. 485
- Wei Y. and Hutchinson J.W., *Int. J. of Fracture*, **1999**, vol. 95, p. 1
- Welpmann K., Gysler A. and Lütjering G., *Z. Metallkunde*, **1980**, vol. 71, p. 7
- Wilkinson D.S., Maire E. and Embury J.D., *Mater. Sci. Eng. A*, **1997**, vol 223, p. 145
- Yeh J. and Liu K., *Scripta Met.*, **1986**, vol. 20, p. 329
- Yeh J. R., Bray G. H., Bucci R. J. and Macheret Y., *proceedings of the International Symposium on Advanced Structural Integrity Methods for Airframe Durability and Damage Tolerance*, **1994**, p. 999
- Zahra A., Zahra C.Y., Lacom W. and Degisher H.P., *Mém. et Etudes Sc. Rev. Metall.*, p. 17
- Zehnder A.T. and Hui C.Y., *Scripta Mater.*, **2000**, vol. 42, n°10, p. 1001