AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

*Ecole doctorale EMMA*

# THÈSE

Pour l'obtention du titre de

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité: Sciences des Matériaux

présentée par

**Alban DE SAEVER**

---

# Usinabilité d'alliages Cuivre-Béryllium : Influence de la Microstructure

---

soutenue publiquement le 12 Juillet 2016 à Metz devant le jury composé de :

| | | |
|---|---|---|
| Guénaël GERMAIN | Art et Métiers ParisTech, France | Rapporteur |
| Tony MONTESIN | Université de Bourgogne, France | Rapporteur |
| Vincent LAPORTE | ROLEX, Suisse | Examinateur |
| Daniele MARI | Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, Suisse | Examinateur |
| Abdelhadi MOUFKI | Université de Lorraine, France | Examinateur |
| Albert TIDU | Université de Lorraine, France | Directeur de thèse |

*Laboratoire d'Etude des Microstructures et de Mécaniques des Matériaux – UMR 7239*
*Ile du Saulcy, 57045 METZ Cedex 01*

*Université de Lorraine – Pôle M4 : matière, matériaux, métallurgie, mécanique*

# TABLE DES MATIERES

## Sommaire

Introduction générale ..... 18

Chapitre I - Matériau d'étude et caractérisation
Introduction ..... 22
A - Matériau : Structure cristalline ..... 24
1) Métallurgie à l'équilibre ..... 24
a) Composition chimique ..... 24
b) Phases présentes à l'état d'équilibre ..... 25
c) Description des phases présentes à l'état d'équilibre ..... 26
2) Métallurgie hors-équilibre ..... 28
3) Cinétique de précipitation ..... 30
a) G.P. Zones ..... 31
b) γ''-BeCu ..... 33
c) $\gamma_I$'-BeCu ..... 34
d) $\gamma_I$-BeCu ..... 35
e) $\gamma_{ORI}$'-BeCu ..... 36
f) $\gamma_{ORII}$'-BeCu ..... 36
g) $\gamma_M$-BeCu ..... 36
h) γ-BeCu ..... 38
4) Séquence de précipitation ..... 42
5) Réversion ..... 47
B - Durcissement structural ..... 50
1) Mécanismes de durcissement par solution solide ..... 50
2) Mécanismes de durcissement par précipitation ..... 51
a) Généralités ..... 51
b) Interactions dislocations/précipités et durcissement ..... 53
C - Caractérisation microstructurale et mécanique ..... 54
1) Microscopie électronique à balayage ..... 54
a) Généralités ..... 54
b) Analyse Dispersive en Energie (EDS) ..... 55
2) Microscopie électronique en transmission ..... 56
a) Diffraction des électrons ..... 56
b) Les différentes techniques d'observation ..... 56
c) Préparation des échantillons TEM ..... 57
3) Diffraction des rayons X ..... 57
a) Généralités ..... 58
b) Paramètres "matière" ..... 58
c) Paramètres "machine" ..... 61
4) Traction quasi-statique en température ..... 66

Chapitre II - Usinage
Introduction ..... 70
A - Usinage des alliages bases cuivre et relation microstructure-usinabilité ..... 72
1) Mécanismes physiques de la coupe ..... 72
2) Etude bibliographique des relations microstructure-usinabilité : cas des alliages cupro-béryllium ..... 73
3) Influence de l'usinage sur la microstructure ..... 75
4) Modélisation analytique de la formation du copeau ..... 78
B - Usinage en coupe orthogonale stricte ..... 83
1) Mise en place des essais ..... 83
2) Instrumentation du banc d'essai ..... 87
a) Mesure des efforts ..... 88
b) Mesure de la température à l'interface copeau-outil ..... 89
c) Observation de la fissuration ..... 91
3) Essais de Cisaillement dynamique sous simulateur GLEEBLE ..... 91
a) Préparation des échantillons ..... 92
b) Post-traitement des données ..... 93

Chapitre III - Caractérisation de l'état de livraison
1) Caractérisations microstructurales et propriétés mécaniques ..... 96
a) Caractérisation de la matière à l'état « remis en solution » ..... 97
b) Caractérisation de la matière à l'état de livraison ..... 102
c) Homogénéité de la répartition des phases en présence ..... 113
d) Comportement mécanique ..... 117
e) Synthèse des résultats microstructuraux et mécaniques ..... 122
2) Comportement à l'usinage ..... 123
a) Mesure des efforts ..... 123
b) Mesure de température ..... 125
c) Etudes géométrique des copeaux ..... 127
3) Analyse de la coupe orthogonale : application du modèle physique ..... 131
a) Détermination des paramètres de la loi de comportement ..... 131
b) Résultats et validation de la modélisation de formation du copeau ..... 132
4) Influence de la coupe sur la microstructure en sous-surface et dans les copeaux ..... 134
a) Etude à cœur et en sous-surface ..... 135
b) Etude microstructurale des copeaux ..... 137
5) Discussion ..... 139
6) Conclusion ..... 141

Chapitre IV - Caractérisation des EHM
1) Etudes liminaires....144
2) Les EHM (Equivalent Hardness Material)....155
3) Caractérisation microstructurale des EHM....160
a) Cas de la phase $\gamma_M$-BeCu....167
b) Quantification des phases en présences....168
4) Usinage des EHM....170
a) Etude des copeaux d'usinage issus de la passe $a_p$ = 20µm....173
b) Application du modèle de formation du copeaux aux EHM....180
5) Analyse et discussion....180

Chapitre V - Discussion
1) Rappel des principaux résultats....186
a) Influence de la microstructure sur l'usinage....186
b) Effet de l'usinage sur la microstructure....187
2) Mécanisme de dissolution et de réversion....189
a) Modèles de dissolution en régime isotherme....191
b) Estimation des temps d'interaction (application du modèle de formation du copeau)....194
c) Influence de la taille de précipité sur la température de réversion....196
3) Modèle de réversion assistée en cours d'usinage....199
a) Détermination du coefficient de diffusion effectif $D_{eff}$....199
b) Estimation de $D_{eff}$ dans le cas des C17300....201
c) Calcul des distances de diffusion et des fractions volumiques....204
4) Influence de la réversion sur le processus d'usinage....211
5) Conclusion....212

Conclusion Générale....216

# LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Diagramme d'équilibre binaire du couple béryllium-cuivre .....25
Figure 2 : Evolution du paramètre de maille de la matrice en fonction du taux de béryllium en insertion - Loi de Végard.....26
Figure 3 : Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be après traitement de remise en solution - seule la matrice est présente[13] .....32
Figure 4: Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be vieilli 190h à 110°C - l'étirement des taches de diffraction révèle l'apparition des G.P. Zones[13] .....32
Figure 5 : Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be vieilli 20h à 200°C[13] .....33
Figure 6 : Champs clair HRTEM d'une G.P. Zone (monocouche de béryllium)[2] .....33
Figure 7 : Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be vieilli 657h à 150°C - les flèches marquent la position de γ''-BeCu[13] .....34
Figure 8 : Clichés HRTEM d'un précipité γ''-BeCu (a=b=0,253nm ; c=0,290nm)[2] .....34
Figure 9 : Mise en évidence (champs clair et diffraction électronique) de la phase $\gamma_I$'-BeCu, après un traitement de stress-ageing + 48h à 275°C sans contrainte[2] .....35
Figure 10 : Clichés HRTEM d'un précipité $\gamma_I$'-BeCu, après un traitement de stress-ageing + 48h à 275°C sans contrainte[2] .....35
Figure 11 : Mise en évidence de la phase $\gamma_I$-BeCu, après un traitement de stress-ageing + 144h à 275°C sans contrainte - a et b : champs clair - c : diffraction électronique - d : schéma de principe[2] .....35
Figure 12 : Clichés de diffraction TEM d'un CuBe2 vieilli 7 minutes à 350°C, après une trempe directe[14].....36
Figure 13 : Clichés de diffraction TEM d'un CuBe2 vieilli 30 minutes à 350°C, après une trempe directe[14].....36
Figure 14 : Graphique reliant les fractions volumiques des phases métastables en fonction du temps de traitement thermique à 320°C, pour un échantillon possédant un taux de déformation initial de 90%[11].....37
Figure 15 : Mise en évidence de la phase $\gamma_M$, après 220h à 320°C, pour un échantillon possédant un taux de déformation initial de 90% (a - champs clair pris suivant l'axe de zone $[110]_\alpha$) (b - champs clair pris suivant l'axe de zone $[1\mathbf{1}0]_\alpha$)[11] .....37
Figure 16 : Cliché de points (diffraction électronique) après un traitement de 24h à 315°C[1].....38
Figure 17 : Cliché champs clair obtenu après un traitement de 24h à 315°C - la croisssance de γ-BeCu s'accompagne de striations[1] .....38
Figure 18 : Cliché champs clair obtenu après un traitement de 100h à 315°C - les précipités γ-BeCu intra-granulaires atteignent 100nm[1].....38
Figure 19 : Cliché de points (diffraction électronique) après un traitement de 1h10min à 350°C[9].....39
Figure 20 : Cliché de points (diffraction électronique) après un traitement de 5h à 350°C[9] .....39
Figure 21 : Microstructure d'un alliage Cu-0,9Be, vieilli 950h à 435°C - a : champs clair - b : diffraction électronique - c : schéma de principe[15].....39
Figure 22 : Croissance de la phase γ-BeCu intra-granulaire, après 3h48min à 540°C[15] ..39

Figure 23 : Croissance de la phase γ-BeCu intra-granulaire, après 8h48min à 540°C[15] ..39
Figure 24 : Début de précipitation de la phase γ-BeCu inter-granulaire, après 20h à 200°C[1] ..40
Figure 25 : Apparition de la phase γ-BeCu inter-granulaire, après 15min à 400°C[15] ..40
Figure 26 : Evolution de la morphologie des lamelles γ-BeCu inter-granulaire, après 1h à 400°C[15] ..40
Figure 27 : Evolution de la morphologie des lamelles γ-BeCu inter-granulaire, après 240h à 400°C[15] ..40
Figure 28 : Evolution de la phase γ-BeCu, après 24h à 425°C[1] ..41
Figure 29 : Evolution de la phase γ-BeCu, après 800h à 425°C[1] ..41
Figure 30 : Croissance de la phase γ-BeCu, après 20min à 540°C[15] ..41
Figure 31 : Croissance de la phase γ-BeCu, après 3h48min à 540°C[15] ..41
Figure 32 : Croissance de la phase γ-BeCu, après 8h48min à 525°C[15] ..41
Figure 33 : Schématisation des cinétiques de précipitation des modes "continue" et "discontinue"[15] ..45
Figure 34 : Evolution des pics de diffraction des rayons X pour différents temps de traitements thermiques, à 315°C[19] ..46
Figure 35 : Influence du temps de maintien, pour des températures allant de 200°C à 500°C, sur l'évolution de la dureté après un traitement de 4h à 150°C[21] ..48
Figure 36 : Influence du temps de maintien, pour des températures allant de 300°C à 600°C, sur l'évolution de la dureté après un traitement de 1h30min à 230°C[21] ..48
Figure 37 : Schéma de principe de durcissement par précipitation ..51
Figure 38 : Mécanismes de franchissement d'un précipité par une dislocation ..53
Figure 39 : Schéma descriptif d'une poire d'interaction électronique ..55
Figure 40 : Intensité transmise du faisceau incident en fonction de l'épaisseur de l'échantillon ..63
Figure 41 : Post-traitement des images obtenues sur un détecteur plan ..64
Figure 42 : Désommation des pics de diffraction d'un C17300 - état remis en solution ..65
Figure 43 : Profil recalculé des pics de diffraction d'un C17300 - état remis en solution ..65
Figure 44 : Intégration des pics de diffraction d'un C17300 - état remis en solution ..66
Figure 45 : Plan des éprouvettes cylindriques de traction quasi-statique ..67
Figure 46 : Représentation des domaines de vitesses de coupe pour différents matériaux[28] ..70
Figure 47 : Schéma de la coupe orthogonale - géométrie et identification des zones de cisaillement lors de la formation du copeau ..72
Figure 48 : Images de grains recristallisés dans la bande de cisaillement secondaire d'un copeau (acier AISI 1045)[41] ..76
Figure 49 : Schéma de regroupement de microstructures pour différentes conditions Severe Plastic Deformation[42] ..76
Figure 50 : Simulation extraite du modèle proposé par Zhang et al. (2012)[44] ..77
Figure 51 : Simulation du modèle : localisation de la déformation[45] ..78
Figure 52 : Simulation du modèle : déformation des grains[45] ..78

Figure 53 : Schématisation des efforts engagés lors de la coupe orthogonale stricte .....82
Figure 54 : Détails de la géométrie de l'outil de coupe orthogonale : a) vue de profil - b) vue de la face de coupe - c) modélisation 3D de la fraise donnant la géométrie de référence - d) Clichés SEM x 7500 de l'arrête de l'outil .....85
Figure 55 : Schéma des échantillons dédiés à l'usinage en coupe orthogonale .....86
Figure 56 : Schéma du porte-échantillon .....86
Figure 57 : Exemple de signal obtenu lors de la mesure des efforts de coupe .....88
Figure 58 : Schématisation des températures engagées lors de la coupe orthogonale stricte .....90
Figure 59 : Courbe de calibration du thermocouple intrinsèque .....90
Figure 60 : Clichés en caméra-rapide d'un essai d'usinage ($a_p$=40µm) - à gauche : formation du copeau sans fissuration - à droite : projection de micro-copeaux.....91
Figure 61 : Schéma d'un essai de cisaillement dynamique GLEEBLE, avant et après essai.....92
Figure 62 : Schématisation des éprouvettes de cisaillement dynamique.....93
Figure 63 : Post-traitement des données GLEEBLE - Courbe effort - déplacement.....94
Figure 64 : Post-traitement des données GLEEBLE - Courbe déformation - cisaillement .....94
Figure 65 : Post-traitement des données GLEEBLE - Courbe déformation inélastique - cisaillement .....94
Figure 66 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - état remis en solution.....98
Figure 67 : Zone d'intérêt de la Figure 66 - diffractogramme intégré, source de cobalt - état remis en solution .....98
Figure 68 : Cliché SEM x 500 - état remis en solution .....100
Figure 69 : Cliché SEM x 5000 - état remis en solution .....100
Figure 70 : Distribution du nombre de béryllides en fonction de leur diamètre .....101
Figure 71 : Répartition des deux populations de béryllides : particules < 0.8µm (en bleu) et particules > 0.8µm (en rouge).....101
Figure 72 : Distribution du nombre de béryllides en fonction de leur espacement : répartition des deux populations de béryllides .....102
Figure 73 : Cliché SEM x 1500 - état de livraison .....103
Figure 74 : Cliché SEM x 5000 - état de livraison. Est indiquée en vert une zone analysée en EDS (cf. Figure 76).....103
Figure 75 : Cliché SEM x 20000 - état de livraison .....103
Figure 76 : Profil EDS d'un béryllide .....103
Figure 77 : Cliché champs clair TEM - mise en évidence de l'attaque préférentielle des précipités intra-granulaires - état de livraison .....105
Figure 78 : Clichés de diffraction SADP TEM - état de livraison.....106
Figure 79: Indexation des taches de diffraction (SADP Figure 78) .....106
Figure 80 : Clichés de diffraction SADP TEM - état de livraison.....108
Figure 81 : Clichés champs sombre TEM (SADP Zone B - Figure 80) .....108
Figure 82 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - état de livraison.....109

Figure 83 : Zone 1 de la Figure 82 - diffractogramme intégré, source de cobalt - état de livraison.....110
Figure 84 : Indexation des phases en présences dans la zone 1 de la Figure 82 - diffractogramme intégré, source de cobalt - état de livraison.....110
Figure 85 : Zone 2 de la Figure 82 - diffractogramme intégré, source de cuivre - état de livraison.....112
Figure 86 : Cliché SEM x 5000 - bord de l'échantillon - état de livraison .....114
Figure 87 : Cliché SEM x 10000 - bord de l'échantillon - état de livraison .....114
Figure 88 : Cliché SEM x 5000 - cœur de l'échantillon - état de livraison .....114
Figure 89 : Cliché SEM x 10000 - cœur de l'échantillon - état de livraison .....114
Figure 90 : Diffractogrammes en 10 points de l'échantillon, source ID15B - état de livraison.....115
Figure 91 : Zone d'intérêt de la Figure 90 - source ID15B - état de livraison .....115
Figure 92 : Cliché SEM x 2000 - figures de Widmanstätten - état de livraison.....116
Figure 93 : Cliché SEM x 20000 - figures de Widmanstätten - état de livraison.....116
Figure 94 : Diffractogramme intégré, source de cobalt - Comparatif des états de livraison A et B.....116
Figure 95 : Essais de traction uniaxiale quasi-statique en température, de 20°C à 200°C .....118
Figure 96 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation, pour des températures de sollicitation allant de 20°C à 500°C - état remis en solution.....120
Figure 97 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation, pour des températures de sollicitation allant de 20°C à 500°C - état de livraison.....120
Figure 98 : Schématisation de la fissuration macroscopique des éprouvettes chapeaux121
Figure 99 : Evolution de l'effort global de coupe en fonction de la profondeur de passe - état remis en solution et état de livraison (A et B) .....124
Figure 100 : Schématisation des zones de cisaillement lors de la coupe orthogonale stricte .....126
Figure 101 : Observation SEM x 1000 d'un copeau issu du matériau à l'état de livraison (ap = 40µm) .....127
Figure 102 : Détail "A" de la Figure 101 - mise en évidence de la taille de la bande de cisaillement .....127
Figure 103 : Détail "B" de la Figure 101 - observation de la propagation de la fissure ..127
Figure 104 : Détail "C" de la Figure 101 - observation de la face arrière du copeau .....127
Figure 105 : Schématisation de la géométrie du copeau lors de la coupe orthogonale stricte .....128
Figure 106 : Fissuration d'un béryllide (β-BeCo) au voisinage de la bande de cisaillement - état de livraison ($a_p$ = 40µm) .....129
Figure 107 : Evolution du coefficient de frottement (µ) en fonction de la profondeur de passe - état remis en solution et état de livraison (A et B) .....130

Figure 108 : Clichés en caméra-rapide d'un essai d'usinage ($a_p$=40µm) - à gauche : état de livraison "A" (sans fissuration) - à droite : état de livraison "B" (projection de micro-copeaux).....131
Figure 109 : Schématisation de la formation du copeau lors de la coupe orthogonale stricte .....135
Figure 110 : Observation SEM x 5000, du matériau à cœur du matériau avant un essai d'usinage - état de livraison.....135
Figure 111 : Observation SEM x 5000, du matériau à cœur du matériau après un essai d'usinage ($a_p$ = 40µm) - état de livraison.....135
Figure 112 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt - état de livraison avant et après usinage ($a_p$ = 40µm).....136
Figure 113 : Observation SEM x 10000 des précipités inter-granulaires, sous la surface usinée du matériau ($a_p$ = 40µm) .....136
Figure 114 : Observation SEM x 10000 des particules de plomb et des béryllides, sous la surface usinée du matériau ($a_p$ = 40µm).....136
Figure 115 - Observation SEM x 2500 d'un copeau obtenu après une passe de 20µm ...137
Figure 116 - Observation SEM x 2500 d'un copeau obtenu après une passe de 40µm ...137
Figure 117 : Diffractogramme intégré, source de cobalt - état de livraison (au cœur) avant usinage et copeau formé ($a_p$ = 40µm) .....138
Figure 118 : Evolution de la dureté du matériau à l'état de livraison après un sur-vieillissement (de 5s à 30min, de 350°C à 800°C).....140
Figure 119 : Cycle thermomécanique de remise en solution .....144
Figure 120 : Cycle thermomécanique de durcissement par traitements thermiques .....145
Figure 121 : Evolution de la dureté en fonction du temps de traitement thermique pour quatre températures : 300°C - 350°C - 400°C - 600°C .....146
Figure 122 : Schéma de durcissement par précipitation .....146
Figure 123 : Evolution de la dureté du matériau à l'état de remise en solution, en fonction du temps de traitement thermique pour quatre températures[52].....147
Figure 124 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 300°C.....150
Figure 125 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 350°C.....150
Figure 126 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 400°C.....150
Figure 127 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 600°C.....150
Figure 128 : Cycle thermomécanique de durcissement par déformation mécanique.....152
Figure 129 : Diffractogramme intégré (rayonnement Cu-Kα) des matériaux à différents taux de déformation initiaux .....154
Figure 130 : Diffractogramme intégré (rayonnement Cu-Kα) des matériaux à différents taux de déformation initiaux .....154
Figure 131 : Cycle thermomécanique de durcissement par déformation mécanique, suivi d'un traitement thermique .....156
Figure 132 : Evolution de la dureté en fonction du temps de traitement thermique à 350°C, pour six taux de déformation initiaux (de 0% à 80%) .....156

Figure 133 : Quantification des phases précipitées, en fonction du temps de traitement thermique à 350°C, pour différents taux de réduction .....158
Figure 134 : Evolution des fractions volumiques des phases précipitées γ-BeCu, $\gamma_M$-BeCu et $\gamma_I$-BeCu - a) EHM0% - b) EHM5% - c) EHM10% - d) EHM20% - e) EHM40% - f) EHM80% .....159
Figure 135 : Détermination des durées de traitement à 350°C nécessaires pour la réalisation des EHM (350HV). .....159
Figure 136 : Cliché SEM x 500 et x 5000 des EHM0%, EHM5% et EHM10% .....162
Figure 137 : Cliché SEM x 500 et x 5000 des EHM20%, EHM40% et EHM80% .....163
Figure 138 : Schéma de mesure de la topologie des précipités intra-granulaires vus en champ-sombre au TEM .....165
Figure 139 : Evolution des quantités et des tailles des précipités inter et intra-granulaires dans les EHM avant usinage .....166
Figure 140 : Diffractogramme intégré, source de cobalt - EHM avant usinage .....167
Figure 141 : Diffractogramme intégré aux grands angles, source de cobalt - EHM avant usinage .....168
Figure 142 : Quantification et répartition des phases précipitées des EHM - les barres indiquent les proportions de phases obtenues par quantification XRD, les croix indiquent la quantité totale de précipités estimées par la loi de Végard .....170
Figure 143 : Evolution des efforts globaux de coupe des EHM, en fonction de différentes profondeurs de passe .....172
Figure 144 : Evolution du coefficient de frottement apparent des EHM, en fonction de différentes profondeurs de passe .....173
Figure 145 : Observation SEM x 500 et x 2000 de copeaux issus des EHM0% et EHM5% .....174
Figure 146 : Observation SEM x 500 et x 2000 de copeaux issus des EHM10%, EHM20% et EHM40% .....175
Figure 147 : Schématisation de la géométrie du copeau en coupe orthogonale stricte .....176
Figure 148 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt - copeaux issus de l'usinage des EHM (ap = 20µm) .....177
Figure 149 : Diffractogramme intégré aux grands angles, source de cobalt - EHM0% bulk et copeaux issus de l'usinage de l'EHM0% (ap = 20µm) .....178
Figure 150 : Quantification et répartition des phases précipitées dans les copeaux issus de l'usinage des EHM (ap = 20µm) .....179
Figure 151 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt : EHM avant usinage (en trait plein) - EHM après usinage (en trait pointillé) - (ap = 20µm) .....181
Figure 152 : Quantification des phases précipitées dans les EHM et dans les copeaux issus de leur usinage (ap = 20µm) .....182
Figure 153 : Evolution des quantités de phases précipitées, et du coefficient de frottement apparent des EHM, en fonction du taux de réduction initial .....184
Figure 154 : Evolution des efforts globaux de coupe en fonction de la profondeur de passe, pour l'ensemble des matériaux de l'étude (Etats de livraison et EHM) .....186

Figure 155 : Evolution du coefficient de frottement apparent des matériaux de l'étude (état de livraison et EHM), en fonction de différentes profondeurs de passe.....187
Figure 156 : Quantification des phases précipitées dans les matériaux de l'étude (état de livraison et EHM) ainsi que dans les copeaux issus de leur usinage ($a_p$ = 20µm) .....189
Figure 157 : Evolution de la distance de diffusion à l'interface matrice/précipité pour différents paramètres T adimensionnels normalisés.....192
Figure 158 : Evolution de la distance de diffusion à l'interface matrice/précipité en fonction de la température pour différents temps de maintien, considérant une taille de précipité fixée à 5nm.....192
Figure 159 : Evolution de la distance de diffusion à l'interface matrice/précipité en fonction de la taille du précipité pour différents temps de maintien à 450°C.....193
Figure 160 : Evolution de la température de réversion en fonction de la taille de précipité de la phase γ-BeCu.....197
Figure 161 : Evolution de la concentration de béryllium dans la matrice en fonction de la taille de précipité de la phase γ-BeCu .....197
Figure 162 : Evolution des coefficients de diffusion $D_{eff}$, $D_{bulk}$, $D_{dilsoc}$ et $D_{GB}$ pour les matériaux EHM .....204
Figure 163 : Evolution des distances de diffusion des atomes de béryllium dans la matrice α-CuBe, en fonction de la température de maintien, pour les matériaux EHM - dans la BCS en trait plein - dans la BCP en trait pointillé .....205
Figure 164 : Evolution des volumes de précipités, en fonction de la température de maintien, pour les matériaux EHM .....206
Figure 165 : Volume de précipité présents dans le copeau, en fonction de la durée de maintien en température, pour les différents EHM - T=327°C avec convection.....208
Figure 166 : Volume de précipité présents dans le copeau, en fonction de la durée de maintien en température, pour les différents EHM - T=327°C avec convection et cisaillement des précipités.....209
Figure 167 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt : EHM avant usinage (en trait plein) - EHM après usinage (en trait pointillé) - (ap = 20µm)...210
Figure 168 : Influence du temps de maintien, pour différentes températures, sur la dureté d'un C17200 vieilli 90min à 230°C.....211
Figure 169 : Evolution des fractions volumiques de phases précipitées, et du coefficient de frottement ($a_p$=20µm), en fonction du taux de réduction initial, des matériaux de l'étude.....217

# LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Composition chimique de la norme C17300 ..... 24
Tableau 2 : Table descriptive de la cristallographie des phases stables ..... 28
Tableau 3: Table descriptive de la cristallographie des phases métastables ..... 30
Tableau 4 : Expression de la contrainte critique de cisaillement (CRSS) pour différents mécanismes de durcissement ..... 53
Tableau 5 : Facteurs de diffusion atomiques des atomes de cuivre et de béryllium ..... 59
Tableau 6 : Liste des plans diffractant de la phase γ-BeCu et de sa concurrente désordonnée, leurs positions recalculées et leurs intensités relatives, sous un rayonnement de cobalt ..... 60
Tableau 7 : Quantification des phases par analyse XRD ..... 66
Tableau 8 : Composition chimique de l'alliage d'étude (analyse spectrométrique) ..... 96
Tableau 9 : Quantification des phases par analyse XRD - état remis en solution ..... 102
Tableau 10 : Appairage des taches de diffraction (SADP Figure 78) avec les phases possibles ..... 107
Tableau 11 : Position des pics de diffraction des phases stables, source de cobalt ..... 111
Tableau 12 : Position des pics de diffraction des phases présentes à l'état de livraison, source de cobalt ..... 113
Tableau 13 : Quantification des phases par analyse XRD - état de livraison ..... 113
Tableau 14 : Quantification des phases par analyse XRD - état de livraison A et B ..... 117
Tableau 15 : Propriétés mécaniques en traction quasi-statique - état de livraison ..... 117
Tableau 16 : Propriétés mécaniques en traction quasi-statique en température - état de livraison ..... 119
Tableau 17 : Conditions de montée en température au cours d'un essai en simulateur GLEEBLE ..... 120
Tableau 18 : Evolution de la contrainte de cisaillement maximale en fonction de la température de sollicitation - état remis en solution et état de livraison ..... 121
Tableau 19 : Topologie des particules stables ..... 122
Tableau 20 : Evolution des efforts de coupe (Tangentiel et Normal) en fonction de la profondeur de passe - état remis en solution et état de livraison (A et B) ..... 124
Tableau 21 : Evolution des températures $T_{bcs}$ en fonction de la profondeur de passe - état de livraison ..... 126
Tableau 22 : Mesures des paramètres géométriques d'un copeau issu d'une passe de 40µm ..... 129
Tableau 23 : Valeurs des coefficients moyens de frottement et des largeurs de bandes de cisaillement - état de livraison ..... 130
Tableau 24 : Valeur des coefficients de la loi de Johnson et Cook ..... 132
Tableau 25 : Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par le modèle analytique ..... 133
Tableau 26 : Influence de la profondeur de passe $a_p$ sur la zone de cisaillement primaire et sur le contact outil/copeau, calculée par le modèle analytique ..... 134
Tableau 27 : Quantification des phases par analyse XRD - copeau formé (ap = 40µm) .138

Tableau 28 : Résultats d'imagerie SEM après différents temps de traitments thermiques à 300°C et 350°C ..... 148
Tableau 29 : Résultats d'imagerie SEM après différents temps de traitements thermiques à 400°C et 600°C ..... 149
Tableau 30 : Evolution du paramètre de maille de la matrice et de la quantité de phases précipitées pour chaque couple temps/température ..... 151
Tableau 31 : Evolution de la section et de la dureté des matériaux à différents taux de déformations initiaux ..... 152
Tableau 32 : Résultats d'imagerie SEM pour les différents taux de déformations initiaux ..... 153
Tableau 33 : Evolution des largeurs de pics de diffraction et de leur position, en fonction du taux de déformation initial ..... 155
Tableau 34 : Récapitulatif des temps de traitements thermiques à 350°C, pour six taux de déformation initiaux (de 0% à 80%) ..... 160
Tableau 35 : Topologie des précipités inter-granulaire γ-BeCu ..... 161
Tableau 36 : Clichés champs sombre TEM, et SADP associés des EHM ..... 164
Tableau 37 : Topologie des précipités intra-granulaires ..... 165
Tableau 38 : Position des raies de diffractions de la phase $\gamma_M$-BeCu, dans les EHM avant usinage ..... 168
Tableau 39 : Quantité de précipités inter et intra-granulaires dans les EHM ..... 169
Tableau 40 : Efforts normaux et tangentiels des EHM, pour différentes profondeurs de passe ..... 171
Tableau 41 : Mesures des paramètres géométriques des copeaux issus d'une passe de 20µm ..... 176
Tableau 42 : Evolution du paramètre de maille de la phase α-CuBe, et du taux de béryllium en solution solide, au sein des copeaux des EHM ..... 179
Tableau 43 : Valeurs calculées par le modèle analytique ..... 180
Tableau 44 : Quantification des pertes de phases précipitées, issue des analyses DRX dans les copeaux des EHM ..... 182
Tableau 45 : Temps de transit calculés et température mesurée à l'interface pour des profondeurs de passe allant de 5 à 40µm ..... 195
Tableau 46 : Temps de transit et température à l'interface calculés pour la profondeur de passe 20µm pour les différents EHM ..... 195
Tableau 47 : Estimation des températures de réversion pour chacun des EHM ..... 199
Tableau 48 : Evolution des paramètres 2ω et β pour le standard et les matériaux EHM ..... 201
Tableau 49 : Evolution des paramètres D, e, et ρ pour les matériaux EHM ..... 202
Tableau 50: Temps de transit dans les bandes de cisaillement primaire et secondaire pour la profondeur de passe 20µm des différents EHM ..... 204
Tableau 51 : Quantification des pertes de phases précipitées, issue des analyses XRD dans les copeaux des EHM ..... 206

# INTRODUCTION GENERALE

# Introduction générale

Le travail proposé pour cette thèse s'inscrit dans le contexte général de la maîtrise des propriétés de la matière en relation avec les conditions d'usinage, dans une démarche tournée vers la R&D applicative. Cette étude s'intéresse aux relations existantes entre Microstructure et Usinage. Les techniques d'analyses actuelles permettent d'aller plus loin dans la compréhension des interactions entre ces deux domaines.

Historiquement, l'étude des microstructures a été réalisée par des métallurgistes et des physiciens du solide, en vue de mieux appréhender l'étude de l'état solide à une échelle microscopique. Les premières démarches, qui portaient sur la classification des minéraux, visaient à comprendre l'organisation microstructurale de la matière. Le passage aux éléments métalliques a permis aux métallurgistes d'établir des liens forts entre la microstructure et les propriétés on mécaniques des alliages. La compréhension générale de la microstructure permet de développer des techniques de mise en forme de plus en plus efficace.

Dans le domaine de la recherche technologique, les industriels se sont intéressés à l'usinabilité des alliages métalliques et à son amélioration, avec des objectifs purement économiques. Ici, c'est l'augmentation de la production et la réduction des coûts qui a, pendant longtemps, guider la recherche. Plus d'un siècle de perfectionnement des techniques d'usinage a amené les mécaniciens à considérer la matière brute comme un élément prépondérant de la mise en forme. Des travaux très récents, portant notamment sur la simulation de l'usinage et sa modélisation, tissent les premiers liens entre le procédé d'usinage et le comportement du matériau usiné.

Depuis quelques années, un rapprochement de ces deux domaines s'opère. Une meilleure connaissance des effets de la microstructure sur l'usinabilité, couplée à la recherche de matériaux présentant une meilleure usinabilité, sont des pistes de progrès dans ces domaines. L'étude combinée des relations matériau/procédé et usinabilité/matière ouvre la voie d'une vraie prise en compte de l'état microstructural sur le procédé de mise en forme par enlèvement de matière. Aussi, des compétences multiples seront nécessaires afin d'appréhender ces problèmes de manière sereine.

Aujourd'hui, la problématique industrielle développée dans ce travail concerne la mise en forme des alliages cuivre-béryllium, qui ont la réputation d'être versatiles à l'usinage. En dépit de propriétés mécaniques macroscopiques comparables, ces alliages comportent en effet une grande part de variabilité en termes d'usinabilité. La mise en évidence de ces variations et la recherche des causes et des solutions sera l'objectif principal de ce travail. Pour ce faire, cinq chapitres seront développés.

Tout d'abord, le premier chapitre amènera une partie de la problématique au travers d'une vision microstructurale. Le matériau d'étude, un cupro-béryllium à usinabilité

améliorée (le C17300), ainsi que les méthodes de sa caractérisation seront présentées. Cet alliage de cuivre, aux propriétés exceptionnelles, a fait l'objet d' études intensives de la moitié du 20ème siècle jusqu'à la fin des années 1980. De par sa complexité intrinsèque, les études de caractérisation à différentes échelles ont données des visions de cet alliages très différentes, qui opposent les auteurs depuis 75 ans. Dans notre travail, une caractérisation multi-échelle, appuyée sur des travaux très récents, poursuivra le travail de concordance amorcé.

Le second chapitre s'intéresse spécifiquement à l'usinage des C17300, ainsi qu'aux méthodes de caractérisation de leur comportement, et de la modélisation de la formation du copeau. Cette partie comportera la technique d'usinage retenue dans cette étude : la coupe orthogonale stricte. Un suivi des efforts de coupe permettra de caractériser l'usinabilité des alliages étudiés. De plus, une méthode de mesure de la température à l'interface outil/copeau, développée dans le cadre de ce travail, sera présentée. Enfin, l'utilisation d'un modèle analytique de formation du copeau sera expliquée.

Le troisième chapitre comportera les résultats expérimentaux, à la fois de la caractérisation multi-échelle et de l'usinage des nuances industrielles dans un état de livraison et de remise en solution. L'influence de l'usinage sur la microstructure de la pièce usinée et du copeau sera également abordée dans cette partie. Ces états complexes et mis au point en externe, ne permettra d'élucider qu'une partie des questionnements soulevés. Il sera également l'occasion de valider et de mettre en œuvre le modèle de formation du copeau.

Dans le chapitre quatre, l'étude d'alliages modèles (dans un état simplifié et contrôlé), permettra de compléter la réflexion engagée au chapitre trois. L'élaboration en interne et la caractérisation de ces états modèles seront présentés dans cette partie. Une étude très précises de la microstructure, aussi bien en surface qu'en sous-surface, permettra d'évaluer l'impact de la microstructure initiale des alliages sur leur usinabilité. Une analyse fine des copeaux d'usinage apportera les informations complémentaires sur les conditions d'usinage.

Enfin, une discussion permettra de confronter les résultats des chapitres trois et quatre, et de mettre en vis-à-vis les observations effectuées. Grâce à l'utilisation d'un modèle analytique de formation du copeau, des informations essentielles (temps de contact, temps de transit au sein des bandes de cisaillement, températures dans les bandes de cisaillement) seront apportées afin d'améliorer notre compréhension des phénomènes observés. Enfin, l'adaptation de différents modèles de diffusion assistée, à notre cas d'étude, permettra d'expliquer le comportement de ces alliages de C17300 au cours de l'usinage.

La conclusion générale de l'étude permettra de récapituler les résultats les plus forts de l'étude, ainsi que de proposer de nouveaux chemins de mise en forme des C17300 afin de coupler l'obtention de propriétés mécaniques excellentes avec une usinabilité améliorée.

# CHAPITRE I

# MATERIAU D'ETUDE ET CARACTERISATION

# Introduction

Les alliages de cuivre contenant jusqu'à 2.5% d'éléments d'addition sont regroupés sous la désignation "cuivre alliés". L'ingéniosité de ces faibles quantités ajoutées réside dans les propriétés conférées au métal. Les caractéristiques mécaniques, dureté et résistance à rupture, ou encore les propriétés à l'usinage peuvent par ce biais être remarquablement améliorées, et ce, sans altérer ni la résistance à la corrosion, ni les propriétés élémentaires de conductivités électrique et thermique. Les ajouts finement dosés d'éléments d'addition et les traitements thermomécaniques correctement ajustés permettent de transformer un alliage reconnu pour sa grande ductilité et sa faible résistance mécanique (résistance à rupture du cuivre pur recuit : 230MPa) d'atteindre une résistance à rupture qui dépasse les 1400MPa.

Les alliages de cuivres peuvent être séparés en quatre catégories; les cuivres alliés contenant des éléments favorisant la prise d'écrouissage, ceux contenant des éléments favorisant la rétention d'écrouissage, les alliages à usinabilité améliorée, et enfin, les alliages à durcissement structural.

La prise d'écrouissage octroie à un alliage des propriétés mécaniques supérieures que celles d'un cuivre pur, à des taux de déformation équivalents. Les gains obtenus par ajout de Cadmium, d'Etain ou de Magnésium sur la limite de fluage et la résistance à l'usure (tout en conservant une excellente conductivité électrique), font de ces alliages d'éminents candidats pour la réalisation de lignes électriques aériennes à forte sollicitation mécanique, fils de contact et caténaires.

La faculté de conserver, lors de l'augmentation de la température d'utilisation, les propriétés mécaniques attribuées par l'écrouissage se dénomme la rétention d'écrouissage. L'ajout d'Etain permet de conserver les caractéristiques mécaniques d'un alliage chauffé 1h à 350°C, alors que les cuivres alliés à l'Alumine ($Cu\text{-}Al_2O_3$) ne débutent leurs recristallisations qu'à partir de 900°C. Ces effets peuvent être employés dans le cas des circuits intégrés, et autres composants électroniques discrets.

L'addition de Plomb, de Tellure ou de Souffre confère, en plus d'une très bonne rétention d'écrouissage, une usinabilité améliorée. Ces alliages possèdent une aptitude à l'usinage proche des laitons de décolletage. La formation d'îlots fins, répartis de façon homogène, rendent les copeaux cassants. Ce fractionnement permet à la fois d'évacuer une grande partie de la chaleur générée au moment de la coupe (et ainsi de protéger les outils de coupe), mais également de limiter les séquences de débourrages (qui n'apportent aucune valeur ajoutée à la pièce réalisée).

Enfin, les cuivres alliés à durcissement structural représentent des alliages aux caractéristiques mécaniques exceptionnelles. Par traitements thermiques, ces alliages sont capables de modifier le taux d'éléments d'addition en solution solide sursaturée (SSSS) dans la matrice. Des précipités de tailles nanométriques peuvent ainsi être formés. Lorsque les éléments d'addition sont en solution solide dans la matrice, la conductivité électrique diminue fortement, mais lorsqu'ils sont ainsi extraits de la matrice, la conductivité électrique de l'alliage peut remonter jusqu'à 92%IACS (International Annealed Copper Standard). Les cuivres enrichis au Chrome ou au Zirconium sont donc très utilisés à chaud pour réaliser des électrodes de soudage par résistance, des éléments de freins, des contacteurs de puissances, des équipement sidérurgiques ou des ressorts conducteurs. Les alliages comprenant du Phosphore, du Cobalt ou du Fer sont utilisés pour la fabrication de semi-conducteurs, de peignes de connexion (leadframes) et autres composants électroniques, car le compromis entre propriétés mécaniques et conductivité électrique est optimal et ils ne sont pas sensibles à l'oxydation en sous-couche. L'ajout de Nickel et de Silicium produit des effets semblables, mais favorisant la résistance mécanique (charge à rupture de 740MPa) au détriment de la conductivité (35%IACS), et touchant ainsi un large domaine d'application, de la mécanique générale et navale à l'électronique embarquée.

Pour obtenir des caractéristiques mécaniques encore plus importante, c'est l'ajout de Béryllium qui devient le plus efficace. Les nombreuses combinaisons de traitements thermomécaniques permettent de concevoir des alliages aux propriétés mécaniques variées, capables de rivaliser avec des aciers spéciaux. La charge à rupture maximale atteignable est de 1590MPa. La dureté peut, elle, augmenter de 95HV à 500HV. Suivant les traitements appliqués, l'allongement (A%) peut varier de 1% à 75%. Ces alliages sont également amagnétiques, ont une excellente tenue à la corrosion, une bonne résistance à l'usure et des propriétés anti-étincelantes. En utilisation en température, ils conservent l'essentiel de leurs propriétés jusqu'à 250°C. Les domaines d'applications sont très diversifiés, et touchent des domaines de hautes technologies: en électromécanique pour la méthode de SPS (Spark Plasma Sintering) couplée aux barres de Hopkinson, en aéronautique (contact) pour la mesure de la vitesse au sol, en horlogerie pour la conception de pièces amagnétiques aux tolérances drastiques, en connectique pour la réalisation de câbles sous-marins mais aussi pour la fabrication de porte-échantillon TEM, ou encore en outillage pour la réalisation d'outils anti-déflagration (mines et poudrerie).

Dans le cadre de cette étude, nous étudions un Cuivre enrichi à 2% en poids (2wt.%) de Béryllium, le C17300, contenant également du Cobalt et du Plomb. C'est donc un cupro-béryllium à usinabilité améliorée.

# A - Matériau : Structure cristalline

Les alliages de la famille des C17300 ont été intensément étudiés depuis le milieu du 20ème siècle. Les auteurs ont montré en 75 ans de nombreux points de désaccord, tant sur la cristallographie des phases présentes (structure cristalline et relations d'orientations) que sur la séquence de précipitation de ces phases. Le taux de bérylium présent dans la solution solide supersaturée (SSSS), ainsi que les méthodes de préparations des échantillons, varient énormément d'un chercheur à l'autre, ce qui entraine l'apparition de microstructures différentes. De plus, la plupart de ces conflits peut être expliquée par la volonté des auteurs de décrire une séquence de précipitation simple. En effet, la bibliographie a longtemps cherché à établir un parallèle entre les alliages Cu-Be et les alliages Al-Cu. Ainsi, la séquence $SSSS \rightarrow \theta'' \rightarrow \theta' \rightarrow \theta$, bien connue pour décrire l'évolution des précipités dans les alliages aluminium-cuivre a longtemps servi de modèle. La sortie de ce postulat, couplée à l'amélioration des outils de caractérisation, a permis de mieux cerner les phénomènes mis en jeu. Un premier effort a été amorcé par Bonfield et Edwards[1] : $SSSS \rightarrow G.P.zones \rightarrow \gamma'' \rightarrow \gamma' \rightarrow \gamma$. Très récemment, Monzen et al.[2] ont regroupé de nombreux résultats, et proposé une notation unifiée, liée à une séquence de précipitation plus complexe. Nous reprenons en grande partie ces notations, auxquelles nous ajouterons cependant quelques nuances, détaillées lors de la description des phases.

## 1) Métallurgie à l'équilibre

### a) Composition chimique

Si l'on se réfère au système unifié de numération (Unified Numbering System) des alliages métalliques, le matériau étudié est un C17300. Cet alliage est une variante du C17200, enrichi au plomb afin de lui conférer de meilleures propriétés de mise en forme (cupro-béryllium à usinabilité améliorée). Sa composition chimique normalisée est détaillée dans le Tableau 1 :

| Be [wt.%] | Co [wt.%] | Ni [wt.%] | Fe [wt.%] | Pb [wt.%] | Cu |
|---|---|---|---|---|---|
| 1,80 – 2,00 | (a) | (a) | (a) | 0,20 – 0,60 | Balance |

(a) : Co + Ni > 0,20 [wt.%] & Co + Ni + Fe < 0,60 [wt.%]

**Tableau 1 : Composition chimique de la norme C17300**

Les six constituants principaux sont donc le cuivre, le béryllium, le cobalt, le plomb, le nickel et le fer. Si l'alliage se compose en majorité de cuivre (la somme des autres

constituants ne pouvant excéder 3,20 % en masse), il comporte également une grande quantité de béryllium. En effet, cet élément de numéro atomique Z=4 possède une masse molaire de 9,012 $g.mol^{-1}$ contre 63,546 $g.mol^{-1}$ pour le cuivre. Cette propriété lui vaut d'appartenir aux éléments dits « légers », et devra être prise en considération pour le reste de l'étude. Si l'on exprime la composition chimique en pourcentage atomique, on observe que cet alliage contient près de 12at.% de béryllium.

## b) Phases présentes à l'état d'équilibre

Une étude détaillée des diagrammes d'équilibre binaires de chacun des couples d'éléments présents dans cet alliage nous explique l'apparition des phases stables observables. Le diagramme du couple béryllium-cuivre est présenté ci-dessous, alors que les diagrammes des autres couples sont reportés en annexe.

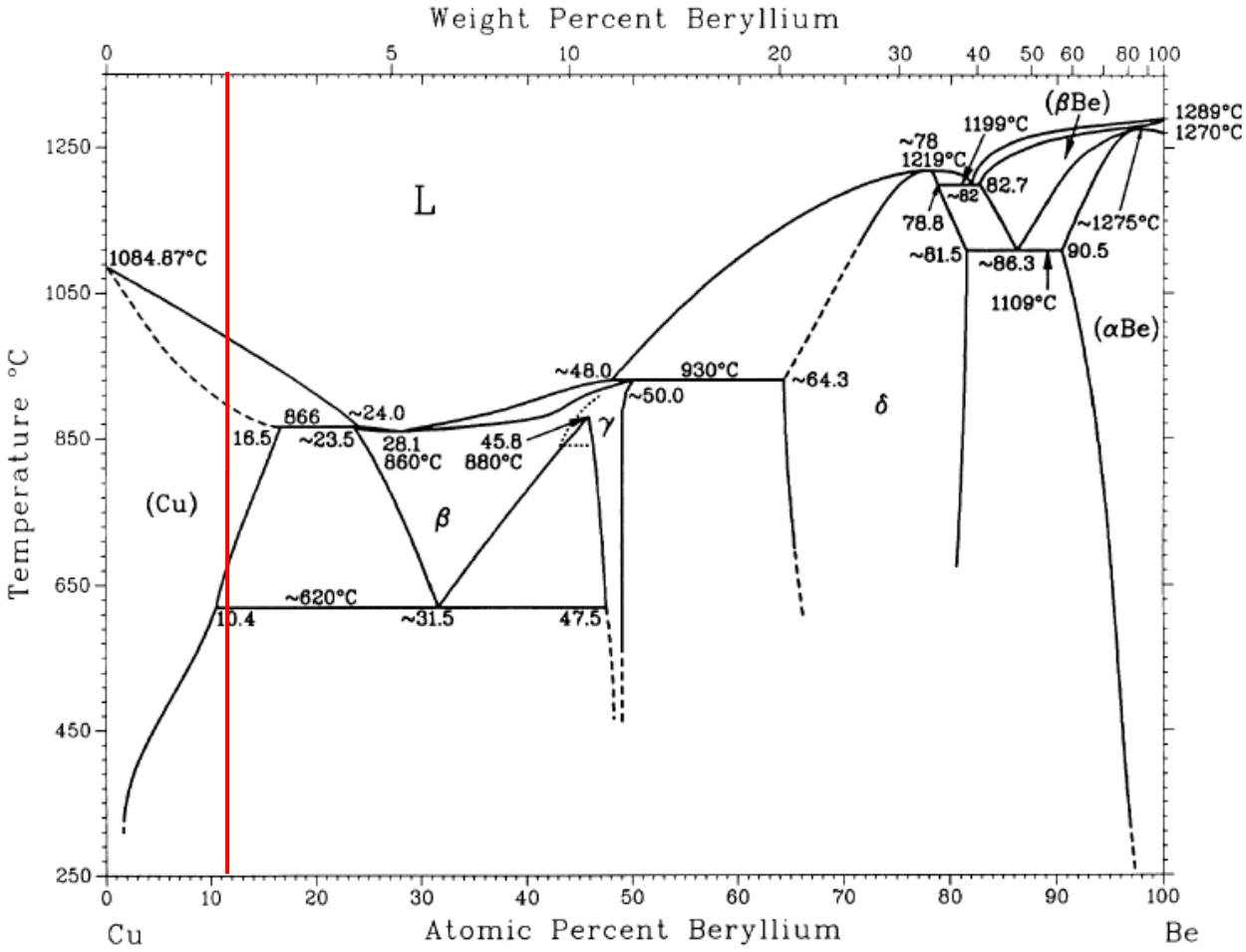



**Figure 1 : Diagramme d'équilibre binaire du couple béryllium-cuivre**

Pour un pourcentage atomique de béryllium de 12%at., le liquidus est à 990°C et le solidus à 890°C. En dessous du solidus et jusqu'à 690°C, seule une solution solide de cuivre avec du béryllium en substitution est présente (phase α-Cu). A 690°C se trouve un palier eutectique, délimitant le domaine hypoeutectique α-Cu + β-BeCu ($BeCu_2$). Un palier eutectoïde apparait à 620°C, et mène à la formation du domaine hypoeutectoïde α-Cu + γ-BeCu.

Le diagramme cuivre-nickel met en évidence une solubilité totale entre ces deux éléments. Les rayons atomiques des atomes de cuivre et de nickel sont très proches, de l'ordre de 135 pm chacun. A la vue des faibles proportions de nickel dans l'alliage, on considère que la quasi-totalité du nickel se trouve en substitution dans une solution solide de cuivre.

Le cobalt quant à lui ne présente aucune solubilité dans le cuivre. Bien que trois phases soient susceptibles d'apparaitre à basse température, à savoir β-BeCo, γ/γ'-BeCo et ε-BeCo, seule la phase β-BeCo a été observée dans ces alliages[3].

Le plomb ne présente aucune solubilité avec les autres éléments présents. Il ségrége seul, sous la forme d'îlots de plomb pur.

## c) Description des phases présentes à l'état d'équilibre

A l'équilibre, quatre phases ont pu être observées dans ces alliages : α-Cu, γ-BeCu, Pb et β-BeCo .

La phase α-Cu est présente en plus grande quantité (96,8 wt.%) et compose donc la matrice. Elle possède une structure cristalline de type cubique à faces centrées ($groupe\ d'espace : Fm\bar{3}m$). L'arrangement des atomes de cuivre et de béryllium est désordonné; ils occupent indifféremment (en tenant compte de la stœchiométrie) les positions "coins" (0,0,0) ou "centre de face" ($\frac{1}{2}, \frac{1}{2}$,0). Le paramètre de maille de la matrice évolue en fonction de sa teneur en béryllium. Chakrabarti et al.[4] regroupent de nombreux résultats de la bibliographie, et décrivent un paramètre de maille pouvant varier entre 0,3573nm et 0,3614nm, de façon linéaire (loi de Végard), Figure 2 :

| %At. Be | a [nm] |
|---|---|
| 0 | 0,3614 |
| 2,7 | 0,3606 |
| 3,6 | 0,3603 |
| 4,6 | 0,3601 |
| 6,1 | 0,3597 |
| 8,7 | 0,3585 |
| 10,2 | 0,3584 |
| 10,8 | 0,3584 |
| 11,2 | 0,3578 |
| 12,5 | 0,3576 |
| 13 | 0,3573 |

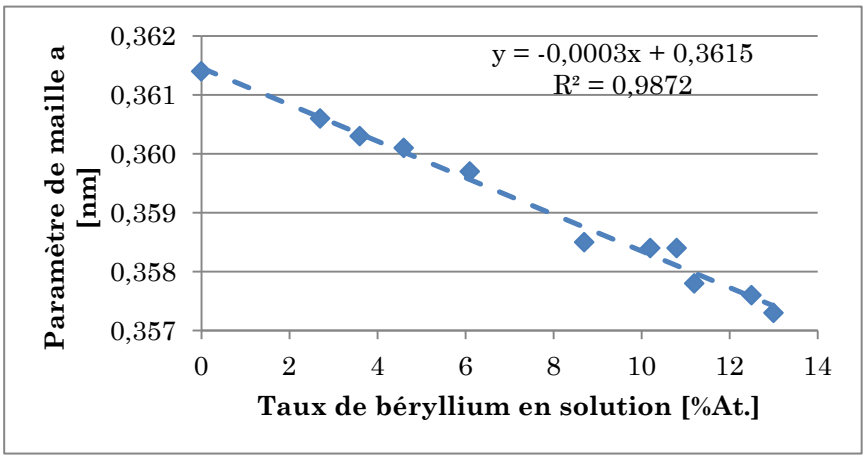



**Figure 2 : Evolution du paramètre de maille de la matrice en fonction du taux de béryllium en insertion - Loi de Végard**

Si l'ensemble de la littérature s'accorde à dire que la phase γ-BeCu est de type cubique primitif ($Pm\bar{3}m$) avec un motif ordonné (atome de cuivre aux sommets, atome de

béryllium au centre), de fortes divergences sont apparues quant à la valeur du paramètre de maille ainsi que la relation d'orientation par rapport à la matrice. Si certains auteurs la décrivent comme cubique centrée, le dédoublement de raies de surstructure observé en diffraction des rayons X permet de corriger ces imprécisions. Il s'agit bien d'une structure de type CsCl, ou B2 en notation "Strukturbericht" ("B" pour 2 types d'atomes en proportions égales).

Très tôt, Guinier et Jacquet [5] ont défini la phase γ-BeCu avec un paramètre de maille qui a pour valeur 0,270nm. Les résultats de Geisler et al.[6] sont en accord avec cette description. Morphologiquement, cette phase apparait sous trois formes. C'est tout d'abord Bonfield et Edwards[1], qui, dans leurs travaux, introduisent la distinction entre précipitation Continue et précipitation Discontinue de la phase γ-BeCu. Premièrement, une croissance intra-granulaire (au cœur du grain) présente l'aspect de fines plaquettes suivant les relations d'orientations suivantes: $(1\bar{1}3)_\propto // (0\bar{1}3)_\gamma$ et $[110]_\propto // [100]_\gamma$. Il existe également une croissance inter-granulaire (aux joints de grain) qui conduit à la formation de nodules, mais aussi de longues et fines lamelles de phase γ-BeCu.

Ces deux types de précipitation possèdent des cinétiques de croissance très différentes. Mais c'est uniquement après des traitements extrêmement longs (plusieurs milliers d'heures) que la γ-BeCu stable apparait. Bien qu'elle ait alors perdu toute cohérence avec la matrice et qu'elle forme des précipités globulaires de taille micrométrique, sa structure cristalline reste inchangée.

Une partie de ces résultats a été remise en question par une publication récente de Monzen et al.[2]. Dans ces observations au HRTEM (Microscope Electronique à Transmission à Haute Résolution), deux types de γ-BeCu intra-granulaire sont exposées, toutes deux possédant la même structure cristallographique ($Pm\bar{3}m$) avec motif ordonné. La première, $\gamma_{ORI}$ a comme paramètre de maille a = b = c = 0,280 nm, et est positionnée dans le plan d'habitat $(1\bar{1}\bar{2})_\propto$ et avec la relation d'orientation $(1\bar{1}\bar{2})_\propto // (0\bar{1}\bar{2})_\gamma$ et $[110]_\propto // [100]_\gamma$. La seconde est une phase située dans le plan d'habitat $(1\bar{1}3)_\propto$, et a pour paramètre de maille a = b = c = 0,268 nm, avec la relation d'orientation $(1\bar{1}3)_\propto // (0\bar{1}3)_\gamma$ et $[110]_\propto // [100]_\gamma$. Cette seconde phase est désignée $\gamma_{ORII}$.

La phase β-BeCo est également de type cubique primitif ($Pm\bar{3}m$) ayant comme motif ordonné la configuration suivante : atome de cobalt aux sommets, atome de béryllium au centre. Son paramètre de maille a pour valeur 0,265nm[7]. Ces inclusions sont de forme cuboïde dont la plus grande dimension atteint le micromètre. Ces béryllides sont formés à haute température (à la fusion du matériau), et sont donc répartis de manière homogène au sein de la matrice. En dessous du solidus (890°C), cette phase très stable est incapable d'évoluer. La présence de cette phase est justifiée par une volonté d'entraver la croissance des grains de la matrice lors de traitements thermiques ultérieurs. Il a été rapporté par Nourbakhsh et Nutting[3] que ces inclusions contiennent également du fer et du nickel.

La totalité du plomb est présente sous la forme de grains de plomb pur. Ces grains sphériques, au diamètre submicronique, se forment à la fusion du matériau. Ils sont répartis de manière homogène au sein de la matrice. Leur présence est justifiée afin d'améliorer les propriétés d'usinabilité de l'alliage. La phase Pb possède une structure de type cubique à faces centrées ($Fm\bar{3}m$). Son paramètre de maille est grand en comparaison des autres, puisqu'il a pour valeur 0,49502 nm.

Enfin, la phase β-BeCu pourrait être théoriquement présente dans ces alliages, mais n'a pas été observée dans cette étude. Les grains appartenant à la phase β-BeCu forment souvent de longues inclusions en chapelets, voir en bandes, qui apparaissent très blanches à l'observation optique. Cette microstructure provient essentiellement d'un défaut d'homogénéisation. A grand taux de déformation, après extrusion par exemple, ces bandes peuvent devenir millimétriques[8].

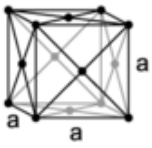
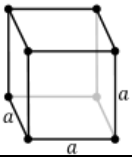
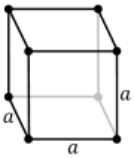
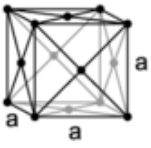
| Phase | Groupe d'espace | Paramètre de maille [nm] | | | Angles [°] | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | a | b | c | α | β | γ |
| α-Cu | $Fm\bar{3}m$  | 0,3612 | 0,3612 | 0,3612 | 90 | 90 | 90 |
| γ-BeCu | $Pm\bar{3}m$  | 0,270 | 0,270 | 0,270 | 90 | 90 | 90 |
| β-BeCo | $Pm\bar{3}m$  | 0,265 | 0,265 | 0,265 | 90 | 90 | 90 |
| Pb | $Fm\bar{3}m$  | 0,49502 | 0,49502 | 0,49502 | 90 | 90 | 90 |

**Tableau 2 : Table descriptive de la cristallographie des phases stables**

## 2) Métallurgie hors-équilibre

Toutes les phases métastables situées au cœur des grains se présentent sous la forme de plaquettes ("platelet" ou "plate-like") constituées de monocouches de béryllium, et ont une croissance intra-granulaire. Leurs différences morphologiques résident dans le nombre de couches consécutives. Ces alignements créent de fait des structures

ordonnées. Les premiers stades de la précipitation sont nommés "G.P. Zones", pour "zones de Guinier-Preston". Dans cet état très primitif, les atomes de béryllium en solution solide diffusent autour des défauts déjà présents dans la matrice. Ils commencent à se réorganiser sous la forme d'alignement monocouche.

La notation γ'' est dédiée à une phase métastable liminaire, décrite par Shimizu et al.[9] comme un tétragonal primitif à motif ordonné, cuivre au sommet et béryllium au centre, de type CuAu(I) - $L1_0$ P4/mmm - ayant pour paramètres de maille a = b = 0,253 nm et c = 0,29 nm, respectant la relation d'orientation avec la matrice $(001)_\propto$ // $(001)_\gamma$ et $[110]_\propto$ // $[100]_\gamma$. Cet état comporte entre deux et trois couches successives de béryllium.

La phase $\gamma_I$', a tout d'abord été proposée par Geisler et al.[6], comme précurseur de la phase γ', sous la désignation γ''. Les relations d'orientation, du type $(\bar{1}\bar{1}1)_\propto$ // $(\bar{1}10)_{\gamma_I'}$ et $[\bar{1}10]_\propto$ // $[001]_{\gamma_I'}$, l'ont conduit à lui attribuer une structure monoclinique primitive à motif ordonné, cuivre en coin et béryllium au centre: a = b = 0,254 nm, c = 0,324 nm et β = 85,4°, cohérente avec les plans {100} de la matrice. Mais c'est Bonfield et Edwards[1] qui observeront en premier des précipités de la phase $\gamma_I$', les interprétant comme des zones de Guinier-Preston. Ces mesures seront confirmées par Gruhl et Wassermann[10] grâce à des mesures par diffraction Laue. Plus tard, Monzen et al.[2] en feront une observation au HRTEM, et la décriront plus épaisse que γ'', pouvant s'étendre de quatre à dix strates.

La notation $\gamma_I$ décrit une autre phase tétragonale $L1_0$, ayant pour paramètres de maille a = b = 0,250 nm et c = 0,354 nm.

La phase γ' suscite encore la controverse. Elle est décrite par Geisler et al.[6] avec une structure tétragonale $L1_0$, avec comme paramètres de maille a = b = 0,279 nm et c = 0,254 nm, cohérente avec les plans {112} de la matrice. Cependant, elle est rapportée par l'équipe de Monzen[2] avec la même structure cristallographique, mais avec des paramètres de maille différents : a = 0,254 nm et b = c = 0,268 nm; bien qu'il précise dans son texte être en accord avec Geisler et al.[6]. Ces différences d'appréciation de la structure cristalline de ces phases nous conduisent à proposer la notation suivante, que nous suivrons dans la suite de ce travail :

- une phase nommée $\gamma_{ORI}$' avec des paramètres de maille a = b = 0,279 nm et c = 0,254 nm, dans le plan d'habitat $(1\bar{1}\bar{2})_\propto$, avec la relation d'orientation $(1\bar{1}\bar{2})_\propto$ // $(0\bar{1}\bar{2})_\gamma$ et $[110]_\propto$ // $[100]_\gamma$.
- une phase nommée $\gamma_{ORII}$' avec des paramètres de maille a = 0,254 nm et b = c = 0,268 nm dans le plan d'habitat $(1\bar{1}3)_\propto$, avec la relation d'orientation $(1\bar{1}3)_\propto$ // $(0\bar{1}3)_\gamma$ et $[110]_\propto$ // $[100]_\gamma$.

La phase $\gamma_M$ est uniquement décrite par Monzen et al.[11]. C'est une phase de type monoclinique primitive à motif ordonné : a = b = 0,263 nm, c = 0,279 nm et α = 83°, et respecte une relation d'orientation de type "Bain" avec la matrice : $(001)_\propto$ // $(010)_\gamma$ et $[010]_\propto$ // $[101]_\gamma$. Bien qu'elle soit décrite de cette manière, en respectant les conventions

établies dans les tables internationales de cristallographie, la phase $\gamma_M$ sera décrite de la façon suivante : a = 0,279nm, b = c = 0,263 nm et β = 97,3°, avec β l'angle compris entre les axes $\vec{a}$ et $\vec{c}$. Sa description est très succincte: deux clichés HRTEM sont présentés après 220 heures de traitement thermique. Sa morphologie est semblable aux autres précipités métastables, un empilement de monocouche de béryllium, qui s'étend jusqu'à 30 couches successives.

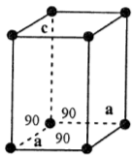
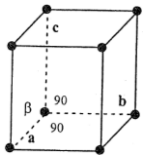
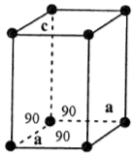
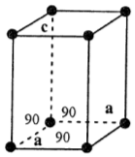
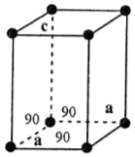
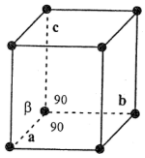
| Phase | Groupe d'espace | Paramètre de maille [nm] | | | Angles [°] | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | a | b | c | α | β | γ |
| γ''-BeCu | Tetragonal Primitif  | 0,253 | 0,253 | 0,290 | 90 | 90 | 90 |
| $\gamma_I$'-BeCu | Monoclinique Primitif  | 0,324 | 0,254 | 0,254 | 90 | 94,6 | 90 |
| $\gamma_{ORI}$'-BeCu | Tetragonal Primitif  | 0,279 | 0,279 | 0,254 | 90 | 90 | 90 |
| $\gamma_{ORII}$'-BeCu | Tetragonal Primitif  | 0,254 | 0,268 | 0,268 | 90 | 90 | 90 |
| $\gamma_I$-BeCu | Tetragonal Primitif  | 0,250 | 0,250 | 0,354 | 90 | 90 | 90 |
| $\gamma_M$-BeCu | Monoclinique Primitif  | 0,279 | 0,263 | 0,263 | 90 | 97,3 | 90 |

**Tableau 3: Table descriptive de la cristallographie des phases métastables**

## 3) Cinétique de précipitation

Après une étude approfondie de la littérature, il apparait que les nombreuses phases métastables possèdent des cinétiques de précipitation très différentes. La composition de l'alliage, la température de traitement, le temps de maintien et l'énergie élastique stockée au sein du matériau (par déformation mécanique précédant le traitement thermique) jouent tous un rôle clef dans cette cinétique de précipitation. Par exemple,

comme expliqué en "A - 1) c)", les variations du taux de béryllium présent dans l'alliage entrainent une modification du paramètre de maille de la matrice α-Cu qui peut aller jusqu'à 1,13%.

Après traitement de mise en solution, typiquement 1h à 800°C, la matrice est exsangue de tout précipité BeCu. Le taux de béryllium en solution est alors maximal; les atomes de béryllium se placent en substitution dans la maille cubique faces centrées, de manière désordonnée, le paramètre de maille de la matrice est contracté à 0,358nm. Les grains ont leur taille maximale (jusqu'à 100µm mesurés sur nos échantillons); la dureté de l'alliage est alors minimale - 95 HV (50 HRB) observés par Guinier et Jacquet[5]. Lors de la fusion de l'alliage, l'ajout de cobalt a permis de stabiliser de nombreuses particules fines (de 0,2µm à 2µm). Ces béryllides, aléatoirement répartis (cf. chapitre 3-1-a), inhibent la croissance des grains; durant la coalescence des grains de la matrice, les joints de grains vont se déplacer jusqu'à la rencontre avec ces archipels. La présence des îlots de plomb, eux-aussi formés à haute température, est justifiée à des fins d'amélioration des aptitudes à l'usinage, comme dans le cas des laitons de décolletage[12].

### a) G.P. Zones

Sans déformation préalable et à température ambiante, après une mise en solution suivie d'une trempe à l'eau, Yamamoto et al.[13] ne constatent l'apparition d'aucune précipitation, Figure 3. Sur le cliché de diffraction TEM présenté, seules les taches correspondantes à la diffraction de la matrice sont visibles. Bonfield et Edwards[1] poussent le traitement jusqu'à 6 mois, et ne constatent aucun effet. Seule l'équipe de Rioja[14] constate la présence de ces zones après 10 minutes; ils observent des zones équiaxes très primitives, cylindriques, leur diamètre étant estimé de 1,5 à 3nm. Cependant, ils ne détaillent en rien les précautions employées durant la préparation de leurs échantillons.

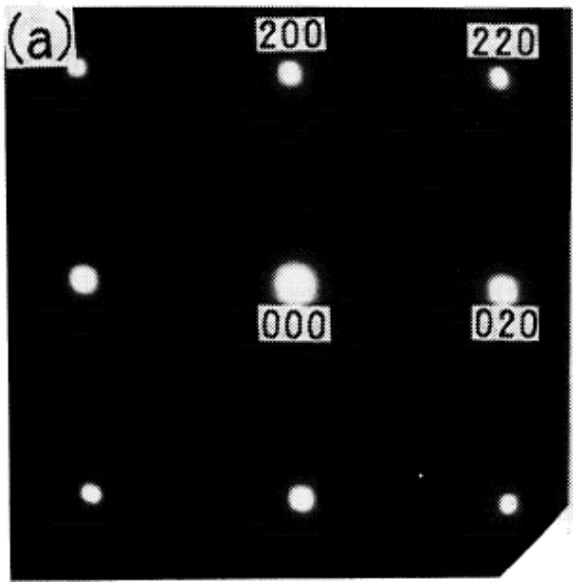



**Figure 3 : Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be après traitement de remise en solution - seule la matrice est présente[13]**

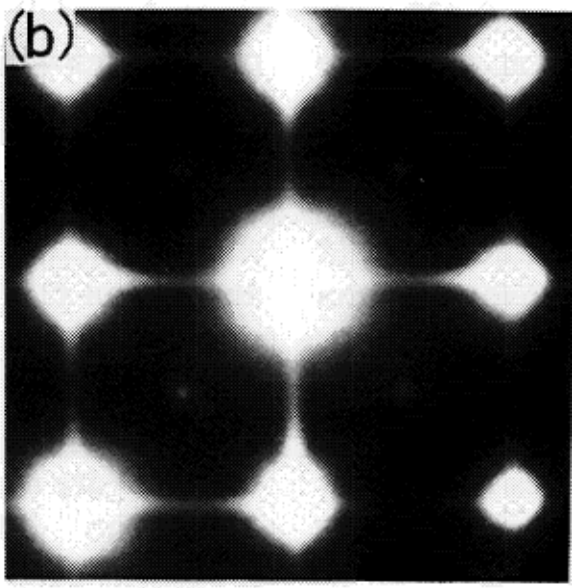



**Figure 4: Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be vieilli 190h à 110°C - l'étirement des taches de diffraction révèle l'apparition des G.P. Zones[13]**

Après un traitement long à 100°C, la dureté reste égale à sa valeur initiale - 95HV (50 HRB)[5]. Les observations TEM de Yamamoto et al.[13] présentées en Figure 4 montrent la présence de zones G.P. après un traitement de 190h à 110°C, mais également leur redissolution au bout de 997h13min. Après 20h à 150°C, une augmentation de la dureté est observée[5], mais les observations en microscopie optique associées ne laissent rien paraitre; il est alors raisonnable de penser qu'une phase très fine commence à précipiter, confirmant les observations précédentes.

C'est à 175°C que Bonfield et Edwards[1] commencent à mettre en évidence la présence des zones de Guinier-Preston. 12h de traitement sont nécessaires pour détecter les premiers effets de striations le long des plans {110} et des taches très diffuses en diffraction TEM. De plus, ils constatent l'absence de dislocations, et en déduisent que les zones G.P. naissent sur les dislocations. L'énergie présente au niveau des dislocations sert d'amorce à la formation des zones de Guinier-Preston. A 200°C, la même équipe observe le même type de striations le long des plans {110}. Yamamoto et al.[13] démontrent leur absence après 2h à cette température, mais confirment leur présence après 20h de traitement (Figure 5), et même leur dissolution au bout de 2666h40min.

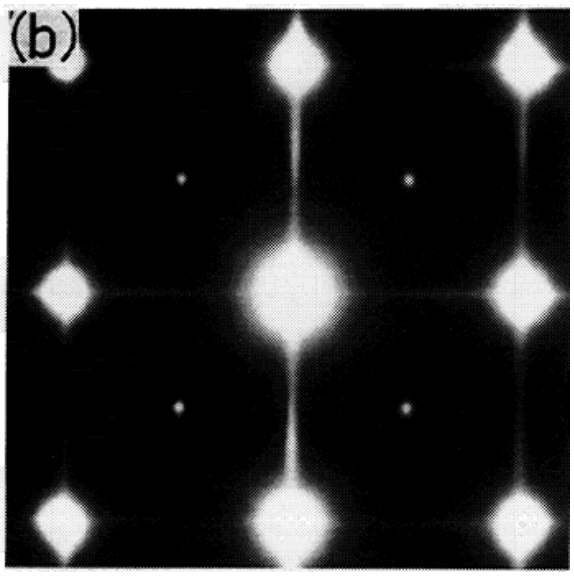



Figure 5 : Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be vieilli 20h à 200°C[13]

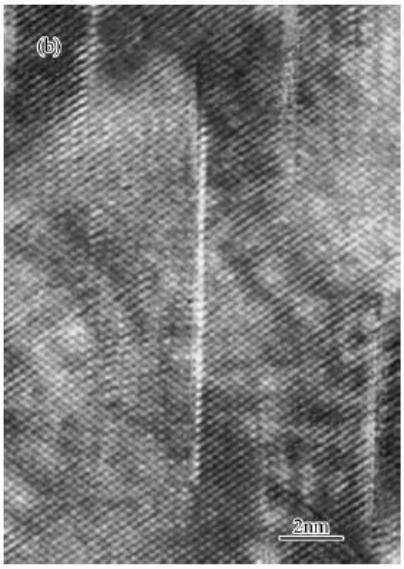



Figure 6 : Champs clair HRTEM d'une G.P. Zone (monocouche de béryllium)[2]

A 250°C, après seulement 18min20s, Tsubakino et al.[15] les observent en diffraction TEM. Ces observations sont infirmées par Shimizu et al.[9] qui ne les observent que pour un traitement de 10h. On apprend également de cet article que ces zones apparaissent sur les plans $(001)_\alpha$, $(010)_\alpha$ et $(100)_\alpha$, et qu'elles disparaissent après 20h. Les articles de Monzen et al.[2] appuient cette observation : après un traitement spécifique, vieilli 35h à 200°C sous une contrainte constante de 50MPa (stress-ageing), auquel s'ajoutent 16h de traitement thermique à 275°C sans contraintes. Les images HRTEM présentées ci-avant confirment bien la morphologie de cette phase : un empilement monocouche d'atomes de béryllium (Figure 6).

A 315°C, tout s'accélère. Les zones G.P. apparaissent après 30min. Bonfield et Edwards [1] rapportent également que ces zones se forment sur les plan {001}, et redisparaissent après 3h. Sur les traitements à 350°C en trempe directe, Rioja et Laughlin[14] constatent la formation des zones G.P. en 5min, et les décrivent avec une longueur de 10nm et une épaisseur de 1nm. Ils observent aussi qu'à 400°C, en 5min, cette phase est transformée. Enfin, à 425°C, même pour des temps très court, Bonfield et Edwards[1] constatent l'absence de ces zones initiales, rejoignant ainsi les observations de Chakrabarti et al.[4], qui annoncent le solvus des zones G.P. à 410°C pour une composition de 12 % atomique de béryllium.

### b) γ''-BeCu

Sans déformation préalable, et pour une température inférieure à 150°C, aucun temps de traitement n'a permis d'amorcer la formation de la phase γ''-BeCu. A ce niveau de température, Yamamoto et al.[13] observent un changement dans les clichés de diffraction TEM après 657h de traitement. De fines taches (fléchées sur la Figure 7) apparaissent, provenant de la diffraction d'une phase au paramètre de maille correspondant à γ''-BeCu. Ces taches se renforcent après 2258h20min de chauffe.

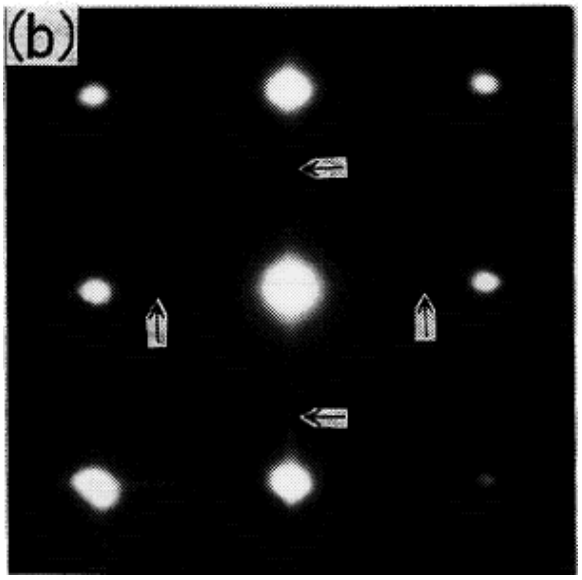



Figure 7 : Clichés de diffraction TEM d'un Cu-9,3at%Be vieilli 657h à 150°C - les flèches marquent la position de γ''-BeCu[13]

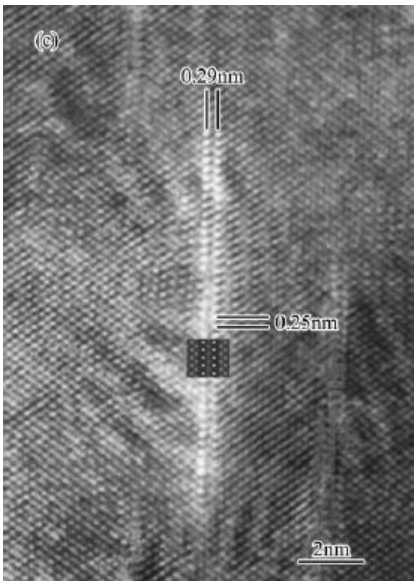



Figure 8 : Clichés HRTEM d'un précipité γ''-BeCu (a=b=0,253nm ; c=0,290nm)[2]

A 200°C, tout comme les zones G.P., 20h sont nécessaires pour commencer à l'observer (Figure 5), et à 2666h40min de traitement, γ''-BeCu est dissoute[13]. Après une trempe directe à 250°C, 5 minutes suffisent à Rioja et Laughlin[14] pour observer la formation d'une phase métastable qu'ils n'arrivent pas à identifier formellement. Ils avancent alors l'hypothèse d'une formation de γ''-BeCu, mais n'excluent en rien la possibilité de former de la $\gamma_I$'-BeCu. La même conclusion est atteinte par l'équipe de Tsubakino[15], après un revenu de 18m20s à 250°C. Ces observations contredisent le travail de Shimizu et al.[9], qui n'observent sa formation qu'à partir de 20h. Dans cette analyse TEM, les taches de diffraction s'étalent progressivement avec l'allongement de la durée de traitement (forme de flèche), confirmant la présence de γ''-BeCu à 140h.

Suite à un traitement de stress-ageing, auquel s'ajoute 16h de revenu à 275°C, des précipités γ''-BeCu sont apparus (Figure 8)[2]. Après un revenu à 350°C, alors que Shimizu et al.[9] constatent que la totalité de cette phase est dissoute en moins de 1h10min, Monzen et al.[16] rapportent que sa précipitation débute en 24h, et que sa dissolution termine en 120h. Cette phase n'est pas observée pour des températures plus élevées.

### c) $\gamma_I$'-BeCu

Comme nous l'avons expliqué au paragraphe précédent, que ce soit en trempe directe à 250°C, avec 5 minutes de traitement, ou après 18m20s, Tsubakino et al.[15] observent la formation d'une phase métastable qui peut être assimilé à $\gamma_I$'-BeCu ou γ''-BeCu, sans parvenir clairement à les dissocier. En revanche, ce sont les observations de Bonfield et Edwards[1] qui mettent clairement en évidence l'existence de cette phase.

A 175°C, 20h de traitement permettent la formation de précipités ayant jusqu'à 8nm de diamètre, menant à une perte de cohérence avec le réseau de la matrice. Koo et Cohen[17], sur des échantillons traités à 265°C durant 24h confirme l'existence de cette phase.

Enfin, Monzen et al.[2] réussissent à réaliser des images HRTEM de cette phase γI'-BeCu après un traitement spécifique : stress-ageing, auquel s'ajoute 48h de traitement thermique à 275°C sans contraintes (Figure 9 et Figure 10).

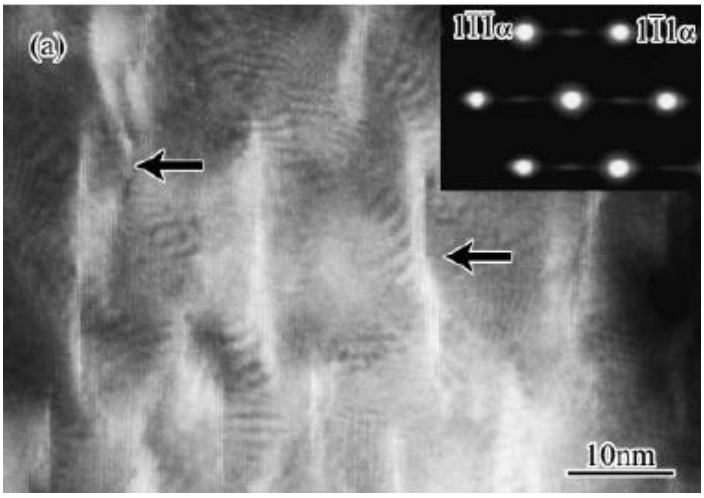



Figure 9 : Mise en évidence (champs clair et diffraction électronique) de la phase γI'-BeCu, après un traitement de stress-ageing + 48h à 275°C sans contrainte[2]

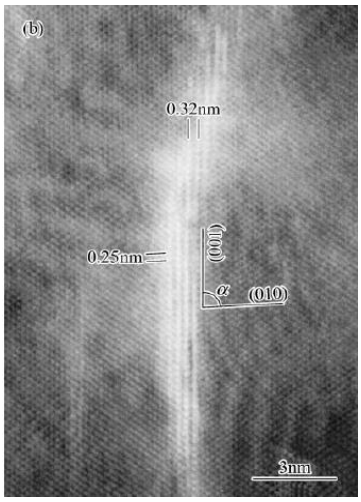



Figure 10 : Clichés HRTEM d'un précipité γI'-BeCu, après un traitement de stress-ageing + 48h à 275°C sans contrainte[2]

## d) γI-BeCu

La première observation de cette phase est réalisée sur des échantillons vieillis 22h à 200°C [10], par diffraction des rayons X. A la même température, un renforcement des taches de diffraction continue jusqu'à 330h de revenu. Un traitement de stress-ageing suivi d'un revenu de 144h à 275°C permet de mettre en évidence la présence de précipités γI-BeCu qui sont constitués d'une dizaine de couches de béryllium, par HRTEM (Figure 11)[2].

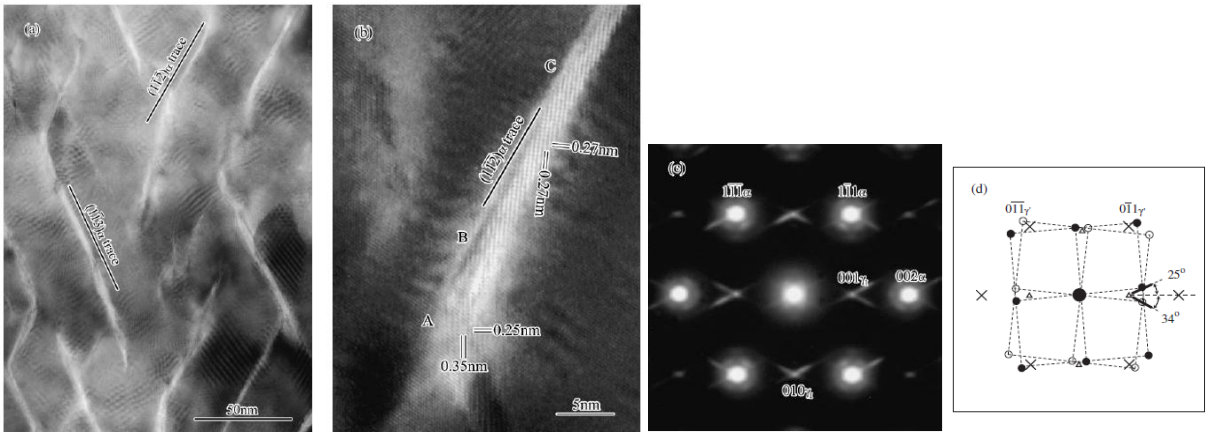



Figure 11 : Mise en évidence de la phase γI-BeCu, après un traitement de stress-ageing + 144h à 275°C sans contrainte - a et b : champs clair - c : diffraction électronique - d : schéma de principe[2]

A 300°C, 30 minutes suffisent pour permettre la formation de γI-BeCu [10], qui continuera sa croissance jusqu'à 21h de traitement. Au-delà de ce temps, cette phase se dissout.

### e) $\gamma_{ORI}$'-BeCu

Sans déformation préalable, c'est avec une trempe directe de 18h à 300°C que Geisler et al. [6] mettent en évidence sa présence. Grâce à ces observations, il est possible de déterminer à la fois la structure cristalline et les plans d'habitats de cette phase. En effet, une cohérence du plan (120) $\gamma_{ORI}$' avec le plan (112)α est mise en évidence et expliquée par un glissement des atomes le long de la direction [111] couplé à une contraction de la maille de 15% suivant le plan (112).

### f) $\gamma_{ORII}$'-BeCu

Les images HRTEM obtenues après un traitement "stress-ageing" [2], prolongé par un traitement de 144h à 275°C identifient clairement la présence et la morphologie de la phase $\gamma_{ORII}$'-BeCu (Figure 11). A 300°C, 20h sont nécessaires pour former cette phase[13]; elle se dissout après 48h de traitement. En trempe directe à 350°C, c'est en 7 minutes que cette phase se forme (Figure 12)[14]. Elle continuera de croitre jusqu'à 30 minutes de traitement (Figure 13). On précise par ailleurs que $\gamma_{ORII}$'-BeCu s'est alors formée directement des zones de Guinier-Preston. A 400°C en trempe directe, c'est au bout de 5 minutes que son observation est possible; et après seulement 3 minutes à 410°C, où son plan d'habitat est le plan $(113)_{\alpha}$ de la matrice. La phase $\gamma_{ORII}$'-BeCu a également pu être identifiée après 10min à 450°C.

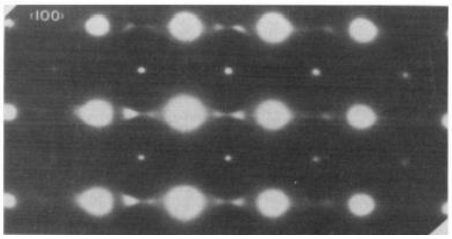



**Figure 12 : Clichés de diffraction TEM d'un CuBe2 vieilli 7 minutes à 350°C, après une trempe directe[14]**

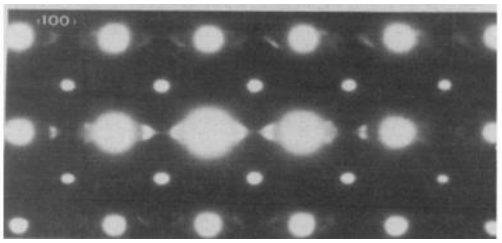



**Figure 13 : Clichés de diffraction TEM d'un CuBe2 vieilli 30 minutes à 350°C, après une trempe directe[14]**

### g) $\gamma_{M}$-BeCu

La phase $\gamma_{M}$-BeCu a été rapportée dans un unique article[11], et n'a jamais été investiguée après. Elle apparait dans des échantillons synthétisés, remis en solution solide (820°C - 2h), déformés mécaniquement par laminage à des taux de déformation très important (90% de réduction), puis revenus à 320°C (Figure 14). On observe sur la Figure 15 que la formation de $\gamma_{M}$-BeCu ne débute qu'à partir de 2h45min. Le maximum de phase formée à ces niveaux de déformation et température, 4% en fraction volumique, est atteint après 111h de traitement, puis une décroissance s'amorce, et continuera jusqu'à 555h30min.

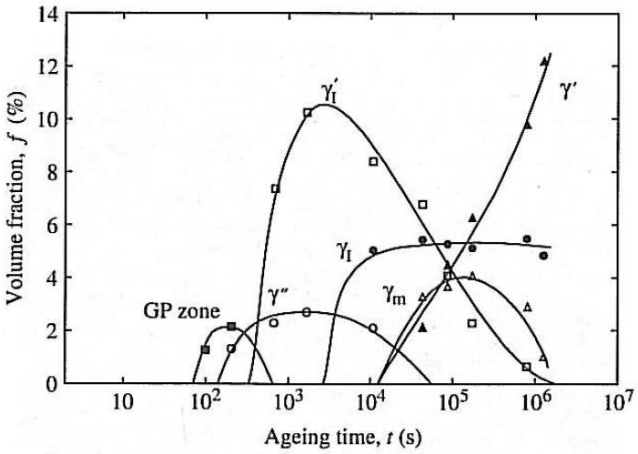



**Figure 14 : Graphique reliant les fractions volumiques des phases métastables en fonction du temps de traitement thermique à 320°C, pour un échantillon possédant un taux de déformation initial de 90%**[11]

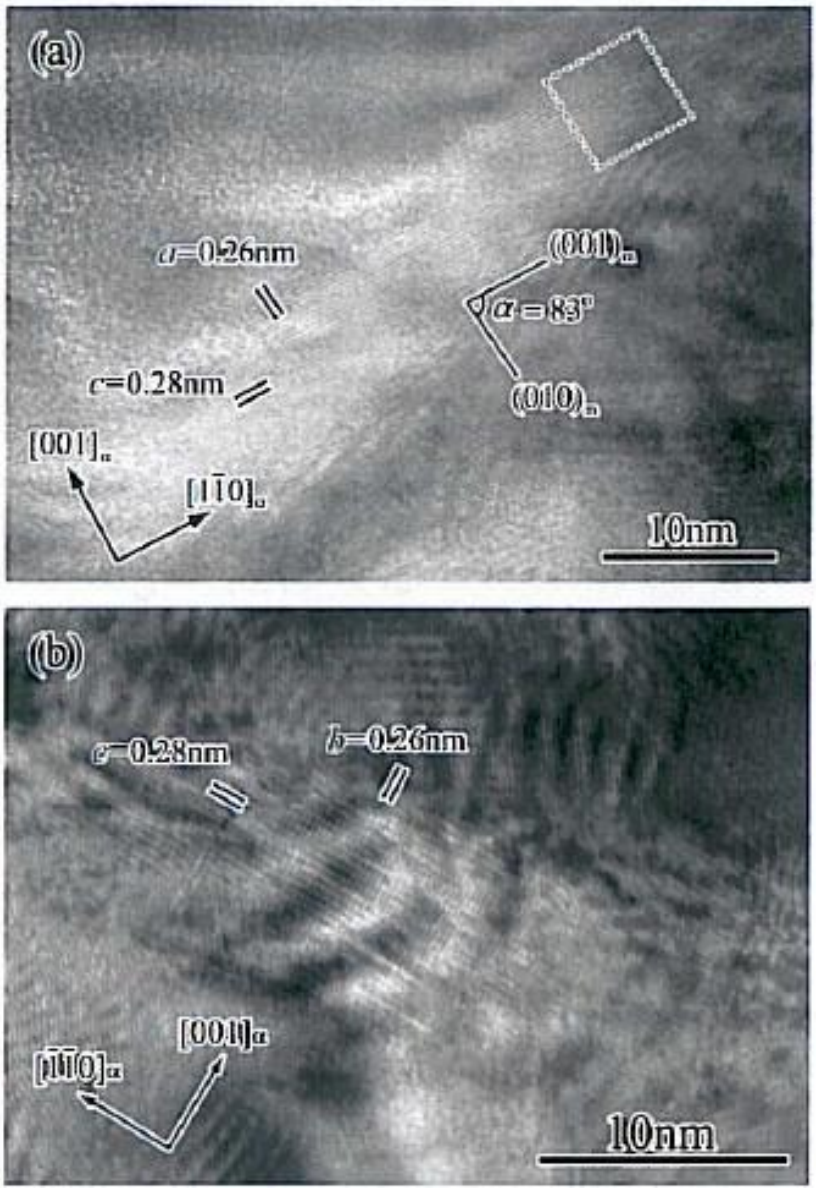



**Figure 15 : Mise en évidence de la phase $\gamma_M$, après 220h à 320°C, pour un échantillon possédant un taux de déformation initial de 90% (a - champs clair pris suivant l'axe de zone $[110]_\alpha$) (b - champs clair pris suivant l'axe de zone $[1\bar{1}0]_\alpha$)**[11]

## h) γ-BeCu

### *Précipitation continue :*

La précipitation continue de la phase γ-BeCu ne s'amorce pas avant 300°C. A cette température, en 7h de traitement, les mesures en chambre Debye-Scherrer montrent l'apparition de cette phase[10]. En 48h de traitement, Yamamoto et al.[13] observent l'apparition de légères taches de diffraction TEM, caractéristiques de cette phase. Un temps de chauffe porté à 260h confirmera ces observations. A 315°C, la formation de γ-BeCu débute en 24h; deux taches distinctes provenant d'un réseau cristallin ayant un paramètre de maille de 0,270nm apparaissent (Figure 16)[1]. L'observation micrographique de ces tâches de diffraction révèle une importante striation, conséquence de platelets de 40nm de diamètre (Figure 17). Après 100h, les effets de striation disparaissent; seuls restent les platelets γ-BeCu dont le diamètre augmente jusqu'à atteindre 100nm (Figure 18). Des temps encore plus importants (168h et 285h) seront nécessaires pour déterminer la relation d'orientation de cette phase, qui croit sur les plans {113} de la matrice.

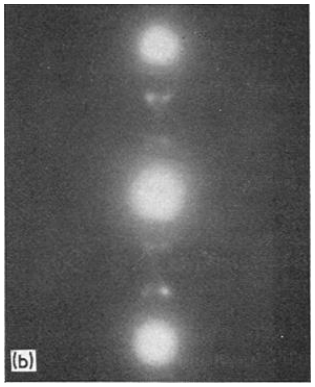



**Figure 16 : Cliché de points (diffraction électronique) après un traitement de 24h à 315°C[1]**

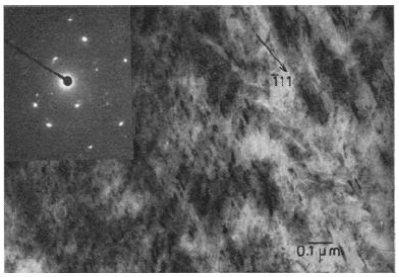



**Figure 17 : Cliché champs clair obtenu après un traitement de 24h à 315°C - la croisssance de γ-BeCu s'accompagne de striations[1]**

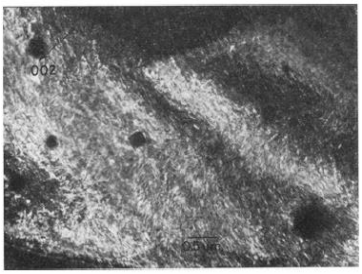



**Figure 18 : Cliché champs clair obtenu après un traitement de 100h à 315°C - les précipités γ-BeCu intra-granulaires atteignent 100nm[1]**

Shimizu et al.[9] observeront des échantillons traités à 350°C. En 1h10min, on commence à détecter l'apparition de γ-BeCu, Figure 19. Après 5h, les taches de diffraction de la phase γ-BeCu sont réellement identifiables, Figure 20. Des observations similaires ont également été réalisées à 400h, après 76h40min de traitement[15]. Après 14h à 420°C, les taches de diffraction des rayons X mettent en évidence la présence de γ-BeCu, que Guinier et Jacquet[5] corrèle avec l'augmentation de dureté à 155HV (82 Rockwell). Des temps de traitement extrêmement longs (950h à 435°C) permettent aux précipités d'atteindre une taille micrométrique, Figure 21[15]. A 540°C, la formation de γ-BeCu intra-granulaire s'amorce en 3h48min, Figure 22. Pour des durées supérieures (8h48min), des diamètres de plusieurs micromètres sont observables, Figure 23. Enfin, après 100h à 600°C en trempe directe, Geisler et al.[6] observe γ-BeCu.

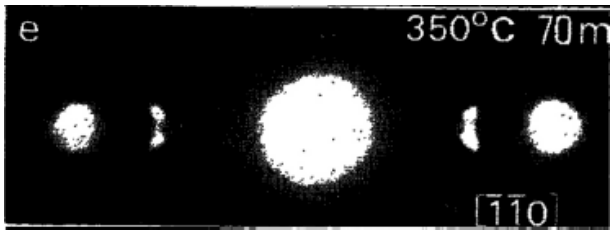



Figure 19 : Cliché de points (diffraction électronique) après un traitement de 1h10min à 350°C[9]

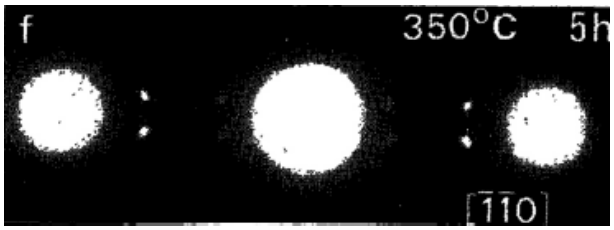



Figure 20 : Cliché de points (diffraction électronique) après un traitement de 5h à 350°C[9]

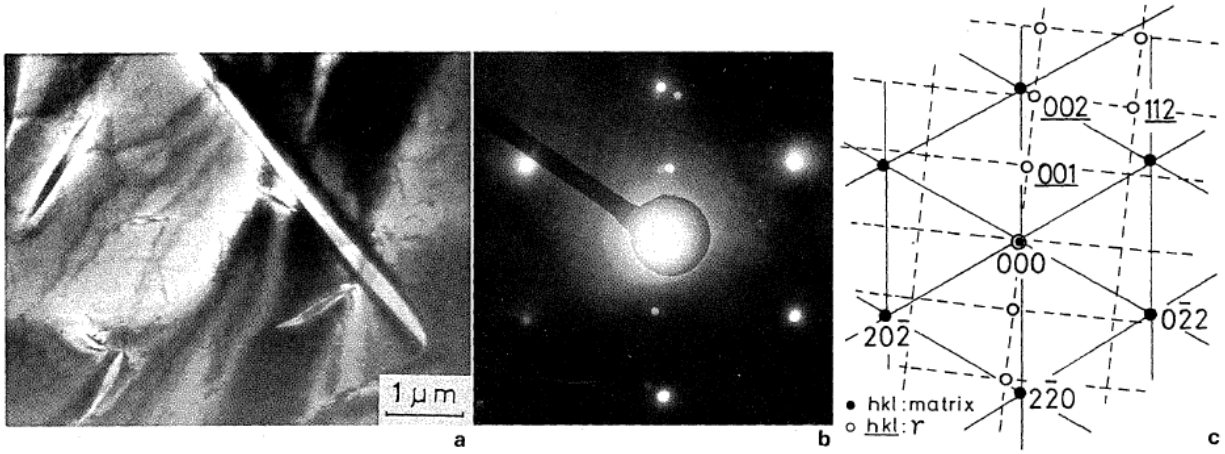



Figure 21 : Microstructure d'un alliage Cu-0,9Be, vieilli 950h à 435°C - a : champs clair - b : diffraction électronique - c : schéma de principe[15]




Figure 22 : Croissance de la phase γ-BeCu intra-granulaire, après 3h48min à 540°C[15]

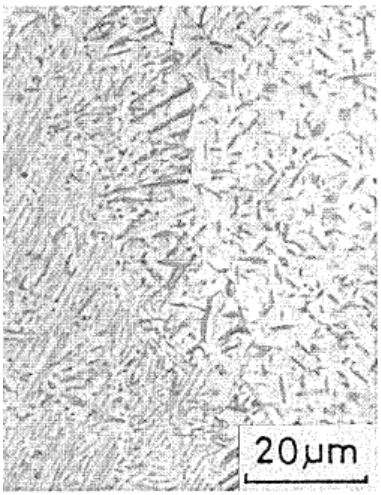



Figure 23 : Croissance de la phase γ-BeCu intra-granulaire, après 8h48min à 540°C[15]

## *Précipitation discontinue :*

Les premiers nodules apparaissant le long des joints de grains, et possédant la structure cristalline de γ-BeCu sont mis en évidence après 20h de chauffe à 200°C (Figure 24)[1]. A 250°C, l'équipe de Tsubakino[15] rapporte la formation d'îlots caractéristiques après 17h de traitement.

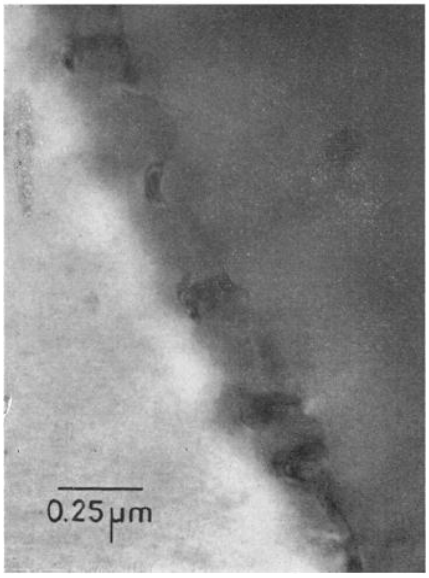



**Figure 24 : Début de précipitation de la phase γ-BeCu inter-granulaire, après 20h à 200°C[1]**

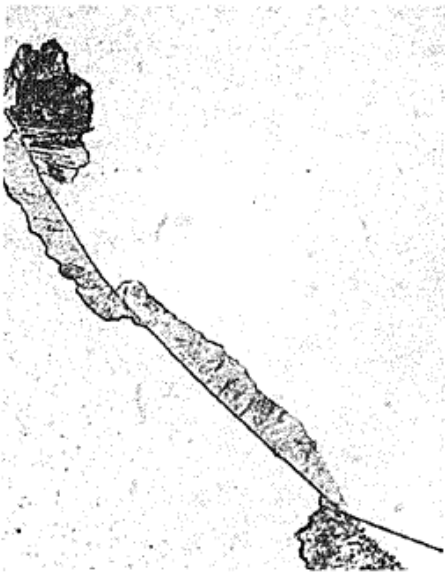


**Figure 25 : Apparition de la phase γ-BeCu inter-granulaire, après 15min à 400°C[15]**

C'est seulement lorsque la précipitation continue est terminée, après 1000h, que la précipitation discontinue croit fortement à l'intérieur des grains. A 315°C, les premières traces de cette précipitation apparaissent en 3h. Ces précipités lamellaires fins décorent les joints de grains, puis grandissent jusqu'à atteindre 1,5µm après 100h. A 400°C, cette phase γ-BeCu apparait en 15 minutes (Figure 25)[15]. Ces résultats rejoignent ceux de Gruhl et Wassermann[10], qui l'observaient en 30min. Si la taille des zones γ-BeCu discontinue augmente depuis le joint de grain jusqu'au cœur du grain, la morphologie des lamelles évolue également (Figure 26). Après 240h de traitement, il apparait que l'espace inter-lamellaire augmente, proportionnellement à la taille des lamelles (Figure 27)[15].



**Figure 26 : Evolution de la morphologie des lamelles γ-BeCu inter-granulaire, après 1h à 400°C[15]**

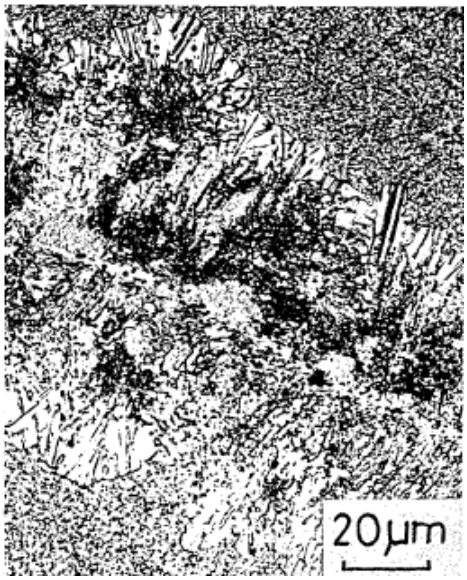



**Figure 27 : Evolution de la morphologie des lamelles γ-BeCu inter-granulaire, après 240h à 400°C[15]**

A 425°C, la formation de cette phase est encore plus prononcée. En 24h, les zones de précipitation inter-granulaire ont entièrement pénétré au sein des grains (Figure 28)[1]. Il devient alors impossible de différentier la précipitation continue de la discontinue. Après 800h de traitement, une transition apparait de γ-BeCu discontinue à γ-BeCu stable (Figure 29). A 540°C, 20 minutes sont nécessaires pour commencer à dessiner les joints de grains (Figure 30)[15]. Elle s'intensifie jusqu'à 3h48min de traitements (Figure 31), durée à partir de laquelle la précipitation continue devient prioritaire (Figure 32). Il est à noter que, de manière générale, la précipitation discontinue varie fortement d'un grain à l'autre car le facteur de mobilité du joint de grain et le facteur de diffusion au joint de grain dépendent de la nature même du joint de grain. Des différences de cinétique de précipitation en fonction de l'orientation de deux grains adjacents ont été notamment observées par Monzen et al.[16].

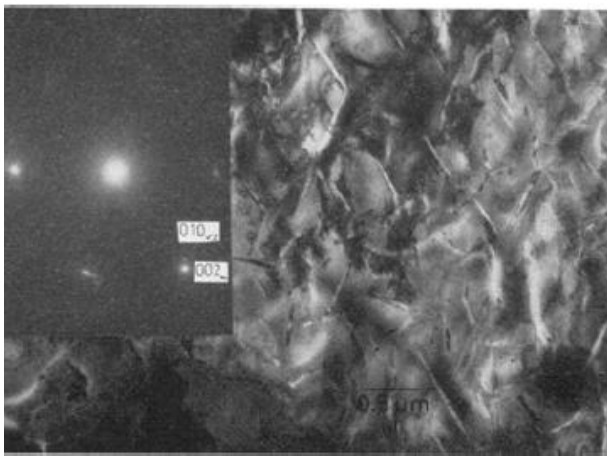


**Figure 28 : Evolution de la phase γ-BeCu, après 24h à 425°C[1]**

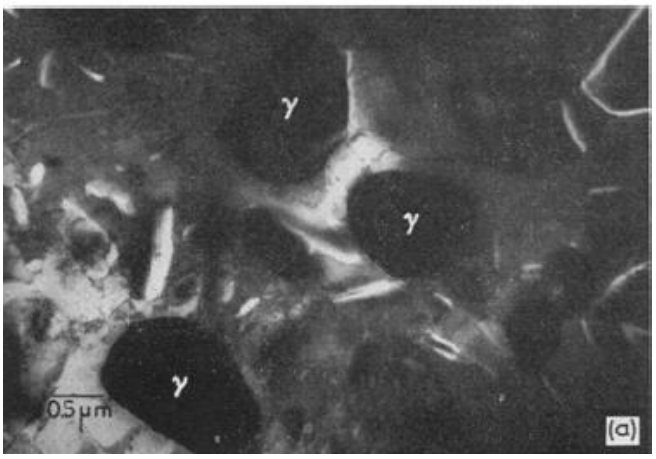



**Figure 29 : Evolution de la phase γ-BeCu, après 800h à 425°C[1]**

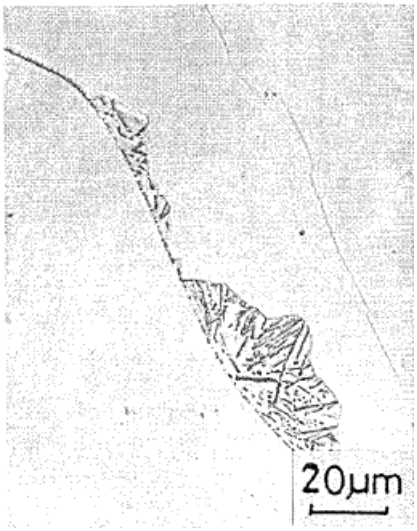



**Figure 30 : Croissance de la phase γ-BeCu, après 20min à 540°C[15]**




**Figure 31 : Croissance de la phase γ-BeCu, après 3h48min à 540°C[15]**

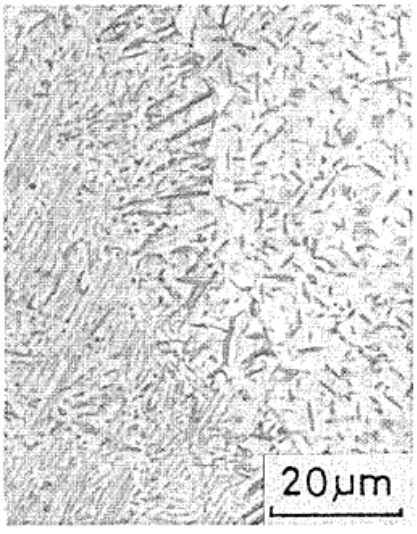



**Figure 32 : Croissance de la phase γ-BeCu, après 8h48min à 525°C[15]**

## 4) Séquence de précipitation

La séquence de précipitation des alliages type C17300 est encore mal comprise par l'ensemble de la littérature. Beaucoup d'auteurs ont cherché une corrélation entre leurs résultats, afin de proposer une séquence en accord avec leurs observations. Malheureusement, tous les modèles proposés, de Guinier[5] à Monzen[2], sont mis en défaut par d'autres chercheurs. Cette séquence est complexe, au sens où elle ne correspond pas à une séquence classique de type: $SSSS \rightarrow \theta'' \rightarrow \theta' \rightarrow \theta$, connue pour décrire l'évolution des précipités dans les alliages aluminium-cuivre. La difficulté de décrire la séquence de précipitation provient notamment du fait que de nombreux facteurs interviennent au cours de cette séquence. La composition chimique de l'alliage (taux de béryllium et taux d'éléments d'addition), la variation de paramètre de maille de la matrice durant le traitement (suivant une loi de Végard) et la cinétique de précipitation de chaque phase (variable pour différents taux de déformation initiaux et temps/températures de traitement) contribuent à compliquer la compréhension de la séquence de précipitation. Dans cette partie, les points de vue de différents auteurs sont exposés.

Tout d'abord, Shimizu et al.[9] amorce une réflexion sur la séquence de précipitation : $SSSS \rightarrow G.P.Zones \rightarrow \gamma''$ puis $\gamma_I \rightarrow \gamma$, appuyée sur les observations de Gruhl et Wassermann[10]. Dans cette description, les défauts présents dans la matrice servent d'amorces à la croissance des zones de Guinier-Preston. Les atomes de béryllium quittent progressivement la matrice sursaturée, et s'arrangent sous la forme d'empilements monocouche de béryllium. Ils ne possèdent pas de maille cristallographique au sens conventionnel du terme. Ces monocouches peuvent atteindre quelques nanomètres de long. Lorsque la précipitation se poursuit, il est énergétiquement plus économe d'augmenter la largeur de ces zones plutôt que leur longueur; ces empilements cessent d'être monocouche. A partir de 2 couches, une première structure cristalline apparait; un précipité γ'' est formé. Le tétragonal primitif ordonné décrit possède les paramètres de mailles suivants: a = b = 0,253 nm et c = 0,29 nm. Son orientation, $(001)_\propto // (001)_\gamma$ et $[110]_\propto // [100]_\gamma$ est telle que la base du tétragone est directement inscrite dans les plans $(110)_\propto$ et $(\bar{1}10)_\propto$ de la matrice cubique face centrée. La seule opération nécessaire à sa formation est une contraction de la position des atomes suivant l'axe c de l'ordre de 19%. Cet écart est trop grand pour garder la cohérence avec la matrice et stabiliser cette phase.

Si le traitement de précipitation s'intensifie, cette équipe observe l'apparition de $\gamma_I$. Les auteurs n'arrivent cependant pas à expliquer le passage de la phase γ'' à la phase $\gamma_I$, et avancent l'hypothèse de mécanismes de formation différents pour ces deux phases. Cette phase $\gamma_I$ est également tétragonale primitive ordonnée, mais possède les paramètres de maille suivants: a = b = 0,250 nm et c = 0,354 nm, en accord avec la description de Gruhl et Wassermann[10]. Ces derniers décrivent alors la position de la maille $\gamma_I$ au sein de la matrice, par une relation d'orientation encore plus simple. La base du tétragone est

également inscrite dans les plans $(110)_\propto$ et $(\bar{1}10)_\propto$ de la matrice cubique face centrée, mais l'axe c ne nécessite alors aucune modification. La cohérence avec la matrice est alors très grande. Seul l'ordre apporté par la position des atomes de béryllium permet de séparer cette phase de la matrice; la phase obtenue est de type CuAu(I). Le passage de la phase $\gamma_I$ à la phase $\gamma$ est décrit, et requiert une contraction de 24% de l'axe c de $\gamma_I$ ainsi qu'une expansion de 7% suivant les axes a et b. De plus une légère rotation de 6.5° autour de l'axe $(010)_{\gamma_I}$ est également nécessaire. Ces opérations ne sont pas sans rappeler les transformations martensitiques (de CFC à CC) des aciers. Cette idée est par ailleurs renforcée par les observations microscopiques, où l'on peut voir apparaitre des bandes ayant un fort contraste. Si le mouvement des atomes de béryllium n'était que purement diffusionnel, ces bandes n'apparaitraient pas.

Une vision complémentaire a été portée par les études de Geisler et al.[6]. Bien qu'ils décrivent la présence consécutive de trois précipités différents, ils ne parviennent pas à identifier si leur nucléation est indépendante ou provient d'une séquence: $SSSS \rightarrow G.P.Zones \rightarrow \gamma_I' \rightarrow \gamma_{ORII}' \rightarrow \gamma$.

Plusieurs approches, notamment les travaux de Bonfield et Edwards[1] mais également ceux de Rioja et Laughlin[14], ont tenté d'expliquer cette séquence, mais sans réel succès; l'étude calorimétrique de Yamamoto et al.[13] poursuit ces réflexions. C'est l'équipe de Monzen[2] qui proposera une séquence légèrement plus compliquée, regroupant de nombreuses descriptions, du type :

$$SSSS \rightarrow G.P.Zones \rightarrow \gamma'' \rightarrow \ \gamma_I' \rightarrow \gamma_I + \gamma_{ORI}' + \gamma_{ORII}' \rightarrow \gamma_{ORI} + \gamma_{ORII}$$

Cette explication se base sur la séquence détaillée plus haut. La démarche exposée ci-après repose en partie sur des observations HRTEM, et notamment sur le nombre de couches constituant les différents précipités. Ici aussi, les zones de Guinier-Preston se forment sur les défauts présents dans la matrice, et ne sont que des empilements monocouche de béryllium. Le passage des zones G.P. à γ'' est en accord avec la description de Shimizu et al.[9]. Cette phase se compose d'un alignement de deux à trois couches de béryllium. Elle constitue également l'état précurseur de la phase $\gamma_I'$. En effet, $\gamma_I'$ est constituée d'un empilement de quatre à dix couches, et grandit suivant une orientation de Nishiyama-Wassermann, $(\bar{1}\bar{1}1)_\propto // (\bar{1}10)_{\gamma_I'}$ et $[\bar{1}10]_\propto // [001]_{\gamma_I'}$. Lorsque la précipitation se poursuit, cette phase devient énergétiquement instable et les atomes vont alors se réorganiser pour minimiser l'énergie du système. Un cliché haute résolution montre alors la formation d'un précipité de grande taille (une centaine de couches) comprenant simultanément les phases $\gamma_I$ + $\gamma_{ORI}'$ + $\gamma_{ORII}'$. Cette transition graduelle de $\gamma_I$ (7 couches) vers $\gamma_{ORI}'$ + $\gamma_{ORII}'$ (18 couches) s'accompagne d'un changement de plan d'habitat du précipité. La phase $\gamma_I$ s'organise suivant une orientation de Bain, et croit directement depuis les précipités $\gamma_I'$. Si la séquence est poursuivie, $\gamma_{ORI}'$ prend la relation d'orientation $(1\bar{1}\bar{2})_\propto // (0\bar{1}\bar{2})_\gamma$ et $[110]_\propto // [100]_\gamma$ et $\gamma_{ORII}'$ prend la relation d'orientation $(1\bar{1}3)_\propto // (0\bar{1}3)_\gamma$ et $[110]_\propto // [100]_\gamma$. Ces transitions sont expliquées par une

rotation de 8,5° autour de l'axe $[110]_{\alpha}$ qui amène les atomes à leurs positions. Ces observations contredisent les hypothèses de séquence avancées par Rioja et Laughlin[14], qui montrent que la phase $\gamma_{ORI}$' apparait d'abord, puis évolue et change de plan d'habitat jusqu'à atteindre $\gamma_{ORII}$' ; ici, leur croissance est simultanée. Ces précipités vont alors croitre en utilisant le béryllium extrait de la matrice. Leur croissance continue jusqu'à ce qu'une structure plus stable puisse apparaitre. Conservant les mêmes orientations cristallographiques, et par un jeu de contraction/expansion de la maille au cours du traitement, ces précipités sont les prémices nécessaires à la formation des phases $\gamma_{ORI}$ et $\gamma_{ORII}$ intra-granulaires. Ces mouvements d'atomes vont conduire les phases $\gamma$ à se stabiliser suivant deux structures cristallines très proches, cubique primitive ordonnée, $\gamma_{ORI}$ ayant un paramètre de maille de 0,280 nm et $\gamma_{ORII}$ de 0,268 nm.

La précipitation discontinue joue également un rôle important. Très étudiée par Bonfield et Edwards[1], la cinétique de diffusion du béryllium depuis la matrice jusqu'aux joints de grains dépend principalement de la température de traitement.

En dessous de 380°C, la précipitation continue est le mécanisme prioritaire. La précipitation discontinue se contente alors de décorer les joints de grains. Au delà de 380°C, c'est la précipitation discontinue qui prédomine. Elle peut devenir suffisamment importante pour arrêter la précipitation continue, et s'étendre du joint de grain jusqu'au cœur du grain. La

Figure 33 est une représentation schématique du lien unissant les cinétiques de précipitation continue et discontinue. Ces observations seront confirmées et détaillées par Tsubakino et al.[15].

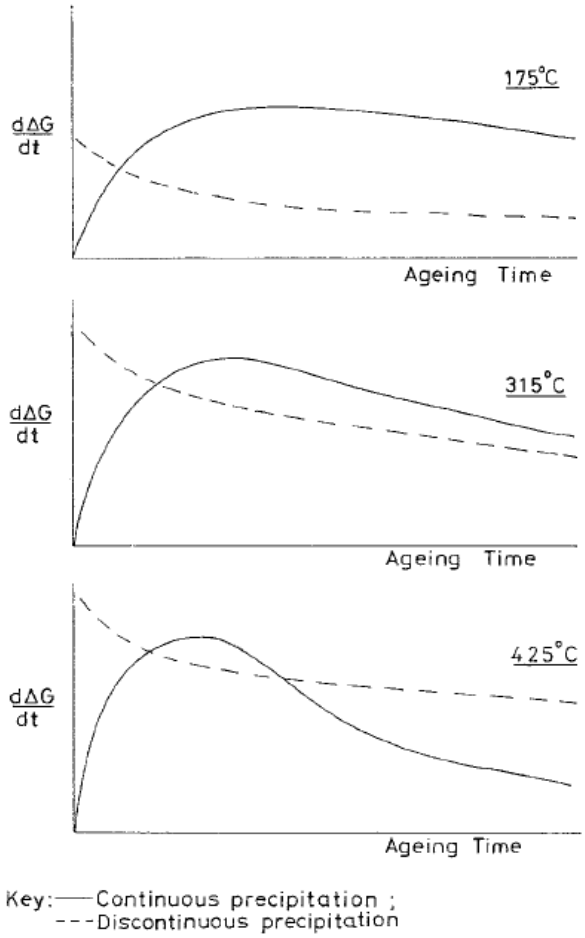



**Figure 33 : Schématisation des cinétiques de précipitation des modes "continue" et "discontinue"[15]**

Une vision très différente est portée par les équipes de Khachaturyan[18] et de Houska[19]. Leur postulat de départ repose sur l'évolution du paramètre de maille de la matrice en fonction du taux de béryllium en solution solide. Cette loi de Végard montre une contraction progressive et importante de la maille α-Cu au cours du traitement de précipitation, générant de fortes contraintes élastiques. L'arrangement des atomes de béryllium conduit alors à l'obtention d'une matrice dans un état contraint. Les phases métastables ne sont alors plus considérées comme des phases indépendantes, mais comme des états contraints de la phase stable γ, avec comme paramètre de maille: a = b = c = 0,270 nm. Soumis à ces contraintes élastiques très importantes, la phase γ prend temporairement une structure cristallographique différente, pour pouvoir accommoder ces déformations. Cette hypothèse est appuyée par une série de mesures par diffraction des rayons X pour différents temps de traitement, à 315°C. A l'état trempé, seul un pic de diffraction correspondant à la phase β-BeCo (béryllides) est présent. Deux positions sont relevées avec un rayonnement de Cuivre $K_{\alpha 1}$, 33,7° et 60,3°, traces des plans (001) et (111) respectivement. Conformément au reste de la bibliographie de cette phase, aucune évolution n'est observée entre l'état trempé et 168h de traitement. Après 30 minutes de traitement, un pic (noté $C_D$) diffus apparait sur la Figure 34; sa position sur le diffractogramme équivaut à une distance inter-réticulaire de 0,2577 nm. Lorsque le traitement thermique est porté à 3h, un couple de pics correspondant à la précipitation

discontinue de la phase γ apparait. Leurs positions ne laissent aucun doute quant à la structure cristallographique de la phase: cubique primitive ordonnée, paramètre de maille égal à 0,270 nm. Un triplet de pics est tout aussi présent. Le premier de ces pics ($C_T$) apparait pour une position 2θ autour de 32°; ce pic est très diffus, il est alors difficile de le séparer du bruit de fond. Le deuxième de ces pics est à 34,78°. Beaucoup plus net, il est l'évolution du pic $C_D$ observé à 30 minutes. Enfin, un troisième pic diffus est également présent à une position proche de 59,8°.

Porté à 24h, puis à 168h de traitement, ces pics vont encore continuer leurs décalages progressifs. Le pic $C_T$ va atteindre un paramètre de maille égal à 0,275 nm, alors que $C_D$ va modifier sa distance inter-réticulaire de 0,2577 nm jusqu'à atteindre 0,2697 nm.

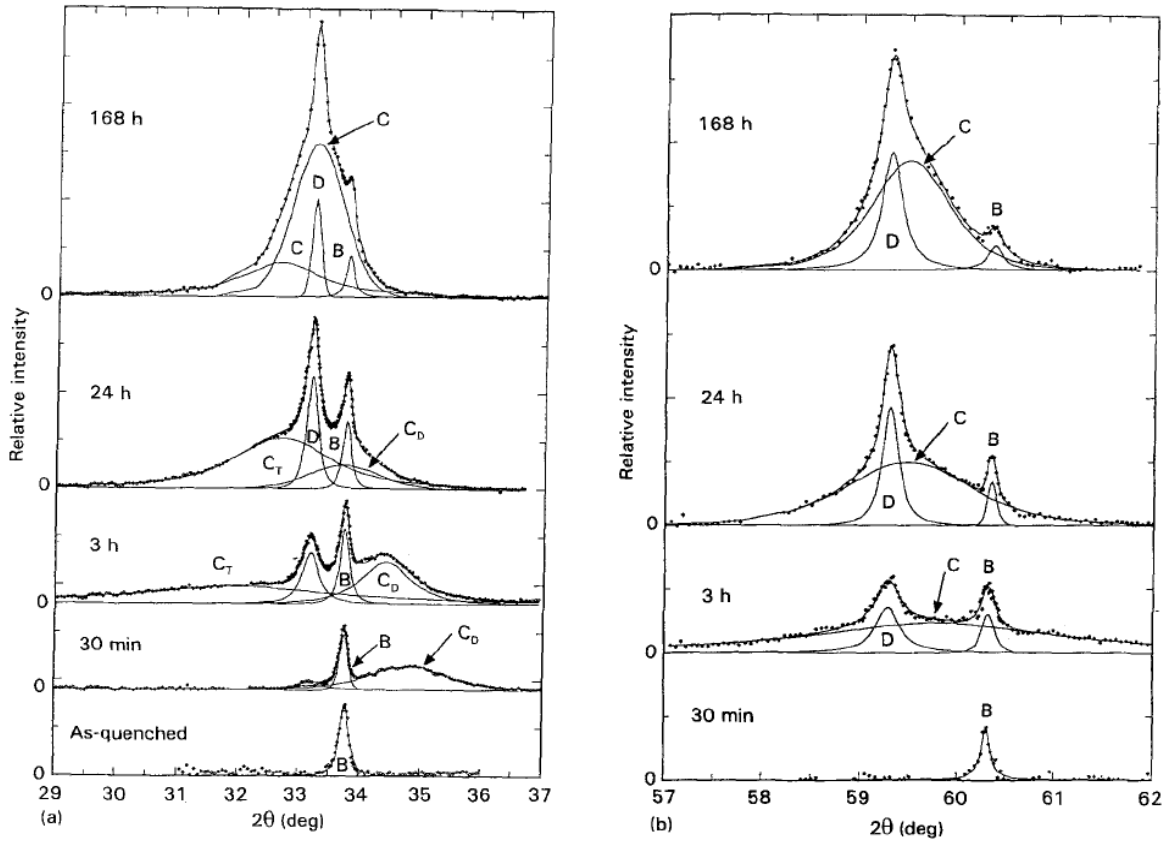



**Figure 34 : Evolution des pics de diffraction des rayons X pour différents temps de traitements thermiques, à 315°C[19]**

L'évolution de la position de ces pics montre une progression continue de la valeur du paramètre de maille de la structure γ, qui tend vers son état d'équilibre, atteint après des temps de traitement très long. Ces études démontrent par la même occasion, et ce grâce à une estimation de la valeur des contraintes élastiques nécessaires pour atteindre ces positions d'atomes intermédiaires, que les phases γ'' et $\gamma_I$ peuvent être interpréter comme des versions élastiquement contraintes de la phase γ. Ces états intermédiaires sont de type tétragonal primitif ordonnée, et tendent à revenir à leur état d'équilibre : cubique primitif ordonné.

Il est intéressant de souligner que cette approche est la seule permettant d'expliquer la présence de la phase $\gamma_M$ observée par Monzen et al.[11]. En effet, si dans leur étude, ces

auteurs décrivent la phase $\gamma_M$ (structure cristallographique et paramètre de maille), ils n'apportent aucun élément quant à sa nucléation ou sa dissolution. Cette phase possède une signature très particulière, car ses paramètres de maille sont les seuls à être très différents de ceux des phases métastables; ne laissant aucun doute d'indexation. Les travaux de Houska[19] sont alors les seuls à expliquer la formation de cette phase $\gamma_M$; elle serait ainsi une version de la phase $\gamma$ contrainte par la contraction de la matrice durant l'appauvrissement en béryllium, qui évoluerait progressivement vers sa version stable.

## 5) Réversion

La réversion consiste en une montée en température très rapide et très brève, couramment au-dessus du solvus des phases métastables. Bien connu dans le cas des alliages base aluminium à durcissement par précipitation (par exemple, les aluminiums au cuivre de la série 2XXX, comme les AlCuMg), il vise à l'adoucissement des alliages durcis, plus exactement, au retour (partiel ou total) de leurs caractéristiques mécaniques à l'état recuit-trempé. Un temps de maintien de quelques secondes est suffisant pour permettre une baisse de dureté significative de la dureté. Le cuivre-béryllium se prête également au phénomène de réversion.

C'est Gruhl[20] qui a été le premier à rapporter des effets de réversion dans ces alliages. Son étude couplée des évolutions de la résistance électrique et des taches de diffraction des rayons X, pour différents types de traitement thermique, a permis de mettre en évidence des effets de réversion à 420°C. Un alliage ayant subi un traitement thermique de 850h à 200°C a vu sa résistivité revenir à sa valeur de référence (état mis en solution) après 3 minutes de traitement thermique. De plus, les taches de diffractions correspondant à une phase intermédiaire, métastable, ont disparu suite à ce traitement. Ces deux observations montrent que, sous certaines conditions, une réversion totale est possible pour les alliages cuivre-béryllium.

Une étude très détaillée comparant alliages purs (deux nuances: 1,91wt%Be et 1,64wt%Be) et alliages industriels (comprenant des éléments d'additions) a été menée par Mishima et al.[21]. On note que tous les résultats concernant la nuance 1,64wt%Be ont des tendances rigoureusement identiques à la nuance 1,91wt%Be, avec un offset de -70°C à -100°C. En effet, un taux plus important de béryllium augmente les températures de réversion.

Les résultats condensés sur la Figure 35 montrent l'évolution d'alliages 1,91wt%Be traités d'abord 4h à 150°C (230HV), puis à différentes températures, allant de 200°C à 500°C, sur des durées s'étalant de quelques secondes à 4h. Si à 300°C, la baisse de dureté est insignifiante, il est intéressant de constater que, avec une augmentation de température, cette chute devient de plus en plus prononcée. La dureté reprend sa valeur initiale (état mise en solution) à partir de traitements à 430°C, après 5 secondes de traitements. Une réversion de 10 secondes à 450°C a montré un retour à la dureté

initiale sur les échantillons dont le gain de dureté ne provient que de la formation de zones G.P.; traités à 150°C, pour des durées allant jusqu'à 100h. Près de 200HV peuvent être perdus par réversion.

Pour les alliages durcis à 250°C, si la durée de traitement n'excède pas 4h, la réversion (10 secondes à 450°C) peut être totale. Au delà de ces 10 secondes, la réversion est partielle. Ce changement de comportement provient de la nature même des précipités, et tout particulièrement d'un changement de leur morphologie. La même observation est faite pour des échantillons durcis à 310°C. A cette température, les soixante premières secondes permettent d'atteindre une réversion totale; puis ses effets diminuent progressivement pour des traitements allant de 2min à 1h, et deviennent presque nuls pour des temps de traitement supérieurs. Une fois encore, on observe que la morphologie des platelets très fins, voire des monocouches de béryllium, est très sensible à la réversion. Lorsque la taille de ces précipités augmente, leur dissolution est de moins en moins marquée, jusqu'à devenir inexistante dans le cas de la précipitation discontinue. La diffusion du béryllium depuis les précipités vers la matrice est donc capable de s'opérer très rapidement, mais sur des distances de diffusion très courtes.

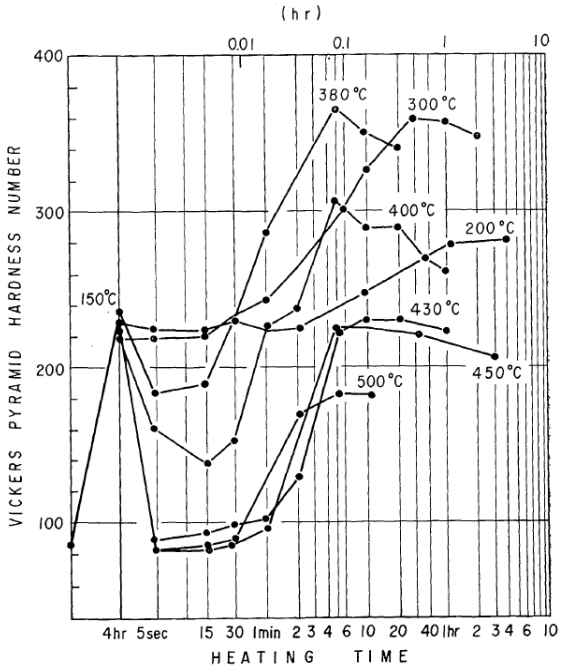



**Figure 35 : Influence du temps de maintien, pour des températures allant de 200°C à 500°C, sur l'évolution de la dureté après un traitement de 4h à 150°C[21]**

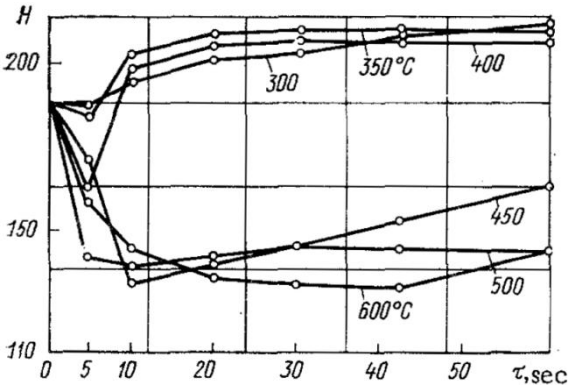



**Figure 36 : Influence du temps de maintien, pour des températures allant de 300°C à 600°C, sur l'évolution de la dureté après un traitement de 1h30min à 230°C[21]**

On note également que la cinétique de durcissement après réversion est affectée. Dans le cas où le matériau initial comporte des précipités métastables, la cinétique de durcissement est égale à la vitesse de durcissement originale. Les auteurs mettent en avant que l'état obtenu après réversion est très semblable à l'état trempé. Dans le cas où le matériau initial ne comporte que des zones G.P., on observe que la vitesse de re-durcissement est extrêmement retardée (de 200 à 300 fois plus lent).

Tkhagapsoev[22] propose une modélisation de ces phénomènes de réversion. Il explique, en outre, que les dimensions caractéristiques des platelets jouent un rôle majeur, aussi bien pour la distance de diffusion que pour la température minimale requise pour activer la réversion. Pour des disques ayant des diamètres de 1 à 5nm, et des épaisseurs de 0,3 à 0,5nm, la température de réversion est estimée entre 318 et 342°C. Pour des précipités plus importants, diamètres de 10 à 100nm et épaisseurs de 1 à 3nm, la température est comprise entre 350 et 500°C, Figure 36.

## B - Durcissement structural

Les alliages appartenant à la famille des cupro-bérylliums présentent d'excellentes caractéristiques mécaniques et physiques. Cette partie ne s'intéressera qu'aux gains de propriétés mécaniques, et pour mémoire, l'alliage de cette étude possède une haute limite d'élasticité (voisine de 1250 MPa), une résistance maximale à la traction et un allongement à la rupture qui peuvent atteindre respectivement 1390 MPa et 2,5 %.

La limite d'élasticité élevée et l'important allongement à rupture de ces alliages sont le résultat de plusieurs mécanismes de durcissement.

De manière assez simplifiée, il est admis que les propriétés mécaniques sont modifiées au cours du processus de précipitation. De la formation des zones de Guinier-Preston à l'apparition de la phase γ, le durcissement, faible au début, ne cesse de croitre jusqu'à atteindre une valeur maximale liée à la formation de la phase γ' en raison de la cohérence de ces précipités avec la matrice. La formation de la phase d'équilibre γ associée (généralement) à un sur-vieillissement entraîne un adoucissement lié à la perte de cohérence entre la phase et la matrice.

En plus des mécanismes de durcissement classiques, induits lors d'une déformation par écrouissage, il est possible de décomposer les mécanismes de durcissement propres aux alliages CuBe en deux familles :

- le durcissement par solution solide
- le durcissement par précipitation

### 1) Mécanismes de durcissement par solution solide

L'influence de la solution solide sur le durcissement des alliages métalliques est un problème aujourd'hui très bien connu. Une abondante littérature sur cette question décrit dans le détail ce phénomène[23,24]. Les effets de taille, d'ordre à courte distance, et de module sont responsables du durcissement par solution solide.

Les effets de taille sont à l'origine d'un durcissement lié au fait que l'atome inséré en solution solide provoque une variation du paramètre de maille du soluté considéré comme métal pur : la taille de l'atome de béryllium est beaucoup plus faible ($R_{Be}$= 1,12 Å et $R_{Cu}$= 1,35 Å), ce qui conduit à une différence de près de 15%. Cette variation locale de paramètre provoque une force d'obstacle sur la dislocation. Le durcissement apporté a été estimé dans le cas d'une solution solide par Kock et al.[25] :

$$\Delta = 2^{1/3}.M.\mu.\left[\frac{3}{10.a}.\frac{\partial a}{\partial c}\right]^{4/3}.c^{2/3}$$

où:

- $M$ est le facteur de Taylor
- μ le module de cisaillement
- $a$ le paramètre de maille
- $c$ la concentration en soluté

## 2) Mécanismes de durcissement par précipitation

La précipitation est le moyen le plus efficace d'obtenir un durcissement important dans les alliages cuivre-béryllium, comparativement au durcissement par solution solide ou par écrouissage.

### a) Généralités

Le durcissement structural par précipitation nécessite que la solubilité de l'élément d'addition augmente de manière significative avec la température. C'est après une trempe à partir de la température de remise en solution que l'alliage métastable sursaturé est obtenu. Le revenu permet aux éléments d'addition de diffuser en solution solide et d'approcher un état d'équilibre. Ce retour à l'équilibre conduit à la formation de précipités cohérents, semi-cohérents ou incohérents en fonction d'un certain nombre de paramètres : temps, température, concentration initiale, introduction d'une déformation plastique initiale...

Une courbe de durcissement par précipitation comporte généralement deux parties comme le rappelle la Figure 37.

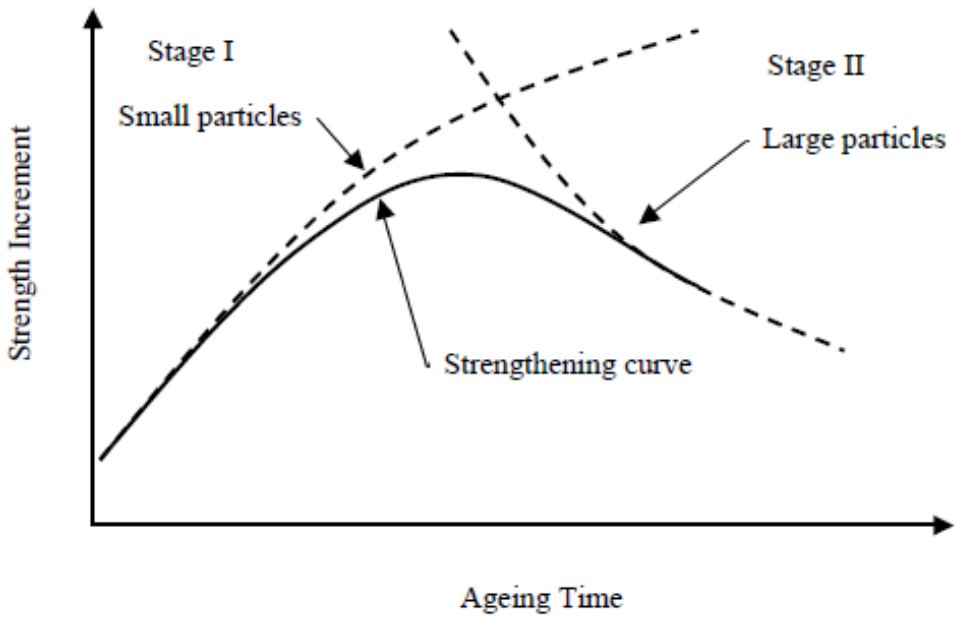



**Figure 37 : Schéma de principe de durcissement par précipitation**

Au cours de la première étape, la resistance au cisaillement des précipités apportée par les dislocations augmente. Au cours de la seconde étape, les dislocations sont amenées à contourner plutôt qu'à cisailler les précipités. Mais ce dernier effet conduit malgré tout à une augmentation la resistance si on la compare à celle d'un matériau remis en solution. On peut donc décrire cette courbe de durcissement par une étape réelle de durcissement (étape I) suivie d'une étape d'adoucissement correspondant au sur-veillissement (étape II).

Les mécanismes de durcissement ont été très longuement étudiés dans les alliages à durcissement par précipitation, en particulier dans les alliages base aluminium qui ont longtemps servis de modèle à ces études[26].

Dans les alliages à durcissement structural ou durcis par précipitation, les dislocations doivent franchir les précipités pour assurer la déformation plastique macroscopique.

Le franchissement peut se faire comme l'indique la Figure 38:

- par cisaillement pur : l'interface matrice/précipité doit être cohérente ou semi-cohérente pour permettre le cisaillement
- par contournement (mécanisme de contournement d'Orowan).

Dans l'état sous-revenu, les précipités sont d'une façon assez générale cohérents avec la matrice, leur taille est petite et leur densité est élevée : le cisaillement par les dislocations est facilité dans ce cas.

Dans l'état sur-revenu, les précipités ont une taille plus importante et perdent leur cohérence avec la matrice. Leur quantité plus faible conduit à une augmentation de leur espacement. Ils peuvent être par ailleurs plus difficiles à cisailler suivant leurs propriétés mécaniques propres. En conséquence, ils peuvent être facilement franchis par les dislocations par le mécanisme de contournement. En contournant le précipité, la dislocation laisse une boucle qui sépare la partie cisaillée de la matrice de la partie non cisaillée du précipité.

Dans le cas d'un revenu dit « au pic », la situation est intermédiaire. Ici, la mobilité des dislocations est limitée : les précipités ne peuvent être ni cisaillés facilement, ni contournés facilement. La dureté obtenue est donc maximale.

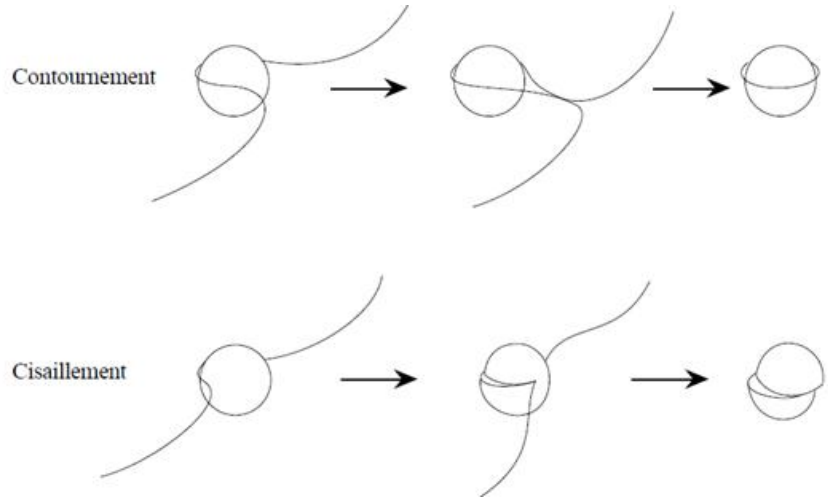



**Figure 38 : Mécanismes de franchissement d'un précipité par une dislocation**

## b) Interactions dislocations/précipités et durcissement

Comme nous l'avons rappelé, la déformation plastique des alliages à durcissement structural s'effectue par franchissement des précipités, soit par cisaillement, soit par contournement (Figure 38). La nature de l'interface précipité/matrice joue ici un rôle majeur : le cisaillement ne sera possible que si l'interface est cohérente ou semi-cohérente.

De nombreux mécanismes de durcissement ont été étudiés et proposés dans la littérature (ils peuvent bien sûr agir simultanément). Le Tableau 4 extrait des travaux de Guo et Sha[27] présente les différents mécanismes de durcissement et le gain $\Delta\tau$ (ou $\Delta$ ) généré (on notera que dans la terminologie de ces auteurs, *softening* signifie un adoucissement d'un matériau déjà durci, on se situe ici dans la zone II, après le pic de durcissement de la Figure 37) :

Table 1 Different mechanisms for precipitation hardening.

| Strengthening mechanism | Expression for CRSS $\Delta\tau_y$ | Strengthening or softening | Refs. |
|---|---|---|---|
| Chemical | $2G\left(\frac{3}{\pi}\right)^{1/2}\left(\frac{\gamma_s}{Gb}\right)^{3/2}\left(\frac{b}{r}\right)f^{1/2}$ | Softening* | Martin[11] |
| Stacking-fault | $\propto (\Delta\gamma)^{3/2}b^{-1/2}(r\cdot f)^{1/2}$ | Strengthening | Martin[11] |
| Modulus | $\frac{0.9T_1}{b}\left(\frac{\Delta G}{G}\right)^{\frac{3}{2}}\left(2b\ln\left(\frac{2r}{f^{1/2}b}\right)\right)^{-\frac{3}{2}}(r\cdot f)^{1/2}$ | Strengthening | Melander & Persson[18] |
| | Decreases when $r$ increases | Softening | Russel & Brown[19] |
| Order | $\frac{\gamma_{apb}}{2b^2}\left(\left(\frac{3\pi^2\gamma_{apb}f\cdot r}{32T_1}\right)^{1/2}-f\right)$ | Strengthening | Martin[11] |
| Coherency | $4.1G\varepsilon^{3/2}f^{1/2}(r/b)^{1/2}$ | Strengthening | Gladman[8] |
| | $0.7G\varepsilon^{1/4}f^{1/2}(b/r)^{3/4}$ | Softening* | Gladman[8] |

*These statements were made based on the assumption that precipitation fraction is nearly equilibrium. If the number of precipitates does not change in the beginning of ageing, one will have $f \propto r^3$ and in turn $\Delta\tau_y \propto r^{1/2}$ for chemical hardening, *i.e.* strengthening rather than softening, and $\Delta\tau_y \propto r^{3/4}$ for

**Tableau 4 : Expression de la contrainte critique de cisaillement (CRSS) pour différents mécanismes de durcissement**

## C - Caractérisation microstructurale et mécanique

Les méthodes de caractérisation dédiées à l'analyse des alliages à durcissement par précipitation sont multiples : mesure de dureté, résistivité électrique, microscopie à différentes échelles (macro, micro, nano), techniques de diffraction. La complexité structurelle de ces alliages crée de nombreux obstacles à leur observation et caractérisation et chacune des méthodes employées ne permet d'obtenir qu'une information partielle. Cette partie regroupe les principales techniques expérimentales utilisées dans ce travail, et tente d'expliquer leurs ingéniosités comme leurs limites. La préparation des échantillons est également développée ici. Ces méthodes de caractérisation se déroulent à des échelles de mesure très différentes.

### 1) Microscopie électronique à balayage

Un moyen simple et efficace d'étudier un matériau à l'échelle microscopique est l'utilisation d'un microscope électronique à balayage (SEM - Scanning Electron Microscope) : obtention de la taille de grains, observation de la morphologie à l'échelle microscopique, analyse des phases présentes, détermination de l'orientation préférentielle locale, détermination des relations grains parents/enfants issus des transformations de phases, mesure de la densité de dislocation, ou encore analyse chimique locale. Dans cette étude, la majorité des analyses effectuées au SEM ont été conduites sur un microscope ZEISS - Supra40 (équipé d'un canon à effet de champ FEG), équipé d'une colonne GEMINI II.

#### a) Généralités

Lors de l'interaction faisceau d'électron incident/matière, une poire d'interaction d'un volume supérieur au micromètre cube est alors générée sur la surface de l'échantillon, Figure 39. Cette poire d'interaction peut être divisée en différents niveaux, chacun fournissant un type précis d'information. Dans cette étude n'ont été utilisés que les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés et les photons X issus du rayonnement de freinage ("Bremmstrahlung"). La taille de la zone d'analyse dépend des paramètres suivants : la taille de la sonde (diaphragme), la tension d'accélération, le courant générant le faisceau et la chimie de l'échantillon analysé.

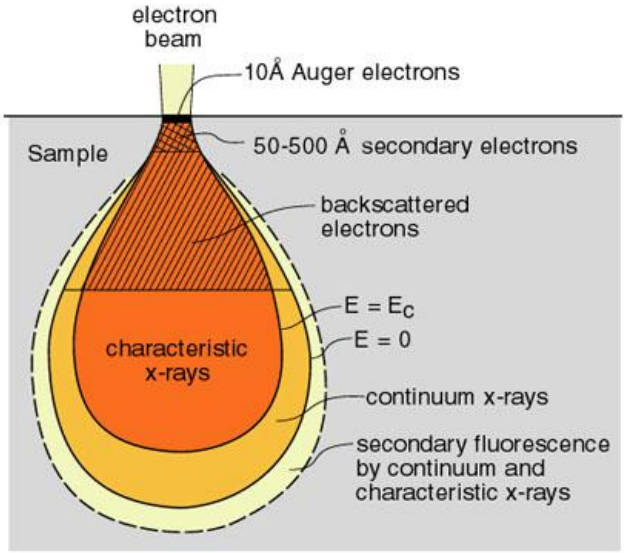



**Figure 39 : Schéma descriptif d'une poire d'interaction électronique (Source : "Northern Arizona University" Website)**

Les électrons secondaires permettent de mettre en évidence tous les défauts géométriques du matériau (intrinsèques ou dus à la préparation, par exemple, la révélation des joints de grains par attaque chimique). Les électrons rétrodiffusés qui pénètrent d'avantage dans la matière, sont très sensibles au contraste atomique.

La préparation d'échantillons de C17300 en vue d'une observation au SEM est une étape relativement aisée puisqu'elle ne comporte que des étapes d'enrobage, de polissage mécanique et d'extraction de l'enrobage.

Le C17300 possède de nombreuses phases métastables, dont les cinétiques de précipitation se trouvent être très différentes. De plus, comme introduit en chapitre 1, des phénomènes de réversion très rapides peuvent intervenir à des températures basses (à partir de 200°C). Ces éléments conduisent à éviter l'utilisation de résines d'enrobage thermodurcissantes.

Les étapes de polissage mécanique réalisées sur un touret de polissage automatique STRUERS - Tegramin 35. (dernière étape : grains de 0,025µm - Solution OPS), un premier nettoyage de l'échantillon enrobé à lieu par bac à ultrasons.

## b) Analyse Dispersive en Energie (EDS)

En plus d'obtenir une information qualitative sur la répartition des éléments chimiques sur une surface préparée par EDS (electronic dispersive spectroscopy), il est possible de réaliser des cartographies quantitatives. Dans le cas de la formation de précipités, il est donc possible de mesurer leur composition chimique. En travaillant sur un matériau massif (*bulk*), la résolution spatiale de cette méthode ne peut être inférieure au micromètre cube. De plus, la précision est supérieure à 2%. Une fois encore, le problème de l'échelle d'analyse se posera dans notre cas. Pour tous les agrégats (notamment les

béryllides) possédant un volume supérieur au micromètre cube, une analyse sera possible. Pour les phases métastables, nous ne pourrons pas employer directement cette technique. Il sera nécessaire de trouver une technique pouvant opérer à une échelle plus fine.

## 2) Microscopie électronique en transmission

Le microscope électronique à transmission (Transmission Electron Microscope - TEM) permet une étude de la matière à l'échelle très fine ; du nanomètre au micromètre. Dans le cas de cette étude, l'un des objectifs principaux résultant de l'utilisation d'un TEM sera l'analyse microstructurale des phases métastables. Si la détermination de l'orientation cristallographique et de la chimie est possible au TEM, c'est surtout l'observation microstructurale et la diffraction des électrons (et le couplage de ces méthodes) qui nous intéressent dans cette partie.

Les essais présentés plus loin ont été réalisés à l'aide d'un microscope électronique à transmission Philips - CM1000, sous une tension d'accélération des électrons de 200keV.

### a) Diffraction des électrons

La longueur d'onde des électrons accélérés à ces tensions est suffisamment petite pour permettre la diffraction des électrons lors de l'interaction avec le motif cristallin des phases observées. Le diagramme de diffraction électronique obtenu est souvent appelé "diagramme de points", car chaque plan cristallin en condition de diffraction apparait comme un point dans le réseau réciproque. L'indexation de ces diagrammes permet l'indexation de la phase observée. La distance au centre (tache centrale) est une mesure directe de la distance inter-réticulaire $d_{hkl}$ du plan observé. Dans le cas de l'observation d'un matériau polycristallin, de nombreuses taches peuvent apparaitre, rendant la lecture du diagramme délicate. L'orientation des cristaux est donnée par le pattern de ces taches (points, arcs de cercle, cercles, anneaux diffus).

En raison des imprécisions de la calibration de la caméra (détecteur), la détermination des distances inter-planaires d'une maille ne sont pas obtenues avec une grande précision, néanmoins, l'identification des phases est possible.

### b) Les différentes techniques d'observation

Nous avons utilisé deux modes d'observation : le mode champ clair et le mode champ sombre+conical dark field.

Le mode "champ clair" permet de réaliser des clichés d'imagerie, à grande résolution, de la microstructure du matériau. Les images obtenues contiennent différents types d'informations : mise en évidence des défauts topographiques (joints de grains,

trous/matière arrachée) et des macles (mécaniques et thermiques), détection de phases, ou encore l'observation des défauts cristallins (dislocations, fautes d'empilements).

En complément d'un cliché de diffraction des électrons, la réalisation d'un champ sombre au TEM permet de mettre en évidence la morphologie d'une phase en sélectionnant une tache de diffraction particulièrement intéressante. Ce procédé est idéal pour l'observation et la détermination de la taille et de l'espacement des précipités intra-granulaires fins. La technique de Conical Dark Field consiste à effectuer la somme des contributions des taches de diffraction d'un anneau, afin d'annuler les effets des orientations préférentielles, et ainsi d'obtenir une image comportant plus d'information sur la morphologie de la phase observée.

### c) Préparation des échantillons TEM

La principale difficulté résultant de l'utilisation d'un TEM est sans nul doute la préparation des échantillons.

Dans notre cas, la technique couplant le polissage mécanique et l'amincissement électrolytique a permis de préparer des échantillons sans altérer l'état métallurgique de la matière. Une série de polissages mécaniques jusqu'à atteindre une épaisseur de pastille comprise entre 80 et 100µm a été effectuée sur des pastilles d'alliage de diamètre 3mm. Un amincissement électrolytique a ensuite été réalisé grâce à une STRUERS - Tenupol-5, permettant l'emploi d'un double jet (de part et d'autre de l'échantillon). Les paramètres retenus sont les suivants : le maintien d'une tension de 7,5V, avec une solution mélangée d'acide nitrique (1/3) et de méthanol (2/3), sous une température d'utilisation de -25°C, durant approximativement une minute (la durée variant en fonction de l'épaisseur de l'échantillon). Dès l'amincissement interrompu, l'échantillon est plongé dans un bain d'eau distillé pour arrêter les effets de l'attaque chimique, puis dans un bain d'éthanol pour une nouvelle dilution tout en limitant l'oxydation. Si les résultats sont devenus rapidement fiables dans le cas des échantillons peu déformés, l'observation de ceux soumis à de grand taux de déformation est restée très délicate. En effet, la décohésion des précipités avec la matrice a entrainé la formation de nombreux trous (empreintes des précipités), rendant leur observation impossible. De plus, l'augmentation du taux de déformation accroit la densité de défauts observables au TEM, et peut rendre les clichés très confus.

## 3) Diffraction des rayons X

Dans cette étude, l'utilisation de la DRX porte principalement sur l'analyse et la quantification des phases en présence, mais également sur l'estimation des taux de dislocations et des tailles de domaines cohérents au sein du matériau.

## a) Généralités

La plupart des essais utilisant la diffraction des rayons X sont devenus courants dans le domaine de la caractérisation; aussi, ils ne seront développés que succinctement dans cette partie. En revanche, la complexité cristalline des phases pouvant être identifiées dans les C17300 rend la détection de ces phases délicate. Comme nous l'avons décrit en première partie, l'ensemble des phases présentes dans les différents états de la matière possèdent des structures cristallographiques semblables, avec des paramètres de maille très proches. Le nombre de ces phases, leur similarité et leurs faibles proportions dans l'alliage rendent extrêmement délicates leurs identifications. Dans la bibliographie de cet alliage, nombreux sont les auteurs qui décrivent les structures observées grâce à une unique tache de diffraction TEM. Afin d'étudier le plus finement possible ces phases, un ensemble de méthodes (mesure et post-traitement des données) ont été développées au cours de ce travail.

La position des pics de diffraction est, par la loi de Bragg, directement liée à la longueur d'ondes du rayonnement utilisé; en d'autres termes, à la nature de l'anticathode:

$$n\lambda = 2.d_{hkl}.\sin\theta$$

où:

- n est en entier [-]
- λ est la longueur d'onde du rayonnement, exprimée en [nm]
- $d_{hkl}$ est la distance inter-réticulaire du plan [hkl] considéré, exprimée en [nm]
- θ est l'angle d'incidence du faisceau de rayons X, exprimé en [rad]

L'intensité des pics de diffraction est régie par de nombreux paramètres. D'un point de vue "matière", le type de phase cristallographique, la nature des atomes présents, la position des atomes dans la maille, l'ordre du motif cristallin, la multiplicité des plans diffractant, la quantité de phases présente, la taille de grains et la texturation du matériau sont les paramètres principaux contrôlant cette intensité de diffraction. D'un point de vue "machine", la nature des rayons X produits, le flux de photons X délivré par l'installation, le détecteur, et le temps de comptage sont les principaux paramètres.

## b) Paramètres "matière"

Pour chacune des phases susceptibles de diffracter, l'ensemble des plans cristallographiques permettant d'entrer en condition de diffraction ont été calculés. La séquence d'apparition des plans de diffraction est propre à chaque type de structure cristalline. Le type de structure fixe également le paramètre de la maille cristalline, et par extension, le volume de la maille.

Afin de déterminer l'intensité de diffraction d'un pic, il est nécessaire de calculer le facteur de diffusion atomique qui est obtenu grâce à la formule suivante:

$$f\left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right) = \sum_{i=1}^{4} a_i . e^{-b_i\left(\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2} + c$$

où:

- $a_i$, $b_i$ et $c_i$ sont les facteurs de diffusion atomiques, issus des Tables Internationales de Cristallographie.

Ici, $\frac{sin(\theta)}{\lambda}$ peut-être remplacé, via la loi de Bragg, par un terme régi uniquement par la distance inter-réticulaire du plan considéré: $\frac{1}{2d_{hkl}}$

Pour la phase α-BeCu, cubique à faces centrées, en travaillant uniquement sur le plan (111), et en considérant un paramètre de maille initial ayant pour valeur 0,3612 nm, la distance inter-réticulaire obtenue est :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \; soit : d_{111} = \frac{0{,}3612}{\sqrt{1^2 + 1^2 + 1^2}} = 0{,}20854\, nm$$

Les facteurs de diffusion atomiques des atomes de cuivre et de béryllium sont regroupés dans le Tableau 5 :

| Numéro Atomique Z | Elément | a1 | b1 | a2 | b2 | a3 | b3 | a4 | b4 | c |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 4 | Be | 1,59 | 43,6 | 1,13 | 1,86 | 0,54 | 103 | 0,7 | 0,54 | 0,04 |
| 29 | Cu | 13,3 | 3,58 | 7,17 | 0,25 | 5,62 | 11,4 | 1,67 | 64,8 | 1,19 |

**Tableau 5 : Facteurs de diffusion atomiques des atomes de cuivre et de béryllium**

Ainsi, les facteurs de diffusions atomiques du cuivre et du béryllium, pour le plan (111), ont pour valeur :

$$f_{Cu} = 22{,}069 \; et \; f_{Be} = 1{,}864$$

Grâce aux facteurs de diffusion recalculés, différents pour chacun des plans, de chacune des phases, il est possible de calculer le facteur de structure (F).

Ci-après se trouve la liste des plans diffractant (ainsi que leurs positions recalculées et leurs intensités relatives), sous un rayonnement de cobalt, de la phase γ-BeCu et de sa concurrente désordonnée (Tableau 6) :

| Listes des famille de plans diffractant | Intensités relatives [%] | γ-BeCu - structure ordonnée [2θ] | Structure désordonnée [2θ] |
|---|---|---|---|
| (100) | 88,3 | 28,74 | - |
| (110) | 100,0 | 41,09 | 41,09 |
| (111) | 25,3 | 50,92 | - |
| (200) | 16,4 | 59,52 | 59,52 |
| (210) | 31,7 | 67,41 | - |
| (211) | 32,7 | 74,88 | 74,88 |
| (220) | 10,6 | 89,17 | 89,17 |
| (300) | 16,0 | 96,24 | - |
| (310) | 17,3 | 103,41 | 103,41 |
| (311) | 11,5 | 110,80 | - |
| (222) | 5,9 | 118,57 | 118,57 |

**Tableau 6 : Liste des plans diffractant de la phase γ-BeCu et de sa concurrente désordonnée, leurs positions recalculées et leurs intensités relatives, sous un rayonnement de cobalt**

On peut voir ici l'effet de l'ordre sur une même famille de maille cristallographique. Dans le cas d'un motif ordonné, de nombreux plans supplémentaires sont susceptibles d'entrer en condition de diffraction, créant ainsi plus de pics de diffraction.

## *Calcul du pouvoir diffractant d'un pic de diffraction*

Chaque famille de plan d'une phase cristallographique possède son propre pouvoir diffractant. Exprimé en unité électronique, ce pouvoir diffractant, noté R, décrit la puissance diffractée par une famille de plan. R est directement relié à la multiplicité des plans considérés (on rappelle que plus la multiplicité des plans est grande, plus l'intensité diffractatée d'une famille de plans sera importante), au paramètre de la maille de la phase et au facteur de Lorentz-Polarisation. Ci-après se trouve la relation permettant de calculer R:

$$R = \frac{|F^2|.P}{V^2}.Lp$$

où:

- F est le facteur de structure
- P est la multiplicité des plans de la famille considérée
- V est le volume de la maille, exprimé en [$nm^3$]
- Lp est le facteur de Lorentz-Polarisation

Si toutes les phases constituant la matière sont présentes en proportion égale, et en occultant les effet de texture décrits plus loin, l'intensité relative des pics de diffraction entre eux est régie par leur pouvoir diffractant. Par exemple, avec un rayonnement de cobalt, parmi l'ensemble des plans cristallographiques de notre alliage, la famille de

plans possédant le plus fort pouvoir diffractant est celle des plans (111) du plomb avec un R égal à 788,3 UE. A titre de comparaison, le pouvoir diffractant le plus intense de la matrice α-BeCu est atteint pour les plans (004) est à pour valeur 325,2UE; le plan le plus intense de la phase γ-BeCu est le plan (001) et a pour valeur seulement 15,5UE. Autrement dit, de par leur nature intrinsèque, la phase γ-BeCu diffractera près de 51 fois moins que la phase Pb.

### *Quantité de phases présente*

La quantité de phase présente dans l'alliage joue un rôle majeur dans l'intensité du pic diffractant. Si, dans la zone observée, la phase est en faible proportion, les pics de diffraction qui lui sont associés seront peu intenses. A l'inverse, si elle se trouve en grande quantité, les pics associés seront très intenses. Bien qu'elle soit le paramètre le plus intéressant d'un point de vue microstructural (connaitre la quantité de phase présente), la proportion de phase est probablement le plus délicat de tous les paramètres à estimer. Son estimation fait l'objet d'un paragraphe dans la section "méthodologie d'analyse par diffractions des rayons X", situé plus loin dans ce chapitre.

### *Texturation du matériau*

Les effets de texture cristallographique jouent un rôle important en diffraction des rayons X. L'orientation préférentielle des grains est un héritage de leur méthode de mise en forme. Si le matériau ne possède aucune orientation préférentielle, il est atexturé. Lors de la mise forme de la matière, les grains peuvent s'orienter suivant une direction particulière, propre au procédé. En perdant l'orientation aléatoire de ses grains, la matière modifie ses propriétés macroscopiques; elle devient alors anisotrope. Dans le cas de la diffraction par rayons X, les effets de texture favorisent la diffraction de certaines familles de plan. En modifiant ainsi l'intensité diffractante de ces plans, leur analyse en est impactée; certains pics de diffractions seront exacerbés ou occultés suivant le type de texture obtenue. L'intensité de la texturation est quantifiable par un coefficient appelé "indice de texture". Dans le calcul de la fonction de densité des orientations (ODF), l'isotropie prend une valeur unitaire.

## c) Paramètres "machine"

### *Flux généré*

Les essais ont été réalisés sur deux installations différentes : goniomètre D8 Advance à anticathode de cobalt et à l'ESRF.

Pour l'installation de laboratoire, les rayonnements X produits sont de nature polychromatique (plusieurs raies d'émission simultanées) dans le signal d'émission : ils comportent les raies principales d'émission $K_{\alpha 1}$-$K_{\alpha 2}$ et $K_{\beta}$.

Si peu de raies sont présentes, et si elles sont intenses, l'utilisation de rayonnement polychromatique ne représente pas de problème majeur. Si de nombreuses raies de diffraction sont susceptibles d'apparaitre, la superposition de ces signaux rend la lecture et l'interprétation très difficiles. Dans notre cas, seule la matrice α-BeCu possède des pics de diffraction très intenses, grâce à son pouvoir diffractant fort, et sa proportion majoritaire. Toutes les autres phases ont une intensité relativement faible. Ces faibles pics de diffraction ont de grandes difficultés à s'extraire nettement du bruit de fond continu de la mesure. De plus, de nombreuses phases sont susceptibles d'apparaitre, chacune avec une grande séquence de raies de diffraction

Enfin, un dernier élément est à considérer: la profondeur de pénétration des rayons X. Ces rayonnements sont idéaux pour l'analyse des couches minces, et des contraintes résiduelles en surfaces car ils sont faiblement pénétrants. Sur une installation classique, cette profondeur peut atteindre jusqu'à 20µm, suivant la nature de l'anticathode et l'angle θ analysé. Plus cette profondeur est importante, plus le volume observé est important (et donc le nombre de grains). Comme exposé précédemment, le volume diffractant joue un rôle clé sur l'intensité des pics mesurés. En travaillant avec une source de cobalt, la séparation des raies de diffraction est accrue (en comparaison d'une source de cuivre), offrant une meilleure résolution, et la profondeur de pénétration est supérieure à celle d'une source de chrome. L'ensemble de ces éléments en font une source idéale pour l'analyse de ce matériau.

En ce qui concerne les mesures réalisées sur grand instrument, à l'ESRF, la longueur d'onde strictement monochromatique est de 0,01426 nm, correspondant à une énergie de faisceau de 86,96 keV. Le pouvoir de pénétration est tel que les mesures ESRF se font en transmission (donc le volume analysé est extrêmement important), couplées avec un détecteur plan.

L'énergie cible de cette ligne est de 90 keV, avec un faisceau de section 0,6x0,6mm². La longueur d'onde émise associée $\lambda$ = 0,013776 nm est bien plus faible que celle d'une installation conventionnelle de laboratoire. La Figure 40 met en évidence l'absorption du rayonnement émis en fonction de l'épaisseur du matériau:

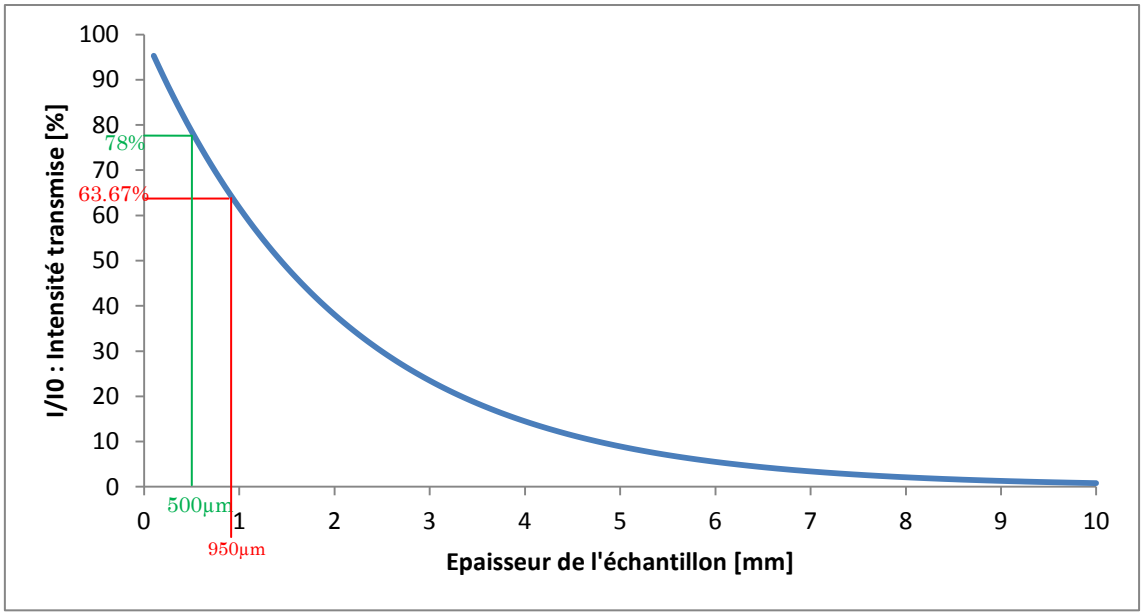



**Figure 40 : Intensité transmise du faisceau incident en fonction de l'épaisseur de l'échantillon**

Pour une énergie de 90 keV, l'épaisseur optimale du matériau est estimée à 950µm. Cependant, une épaisseur aussi importante risque de produire une diffraction secondaire aux très petits angles. Afin de réduire cet effet, une épaisseur d'échantillon plus faible a été retenue. Les échantillons sont des cylindres prélevés dans le sens transverse du matériau initial. Ils possèdent un diamètre de 10,5 mm, pour une épaisseur de 500 µm. Dans ce cas, 78% du rayonnement est transmis. Concernant le volume diffractant, il est important de vérifier que le nombre de grains contribuant au signal diffractant dépasse les 10 000 (valeur de référence), afin d'éviter les effets de taille de grains. Dans l'hypothèse pessimiste d'une taille de grains moyenne égale à 20µm, un volume analysé de 0,6mm x 0,6mm x 0,500mm englobe plus de 40 000 grains. Les effets de taille seront donc considérés négligeables. En revanche, les diffractogrammes obtenus sont en position fixe : les effets de texturation ne sont donc pas corrigés. De fait seule l'identification des phases sera possible (et non leur quantification).

Une calibration fine du détecteur plan MAR 400 utilisé est réalisée permettant de déterminer précisément la valeur de la longueur d'onde (et donc de l'énergie émise). Ainsi, il a été établi que les essais ont été réalisés sous une énergie de 86,96 keV, délivrant une longueur d'onde de 0,01426 nm.

### *Système de détection*

Les goniomètres de diffraction D8 Advance est équipé d'un détecteur plan Photonic Science (4.2 Mpx). En fonction de la distance entre le détecteur et l'échantillon la résolution de détection peut être modifiée. Dans notre cas, chaque pixel représente 0.0092°. L'avantage principal de ce type de détecteur est sans aucun doute le temps de comptage. Afin de s'affranchir des effets de texture cristallographique, les échantillons analysés sont constamment en rotation autour de l'axe φ (azimutal). Puis, une seconde sommation est effectuée suivant l'axe ψ (déclinaison). Comme ces détecteurs sont plans, la zone observée est augmentée selon l'axe ψ (quatre fois plus qu'un détecteur linéaire). Les mesures sont donc bien plus rapides. Le post traitement des données peut être très rapide, et permet la détexturation de l'échantillon. Après traitement, un diffractogramme intégré est alors obtenu (Figure 41) :

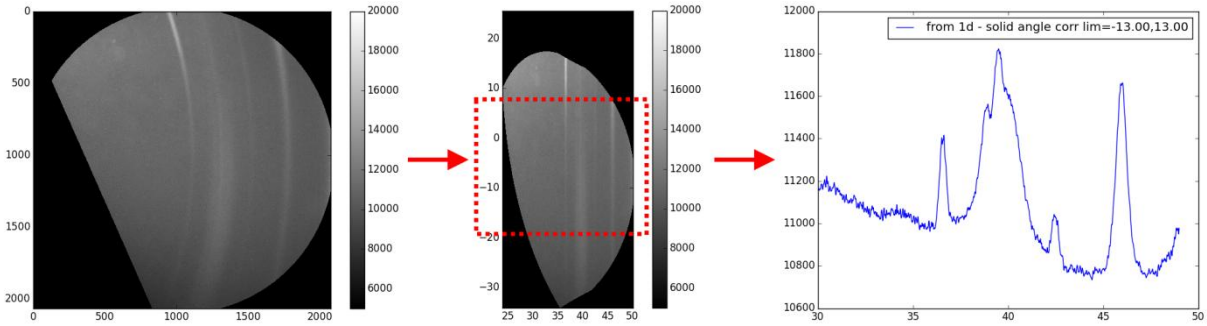



**Figure 41 : Post-traitement des images obtenues sur un détecteur plan**

### *Post-traitement des mesures*

Dans le cadre de ce travail, une méthode fine d'analyse des diffractogrammes a été développée en interne. Le post-traitement est effectué grâce à l'utilisation de fonctions de Person-VII qui donnent accès à plusieurs paramètres : dissymétrie, forme, largeur et intensité des raies de diffraction. Chaque phase potentielle a été décrite (structure cristallographique, paramètre de maille et position des atomes), et la position de chacune des raies de diffraction, ainsi que leur pouvoir diffractant (en unité électronique) ont été recalculés, afin de permettre la détermination de la quantité de phase. De la Figure 42 à la Figure 44 sont présentés un exemple de désommation réalisée sur un échantillon de C17300. En utilisant l'intégration de l'aire sous le pic et le pouvoir diffractant de la phase observée, il est possible de quantifier le volume diffractant de la phase. La qualité de l'analyse est déterminée deux indices qui reflètent les écarts au profil de raie de diffraction expérimental.

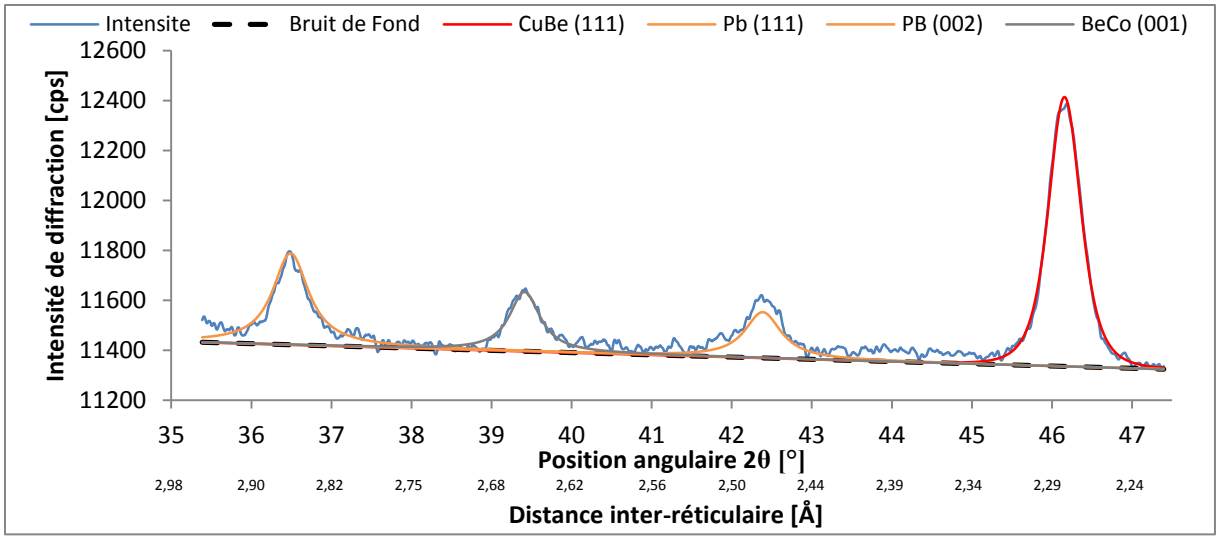



**Figure 42 : Désommation des pics de diffraction d'un C17300 - état remis en solution**

La Figure 42 présente les éléments séparés, obtenus par minimisation des différences : le bruit de fond et chacun des pics de diffraction, associés aux familles de plans diffractant. La sommation de chacun de ces éléments donne le profil recalculé, présenté en Figure 43 :

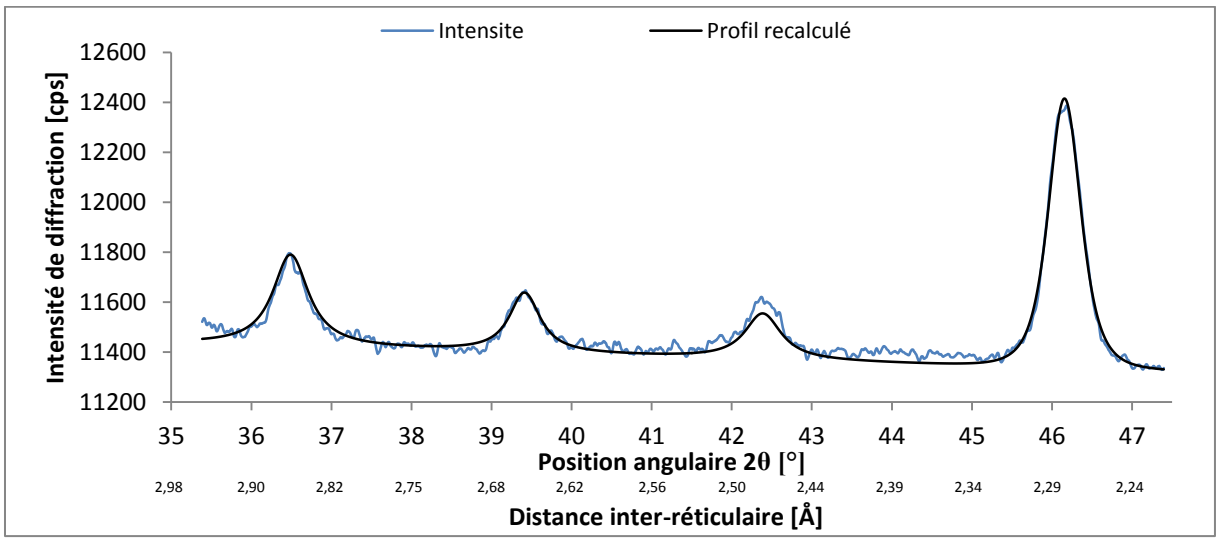



**Figure 43 : Profil recalculé des pics de diffraction d'un C17300 - état remis en solution**

Enfin, l'intégration des aires des pics séparés (Figure 44), alliée au pouvoir diffractant de chaque pic (en unité électronique) permet de quantifier le volume de phase en présence :

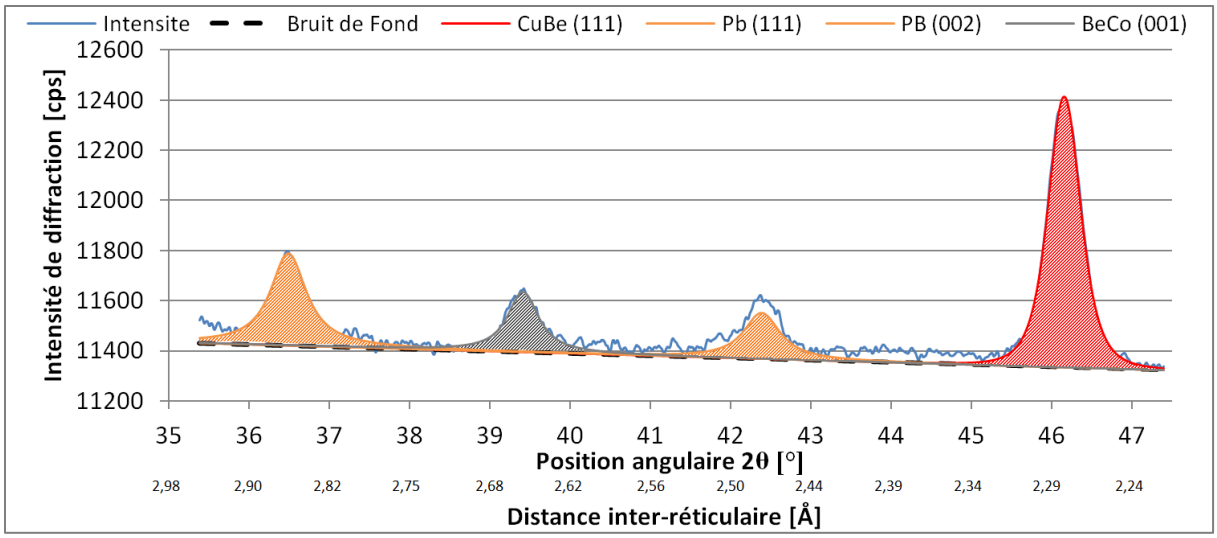



Figure 44 : Intégration des pics de diffraction d'un C17300 - état remis en solution

Ainsi, sur ce diffractogramme intégré réalisé sur un C17300 à l'état remis en solution, nous obtenons le tableau suivant :

| Phase et Famille de plans diffractant associée | Pb (111) | β-BeCo (001) | Pb (002) | α-CuBe (111) |
|---|---|---|---|---|
| Position 2θ au cobalt [°2θ] | 36,4 | 39,4 | 42,4 | 42,4 |
| Aire totale [-] | 30627 | 18049 | 16352 | 66609 |
| Pouvoir diffractant [UE] | 787,9 | 94,8 | 397,8 | 239,3 |
| Proportion de phase [%] | 0,4 | 1,4 | 0,4 | 98,2 |

Tableau 7 : Quantification des phases par analyse XRD

## 4) Traction quasi-statique en température

Afin de déterminer le comportement mécanique des différents échantillons de cette étude, des essais de traction uniaxiale monotone jusqu'à rupture ont été conduits à une unique vitesse de déformation ($1.10^{-5}$ $s^{-1}$), située dans le domaine quasi-statique. Ces essais ont été réalisés sur une machine de traction standard INSTRON - modèle 5585H équipée d'un extensomètre mécanique, d'une cellule d'effort de 10 kN et d'une enceinte thermique permettant de réaliser les essais à température contrôlée. Des échantillons issus de barres ayant un diamètre de 10,5mm ont été réalisés conformément la mise en plan suivante, Figure 45 :

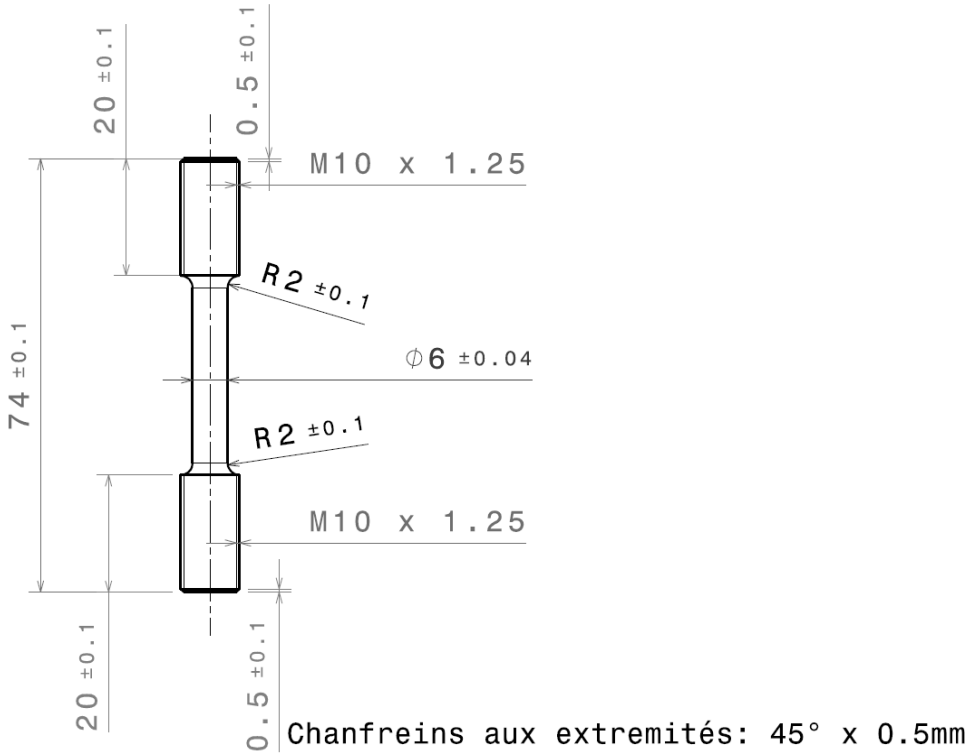



**Figure 45 : Plan des éprouvettes cylindriques de traction quasi-statique**

Les essais réalisés à la température ambiante sont classiques, et ne présentent aucune difficulté. En revanche, la réalisation des essais en température pose de nombreux problèmes quant à l'interprétation du comportement mécanique du matériau. En effet, le principal inconvénient de ces essais réside dans leur durée d'exécution en raison du maintien en température. Le fait que les échantillons subissent un long maintien isotherme, qui plus est sous charge uniaxiale, est susceptible d'induire une modification de la microstructure, la diffusion du béryllium continue durant l'essai, modifiant la proportion des phases présentes ainsi que la morphologie de ces phases.

# CHAPITRE II

# USINAGE

# Introduction

Parmi tous les procédés de mise en forme par enlèvement de matière, l'usinage mécanique est probablement l'un des plus complexes. En raison d'intérêts économiques forts, la compréhension des mécanismes intervenant lors de la coupe a été constamment améliorée. Les conditions de coupe en milieu industriel sont à la fois variées et complexes, car beaucoup de paramètres sont susceptibles d'intervenir : type de process (tournage, fraisage), matière travaillée, dureté de l'alliage, nature des outils retenus, géométrie de coupe (angle et rayon d'arête), vitesse de coupe, profondeur de passe, assistance (lubrification, jet cryogénique, laser). Ces conditions multiples rendent délicate l'étude de l'usinage.

La Figure 46 présente des ordres de grandeur des vitesses de coupe atteintes en usinage traditionnel, usinage traditionnel optimisé (zone de transition) et usinage à grande vitesse pour différents types de matériaux [28]. La croix rouge indique que, dans le cadre de notre étude, nous travaillerons dans le domaine de l'usinage conventionnel (des vitesses de sollicitation faibles et un matériau ayant de bonnes propriétés d'usinabilité).

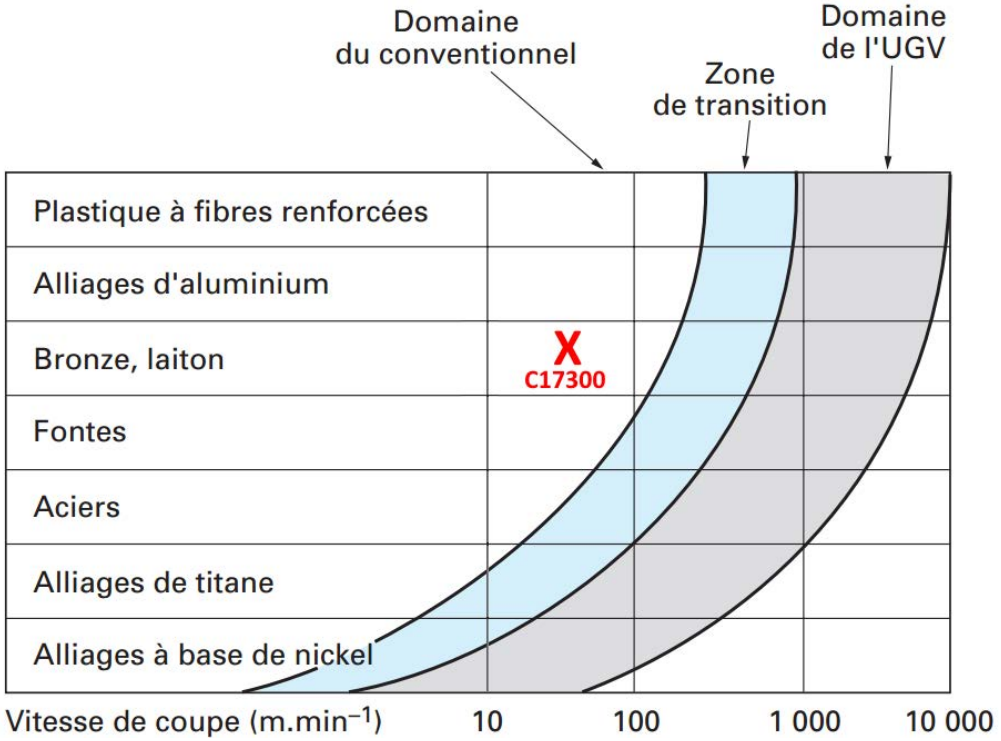



**Figure 46 : Représentation des domaines de vitesses de coupe pour différents matériaux[28]**

Dans la première partie de ce chapitre, nous nous intéresserons aux travaux réalisés et présentés dans la bibliographie. Tout d'abord, les mécanismes physiques de la coupe qui conduisent à la formation du copeau seront expliqués. Après avoir introduit le cas simplifié de la coupe orthogonale, les hypothèses intervenant dans cette configuration seront précisées. Nous nous intéresserons ensuite à la bibliographie très spécifique de l'usinage des alliages cupro-béryllium, et des relations existant entre usinabilité et

microstructure. Enfin, une revue de différents modèles de formation du copeau développés (simulation) sera présentée, avec une attention particulière portée sur le modèle analytique de Moufki [29–31], que nous avons utilisé dans le cadre de cette étude.

La seconde partie de ce chapitre sera consacrée aux techniques expérimentales mises en œuvre dans notre travail afin d'étudier le procédé d'usinage. La mise en place des essais en coupe orthogonale "stricte" sera exposée, ainsi que les méthodes de mesure des efforts et de la température lors de l'usinage. Enfin, nous présenterons les essais réalisés grâce à un simulateur expérimental thermomécanique GLEEBLE, en partenariat avec l'équipe "Procédés, Matériaux et Durabilité" du LAMPA (Laboratoire Angevin de Mécanique, Procédés et innovAtion). Ces essais permettent de simuler le comportement du matériau en cisaillement dynamique, dans des conditions (gammes de vitesse, taux de déformation, températures) comparable à celles de l'usinage.

# A - Usinage des alliages bases cuivre et relation microstructure-usinabilité

Les opérations d'usinage conventionnellement utilisées en milieu industriel sont, dans la majorité des cas, tridimensionnelles, et dans des conditions non stabilisées. Ces interactions outil-matière sont complexes à modéliser (écoulement de la matière, suivi des efforts de coupe, identification des champs de température). Dans le souci de mieux comprendre les mécanismes intervenant dans la coupe, il est usuel d'étudier un système de coupe simplifié, bidimensionnel, en régime continu (stationnaire) : la coupe orthogonale. Cette configuration apporte des simplifications géométriques et cinématiques[32] :

- l'outil est engagé dans la matière, et reste en contact permanent (les phases transitoires d'engagement et de dégagement de l'outil ne sont pas considérées)
- la largeur de coupe est constante
- le contact outil-matière est exclusivement porté par la face de coupe
- la face de dépouille n'entre pas en contact avec la surface usinée
- l'arête de coupe est considérée idéale (arête vive, sans rayon)
- l'arête de coupe est perpendiculaire à la matière (coupe non-oblique)

## 1) Mécanismes physiques de la coupe

La vitesse de coupe et la profondeur de passe sont donc les seuls paramètres de coupe variables. Lorsque le rapport entre la largeur de coupe et la profondeur de passe est grand (de 50 à 2000 dans nos essais), il est acceptable de considérer la formation du copeau comme un problème de déformation plane, bidimensionnel (Figure 47)[33].

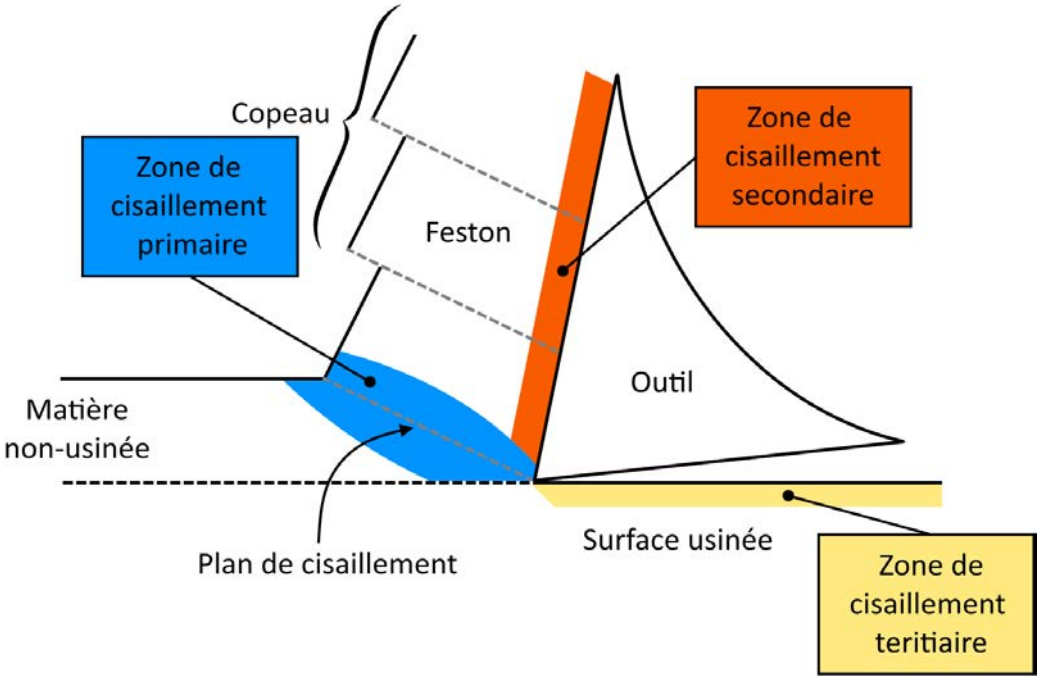



**Figure 47 : Schéma de la coupe orthogonale - géométrie et identification des zones de cisaillement lors de la formation du copeau**

Afin de former un copeau, la matière subit consécutivement une déformation et un fort cisaillement. Ces deux étapes, qui se répètent à intervalles réguliers, constituent la séquence de formation de chaque feston. Ainsi, entre deux bandes de cisaillement, une zone déformée (par compression) est présente. Dans ce schéma de principe, quatre zones sont identifiées :

- **I - Zone de compression de la pièce :** située en amont du plan de cisaillement, cette zone de compression intense est générée par l'outil de coupe. Les paramètres qui régissent cette zone sont principalement : la géométrie de l'outil, le rayon d'arête, la profondeur de passe et la vitesse de déplacement.
- **II - Zone de cisaillement primaire :** située sur le plan de cisaillement, cette zone s'étend de la pointe de l'outil jusqu'à la surface libre du copeau. Ici, la matière subit une déformation très importante, les grains sont extrêmement allongés et forment une bande de cisaillement. C'est dans cette bande de cisaillement que la déformation subie par le copeau est maximale.
- **III - Zone de cisaillement secondaire :** située sur la face arrière du copeau, la zone de cisaillement secondaire résulte du contact collant-glissant entre le copeau et la face de coupe de l'outil.
- **IV - Zone de cisaillement tertiaire :** située en peau de la pièce usinée, cette zone est issue du frottement de l'outil sur la matière par retour élastique en surface, juste après le passage de l'outil.

## 2) Etude bibliographique des relations microstructure-usinabilité : cas des alliages cupro-béryllium

La résolution des problèmes rencontrés lors des opérations d'usinage a poussé les chercheurs à mieux comprendre les phénomènes mis en jeu lors de la coupe. Une approche très mécanicienne a tout d'abord permis d'améliorer l'usinage, d'un point de vue qualitatif, quantitatif, mais également économique. Les nouvelles conditions d'usinage (micro-usinage à l'échelle du grain) ont soulevé de nombreuses questions sur les liens existant entre la microstructure et l'usinabilité. Un nombre très limité d'études récentes s'intéressent à ces relations, autant dans leur aspect expérimental que dans leur modélisation.

Concernant les alliages base cuivre et les relations microstructure-usinabilité, une littérature importante porte sur l'étude des laitons (Cu-Zn), alors que quelques articles seulement s'intéressent aux alliages cupro-béryllium.

Le travail de Vilarinho et al.[34] porte sur la comparaison du comportement à l'usinage de 27 nuances de laitons (avec et sans Pb), et tente de déterminer des relations entre la composition chimique de l'alliage et les efforts (tridimensionnels) enregistrés lors de l'usinage. Des relations empiriques sont ainsi proposées, pour des conditions expérimentales fixes (vitesse de coupe : 165m.min$^{-1}$; profondeur de passe : 0,1mm), liant les efforts de coupe à la concentration d'éléments additifs (%Sn) ou de la dureté de l'alliage. Les profondeurs de passe engagées dans le travail de Vilarinho et al.[34] sont à mettre en perspective de celles retenues dans notre étude, car elles sont supérieures d'un

facteur allant de 2,5 à 50 : ils s'intéressent donc à un usinage d'un point de vue macroscopique.

Dans le cas du système ternaire Cu-Zn-Sn, les valeurs les plus basses des efforts et des avances ont pu être obtenues grâce à l'ajout d'étain, stabilisant les structures β et $\gamma_I$. L'augmentation de la dureté de l'alliage est également expliquée par la formation de cette structure. Dans ce travail, l'aspect microstructural n'intervient qu'au travers de l'addition d'autres éléments (Sn ou Al), et quelques clichés exposent les fortes différences ainsi créées. De plus, une étude des copeaux formés lors du process est abordée, mais uniquement d'une manière macrographique.

Une approche similaire est proposée par Nobel et al.[35], qui s'intéresse à 6 nuances de laitons industriels (dont une contenant du plomb et une autre du silicium). En comparaison des laitons enrichis au plomb, les nuances sans plomb forment des copeaux plus longs, conduisent à des efforts et des températures de coupe plus importants, et génèrent une usure prématurée des outils de coupe. Un article confirme ces résultats (Hung et al.[36]), en s'intéressant à deux nuances de cupro-béryllium, le C17300 et sa version sans plomb, le C17200. Tous deux ont subi le même traitement : remise en solution, puis une déformation mécanique de 40% ainsi qu'un traitement de durcissement par précipitation de 2h à 316°C. L'hypothèse forte de ce travail est que les états microstructuraux de ces deux alliages sont identiques; ainsi, seule la présence et la répartition des îlots de plomb (dans le cas du C17300) peuvent modifier le comportement à l'usinage de ces alliages. De cette manière, il a été observé que l'addition de plomb améliore l'usinabilité (12%), aussi bien pour des passes d'usinage microscopiques que macroscopiques. Pour les laitons, cet effet est d'autant plus prononcé que les alliages comportent un taux important de phase α-CuZn. Ici, c'est l'augmentation de la proportion de cette phase α-CuZn qui explique la dégradation des propriétés à l'usinage. Ces observations sont également confirmées dans deux articles très similaires de l'équipe de recherche de Nobel et al.[37,38], où l'usinabilité des mêmes alliages est étudiée. Le premier s'intéresse à l'évolution des efforts de coupe, du coefficient de friction μ et de la température à la surface usinée en fonction de la nature de l'outil (WC - $TiB_2$ - DLC ta-C). Le second donne la fréquence de fragmentation des copeaux et les efforts impliqués en fonction de la géométrie de l'outil (différents angles de coupe), ainsi que des images de la formation des copeaux réalisées par caméra rapide. L'augmentation de la quantité de phase α-CuZn provoque une augmentation du coefficient de frottement et de la température de contact outil/copeau, et donc une usure prématurée de l'outil. A l'inverse, la présence de la phase β-CuZn améliore la formation du copeau, et permet de baisser les efforts de coupe engagés.

Hung et al.[39] suivent les interactions entre la microstructure et l'état de surface obtenu après usinage de 6 alliages très différents : C17300, monocristal de silicium, laiton, aluminium au silicium, et deux composites à matrice métallique (A359/SiC/10p et 606l/$Al_2O_3$/15p). Un modèle de prédiction de l'état de surface (Rt et Ra) atteignable lors

d'un micro-fraisage est proposé. Pour le C17300, les résultats obtenus durant la campagne expérimentale avec des passes supérieures à 2µm sont en bon accord avec le modèle établi.

D'autres auteurs se sont intéressés à l'influence de l'assistance lors de l'usinage des cupro-béryllium (avec et sans fluide de coupe). Une étude des surfaces produites et de l'influence de l'usinage sur la fractographie d'un Cu-2Be est proposée par Sudhakar et al.[40]. Une dégradation de la rugosité de surface (25%), de la dureté (10%) et de la résistance mécanique à la traction (6,6%) intervient dans le cas d'un usinage à sec. De plus, la fractographie a révélé que les échantillons usinés à sec subissaient une fissuration inter-granulaire, alors que l'assistance par lubrification favorisait une fissuration ductile.

L'ensemble de ces articles sont construits de la même façon, avec l'objectif clair d'étudier l'influence de la microstructure sur l'usinage. Cependant, cet aspect microstructural intervient principalement au travers de la variation de la composition chimique des alliages; et seulement dans un second temps, les microstructures formées sont identifiées. Cette méthodologie est clairement orientée vers une étude de l'importance de la chimie de l'alliage, occultant certains points très important en usinage, comme par exemple, la dureté du matériau usiné. Il est très surprenant que les auteurs mesurent une évolution des propriétés engagées (efforts de coupe, température, frottement) sans les corréler à la dureté de l'alliage. Ainsi, au travers de ces articles, les différentes propriétés de ces matériaux sont directement comparées alors que leurs duretés oscillent entre 80 et 350 HV. Cette démarche soulève de nombreuses questions, et nous conduira à proposer un protocole expérimental différent.

## 3) Influence de l'usinage sur la microstructure

De nombreux travaux s'intéressent à l'évolution de la microstructure dans les copeaux et dans le matériau usiné. Dans un certain nombre d'entre eux, des mécanismes de recristallisation dynamique ont été observés dans les bandes de cisaillement primaire et secondaire.

Ainsi, dans les travaux de Courbon et al.[41] , l'utilisation des techniques fines de caractérisation des matériaux (EDS, XRD, SEM et TEM) a permis de mieux comprendre les transformations qui se produisent dans les copeaux. Les auteurs indiquent que, dans un acier AISI 1045, selon la localisation au voisinage des bandes de cisaillement secondaire (BCS) et primaire (BCP), des mécanismes différents peuvent se présenter. Dans la figure reproduite ici (Figure 48), une structure granulaire recristallisée est apparue dans la BCS (bande de cisaillement secondaire). Ces travaux montrent l'importance des effets de la température et de la déformation dans les différentes zones du copeau.

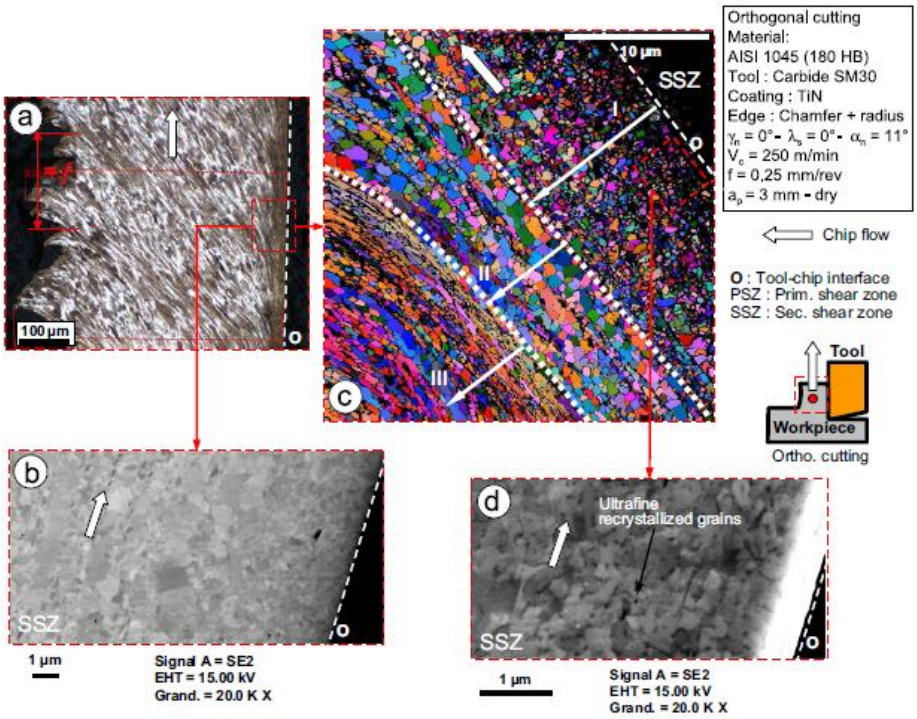



**Figure 48 : Images de grains recristallisés dans la bande de cisaillement secondaire d'un copeau (acier AISI 1045)**[41]

Il en est de même des travaux de Brown et al.[42] : l'usinage de cuivre pur (99,99%) conduit également à la formation d'une structure bimodale composée de grains de dimension micrométrique et de grains très fins liés à la recristallisation dans les zones fortement déformées.

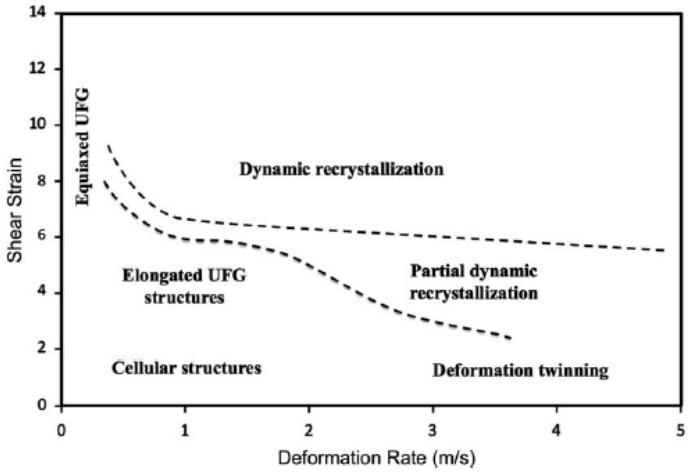



**Figure 49 : Schéma de regroupement de microstructures pour différentes conditions Severe Plastic Deformation**[42]

Mais dans ces travaux l'influence de la microstructure initiale n'est pas abordée directement. Le but est ici de comprendre comment se traduit l'effet combiné de la déformation et de la température sur le copeau. La connaissance précise de la microstructure finale peut apporter des informations précises sur les mécanismes mis en jeu.

Il existe peu de travaux sur la prise en compte de la microstructure initiale sur l'usinage. L'introduction d'une taille de grain et d'une orientation particulière de ces grains a été abordée aussi bien expérimentalement que par la voie de la modélisation.

L'influence de l'orientation cristallographique des grains pendant l'opération de micro-usinage a été abordée par Kota[43]. L'auteur montre l'influence de l'orientation des grains, et donc de l'anisotropie, sur le travail plastique et sur les efforts de coupe.

Des travaux prenant en compte explicitement la microstructure ont été développés ces dernières années. Dans les travaux de Zhang et al.[44], le comportement des grains est modélisé par une loi de Schmid avec un écrouissage cinématique et isotrope sur les systèmes de glissement, en supposant que l'orientation des grains ne subit pas de rotation. La Figure 50 illustre le résultat de cette modélisation :

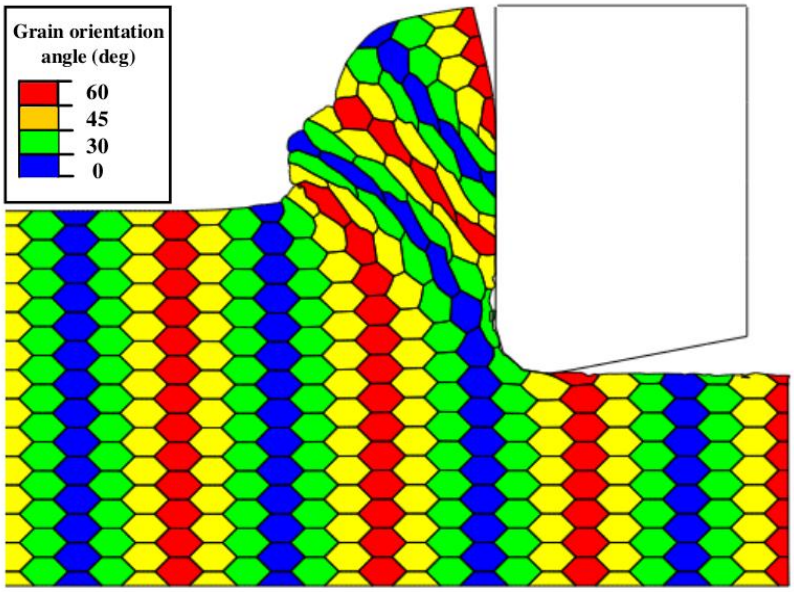



**Figure 50 : Simulation extraite du modèle proposé par Zhang et al. (2012)[44]**

Dans ses travaux de thèse, Yessine Ayed[45] modélise le comportement du matériau (un alliage base titane Ti17) par une loi de plasticité cristalline. Il représente pour cela explicitement les grains par des cellules de Voronoï. Le comportement du matériau biphasé et de chacune des phases a été identifié par méthode inverse. Dans ce modèle, la formation du copeau a été modélisée en tenant compte des orientations cristallines et de leurs évolutions. L'un des résultats de ce travail est que le changement des orientations cristallines ne semble pas avoir d'effet sur la réponse macroscopique du matériau bien que la texture change fortement dans le copeau.

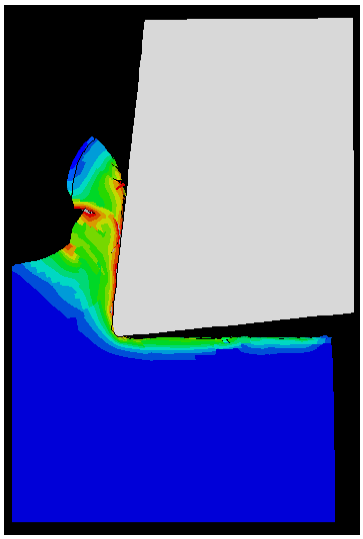


Figure 51 : Simulation du modèle : localisation de la déformation[45]

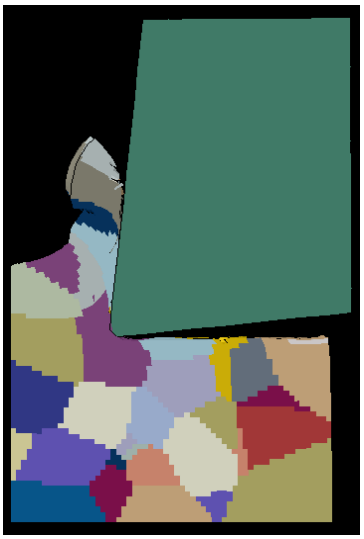


Figure 52 : Simulation du modèle : déformation des grains[45]

## 4) Modélisation analytique de la formation du copeau

Grâce à l'utilisation d'un modèle analytique de la formation du copeau développé par Moufki et al.[29–31], il est possible d'obtenir une estimation de différents paramètres tels que :

- La température au sein de la bande de cisaillement primaire
- Le temps de transit caractéristique au travers de la bande de cisaillement primaire
- La longueur de contact entre l'outil et le copeau
- La valeur moyenne de la pression de contact à l'interface outil-copeau
- La température à l'interface outil-copeau
- Les valeurs des efforts normaux et tangentiels

L'approche analytique développée par Moufki et al.[29–31] s'appuie sur l'hypothèse d'épaisseur constante (h) de la bande de cisaillement primaire afin de modéliser la formation du copeau d'un point de vue thermodynamique, au cours du procédé d'usinage. Cette hypothèse impose également de négliger la zone déformée par compression, située entre deux bandes de cisaillement. De cette manière, la totalité de la déformation est incluse dans la bande de cisaillement primaire, qui est caractérisée par l'angle de cisaillement $\phi$. Les conditions tribologiques sont, elles, exprimées au travers du coefficient de frottement moyen $\bar{\mu}$ qui prend en compte l'ensemble du contact thermomécanique outil-matière (effet d'arête de coupe, contact collant-glissant), et qui est obtenu directement à partir des mesures d'efforts lors de la coupe. Cette approche analytique n'est valable qu'en régime stationnaire (indépendamment du temps), et dans le cas d'un matériau considéré isotrope, inélastique et viscoplastique. L'écoulement de la matière lors de la coupe au travers de la bande de cisaillement primaire est unidimensionnel.

Afin de nourrir la modélisation, il est nécessaire de connaitre les conditions d'utilisation du procédé, mais également d'analyser les copeaux post-mortem, en coupe transverse, afin de déterminer les paramètres suivants :

- $V_C$, la vitesse de coupe, exprimée en [m.s$^{-1}$]
- $a_p$, la profondeur de passe, exprimée en [m]
- w, la largeur de coupe, exprimée en [m]
- ζ, l'angle de coupe, exprimé en [°]
- ϕ, l'angle de cisaillement, exprimé en [°]

La vitesse de coupe étant relativement faible (<1 m.s$^{-1}$), et grâce à une conductivité thermique élevée (K = 110W/m.K), la diffusion de la chaleur au moment de la coupe ne peut pas être négligée : la bande de cisaillement n'est pas considérée adiabatique. Afin de prendre en compte l'ensemble de ces éléments, une loi de comportement améliorée basée sur le travail de Johnson et Cook[46] a été utilisée:

$$\tau = \frac{1}{\sqrt{3}}\left(A + B\left(\frac{\gamma}{\sqrt{3}}\right)^n\right)\left(1 + C\ln\left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0}\right)\right)\left(1 - \left(\frac{\theta - T_r}{T_m - T_r}\right)^m\right)$$

avec :

- $\tau$, le cisaillement, exprimé en [MPa]
- A donne la valeur de la limite d'élasticité pour une vitesse de déformation de référence, exprimé en [MPa]
- B qualifie l'écrouissage, exprimé en [MPa]
- C donne la sensibilité à la vitesse de déformation, sans unité
- n, le coefficient d'écrouissage, sans unité
- $\gamma$, la déformation vraie, sans unité
- $\dot{\gamma}$, la vitesse de déformation, exprimée en [s$^{-1}$]
- $\dot{\gamma}_0$, la vitesse de déformation initiale, exprimée en [s$^{-1}$]
- θ, la température locale, exprimée en [°C]
- $T_r$, la température de référence, exprimée en [°C]
- $T_m$, la température de fusion, exprimée en [°C]
- m, le coefficient d'adoucissement thermique, sans unité

Afin de prendre en considération le transfert de chaleur depuis la bande de cisaillement primaire vers la pièce, il est nécessaire de considérer qu'une fraction  du travail plastique convertie en chaleur est redistribuée dans la pièce en amont de la bande de cisaillement primaire. Aussi, la distribution de la température le long de cette bande de cisaillement est décrite par l'équation de chaleur suivante :

$$\rho.c.V_C.\sin\ .\frac{d\theta}{dz} = (1 - \ ).\xi.\tau.\dot{\gamma}$$

avec :

- ρ, la masse volumique de l'alliage, exprimée en [kg.m$^{-3}$]
- c, la capacité thermique, exprimée en [m$^2$.s$^{-2}$.°C$^{-1}$]
- z, la distance le long du plan de cisaillement, exprimée en [m]
- , la fraction du travail plastique converti en chaleur
- ξ, le coefficient de Taylor-Quinney

En accord avec la modélisation proposée par Oxley (Oxley, 1989), le paramètre  peut être déterminé par les relations empiriques suivantes :

$$= \begin{cases} 0{,}5 - 0{,}35.log(R_T.\tan\ ) & \text{si} \quad 0{,}04 \leq R_T.\tan\ \leq 10 \\ 0{,}3 - 0{,}15.log(R_T.\tan\ ) & \text{si} \quad R_T.\tan\ \geq 10 \end{cases}$$

$$R_T = \frac{V_C.a_p.\rho.c}{K}$$

avec :

- $R_T$, un coefficient thermique, sans unité
- K, la conductivité thermique, exprimée en [m.kg.s$^{-3}$.°C$^{-1}$]

L'intégration des équations de mouvement et de chaleur, ainsi que les relations données par les équipes de Molinari[29] et de Moufki[30] livrent les équations suivantes, qui donnent accès aux valeurs du cisaillement, de la température, de la déformation et de la vitesse de déformation :

$$\tau = \rho.(V_C.\sin\ )^2.\gamma + \tau_0$$

$$\theta = \theta_w + (1-\chi).\frac{\xi}{\rho.c}.\left(\rho.(V_C.\sin\ )^2.\frac{\gamma^2}{2} + \tau_0.\gamma\right)$$

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma_0}.exp\left[\frac{\tau.\sqrt{3}}{C.\left(A + B.\left(\gamma/\sqrt{3}\right)^n.(1 - ((\theta - T_r)/(T_m - T_r))^m)\right)}\right]$$

$$\gamma = V_C.\sin\frac{d\gamma}{dz}$$

avec :

- $\tau_0$, la contrainte de cisaillement à l'entrée de la bande de cisaillement primaire, exprimée en [MPa]
- $\theta_w$, la température de la pièce massive, exprimée en [°C]

L'intégration de ces équations mène à :

$$\int_0^{\gamma_h} \frac{V_C.\sin}{\dot{\gamma}\ (\gamma, \tau_0)}\ d\gamma\ - h = 0$$

avec :

- h, la largeur de la bande de cisaillement, exprimée en [m]
- $\gamma_h$, la déformation à la sortie de la bande de cisaillement, sans unité

Cette intégrale non linéaire est utilisée afin de déterminer le cisaillement $\tau_0$. Les conditions aux limites donnent la valeur de la déformation dans la bande de cisaillement ci-après :

$$\gamma_h = \gamma_{(z=h)} = \frac{\cos\zeta}{\sin\ .\cos(\ -\zeta)}$$

En utilisant le cisaillement $\tau_{(z=h)}$ à la limite de la bande de cisaillement, les valeurs des efforts normaux et tangentiels sont obtenues grâce aux conditions d'équilibre du copeau :

$$F_T = \frac{w.a_p.\left(\cos\zeta + \tan\bar{\lambda}.\sin\zeta\right)}{\sin\ \left(\cos(\ -\zeta) - \tan\bar{\lambda}.\sin(\ -\zeta)\right)}.\left(\rho.(V_C.\sin\ )^2.\frac{\cos\zeta}{\sin\ .\cos(\ -\zeta)} + \tau_0\right)$$

$$F_N = \frac{w.a_p.\left(-\sin\zeta + \tan\bar{\lambda}.\sin\zeta\right)}{\sin\ \left(\cos(\ -\zeta) - \tan\bar{\lambda}.\sin(\ -\zeta)\right)}.\left(\rho.(V_C.\sin\ )^2.\frac{\cos\zeta}{\sin\ .\cos(\ -\zeta)} + \tau_0\right)$$

$$\bar{\mu} = \tan\bar{\lambda}$$

avec :

- $\bar{\lambda}$ , le coefficient de frottement apparent, sans unité
- $\bar{\mu}$ , le coefficient de frottement moyen, sans unité
- $F_T$, l'effort de coupe tangentiel, exprimé en [N]
- $F_N$, l'effort de coupe normal, exprimé en [N]

Le coefficient de frottement moyen est obtenu à partir des valeurs des efforts mesurés :

$$\bar{\mu} = \frac{F_N + F_T.\tan\zeta}{F_T - F_N.\tan\zeta}$$

Ce coefficient de frottement nous renseigne sur la répartition des efforts de coupe subis par l'outil (ou la pointe de l'outils dans le cas du micro-usinage). C'est un indicateur important pouvant être relié à des modes d'usure et de dégradation des outils. Il est donc assimilable à l'usinabilité de l'alliage. Dans notre étude, nous nous appuierons fortement sur l'évolution de ce coefficient.

La température moyenne située à l'interface outil-copeau est régie par la relation suivante :

$$\overline{T_{int}} = \frac{4}{3}.\frac{\bar{\mu}.\bar{P}}{\sqrt{\pi.K.\rho.c}}\sqrt{V_c.l_c} + \theta_{PSZ}$$

avec :

- $\overline{T_{int}}$, la température moyenne à l'interface outil/copeau, exprimée en [°C]
- $\bar{P}$, la pression de contact moyenne le long de la face de coupe de l'outil, exprimée en [MPa]
- $l_c$, la longueur de contact entre le copeau et l'outil, exprimée en [m]
- $\theta_{PSZ}$, la température à la sortie de la bande de cisaillement primaire, exprimée en [°C]

Enfin, la valeur moyenne de la pression de contact le long du plan de cisaillement primaire est obtenue grâce à l'équation d'équilibre du copeau :

$$\bar{P} = 2.\frac{\left(\cos\bar{\lambda}\right)^2}{\sin\left(2.(\ +\bar{\lambda} - \zeta)\right)}.\left[\rho.(V_C.\sin\ )^2.\frac{\cos\zeta}{\sin\ .\cos(\ -\zeta)} + \tau_0\right]$$

$$l_c = a_p.\frac{\sin(\ +\bar{\lambda} - \zeta)}{\sin\ .\cos\bar{\lambda}}$$

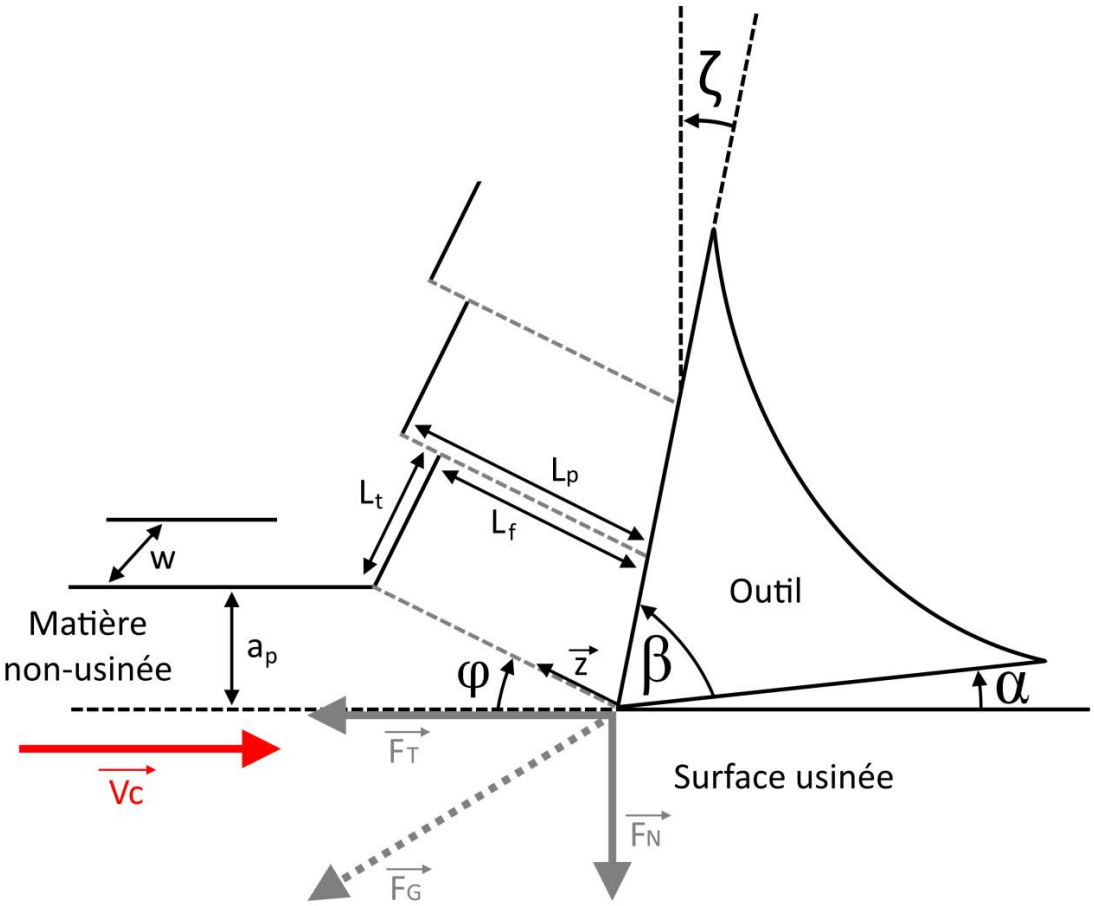



Figure 53 : Schématisation des efforts engagés lors de la coupe orthogonale stricte

# B - Usinage en coupe orthogonale stricte

Usuellement, les études portant sur l'usinage consistent principalement en l'étude du couple outil-matière. Une multitude d'essais paramétriques sont réalisés sur un unique matériau, dont on connait la totalité des propriétés, afin de déterminer ses conditions de coupes optimales. Dans cette étude, une démarche inverse a été adoptée : les conditions de coupes sont fixées, et la matière est analysée par ce nouveau moyen de caractérisation qu'est l'usinage orthogonal strict.

## 1) Mise en place des essais

La thématique de recherche étant conduite dans le cadre d'une démarche industrielle, les conditions de coupes retenues sont héritées de la procédure d'usinage en entreprise. Une opération de micro-fraisage a ainsi servi de guide pour définir ces conditions. La réalisation d'essais de coupe orthogonale stricte sur des profondeurs de passe inférieures au centième de millimètre étant très délicate, il a été décidé de laisser ce paramètre variable, et donc de fixer l'ensemble des autres conditions de coupe. De plus, la phénoménologie de la coupe a déjà montré de grandes disparités entre un usinage macroscopique et microscopique. L'un des enjeux de ces essais est également de mettre en évidence les différences de comportement entre ces deux modes de sollicitation. Voici la liste de l'ensemble des paramètres fixés :

- L, la longueur de coupe, exprimée en [m], fixée à 50mm
- $V_C$, la vitesse de coupe, exprimée en [$m.s^{-1}$], fixé à 0,81$m.s^{-1}$
- w, la largeur de coupe, exprimée en [m], fixée à 2,08mm
- α, l'angle de dépouille, exprimé en [°], fixé à 27,63°
- β, l'angle de taillant, exprimé en [°], fixé à 64,15°
- ζ, l'angle de coupe, exprimé en [°], fixé à -1,78°
- $R_{outil}$, le rayon d'arête de l'outil, exprimé en [m], fixé à 1µm
- la matière composant l'outil : carbure de tungstène

Pour s'affranchir de ces difficultés technologiques, de très nombreuses études d'usinage se placent en condition de coupe orthogonale simple car cela permet de considérer la coupe comme un phénomène bi-axial. Les deux moyens les plus aisés pour y parvenir sont d'utiliser un tour d'usinage, de deux manières :

- en mode "dressage" sur des pièces de grands diamètres
- en mode "chariotage" sur des tubes de faibles épaisseurs

Dans ces deux cas, les incertitudes liées aux erreurs de géométrie de la coupe sont assez faibles. Une contrainte supplémentaire dans le cas de cette étude provient de la géométrie de la matière étudiée, livrée directement sous la forme de barres Ø10,5mm. Leur forme cylindrique est susceptible d'amener une hétérogénéité de propriétés suivant la direction radiale. Pour rester dans une zone considérée comme homogène, il est

préférable de ne pas se déplacer sur une distance radiale supérieure à 0,5mm (±0,250mm). De plus, la mesure des efforts d'usinage, décrite plus tard, peut être très bruitée, et nécessite donc une durée minimale d'interaction entre l'outil et la matière afin de stabiliser le signal enregistré. En conséquence, l'adaptation de nos matériaux pour les deux modes cités précédemment s'avère délicate.

Le choix de se placer en condition de coupe orthogonale stricte s'est alors imposé. L'idéal pour respecter les conditions de précision et de d'utilisation en régime dynamique est encore d'instrumenter une machine de dynamique. Cependant, la réalisation d'outillages spécifiques et de capteurs pour les différentes mesures peut se montrer à la fois chère et chronophage. Dans un souci d'efficacité, de modularité et de simplification, une solution alternative a été mise en œuvre : l'instrumentation d'un centre d'usinage à grande vitesse à commande numérique. L'emploi d'un tel équipement a permis de surmonter toutes les contraintes imposées par cette étude. Ainsi, un centre de fraisage K2X8 optionné (sur le modèle du K2X20), de la marque HURON, a pu être instrumenté. Si la broche principale permet d'atteindre des vitesses de rotation d'outils extrêmes (supérieures à 20 000 $tr.min^{-1}$), c'est sa précision en déplacement rapide qui aura été sa caractéristique la plus intéressante. Grâce à un système de rails de guidage sur tous les axes, couplé aux vis à bille précontraintes avec système de compensation de la dilatation, une grande précision de déplacement est possible (inférieur au micromètre), y compris en déplacement rapide ($50m.min^{-1} = 0,83\ m.s^{-1}$). De plus, la rigidité de la machine lui confère une bonne précision lorsqu'elle est soumise à des efforts de coupe. Une grande table autorise des déplacements de plusieurs centaines de millimètres à vitesse maximale (courses de 700x600mm), permettant d'atteindre et de stabiliser des vitesses de déplacement importantes. Avec une accélération de $4m.s^{-2}$ sur les axes, la vitesse maximale est atteinte après 100mm. Une distance de sécurité est ajoutée avant et après la pièce, pour assurer la stabilité du système: 200 mm. La longueur de coupe étant de 50mm, le régime est stable pour toute la durée de l'interaction entre l'outil et la pièce.

Les outils utilisés dans cette étude sont inspirés des outils de tournage de forme "pelle", montés en configuration "étau-limeur". La géométrie de coupe est reprise depuis celle d'une fraise de diamètre 0,4mm. Les fraises étant conçues pour travailler en coupe oblique, les angles de l'outil ont été rebasculés dans le plan dit "orthogonal" (Figure 54c). Le taillage des monoblocs de carbure de tungstène a été réalisé en interne chez le partenaire industriel en respect des tolérances drastiques imposées.

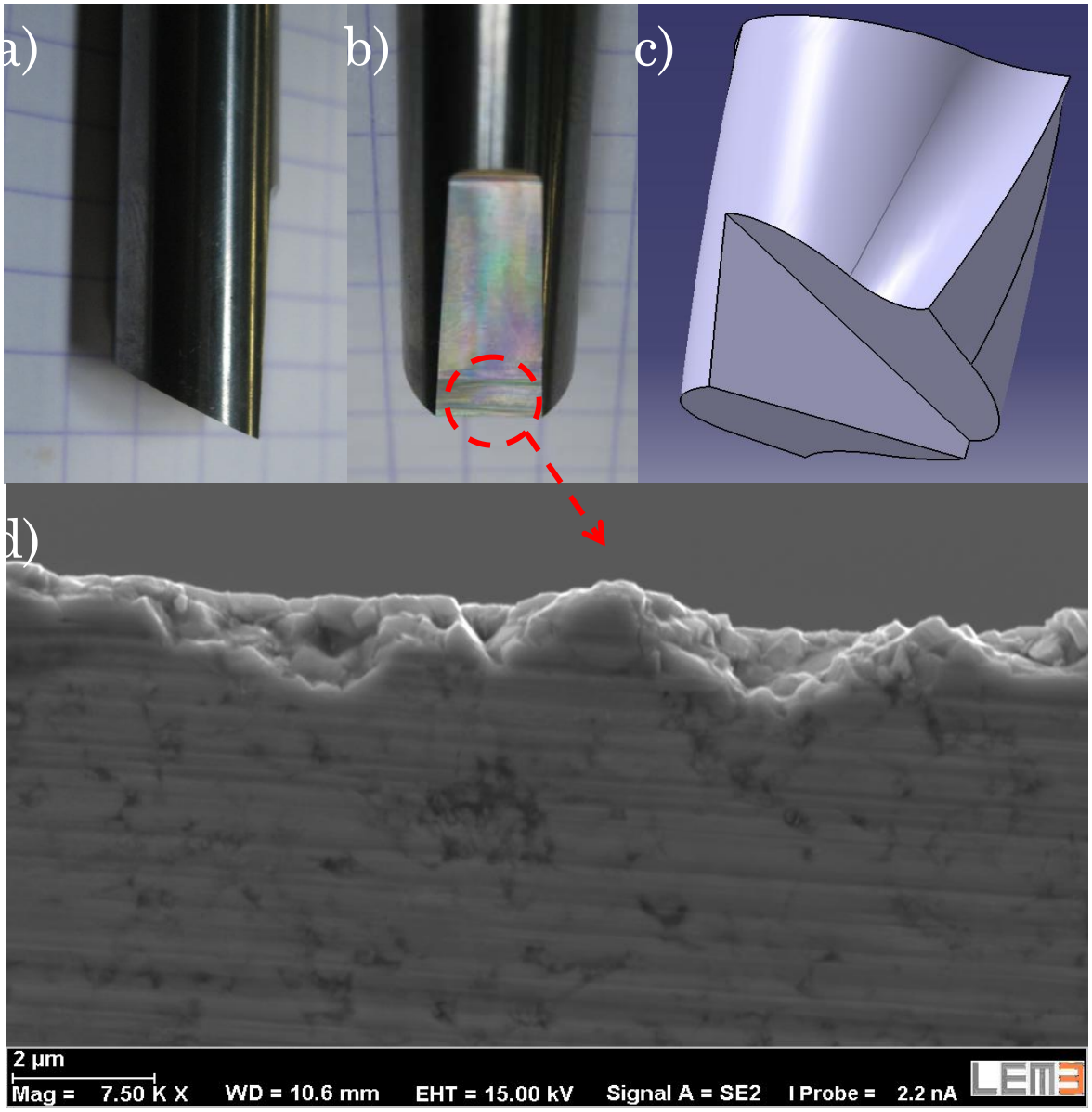



**Figure 54 : Détails de la géométrie de l'outil de coupe orthogonale : a) vue de profil - b) vue de la face de coupe - c) modélisation 3D de la fraise donnant la géométrie de référence - d) Clichés SEM x 7500 de l'arrête de l'outil**

La largeur de coupe de l'outil est portée à 6mm. L'angle de coupe $\zeta$ est légèrement négatif (-1,78°). L'arête de coupe est taillée "vive"; si théoriquement, l'intersection de deux plans de taille devrait permettre d'obtenir un rayon d'arête égal à 0µm, la réalité est bien différente. En effet, le carbure de tungstène utilisé provient de barres rectifiées formées à partir de poudres frittées, et le diamètre de ces particules est sub-micrométrique. Chez la plupart des vendeurs d'outils, les arêtes "vives" sont de fait des arêtes de 2µm à 5µm. Dans notre cas, la mesure au microscope électronique à effet de champ a montré que le rayon d'arête moyen réalisé est de 0,8µm. La composition chimique du carbure influe directement sur les propriétés mécaniques de l'outil. Ici, un carbure à 10% de cobalt a été retenu (K-ISO 30, dureté de 1560 HV, 4000MPa de résistance à la flexion, 5500MPa de résistance à la compression). Comme sa géométrie lui permet de travailler linéairement, la rotation de l'outil dans la broche a été

mécaniquement supprimée. Pour parvenir à ce verrouillage, une pièce complémentaire dénommée "la cloche" a ainsi été fixée directement sur la tête de la machine outils. L'outil est donc encastré via cette pièce en 45NCD16, massive et rigide, sur la tête de la machine, et ce, sans contact avec la broche principale. Par ce biais, une protection des paliers de la broche est ainsi garantie, peu importe les efforts auxquels l'outil sera confronté. Un porte-outil a également été développé; il est lié à la cloche par un centrage court qui permet l'ajustage de l'inclinaison de l'outil. L'outil est maintenu en position par un centrage long; un réglage en rotation est alors possible, dans le but d'étudier une coupe orthogonale, ou une coupe oblique si nécessaire. Cette conception engendre une grande précision, ainsi qu'une grande rigidité de l'ensemble de la tête. L'inconvénient majeur reste le réglage impératif de ces éléments avant d'effectuer un essai de coupe. Ce dégauchissage fin a été réalisé par l'intermédiaire de comparateurs "longues courses" de précision (erreur inférieur à 3µm), montés sur des pieds magnétiques à blocage hydraulique.

Les échantillons cylindriques ont été préalablement préparés afin d'obtenir une coupe à largeur fixe. Ainsi, une géométrie particulière, un créneau de largeur h = 2,08mm, a été réalisé par fraisage suivant le sens longitudinal. De plus, afin de garantir une plus grande planéité, mais également pour homogénéiser les effets de la mise en forme par usinage, la surface supérieure de ce créneau a subi une série d'opérations de rectification plane sous lubrification. Ce protocole a été respecté pour l'ensemble des échantillons, et se décompose de la manière suivante: deux passes de 20µm, deux passes de 10µm, deux passes de 5µm, deux passes de 2µm, puis deux dernières passes de 1µm. Comme la géométrie d'attache des échantillons est de forme cylindrique, un porte-échantillon spécifique a été développé afin de leur assurer un maintien précis et répétable. Ainsi, une forme en V permet le maintien de l'échantillon via deux contacts linéiques le long des génératrices. L'arrêt en translation est garanti par un jeu de vis-pointeau. Sur ce porte-échantillon, deux échantillons peuvent être installés, permettant un gain de temps dans la préparation. Finalement, le porte-échantillon est bloqué dans un étau de précision (provenant d'une machine de rectification). Après un dégauchissage fin, l'échantillon est parallèle à l'axe X du centre d'usinage (grande longueur de la table), et sa surface supérieure est orthogonale à l'axe Z (hauteur de la tête).

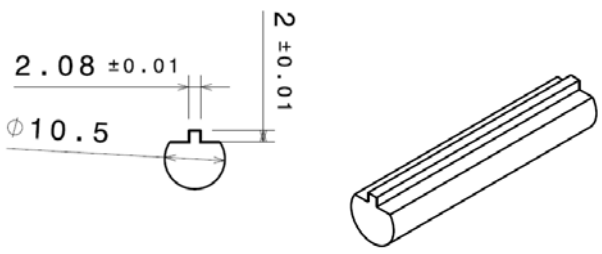



**Figure 55 : Schéma des échantillons dédiés à l'usinage en coupe orthogonale**

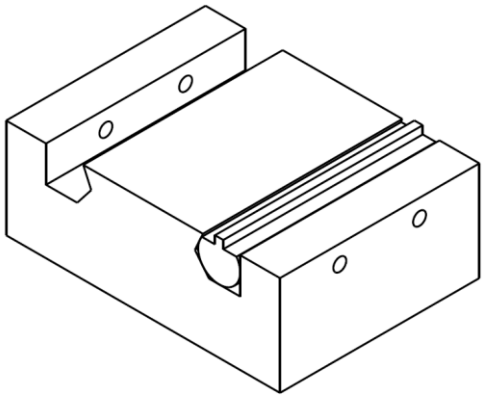


**Figure 56 : Schéma du porte-échantillon**

Grâce à cette configuration, l'essai d'usinage en coupe orthogonale stricte est possible. L'outil démarre sa course 200mm avant la position de l'échantillon (point d'origine), accélère jusqu'à atteindre une vitesse stabilisée de 0,81m.s$^{-1}$ (phase d'approche), interagit avec la matière de notre échantillon durant 50mm (phase de coupe), puis termine sa course 200mm plus loin (phase de décélération). Pour un échantillon, le seul paramètre variable lors d'une série d'essai est la profondeur de passe ($a_p$) prise par l'outil. Dans le protocole appliqué pour chacun des matériaux usinés dans le cadre de ces travaux, cinq profondeurs de passe ont été retenues : 40µm, 20µm, 10µm, 5µm, 2µm. Des essais à profondeur de passe plus faible ont cependant été réalisés afin de déterminer la valeur du copeau minimal réalisable, mais une passe de 1µm forme toujours un copeau continu de 50mm de long. Le copeau minimal réalisable a donc une valeur inférieure au micromètre; cette gamme de travail n'est pas atteignable par notre équipement expérimental. De ce fait, tous les essais réalisés dans cette configuration sont au-delà de la valeur minimale requise pour permettre la formation d'un copeau continu.

La caractérisation de la matière par une série d'essai d'usinage en coupe orthogonale stricte ne prend tout son sens que lorsque l'instrumentation de la machine est effectuée. Pour la mesure des efforts, une platine dynamométrique Kistler a été installée sur le montage. Pour la mesure de température à l'interface outil-matière, un autre dispositif spécifique a été développé. Enfin, pour le suivi du comportement fragile du copeau lors de sa formation, une caméra rapide a pu être mise en place au plus près de la coupe. Ces étapes d'instrumentation sont développées ci-après.

## 2) Instrumentation du banc d'essai

Un ensemble d'instruments de mesure multi-échelles existe afin d'obtenir la plupart des paramètres clés décrivant la coupe orthogonale, mais aucun d'entre eux ne donne une vision complète des processus impliqués dans l'opération d'usinage. Et pour cause, comme expliqué de manière très détaillée par Wagner[47] et Bissey[48], l'analyse de la coupe peut être scindée suivant un point de vue Microscopique, Mésoscopique ou Macroscopique. Chacune de ces échelles dispose d'un arsenal de mesure propre à son étude, et s'abstient des considérations relatives aux autres échelles. Dans notre cas, c'est le point de vue microscopique qui sera le plus pertinent, car il traite de l'étude métallurgique de la matière et particulièrement de l'analyse microstructurale des copeaux (post-mortem). La comparaison avant/après usinage peut être réalisée à une échelle aussi fine, notamment grâce à la caractérisation métallographique de la matière. En effet, l'énergie apportée par l'usinage, d'origine thermomécanique, est suffisamment importante pour créer des transformations de phases, générer des contraintes résiduelles, fragmenter les grains présents, et modifier la texture du matériau original. La formation de la zone de cisaillement primaire est également l'objet des études menées à cette échelle.

## a) Mesure des efforts

Lors de l'opération d'usinage, la mesure des efforts de coupe est donc un excellent moyen de caractérisation, qui peut s'avérer facile à mettre en œuvre.

Une mesure exacte des efforts de coupe situés à l'interface entre l'outil et la matière, pendant l'usinage, est extrêmement complexe à obtenir. Cependant, lors d'un cycle complet d'usinage, connaitre la valeur des efforts appliqués respectivement sur l'outil ou sur la pièce est une opération aisée. Une table dynamométrique statique KISTLER a été montée entre la table du centre d'usinage et l'étau de précision maintenant le porte-échantillon. Son positionnement fin (dégauchissage) permet de confondre le repère de la platine avec le repère de la machine. Ainsi, les efforts lus par la platine KISTLER ne seront projetés que sur ses axes X et Z; il n'y a pas de déplacement suivant l'axe Y, et donc pas d'effort mesuré sur l'axe Y. Enfin, la chaine de mesure standard pour ces équipements est relativement simple; le dynamomètre est relié, via un câble de haut isolement, à un amplificateur de charge lui-même connecté au système d'acquisition.

Ce type de dynamomètre à 6 composantes (9257B) possède une fréquence d'acquisition fixée à 15kHz, permettant de suivre l'évolution des efforts de coupe. De plus, la sensibilité de la platine permet de détecter des variations de forces très faibles (de l'ordre du Newton), sur une large gamme s'étendant de -5 à +5kN, suivant les directions X et Y, et de -5 à 10kN suivant l'axe Z. La bonne régularité des signaux obtenus rend le post-traitement de ces données très simple. Un filtre passe-bas permet de lisser les courbes d'effort du bruit présent, et la conversion des tensions électriques mesurées par le système d'acquisition en Newton se fait via un étalonnage de la platine (réglage de la sensibilité de la platine). Enfin, une fois les courbes converties et lissées, une valeur moyenne est obtenue sur toute la longueur de coupe; les essais d'usinage étant toujours répétés 5 fois, la longueur de coupe effective prise en compte est de 250 mm (5x50mm). Ainsi, deux valeurs moyennes d'efforts sont présentées (suivant les axes X et Z) pour chacune des profondeurs de passe, de chacun des matériaux caractérisés.

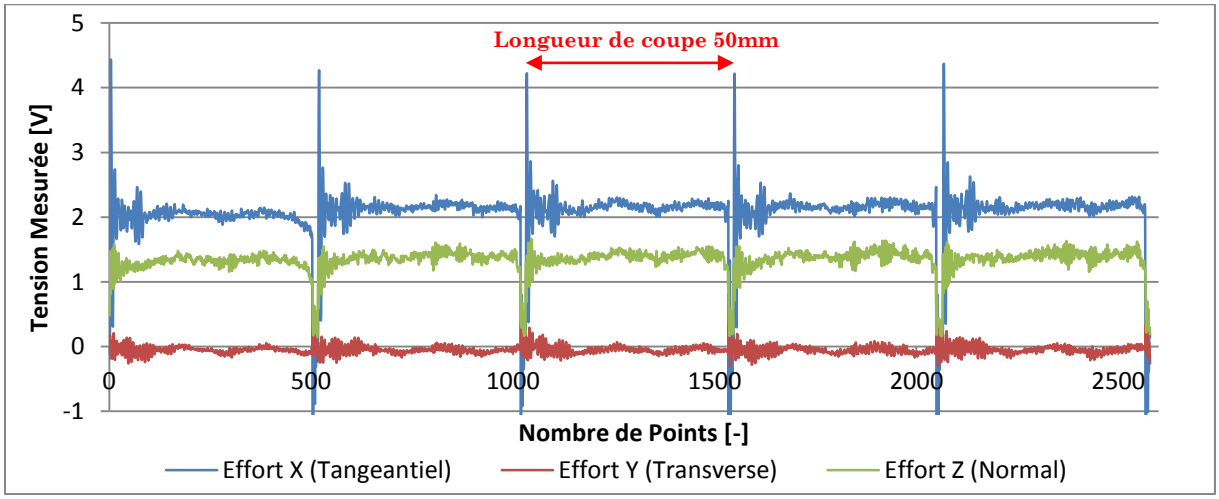



Figure 57 : Exemple de signal obtenu lors de la mesure des efforts de coupe

## b) Mesure de la température à l'interface copeau-outil

La lecture des efforts mesurés par une platine Kistler ne donne qu'une information partielle de l'histoire du copeau : la partie mécanique. Pour la partie thermique, il est beaucoup plus délicat d'en obtenir une vision représentative. Deux techniques sont répandues afin de connaitre cette histoire thermique de la matière: les thermocouples (en pointe d'outil, ou en sous-surface) ou les dispositifs de mesure thermographique. Ces deux méthodes présentent des inconvénients majeurs dans le cas de notre étude. Tout d'abord, l'emploi de thermocouples ne représente qu'une vision d'une zone éloignée de l'interaction outils-matière. Si dans le cas de l'usinage conventionnel, les distances de pose des thermocouples (dans l'outil ou sous la surface usinée) sont acceptables, dans notre cas (où la passe la plus importante ne dépasse pas les 40µm), ces distances sont beaucoup trop grandes pour permettre la mesure. De plus, l'imprécision de cette méthode nécessite la réalisation de nombreux essais qui, dans notre cas, pose le problème du manque de matière première. Quant à l'utilisation des caméras thermiques, les difficultés liées à leur calibration, notamment les problèmes d'émissivité, en font des équipements délicats et chronophages. Enfin, de par la très faible taille de la zone d'intérêt de notre étude, leur résolution ne permet pas la mesure dans de bonnes conditions.

Il a donc été décidé de développer un moyen de mesure original de la température de coupe, au plus près de l'interface outil-matière en s'inspirant des modèles de thermocouples intrinsèques. Un thermocouple n'est en réalité composé que de deux matériaux différents mis au contact l'un de l'autre, soumis à une élévation de température. L'information consiste en la mesure de la différence de potentiel créée au niveau de la jonction. Grâce à une calibration adaptée, cette différence de potentiel est convertie en mesure de température. Nous avons ainsi réalisé le thermocouple le plus simple possible : une partie est faite de carbure de tungstène (corps de l'outil), et une partie est faite de C17300 (la matière usinée). La jonction est éphémère, et n'est constituée que de l'interface directe entre l'outil et la matière usinée. Grâce à une isolation électrique totale de ces deux éléments du reste du montage (pour éviter toutes interférences et les courants de fuite), la différence de potentiel générée lors de la coupe est mesurée, puis traitée, et convertie en mesure de température grâce à une calibration préalable. De par les très faibles masses engagées, le thermocouple intrinsèque possède un temps de réponse extrêmement faible (quelques µs). La zone observée par cette méthode de mesure est au plus près de l'interface outil-matière, puisque la jonction n'est constituée que de cette interface. La mesure prend en compte les zones de frottement secondaire (contact copeau-outil) et tertiaire (face de dépouille), mais également la température en pointe de l'outil et sur son arête de coupe.

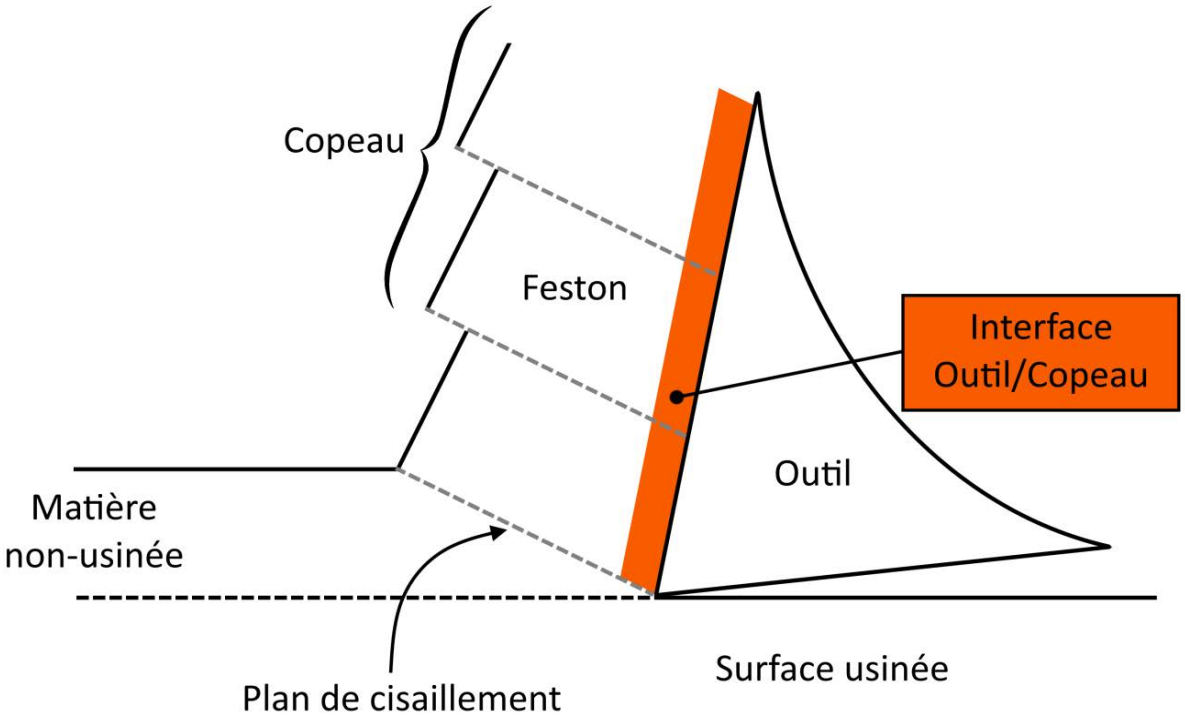



**Figure 58 : Schématisation des températures engagées lors de la coupe orthogonale stricte**

La calibration de ce thermocouple intrinsèque s'est faite grâce à une série de mesures de différence de potentiel dans un four de traitement thermique électrique, instrumenté avec un thermocouple de référence. Trois points de mesure ont été effectués : 300°C, 500°C et 800°C. Afin de garantir le maintien isotherme durant la calibration, les thermocouples intrinsèques et de référence ont été plongés simultanément dans des creusets remplis de sable fin, préalablement maintenus à température durant 8 heures (chaque mesure étant répétée 3 fois consécutivement). La calibration montre le comportement non-linéaire de la réponse de ce thermocouple :

$$T_{mesure} = 46{,}653.|V_{mesure} - 1{,}45|^{1{,}8906} + 245{,}43$$

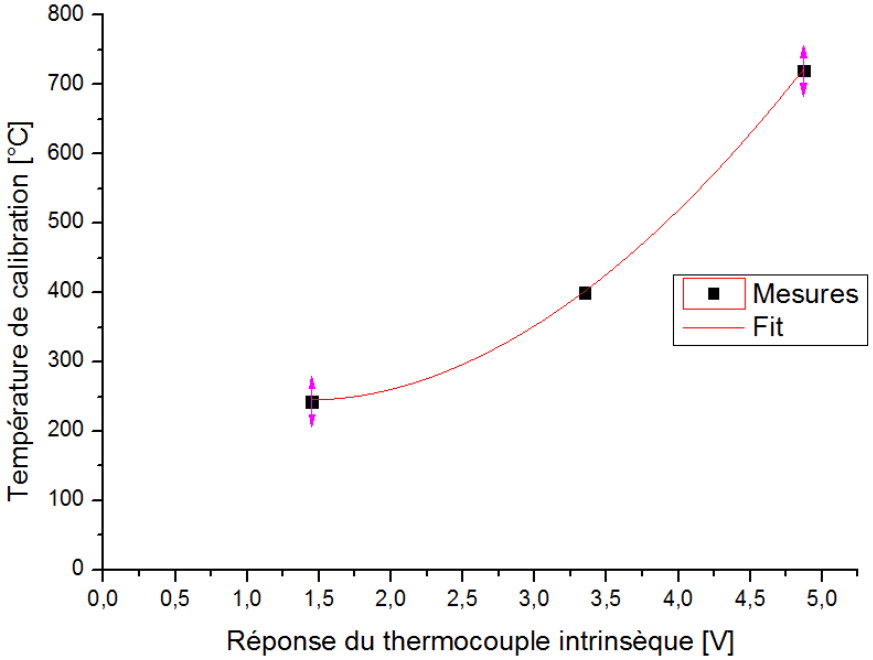



**Figure 59 : Courbe de calibration du thermocouple intrinsèque**

### c) Observation de la fissuration

Expérimentalement, l'observation de la propagation de la fissure pendant la coupe est extrêmement délicate. Les faibles profondeurs de passe engagées et la vitesse du phénomène requièrent un équipement aux propriétés à la fois très précises et très rapides. Des essais en caméra rapide ont ainsi été conduits. Malheureusement, afin d'obtenir une information locale, les caméras rapides à forts grossissements ont besoin d'un échantillon particulièrement bien éclairé. L'emploi de sources de lumière focalisée devient alors impératif. Ces mesures ont été réalisées en utilisant une caméra rapide (2kHz) à faible grandissement en vue d'observer les effets de la propagation de la fissure. Lors de la fissuration du matériau, des petites particules sont projetées autour de l'échantillon : c'est cette projection que la caméra rapide tente de capturer. De plus, une analyse des copeaux post-mortem (après usinage), permet de mettre en évidence la fissuration de la matière déformée par la coupe.

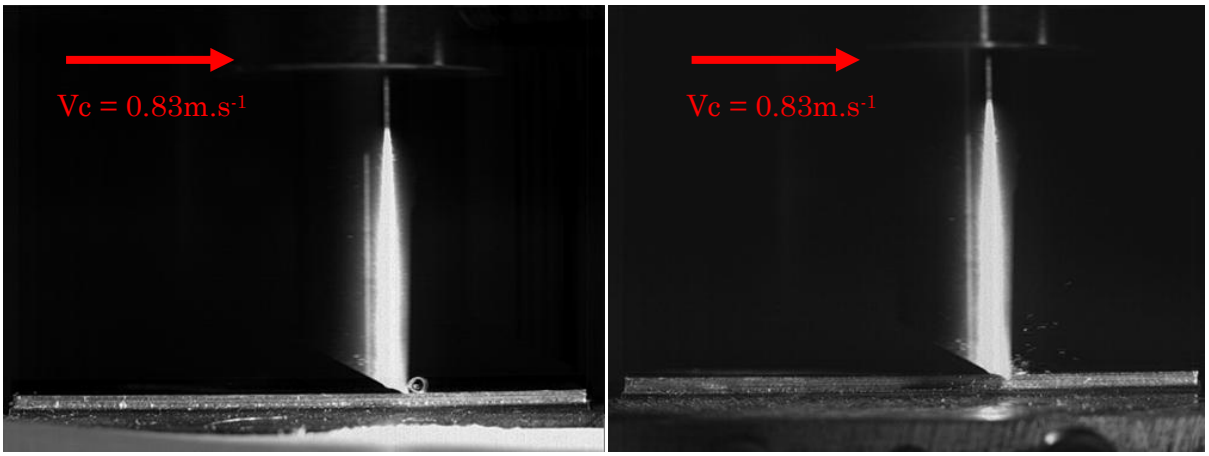



**Figure 60 : Clichés en caméra-rapide d'un essai d'usinage ($a_p$=40µm) - à gauche : formation du copeau sans fissuration - à droite : projection de micro-copeaux**

## 3) Essais de Cisaillement dynamique sous simulateur GLEEBLE

L'étude du comportement en cisaillement pur dans le cas de sollicitations dynamiques est une méthode de caractérisation de la matière s'apparentant à une simulation physique du procédé d'usinage. En effet, si l'on considère la coupe comme un procédé de grande déformation, sollicité en température, sous chargement dynamique, il est difficile d'accéder à des équipements permettant le contrôle de l'ensemble de ces paramètres. En utilisant une géométrie d'éprouvette très particulière, l'équipement le plus adapté à ces mesures est une machine GLEEBLE, qui permet la mise en place d'essais en grandes déformations, dans le domaine dynamique, avec un contrôle de la température et environnemental (sous vide primaire ou sous atmosphère neutre), Figure 61.

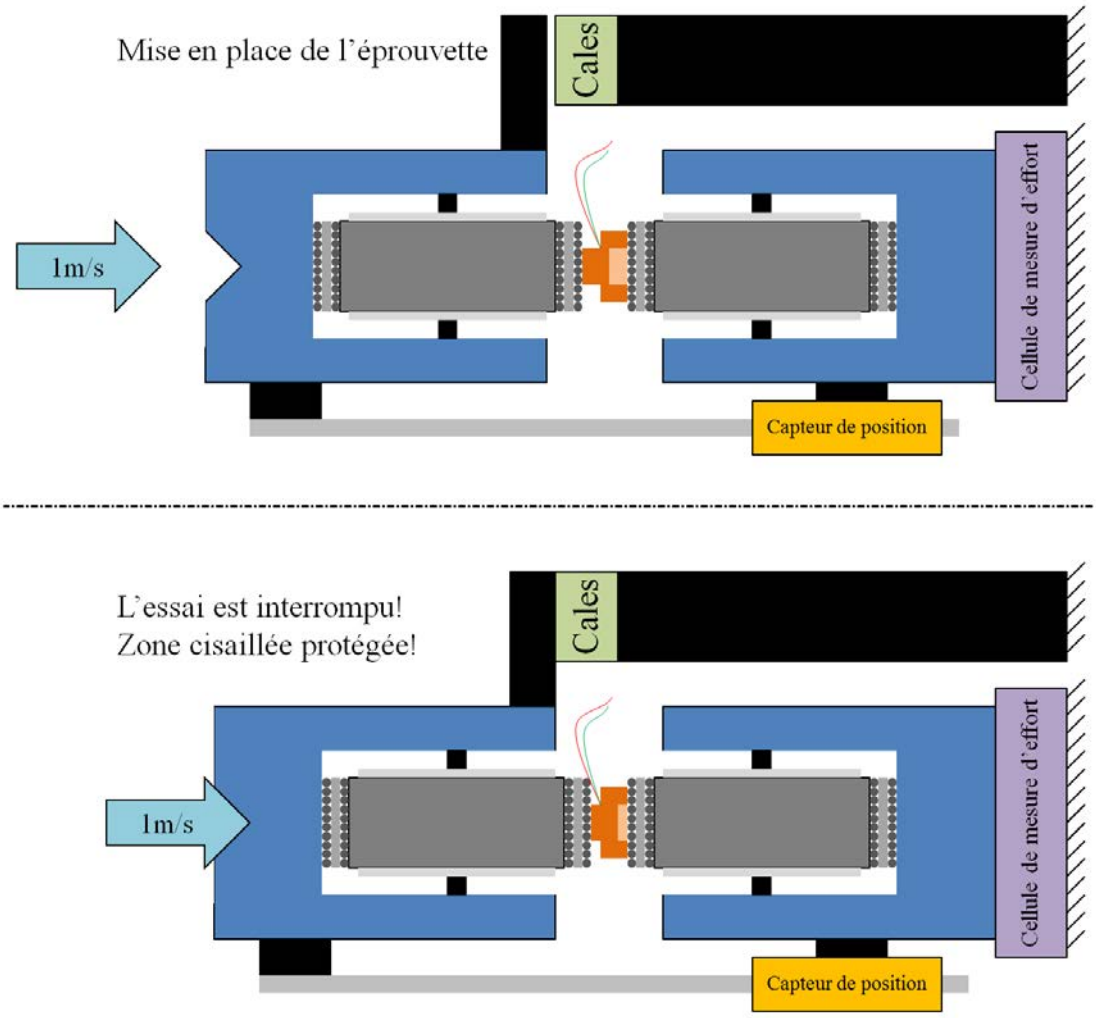



**Figure 61 : Schéma d'un essai de cisaillement dynamique GLEEBLE, avant et après essai**

Les vitesses de déplacement atteintes sont proches de 1m.s$^{-1}$, et la température maximale atteignable avoisine les 3000°C, avec des rampes de chauffe théoriques de 10000°C.s$^{-1}$ (par effet Joule). L'ensemble est instrumenté de nombreux capteurs (force, position, température) dont les signaux sont enregistrés avec une fréquence d'acquisition de 500 kHz. Si le montage est adapté, il est également possible, grâce à un jeu de cales, de stopper le déplacement de la traverse de manière brutale, sans risque d'endommagement de l'équipement. Cette option permet la mise en place d'essais interrompus. Les pré-requis nécessaires pour la réalisation des essais sont nombreux, et demandent beaucoup de soin dans leur préparation.

## a) Préparation des échantillons

Afin de réaliser des essais en cisaillement pur, une géométrie d'éprouvette très particulière a été retenue : l'éprouvette chapeau. De par sa forme, lors de la mise en compression de cette éprouvette, la zone de raccordement des parties supérieure et inférieure sera sollicitée en cisaillement quasi-pur. La vitesse de déformation de la zone cisaillée dépend donc de la largeur de la zone et de la vitesse de compression de la machine.

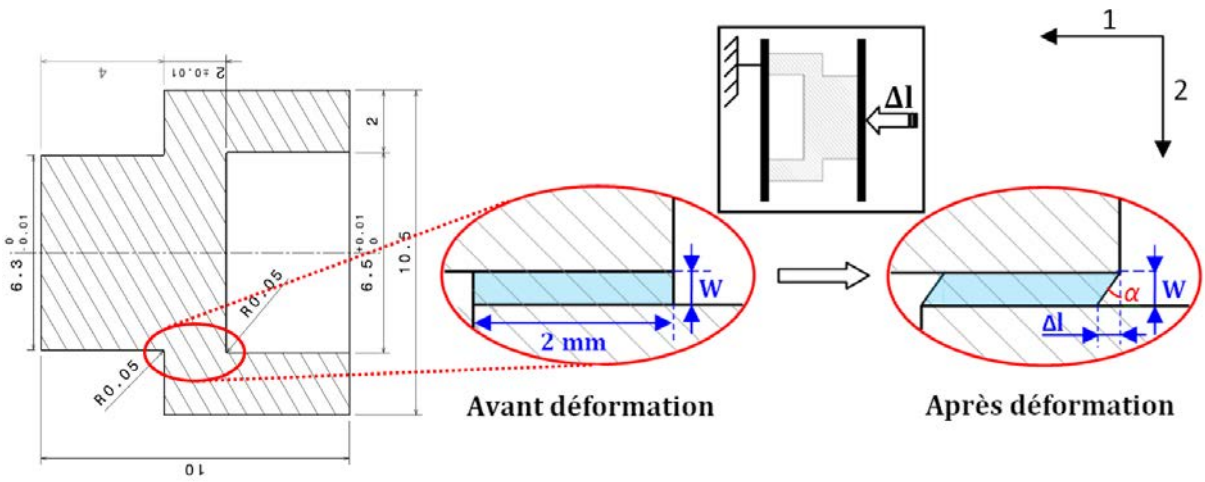



Figure 62 : Schématisation des éprouvettes de cisaillement dynamique

Grâce à cette géométrie, la gamme de vitesse de cisaillement atteignable est de l'ordre de $10^4 s^{-1}$ (contre $10^2 s^{-1}$ en compression). De plus, en adaptant simplement la hauteur de la zone de raccordement, le taux de cisaillement peut être modifié. Concernant la réalisation de ces échantillons, il est impératif que les rayons de raccordement soit finement tolérancés, et qu'une excellente coaxialité entre les cylindres supérieur et inférieur soit respectée. L'ajout d'un thermocouple, au plus près de la zone cisaillée, permet simultanément de contrôler la température globale atteinte avant le début de l'essai et de mesurer les variations de température au cours de l'essai. Dans son travail de thèse, Hor[49] démontre que lors d'un chauffage par conduction électrique, la géométrie complexe de l'éprouvette chapeau peut entrainer une distribution hétérogène de la température dans l'éprouvette (notamment en raison des variations de sections). En considérant la zone cisaillée comme la température de référence, une série de mesures de températures a montré une variation de près de :

- Δ = +60°C dans la partie supérieure de l'éprouvette
- Δ = -30°C dans la partie inférieure de l'éprouvette

## b) Post-traitement des données

Lors d'un essai de cisaillement dynamique, le capteur de position enregistre le déplacement du vérin hydraulique par rapport au bâti de la machine. Aussi, de nombreuses pièces sont sollicitées élastiquement (cales - enclumes - partie supérieure (pion) et inférieure (couronne) des éprouvettes chapeau - Figure 62). Seule la partie centrale des échantillons (volume de matière compris entre le diamètre extérieur du pion et le diamètre intérieur de la couronne) est sollicitée dans le domaine plastique. C'est pourquoi les courbes obtenues doivent être corrigées de leurs parties élastiques, qui comportent des informations extérieures au matériau d'étude.

L'équation suivante, issu du travail de thèse d'Hor[49], détermine alors la relation entre la déformation de cisaillement inélastique théorique $\gamma_{théorique}^{inélastique}$ du volume considéré, la

déformation totale théorique $\gamma_{théorique}$ , la contrainte de cisaillement théorique $\tau_{théorique}$ et le module de cisaillement apparent $\mu_{élastique}$ :

$$\gamma_{théorique}^{inélastique} = \gamma_{théorique} - \frac{\tau_{théorique}}{\mu_{élastique}}$$

$$\gamma_{théorique} = \tan(\alpha) = \frac{\Delta l}{W}$$

$$\tau_{théorique} = \frac{F}{\pi h \left(\frac{d_i + d_e}{2}\right)}$$

où :

- $\Delta l$ est le déplacement mesuré par l'extensomètre longitudinal, exprimé en [m]
- W est la largeur de la zone cisaillée, exprimée en [m]
- α est l'angle cisaillé, exprimé en [°]
- F est l'effort appliqué sur l'éprouvette, exprimé en [N]
- h est la hauteur de la zone cisaillée, est à pour valeur dans ces essais : 2mm
- $d_i$ et $d_e$ sont respectivement les diamètres intérieur de la zone creuse et extérieur de la zone pleine de l'éprouvette chapeau, exprimés en [m]
- $\mu_{élastique}$ est le module de cisaillement apparent (déterminé sur la courbe expérimentale), exprimé en [MPa]

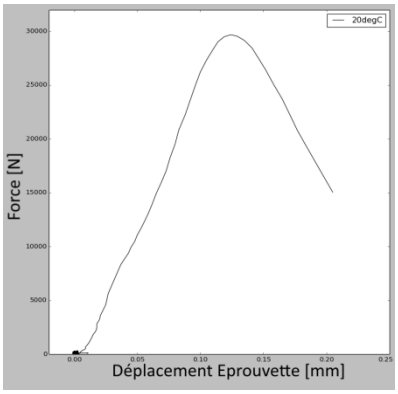



Figure 63 : Post-traitement des données GLEEBLE - Courbe effort - déplacement

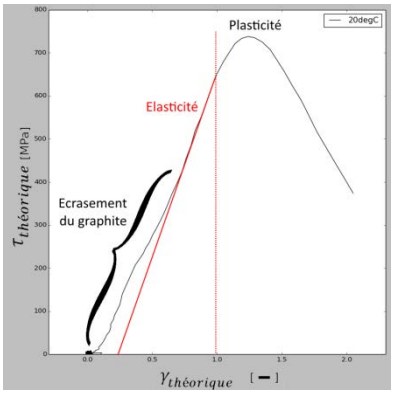



Figure 64 : Post-traitement des données GLEEBLE - Courbe déformation - cisaillement

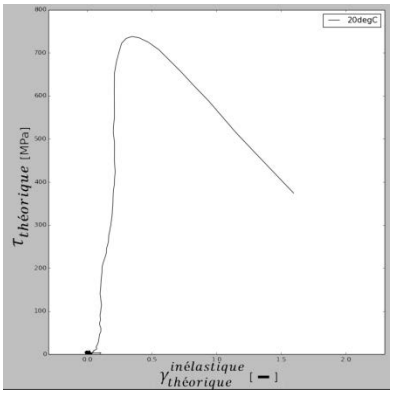



Figure 65 : Post-traitement des données GLEEBLE - Courbe déformation inélastique - cisaillement

Ce traitement permet la correction des signaux obtenus lors de la mesure. Les courbes alors traitées ne représentent que le comportement inélastique du matériau d'étude.

# CHAPITRE III

# CARACTERISATION DE L'ETAT DE LIVRAISON

# 1) Caractérisations microstructurales et propriétés mécaniques

L'alliage utilisé dans notre étude est un alliage C17300, livré sous forme de barres rectifiées de diamètre 10,5mm et de longueur 3m, après de nombreuses opérations de mise en forme (extrusion à chaud, tréfilage à froid et traitements thermiques). C'est de ces barres que proviendront l'ensemble des échantillons utilisés dans ce travail. Comme nous l'avons vu au chapitre1, les propriétés microstructurales et mécaniques des cupro-bérylliums dépendent fortement de leur composition chimique. Le taux de béryllium en solution dans la matrice, par exemple, a une influence clé sur le paramètre de maille de la matrice (loi de Végard), mais aussi sur la quantité de phases susceptible de précipiter. C'est pourquoi tous les lots-matières reçus sont contrôlés. A réception de la matière, un échantillon de chaque lot en est prélevé, et une mesure de la composition chimique par étincelage (analyse spectrométrique) est effectuée. Le tableau suivant exprime la composition en éléments d'alliage des échantillons reçus:

| | Be [%wt.] | Pb [%wt.] | Co+Ni [%wt.] | Co+Ni+Fe [%wt.] | Co [%wt.] | Fe [%wt.] | Ni [%wt.] | Al [%wt.] | Si [%wt.] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Echantillons | 1,84 | 0,33 | 0,23 | 0,27 | <0,3 | <0,04 | <0,3 | 0,03 | 0,06 |
| Variabilité | 1,83-1,88 | 0,32-0,38 | 0,22-0,27 | 0,25-0,29 | | | | 0,02-0,04 | 0,05-0,08 |
| Norme C17300 | 1,8-2,0 | 0,2-0,6 | >0,2 | <0,6 | | | | $\Sigma_{impuretés}$<0,5 | |

**Tableau 8 : Composition chimique de l'alliage d'étude (analyse spectrométrique)**

Les dispersions mesurées sur des lots matières, issus de différentes coulées, sont suffisamment faibles pour être considérées comme négligeables. Tous les lots de matières analysés possèdent donc la même composition chimique élémentaire.

La valeur de la dureté de ces échantillons oscille entre 350 et 380HV. La procédure exacte d'obtention n'étant pas connue, et comme les cinétiques de précipitation sont dépendantes du procédé de mise en forme thermomécanique, il n'est pas possible d'estimer l'état microstructural de l'alliage via un simple essai de dureté. Une analyse précise et soignée est donc nécessaire afin de déterminer l'état microstructural de l'alliage.

Cette caractérisation microstructurale du matériau à l'état de livraison a été réalisée grâce à la combinaison de résultats provenant de multiples méthodes d'analyse présentées au Chapitre 1. Une analyse à l'échelle macroscopique détermine la texture du matériau, les hétérogénéités microstructurales dans les sens transverse et radial, le taux de béryllium en solution solide et réalise l'identification des phases en présence. A

l'échelle microscopique, on détermine la taille de grains et la répartition chimique locale. Enfin, l'observation à l'échelle nanoscopique permet de caractériser la morphologie des précipités présents et de compléter l'analyse des phases métastables.

## a) Caractérisation de la matière à l'état « remis en solution »

L'analyse de l'état microstructural de la matière de base est complexe car l'identification des phases susceptibles d'apparaitre, couplée aux faibles différences qu'elles présentent entre elles, est délicate. Afin d'affiner leur analyse, il est nécessaire d'observer la microstructure dans un état que nous qualifierons de simplifié, et ainsi établir une référence pour certaines phases. C'est pourquoi une analyse de l'état remis en solution (MES) a été effectuée.

La remise en solution solide par dissolution des phases métastables est obtenue grâce à un traitement thermique à 800°C durant 3 heures, suivi d'une trempe à l'eau (TE). Ce traitement a été réalisé à l'aide de bains de sels, permettant une stabilisation de la température de traitement au cours du temps, ainsi qu'une meilleure homogénéisation dans la chambre, tout en réduisant les phénomènes d'oxydations.

Une analyse par diffraction des rayons X du matériau remis en solution met en évidence les raies de diffraction caractéristiques de trois phases; la matrice α-CuBe, la phase Pb et la phase β-BeCo (Figure 66, diffractogramme réalisé grâce à un rayonnement de cuivre). En raison des différences de l'intensité diffractante de ces phases, une zone de détail (appelée zone d'intérêt) est également présentée en Figure 67 en utilisant les raies $K_\alpha$ et $K_\beta$ d'un rayonnement de cobalt.

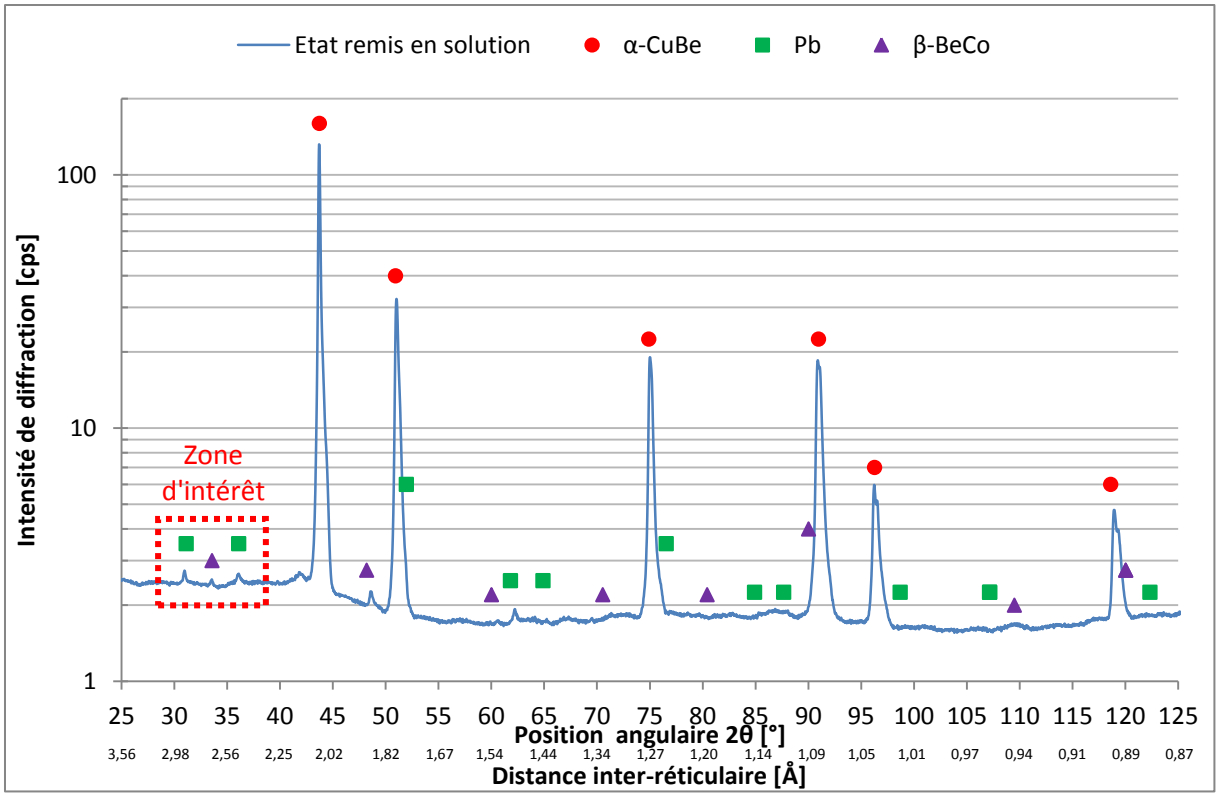



Figure 66 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - état remis en solution

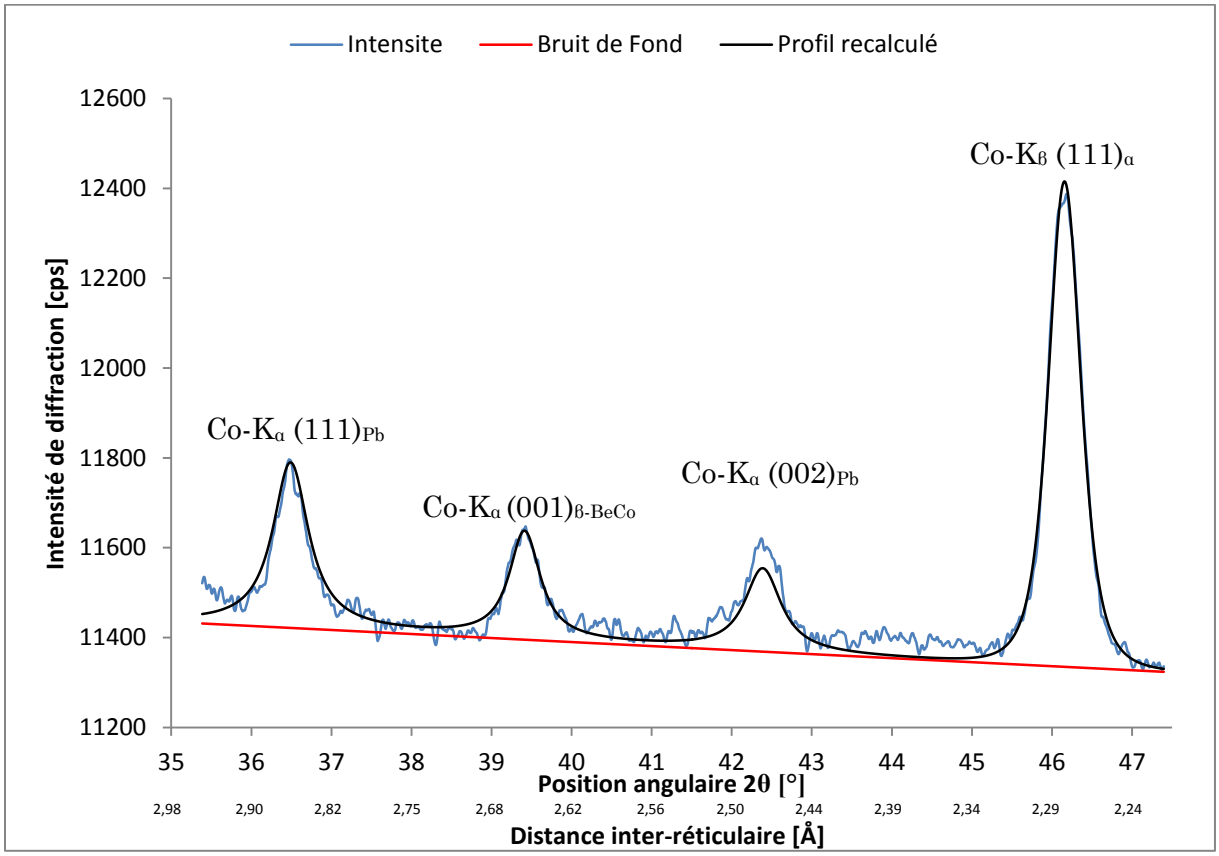



Figure 67 : Zone d'intérêt de la Figure 66 - diffractogramme intégré, source de cobalt - état remis en solution

Sur la vue détaillée de ce diffractogramme intégré (Figure 67), on identifie sans ambigüité la présence de quatre pics de diffraction, provenant de deux séries de rayonnement. Le rayonnement Co-$K_\alpha$ produit deux pics appartenant à la phase Pb : plans des familles (111) et (110), respectivement en position 2θ égale à 36,4° et à 42,4°, et un pic de la phase β-BeCo, correspondant aux plans (100), situé à 39,4°. Le rayonnement Co-$K_\beta$ génère un pic issu de la matrice α-CuBe, de la famille de plan (111), situé à 46,1°.

L'analyse des résultats obtenus en diffraction des rayons X permet de quantifier les proportions de phases présentes grâce au calcul de leur pouvoir diffractant (chapitre 1-B-3). De cette manière, il a été établi que le plomb est présent à hauteur de 0,4% en volume, et que la phase β-BeCo l'est à hauteur de 1,4%.

De plus, les positions des pics de la matrice permettent de déterminer la valeur du paramètre de maille de la phase α-CuBe : $a_{\alpha\text{-CuBe}}$ = 0,3583 nm. Cette valeur permet non seulement de confirmer une remise en solution totale (10,2%at.), mais également de vérifier le taux de béryllium total présent dans le matériau, vérifiant ainsi les valeurs obtenues par analyse spectrométrique:

$$\underbrace{10{,}2\%At.}_{matrice} + \underbrace{1{,}4\%At.}_{phase\ \beta\text{-}BeCo} = \underbrace{11{,}6\%At.}_{total\ dans\ l'alliage} \quad soit \;\; 1{,}83\%Wt.$$

*Béryllium présent:*

Ce retour dans un domaine monophasé α-CuBe (Chapitre 1 - Figure 1) conduit à la formation d'une structure désordonnée. De cette manière, la phase α-CuBe conserve sa structure CFC, au sein de laquelle les atomes de béryllium diffusent librement. Ils tendent à se positionner sur les nœuds du réseau sans affinité particulière pour un site grâce à un mécanisme de substitution des atomes de cuivre, et ce malgré d'importantes différences de rayons atomiques : $R_{Cu}$ = 135 pm et $R_{Be}$ = 105 pm [50].

Pour une observation de la morphologie des phases présentes dans cet état, une analyse par microscopie électronique est nécessaire.

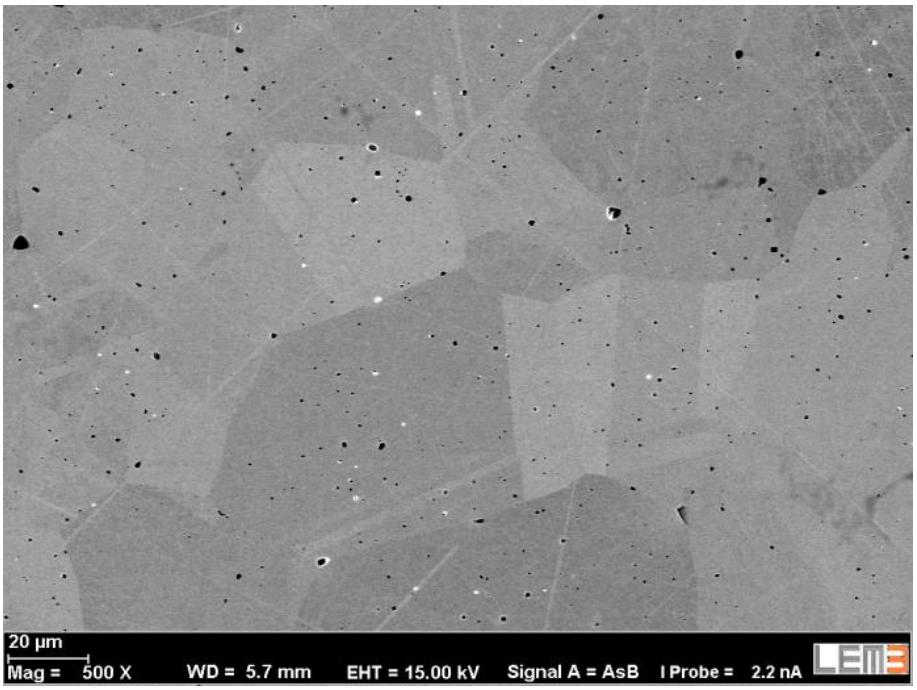



**Figure 68 : Cliché SEM x 500 - état remis en solution**

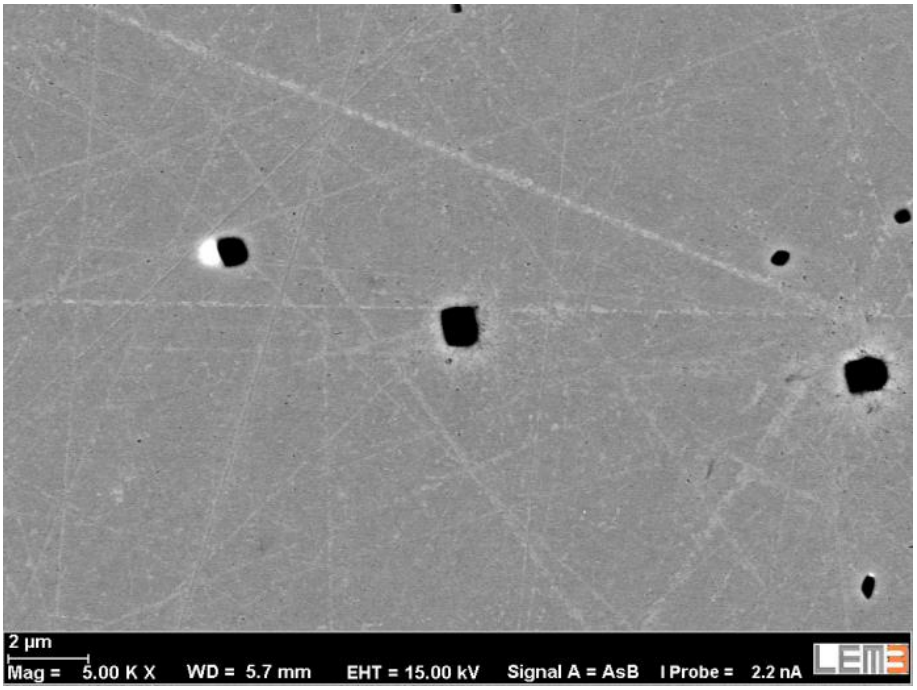



**Figure 69 : Cliché SEM x 5000 - état remis en solution**

Tout d'abord, les grains de la matrice du matériau à l'état remis en solution sont équiaxes, et la taille de grain oscille entre 20µm et 50µm. Sur ces images en électrons rétrodiffusés, les îlots blancs, de forte densité, représentent le plomb et la Figure 68 permet d'apprécier leur répartition au sein de la microstructure. Le plomb n'est pas miscible avec les autres éléments composant cet alliage, il ségrége donc sous la forme d'îlots globulaires (diamètre moyen de 0,5µm). Ces îlots submicroniques de plomb sont répartis de manière homogène dans l'ensemble de l'alliage, et sont espacés d'une valeur

moyenne de 20µm. Leur formation s'opère lors de la solidification du matériau, et seule leur forme peut évoluer sous l'action d'une déformation mécanique.

De la même manière, des grains cuboïdes très sombres apparaissent, de densité plus faible que la matrice, répartis de façon homogène au sein du matériau, correspondant aux béryllides β-BeCo, qui sont également formés à haute température, Figure 69. Leur forme géométrique (cuboïdes) rend aisée leur identification, et des images déclinées (tilt = 70°) ont permis de confirmer l'absence de porosité sur la surface. Une analyse statistique sur près de 5000 grains β-BeCo a révélé que le diamètre moyen de ces particules est de 0,2µm, espacés d'une valeur moyenne de 2,5µm. La Figure 70 présente la distribution en taille de ces particules. Ces particules possèdent par ailleurs une distribution bimodale, comme l'illustre la Figure 71. Cette dernière figure est construite en multipliant le nombre de grains par l'aire de chacun d'eux. On distingue nettement deux populations différentes.

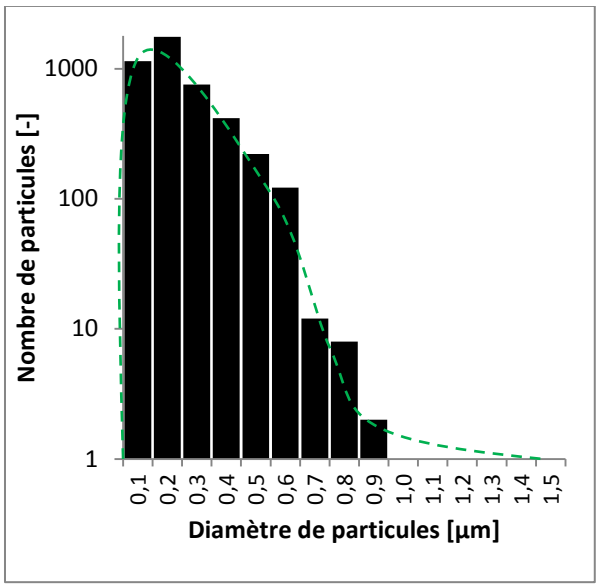



Figure 70 : Distribution du nombre de béryllides en fonction de leur diamètre

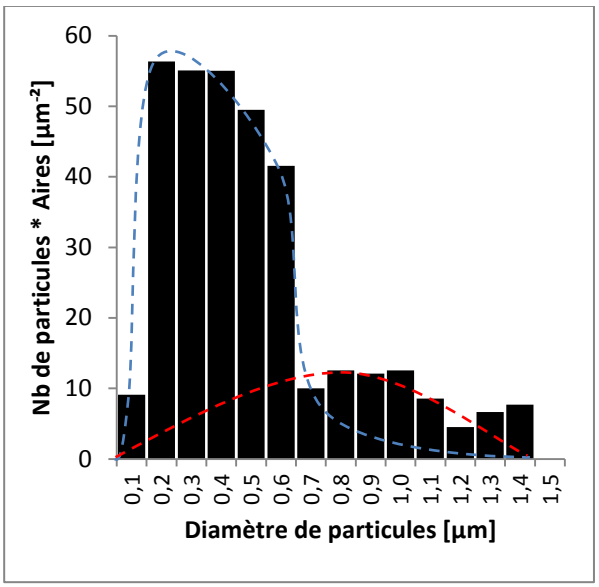



Figure 71 : Répartition des deux populations de béryllides : particules < 0.8µm (en bleu) et particules > 0.8µm (en rouge)

La première concerne les particules de petits diamètres, présentes en grande proportion, leur diamètre est inférieur à 0,8µm, avec une valeur moyenne calculée à 0,15 µm. Leur espacement n'excède pas la dizaine de micromètres, avec une valeur moyenne située à 3µm. Une seconde classe de particules se distingue, possédant une taille plus importante. Ces îlots de grandes tailles sont bien moins fréquents. Ils possèdent des diamètres supérieurs à 0,8µm et peuvent atteindre 2µm (pour un diamètre moyen légèrement supérieur au micromètre). Ces particules sont plus espacées : distance de 1 à 20µm pour une valeur moyenne de 8µm. La Figure 72 illustre pour ces deux distributions, le nombre de particules séparées par une distance déterminée. Par exemple, on peut voir que 1150 particules d'un diamètre inférieur à 0,8µm sont séparées d'une distance au plus égale à 1µm.

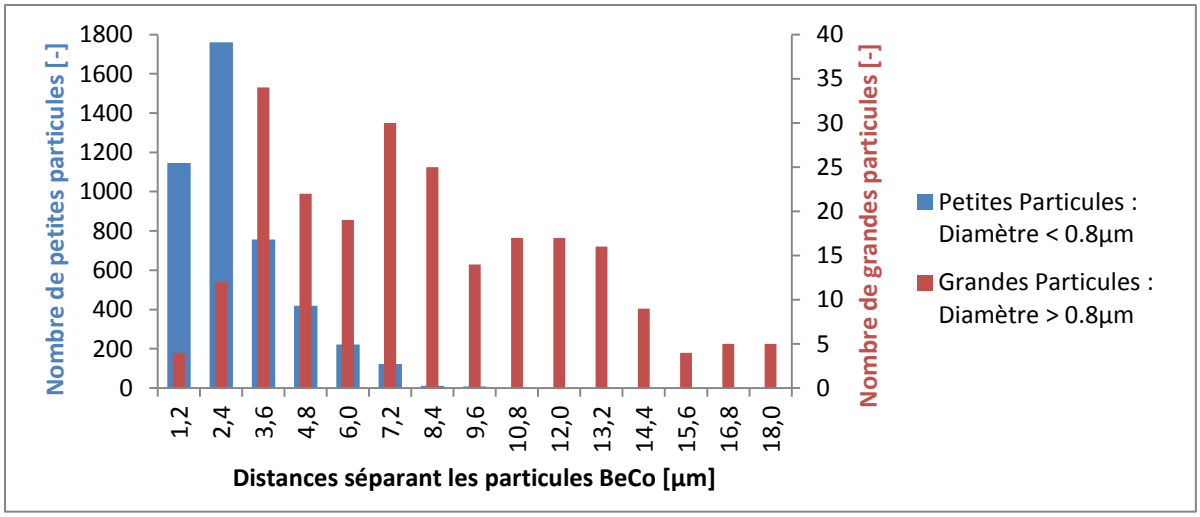



**Figure 72 : Distribution du nombre de béryllides en fonction de leur espacement : répartition des deux populations de béryllides**

Avec le traitement de remise en solution, toutes les phases métastables existant à basse température sont dissoutes, et la taille des grains de la matrice est portée au-delà de 20µm (jusqu'à 50µm). Mais par ce traitement, les phases préalablement stabilisées ne sont pas affectées car leur formation et leur évolution ne se fait qu'à très haute température. A 800°C, les phases Pb et β-BeCo n'évoluent ni d'un point de vue microstructural, ni d'un point de vue morphologique. De cette manière, en réduisant l'ensemble des phases BeCu possibles à la matrice α-CuBe, l'étude des phases Pb et β-BeCo est grandement facilitée. L'analyse conjointe XRD et SEM permet d'identifier clairement ces trois phases, ainsi que leur répartition, mais également de quantifier le volume qu'elles représentent. Le Tableau 9 résume ces mesures :

| Matériau | Matrice α-CuBe | β-BeCo | Pb |
|---|---|---|---|
| Etat remis en solution | 98,2% | 1,4% | 0,4% |

**Tableau 9 : Quantification des phases par analyse XRD - état remis en solution**

## b) Caractérisation de la matière à l'état de livraison

La microstructure du matériau à l'état de livraison a été caractérisée à l'aide d'un SEM, en coupe transverse, Figure 73, Figure 74 et Figure 75. Dans une image obtenue par microscopie électronique avec un contraste en électrons rétrodiffusés, les grains de la matrice apparaissent en dégradé de gris. La phase Pb pure, de densité plus élevée, apparaitra en blanc alors que la phase β-BeCo apparaitra en noir car sa densité électronique est plus faible que celle de la matrice.

Comme pour le matériau remis en solution (MES), le plomb pur ségrége sous la forme d'îlots globulaires dont le diamètre peut atteindre 0,5 µm. La répartition de ces îlots est

identique : l'espacement moyen est de 20µm. Afin de mettre clairement en évidence ces inclusions, un cliché EDS a été établi. La Figure 76 permet de confirmer leur présence.

De la même manière, la Figure 74 montre l'existence de particules sombres (identifiées comme β-BeCo dans l'alliage remis en solution). Afin de déterminer si il s'agit de béryllides ou d'une autre phase, un cliché EDS a été réalisé (Figure 76). Ce type d'analyse permet de détecter les béryllides tant que leur taille dépasse le micromètre. Comme le montre cette figure, ces îlots contiennent du cobalt et du fer, on peut donc établir qu'il s'agit bien de béryllides. Une analyse de leur distribution conduit aux mêmes tailles et répartitions que dans l'alliage remis en solution.

Toutes les autres taches correspondent à la présence de précipités BeCu qui peuvent être séparés en deux catégories: les inter-granulaires et les intra-granulaires.

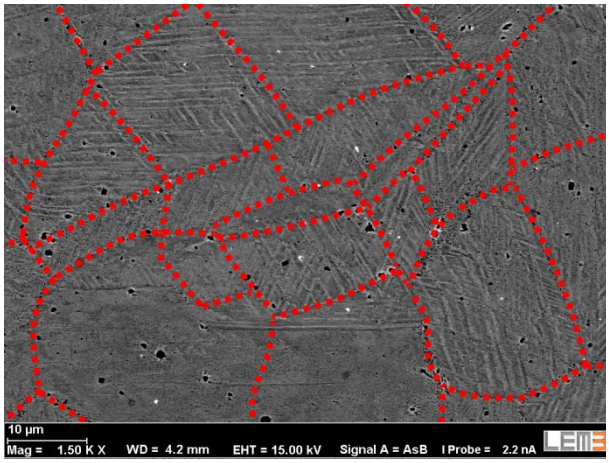



Figure 73 : Cliché SEM x 1500 - état de livraison

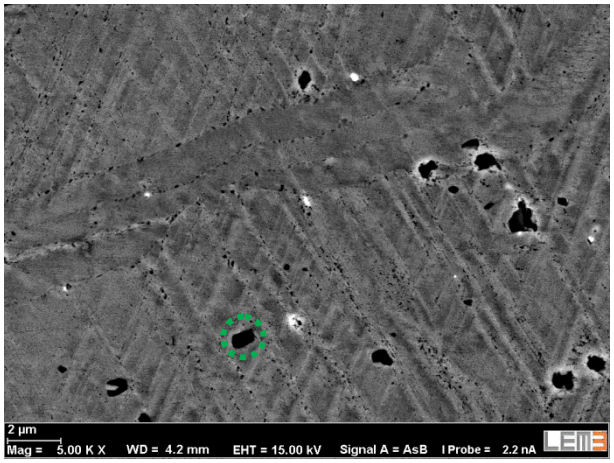



Figure 74 : Cliché SEM x 5000 - état de livraison. Est indiquée en vert une zone analysée en EDS (cf. Figure 76)

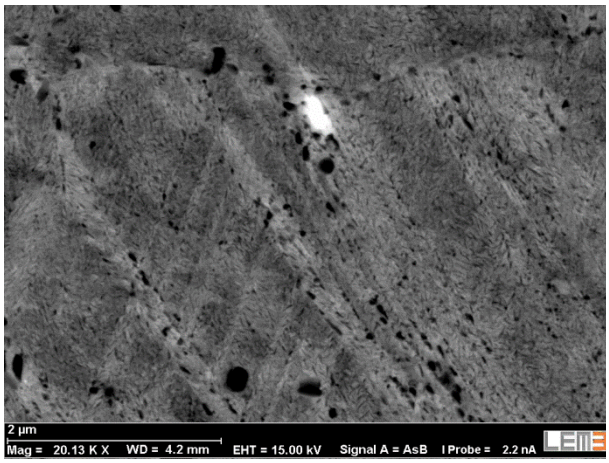



Figure 75 : Cliché SEM x 20000 - état de livraison

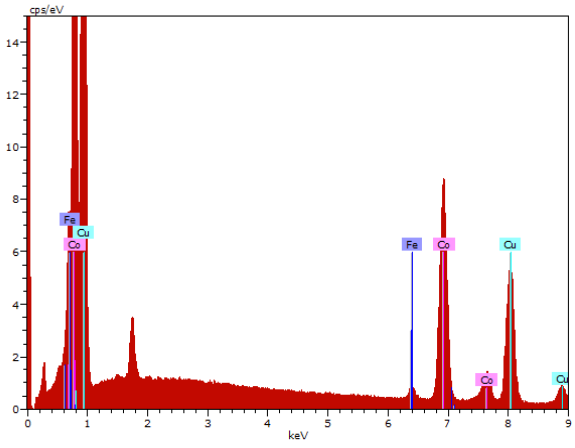



Figure 76 : Profil EDS d'un béryllide

Les précipités inter-granulaires s'organisent sous forme de précipités en chapelets (formation de lamelles courtes accolées aux joints de grains). Leur taille est inférieure au micromètre : 0,23µm de long par 0,06µm de large en moyenne. Grâce à la présence de ces précipités inter-granulaires, la mesure de la taille des grains de la matrice est possible. Si la répartition des grains α-CuBe est homogène dans le matériau, la taille de grain

dans cet état oscille entre 8µm et 20µm. Ces valeurs de taille de grain correspondent également aux valeurs d'espacement des béryllides de grands diamètres (supérieur à 0,8µm de diamètre), ces grands îlots de β-BeCo sont bien responsables de la limitation de la croissance des grains[3].

D'autre part, le matériau à l'état de livraison comporte des précipités intra-granulaires. Ces fins *platelets* sombres apparaissent en grande quantité. Leur taille, forme, et leur alignement parallèle et régulier permettent d'identifier leur nature. En s'appuyant sur les travaux de Monzen et al.[2], ces précipités intra-granulaires s'alignent sur la matrice en suivant deux orientations préférentielles, respectivement $(1\bar{1}\bar{2})_{\propto}$ // $(0\bar{1}\bar{2})_{\gamma}$ - $[110]_{\propto}$ // $[100]_{\gamma}$ et $(1\bar{1}3)_{\propto}$ // $(0\bar{1}3)_{\gamma}$ - $[110]_{\propto}$ // $[100]_{\gamma}$. Leur longueur peut atteindre 100 nm, et leur largeur n'excède pas 20 nm. A cette échelle, en raison de la complexité des phases métastables, il n'est pas possible d'identifier leur structure. Une analyse complémentaire au TEM à plus fine échelle est donc nécessaire.

Grâce à cette analyse, les informations concernant certaines phases précipitées intra-granulaires (identification, morphologie et répartition) sont accessibles. Les échantillons sont prélevés dans le sens transverse et préparés selon la technique décrite dans le chapitre 1.

L'observation et l'analyse des échantillons présentant un taux de déformation élevé est très difficile. En effet, les clichés en champ-clair sont confus, et la préparation attaque fortement les précipités, ne laissant parfois que des zones minces vides de précipités, comme le montre la Figure 77.

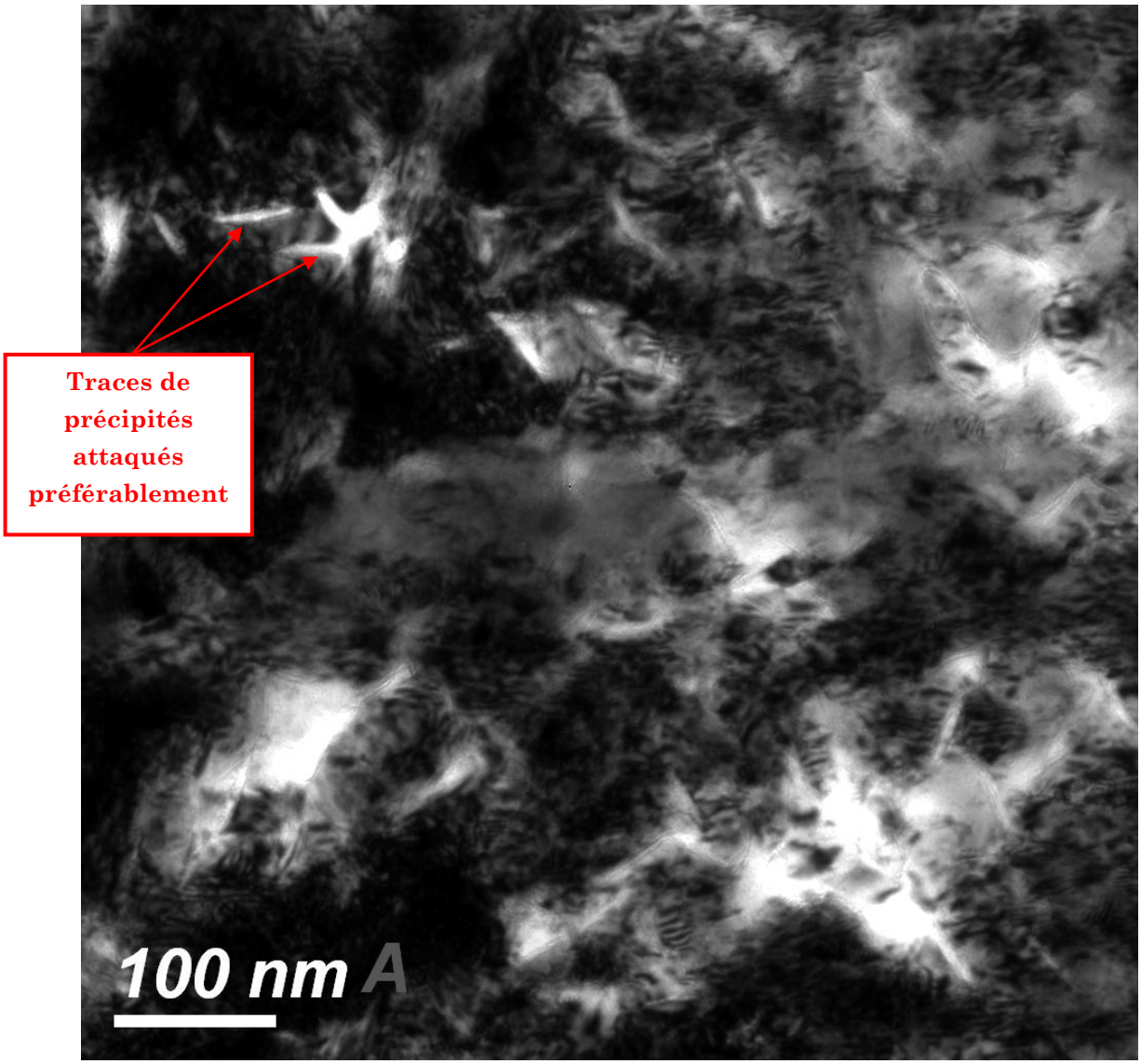



**Figure 77 : Cliché champs clair TEM - mise en évidence de l'attaque préférentielle des précipités intra-granulaires - état de livraison**

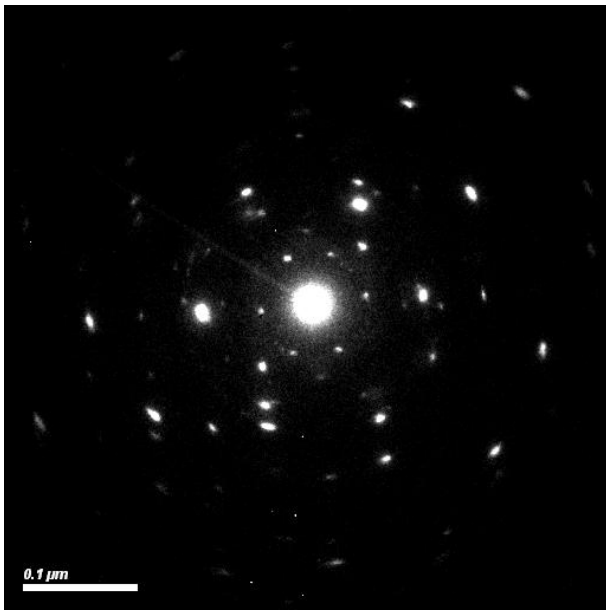



Figure 78 : Clichés de diffraction SADP TEM - état de livraison

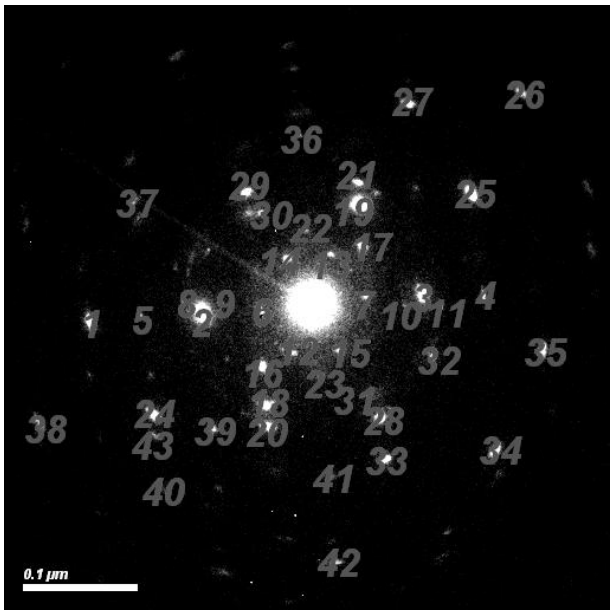



Figure 79: Indexation des taches de diffraction (SADP Figure 78)

Le Tableau 10, en complément de la Figure 79, permet d'associer à chacune des taches de diffraction les plans diffractant compatibles avec chacune des dix phases possibles listées ci-dessous, étant donné la résolution instrumentale du TEM (limites décrites dans le chapitre 2) :

- phases stables : α-Cu / γ-BeCu / β-BeCo / Pb (décrites au chapitre 1-1-c)
- phases métastables : γ''-BeCu / $\gamma_{I}$'-BeCu / $\gamma_{ORI}$'-BeCu / $\gamma_{ORII}$'-BeCu / $\gamma_{I}$-BeCu / $\gamma_{M}$-BeCu (décrites au chapitre 1-2)

| Numéros de tache | Rayon de diffraction [pixel] | Famille de plans, indicée par l'intensité diffractante relative | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | α-CuBe | γ-BeCu | $\gamma_{ORI}$'-BeCu | $\gamma_{ORII}$'-BeCu | γ''-BeCu | $\gamma_I$-BeCu | $\gamma_I$'-BeCu | $\gamma_M$-BeCu | Pb | β-BeCo |
| 6 | 44 | | | | | | $(00\text{-}1)_{78\%}$ | | | | |
| 14 | 44 | | | | | | $(00\text{-}1)_{78\%}$ | | | | |
| 12 | 45 | | | | | | $(00\text{-}1)_{78\%}$ | | | | |
| 13 | 45 | | | | | | $(00\text{-}1)_{78\%}$ | | | | |
| 15 | 45 | | | | | | $(00\text{-}1)_{78\%}$ | | | | |
| 7 | 46 | | | | | | $(00\text{-}1)_{78\%}$ | | | | |
| 22 | 62 | | | $(0\text{-}10)_{100\%}$ | $(\text{-}100)_{100\%}$ | $(00\text{-}1)_{44\%}$ | | | $(00\text{-}1)_{100\%}$ | $(111)_{100\%}$ | |
| 23 | 62 | | | $(0\text{-}10)_{100\%}$ | $(\text{-}100)_{100\%}$ | $(00\text{-}1)_{44\%}$ | | | $(00\text{-}1)_{100\%}$ | $(111)_{100\%}$ | |
| 17 | 65 | | $(001)_{100\%}$ | $(0\text{-}10)_{100\%}$ | | | | | $(0\text{-}10)_{87\%}$ | | $(001)_{99\%}$ |
| 16 | 68 | | | $(\text{-}100)_{43\%}$ | $(00\text{-}1)_{39\%}$ | $(\text{-}100)_{60\%}$ | $(\text{-}100)_{67\%}$ | $(0\text{-}10)_{53\%}$ | $(0\text{-}10)_{87\%}$ | $(002)_{51\%}$ | |
| 30 | 89 | | | $(0\text{-}1\text{-}1)_{49\%}$ | $(\text{-}1\text{-}10)_{50\%}$ | | | $(\text{-}10\text{-}1)_{33\%}$ | $(0\text{-}1\text{-}1)_{92\%}$ | | |
| 31 | 89 | | | $(0\text{-}1\text{-}1)_{49\%}$ | $(\text{-}1\text{-}10)_{50\%}$ | | | $(\text{-}10\text{-}1)_{33\%}$ | $(0\text{-}1\text{-}1)_{92\%}$ | | |
| 19 | 92 | | $(011)_{99\%}$ | $(0\text{-}1\text{-}1)_{49\%}$ | $(\text{-}10\text{-}1)_{86\%}$ | $(\text{-}10\text{-}1)_{71\%}$ | | | $(\text{-}1\text{-}10)_{84\%}$ | | $(011)_{100\%}$ |
| 2 | 95 | $(002)_{47\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{90\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{29\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{50\%}$ | $(\text{-}10\text{-}1)_{38\%}$ | | |
| 3 | 95 | $(002)_{47\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{90\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{29\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{50\%}$ | $(\text{-}10\text{-}1)_{38\%}$ | | |
| 18 | 95 | $(002)_{47\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{90\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{29\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}10)_{50\%}$ | $(\text{-}10\text{-}1)_{38\%}$ | | |
| 8 | 109 | | $(111)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{30\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{23\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{36\%}$ | | |
| 11 | 110 | | $(111)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{30\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{23\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{36\%}$ | | $(111)_{22\%}$ |
| 21 | 110 | | $(111)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{30\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{23\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{36\%}$ | | $(111)_{22\%}$ |
| 29 | 110 | | $(111)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{30\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{23\%}$ | $(\text{-}1\text{-}11)_{36\%}$ | | $(111)_{22\%}$ |
| 20 | 111 | | $(111)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{21\%}$ | | | $(111)_{22\%}$ |
| 32 | 111 | | $(111)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{21\%}$ | | | $(111)_{22\%}$ |
| 28 | 112 | | $(111)_{23\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{32\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{23\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}1)_{21\%}$ | | | $(111)_{22\%}$ |
| 39 | 134 | $(022)_{27\%}$ | | $(\text{-}200)_{6\%}$ | $(00\text{-}2)_{5\%}$ | | | $(\text{-}200)_{7\%}$ | $(\text{-}102)_{8\%}$ | | |
| 36 | 142 | | | $(0\text{-}2\text{-}1)_{13\%}$ | $(\text{-}20\text{-}1)_{13\%}$ | | | $(\text{-}1\text{-}12)_{13\%}$ | $(0\text{-}1\text{-}2)_{13\%}$ | $(004)_{6\%}$ | |
| 4 | 145 | | $(012)_{27\%}$ | $(\text{-}1\text{-}20)_{13\%}$ | | | $(00\text{-}3)_{2\%}$ | $(\text{-}201)_{4\%}$ | $(0\text{-}2\text{-}1)_{12\%}$ | | $(012)_{26\%}$ |
| 5 | 145 | | $(012)_{27\%}$ | $(\text{-}1\text{-}20)_{13\%}$ | | | $(00\text{-}3)_{2\%}$ | $(\text{-}201)_{4\%}$ | $(0\text{-}2\text{-}1)_{12\%}$ | | $(012)_{26\%}$ |
| 33 | 145 | | $(012)_{27\%}$ | $(\text{-}1\text{-}20)_{13\%}$ | | | $(00\text{-}3)_{2\%}$ | $(\text{-}201)_{4\%}$ | $(0\text{-}2\text{-}1)_{12\%}$ | | $(012)_{26\%}$ |
| 41 | 147 | | | $(\text{-}1\text{-}20)_{13\%}$ | $(\text{-}10\text{-}2)_{11\%}$ | $(\text{-}20\text{-}1)_{8\%}$ | $(\text{-}20\text{-}1)_{10\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}2)_{11\%}$ | $(\text{-}1\text{-}20)_{11\%}$ | | $(012)_{26\%}$ |
| 24 | 164 | $(222)_{10\%}$ | | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{13\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}2)_{12\%}$ | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{19\%}$ | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{22\%}$ | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{8\%}$ | $(\text{-}1\text{-}2\text{-}1)_{12\%}$ | | |
| 25 | 164 | $(222)_{10\%}$ | | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{13\%}$ | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}2)_{12\%}$ | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{19\%}$ | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{22\%}$ | $(\text{-}2\text{-}1\text{-}1)_{8\%}$ | $(\text{-}1\text{-}2\text{-}1)_{12\%}$ | | |
| 37 | 174 | | | | $(\text{-}2\text{-}20)_{5\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}3)_{6\%}$ | $(0\text{-}1\text{-}3)_{7\%}$ | | | |
| 43 | 175 | | | | $(\text{-}2\text{-}20)_{5\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}1\text{-}3)_{6\%}$ | $(0\text{-}1\text{-}3)_{7\%}$ | | | |
| 27 | 187 | | | $(\text{-}2\text{-}20)_{12\%}$ | $(\text{-}300)_{3\%}$ | | | $(\text{-}1\text{-}2\text{-}2)_{5\%}$ | $(\text{-}2\text{-}20)_{11\%}$ | | |
| 1 | 189 | | | | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}1)_{7\%}$ | $(\text{-}10\text{-}3)_{8\%}$ | | $(\text{-}1\text{-}2\text{-}2)_{5\%}$ | $(\text{-}1\text{-}22)_{7\%}$ | | |
| 35 | 197 | | | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}1)_{16\%}$ | $(\text{-}3\text{-}10)_{11\%}$ | | $(\text{-}2\text{-}20)_{5\%}$ | $(\text{-}2\text{-}21)_{5\%}$ | $(0\text{-}30)_{4\%}$ | $(044)_{9\%}$ | $(122)_{16\%}$ |
| 34 | 198 | | | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}1)_{16\%}$ | $(\text{-}30\text{-}1)_{11\%}$ | | | $(\text{-}2\text{-}21)_{5\%}$ | $(\text{-}1\text{-}2\text{-}2)_{7\%}$ | $(044)_{9\%}$ | $(122)_{16\%}$ |
| 40 | 201 | | $(013)_{26\%}$ | | | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}1)_{6\%}$ | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}1)_{6\%}$ | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}1)_{5\%}$ | $(\text{-}301)_{6\%}$ | | |
| 42 | 220 | | $(222)_{28\%}$ | | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}2)_{32\%}$ | | $(\text{-}2\text{-}2\text{-}2)_{16\%}$ | $(\text{-}1\text{-}31)_{12\%}$ | $(\text{-}1\text{-}3\text{-}1)_{16\%}$ | $(026)_{49\%}$ | |

**Tableau 10 : Appairage des taches de diffraction (SADP Figure 78) avec les phases possibles**

L'analyse de ce tableau montre qu'à une tache particulière peuvent être associées différentes phases. Par exemple, à la tache n°4 peut correspondre jusqu'à 6 phases différentes, en raison de la similitude des structures cristallographiques. A l'inverse, à la tache n°6 ne peut être associée qu'une seule phase ($\gamma_I$-BeCu). Dans l'état de livraison, la présence de $\gamma_I$-BeCu est donc certaine.

En complément de cette analyse, une étude en champs sombre (par sélection d'une tache de diffraction) permet d'obtenir une information sur la morphologie de ces phases (Figure 81, qui est un cliché champs sombre issu de la Figure 80 - zone B).

Sur ce cliché SAPD, la tache B provient d'un plan dont la distance inter-réticulaire est égale à 135nm, ne pouvant appartenir qu'à la phase γ-BeCu. De la même manière, la

tache C identifie clairement la matrice α-Cu, et les taches D et E coïncident avec la présence des phases $\gamma_I$-BeCu et $\gamma_M$ respectivement. Malheureusement, la proximité de ces faisceaux diffractés et leur faible intensité ne permet pas l'utilisation de la méthode "champ sombre". Seule la matrice et les précipités intra-granulaires stables γ-BeCu ont pu être mis en évidence, Figure 81.

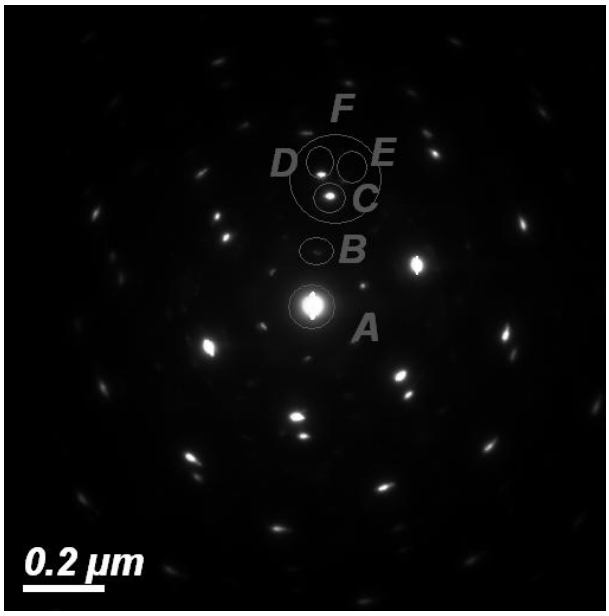



**Figure 80 : Clichés de diffraction SADP TEM - état de livraison**

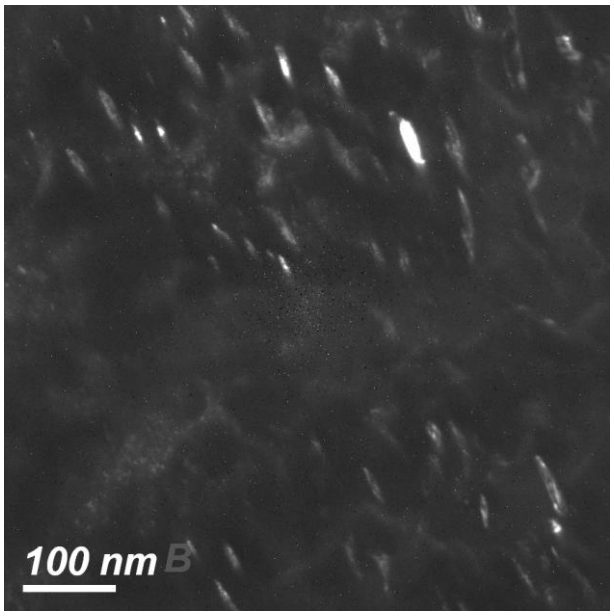



**Figure 81 : Clichés champs sombre TEM (SADP Zone B - Figure 80)**

Grâce à cette méthodologie, l'observation révèle que la phase γ-BeCu intra-granulaire s'organise sous la forme de *platelets* fins et courts. Leur longueur atteint 100 nm, alors que leur largeur n'excède pas 20 nm. Ces précipités sont espacés de manière régulière le long des plans (112) et (113) de la matrice α-CuBe; la distance les séparant a été mesurée à la valeur moyenne de 50 nm. Ces observations confirment bien l'analyse des observations réalisées au SEM.

Si l'analyse TEM a permis d'observer plus finement la morphologie des phases précipitées, l'indexation de leur structure cristallographique reste incertaine : la diffraction des rayons X peut alors apporter cette information. L'obtention d'un premier diffractogramme intégré, réalisé avec un rayonnement de cuivre monochromatique $K_\alpha$, met en exergue les différents problèmes que nous avons rencontrés : différence d'intensités diffractantes et superposition des différentes raies de diffraction issues des différentes phases. On voit en effet très clairement que le plan (111) de la matrice α-CuBe diffracte près de 90 fois plus que les plans produisant les raies les plus intenses des autres phases présentes, comme le plan (001) de la phase γ-BeCu.

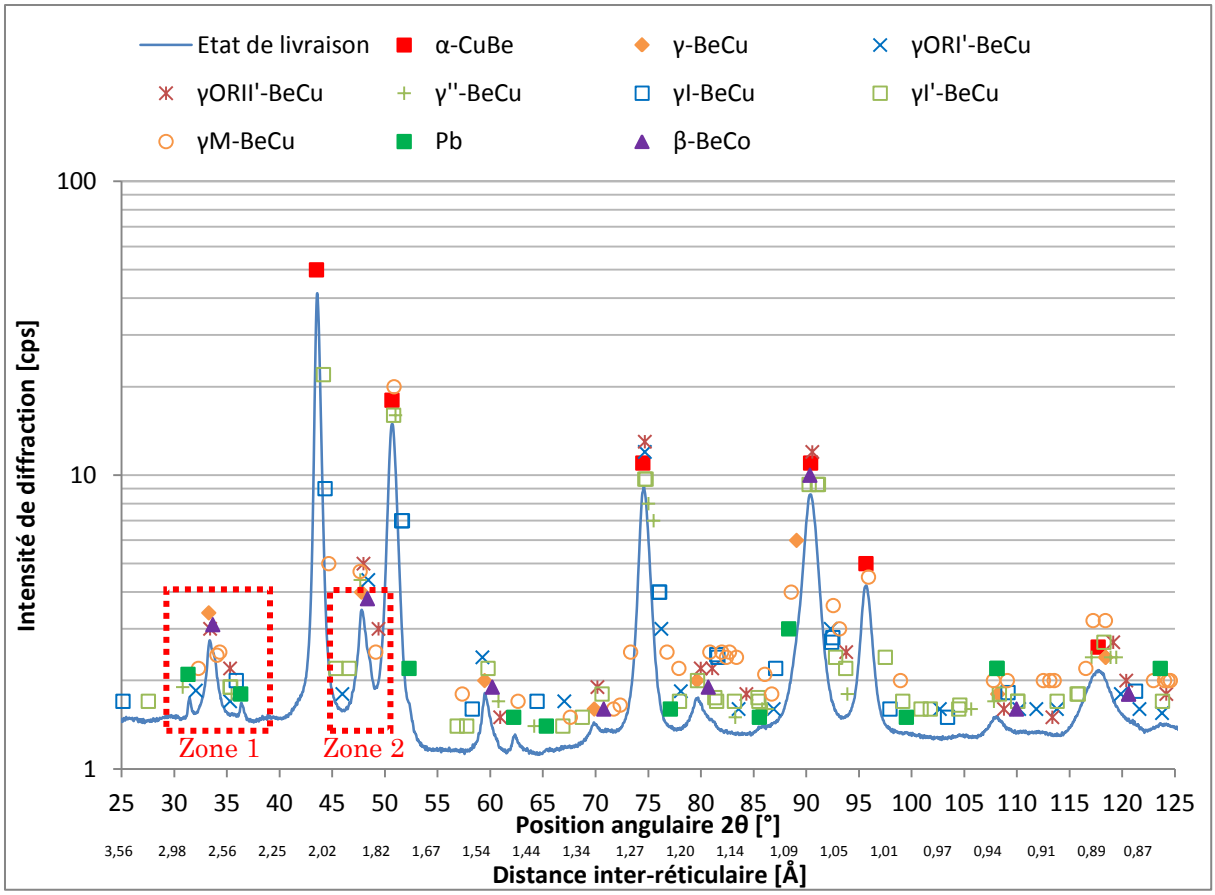



Figure 82 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - état de livraison

L'analyse de la phase α-CuBe nous permet déjà de consigner des informations importantes. Après correction du bruit de fond, et en affinant le paramètre de maille de cette phase par la méthode décrite au paragraphe 3-4 du chapitre 2, nous pouvons déterminer le taux de béryllium en substitution dans la solution solide grâce à la loi de Végard (voir paragraphe A-1-c du chapitre 1). A partir du diffractogramme présenté Figure 82, le paramètre de maille de la phase α-BeCu est : a = 0,361 nm, correspondant à un taux de béryllium de 2,68%At. en solution solide, contre 10,2%At. pour l'état remis en solution. En reliant la valeur du taux de béryllium au diagramme de phase Cu-Be, on peut établir que la dernière opération de traitement thermique, pour l'état remis en solution, a été réalisée aux alentours de 360°C, ce qui concorde avec la gamme de préparation du matériau.

Comme dans le cas de l'alliage remis en solution, ce premier essai permet également de distinguer deux zones d'intérêts où l'intensité diffractée par les différentes phases est suffisamment importante pour permettre l'indexation (Figure 82).

Ces deux zones spécifiques vont permettre de caractériser au mieux les phases en présence :

- zone 1 : en amont du premier pic de diffraction (111) de la matrice.
- zone 2 : entre les pics (111) et (002) de la matrice.

La Figure 83 et la Figure 84 (diffractogrammes obtenus avec une anticathode de cobalt) représentent la zone numéro 1 :

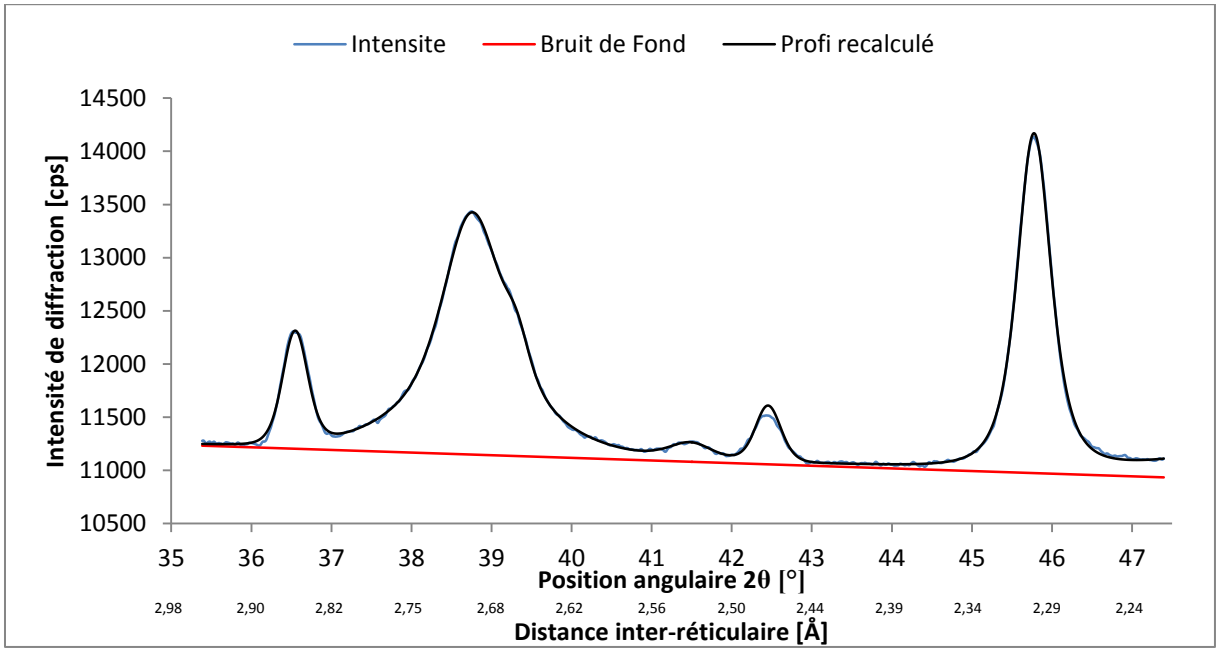



**Figure 83 : Zone 1 de la Figure 82 - diffractogramme intégré, source de cobalt - état de livraison**

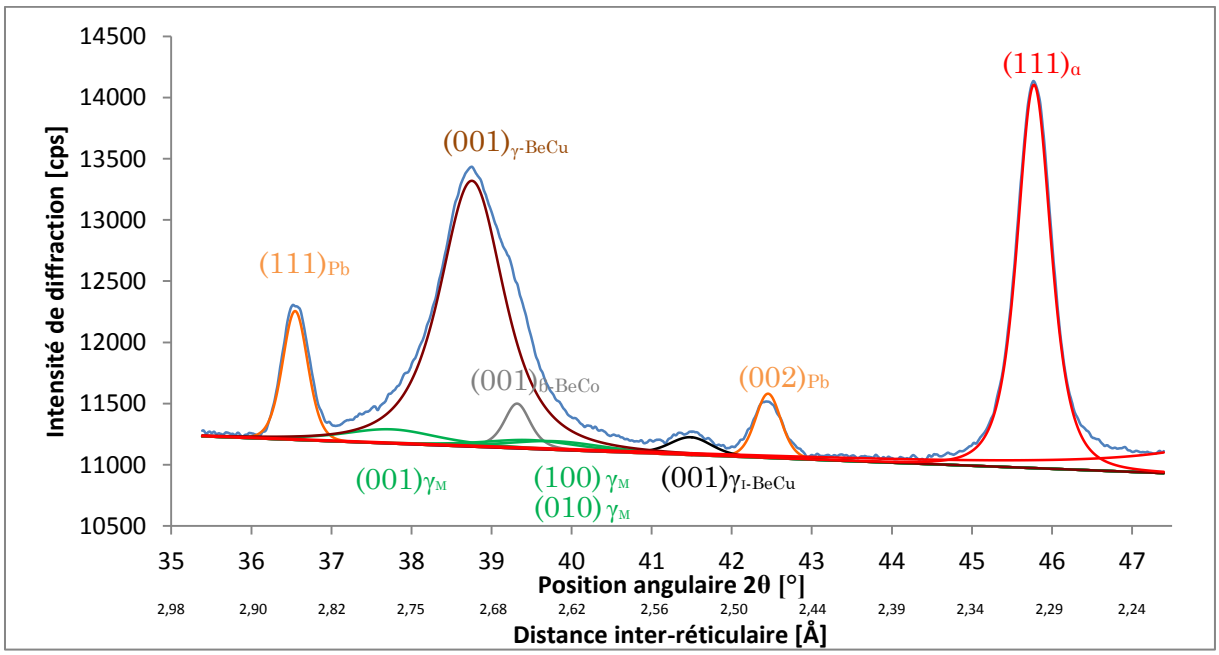



**Figure 84 : Indexation des phases en présences dans la zone 1 de la Figure 82 - diffractogramme intégré, source de cobalt - état de livraison**

Sur la Figure 84, le pic de diffraction provenant de la matrice (situé à 45,75° sous un rayonnement de cobalt $K_\beta$) est un pic isolé facilement identifiable, il n'en est pas de même pour les autres qui doivent être séparés.

Grâce à l'analyse antérieure du matériau remis en solution, l'identification des phases Pb et β-BeCo est immédiate. Sachant que ces phases sont insensibles au traitement de remise en solution, les pics qui leur sont associés contribueront de la même manière pour le matériau initial.

Le tableau suivant résume la position des raies de diffraction connue :

| Phase et Famille de plans diffractant associée | Pb (111) | β-BeCo (100) | Pb (002) |
|---|---|---|---|
| **Position 2θ au cobalt [°2θ]** | 36,4 | 39,4 | 42,4 |

**Tableau 11 : Position des pics de diffraction des phases stables, source de cobalt**

Les autres raies de diffraction proviennent des différentes phases présentes dans l'alliage. La procédure de séparation et de lissage des diffractogrammes met en évidence la contribution de cinq pics supplémentaires, provenant de trois phases distinctes. Ces diffractogrammes résultent d'une dé-texturation (diffractogramme intégré) : cela nous assure que tous les plans diffractants apparaissent. Les variations possibles de paramètres de maille des précipités peuvent conduire à de légers déplacements ou élargissements de pics.

Nous décrivons dans le détail la procédure d'identification utilisée dans le cas du pic situé à 41,6° (°2θ) car les analogies structurales des différentes phases la rendent délicate. Les phases susceptibles de précipiter à cet endroit possèdent des structures cubiques, tétragonales ou monocliniques (voir Chapitre 1 - tableau 1-1). La distance inter-réticulaire du plan observé est de 0,253nm. A l'exception des phases γ-BeCu et $\gamma_M$-BeCu qui possèdent des paramètres de mailles très distincts, l'ensemble des autres phases ont des paramètres de maille très proches de cette valeur. C'est cette ambigüité sur la nature des phases que nous cherchons à lever :

- Si la structure γ''-CuBe est présente, avec ses plans (100) situé à 41,6°, alors un deuxième pic provenant des plans (001) situé à 36° doit apparaitre dont l'intensité diffractante est égale à 73% du pic (100). Ce second pic n'apparaissant pas, ce candidat n'est pas retenu.
- Si la structure $\gamma_I$'-BeCu est présente, avec son doublet de plans (100) et (010) situés à 41,6°, alors un autre pic provenant des plans (001) situé à 32° doit apparaitre dont l'intensité diffractante est égale à 96% de celle du doublet. Cette phase n'est donc pas retenue.
- Si la structure $\gamma_{ORI}$'-CuBe est présente, avec ses plans (001) situé à 41,6°, alors un deuxième pic provenant des plans (100) situé à 37,4° doit apparaitre, et possède une intensité diffractante égale à 260% du pic (001). L'absence de ce pic rend la présence de $\gamma_{ORI}$'-CuBe incompatible avec l'observation.
- Si la structure $\gamma_{ORII}$'-CuBe est présente, avec ses plans (001) situé à 41,6°, alors un deuxième pic provenant des plans (100) situé à 39° doit apparaitre, et possède une intensité diffractante égale à 235% du pic (001). Ce pic n'apparaissant pas, ce candidat n'est pas retenu.
- Seule la structure $\gamma_I$-CuBe possède une famille de plan unique dans cette zone d'observation. Avec ses plans (100) situés à 41,6°, $\gamma_I$-CuBe est le meilleur candidat

pour former un signal conforme à la mesure. De plus, l'analyse TEM a confirmé sans équivoque la présence de $\gamma_I$-CuBe. Ces deux résultats sont en accord.

Grâce à cette méthode, on peut assigner au pic situé à 41,6° le plan (100) de la phase $\gamma_I$-BeCu.

Les autres pics observés dans ce diffractogramme sont indexés de la même manière. Les résultats de cette analyse conduisent à :

- un pic formé par la famille de plans (100) de la phase $\gamma$-BeCu qui apparait à 38,7°.
- trois pics issus des familles de plan (001), (010) et (100) de la phase $\gamma_M$ sont mis en évidence, respectivement aux positions 2θ: 37,7°, 39,5° et 39,8°.

Ces analyses sont compatibles avec les observations effectuées dans la zone numéro 2, présentées en Figure 85 :

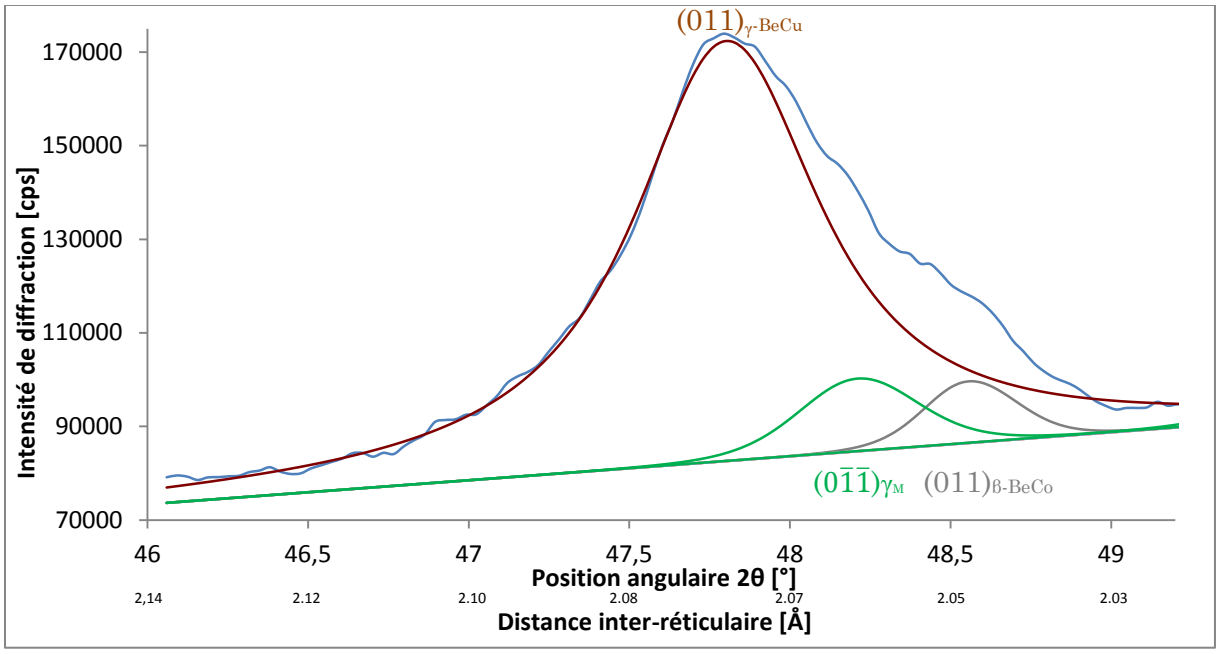



**Figure 85 : Zone 2 de la Figure 82 - diffractogramme intégré, source de cuivre - état de livraison**

Le Tableau 12 résume la position des raies de diffraction indexées :

| Phase et Famille de plans diffractant associée | Pb (111) | $\gamma_M$-BeCu (001) | γ-BeCu (001) | β-BeCo (100) | $\gamma_M$-BeCu (010) | $\gamma_M$-BeCu (100) | $\gamma_I$-BeCu (001) | Pb (110) | α-CuBe (111) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Position 2θ au cobalt [°2θ]** | 36,4 | 37,7 | 38,7 | 39,4 | 39,5 | 39,8 | 41,6 | 42,4 | 45,75 |

**Tableau 12 : Position des pics de diffraction des phases présentes à l'état de livraison, source de cobalt**

Grâce à l'analyse des informations contenues dans le diffractogramme intégré, en Figure 84, et après identification des phases présentes, nous pouvons déterminer la proportion volumique de ces phases. La résolution de cette méthode n'excède pas le pourcent. Le Tableau 13 récapitule ces résultats :

| Matériau | Matrice α-CuBe | γ-BeCu | $\gamma_I$-BeCu | $\gamma_M$-BeCu | β-BeCo | Pb |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Etat remis en solution** | 98,2% | - | - | - | 1,4% | 0,4% |
| **Etat de livraison** | 75,9% | 17,1% | 1,6% | 3,6% | 1,4% | 0,4% |

**Tableau 13 : Quantification des phases par analyse XRD - état de livraison**

Ces valeurs sont en accord avec celles mesurées pour le matériau à l'état remis en solution. Le recalcul des fractions de phases Pb et β-BeCo donne les mêmes valeurs que précédemment, renforçant la confiance donnée à l'ensemble de ces mesures.

### c) Homogénéité de la répartition des phases en présence

Le matériau d'étude est issu d'une suite de procédés de déformation mécanique (extrusion à chaud et tréfilage à froid) pouvant être une source d'hétérogénéités microstructurales importante. Des traitements thermiques d'homogénéisation sont réalisés pour apporter la ductilité nécessaire. Cependant, au vu de la complexité microstructurale de l'alliage, il est nécessaire de contrôler l'absence d'hétérogénéités. Une analyse conjointe SEM et XRD a donc été menée sur le matériau à l'état de livraison, en vue d'identifier de possibles hétérogénéités.

Des clichés en coupe transverse, à cœur et au bord de la matière, sont présentés en Figure 86, Figure 87, Figure 88 et Figure 89 :

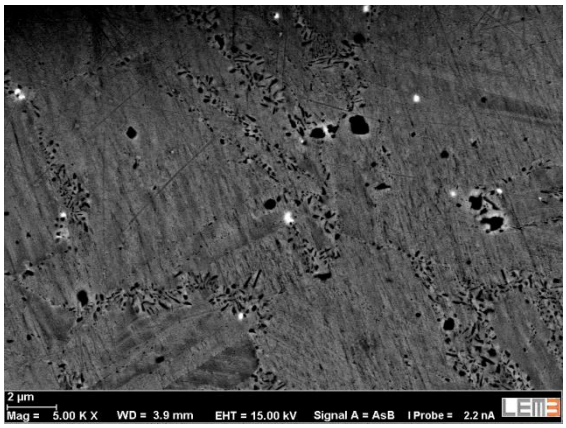



Figure 86 : Cliché SEM x 5000 - bord de l'échantillon - état de livraison

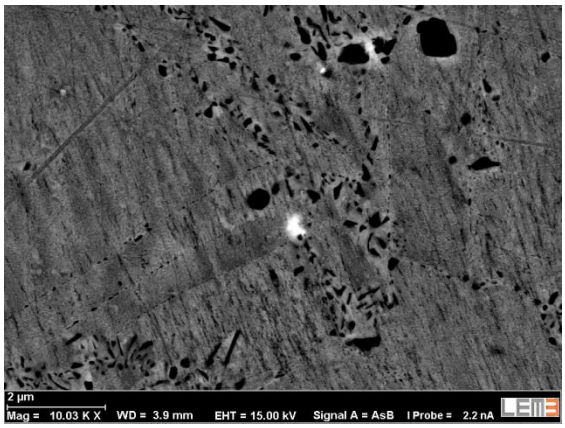



Figure 87 : Cliché SEM x 10000 - bord de l'échantillon - état de livraison

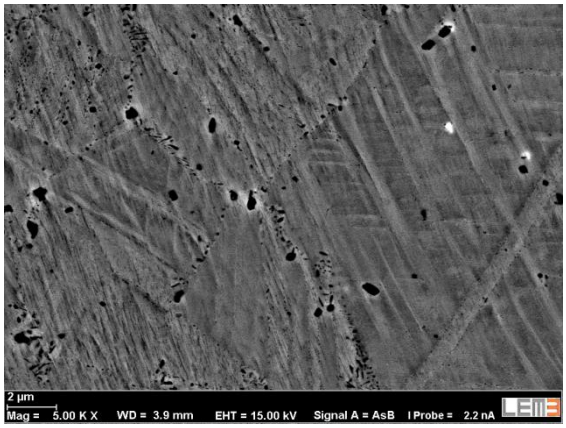



Figure 88 : Cliché SEM x 5000 - cœur de l'échantillon - état de livraison

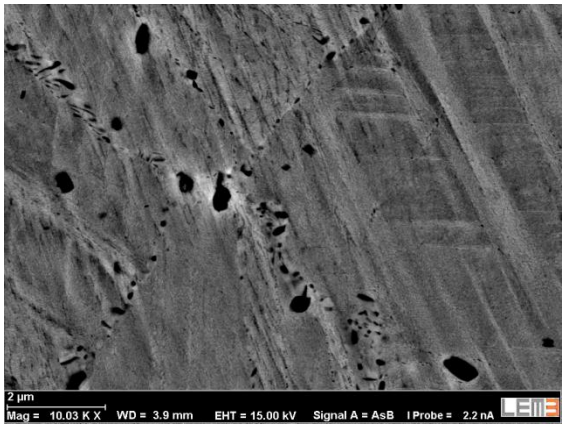



Figure 89 : Cliché SEM x 10000 - cœur de l'échantillon - état de livraison

Sur ces images, il n'est pas possible de mettre en évidence de quelconques différences microstructurales de l'alliage. La taille de grains de la matrice, la taille et la répartition des inclusions de plomb et des béryllides, et la topologie des précipités inter et intra-granulaires sont semblables.

Une analyse complémentaire a pu être menée via des mesures XRD sur grand instrument. Des échantillons de l'alliage à l'état de livraison ont été analysés sur la ligne ID15B de l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility). Malgré les précautions mises en œuvre afin de conserver la meilleure résolution, l'élargissement des raies de diffraction en liaison avec la microstructure (dû à la taille des cristallites et au taux de déformation imposé durant la mise en forme) n'a pas permis de séparer davantage les raies de diffraction.

L'utilisation de faisceaux incidents très fins (diamètre de collimation Ø= 0,6mm) et très intenses (87 keV) conduit à des aires analysées faibles mais les volumes diffractant restent cependant suffisamment importants pour réaliser une analyse précise. La rapidité de ces essais a permis d'étudier de nombreuses zones entre le cœur et le bord de l'échantillon, sur trois échantillons distincts (voir Figure 25).

Les résultats présentés sur les diffractogrammes suivants, Figure 90 et Figure 91, ne mettent en évidence aucune hétérogénéité.

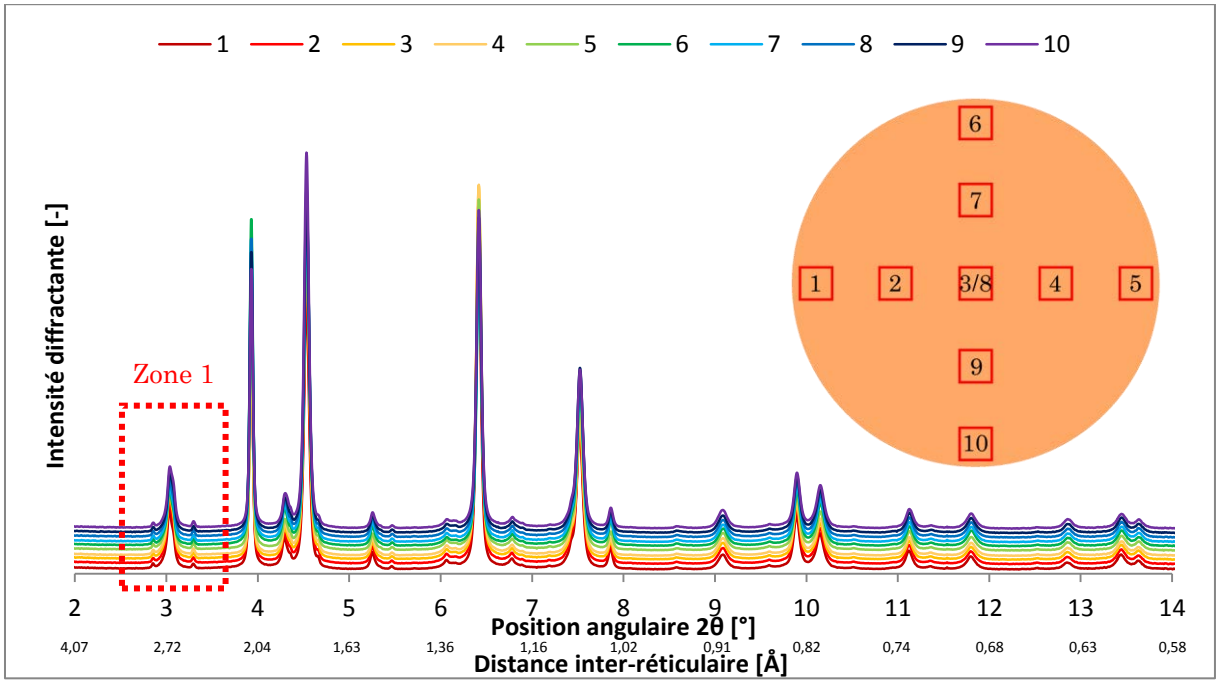



**Figure 90 : Diffractogrammes en 10 points de l'échantillon, source ID15B - état de livraison**

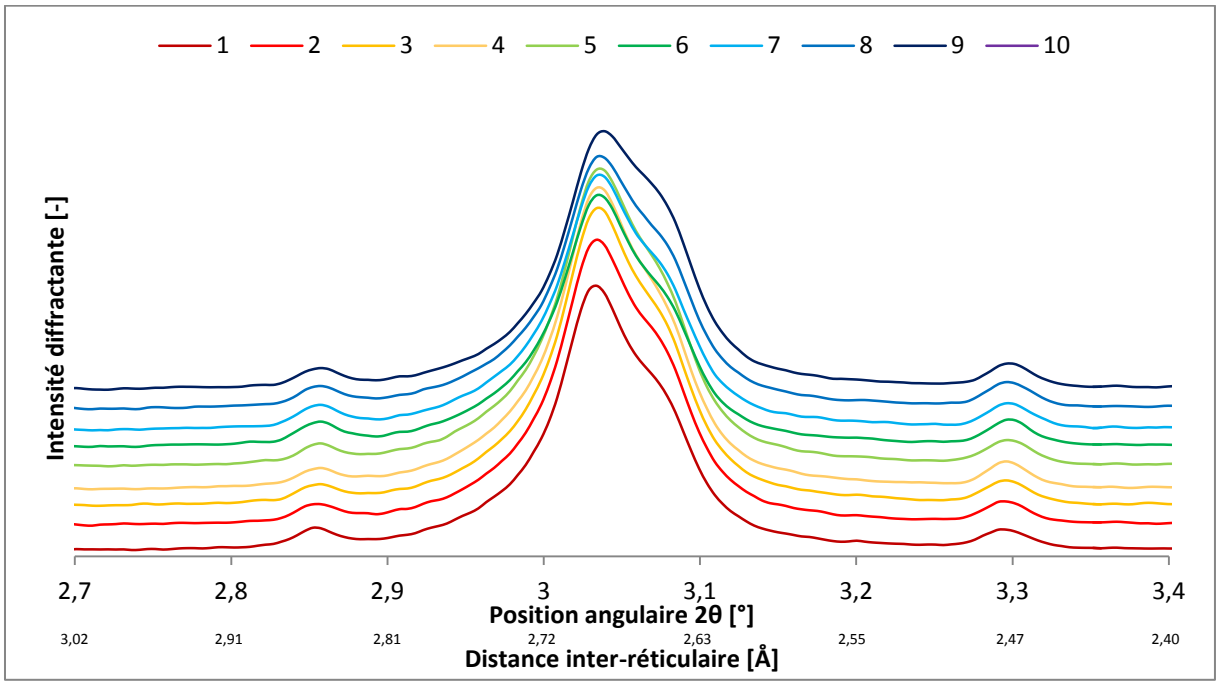



**Figure 91 : Zone d'intérêt de la Figure 90 - source ID15B - état de livraison**

L'observation des microstructures au SEM mettent également en évidence des structures de Widmanstätten, présenté en Figure 92 et Figure 93. En effet, si ce mécanisme est courant au moment d'une transformation allotropique (typiquement dans le refroidissement des aciers[51]) a montré que dans le cas des alliages cubiques à faces centrés tels que Al-Ag, Cu-Ni-Co et Be-Cu, la formation de précipités de structures cristallographiques de type cubique peut mener à leur apparition. Dans le cas de l'état de

livraison, ces figures de Widmanstätten se répartissent de façon homogène dans l'ensemble du matériau.

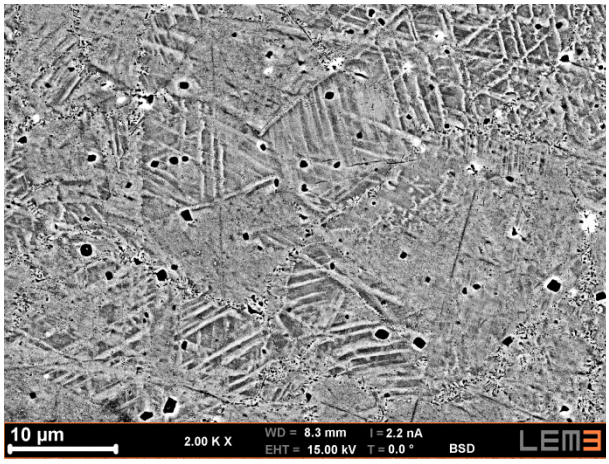



Figure 92 : Cliché SEM x 2000 - figures de Widmanstätten - état de livraison

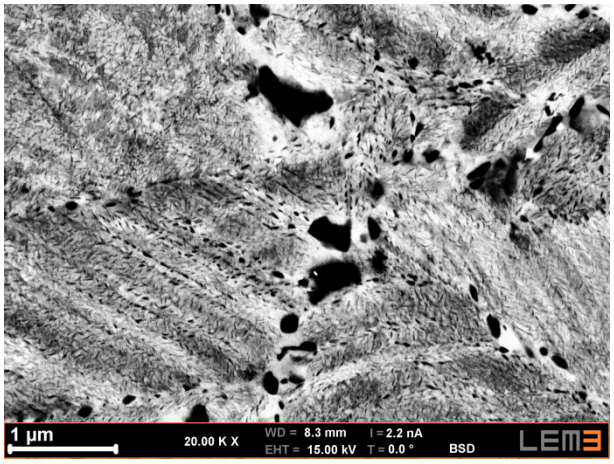



Figure 93 : Cliché SEM x 20000 - figures de Widmanstätten - état de livraison

Une caractérisation complémentaire a également été réalisée sur un second lot de matière dans l'état de livraison (issue d'une autre coulée). Une distinction entre ces deux lots intervient alors, et les notations retenues pour ces deux coulées sont "état de livraison A", pour le matériau décrit jusqu'ici, et "état de livraison B" pour ce nouvel état.

La caractérisation microstructurale (Chimie/SEM/TEM) n'a révélée aucune différence entre ces deux états. L'analyse XRD confirme ces observations, et le diffractogramme présenté ci-après met en évidence de très faibles dispersions entre les états de livraison A et B :

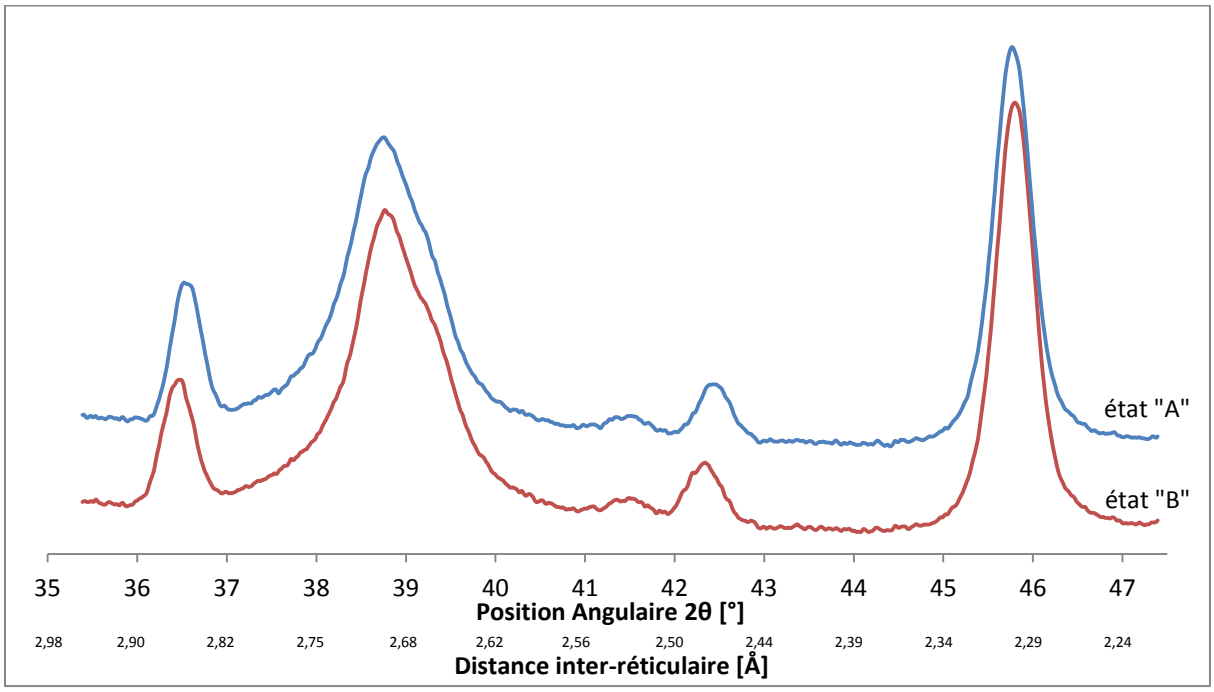



Figure 94 : Diffractogramme intégré, source de cobalt - Comparatif des états de livraison A et B

Les résultats de la quantification des phases présentes dans ces deux états de livraison sont regroupés dans le tableau suivant :

| Matériau | Matrice α-CuBe | γ-BeCu | $\gamma_I$-BeCu | $\gamma_M$-BeCu | β-BeCo | Pb |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Etat remis en solution** | 98,2% | - | - | - | 1,4% | 0,4% |
| **Etat de livraison A** | 76,0% | 18,3% | 1,8% | 2,3% | 1,4% | 0,4% |
| **Etat de livraison B** | 75,9% | 17,1% | 1,6% | 3,6% | 1,4% | 0,4% |

**Tableau 14 : Quantification des phases par analyse XRD - état de livraison A et B**

Les écarts les plus importants entre les deux états de livraison n'excèdent pas 1%, donc peu significatif en regard de la résolution de la méthode.

## d) Comportement mécanique

Après avoir déterminé la microstructure de l'alliage à l'état de livraison A, il est nécessaire d'étudier à présent ses caractéristiques mécaniques. Le C17300 faisant partie des alliages à durcissement par précipitation, les traitements qui lui sont appliqués (déformation mécanique et traitement thermique) modifient ses propriétés mécaniques, comme nous l'avons rappelé en chapitre 1. Deux méthodes de caractérisation, à l'ambiante et en température, ont été mises en œuvre dans cette étude : une caractérisation en traction quasi-statique et une caractérisation en cisaillement dynamique.

### *Comportement en sollicitation simple : traction quasi-statique*

A réception de chaque lot-matière, une caractérisation mécanique de l'alliage est donc réalisée : les résultats sont présentés dans le Tableau 15. Ce tableau donne les valeurs moyennes des différentes caractéristiques mécaniques mesurées, la variabilité qui leur est associée, ainsi que les valeurs issues de la littérature[52].

| | Rm [MPa] | Rp0,2 [MPa] | A% [-] | Dureté [Hv] |
|---|---|---|---|---|
| **Etat de livraison A** | 1250 | 1125 | 8,7 | 360 |
| **Variabilité** | 1200-1270 | 1075-1150 | 8,4-9,4 | 350-385 |
| **Norme C17300 - durci** | 1250±150 | 1100±150 | ≥3 | 360±30 |

**Tableau 15 : Propriétés mécaniques en traction quasi-statique - état de livraison**

On s'intéresse à l'analyse de la réponse du matériau à un chargement quasi-statique (traction uniaxiale), de la température ambiante jusqu'à 200°C.

La réalisation d'essais de traction uniaxiale dans le domaine quasi-statique permet de déterminer les principales propriétés mécaniques du matériau à l'état de livraison A. Il est admis que, lors de l'usinage, la coupe génère une grande quantité de chaleur susceptible de modifier le comportement de l'alliage; la détermination de la résistance mécanique de l'alliage à différentes températures (de la température ambiante jusqu'à 200°C) a donc été réalisée même si les vitesses et les niveaux de déformations ne sont pas comparables. La Figure 95 met en évidence la réponse du matériau pour une vitesse de déformation imposée de $10^{-3}$ $s^{-1}$, pour quatre températures de traitement : 20°C, 80°C, 150°C, 200°C.

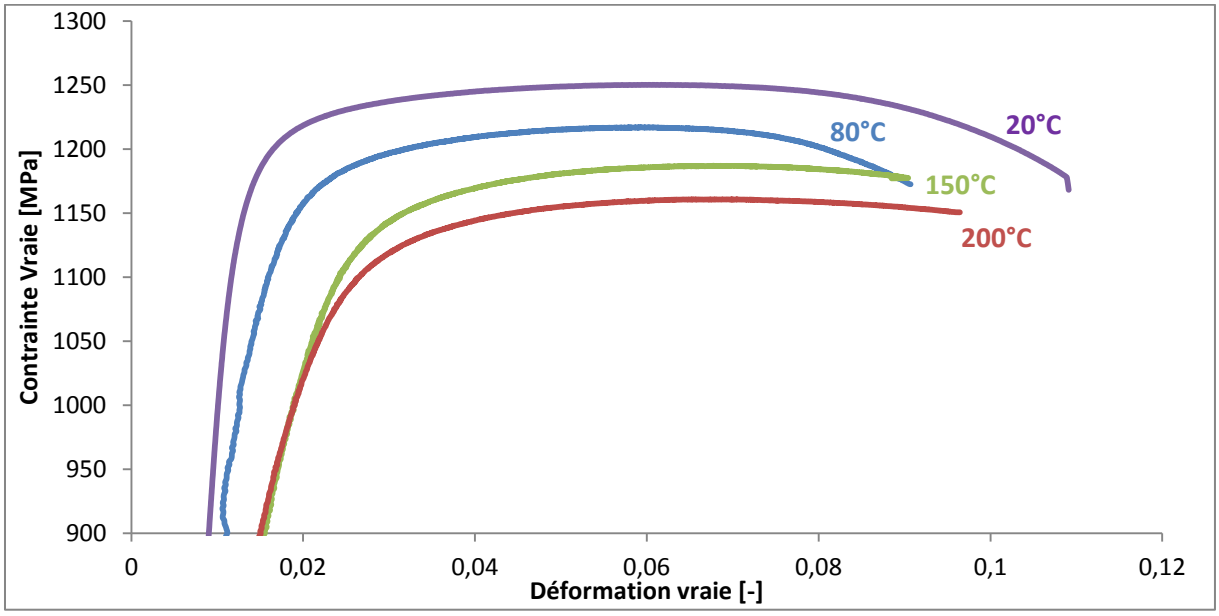



**Figure 95 : Essais de traction uniaxiale quasi-statique en température, de 20°C à 200°C**

A température ambiante, la limite d'élasticité conventionnelle ($Rp_{0,2}$) est de 1125 MPa et la contrainte nominale maximale (Rm) est de 1250 MPa, pour une déformation nominale maximale avant rupture (Ar) de 0,097 en déformation vraie. Avec l'augmentation de la température d'essai, la contrainte nominale maximale diminue et l'allongement avant rupture augmente. Le Tableau 16 récapitule l'ensemble des résultats issus de ces essais.

| Etat du matériau | Température de sollicitation [°C] | Rm | $Rp_{0,2}$ | $\varepsilon u$ | $\varepsilon r$ |
|---|---|---|---|---|---|
| **Remis en solution** | 20 | 500 | 205 | 0,426 | 0,433 |
| **Etat de livraison A** | 20 | 1250 | 1125 | 0,099 | 0,108 |
| | 80 | 1215 | 1040 | 0,078 | 0,089 |
| | 150 | 1185 | 865 | 0,071 | 0,089 |
| | 200 | 1160 | 850 | 0,078 | 0,095 |

**Tableau 16 : Propriétés mécaniques en traction quasi-statique en température - état de livraison**

L'interprétation des essais de traction uniaxiale en température comporte une limite qui mérite d'être mise en lumière. En effet, les essais sont réalisés dans une enceinte thermique par chauffage radiatif dans laquelle sont insérés l'échantillon et les mors de traction. En fonction de la température cible et de la durée de chauffage (de 5 min à 80°C jusqu'à 10 min à 200°C), une transformation de la microstructure et donc une modification des propriétés mécaniques pourrait intervenir. Le matériau ne saurait donc être considéré dans l'état de livraison, mais plutôt, dans un état de livraison auquel s'ajoute un "sur-vieillissement". Il a donc été décidé de limiter la température de traitement à 200°C.

## *Propriétés sous un chargement de cisaillement dynamique*

En plus de la possibilité de déterminer les paramètres matériau, ces essais permettent d'affiner l'étude des phénomènes engagés à l'usinage, en particulier dans l'étude des bandes de cisaillement. Comme nous l'avons rappelé au chapitre 2, ces essais nécessitent l'emploi d'éprouvettes atypiques (Chapitre 2 - Figure 16) sur un simulateur thermomécanique GLEEBLE (en collaboration avec l'équipe du LAMPA du centre Arts et Métiers ParisTech d'Angers). La vitesse de sollicitation a été fixée à 1m/s pour rester proche des gammes de vitesses de coupe atteintes durant l'usinage.

Durant les essais, un thermocouple installé au plus près de la zone de cisaillement a permis d'estimer l'élévation de température globale générée par la seule déformation plastique. Les valeurs relevées n'ayant jamais excédé 20°C pour l'ensemble des essais, on peut considérer que l'énergie calorifique apportée par la déformation est négligeable (à l'échelle de l'éprouvette). Cette méthode ne permet donc pas de déterminer l'élévation de température locale, dans la zone de cisaillement que l'on considère très importante[49].

Les essais de cisaillement dynamique ont été réalisés pour quatre températures : 20°C, 200°C, 350°C et 500°C. Grâce à un module de chauffage par effet Joule, la montée en température est contrôlée et est extrêmement rapide (20°C/s). Le Tableau 17 regroupe les conditions de montée en température, lors d'un essai GLEEBLE :

| Température de l'essai [°C] | Temps de montée en température [s] |
|---|---|
| **20** | 0 |
| **200** | 10 |
| **350** | 17,5 |
| **500** | 25 |

**Tableau 17 : Conditions de montée en température au cours d'un essai en simulateur GLEEBLE**

Les graphiques suivant regroupent les résultats obtenus lors de ces essais (Figure 96 et Figure 97):

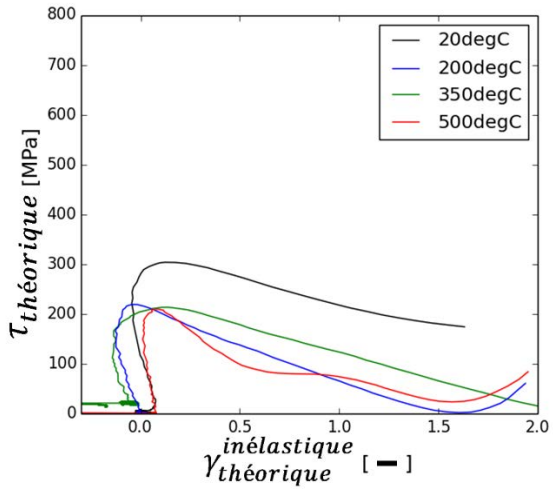



**Figure 96 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation, pour des températures de sollicitation allant de 20°C à 500°C - état remis en solution**

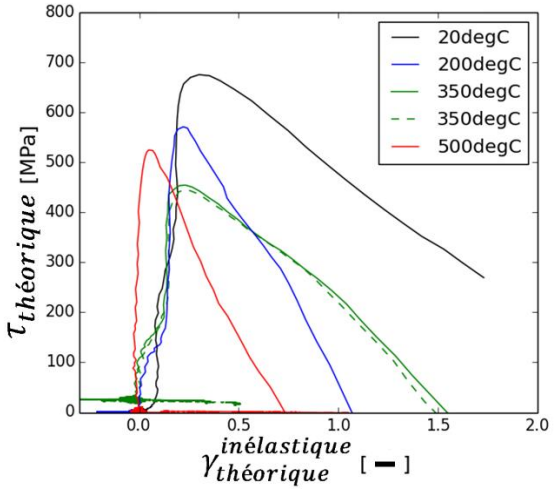



**Figure 97 : Evolution de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation, pour des températures de sollicitation allant de 20°C à 500°C - état de livraison**

Comme nous l'avons rappelé dans le chapitre 2, la machine et le système de fixation (enclumes) se déforment élastiquement; leur comportement interagit avec les mesures. Les courbes présentées sont donc corrigées et ne contiennent plus la partie élastique de la déformation. En revanche, les résultats obtenus lors de la déformation plastique sont fiables (car il ne comporte que des informations concernant le matériau d'étude). Il est à noter que ces courbes présentent des formes générales équivalentes.

Pour le matériau à l'état remis en solution et à la température ambiante, la valeur maximale de la contrainte de cisaillement ($\tau_{théorique}$) est de 304 MPa. Comme le montre la Figure 96, pour les essais en température (entre 200°C et 500°C), cette valeur reste stable: elle atteint 220 MPa. Pour le matériau à l'état de livraison, la valeur du taux théorique de cisaillement à température ambiante est de 675 MPa. Cette valeur diminue progressivement avec l'augmentation de la température de traitement, avec une particularité: le taux de cisaillement mesuré à 350°C connait un effondrement de sa valeur, de 11% inférieur au taux de cisaillement à 500°C. Par ailleurs, sur les quatre essais réalisés à 350°C, bien que toutes les courbes d'efforts se superposent, la moitié des

échantillons présente une fissuration macroscopique intense (Figure 98). Cette fissure macroscopique apparait à la jonction des deux parties de l'éprouvette et se propage dans la partie inférieure de l'éprouvette, créant une rupture fragile. Sur la Figure 97, ces essais sont représentés en traits pleins (sans fissuration) et en traits pointillés (avec fissuration).

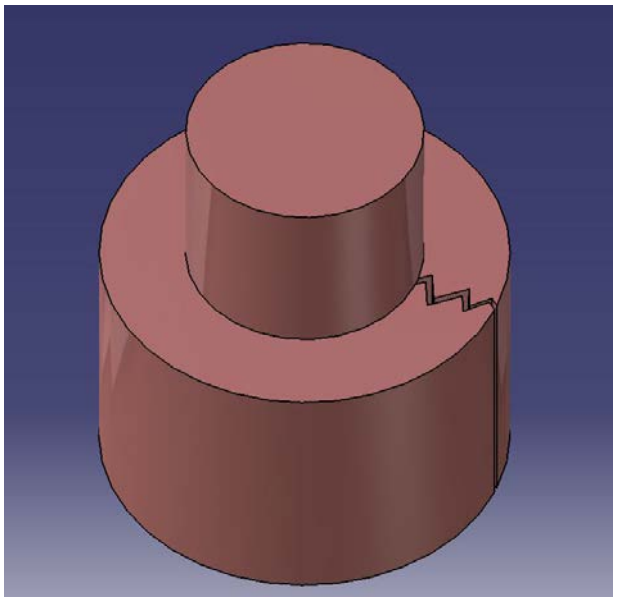


**Figure 98 : Schématisation de la fissuration macroscopique des éprouvettes chapeaux**

Le Tableau 18 récapitule l'évolution des valeurs de taux de cisaillement théorique:

| Etat du matériau | Température de sollicitation [°C] | Cisaillement théorique τ [MPa] |
|---|---|---|
| remise en solution | 20 | 304 |
| | 200 | 220 |
| | 350 | 214 |
| | 500 | 210 |
| état de livraison | 20 | 675 |
| | 200 | 571 |
| | 350 | 450 |
| | 500 | 525 |

**Tableau 18 : Evolution de la contrainte de cisaillement maximale en fonction de la température de sollicitation - état remis en solution et état de livraison**

Il est également possible de déterminer la valeur de la limite d'élasticité pour chaque température, à cette vitesse de déformation :

$$\sigma = \sqrt{3}.\tau_{théorique}$$

Ainsi, pour la température ambiante, $\sigma_{20°C}$ (qui est également le paramètre A de la loi de Johnson et Cook) à pour valeur : 1169 MPa. Cette valeur est très proche de celle déterminée lors des essais de traction quasi-statique à l'ambiante. C'est également le cas pour la mesure effectuée à 200°C. Pour des températures plus importantes, les variations deviennent non-négligeables.

## e) Synthèse des résultats microstructuraux et mécaniques

Dans cette première partie, nous avons réalisé une caractérisation microstructurale du C17300, situé dans deux états distincts. Tout d'abord, une étude conjointe par spectrométrie et par diffraction des rayons X a permis d'établir la composition de l'alliage. Les principaux constituants sont le cuivre (matrice), le béryllium (1,83%wt.), le cobalt (1,4%wt.), et le plomb (0,4%wt.). Des traces de fer, de nickel, d'aluminium et de silicium ont également été quantifiées.

L'analyse d'un état remis en solution a permis de mettre en évidence la présence d'îlots de plomb pur, présents afin d'améliorer les propriétés mécaniques à l'usinage. Une seconde population de particules a pu être identifiée : les béryllides. L'analyse menée ici, concernant la chimie de ces particules, est en accord avec les travaux de Chakrabarti[4]. En complément, la répartition de ces particules a été mesurée, et est récapitulée dans le Tableau 19 :

| Particules | Pb | β-BeCo (Ø < 0,8µm) | β-BeCo (Ø > 0,8µm) |
|---|---|---|---|
| Diamètres moyens [µm] | 0,5 | 0,15 | 1 |
| Espacement moyens [µm] | 20 | 3 | 8 |

Tableau 19 : Topologie des particules stables

L'étude de l'état de livraison a révélé que les phases Pb et β-BeCo n'étaient pas affectées par le process de remise en solution. Leur proportion, taille et espacement sont donc rigoureusement identiques dans les deux états de la matière. En revanche, l'état de livraison comporte, en plus de ces particules, de nombreux précipités, regroupés sous deux catégories :

- les précipités inter-granulaires γ-BeCu, qui naissent préférentiellement au joint de grain sous de chapelets, et dont les tailles atteignent 230nm par 60nm.
- les précipités intra-granulaires, issus de différentes familles : γ-BeCu / $\gamma_I$-BeCu / $\gamma_M$-BeCu qui s'organisent sous la forme de platelets fins. Si l'identification en microscopie en transmission n'a pu être formelle, nous savons que les γ-BeCu atteignent des longueurs de 100nm, des largeurs de 20nm, et des valeurs d'espacement longitudinal et latéral de 50nm et 30nm respectivement.

Une analyse croisée de résultats obtenus en diffraction des rayons X sur grand instrument et de microscopie électronique à balayage a permis de confirmer l'homogénéité de la matière, dans ses sens radiaux et longitudinaux.

Les essais de caractérisation mécaniques en traction jusqu'à 200°C montre une forte sensibilité du matériau à la température. On constate en effet une baisse de 25% de la contrainte d'écoulement à 200°C : l'origine de cet adoucissement peut-être lié soit à la température soit à l'évolution de la microstructure par une modification de la nature des précipités.

Les essais de caractérisation en cisaillement dynamique jusqu'à 500°C mettent en évidence l'influence de la température de sollicitation sur le comportement de cet alliage. Une diminution progressive de la valeur du cisaillement est ainsi mise en évidence, avec l'augmentation de la température de traitement. Une estimation du paramètre A (premier coefficient de la loi de Johnson et Cook) a montré une indépendance de ce paramètre à la vitesse de sollicitation.

## 2) Comportement à l'usinage

Un des objectifs majeurs de ce travail consiste à déterminer la réponse du matériau à une sollicitation en usinage. Après avoir développé un système d'essai en coupe orthogonale stricte, l'analyse des efforts de coupe auxquels est soumis l'échantillon permet de suivre l'évolution de la puissance nécessaire à mettre en jeu lors de la coupe du matériau. On rappelle également qu'en vue d'assurer une bonne répétabilité et de garantir la pertinence des résultats, les mesures sont répétées et moyennées sur 5 passages consécutifs de l'outil.

### a) Mesure des efforts

Le plan d'expérience retenu prévoit l'analyse des efforts de coupe pour une géométrie unique, pour 5 profondeurs de passe différentes (2µm, 5µm, 10µm, 20µm et 40µm). Ces profondeurs de passe couvrent deux gammes d'usinage : l'usinage microscopique (inférieur à l'échelle du grain) et l'usinage mésoscopique (supérieur à l'échelle du grain). Ces essais ont été menés sur le matériau dans deux états distincts : l'état remis en solution (100HV) et l'état de livraison (350HV). La matière à l'état de livraison usinée est issue de deux coulées distinctes, à la caractérisation microstructurale identique, dénommées "état de livraison A" et "état de livraison B". Les résultats de ces essais sont regroupés dans le tableau suivant :

| Référence | Matériau à l'état remis en solution | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| Profondeur de passe [µm] | 2 | 5 | 10 | 20 | 40 |
| Effort Tangentiel [N] | 19 | 34 | 54 | 90 | 144 |
| Effort Normal [N] | 18 | 27 | 35 | 55 | 66 |
| **Référence** | **Matériau à l'état de livraison "A"** | | | | |
| Effort Tangentiel [N] | 21 | 38 | 65 | 116 | 194 |
| Effort Normal [N] | 24 | 34 | 49 | 77 | 131 |
| Coefficient apparent de frottement $\bar{\mu}$ [-] | - | 0,825 | 0,701 | 0,625 | 0,630 |
| **Référence** | **Matériau à l'état de livraison "B"** | | | | |
| Effort Tangentiel [N] | 21 | 39 | 66 | 115 | 201 |
| Effort Normal [N] | 25 | 35 | 48 | 73 | 125 |
| Coefficient apparent de frottement $\bar{\mu}$ [-] | - | 0,834 | 0,685 | 0,592 | 0,580 |

Tableau 20 : Evolution des efforts de coupe (Tangentiel et Normal) en fonction de la profondeur de passe - état remis en solution et état de livraison (A et B)

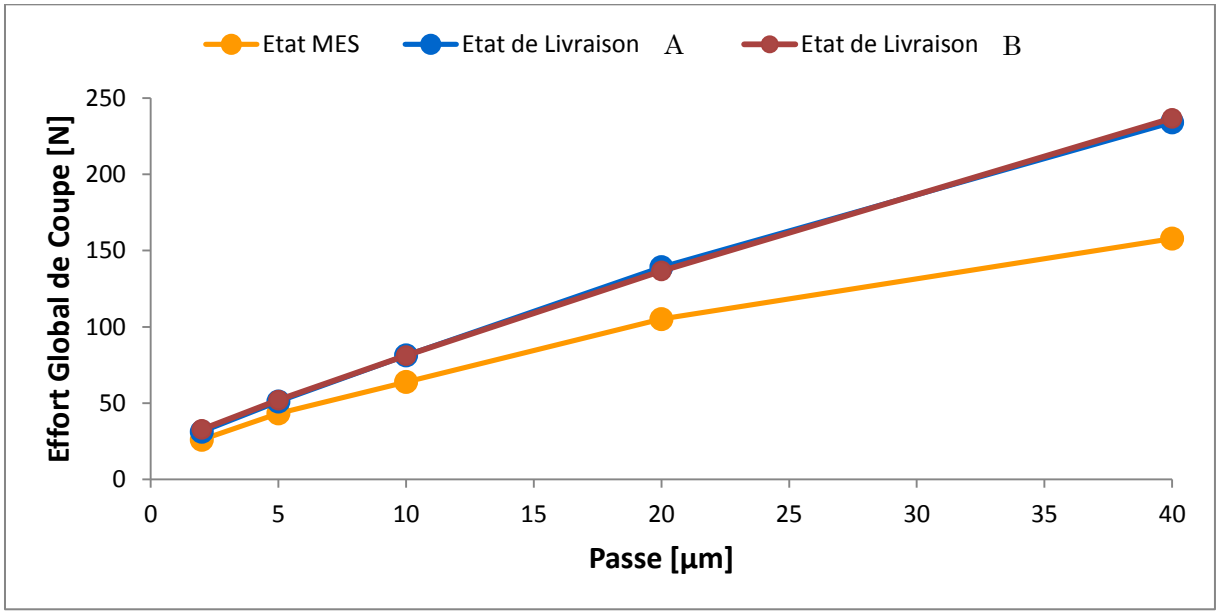



Figure 99 : Evolution de l'effort global de coupe en fonction de la profondeur de passe - état remis en solution et état de livraison (A et B)

La Figure 99 représente l'évolution de la résultante de l'effort global de coupe en fonction de la profondeur de passe, pour les deux états de la matière (les états de livraison Haut et Bas ne présentant aucune différence notable). On constate tout d'abord que, pour l'ensemble des points de mesures, plus la profondeur de passe augmente, plus l'effort de coupe augmente. De plus, le matériau à l'état de livraison (350HV) nécessite un effort de coupe plus important que sa version remis en solution (100HV), et ce, pour chacune des profondeurs de passe réalisées. Enfin, comme le montre le Tableau 20, ces différences sont constatées aussi bien pour les efforts normaux que pour les efforts tangentiels. Les écarts entre ces matériaux deviennent de plus en plus prononcés avec l'augmentation de la profondeur de passe. La différence de comportement à l'usinage entre ces deux états de la matière provient principalement de leur différence de dureté ($\Delta$HV = 250HV). Cependant, pour les petites passes (jusqu'à 5 µm), les efforts mesurés pour les deux matériaux sont proches, malgré d'importantes différences autant microstructurales que mécaniques. Ce résultat tend à montrer que dans le cadre du micro-usinage, la dureté du matériau ne semble pas intervenir de façon prépondérante, alors que pour l'usinage mésoscopique, ces paramètres prennent une grande importance.

## b) Mesure de température

La température atteinte durant la coupe est une notion relativement complexe à définir et qu'il convient de préciser. Aussi, nous utiliserons trois notations distinctes, conformément aux zones décrites sur la Figure 100 :

- la température globale (Tg) atteinte durant la coupe (qui comprend une valeur moyenne de la température en surface de la pièce et de la température à l'interface outil/copeau)
- la température à l'interface outil/copeau ($T_{bcs}$) générée par le frottement intense du copeau sur la face de coupe de l'outil, c'est à dire sur la bande de cisaillement secondaire
- la température ($T_{bcp}$) générée au cœur de la bande de cisaillement primaire

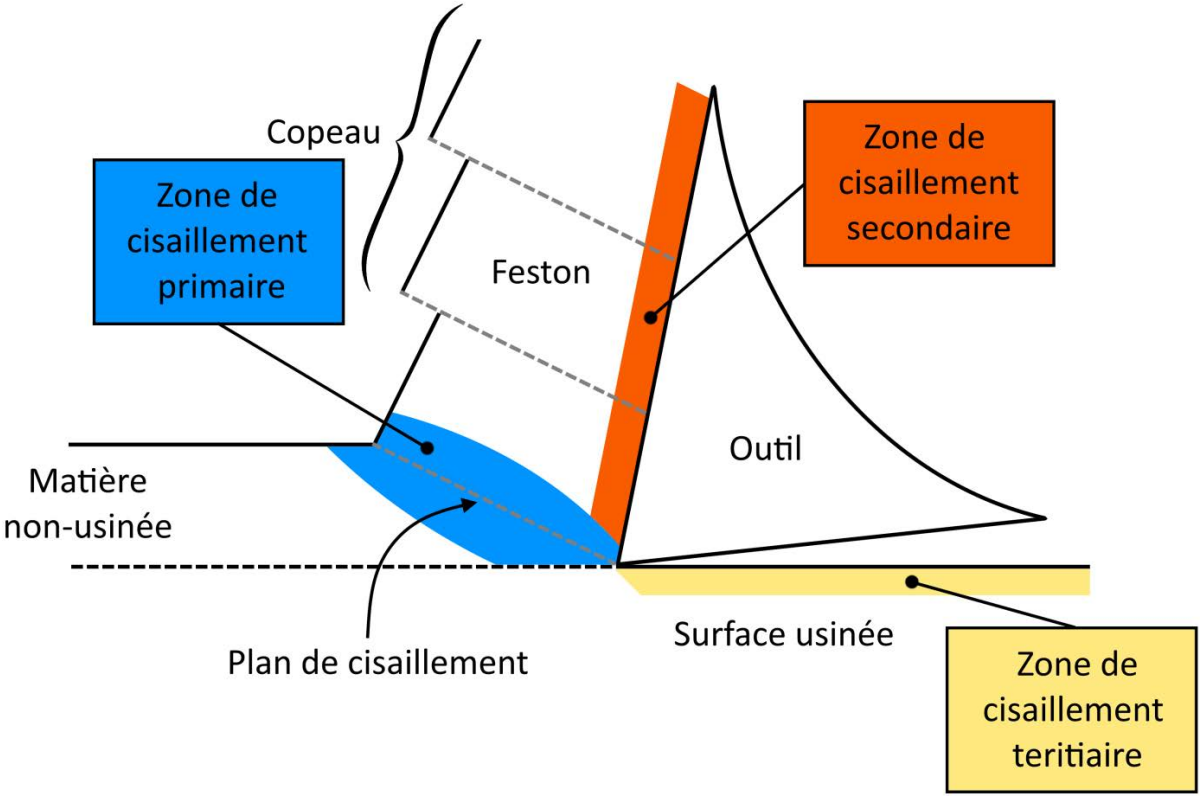



**Figure 100 : Schématisation des zones de cisaillement lors de la coupe orthogonale stricte**

Il est admis que la température $T_{bcp}$ est bien supérieure à Tg si on considère une bande de cisaillement adiabatique, du fait de son aspect très localisé et intense. Or, comme la vitesse de coupe est faible (0,81 $m.s^{-1}$), il est peu vraisemblable que la condition d'adiabaticité soit remplie.

La mesure directe de $T_{bcp}$ n'est pas possible avec notre installation. Aussi, les mesures de températures données ci-après sont bien des températures à l'interface outil/copeau ($T_{bcs}$). Le développement de notre méthode de mesure appelée "thermocouple intrinsèque" permet une mesure rapide, fiable et répétable de $T_{bcs}$, durant la coupe, au plus près du contact outil-matière[53–55]. Le Tableau 21 présente les résultats obtenus pendant l'usinage en coupe orthogonale stricte, sur le matériau à l'état de livraison.

| **Référence** | **Matière à l'état de livraison** | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| **Profondeur de passe [µm]** | 2 | 5 | 10 | 20 | 40 |
| **Température $T_{bcs}$ [°C]** | 196 | 220 | 259 | 313 | 387 |

**Tableau 21 : Evolution des températures $T_{bcs}$ en fonction de la profondeur de passe - état de livraison**

Physiquement, les mesures réalisées représentent la température de contact outil/copeau (zone de cisaillement secondaire) atteinte au moment de la coupe, alors que les températures calculées dans le modèle analytique (présenté au chapitre 2) correspondent à une température "locale", située au sein de la bande de cisaillement primaire ou secondaire.

## c) Etudes géométrique des copeaux

C'est dans le copeau que la majorité du flux de chaleur généré par l'usinage est évacuée (70%). Cette zone subit une très forte sollicitation mécanique, entrainant un cisaillement très intense. C'est donc dans le copeau que les modifications microstructurales les plus prononcées sont attendues.

De la Figure 101 à la Figure 104, des clichés SEM montrent une coupe transverse des copeaux issus d'usinages réalisés pour une profondeur de passe de 40 µm.

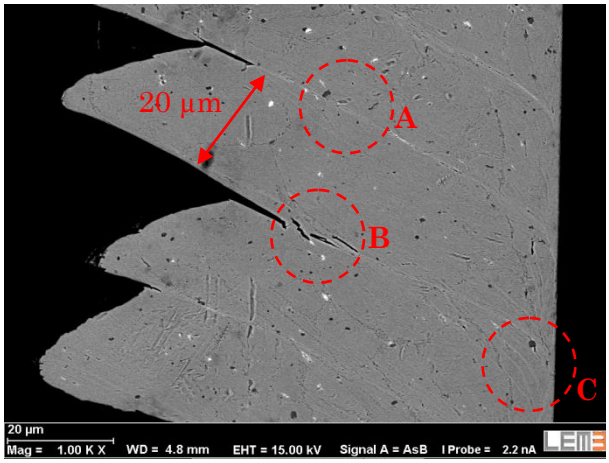



Figure 101 : Observation SEM x 1000 d'un copeau issu du matériau à l'état de livraison (ap = 40µm)

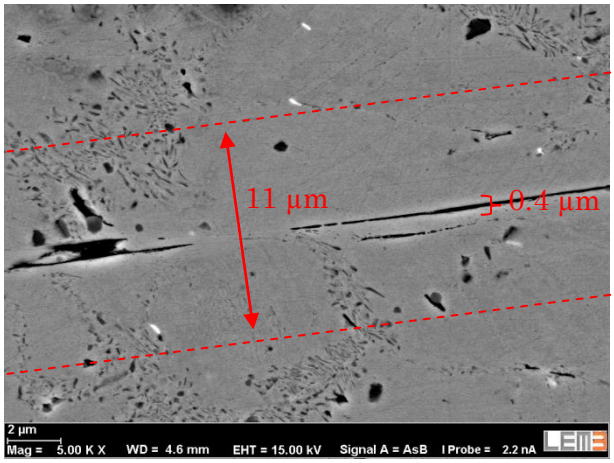



Figure 102 : Détail "A" de la Figure 101 - mise en évidence de la taille de la bande de cisaillement

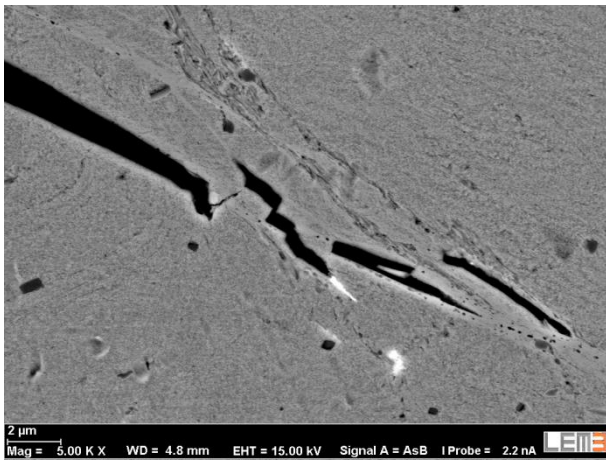



Figure 103 : Détail "B" de la Figure 101 - observation de la propagation de la fissure

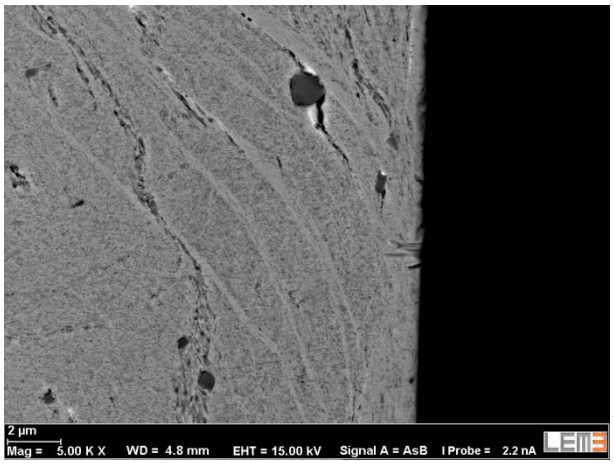



Figure 104 : Détail "C" de la Figure 101 - observation de la face arrière du copeau

Ces images mettent en évidence l'évolution géométrique et microstructurale de la matière après une passe d'usinage de 40µm. Cette opération est censée former un copeau continu, de largeur Lp égale à 90,3µm :

$$L_p = \frac{a_p . \sin\left(\frac{\pi}{2} - \varphi + \zeta\right)}{\sin \varphi}$$

Dans notre cas, pour une passe de 40µm :

$$L_p = \frac{40.\sin(90 - 23{,}6 + (-1{,}78))}{\sin 23{,}6} = 90{,}3\ \mu m$$

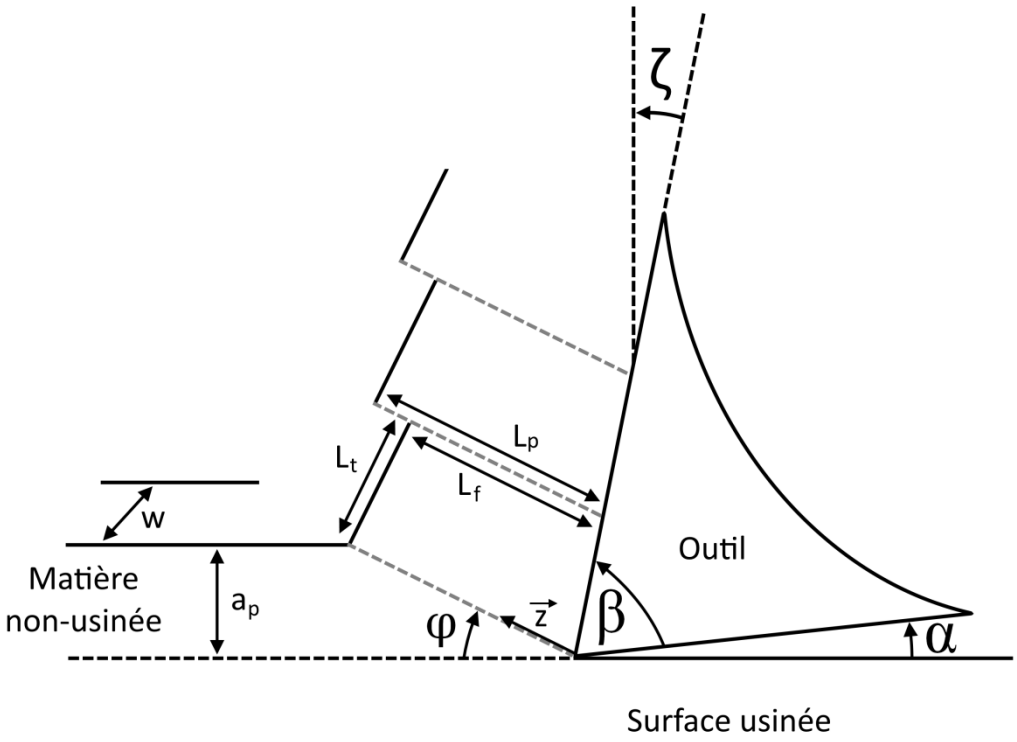



**Figure 105 : Schématisation de la géométrie du copeau lors de la coupe orthogonale stricte**

En réalité, la formation du copeau est un phénomène discontinu, alternant une phase de cisaillement très intense (largeur de la bande de cisaillement primaire : 11µm - bande centrale très fine : 0,4µm), et une phase de déplacement de matière (20µm). La largeur de la bande cisaillement est mesurée directement sur les copeaux. Cette valeur est moyennée à partir de mesures réalisées sur plusieurs festons. L'un des éléments clés de cette mesure est la détection d'éléments de la microstructure subissant le cisaillement imposé par l'usinage.

Ces éléments peuvent être soit :

- des grains de plomb cisaillés et transportés lors du cisaillement
- les structures lamellaires γ-BeCu dont l'incurvation indique la présence du cisaillement

Dans tous les cas, cette détermination est complexe et difficile et ne dépend que de la présence d'objets susceptibles d'être identifiés comme cisaillés. Les largeurs de bande indiquées dans le Tableau 22 résultent d'une valeur moyenne prise sur plusieurs festons des copeaux observés.

Cette alternance peut conduire à des phénomènes de propagation de fissures, pouvant même entrainer la projection d'une partie du matériau. La création de festons montre que la déformation accommodée par le matériau est bien hétérogène. Les valeurs mesurées sur les copeaux ($a_p$ = 40µm) sont données dans le tableau suivant :

| Largeur de copeau $L_p$ (Pointe de feston) [µm] | Largeur de copeau $L_f$ (Fond de feston) [µm] | Largeur de feston $L_t$ [µm] |
|---|---|---|
| **92** | 62 | 23 |

**Tableau 22 : Mesures des paramètres géométriques d'un copeau issu d'une passe de 40µm**

C'est au cœur de la bande de cisaillement que les contraintes thermomécaniques sont maximales et la microstructure est la plus sensible, affectant ses propriétés mécaniques. Aussi, il est possible d'observer sur ces copeaux un phénomène de propagation de fissure au cœur de la bande de cisaillement (Figure 102). Cette image met également en évidence la déformation subie autour de cette bande, où l'on peut suivre la déformation des précipités inter-granulaires jusqu'à 5,5µm, de part et d'autre de la bande de cisaillement. Dans cette zone de grande déformation, même les précipités ayant les limites à rupture les plus importantes, les béryllides β-BeCo, peuvent subir un cisaillement suffisamment intense pour permettre leur fissuration, comme l'illustre la Figure 106.

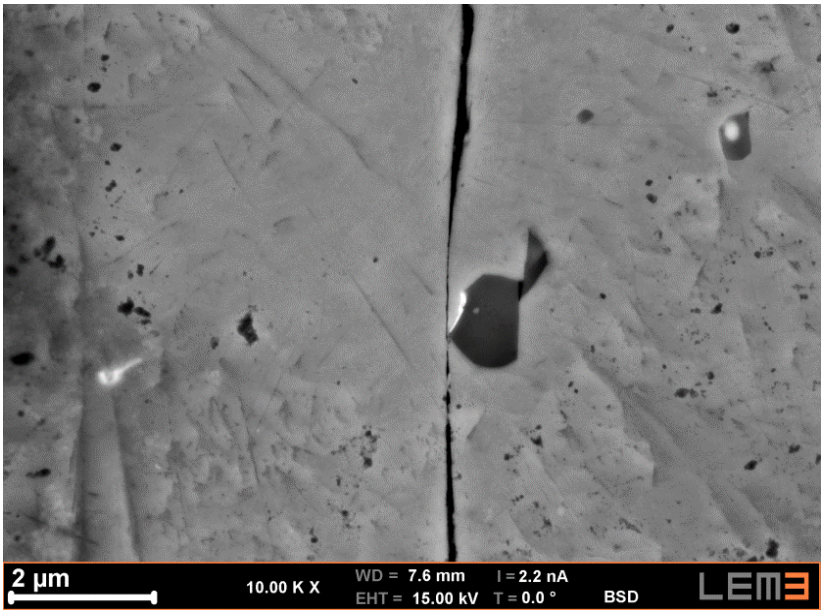



**Figure 106 : Fissuration d'un béryllide (β-BeCo) au voisinage de la bande de cisaillement - état de livraison ($a_p$ = 40µm)**

Le Tableau 23 consigne les résultats obtenus lors de l'analyse des copeaux pour le matériau à l'état de livraison. On constate que la largeur de la bande de cisaillement primaire augmente avec la profondeur de passe. La Figure 107 montre que le coefficient apparent de frottement $\bar{\mu}$, pour les matériaux à l'état remis en solution et à l'état de livraison, décroit avec la profondeur de passe $a_p$.

| $a_p$ [µm] | $\bar{h}$ [µm] | $\bar{\mu}$ [-] |
|---|---|---|
| **5** | 2 | 0,843 |
| **10** | - | 0,681 |
| **20** | 8 | 0,592 |
| **40** | 11 | 0,580 |

**Tableau 23 : Valeurs des coefficients moyens de frottement et des largeurs de bandes de cisaillement - état de livraison**

Il est à noter que les copeaux issus des profondeurs de passe de 2 µm n'ont pas pu être observés en microscope électronique à balayage. Les largeurs de bande de ces copeaux n'ont donc pas pu être déterminées.

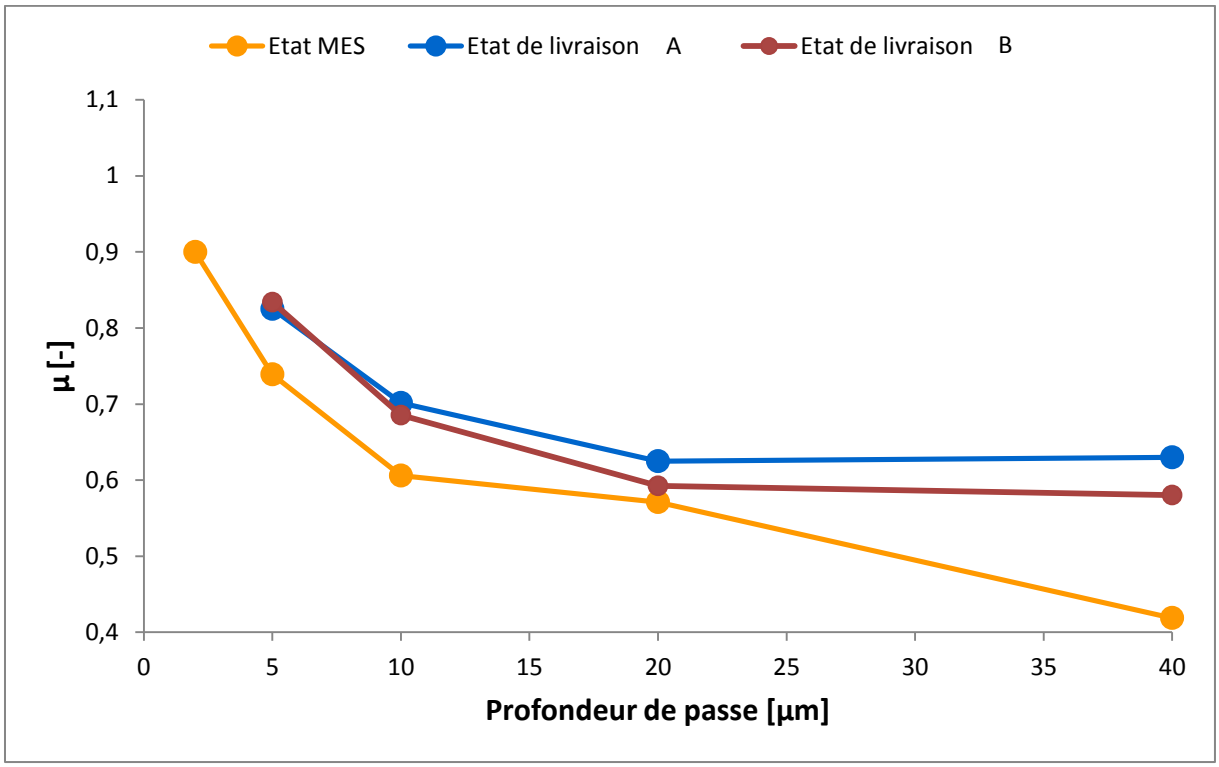



**Figure 107 : Evolution du coefficient de frottement (µ) en fonction de la profondeur de passe - état remis en solution et état de livraison (A et B)**

Le suivi de ces trois états de la matière révèle une diminution du coefficient de frottement apparent lorsque la profondeur de passe augmente. De manière générale, le matériau à l'état remis en solution présente systématiquement des valeurs plus faibles que les états de livraison. Il est à noter également que l'état de livraison "B" possède, dans le cas des profondeurs de passe supérieures à 5µm, des coefficients de frottement inférieurs à sa version "A". Lors de l'usinage de ces deux états, une information supplémentaire, difficile à quantifier, apparait : la propagation de fissures. En effet, grâce à une observation de la coupe en caméra rapide, il est possible de mettre en évidence la présence ou l'absence d'éjectas de matière lors de la formation du copeau.

Pour l'ensemble des essais, on voit apparaitre lors de l'usinage de l'état de livraison B de nombreuses projections de matière, signe d'une fissuration avancée du copeau. Ces projections sont absentes pour l'état de livraison A.

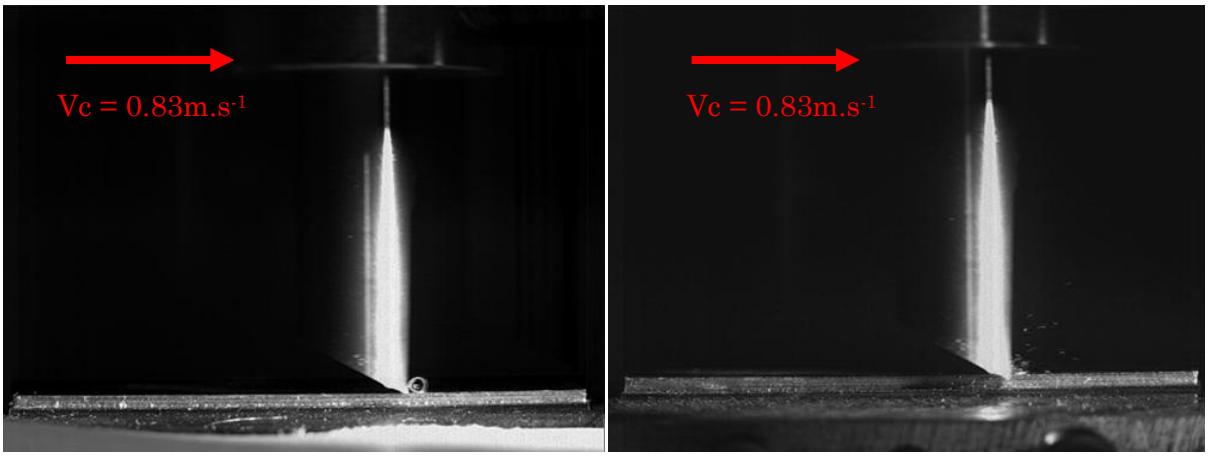



**Figure 108 : Clichés en caméra-rapide d'un essai d'usinage ($a_p$=40µm) - à gauche : état de livraison "A" (sans fissuration) - à droite : état de livraison "B" (projection de micro-copeaux)**

L'apparition de ces éjectas de matière est considéré, dans cette étude, comme un signe de meilleure usinabilité de l'alliage (la plus grande fracturation des copeaux dissipe d'avantage d'énergie au cours de l'opération d'usinage). En corrélant cette observation à l'évolution du coefficient de frottement, on postule que, dans des conditions d'usinage similaires, un abaissement de ce coefficient µ est considéré comme signe d'une meilleure usinabilité de l'alliage.

# 3) Analyse de la coupe orthogonale : application du modèle physique

Comme nous l'avons rappelé dans le chapitre 2, les coefficients de Johnson et Cook[46] permettant d'alimenter la loi de comportement de l'alliage doivent être obtenus expérimentalement. On rappelle ici l'expression de cette loi :

$$\tau = \frac{1}{\sqrt{3}}\left(A + B\left(\frac{\gamma}{\sqrt{3}}\right)^n\right)\left(1 + C\ln\left(\frac{\dot{\gamma}}{\dot{\gamma}_0}\right)\right)\left(1 - \left(\frac{T - T_r}{T_m - T_r}\right)^m\right)$$

## a) Détermination des paramètres de la loi de comportement

Les essais réalisés, aussi bien en essai statique qu'en essais dynamiques, ne permettent pas de rendre compte de l'évolution simultanée des propriétés mécaniques du matériau en raison de l'élévation de température et d'éventuelles transformations métallurgiques.

Nous avons utilisé une méthode originale de détermination du paramètre d'adoucissement *m* dont l'interprétation sera donnée en fin de paragraphe.

Nous avons donc fixé les valeurs de ces paramètres en utilisant diverses techniques ou méthodes :

- le paramètre d'écrouissage $n$ est déterminé à partir des essais de traction en température
- les paramètres A et B liés à l'écrouissage à partir des essais de traction/cisaillement.
- le paramètre C à partir des résultats de la littérature[56]
- le paramètre $m$ à partir des essais de mesure en température réalisés durant les essais d'usinage pour la profondeur de passe $a_p$ = 20µm (pour lequel l'ensemble de toutes les mesures ont pu être réalisées)

La méthode de détermination du paramètre m est donc une méthode d'essai/erreur qui permet, pour la "meilleure" valeur de m fixée, de correspondre au mieux aux mesures de température et aux mesures d'effort, puisque les efforts peuvent être déterminés grâce aux équations données aux chapitre 2.

La validation des coefficients ainsi déterminés ou fixés sera réalisée en calculant les températures et les efforts pour les autres essais (pour les autres profondeurs de passe) disponibles.

On pourra attribuer au coefficient $m$ obtenu la propriété de décrire l'évolution des propriétés mécaniques pendant l'usinage (d'une part liée à une modification de la microstructure et à l'adoucissement thermique du matériau). Les coefficients utilisés sont rassemblés dans le Tableau 24, et seront considérés constants pour l'ensemble des essais réalisés :

| A | B | C | n | Tr | m |
|---|---|---|---|---|---|
| 1282 MPa | 757 MPa | 0,02 | 0,75 | 1280°C | 0,38 |

**Tableau 24 : Valeur des coefficients de la loi de Johnson et Cook**

### b) Résultats et validation de la modélisation de formation du copeau

La mesure des efforts de coupe permet, via l'utilisation du modèle analytique, de déterminer l'état mécanique imposé et les températures atteintes lors de la coupe par l'opération d'usinage.

Pour l'application du modèle, les paramètres $\bar{\mu}$, $\phi$ et $h$ doivent être estimés. Dans ce travail, le coefficient de frottement $\bar{\mu} = \tan(\bar{\lambda})$ et l'épaisseur $h$ de la bande de cisaillement primaire sont déterminés à partir des essais de coupe orthogonale présentés dans le paragraphe III-2-c. L'angle de cisaillement est supposé être donné par la loi modifiée de Merchant $\varphi = A + 0{,}5(\alpha - \bar{\lambda})$. Par exemple, l'épaisseur de copeau correspondant à la profondeur de passe $a_p$ = 20µm conduit à A = 39,5°.

La valeur de $\bar{h}$ (valeur moyenne de $h$) et la valeur du coefficient de frottement moyen $\bar{\mu}$ ont été déterminées précédemment et sont consignés dans le Tableau 23.

Ce tableau consigne les résultats obtenus lors de l'analyse des copeaux. On constate que le coefficient apparent de frottement $\bar{\mu}$ décroit avec la profondeur de passe $a_p$. Cependant, la largeur de la bande de cisaillement primaire augmente avec la profondeur de passe.

Pour l'application du modèle analytique de coupe, nous analysons l'effet de la profondeur de passe ($a_p$), sous les conditions de coupe suivante : V = 50 m/min, α = -1,78°, w = 2 mm et $a_p$ = 5, 10, 20, 40 µm.

La comparaison entre les valeurs des efforts (normal et tangentiel) calculées par le modèle analytique et les valeurs mesurées lors de l'essai de coupe orthogonale stricte est reportée dans le Tableau 25. On note que les résultats fournis par le modèle sont en accord avec les résultats expérimentaux et traduisent bien l'évolution non-linéaire des efforts de coupe en fonction des profondeurs de passe. Cette tendance provient directement de l'influence de la profondeur de passe $a_p$ sur les paramètres $\bar{\mu}$ et $\bar{h}$.

| $a_p$ [µm] | Effort Tangentiel [N] | | Effort Normal [N] | | Température d'usinage [°C] | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Mesure | Modèle | Mesure | Modèle | Mesure | Modèle $\overline{T_{int}}$ |
| **5** | 39 | 46,99 | 35 | 42,17 | 200 | 206 |
| **10** | 66 | 79,75 | 48 | 57,99 | 239 | 209 |
| **20** | 115 | 127,61 | 73 | 81,00 | 293 | 275 |
| **40** | 201 | 235,88 | 125 | 146,69 | 367 | 360 |

**Tableau 25 : Comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées par le modèle analytique**

Pour analyser plus précisément les tendances observées, nous allons suivre l'évolution, en fonction de la profondeur de passe, des paramètres suivants issus du modèle analytique, en relation avec l'équation :

$$\overline{T_{int}} = \frac{4}{3}\frac{\bar{\mu}\,\bar{P}}{\sqrt{\pi\, k\, \rho\, c}}\sqrt{V_c\, l_c} + \theta_{BCP}$$

Ces paramètres calculés sont :

- la température dans la bande de cisaillement primaire, notée $\theta_{bcp}$, exprimée en [°C]
- la longueur de contact outil/copeau, notée $l_c$, exprimée en [m]
- la vitesse de copeau, notée $V_c$, exprimée en [m.s$^{-1}$]
- la pression moyenne de contact le long de la face de coupe, notée $\bar{P}$, exprimée en [MPa]

Lorsque $\bar{\mu}$ diminue, l'angle de cisaillement $\phi$ augmente et génère deux tendances combinées et opposées sur l'évolution de la température $\theta_{BCP}$ : le travail plastique et la diffusion de la chaleur de la bande de cisaillement primaire vers la pièce diminuent.

Les résultats du modèle analytique montrent que la diffusion de la chaleur a un effet plus prononcé que le travail plastique : la température $\theta_{BCP}$ augmente alors que le cisaillement $\gamma$ diminue avec la profondeur de passe $a_p$. Ces résultats sont consignés dans

le Tableau 26. La pression moyenne $\bar{P}$, quant à elle, semble évoluer faiblement avec la profondeur de passe.

En raison de l'augmentation de $\theta_{BCP}$ et de $l_c$ avec la profondeur de passe qui compensent l'effet de la baisse de la vitesse de copeau $V_c$, la température moyenne à l'interface $\overline{T_{int}}$ augmente avec $a_p$. Ce résultat est en accord avec les températures expérimentales mesurées.

| $a_p$ [µm] | Bande de cisaillement primaire | | | | Interface outil/copeau | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | $\phi$ [°] | $\gamma_h$ [-] | $\dot{\gamma}_m . 10^5$ [$s^{-1}$] | $\theta_{BCP}$ [°C] | $l_c$ [mm] | $\overline{T_{int}}$ [°C] |
| **5** | 18,55 | 3,35 | 4,5 | 116 | 0,018 | 206 |
| **10** | 21,49 | 2,97 | 2,3 | 102 | 0,028 | 209 |
| **20** | 23,30 | 2,79 | 1,15 | 157 | 0,049 | 275 |
| **40** | 23,56 | 2,77 | 0,84 | 207 | 0,095 | 360 |

**Tableau 26 : Influence de la profondeur de passe $a_p$ sur la zone de cisaillement primaire et sur le contact outil/copeau, calculée par le modèle analytique**

Ces résultats issus de la modélisation montrent un bon accord avec les résultats expérimentaux. On peut donc considérer que cette modélisation permettra de décrire les tendances de l'usinage de matériaux de mêmes natures dans des conditions identiques de sollicitation.

On peut également, à partir de micrographies telles que la Figure 106 qui montre un grain de béryllide cisaillé au voisinage de la bande de cisaillement primaire (à près de1 µm), calculer le cisaillement subi par le copeau. En effet, à partir des informations contenues dans cette image : on obtient, un cisaillement moyen voisin de tan ($\gamma$) = 1,9 pour une profondeur de passe $a_p$ = 20µm. On peut constater que cette valeur, sans en être proche, est du même ordre de grandeur que la valeur donnée par le modèle : $\gamma$ = 2,7.

## 4) Influence de la coupe sur la microstructure en sous-surface et dans les copeaux

Après l'opération d'usinage, la matière est présente dans trois états différents : le matériau à l'état de livraison, non affecté par l'opération (au cœur de la pièce); le matériau en sous couche après usinage (surface en contact avec l'outil), dont les propriétés peuvent être affectées; et le copeau formé par l'usinage, possédant une forme et une microstructure très altérées. Une étude microscopique précise a été conduite dans

ces trois zones (Figure 109) afin d'évaluer l'influence de l'usinage sur l'évolution de la microstructure.

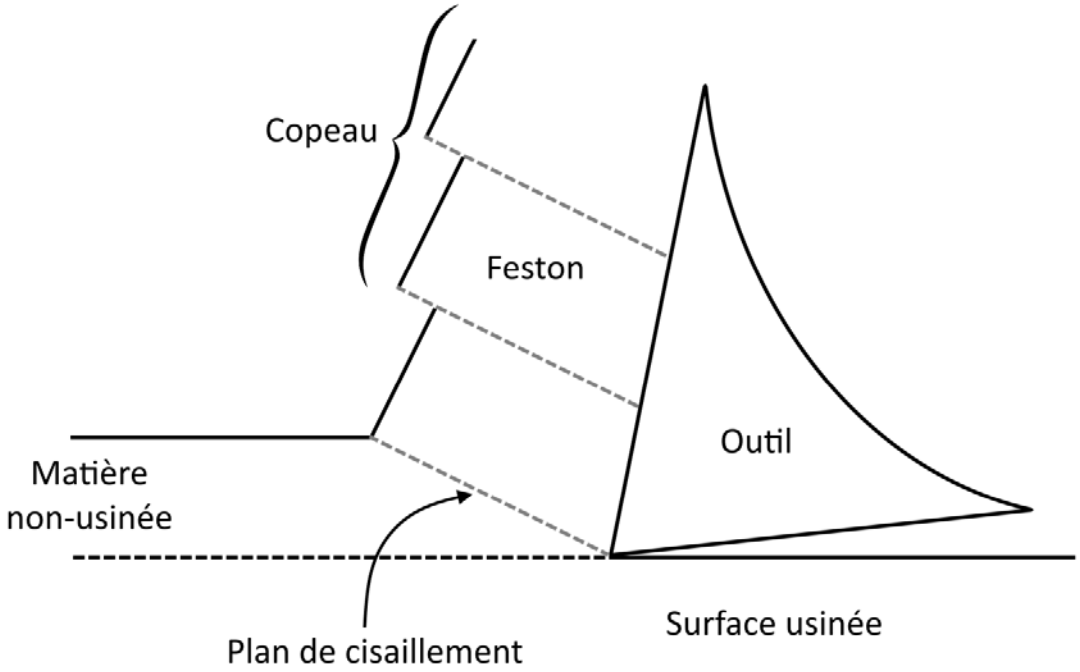



**Figure 109 : Schématisation de la formation du copeau lors de la coupe orthogonale stricte**

## a) Etude à cœur et en sous-surface

Tout d'abord, les analyses SEM présentées en Figure 110 et Figure 111 confirment que la matière à cœur n'a subi aucune modification. La taille de grains, la répartition des îlots de plomb et de béryllides β-BeCo, et la distribution des précipités (vérifiée par DRX - Figure 112) ne sont pas altérées par l'opération d'usinage.

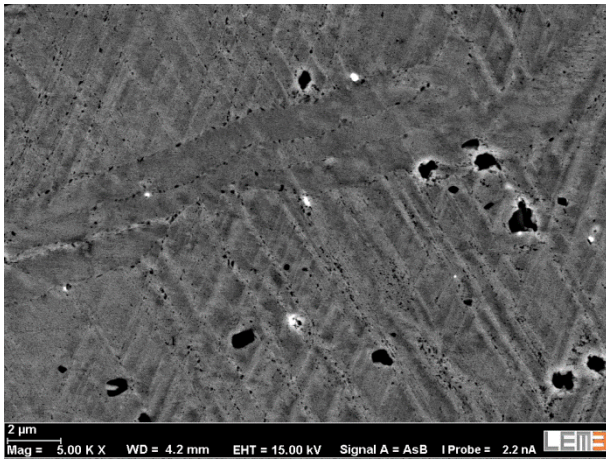



**Figure 110 : Observation SEM x 5000, du matériau à cœur du matériau avant un essai d'usinage - état de livraison**

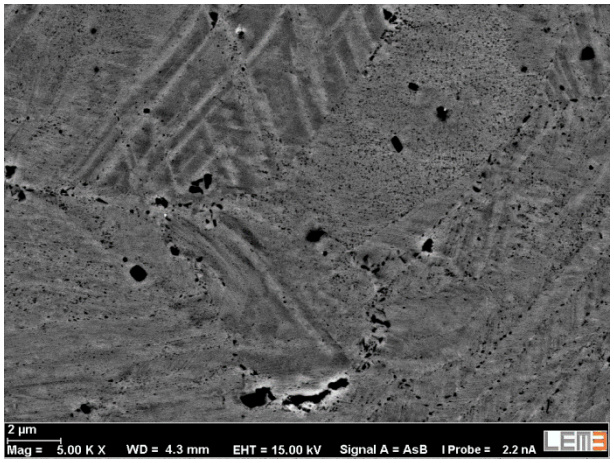



**Figure 111 : Observation SEM x 5000, du matériau à cœur du matériau après un essai d'usinage ($a_p$ = 40µm) - état de livraison**

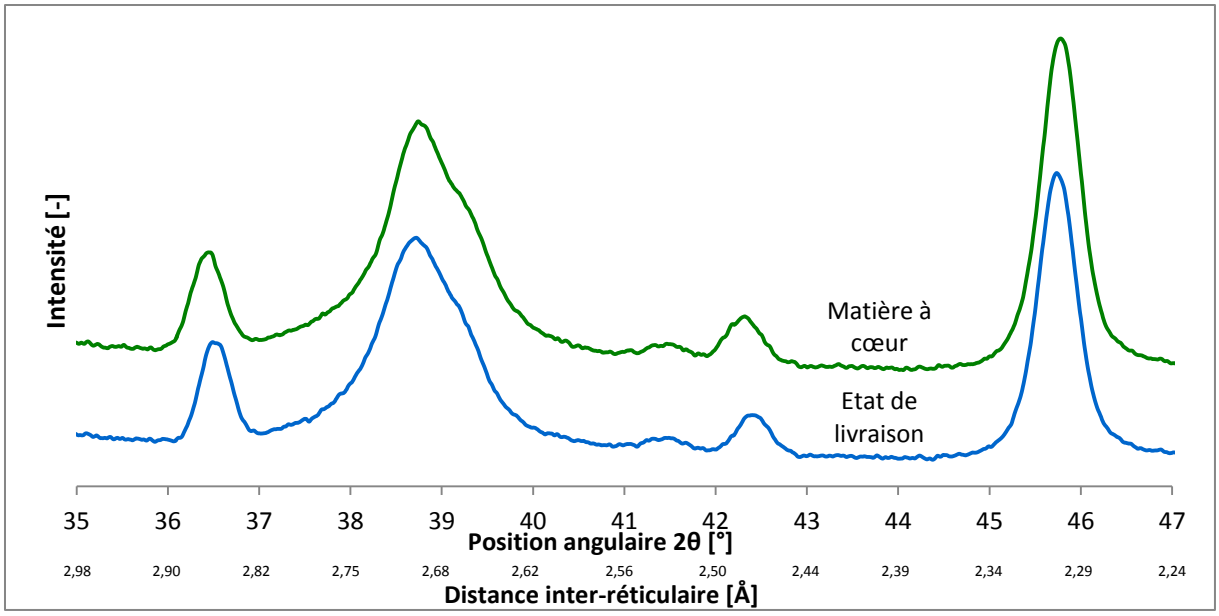



**Figure 112 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt - état de livraison avant et après usinage (ap = 40µm)**

La seconde zone d'intérêt se situe en sous-couche d'usinage. Une observation SEM permet de l'identifier très clairement, comme le montrent la Figure 113 et la Figure 114 :

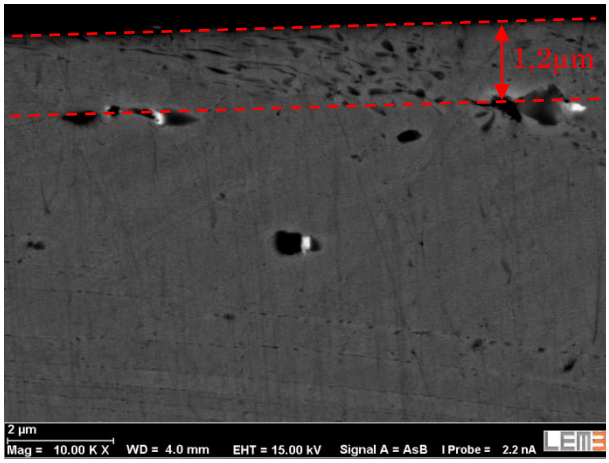



**Figure 113 : Observation SEM x 10000 des précipités inter-granulaires, sous la surface usinée du matériau ($a_p$ = 40µm)**

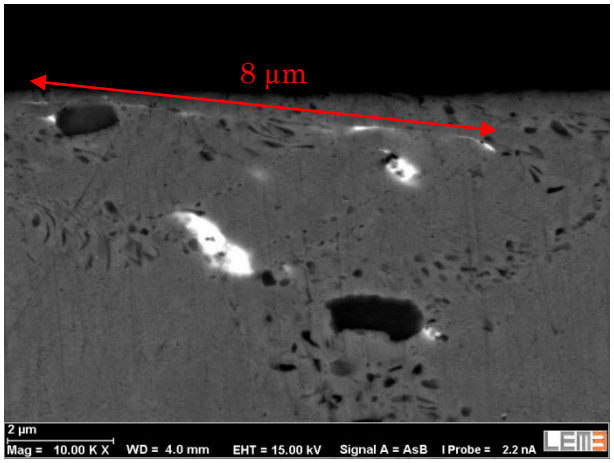



**Figure 114 : Observation SEM x 10000 des particules de plomb et des béryllides, sous la surface usinée du matériau ($a_p$ = 40µm)**

La partie supérieure de ces images montre l'extrême surface de la matière, après le passage de l'outil. Une zone d'interaction, très déformée, est visible; pour une profondeur de passe de 40µm, l'épaisseur de cette zone est évaluée à 1,2 µm. Cette fine zone subit une interaction forte avec l'outil, avec un frottement important et un échange thermique qui peut être intense bien que bref. Sur la Figure 113, il est à noter que les précipités inter-granulaires (γ-CuBe) ont subi une grande déformation (augmentation de 400% de leur longueur). Sur la Figure 114, on observe également que les particules de plomb peuvent s'étaler jusqu'à 8 µm de long (15 fois leur taille initiale moyenne). Enfin, on observe que les îlots β-BeCo, même en extrême surface, ne subissent pas de déformation ou de cisaillement. Cette vision de l'extrême surface est un témoin des propriétés

mécaniques de chacune de ces particules : le plomb pur possède un très fort allongement en raison de sa ductilité importante; les précipités γ-BeCu inter-granulaires possèdent une résistance mécanique plus importante, limitant leur déformation; les îlots β-BeCo sont ceux qui possèdent la plus grande résistance mécanique, leur permettant de résister au cisaillement imposé par le procédé. A cette échelle, on ne peut pas quantifier l'évolution des précipités intra-granulaires, car la résolution du SEM ne permet pas de les différentier. Une caractérisation au TEM pourrait donner accès à ces informations, cependant, au vu de la difficulté d'accès de la zone, et du taux de déformation local (très élevé), la préparation d'un échantillon convenable n'a pas été possible.

## b) Etude microstructurale des copeaux

Les Figure 115 et Figure 116 présentent les microstructures de copeaux provenant d'essais d'usinage avec $a_p$ = 20µm et $a_p$ = 40µm.

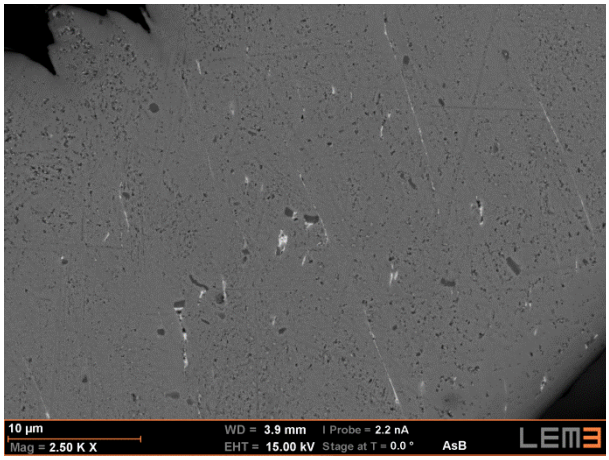



Figure 115 - Observation SEM x 2500 d'un copeau obtenu après une passe de 20µm

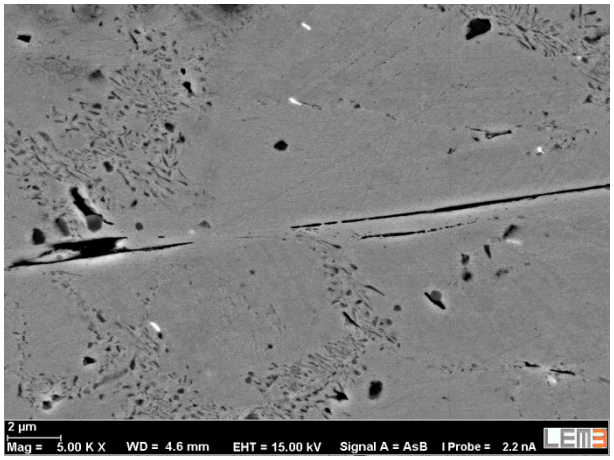



Figure 116 - Observation SEM x 2500 d'un copeau obtenu après une passe de 40µm

D'un point de vue microstructural, on observe que les copeaux formés ne semblent pas comporter de précipités intra-granulaires. De plus, en observation SEM, la quantité de précipités inter-granulaires semble également avoir fortement diminué. Afin de vérifier ces observations, une analyse complémentaire par diffraction a été effectuée. En travaillant sur la face arrière du copeau (après un léger polissage mécanique pour retirer l'extrême couche de surface) des diffractogrammes intégrés ont pu être réalisés dans de bonnes conditions. En prenant en considération la profondeur de pénétration des rayons X, qui est de l'ordre d'une dizaine de micromètres, c'est l'ensemble du copeau qui est analysé. La Figure 117 compare le matériau à l'état de livraison, et un copeau (ap=40µm):

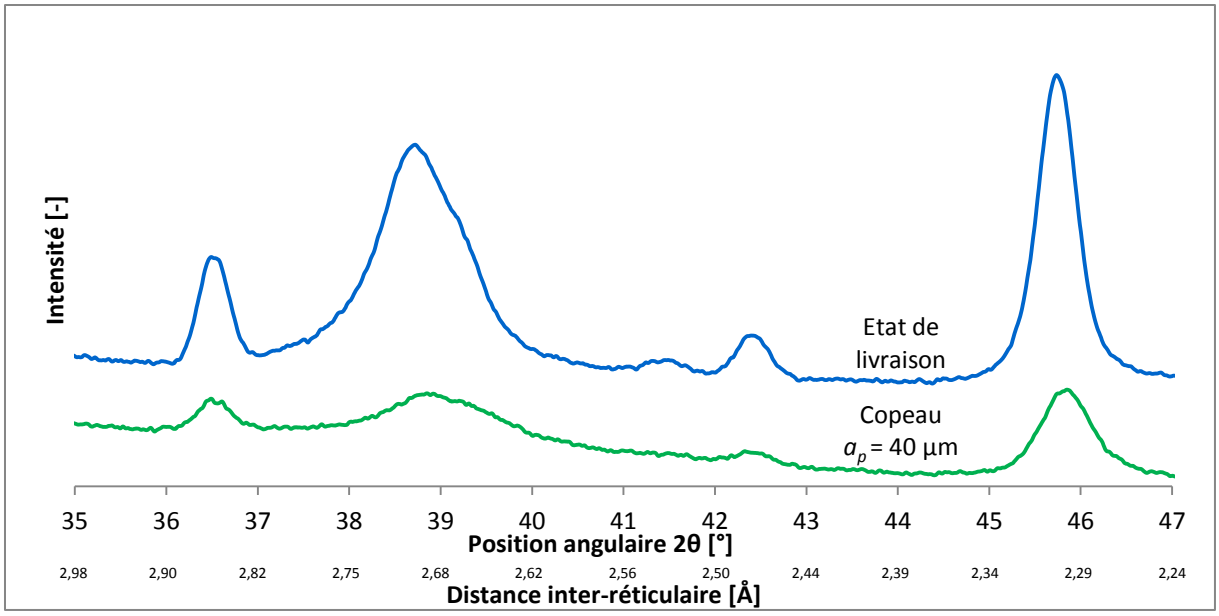



**Figure 117 : Diffractogramme intégré, source de cobalt - état de livraison (au cœur) avant usinage et copeau formé ($a_p$ = 40µm)**

Cette figure montre une baisse importante des quantités de précipités dans le copeau. La quantification de chacune des phases présentes a été réalisée (méthode décrite en chapitre 2), et les résultats de cette analyse sont présentés dans le tableau suivant :

| | Matrice α-BeCu | γ-BeCu | $\gamma_I$-BeCu | $\gamma_M$-BeCu | β-BeCo | Pb |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Etat remis en solution** | 98,2% | - | - | - | 1,4% | 0,4% |
| **Etat de livraison** | 75,9% | 17,1% | 1,6% | 3,6% | 1,4% | 0,4% |
| **Copeau (40 µm)** | 87,3% | 6,4% | 0,6% | 4% | 1,4% | 0,3% |

**Tableau 27 : Quantification des phases par analyse XRD - copeau formé ($a_p$ = 40µm)**

Ces analyses XRD sont bien en accord avec les observations SEM effectuées plus haut, et permettent de quantifier la diminution de la quantité de précipités présents, après l'opération d'usinage. Globalement, la quantité de précipités a connu une diminution de 51% de sa valeur initiale.

Si une dissolution des précipités est possible par diffusion des atomes de béryllium dans la matrice α-CuBe, une montée en température rapide au-delà de 620°C (pallier eutectoïde) ou un maintien long à plus de 490°C (60% de la limite de solubilité) seraient nécessaires. Par ailleurs, l'analyse par diffraction des rayons X n'a pas permis la détection de la phase β-BeCu qui se forme au-delà de 620°C.

# 5) Discussion

Les températures mesurées à l'interface outil/copeau ont montré que le champ de température d'usinage évolue dans des domaines qui peuvent correspondre aux températures de transformation des solvi des différents précipités. La discussion portera donc essentiellement sur les relations entre l'usinage et les microstructures du matériau, ainsi que sur les transformations intervenant principalement dans la zone de coupe. On fait l'hypothèse que ces effets restent limités dans les copeaux puisque leur refroidissement à l'air (après la coupe et en raison de leur faible épaisseur) peut être considéré comme une trempe rapide (à l'air).

Par ailleurs, d'importantes modifications des propriétés mécaniques sont également associées à la température comme le montrent les essais de traction quasi-statiques et les essais dynamiques en cisaillement. Le couplage fort existant entre propriétés mécaniques, températures et microstructures confère à cet alliage un comportement à l'usinage complexe qui reste encore à préciser.

Les analyses par diffraction des rayons X réalisées sur les copeaux sont bien en accord avec les observations faites en microscopie électronique à balayage : la diminution de la quantité de précipité est confirmée dans les deux analyses. On a en effet montré par une analyse quantitative de phase par diffraction des rayons X que la proportion de précipités inter et intra-granulaires a diminué de 51% de sa valeur initiale. On peut rappeler les principales remarques faites précédemment :

- la quantité de $\gamma_M$-BeCu n'a pas évolué
- les précipités $\gamma_I$-BeCu disparaissent presque intégralement
- la phase stable $\gamma$-BeCu diminue de près de 63%

Une caractérisation complémentaire par analyse d'images MEB a permis de quantifier l'évolution de la phase $\gamma$-BeCu et de séparer ses composantes inter-granulaires et intra-granulaires. Par cette méthode, on observe que la majorité des précipités intra-granulaires $\gamma$-BeCu et $\gamma_I$-BeCu a disparu, alors que la quantité de lamelles inter-granulaires $\gamma$-BeCu est restée stable sans modification ni de leur épaisseur ni de leur période. Pour obtenir une telle dissolution des précipités stables par diffusion des atomes de béryllium dans la matrice $\alpha$-CuBe, deux solutions se présentent :

- une montée rapide en température au-delà de 620°C (pallier eutectoïde) et un maintien pour permettre la diffusion des espèces (et donc la dissolution des précipités métastables)
- un maintien long à plus de 470°C (50% de la limite de solubilité)

Au cœur du copeau, ou tout du moins dans la zone de cisaillement secondaire le long de la face de coupe de l'outil mais aussi, très certainement, dans la zone située entre deux bandes de cisaillement successives par un mécanisme de diffusion de la chaleur, la

température calculée est proche de la température moyenne mesurée par le thermocouple intrinsèque quelle que soit la profondeur de passe (de 5µm à 40µm). La température calculée dans la bande de cisaillement générée lors de la coupe peut s'élever jusqu'à 360°C pour une profondeur de passe de 40µm. Cependant, la zone affectée thermiquement est restreinte au voisinage de la bande de cisaillement dont l'épaisseur atteint plus de 10µm (pour une profondeur de passe de 40µm) : cet effet peut encore être considéré comme très localisé bien que la diffusion de la chaleur peut affecter le cœur du copeau.

La cinétique de dissolution des différents précipités durcissant peut être appréciée grâce à la Figure 118. Cette figure présente l'évolution au cours du temps de sur-vieillissement des propriétés mécaniques (dureté) : nous avons en effet démontré que la dissolution complète des précipités nécessite au minimum un traitement de 60s à 800°C.

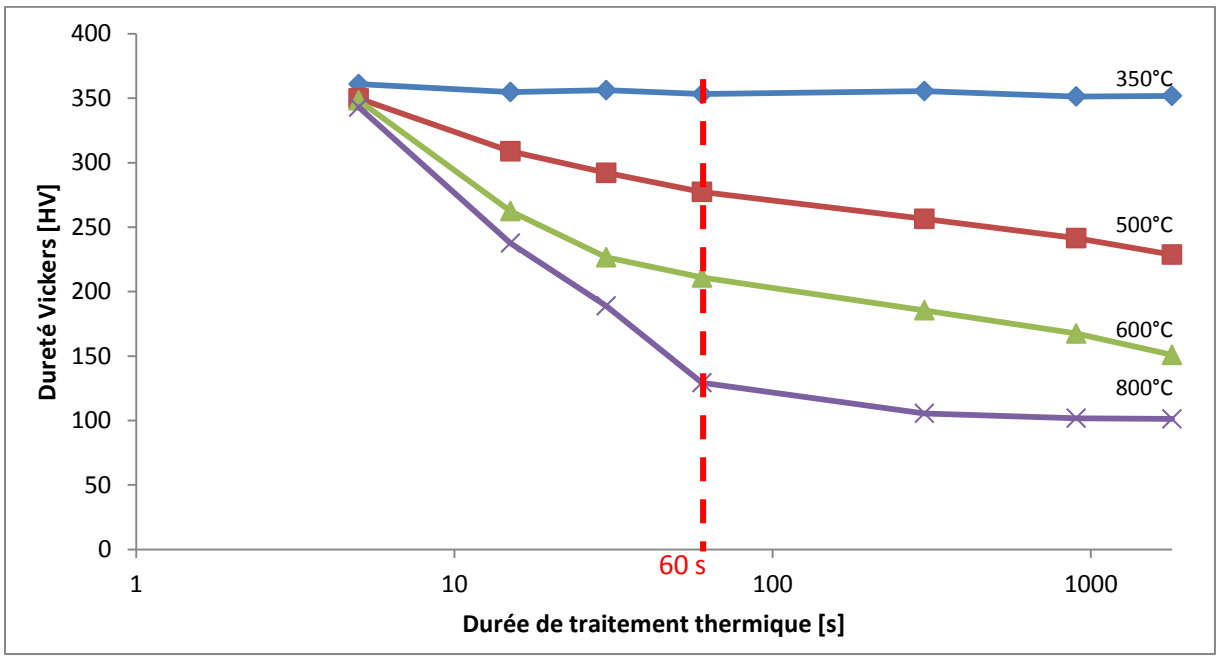



**Figure 118 : Evolution de la dureté du matériau à l'état de livraison après un sur-vieillissement (de 5s à 30min, de 350°C à 800°C)**

En s'appuyant sur les travaux d'Osamura et al.[57], le temps caractéristique nécessaire à la dissolution complète des précipités est donnée par la formule :

$$t^* = \frac{3}{128} \cdot \frac{L^2}{D}$$

où :

- D est le coefficient de diffusion à la température T dans la phase α, exprimé en [$m^2.s^{-1}$]
- L la longueur du chemin de diffusion (random walk) qui correspond à la distance moyenne entre précipités, exprimée en [m]

Dans le cas d'un espacement entre précipités L = 13 nm (correspondant au plus petit espacement observé), nous obtenons à T=350°C et à 500°C, un temps caractéristique respectif de : $t_{350}{}^{*} = 1{,}8\,h$ et $t_{500}{}^{*} = 10\text{s}$. On constate ici l'influence prépondérante de la température sur les durées de dissolution impliquées dans ces mécanismes.

# 6) Conclusion

Au cours de l'étude du C17300 à l'état de livraison, nous avons suivi l'amélioration des propriétés d'usinabilité (baisse du coefficient de frottement $\bar{\mu}$) en fonction de la profondeur de passe $a_p$. Grâce à la caractérisation microstructurale effectuée, il a été possible d'identifier et de quantifier les phases présentes dans cet état et dans l'état remis en solution. Mais cette étude a également mis en évidence l'influence du procédé d'usinage sur l'évolution microstructurale du matériau. En effet, une diminution significative du volume de phases précipitées intervient au cours de la coupe orthogonale. La chute de la quantité de précipités, observée dans les copeaux après usinage, n'a pas pu être expliquée par des mécanismes de dissolution classique, car les temps d'interaction entre l'outil et le copeau, à température élevée, ne sont pas suffisants pour permettre la dissolution des phases métastables.

Afin d'améliorer notre compréhension de la séquence de précipitation des phases métastables, de leur disparition au cours de l'usinage, mais également de leur influence sur le procédé de coupe, il est nécessaire de travailler avec des alliages modèles, mieux maitrisé que cet état de livraison, et possédant les mêmes compositions chimiques (C17300), des duretés équivalentes (350HV), mais avec des microstructures différentes : les EHM (Equivalent Hardness Materials).

# CHAPITRE IV

# CARACTERISATION DES EHM

La composition microstructurale des alliages appartenant à la famille des C17300 peut être très complexe, comme nous l'avons expliqué dans le chapitre1. Le nombre important de phases métastables ainsi que leurs différentes cinétiques de formation/dissolution complexifient l'analyse. L'étude d'un matériau issu d'un process industriel, réalisée dans le Chapitre 3, a mis en évidence ces difficultés, notamment dans la quantification des phases présentes. Afin de simplifier l'analyse, et en s'appuyant sur ces résultats et l'état de l'art, nous avons mis au point de nouveaux alliages modèles, élaborés grâce à des gammes de fabrication originales. Ces matériaux modèles permettent d'étudier l'influence de la microstructure (contrôlée) sur l'usinage en coupe orthogonale. Afin de limiter les paramètres variables, ces matériaux modèles devront avoir la même dureté que l'alliage à l'état de livraison (350HV). Ces matériaux à dureté équivalente, EHM (Equal Hardness Material) sont donc caractérisés, puis usinés sur le banc d'essai expérimental développé (Chapitre 2). Les résultats permettront de mettre en évidence les relations fortes entre microstructure et usinabilité.

## 1) Etudes liminaires

En préambule de la caractérisation microstructurale de ces EHM, deux études liminaires sur la mise au point d'alliages ont été effectuées. La première ne comporte que des traitements thermiques, à différents couples temps/température. La seconde ne s'intéresse qu'à l'effet de l'introduction d'une déformation plastique sur la dureté et la microstructure. Ces deux procédures (durcissement par traitements thermiques et durcissement par déformation mécanique) s'effectuent sur des matériaux ayant subi un traitement thermique de remise en solution (3h à 800°C en bains de sels - Figure 119). Ces gammes de développement d'alliages permettent de sélectionner les conditions optimales de réalisation des EHM modèles.

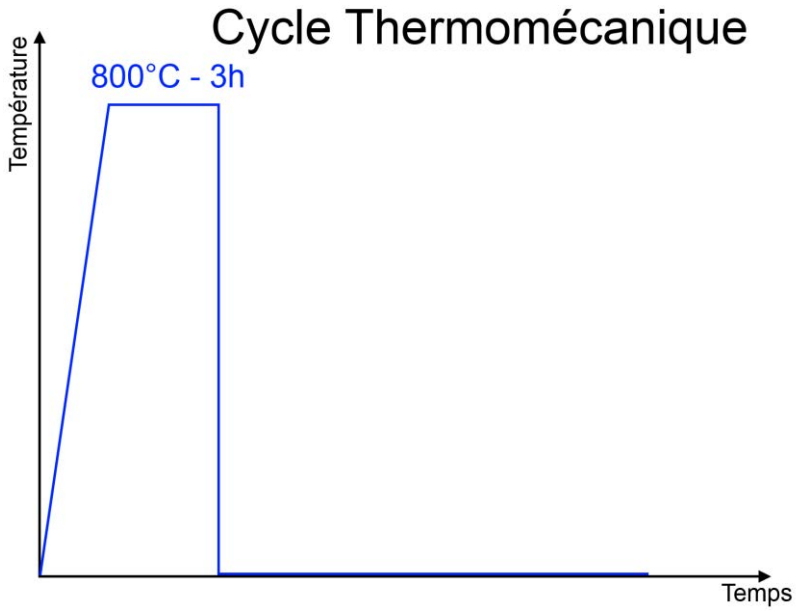



**Figure 119 : Cycle thermomécanique de remise en solution**

## *Evolution de la dureté par Traitement Thermique Isotherme*

Le durcissement par traitement thermique a été largement étudié au cours des 75 dernières années. L'état de l'art est abondant, et de nombreuses études microstructurales (à différentes échelles), de résistivité électrique, de dureté et de comportement mécanique existent. Cependant, la complexité microstructurale de l'alliage C17300, les différences de composition chimiques et les différents traitements thermomécaniques appliqués rendent difficile la comparaison aux travaux issus de la littérature. Afin d'affiner notre compréhension de cet alliage, nous avons réalisé une étude de l'évolution de la dureté, et de la microstructure, pour des traitements thermiques allant de 5 minutes à 3 heures, pour les quatre températures suivantes : 300°C - 350°C - 400°C - 600°C. Nous avons ensuite interprété les résultats obtenus en nous appuyant sur le Chapitre 1. Le cycle thermique retenu peut donc être présenté comme sur la Figure 120 :

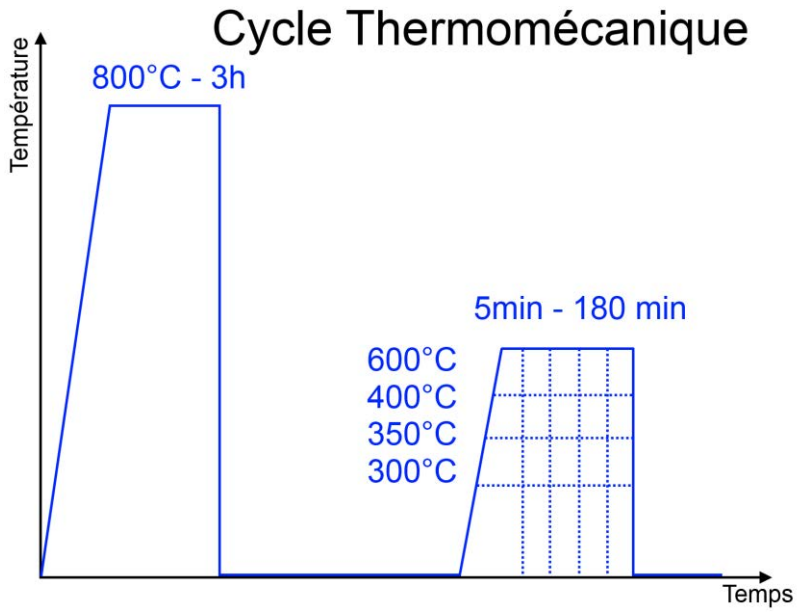



**Figure 120 : Cycle thermomécanique de durcissement par traitements thermiques**

Pour les traitements thermiques de durcissement, la température maximale retenue est de 600°C afin de rester dans le domaine hypoeutectoïde α-Cu + γ-BeCu (Chapitre 1 - Figure 1). Pour chaque couple temps/température, une série de 10 mesures de dureté macroscopique Vickers a été réalisée. Les valeurs moyennes sont présentées dans la Figure 121 :

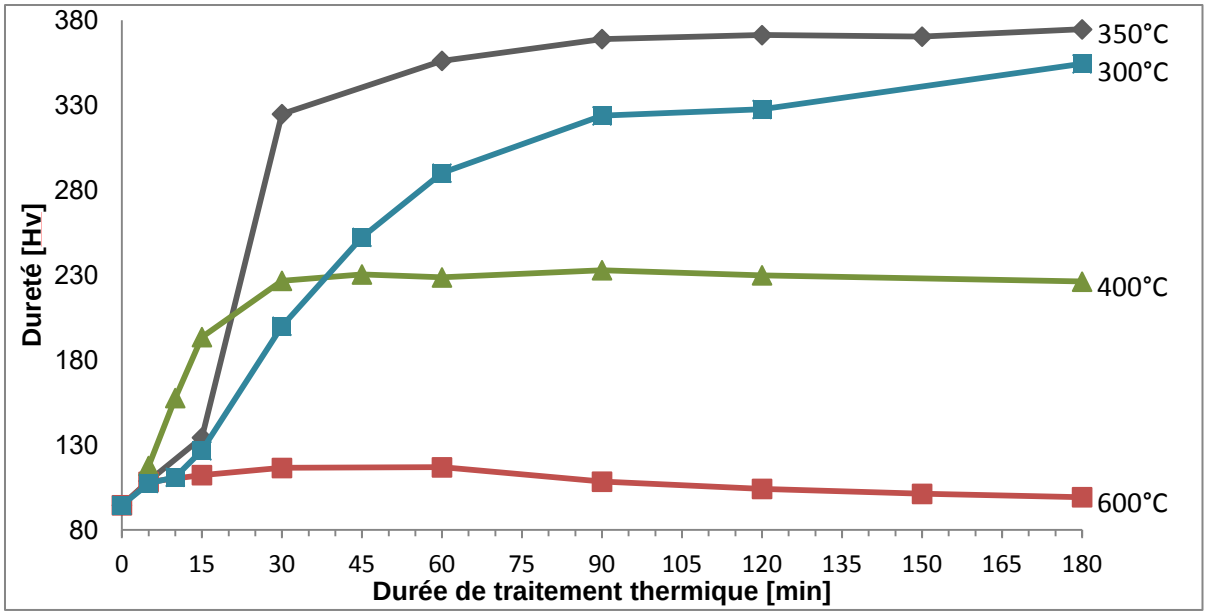



**Figure 121 : Evolution de la dureté en fonction du temps de traitement thermique pour quatre températures : 300°C - 350°C - 400°C - 600°C**

Après un traitement de remise en solution, le matériau ne comporte plus aucun précipité, sa dureté est donc ramenée à 95 HV (point d'origine de toutes les courbes). De manière générale, ces courbes de dureté montrent toutes la même allure : [A] une phase de durcissement, [B] le passage par un maximum, puis [C] une phase d'adoucissement (où la dureté diminue), comme le rappelle le schéma de principe de la Figure 122 :

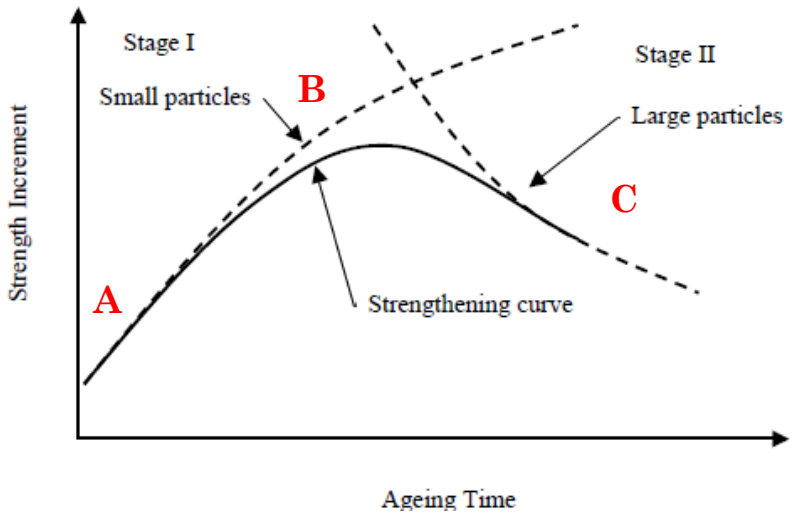



**Figure 122 : Schéma de durcissement par précipitation**

Dans le cas du C17300, la phase d'adoucissement peut être très lente, car l'alliage possède une grande stabilité de sa dureté après le pic de durcissement[52]. La cinétique de durcissement est directement liée à la température de traitement. De 20°C à 350°C, la vitesse de durcissement augmente avec la température de traitement, et la dureté atteint une valeur maximale importante : 355HV à 300°C et 375HV à 350°C en 3h. De 350°C à 600°C, plus la température augmente, plus la vitesse de durcissement augmente mais la dureté atteint une valeur maximale plus faible : 230HV à 400°C en 45min et 115HV à 600°C en 30min.

Ces résultats sont en accord avec ceux de la littérature[52] :

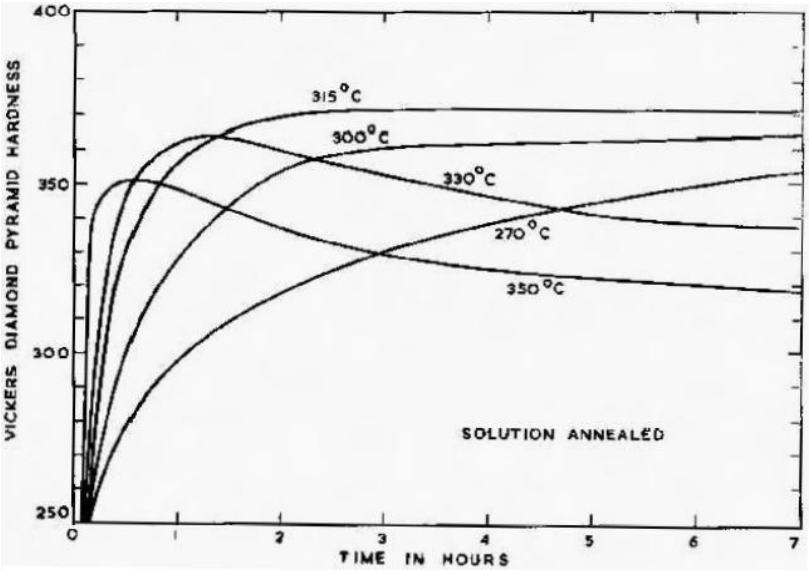



**Figure 123 : Evolution de la dureté du matériau à l'état de remise en solution, en fonction du temps de traitement thermique pour quatre températures[52]**

Afin de suivre l'évolution microstructurale de ces matériaux, des clichés SEM et des diagrammes de diffraction des rayons X (Cu-$K_\alpha$) ont été réalisés pour trois couples temps/température, correspondant à trois temps caractéristiques A, B et C sur la Figure 122. Les Tableau 28 et Tableau 29 regroupent les clichés en électrons rétrodiffusés montrant l'évolution de la formation des précipités inter-granulaires :

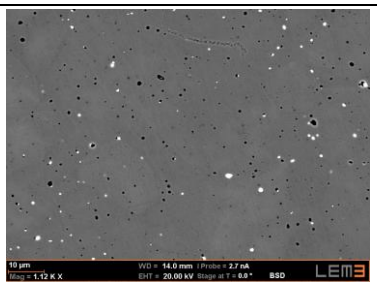
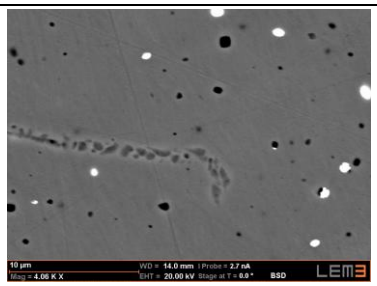
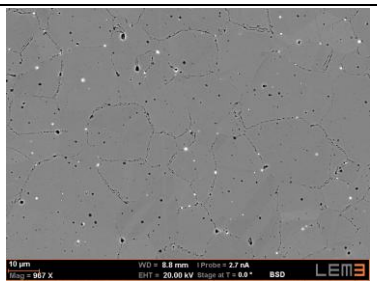
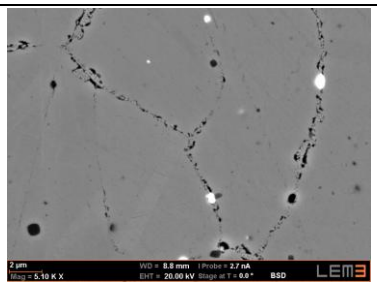
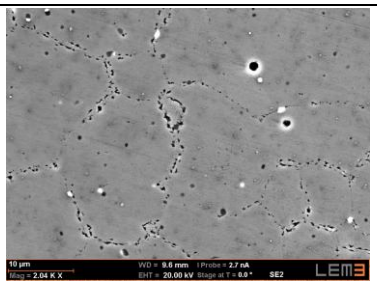
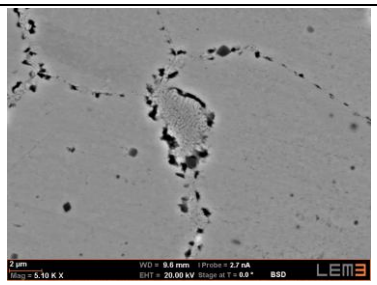
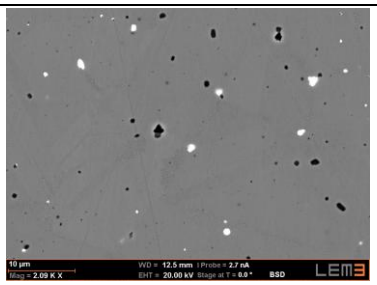
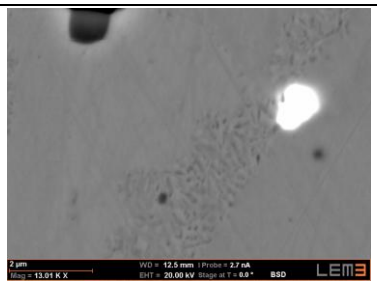
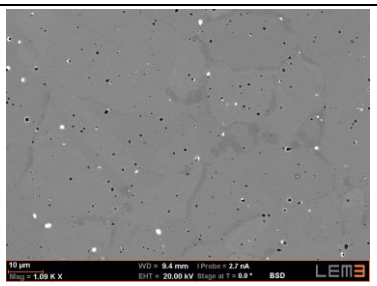
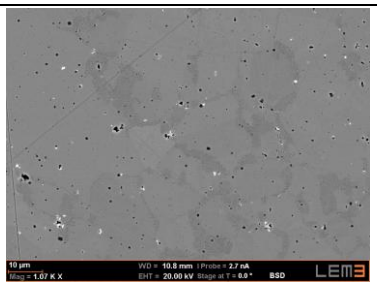
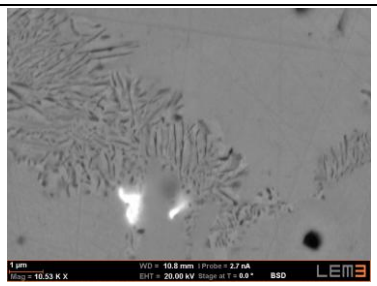
| Température de traitement | Temps de traitement | X500 | X5000 |
|---|---|---|---|
| 300°C | 15 min |  |  |
| | 90 min |  |  |
| | 180 min |  |  |
| 350°C | 15 min |  |  |
| | 30 min |  |  |
| | 180 min |  |  |

**Tableau 28 : Résultats d'imagerie SEM après différents temps de traitments thermiques à 300°C et 350°C**

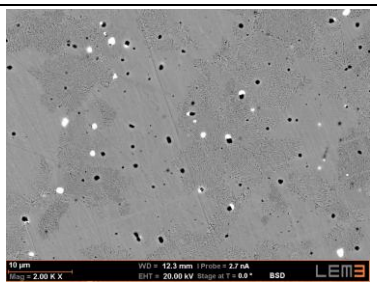
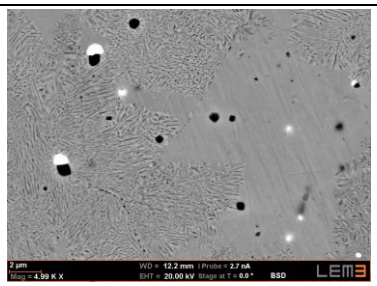
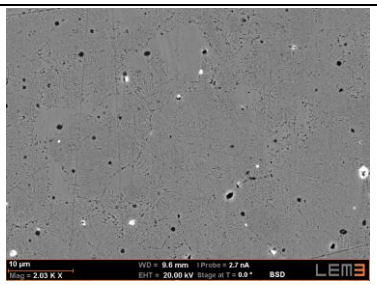
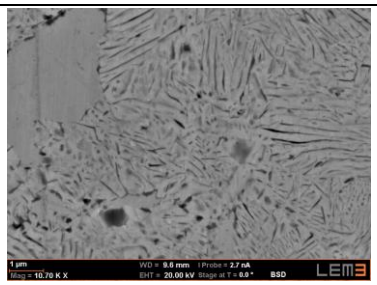
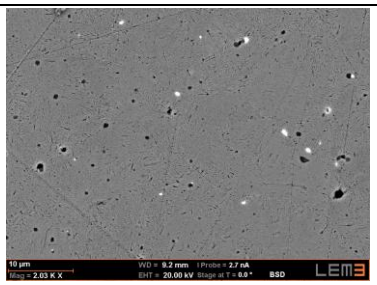
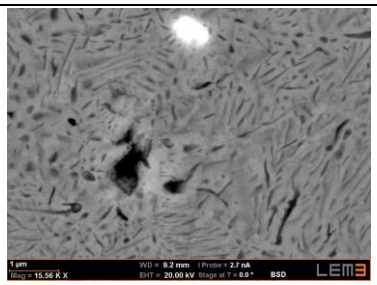
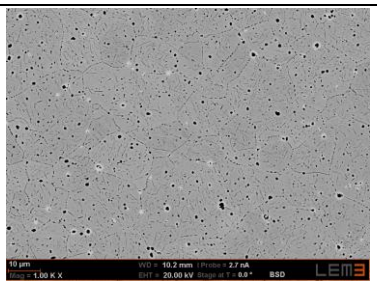
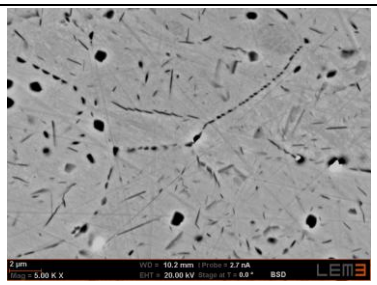
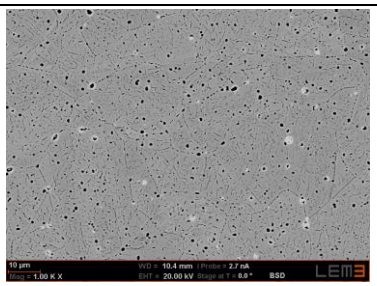
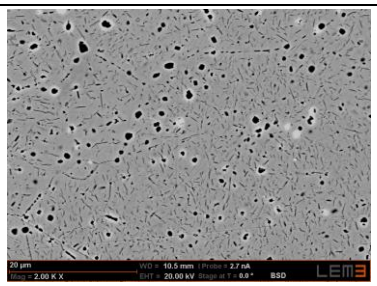
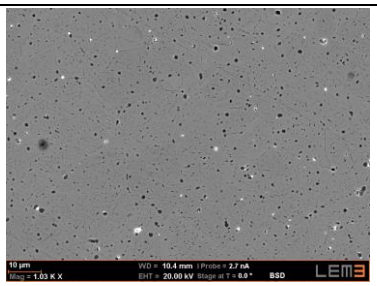
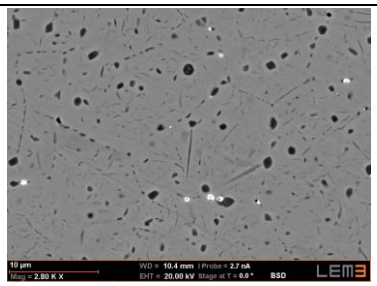
| Température de traitement | Temps de traitement | X500 | X5000 |
|---|---|---|---|
| 400°C | 15 min |  |  |
| | 30 min |  |  |
| | 180 min |  |  |
| 600°C | 15 min |  |  |
| | 30 min |  |  |
| | 180 min |  |  |

**Tableau 29 : Résultats d'imagerie SEM après différents temps de traitements thermiques à 400°C et 600°C**

Pour les températures allant de 300°C à 400°C, la croissance des précipités inter-granulaires suit la même évolution. Les joints de grains sont décorés par la phase γ-BeCu, qui s'organise sous une forme lamellaire. Plus le temps de traitement est long, plus ces lamelles γ-BeCu grandissent et s'allongent. Lors d'un contact entre deux grains, la croissance se concentre le long du joint de grains. En revanche, les points de contact triples, plus énergétiques, permettent la formation de zones macroscopiques de phase γ-BeCu, pénétrant au cœur des grains. Lorsque les joints de grains sont entièrement décorés, un épaississement de ces zones démarre, et se poursuit jusqu'à recouvrir l'ensemble de la matrice (400°C - 30min, puis 180min). A 600°C, après seulement 15min, l'ensemble de la matrice est pénétrée par une autre forme de la phase γ-BeCu, rendant difficile la délimitation des joints de grains. La plupart des lamelles ont été dissoutes, et des précipités équiaxes stables sont apparus. La quantité globale de précipités est plus faible qu'à 400°C, mais il faut prendre en considération qu'à 600°C, la limite de solubilité est fortement réduite.

Grâce aux mesures de diffraction des rayons X, il est possible de suivre l'évolution de la fraction totale de précipités présents, pour chacun de ces états. Il est également possible de suivre l'évolution du paramètre de maille de la matrice α-Cu, et donc de connaitre la quantité de béryllium en solution solide dans la matrice et celle précipitée. Les graphiques présentés de la Figure 124 à la Figure 127 mettent en évidence ces évolutions :

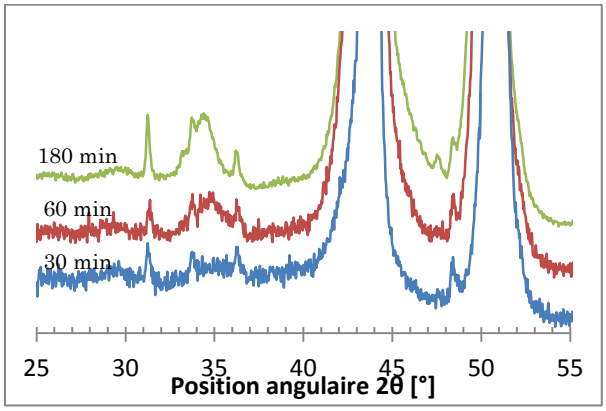



Figure 124 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 300°C

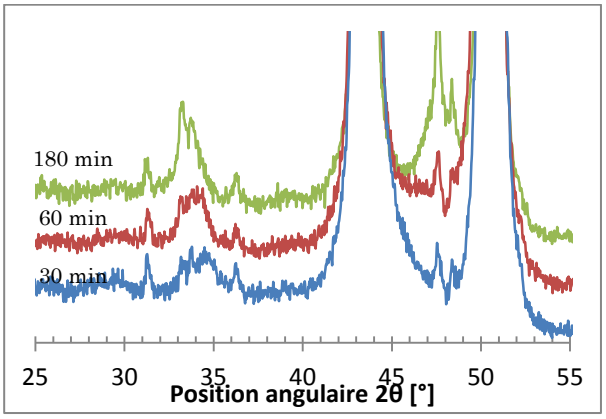



Figure 125 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 350°C

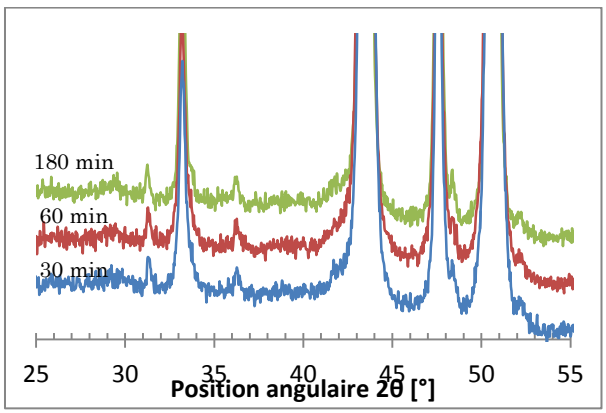



Figure 126 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 400°C

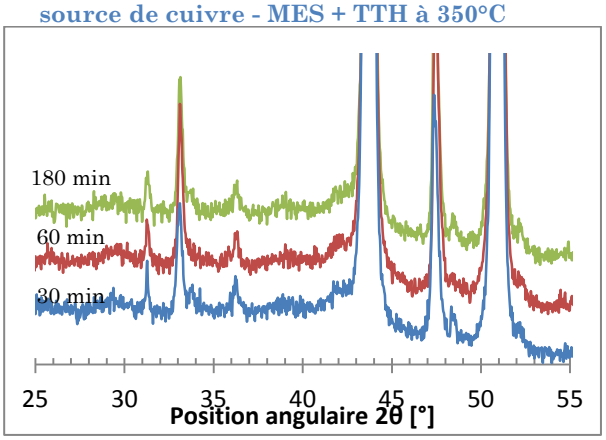



Figure 127 : Diffractogramme intégré, source de cuivre - MES + TTH à 600°C

L'analyse de ces diffractogrammes confirme l'étude par microscopie électronique à balayage. L'augmentation de la quantité des phases précipitées s'intensifie avec l'élévation de la température et du temps de traitement. Le Tableau 30 livre l'évolution du paramètre de maille de la matrice, ainsi que la quantité de phases précipitées :

| Température de traitement thermique [°C] | 300°C | | | 350°C | | | 400°C | | | 600°C | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Temps de traitement [min] | 30 | 60 | 180 | 30 | 60 | 180 | 30 | 60 | 180 | 30 | 60 | 180 |
| Paramètre de maille de la matrice [nm] | 0,3582 | 0,3588 | 0,3599 | 0,3597 | 0,3610 | 0,3612 | 0,3609 | 0,3610 | 0,3612 | 0,3593 | 0,3593 | 0,3593 |
| Quantité de phases précipitées [%Volume] | 1,3 | 3,0 | 6,6 | 6,0 | 10,0 | 10,8 | 9,8 | 10,0 | 10,6 | 4,6 | 4,6 | 4,6 |

**Tableau 30 : Evolution du paramètre de maille de la matrice et de la quantité de phases précipitées pour chaque couple temps/température**

En vue de déterminer les paramètres importants pour la suite de l'étude, et notamment pour la réalisation des EHM, aucune température de traitement thermique (de durcissement) ne devra excéder 350°C. En effet, en dépassant cette limite, la nature des précipités formés, leur topologie (taille et espacement) ainsi que leur quantité ne permettent pas d'atteindre la dureté cible (350HV). Seuls des traitements à basse température permettent d'atteindre ces niveaux de dureté. Les cinétiques de durcissement évoluant conjointement avec la température de traitement, cette valeur haute de 350°C est un excellent candidat pour la mise au point des EHM. C'est pourquoi, dans le reste de l'étude, la température de traitement sera fixée à 350°C. De plus, le matériau à l'état de livraison a lui été traité à 360°C, qui est un niveau de température comparable.

## *Evolution de la dureté par Laminage*

L'augmentation de la dureté des alliages à durcissement par précipitation, comme le C17300, peut évidemment se faire grâce à une suite de traitements thermiques. Mais il est également possible d'augmenter la dureté de ces alliages par simple déformation mécanique, sans traitement thermique. Cette seconde partie s'intéresse donc à l'évolution de la dureté et de la microstructure grâce à une mise en forme par laminage. Des éprouvettes de l'alliage à l'état remis en solution ont ainsi été usinées, afin d'obtenir des échantillons à base carrée. Ces échantillons ont ensuite subi un laminage symétrique en vue d'augmenter leur taux d'écrouissage, correspondant au cycle thermomécanique suivant, Figure 128 :

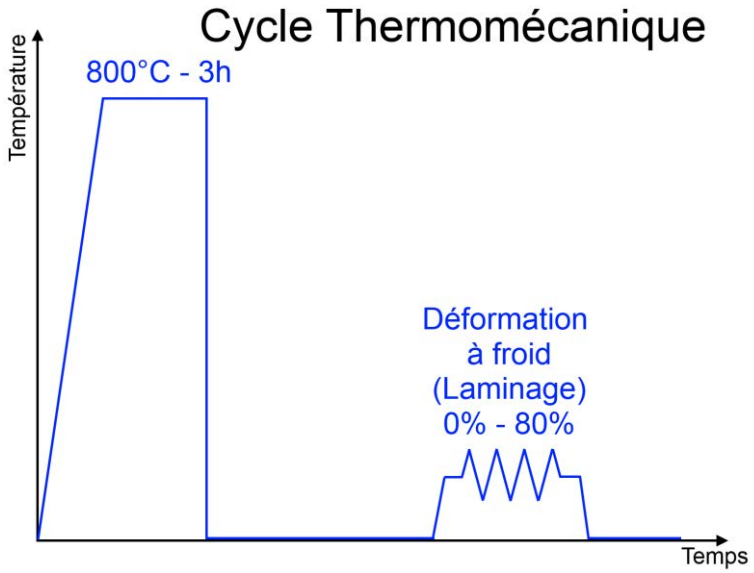



**Figure 128 : Cycle thermomécanique de durcissement par déformation mécanique**

Six taux de déformation ont été fixés en réduisant la section des échantillons par laminage symétrique. Sur chacun de ces six échantillons, une série de 10 mesures de dureté (charge = 20kg) a été effectuée; les résultats sont présentés sur le Tableau 31 :

| Taux de déformation [%] | 0% | 5% | 10% | 20% | 40% | 80% |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Déformation Vraie [-] | 0 | 0,057 | 0,107 | 0,230 | 0,520 | 1,624 |
| Hauteur [mm] | 7,00 | 6,61 | 6,29 | 5,56 | 4,16 | 1,38 |
| Dureté [HV] | 95±3 | 125±2 | 176±1 | 190±3 | 226±2 | 297±2 |

**Tableau 31 : Evolution de la section et de la dureté des matériaux à différents taux de déformations initiaux**

Le Tableau 32 met en évidence l'évolution de la microstructure de ces matériaux :

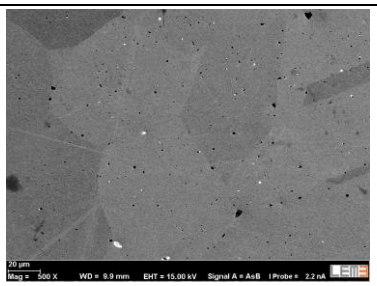
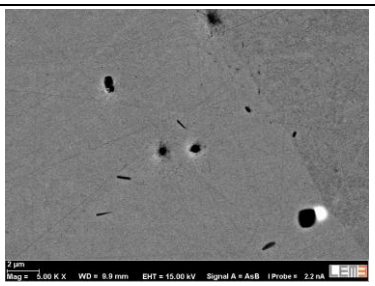
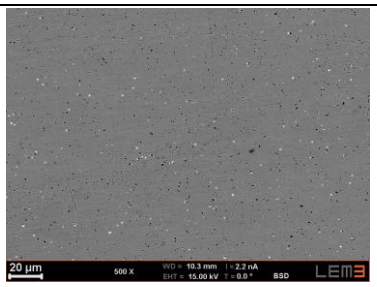
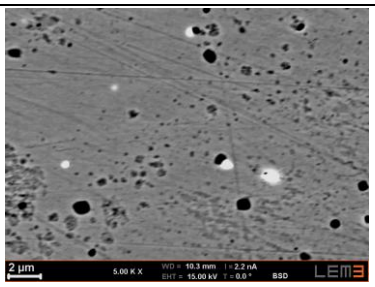
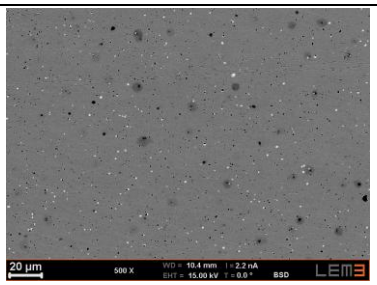
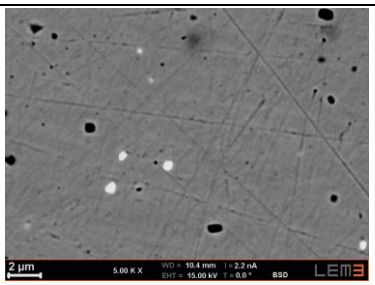
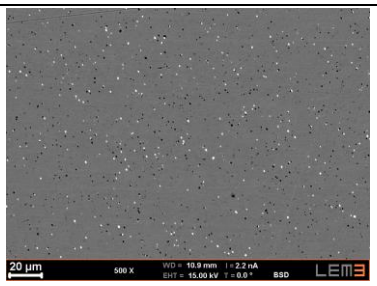
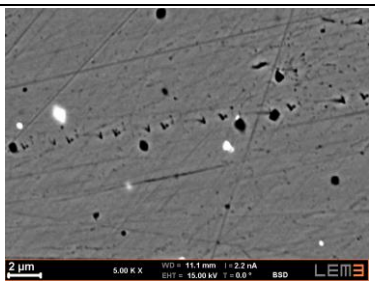
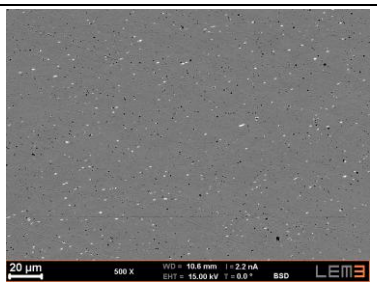
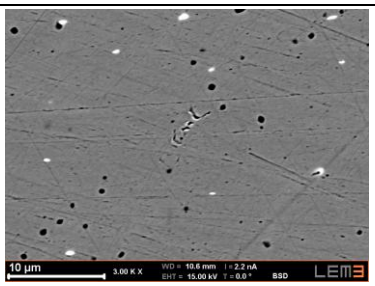
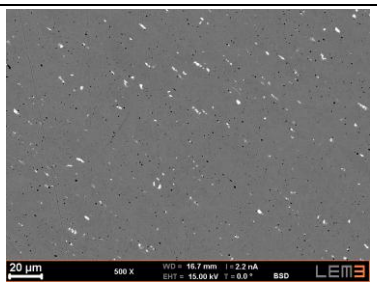
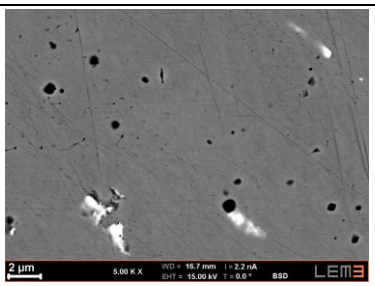
| Taux de déformation initial [%] | Dureté [HV] | X500 | X5000 |
|---|---|---|---|
| 0% | 95 |  |  |
| 5% | 125 |  |  |
| 10% | 176 |  |  |
| 20% | 190 |  |  |
| 40% | 226 |  |  |
| 80% | 297 |  |  |

**Tableau 32 : Résultats d'imagerie SEM pour les différents taux de déformations initiaux**

L'analyse SEM de ces échantillons ne révèle la présence d'aucun précipité, ni inter ni intra-granulaires, et ce, malgré les taux de déformation imposés au matériau, contrairement aux observations de Rioja et al.[14]. Plus le taux de déformation augmente, plus les grains se déforment et s'étalent dans le sens de laminage. On peut voir cet effet particulièrement sur les îlots de plomb pur, qui dans le cas des forts taux de déformation, subissent un étalement important; à 0% leur forme est équiaxe et leurs diamètres atteignent 0,5µm alors qu'à 80%, leur forme est allongée et leurs grands axes atteignent 4µm. Malgré des taux de déformation conséquents, la taille moyenne des grains de la matrice évolue très peu. Nous soulignons ici que, même pour des échantillons non-déformé, l'insertion d'îlots de β-BeCo limite la taille de grains. Ainsi, globalement, même avec de la déformation, la taille de grains reste stable.

Afin de déterminer l'apparition de phases plus fines, métastables et intra-granulaire, ou dans un état liminaire, des analyses par diffraction des rayons X ont également été menées. Les Figure 129 et Figure 130 mettent en évidence l'absence de précipités, mais également les élargissements des pics de la matrice dus à l'augmentation de l'écrouissage :

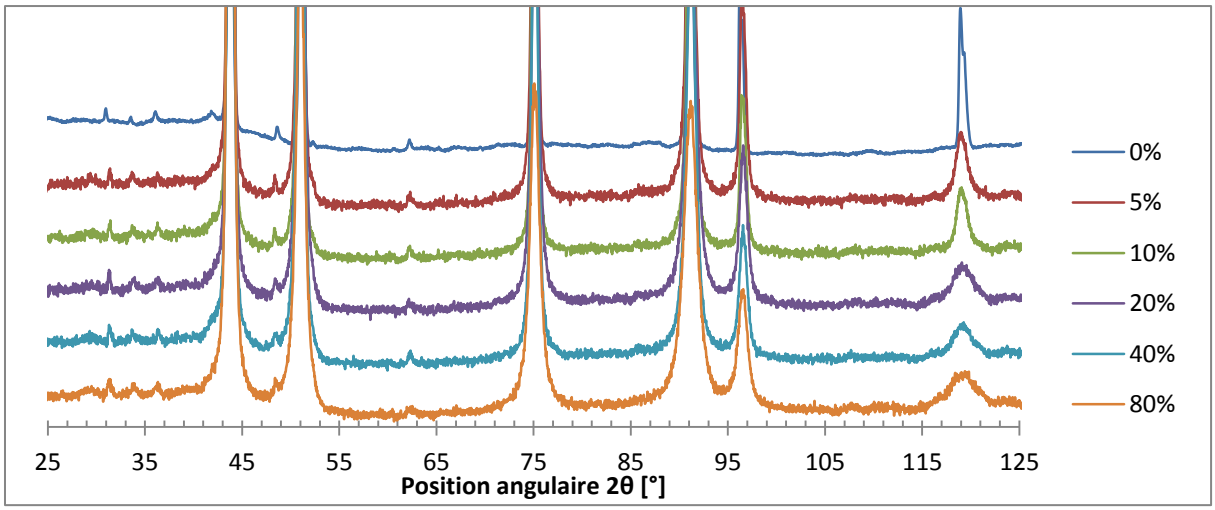



**Figure 129 : Diffractogramme intégré (rayonnement Cu-Kα) des matériaux à différents taux de déformation initiaux**

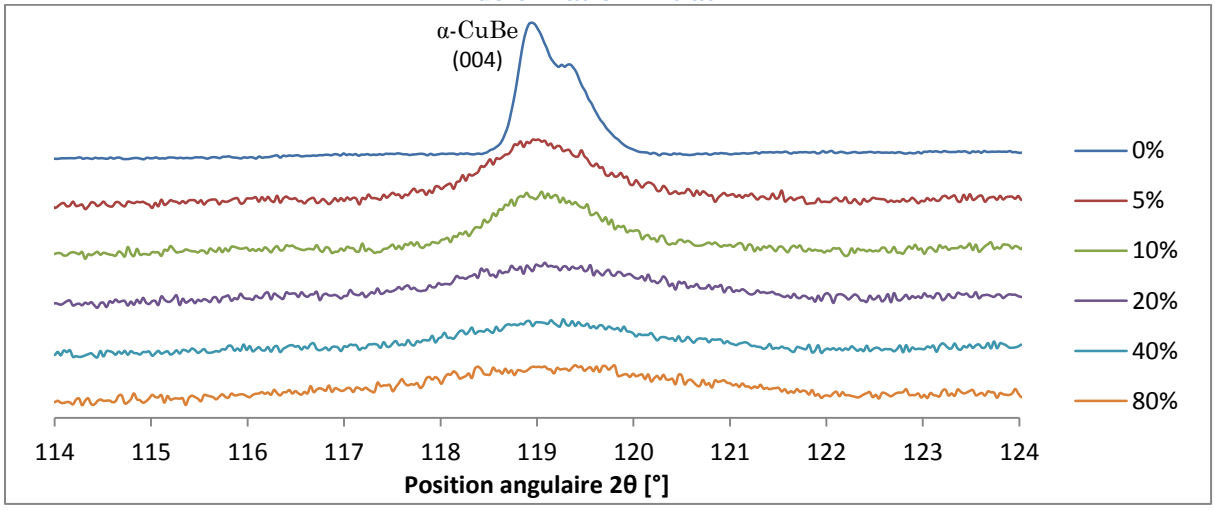



**Figure 130 : Diffractogramme intégré (rayonnement Cu-Kα) des matériaux à différents taux de déformation initiaux**

Les valeurs des positions et des élargissements des pics de diffraction sont répertoriées dans le Tableau 33 :

| Taux de déformation inital [%] | 0% | 5% | 10% | 20% | 40% | 80% |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Largeur à mi-hauteur [°] | 0,76 | 1,28 | 1,31 | 2,22 | 2,38 | 3,22 |
| Position angulaire [°] | 118,9 | 118,9 | 118,9 | 119,0 | 119,0 | 119,0 |

**Tableau 33 : Evolution des largeurs de pics de diffraction et de leur position, en fonction du taux de déformation initial**

Le gain de dureté obtenu lors de la mise en forme par laminage n'active pas les mécanismes de précipitation. Cette augmentation n'est donc due qu'au phénomène d'écrouissage et donc à la densité de dislocation et à la fragmentation des grains imposées par le procédé. Concernant la microstructure, la variation du taux de déformation initial ne présente donc aucun problème pour la création des matériaux EHM. En revanche, pour des raisons de praticité expérimentale, le taux de déformation à 80% ne sera pas utilisé, car la section de l'échantillon est trop faible pour garantir de bonnes conditions d'usinage. Ce cas, extrême, verra uniquement sa microstructure caractérisée. Pour les essai d'usinage, les matériaux EHM pourront donc s'appuyer sur des taux de déformation initiaux, générés par laminage, allant de 0% à 40%.

## 2) Les EHM (Equivalent Hardness Material)

Grâce à cette étude préliminaire, et en nous appuyant sur l'état de l'art (Chapitre1 et Chapitre 2), des matériaux dédiés à l'étude de l'influence de la microstructure sur l'usinage ont pu être élaborés. Ces types d'études sont souvent confrontés à une problématique mécanique forte : en effet, la dureté de ces matériaux dépend essentiellement de la microstructure, elle même liée au chemin thermomécanique suivi pour leur élaboration. Afin de s'affranchir de ces effets, nous avons mis au point une procédure de fabrication de cinq variantes d'alliages différentes, possédant la même chimie (issus de la même coulée) et présentant des duretés équivalentes (350HV) : les EHM (Equal Hardness Material). Seul le chemin thermomécanique de leurs mises au point est différent, conduisant ainsi à des microstructures différentes.

### *Méthodologie : traitements thermomécaniques*

Comme la matière première de cette étude est l'alliage dit à "l'état de livraison", la première étape consiste en un traitement de remise en solution solide (3h à 800°C). Après homogénéisation, les cinq barreaux sont usinés afin d'obtenir une géométrie identique à section carrée (7x7mm). Une étape de déformation à froid par laminage

symétrique intervient alors, et six taux de déformation initiaux sont obtenus (0%, 5%, 10%, 20%, 40% et 80%). Ces matériaux laminés à froid sont ensuite soumis à une série de traitements thermiques à la température unique de 350°C, avec des durées de traitement variables (de 20 secondes à 60 minutes). Comme nous ne disposons pas des courbes de durcissement d'un alliage C17300 après déformation mécanique, il est nécessaire de réaliser une étude du durcissement de ces six alliages. Le cycle thermomécanique est représenté en Figure 131 :

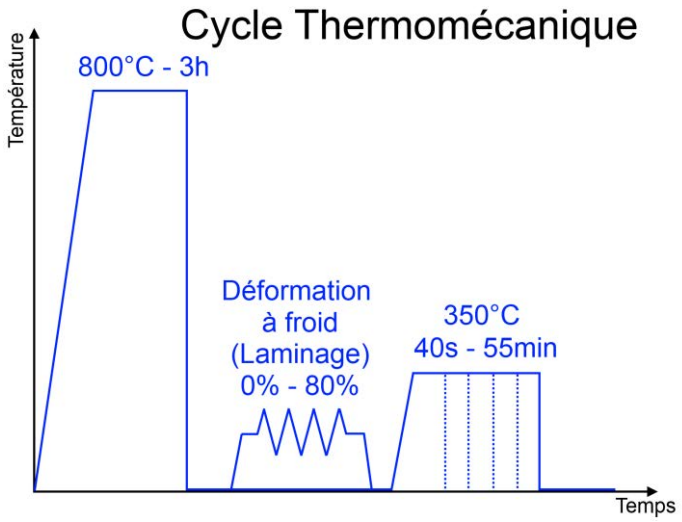



**Figure 131 : Cycle thermomécanique de durcissement par déformation mécanique, suivi d'un traitement thermique**

## *Suivi du durcissement des EHM*

Les courbes de durcissement de ces six alliages, possédant des taux de déformation différents, sont présentées en Figure 132 :

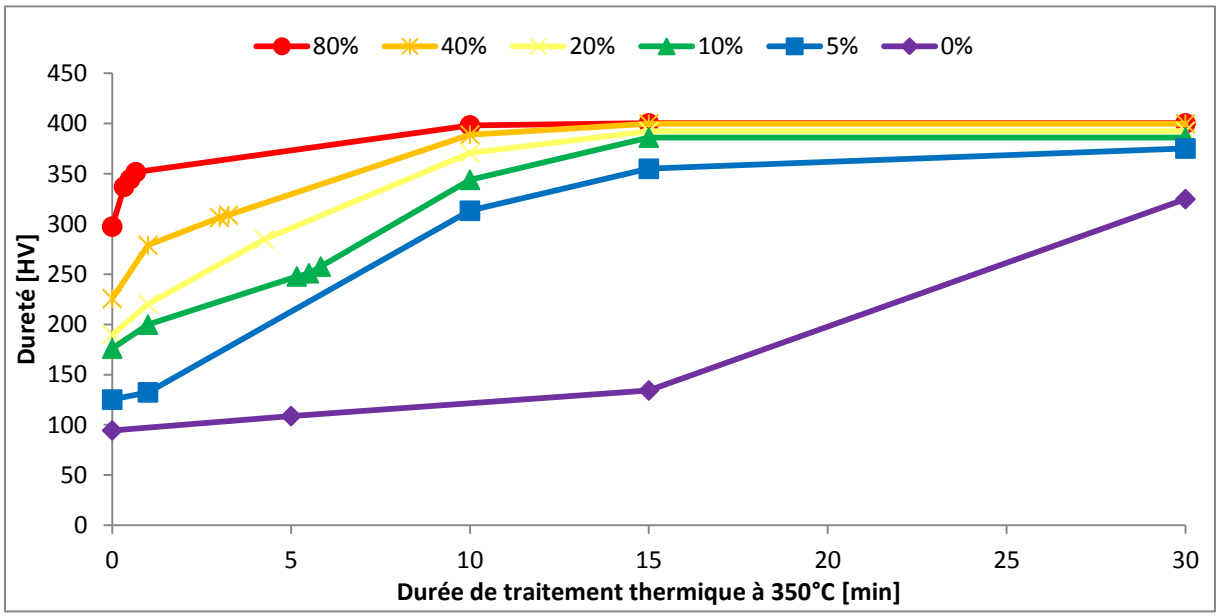



**Figure 132 : Evolution de la dureté en fonction du temps de traitement thermique à 350°C, pour six taux de déformation initiaux (de 0% à 80%)**

Sans traitement thermique, la dureté initiale de ces alliages est dépendante du taux de déformation imposé au matériau : plus le taux de déformation est important, plus la dureté initiale est importante (le durcissement s'obtient donc par écrouissage). De manière générale, on observe que plus le taux de réduction est important, plus la cinétique de durcissement est rapide, bien que la valeur du maximum atteint reste identique. Les échantillons faiblement déformés ont une courbe de durcissement en forme de sigmoïde avec un temps d'activation long (pour le 0%, un gain de 40 HV en 15min). A l'inverse, les courbes des échantillons fortement déformés présentent une évolution importante, avec une augmentation de la dureté très forte au départ (pour le 80%, un gain de 65HV en 1min), puis une augmentation plus faible, se stabilisant au maximum de dureté (400 HV). Après avoir passé le pic de dureté maximal, une baisse de la dureté intervient, avec des cinétiques extrêmement lentes.

Il apparait donc que le maximum de dureté est piloté uniquement par la température de traitement thermique, et non pas par le taux d'écrouissage initial.

Les différences de cinétique de durcissement peuvent être expliquées par le taux de déformation initial. En effet, la déformation mécanique imposée augmente l'écrouissage du matériau, et donc sa densité de dislocation. En plus d'augmenter la dureté initiale (par écrouissage), l'énergie stockée au sein du matériau permet une germination et une croissance des phases précipitées plus rapides.

Une quantification par analyse des profils de diffraction des rayons X, à différents temps de traitement thermiques (à 350°C), permet de suivre l'évolution des volumes de phases précipitées, dans chacun de ces alliages.

Un matériau de référence a donc été créé, issu d'un traitement thermique de 400h à 350°C sans déformation préalable. Grâce à ce traitement long, cet étalon comporte un taux très important de phase stable γ-BeCu : le taux de béryllium en solution solide dans la matrice est descendu à 1,19%At., valeur de la limite de solubilité à 350°C (diagramme de phase - Chapitre 1). Le volume de phases précipitées de cet étalon est donc maximal. La somme de l'ensemble de ces précipités est notre référence (fixée à 100%). Toutes les mesures qui vont suivre feront référence à cette valeur.

La Figure 133 regroupe les résultats de quantification pour différents temps de traitement :

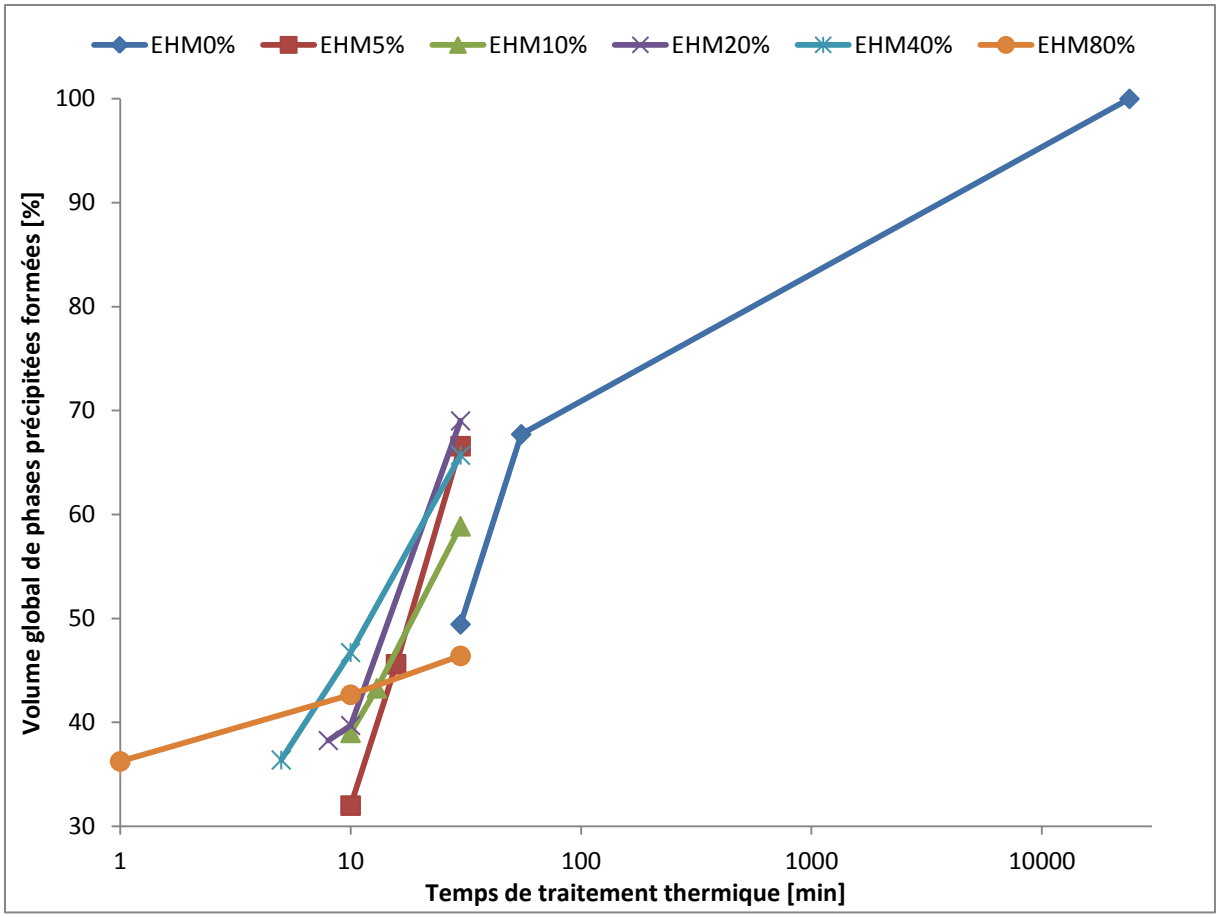



**Figure 133 : Quantification des phases précipitées, en fonction du temps de traitement thermique à 350°C, pour différents taux de réduction**

Sur cette figure, il apparait que :

- pour des durées courtes (t < 10min), l'augmentation du taux de déformation initial permet d'obtenir les plus grandes fractions volumiques de phases précipitées.
- pour des durées intermédiaires (10min < t < 30min), les taux de déformation intermédiaires (20% et 40%) sont ceux qui favorisent la formation de phases précipitées.
- pour des durées importantes (30min < t), les taux de déformation faibles permettent l'obtention des quantités maximales de précipités.

Ces observations confirment que la cinétique de précipitation est directement dépendante du taux de déformation initial. Plus le taux de réduction est fort, plus la cinétique sera importante dans les premiers instants. Mais pour obtenir d'avantage de précipités (pour atteindre un maximal), il est nécessaire de réduire le taux de déformation.

L'évolution des fractions volumiques, phases par phases, donnent les résultats suivants :

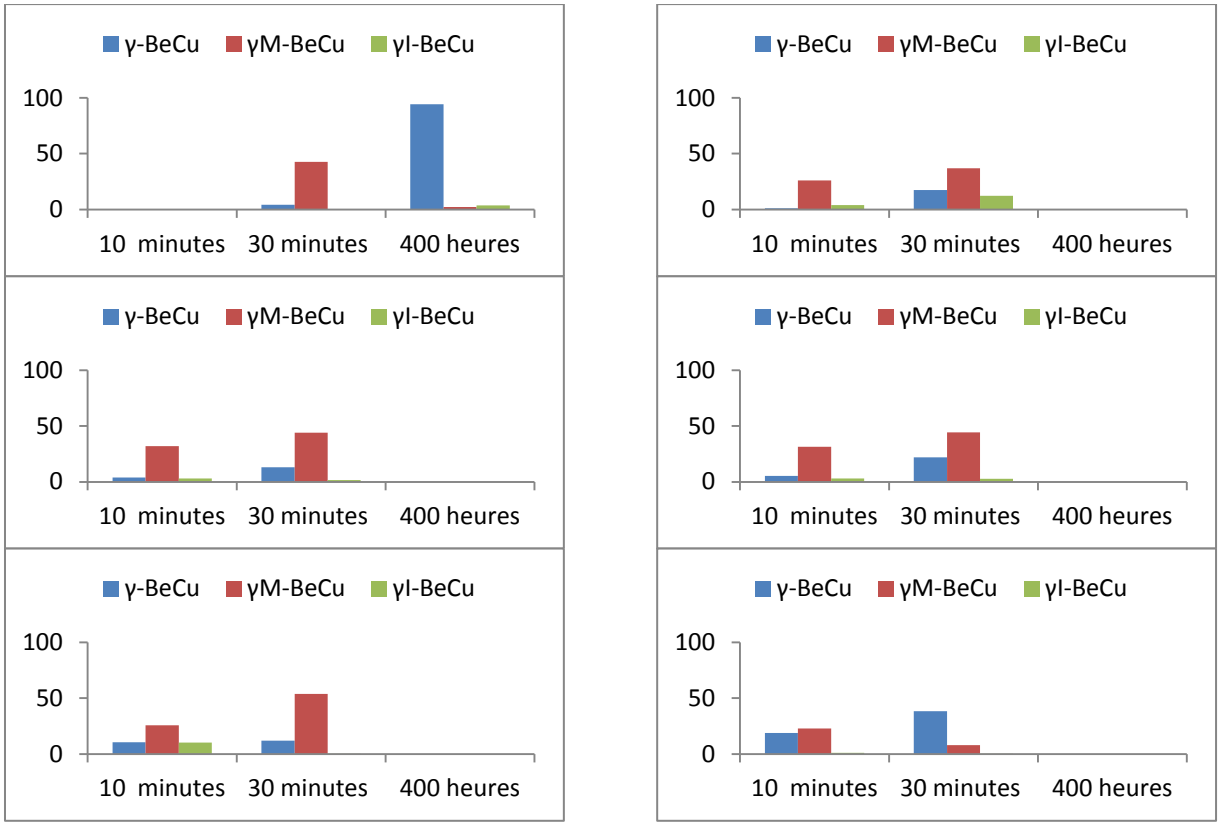



**Figure 134 : Evolution des fractions volumiques des phases précipitées γ-BeCu, $\gamma_M$-BeCu et $\gamma_I$-BeCu - a) EHM0% - b) EHM5% - c) EHM10% - d) EHM20% - e) EHM40% - f) EHM80%**

Grâce à ces courbes de durcissement, il est désormais possible d'obtenir des matériaux ayant des duretés équivalentes (350HV), provenant d'un même matériau initial (chimie équivalente), durcis à une unique température de traitement thermique (350°C), et possédant des microstructures proches à l'échelle macroscopique, mais ayant de fortes différences à l'échelle nanoscopique.

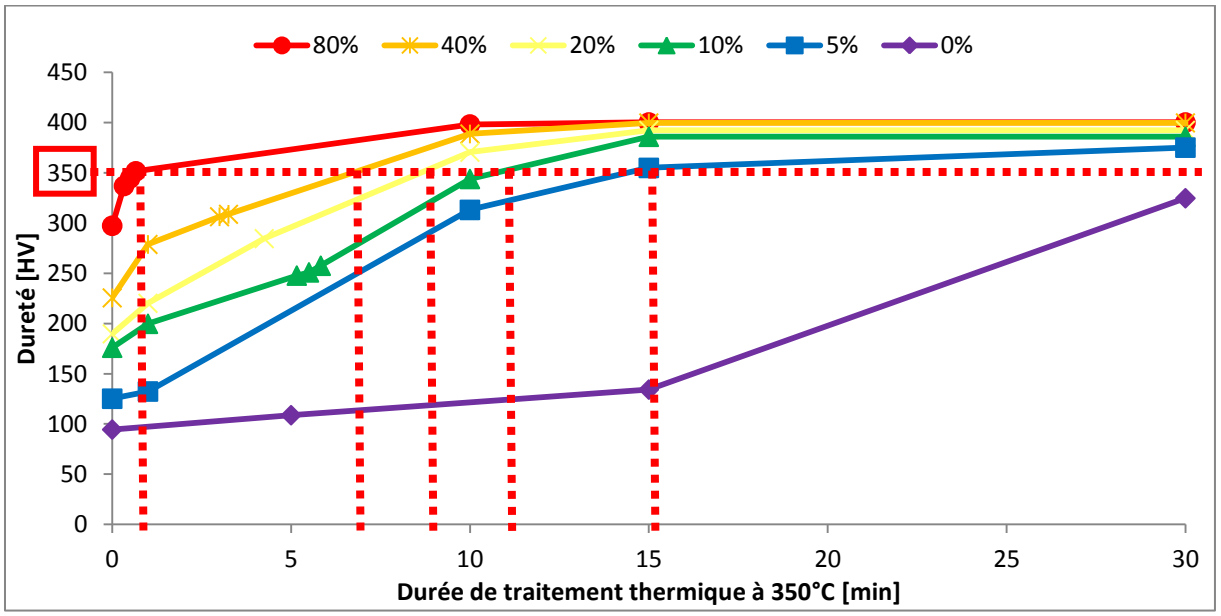



**Figure 135 : Détermination des durées de traitement à 350°C nécessaires pour la réalisation des EHM (350HV).**

Cette méthode de comparaison des matériaux à dureté/chimie/température équivalentes est l'une des originalités de ce travail; six couples temps/température ont été retenus afin d'obtenir ces EHM :

| Taux de réduction | 0% | 5% | 10% | 20% | 40% | 80% |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Temps de traitement à 350°C [min] | 55'00" | 15'45" | 13'00" | 8'00" | 5'00" | 0'40" |
| Dureté [HV] | 347 | 344 | 358 | 340 | 353 | 351 |
| Ecart type | 4 | 6 | 2 | 5 | 2 | 2 |

**Tableau 34 : Récapitulatif des temps de traitements thermiques à 350°C, pour six taux de déformation initiaux (de 0% à 80%)**

## 3) Caractérisation microstructurale des EHM

Les EHM sont des matériaux ayant des caractéristiques très similaires, d'un point de vue :

- chimique : issus de la même coulée, leur composition chimique est identique
- mécanique : dureté équivalente, fixée à 350HV
- thermique : la température de traitement thermique, fixée à 350°C

Les propriétés suivantes permettent cependant de les distinguer, d'un point de vue :

- mécanique : le taux de déformation initial, par laminage symétrique
- cinétique : le temps de traitement thermique est variable, et adapté pour obtenir la dureté souhaitée
- microstructural : les échantillons n'ayant pas subi le même chemin thermomécanique, les phases précipitées ne sont pas identiques

C'est pourquoi une étape de caractérisation microstructurale est cruciale afin de déterminer les phases en présence dans ces alliages, ainsi que leurs répartitions.

### *Identification des phases en présences*

Une première caractérisation microstructurale a été réalisée à l'aide d'un SEM, en coupe transverse, sur chacun des six EHM. Après avoir vérifié l'homogénéité de la répartition de la microstructure, des clichés pris au cœur des matériaux (en électrons rétrodiffusés) sont présentés en Figure 136 et Figure 137.

Les îlots de Pb montrent des caractéristiques similaires à celles obtenues dans l'étude préliminaire : plus le taux de déformation initial augmente, plus les îlots de Pb sont déformés dans le sens de laminage. Si leur diamètre initial (EHM0%) est de 0,8µm, leur longueur dans la direction de déformation peut atteindre 4µm pour l'échantillon EHM80%. En raison de leurs propriétés mécaniques élevées, la géométrie des îlots de β-BeCo n'est pas affectée par l'opération de laminage.

A l'échelle du SEM, seules des traces de précipitation inter-granulaire (discontinue) apparaissent distinctement. Le matériau le plus déformé (EHM80%) est le seul qui ne comporte aucune trace de ce type de précipitation. Pour 5 minutes de traitement sur l'EHM40%, des lamelles courtes de γ-BeCu commencent à décorer les joints de grains. L'épaisseur des domaines formés est sub-micrométrique. Après 8 minutes de traitement sur l'EHM20%, la géométrie de ces lamelles et la taille des domaines sont légèrement supérieures à celles de l'EHM40%. Après 13 minutes de traitement sur l'EHM10%, la répartition de cette phase inter-granulaire se limite encore au voisinage direct des joints de grains, bien que la longueur des lamelles formées soit doublée. Pour le matériau EHM5%, le temps de traitement est porté à 15 minutes et 45 secondes. Pour ces conditions de traitement, si la morphologie des lamelles n'a pas évoluée, les domaines qu'elles délimitent commencent à s'épaissir, et à croitre en direction du cœur des grains, formant des zones macroscopiques équiaxes atteignant environ 3 micromètres de diamètre. Le matériau le moins déformé (EHM0%) a été traité 55 minutes à 350°C afin d'atteindre la dureté visée (350HV). La croissance des phases précipitées provoque un durcissement important (+250HV). Ce long traitement thermique provoque l'apparition et la stabilisation de la phase γ-BeCu inter-granulaire. De longues lamelles de γ-BeCu se forment aux joints de grains, et continuent leurs croissances au sein du grain. Ces domaines macroscopiques ont une taille proche de la dizaine de micromètres. Le Tableau 35 regroupe les dimensions des lamelles de γ-BeCu inter-granulaire, ainsi que leurs espacements :

| Matériau | Longueur [µm] | Largeur [µm] | Espacement 1 [µm] | Espacement 2 [µm] |
|---|---|---|---|---|
| **EHM0%** | 0,87 | 0,09 | 0,1 | 0,12 |
| **EHM5%** | 0,55 | 0,05 | 0,16 | 0,13 |
| **EHM10%** | 0,4 | 0,05 | 0,13 | 0,06 |
| **EHM20%** | 0,28 | 0,05 | 0,2 | 0,12 |
| **EHM40%** | 0,17 | 0,04 | 0,12 | 0,12 |
| **EHM80%** | 0 | 0 | - | - |

**Tableau 35 : Topologie des précipités inter-granulaire γ-BeCu**

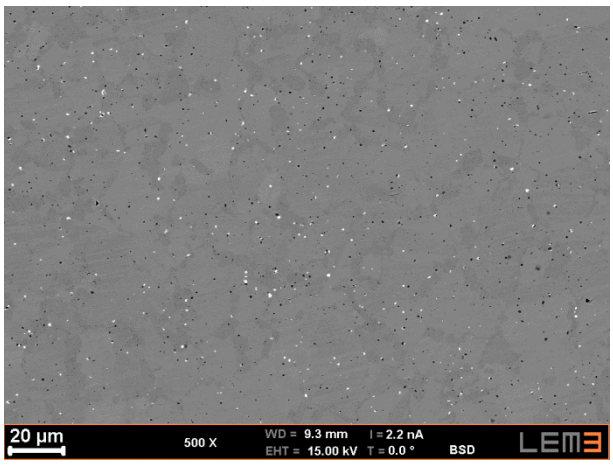
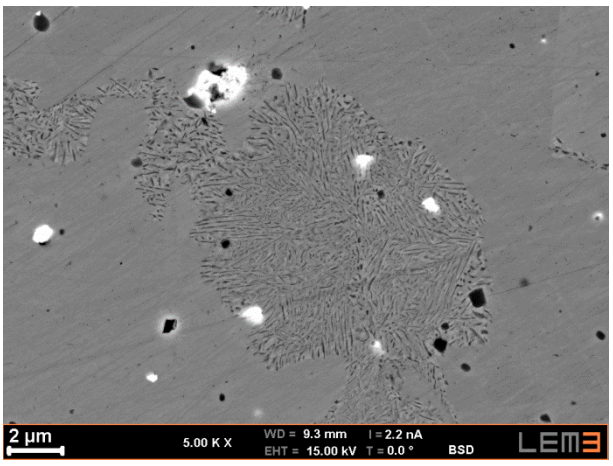
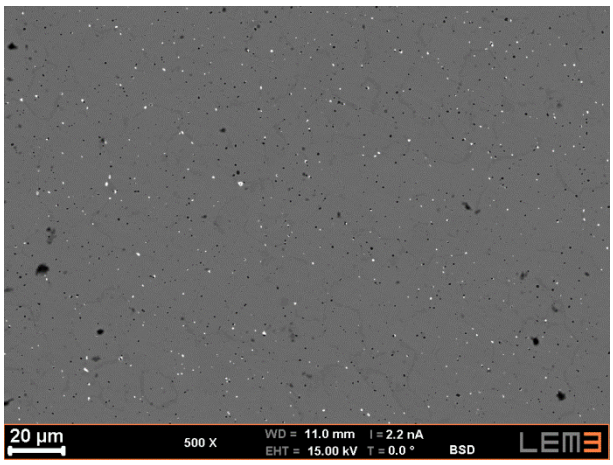
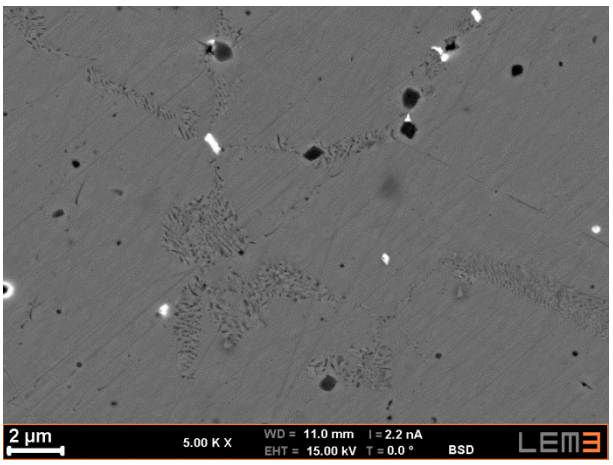
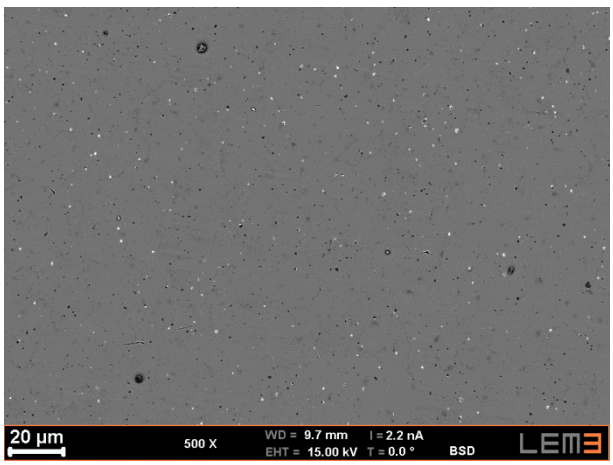
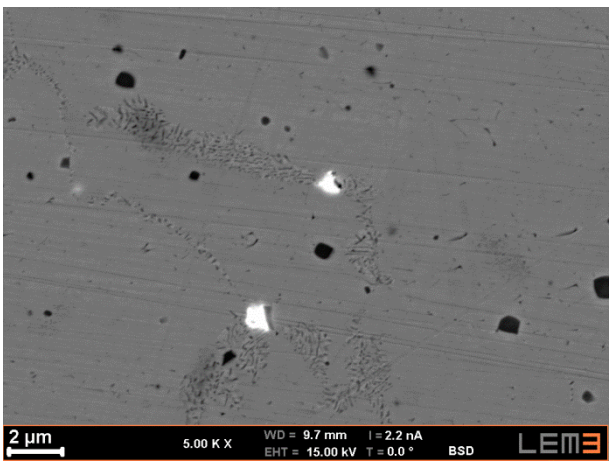
| Déformation initiale [%] | Durée de TTH à 350°C [min] | Clichés SEM x500 | Clichés SEM x5000 |
|---|---|---|---|
| 0% | 55'00 |   |   |
| 5% | 15'45" |   |   |
| 10% | 13'00" |   |   |

Figure 136 : Cliché SEM x 500 et x 5000 des EHM0%, EHM5% et EHM10%

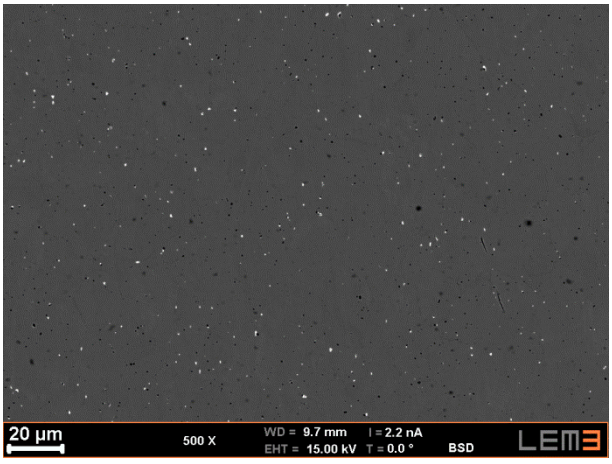
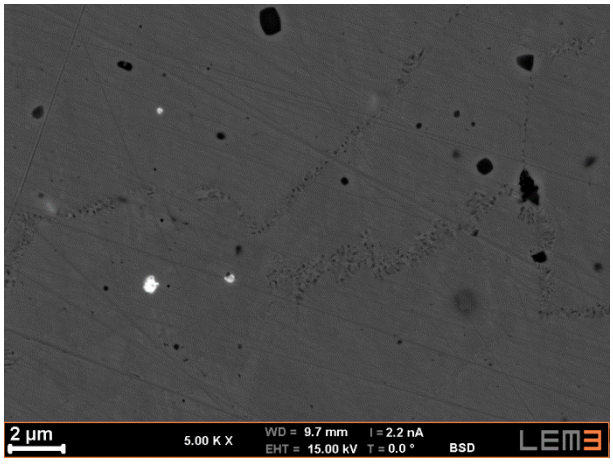
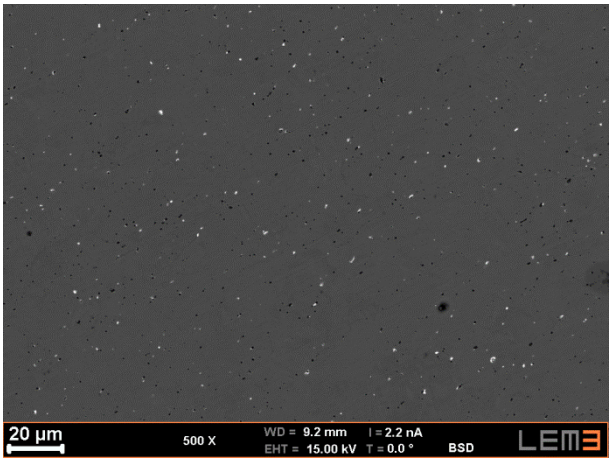
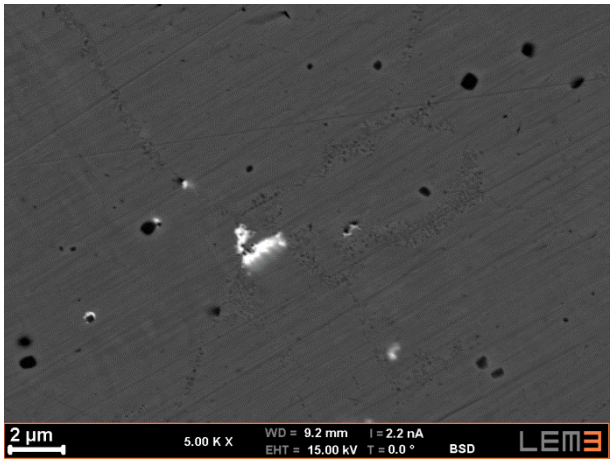
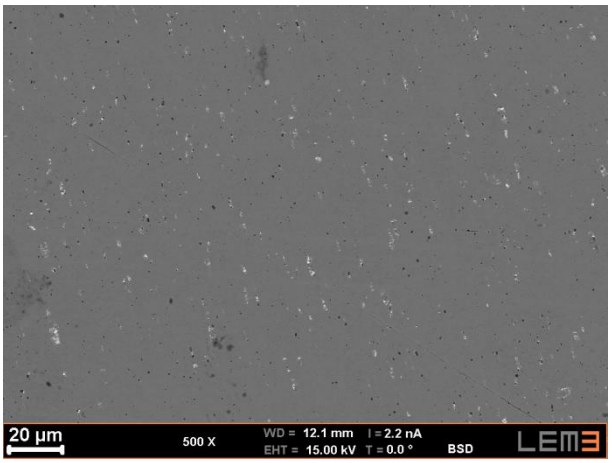
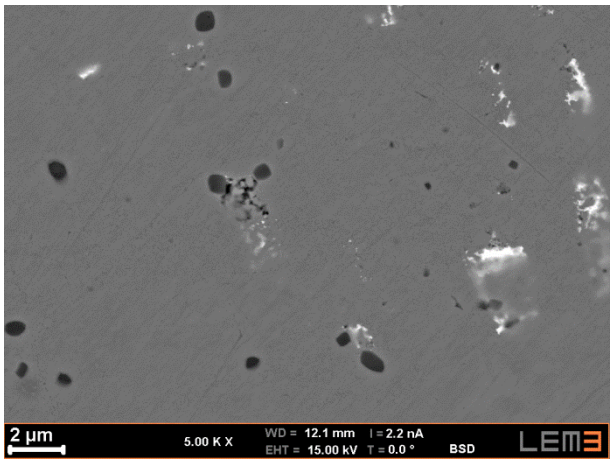
| Déformation initiale [%] | Durée de TTH à 350°C [min] | Clichés SEM x500 | Clichés SEM x5000 |
|---|---|---|---|
| 20% | 8'00" |   |   |
| 40% | 5'00" |   |   |
| 80% | 0'40" |   |   |

**Figure 137 : Cliché SEM x 500 et x 5000 des EHM20%, EHM40% et EHM80%**

En complément de l'analyse des précipités inter-granulaires par SEM, une analyse des échantillons EHM au TEM permet de suivre l'évolution des précipités intra-granulaires. En raison de la quantité importante de dislocations introduites lors de l'opération de déformation par laminage, l'observation des échantillons ayant un taux de réduction supérieur à 20% s'est avérée impossible (seuls des clichés très confus ont pu être réalisés). Le Tableau 36 regroupe les images décrivant les phases précipitées :

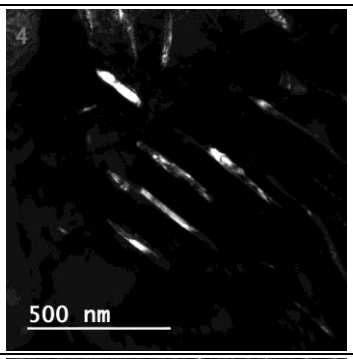
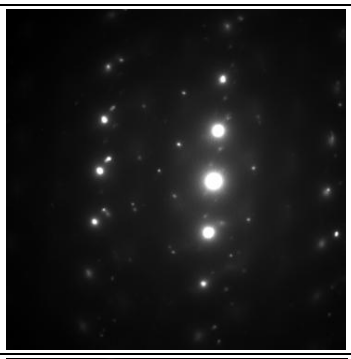
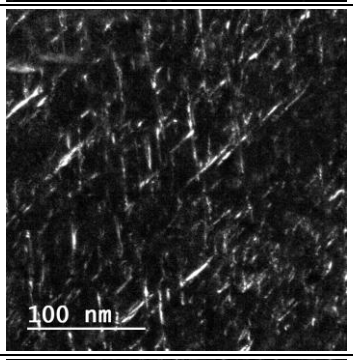
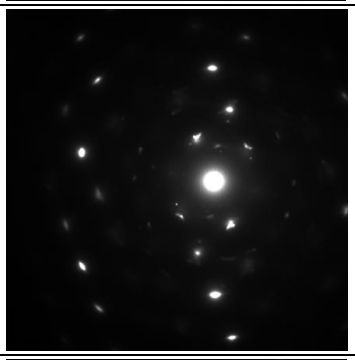
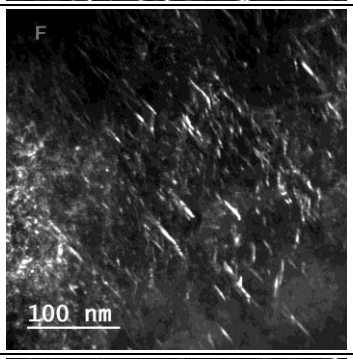
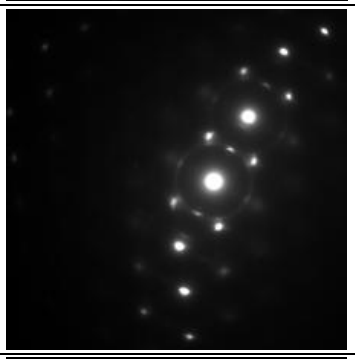
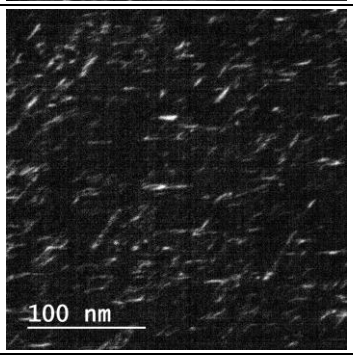
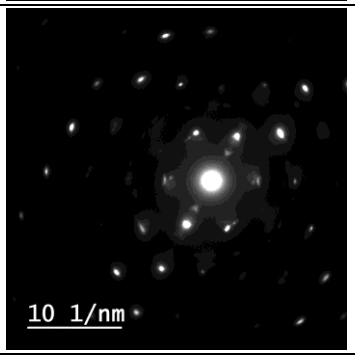
| Matériau | Clichés TEM - Bright Field | Clichés TEM - Dark Field |
|---|---|---|
| **EHM0%** |   |  |
| **EHM5%** |   |  |
| **EHM10%** |   |  |
| **EHM20%** |   |   |

**Tableau 36 : Clichés champs sombre TEM, et SADP associés des EHM**

Les clichés TEM présentés en Tableau 36 mettent en évidence que les matériaux EHM comprenant un taux de réduction initial inférieur à 20% comportent tous des traces de précipitation intra-granulaire. Les mesures de la morphologie de ces précipités sont regroupées dans le tableau suivant, et sont obtenues comme expliqué sur la Figure 138 :

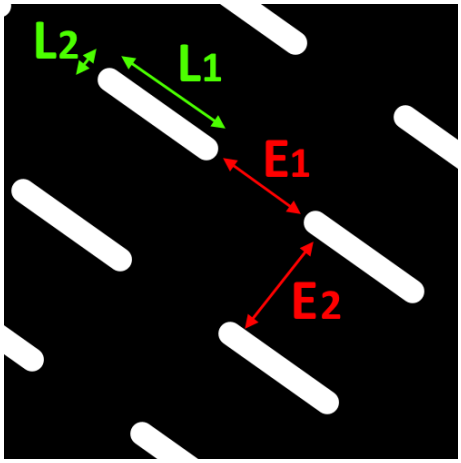



**Figure 138 : Schéma de mesure de la topologie des précipités intra-granulaires vus en champ-sombre au TEM**

| Matériau | Longueur L1 [µm] | Largeur L2 [µm] | Espacement E1 [µm] | Espacement E2 [µm] |
|---|---|---|---|---|
| **EHM0%** | 0,327 | 0,030 | 0,536 | 0,131 |
| **EHM5%** | 0,024 | 0,0035 | 0,052 | 0,021 |
| **EHM10%** | 0,023 | 0,0025 | 0,047 | 0,017 |
| **EHM20%** | 0,012 | 0,002 | 0,031 | 0,013 |

**Tableau 37 : Topologie des précipités intra-granulaires**

Pour l'ensemble des matériaux élaborés, les précipités intra-granulaires formés et mis en évidence ici sont des platelets de faibles dimensions. L'évolution de la morphologie de ces précipités est très semblable à celle des précipités inter-granulaires. On constate une augmentation de la taille des précipités, dans leurs deux directions (longueur et largeur) en fonction du temps de traitement thermique à 350°C. De la même manière, leur répartition évolue en ce sens : plus le temps de traitement s'allonge, plus les précipités sont espacés dans leur plan de croissance. Pour des temps de traitement courts (EHM20%), de très nombreux précipités liminaires sont formés. Si leur aire est extrêmement faible (11x2nm²), leur distribution est dense (estimé à 1550 particules au µm²). En augmentant le temps de traitement thermique, la taille de ces précipités s'accroit, et leur espacement diminue rapidement. Pour 15 minutes 45 secondes de traitement (EHM5%), la longueur et la largeur des précipités intra-granulaires, ainsi que la distance entre les particules ont doublé. Enfin, pour des temps de traitement très longs (EHM0%), la taille et la répartition de ces précipités augmentent très fortement (d'un facteur 10 environ). Les précipités formés les plus larges ont cependant leur plus grande longueur inférieure à 350nm.

Cette description reste purement morphologique. A cette étape, le manque de précision de la diffraction électronique ne permet pas de déterminer la nature des précipités formés pour chacun des matériaux. La seule certitude se porte sur les précipités les plus larges et intenses (EHM0%), qui sont indexés comme ayant une structure cubique primitive ordonnée, avec un paramètre de maille de 0,269nm, correspondant à la phase intra-granulaire stable $\gamma_{ORII}$-BeCu.

Grâce à la caractérisation des EHM effectuée, la répartition des lamelles inter-granulaires ($\gamma$-BeCu) et la distribution des phases précipitées intra-granulaire sont désormais connues. La Figure 139, qui regroupe ces résultats, montre simultanément la taille des précipités et la quantité qu'ils représentent au sein des quatre premiers EHM :

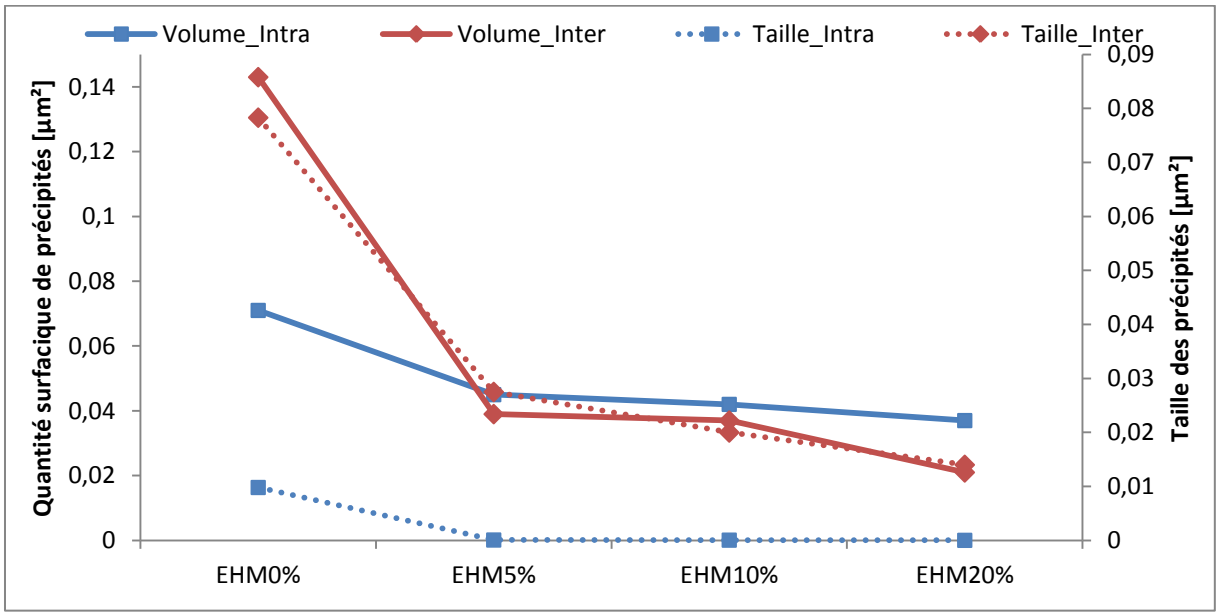



**Figure 139 : Evolution des quantités et des tailles des précipités inter et intra-granulaires dans les EHM avant usinage**

Dans le cas des précipités inter-granulaires, une très bonne corrélation existe entre la taille des lamelles de $\gamma$-BeCu et le volume qu'elles occupent dans les matériaux. On constate également une grande différence entre les matériaux déformés préalablement au vieillissement et le matériau non déformé (EHM0%). Cela est certainement dû au fait que les temps de traitement sont beaucoup plus courts. Pour la précipitation intra-granulaire, trois phases sont présentes dans ces échantillons : $\gamma$-BeCu, $\gamma_M$-BeCu, $\gamma_I$-BeCu. Par l'introduction de taux de déformation initiaux, s'il est vrai que la chute de la quantité volumique est importante (40%), c'est surtout la taille des précipités qui s'effondre (99% de réduction à partir de EHM5%). Les matériaux ayant un taux de réduction important contiennent donc des précipités beaucoup plus fins, et présents en plus faibles proportions.

Afin d'identifier plus finement la nature des précipités formés durant ces différents traitements, il est nécessaire d'effectuer une analyse complémentaire globale, par diffraction des rayons X.

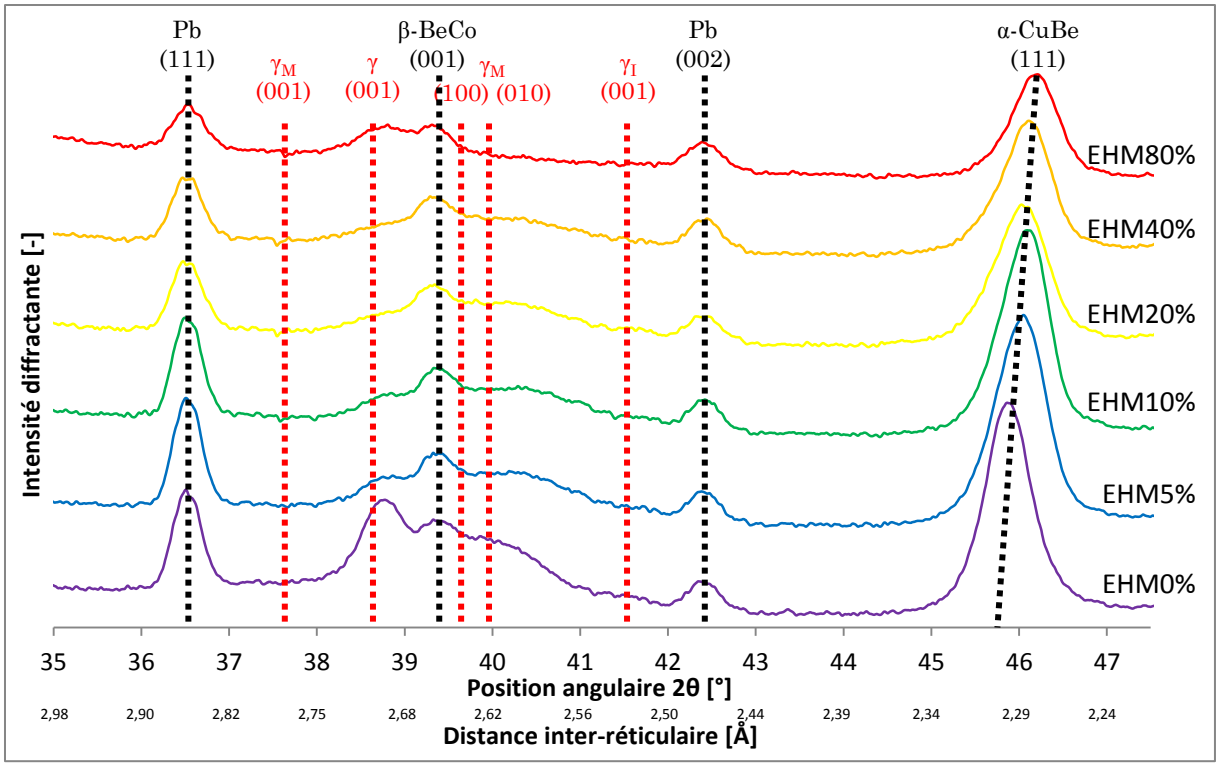



**Figure 140 : Diffractogramme intégré, source de cobalt - EHM avant usinage**

Sur la Figure 140, et à l'aide des informations tirées des chapitres 1 et 3, il est possible de distinguer la présence de 9 pics de diffraction sur ces échantillons. Les phases non affectées par la série de traitements thermomécaniques des EHM présentent les mêmes raies de diffraction. Ainsi, deux pics de la phase Pb et un pic de la β-BeCo sont communs à l'ensemble des échantillons. En complément de ces trois raies de diffraction, six autres signaux sont présents, associées aux phases α-CuBe, γ-BeCu, $\gamma_I$-BeCu et $\gamma_M$-BeCu. L'identification des phases présentes est en accord avec celle réalisée sur le matériau à l'état de livraison (Chapitre 3).

## a) Cas de la phase $\gamma_M$-BeCu

L'étude bibliographique des phases présentes dans les alliages C17300 indiquait que deux descriptions de la phase $\gamma_M$-BeCu sont proposées :

- décrite par Monzen et al.[58] comme étant de type monoclinique primitive à motif ordonné, avec a = 0,279nm, b = c = 0,263 nm et β = 97,3°
- décrite par Houska[19] comme étant de type tétragonale primitive ordonnée, avec a = 0,279nm, b = c = 0,263 nm, et serait une version de la phase γ-BeCu soumise à une déformation (contrainte de cohérence avec la matrice) évoluant avec l'appauvrissement de la matrice en béryllium vers sa structure d'équilibre.

La Figure 22 et la Figure 23 présentent une analyse des raies de diffraction aux petits angles et aux grands angles (afin de repérer les décalages de pics) des plans (100), (010), (001) et (002) de la phase $\gamma_M$-BeCu.

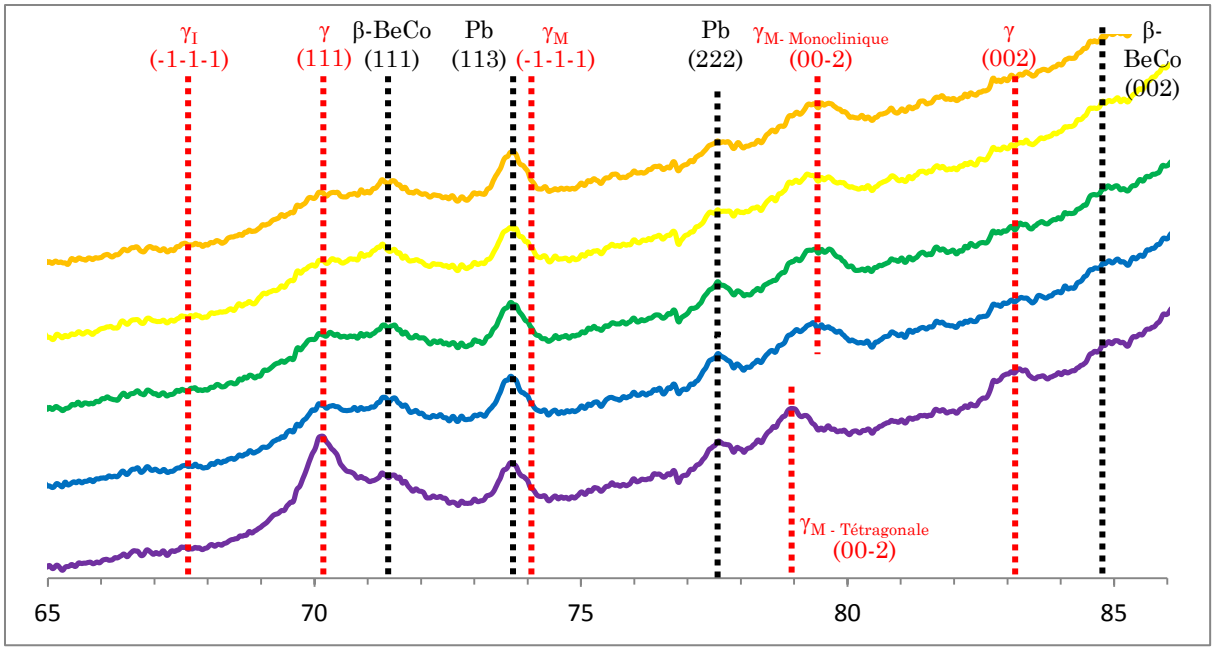



Figure 141 : Diffractogramme intégré aux grands angles, source de cobalt - EHM avant usinage

Les observations réalisées sur les EHM permettent l'indexation de la phase $\gamma_M$-BeCu. Cependant, deux cas seront à dissocier : le cas de l'EHM0% et le cas des matériaux déformés.

| Position Angulaire 2θ [°] | EHM0% | EHM5% | EHM10% | EHM20% | EHM40% |
|---|---|---|---|---|---|
| **(100)** | 37,41 | 37,41 | 37,41 | 37,41 | 37,41 |
| **(010)** | 39,76 | 39,88 | 39,88 | 39,83 | 40,08 |
| **(001)** | - | 40,20 | 40,20 | 40,14 | 40,4 |
| **(002)** | 79,09 | 79,80 | 79,80 | 79,80 | 79,80 |

Tableau 38 : Position des raies de diffractions de la phase $\gamma_M$-BeCu, dans les EHM avant usinage

Pour l'EHM0%, la phase $\gamma_M$-BeCu apparait comme une tétragonale primitive, en accord avec la description de Houska. En revanche, dans le cas des EHM5% à EHM40%, la position des raies de diffraction confirme la description avancée par Monzen et al. : une monoclinque primitive. Il apparait donc que, lorsque la matrice est déformée, et qu'une quantité de défauts et suffisement importante, alors la phase $\gamma_M$-BeCu connait une croissance sur des plans basculés. Sa structure passe alors de tétragonale à monoclinique.

## b) Quantification des phases en présences

La mesure des fractions de phases au sein des différents alliages se fait en trois étapes. Les phases inter-granulaires décorent les joints de grains, et ont des morphologies suffisamment grandes pour être observées au SEM; elles sont donc facilement

quantifiable par traitement d'images. Les analyses TEM permettent d'obtenir la quantité de phases précipitées intra-granulaires. Enfin, la diffraction par rayons X permet, grâce à son caractère global, de quantifier la totalité des précipités formés.

L'analyse de clichés SEM permet de mesurer la quantité surfacique de précipités inter-granulaires formés dans les différents EHM. Le Tableau 39 regroupe les résultats obtenus par traitement d'images. Pour les précipités intra-granulaires (données issues des observation TEM), une estimation rapide de la quantité surfacique de platelets formés dans ces matériaux peut être établie en moyennant simplement la distribution des platelets entre eux, ainsi qu'en considérant leurs tailles.

| | Précipités Inter-granulaires | Précipités Intra-granulaires | Précipités Intra-granulaires |
|---|---|---|---|
| **Matériau** | Quantité surfacique [µm²] | Quantité surfacique [µm²] | Quantité moyenne de précipités par µm² |
| **EHM0%** | 0,143 | 0,071 | 7,2 |
| **EHM5%** | 0,039 | 0,045 | 537 |
| **EHM10%** | 0,037 | 0,042 | 732 |
| **EHM20%** | 0,021 | 0,037 | 1550 |
| **EHM40%** | 0,014 | - | - |
| **EHM80%** | 0,012 | - | - |

**Tableau 39 : Quantité de précipités inter et intra-granulaires dans les EHM**

Grâce à cette estimation, il est possible de représenter que, si des temps de traitement courts permettent de former des précipités de faibles dimensions (11x2nm² pour EHM20%), très proches les uns des autres, la quantité surfacique représentée par l'ensemble de cette précipitation reste deux fois plus faible que pour des temps de traitement long (EHM0%). Cette différence permet d'expliquer en partie la différence de gains de durcissement observée pour chacun des matériaux.

La Figure 142 regroupe les résultats de quantification de l'ensemble des matériaux EHM. Deux méthodes ont été retenues pour parvenir à ces quantifications :

- une quantification globale du volume de phases formées, obtenue grâce au taux de béryllium présent en solution solide et à la loi de Végard en indexant les positions des pics de la matrice α-CuBe (croix pour chaque EHM).
- une quantification individuelle des phases présentes par fit des signaux de diffraction des rayons X, et calcul du volume de phase présent en utilisant les pouvoirs diffractant de chaque plan (histogramme empilé pour chaque EHM).

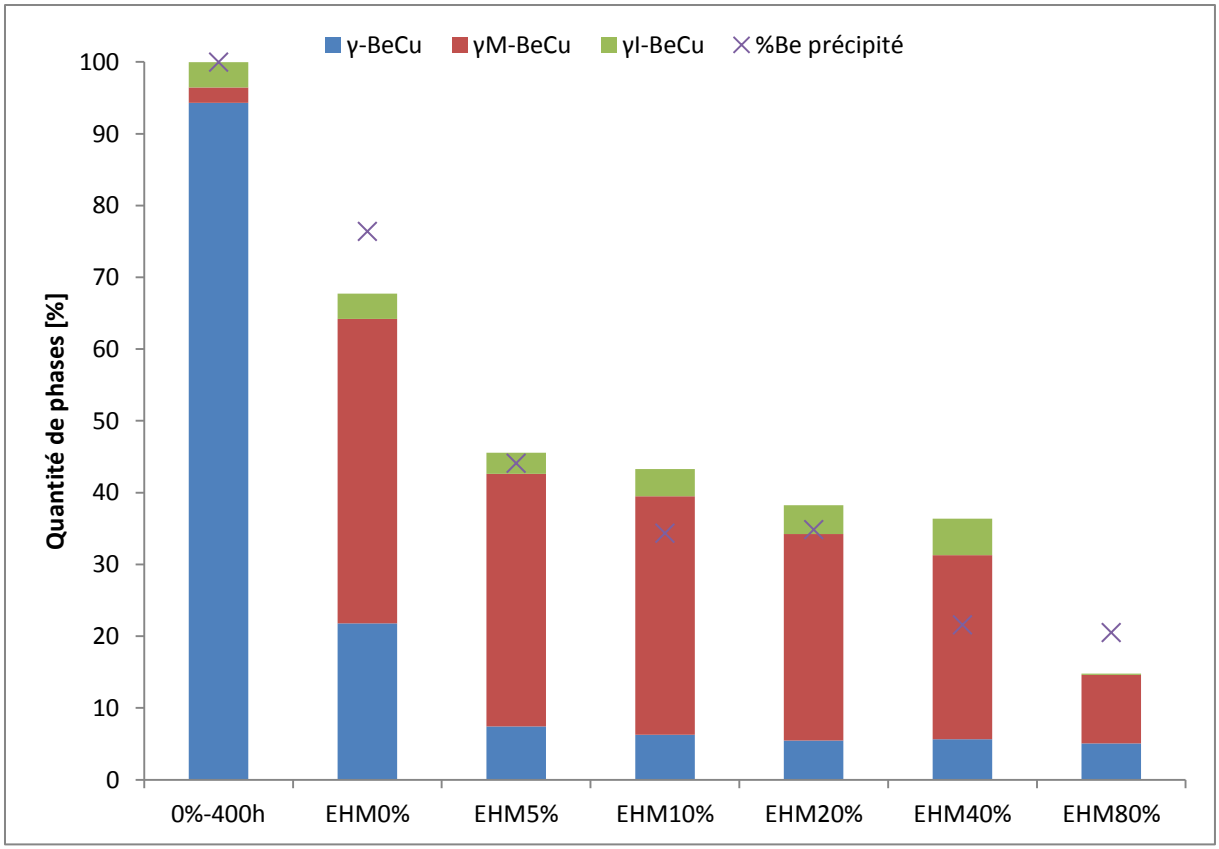



**Figure 142 : Quantification et répartition des phases précipitées des EHM - les barres indiquent les proportions de phases obtenues par quantification XRD, les croix indiquent la quantité totale de précipités estimées par la loi de Végard**

La quantité totale de précipités formés croit avec la durée de traitement thermique. Pour des temps très faibles (40"), la quantité de phases précipitées formées n'est que de 15%. Pour des durées de traitements moyennes (de 5'00" à 15'45"), la quantité de phase oscille entre 36 et 46% de sa valeur maximale. Des durées de traitement long (55'00") permettent la formation de 68% de phase précipitée. C'est pour le matériau de référence (0% de déformation et 400h de traitement) que le taux atteint son maximum.

Pour l'ensemble des matériaux, la quantité de $\gamma_I$-BeCu est constante (3 à 5%). En revanche, dans le cas des EHM, la proportion de phase $\gamma_M$-BeCu ne cesse de croitre. Seul le matériau étalon comporte de faibles traces de $\gamma_M$-BeCu (2%). La quantité de phase stable γ-BeCu formée dépend fortement du temps de traitement thermique : plus le temps de traitement est long, plus la phase γ-BeCu apparait. Pour des temps de traitement courts (de EHM5% à EHM80%), la quantité de γ-BeCu formée est équivalente (entre 5 et 7%). Pour 55'00" de traitement (EHM0%), cette quantité s'élève à 22%, et atteint 94% pour 400h de traitement.

## 4) Usinage des EHM

L'un des objectifs de cette étude est de déterminer si la différence de microstructure a une influence sur le comportement à l'usinage du C17300. Grâce à ces matériaux

modèles, possédant la même chimie et une dureté équivalente, et après avoir caractérisé leurs microstructures, il est désormais possible d'étudier les relations existantes entre leur microstructure et leur usinabilité.

## *Mesure des efforts*

La gamme d'usinage de ces cinq matériaux est semblable à celle présentée dans le chapitre 3. Chacun des EHM est usiné pour des profondeurs de passe allant de 2 à 40µm. Chaque essai est répété cinq fois, puis post-traité et moyenné afin d'obtenir une lecture des efforts de coupe moyens. Le Tableau 40 regroupe l'ensemble de ces résultats :

| Profondeur de passe [µm] | | 2 | 5 | 10 | 20 | 40 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| EHM0% | $F_T$ [N] | 20 | 37 | 60 | 104 | 183 |
| | $F_N$ [N] | 23 | 32 | 43 | 64 | 103 |
| EHM5% | $F_T$ [N] | 19 | 38 | 63 | 108 | 191 |
| | $F_N$ [N] | 24 | 33 | 47 | 70 | 112 |
| EHM10% | $F_T$ [N] | 19 | 34 | 58 | 99 | 168 |
| | $F_N$ [N] | 25 | 34 | 48 | 69 | 107 |
| EHM20% | $F_T$ [N] | - | 27 | 59 | 106 | 184 |
| | $F_N$ [N] | - | 27 | 49 | 76 | 118 |
| EHM40% | $F_T$ [N] | 19 | 36 | 62 | 111 | 187 |
| | $F_N$ [N] | 24 | 34 | 49 | 78 | 117 |

**Tableau 40 : Efforts normaux et tangentiels des EHM, pour différentes profondeurs de passe**

On rappelle ici que la mesure des efforts normaux et tangentiels donne directement accès aux efforts globaux engagés lors de la coupe :

$$F_{Globaux} = \sqrt{{F_T}^2 + {F_N}^2}$$

La Figure 143 présente l'évolution des efforts de coupe globaux générés pour l'ensemble des matériaux EHM, pour des profondeurs de passe allant de 2 à 40µm :

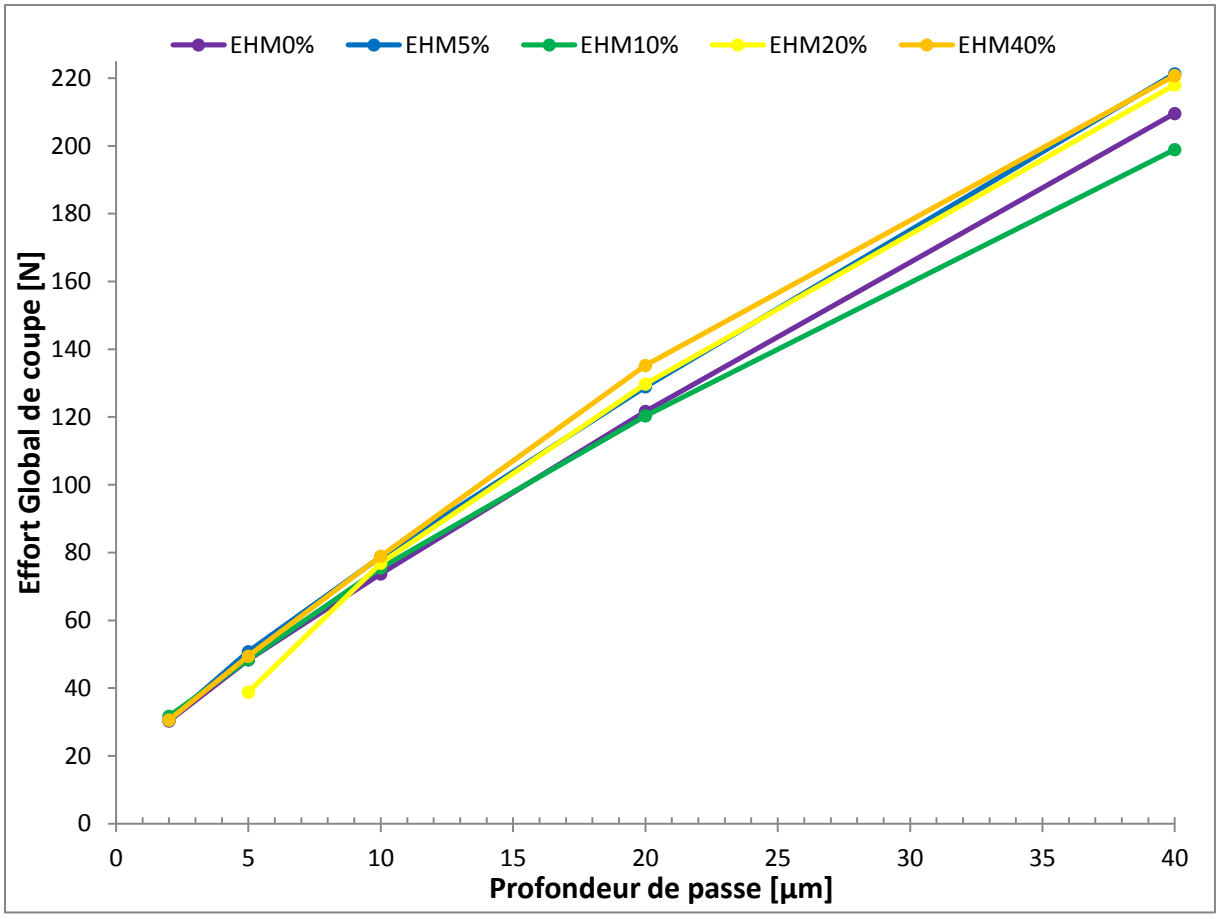



**Figure 143 : Evolution des efforts globaux de coupe des EHM, en fonction de différentes profondeurs de passe**

On constate sur cette figure que, comme dans le cas du matériau à l'état de livraison (chapitre 3), les efforts de coupe augmentent avec la profondeur de passe. Cependant, il est à noter que les différences entre les divers EHM sont négligeables, on note pour la passe de 40µm une différence de 25N, soit 12% d'écart. Les différences de microstructure n'ont aucune influence sur l'évolution des efforts de coupe globaux. Cette observation confirme que, sur un aspect "matériau", la puissance de coupe globale est principalement régie par la nature et la dureté de l'échantillon.

A partir des efforts normaux et tangentiels obtenus, le coefficient de frottement apparent est obtenu grâce à la relation suivante :

$$\bar{\mu} = \frac{F_N + F_T * \tan\gamma}{F_T - F_N * \tan\gamma}$$

La Figure 144 présente les résultats obtenus :

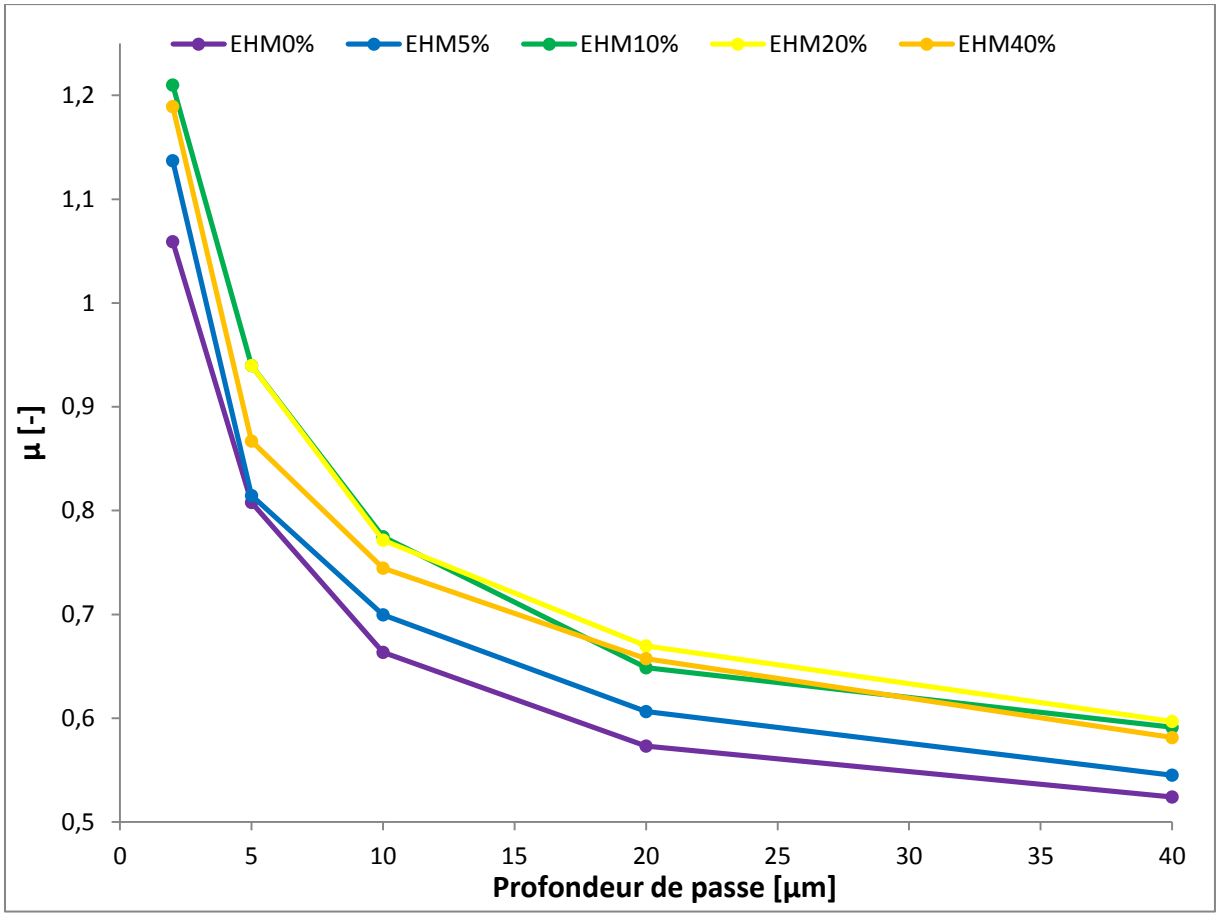



**Figure 144 : Evolution du coefficient de frottement apparent des EHM, en fonction de différentes profondeurs de passe**

Le coefficient de frottement apparent μ̄ est un indicateur de la répartition des efforts s'appliquant sur l'outil, durant la coupe. On observe que, de manière générale, plus la profondeur de passe est faible, plus μ̄ devient important. Pour l'ensemble des EHM, l'évolution du coefficient de frottement apparent présente la même tendance. Cependant, pour chaque profondeur de passe, les valeurs de μ̄ sont regroupées en trois groupes de courbes distincts. Tout d'abord, les trois matériaux possédant un fort taux de déformation (EHM10%, EHM20% et EHM40%) ont un comportement équivalent, et prennent les valeurs de μ̄ les plus importantes. Les coefficients de frottement de l'EHM5% prennent des valeurs légèrement inférieures (-8%). Enfin, les valeurs les plus faibles de μ̄ sont prisent dans le cas de l'EHM0%, et sont systématiquement inférieures aux autres (-12%). Ces essais, réalisés à dureté équivalente, mettent en évidence que les variations microstructurales des EHM induisent des différences de comportement du coefficient de frottement apparent, et donc de la répartition des efforts appliqués sur l'outil de coupe.

### a) Etude des copeaux d'usinage issus de la passe $a_p$ = 20µm

Les copeaux formés lors des différents usinages réalisés sont toujours délicats à analyser. La présence de précipités métastables dans leur microstructure, et leur

fragilité intrinsèque rendent les étapes de préparation très contraignantes. C'est pourquoi, l'étude des copeaux se concentre sur ceux issus de l'usinage à la profondeur de passe de 20µm. Une série d'observation microscopique permettra l'observation de la géométrie de ces copeaux. Par la suite, une analyse par diffraction des rayons X livrera une vision quantitative des phases présentes au sein de chacun d'eux.

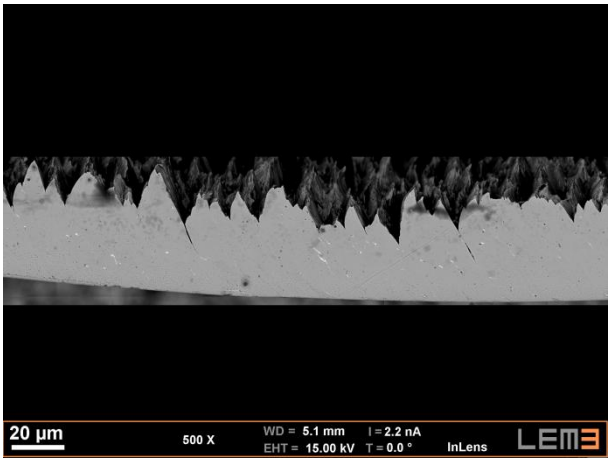
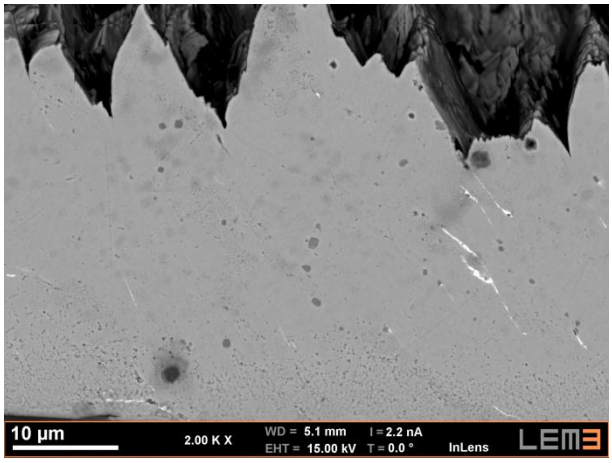
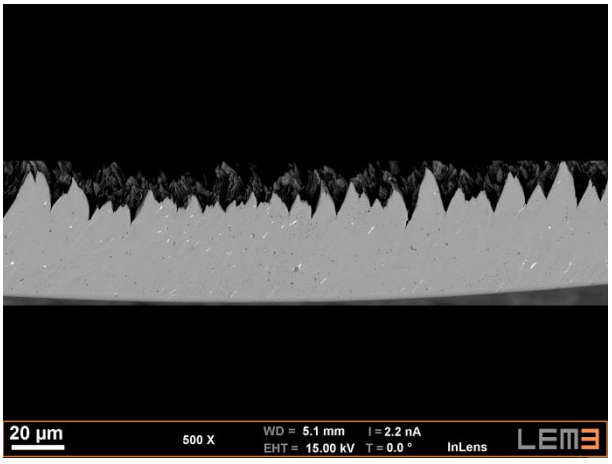
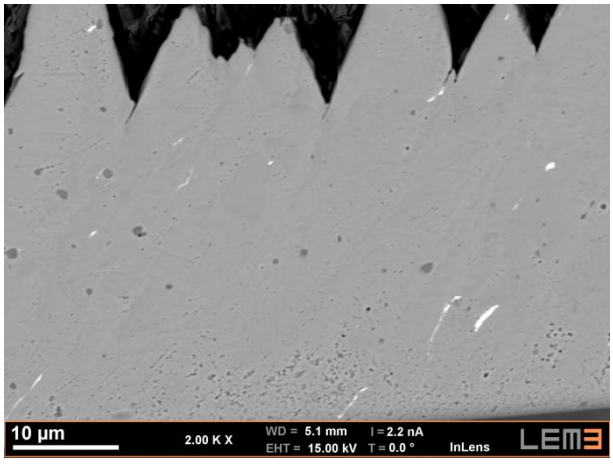
| Déformation initiale [%] | Durée de TTH à 350°C [min] | Clichés SEM x500 | Clichés SEM x2000 |
|---|---|---|---|
| 0% | 55'00" |   |   |
| 5% | 15'45" |   |   |

**Figure 145 : Observation SEM x 500 et x 2000 de copeaux issus des EHM0% et EHM5%**

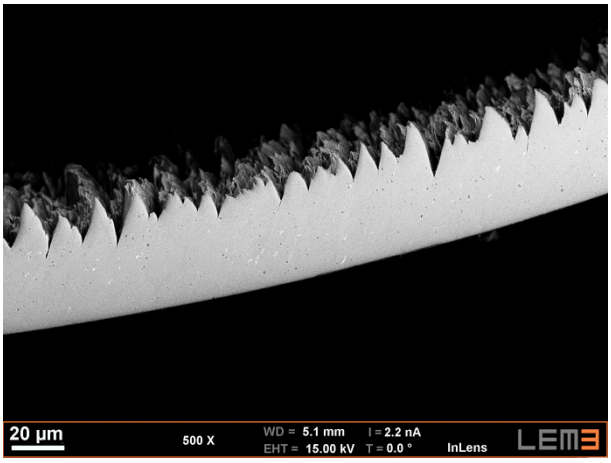
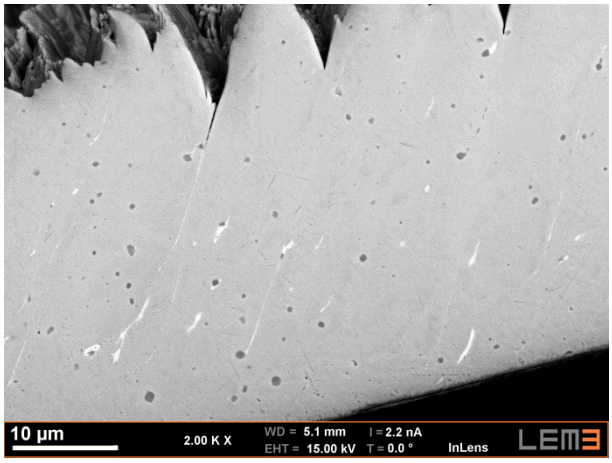
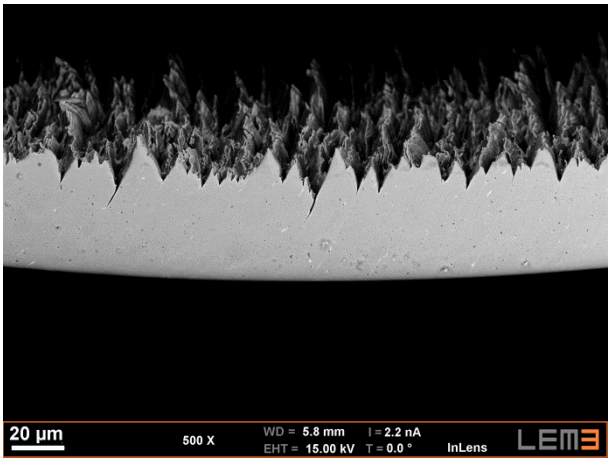
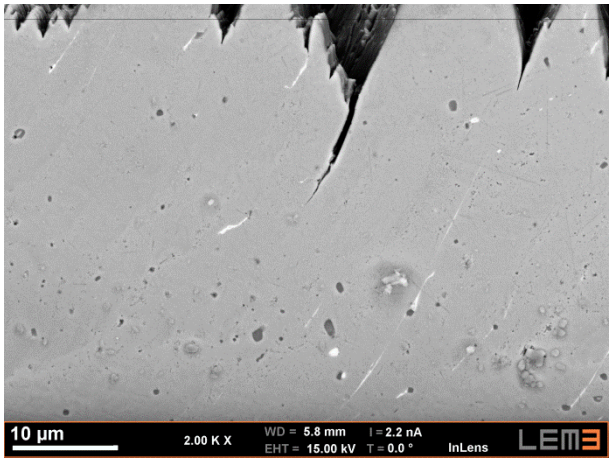
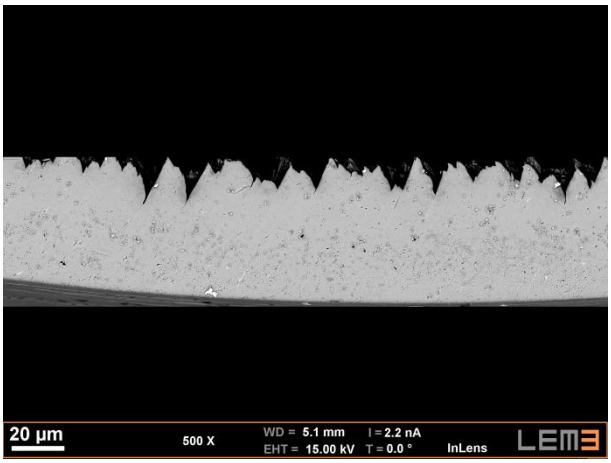
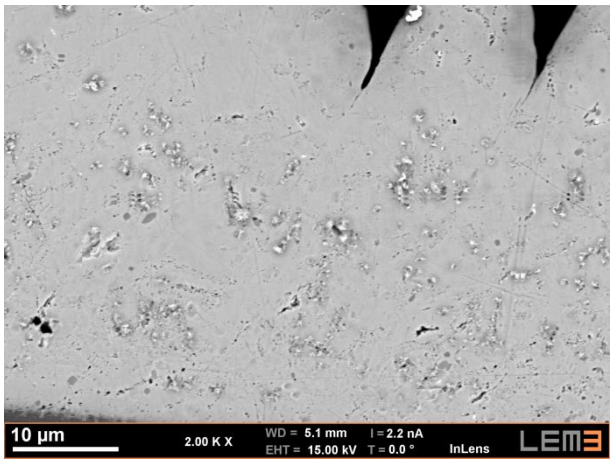
| Déformation initiale [%] | Durée de TTH à 350°C [min] | Clichés SEM x500 | Clichés SEM x2000 |
|---|---|---|---|
| 10% | 13'00" |   |   |
| 20% | 8'00" |   |   |
| 40% | 5'00" |   |   |

**Figure 146 : Observation SEM x 500 et x 2000 de copeaux issus des EHM10%, EHM20% et EHM40%**

Sur la Figure 145 et la Figure 146, des clichés SEM montrent une coupe transverse des copeaux provenant de cinq EHM différents (de EHM0% à EHM40%). Sur chacun d'eux sont mesurés : l'angle de cisaillement ϕ, les largeurs de copeau ($L_p$, $L_f$) et la largeur de feston $L_t$, comme l'illustre la Figure 147.

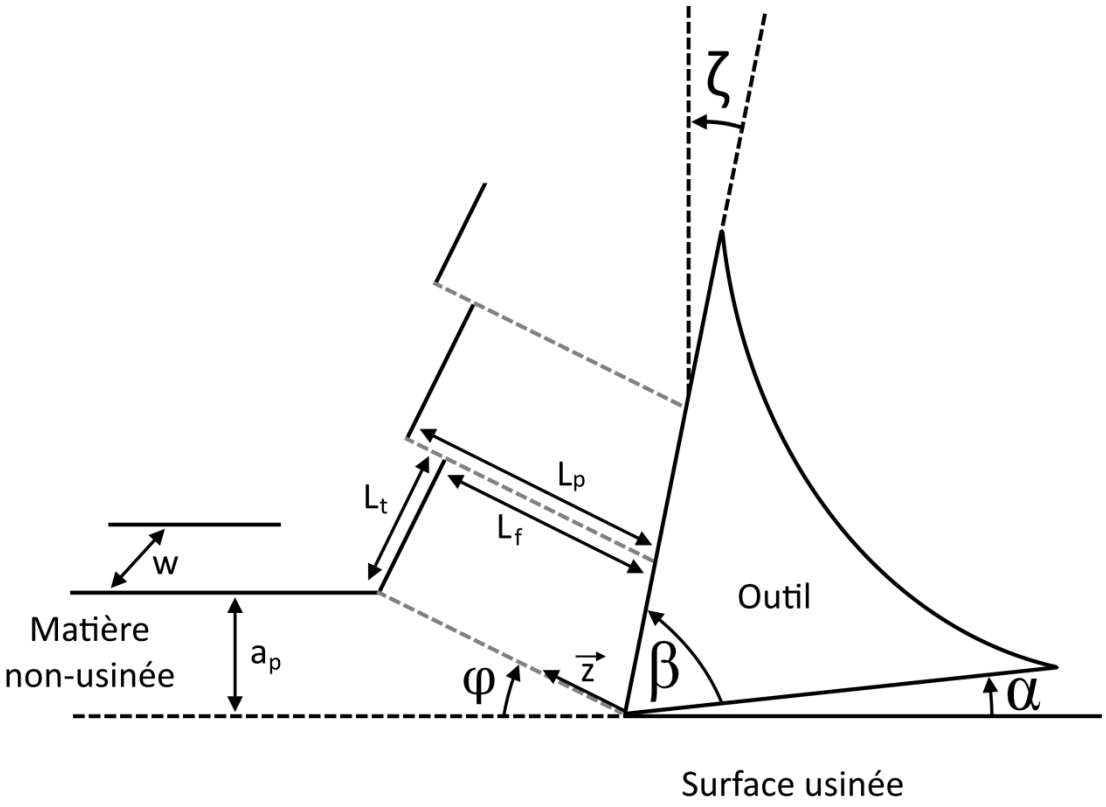



Figure 147 : Schématisation de la géométrie du copeau en coupe orthogonale stricte

Les valeurs moyennes de ces mesures sont regroupées dans le Tableau 41 :

| Matériau | Largeur de copeau (Pointe de feston) [µm] | Largeur de copeau (Creux de feston) [µm] | Largeur de feston [µm] | Largeur de bande de cisaillement primaire [µm] | Angle de cisaillement [°] |
|---|---|---|---|---|---|
| **EHM0%** | 44,9 | 35,0 | 10,8 | 8,4 | 23,7 |
| **EHM5%** | 46,5 | 36,6 | 11,9 | 9,7 | 23,0 |
| **EHM10%** | 48,6 | 38,4 | 12,1 | 10,3 | 22,1 |
| **EHM20%** | 49,6 | 39,5 | 12,1 | 10 | 21,7 |
| **EHM40%** | 48,8 | 38,7 | 12,9 | 11 | 22,0 |

Tableau 41 : Mesures des paramètres géométriques des copeaux issus d'une passe de 20µm

Les largeurs de copeaux obtenues pour les EHM sont très proches, et oscillent autour de 47,7µm, pour une épaisseur de feston de 12µm. Sur ces clichés SEM, il est possible de suivre l'évolution des îlots de plomb, qui subissent une élongation de plusieurs

micromètres sous l'effet de la déformation. Nous pouvons observer cet effet même au centre des festons formés : c'est la preuve que la zone affectée par la déformation (cisaillement primaire) s'étend jusqu'à cœur du copeau de façon intense. Dans cette configuration d'usinage, nous ne sommes donc pas en présence de bande de cisaillement adiabatiques, fines et intenses, mais bien dans le cas d'une zone de cisaillement primaire dont la largeur peut atteindre 11µm. A cœur de feston, la valeur de la déformation atteinte est minimale; elle devient maximale en bord de feston, zone préférentielle pour la propagation de fissures (dans le plan de cisaillement). Les valeurs des angles de cisaillement sont également très proches les unes des autres (de 21,7 à 23,7°).

Pour l'ensemble des échantillons, les observations SEM montrent des traces de précipitation inter-granulaire piégées au cœur des festons, bien que leur quantité soit très faible par rapport aux états initiaux. La taille de ces groupes de lamelles de γ-BeCu est d'autant plus importante que le taux de réduction initial est faible. En revanche, aucune trace de précipitation intra-granulaire n'est détectable à cette échelle. La Figure 148 présente les diffractogrammes desquels seront obtenues les quantifications du volume total de précipités (inter et intra-granulaires) après l'opération d'usinage :

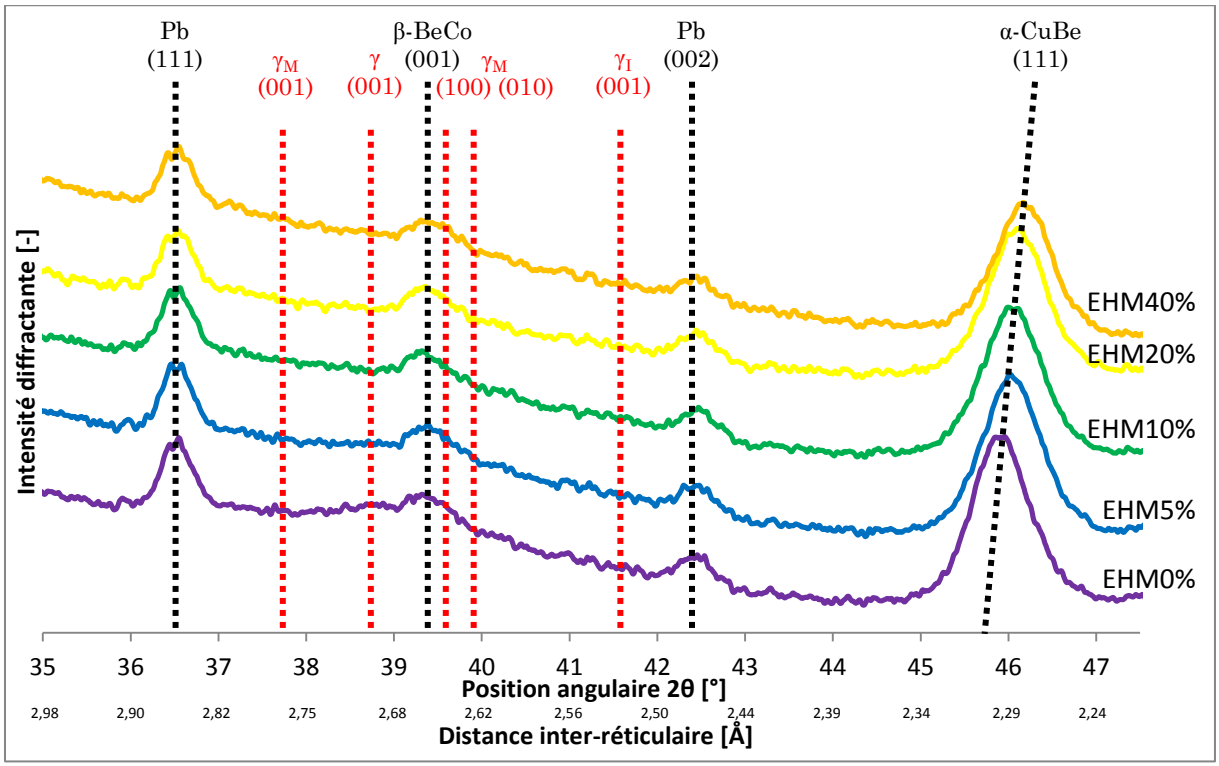



**Figure 148 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt - copeaux issus de l'usinage des EHM (ap = 20µm)**

Sur ces diffractogrammes, on observe que le volume de phase Pb et β-BeCo est constant, et ce pour l'ensemble des EHM usinés. D'une manière générale, le signal diffracté par les copeaux est moins intense et plus diffus que celui d'un matériau "bulk". La déformation induite par le procédé élargit l'ensemble des raies de diffraction par l'introduction de défauts. De plus, le fait de déformer fortement le matériau peut, comme c'est le cas dans les alliages FePd, désordonner les structures cristallographiques ordonnées. En effet, les

travaux de Chbihi[59] ont montré que, pour des pastilles de FePd déformée par procédé HPT (High Pressure Torsion), après 5 tours sous une pression de 6 GPa, les atomes de la matrices perdent leur ordre : la structure devient désordonnée. Ce faisant, en diffraction des rayons X, les raies de sur-structure disparaissent, et seules restent les raies fondamentales. Appliqué au cas des C17300, il est donc envisageable que les raies de sur-structure, provenant des phases précipitées ordonnées, disparaissent suite à une forte déformation mécanique, comme lors de l'opération d'usinage. Or, dans la zone d'observation préférentielle analysée, c'est justement les raies de sur-structure de ces phases que nous observons. Afin de vérifier l'influence de la déformation sur l'ordre des phases précipitées, nous allons suivre l'évolution d'une famille de raie fondamentale de la phase γ-BeCu : {002}. La Figure 149 présente les résultats de diffraction aux grands angles :

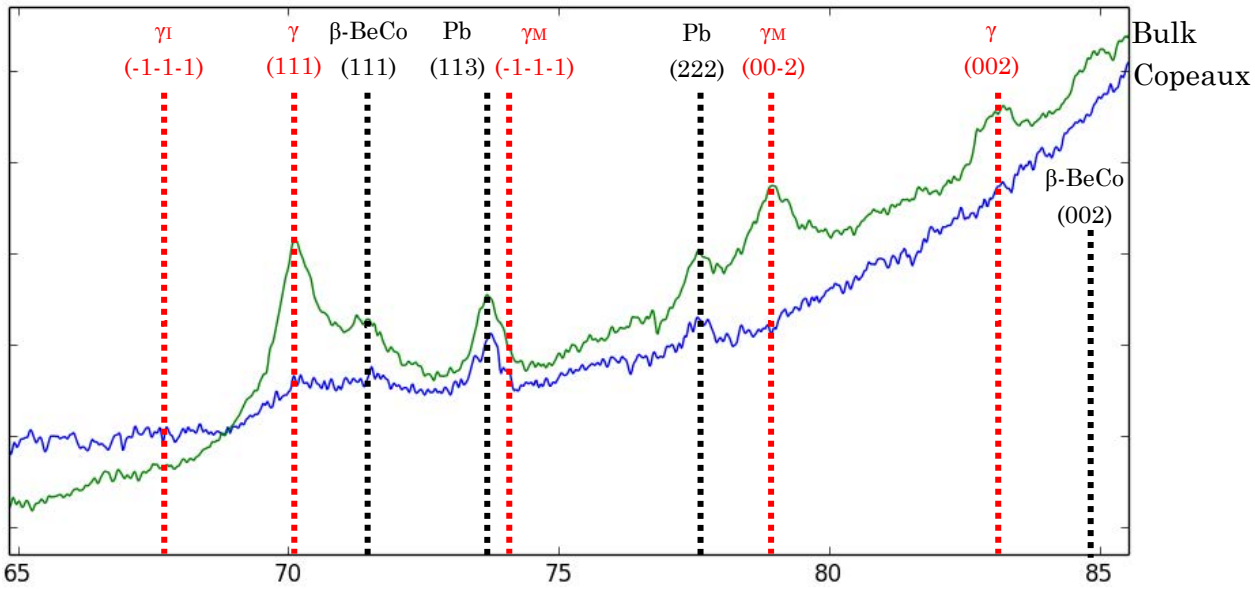



**Figure 149 : Diffractogramme intégré aux grands angles, source de cobalt - EHM0% bulk et copeaux issus de l'usinage de l'EHM0% (ap = 20µm)**

La raies de diffraction de la famille de plan {002} de la phase précipitée γ-BeCu est une raie fondamentale. L'abaissement de l'intensité diffractante de cette raie, après usinage, est bien la preuve de la perte de la fraction volumique de phase précipitées, et ne peut être attribuée à une perte d'ordre.

Enfin, on remarque que le pic de la famille de plan {111} de la phase α-CuBe connait les mêmes variations de position angulaire que les échantillons avant usinage (marqueur de la quantité de béryllium présent en solution solide dans la matrice), comme reporté en Tableau 42 :

| Matériau | Paramètre de maille (111)α [nm] | Taux de béryllium en solution solide [%] |
|---|---|---|
| EHM0% | 0,36037 | 3,6 |
| EHM5% | 0,35931 | 6,9 |
| EHM10% | 0,35899 | 7,9 |
| EHM20% | 0,35901 | 7,9 |
| EHM40% | 0,35858 | 9,2 |

**Tableau 42 : Evolution du paramètre de maille de la phase α-CuBe, et du taux de béryllium en solution solide, au sein des copeaux des EHM**

Cependant, les phases précipitées sont présentes en très faibles quantité dans ces échantillons. La Figure 150 présente les résultats de la quantification des phases issus des mesures par diffraction des rayons X :

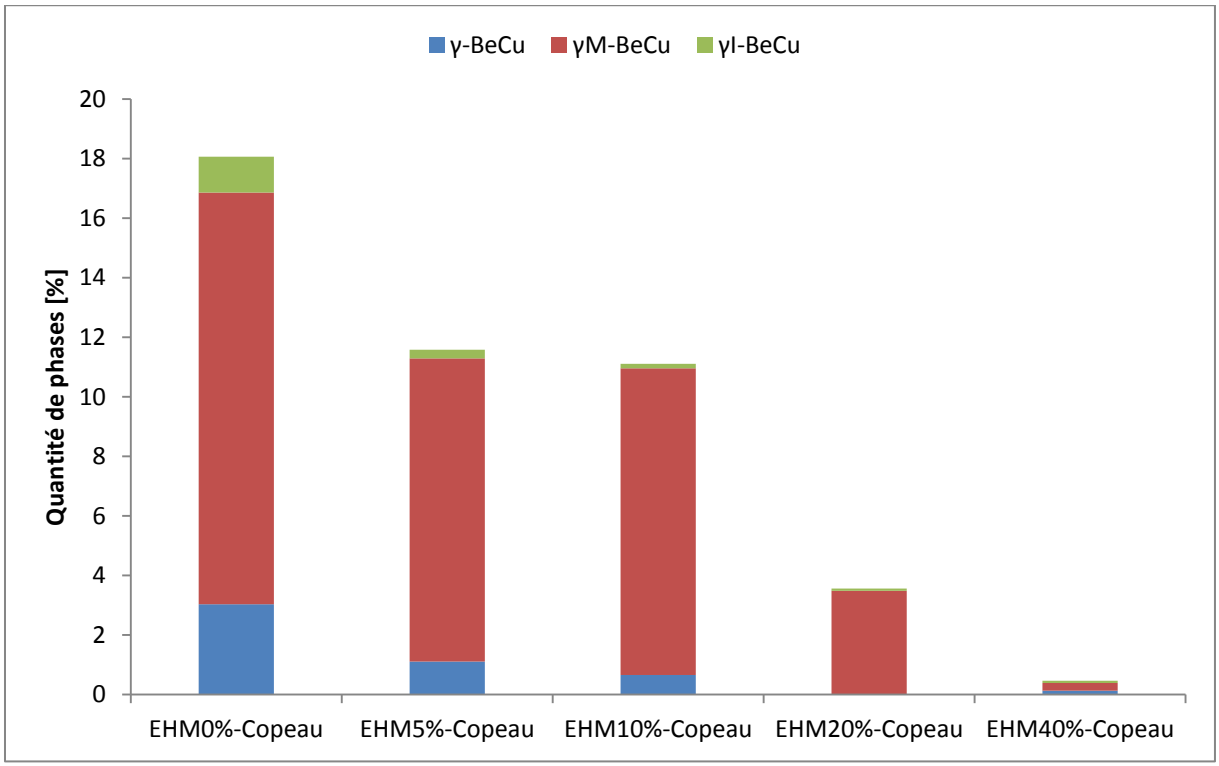



**Figure 150 : Quantification et répartition des phases précipitées dans les copeaux issus de l'usinage des EHM (ap = 20µm)**

De manière générale, on observe que la quantité de phases présentes dans ces copeaux est très faible. En respectant le même protocole expérimental de mesure (intégration jusqu'à 60° de déclinaison - même taille de faisceau) que pour les matériaux initiaux, le taux de phases précipitées maximal détecté est de 18% pour l'EHM0%. Plus le taux de déformation initial avant vieillissement augmente, plus le taux de phases présentes diminue, jusqu'à atteindre un minima de 0,8% pour l'EHM40%. Cette tendance se

reproduit pour chacune des trois phases détectées (γ-BeCu, $\gamma_M$-BeCu, $\gamma_I$-BeCu). Il est à noter que, au sein des copeaux, la phase majoritaire (à 75%) est la phase $\gamma_M$-BeCu.

### b) Application du modèle de formation du copeaux aux EHM

Le modèle présenté au chapitre 2 et mis en œuvre dans le chapitre 3 a été appliqué aux échantillons développés ici.

Les résultats sont présentés pour une profondeur de passe $a_p$ de 20 µm. A partir des mesures dans l'épaisseur des bandes de cisaillement et des angles de cisaillement, les différentes grandeurs issues du modèle sont présentées dans le tableau suivant :

| *Matériau* | *Bande de cisaillement primaire* | | | | | *Interface outil copeau* | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | $\bar{h}\,(\mu m)$ | (°) | $\gamma_h$ | $\dot{\gamma}.10^5\ (s^{-1})$ | $\theta_{BCP}(°C)$ | $\bar{\mu}$ | $l_c\ (mm)$ | $\overline{T_{int}}(°C)$ |
| EHM 0% | 8,4 | 23,70 | 2,76 | 1,09 | 156,6 | 0,573 | 0,047 | 271 |
| EHM 5% | 9,7 | 23,03 | 2,82 | 0,95 | 157,3 | 0,605 | 0,050 | 276 |
| EHM 10% | 10,3 | 22,06 | 2,91 | 0,90 | 158,8 | 0,652 | 0,053 | 286 |
| EHM 20% | 10 | 21,68 | 2,95 | 0,91 | 159,5 | 0,671 | 0,055 | 290 |
| EHM 40% | 11 | 21,95 | 2,92 | 0,83 | 158,8 | 0,657 | 0,054 | 287 |

**Tableau 43 : Valeurs calculées par le modèle analytique**

On peut constater que la température à l'interface est du même ordre de grandeur, quoique légèrement inférieure, à celle obtenue dans le cas des matériaux industriels et pour la même épaisseur de coupe.

On peut également constater que la longueur de contact atteint une valeur maximale à partir de l'échantillon EHM 10%.

## 5) Analyse et discussion

Afin de comprendre les liens existant entre l'usinage et la microstructure dans le cas du C17300, deux aspects complémentaires seront étudiés dans cette partie. Tout d'abord, nous suivrons l'évolution des quantités de phases précipitées au sein de l'alliage, avant et après une opération d'usinage, grâce à la caractérisation microstructurale de cinq EHM. Enfin, nous reviendrons sur les données extraites des opérations d'usinage, et croiserons ces résultats aux caractérisations microstructurales.

## *Evolution du % de phases avant et après usinage*

La caractérisation des EHM et des copeaux issus de leur usinage a permis de quantifier les volumes de phases précipitées présentes dans les différents états de ces alliages. Nous avons mis en évidence que les copeaux comportaient de faibles proportions de phases précipitées. Nous allons donc dans cette partie corréler l'ensemble de ces résultats, mais regarder également les proportions de chacune de ces phases, afin de comparer les EHM avant et après usinage. La Figure 151 regroupe les diffractogrammes intégrés (source de cobalt) avant et après une passe d'usinage de 20µm :

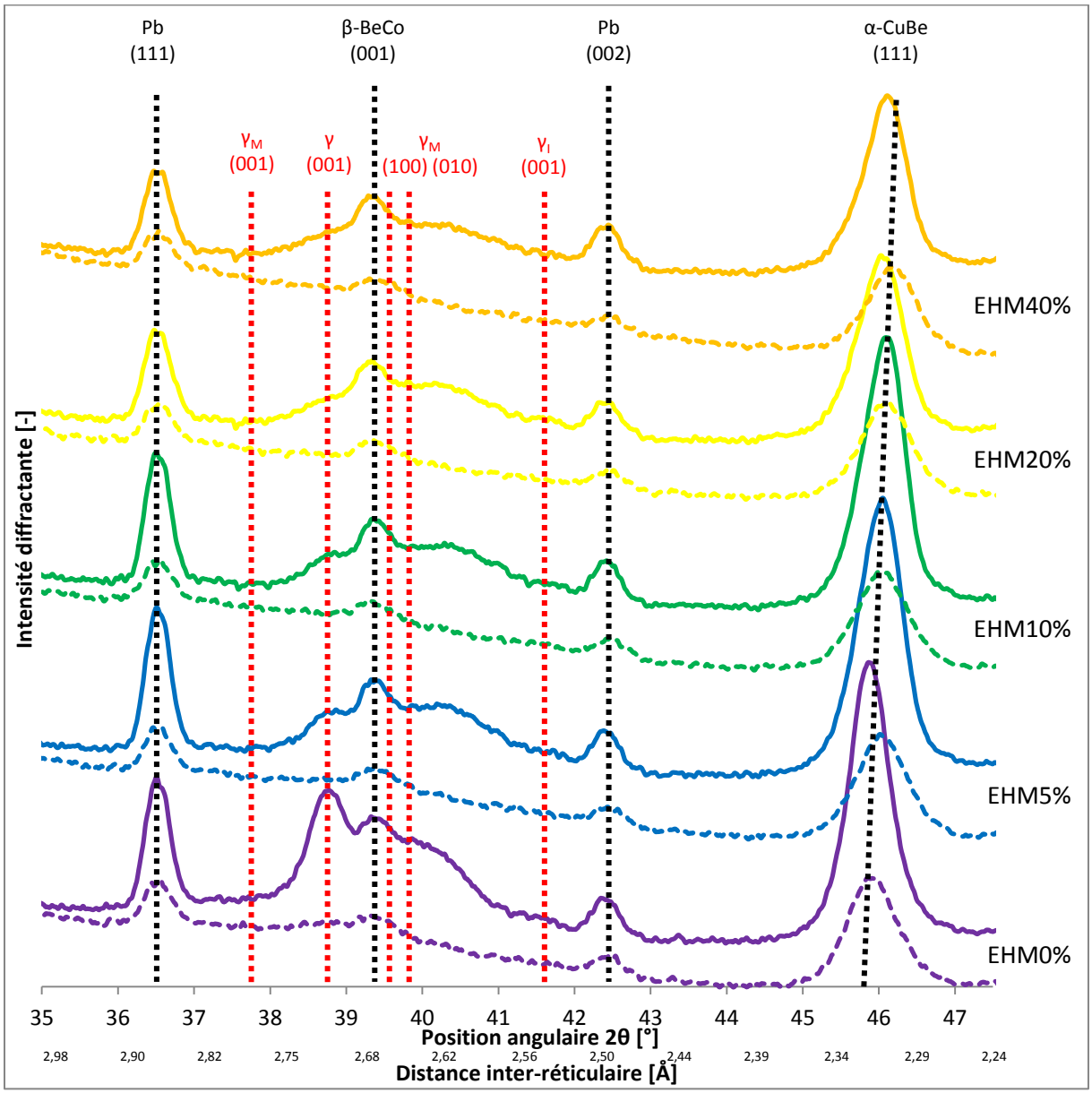



**Figure 151 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt : EHM avant usinage (en trait plein) - EHM après usinage (en trait pointillé) - (ap = 20µm)**

Ces diffractogrammes intégrés permettent de comparer les quantités de phases présentes au sein des alliages, avant et après usinage. On aperçoit clairement la diminution de la proportion de phases précipitées dans les copeaux. La dégradation de la qualité du bruit de fond, tout comme les élargissements observés ne sont que des

conséquences du procédé d'usinage (augmentation de la déformation et de la quantité de défaut). Les mesures étant réalisées dans les mêmes conditions, les résultats sont donc directement comparables (Figure 152).

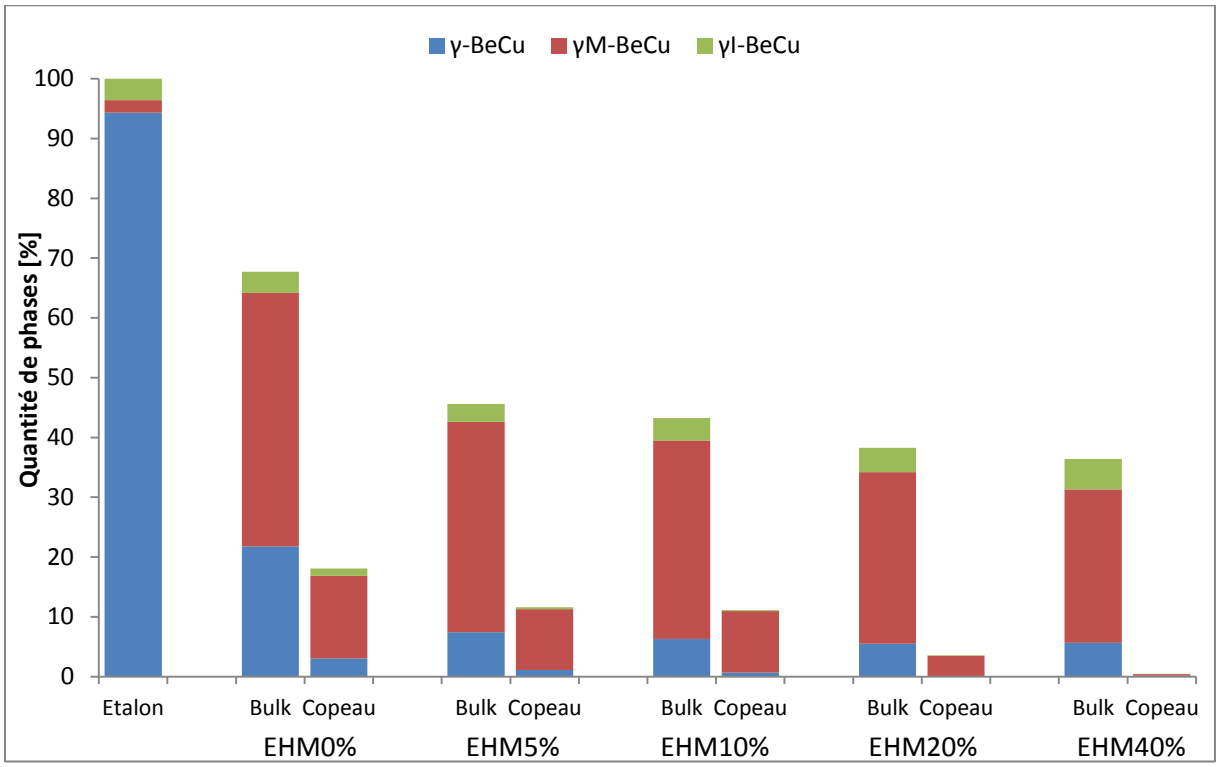



**Figure 152 : Quantification des phases précipitées dans les EHM et dans les copeaux issus de leur usinage (ap = 20µm)**

La diminution des quantités de phases précipitées dans les copeaux (obtenue par analyse DRX) est exprimée numériquement dans le Tableau 44 :

| Matériau | Perte de γ-BeCu [%] | Perte de $\gamma_M$-BeCu [%] | Perte de $\gamma_I$-BeCu [%] | Perte Totale [%] |
|---|---|---|---|---|
| **EHM0%** | -86 | -67 | -65 | **-73** |
| **EHM5%** | -85 | -71 | -90 | **-74** |
| **EHM10%** | -89 | -69 | -96 | **-74** |
| **EHM20%** | -100 | -88 | -98 | **-90** |
| **EHM40%** | -98 | -99 | -99 | **-98** |

**Tableau 44 : Quantification des pertes de phases précipitées, issue des analyses DRX dans les copeaux des EHM**

Pour les EHM contenant de grandes proportions de phases (de EHM0% à EHM10%), les phases γ-BeCu et $\gamma_I$-BeCu sont globalement plus affectées par l'opération d'usinage que la phase $\gamma_M$-BeCu. D'un point de vue général, plus le taux de déformation initial est important, plus les pertes au cours de l'usinage sont importantes (indépendamment de la phase). Pour l'EHM40%, la perte de précipités est quasiment totale. Les matériaux ayant un fort taux de déformation initial, et des temps de traitements thermiques à 350°C plus

courts, sont donc d'avantage sujets à la dissolution des précipités au cours de l'usinage. Nous avons vu, dans l'étude des échantillons avant usinage, que les précipités présents dans ces matériaux (EHM40%) étaient simultanément plus fins et moins nombreux, grâce à l'action conjointe de deux facteurs :

- l'augmentation du taux de réduction initial avant vieillissement contribue à la diminution de la quantité de phases présentes dans les alliages. En effet, l'élévation de la dureté initiale de l'alliage nécessite moins de quantité de phases précipitées pour durcir le matériau, et atteindre les 350HV (valeurs de référence).
- les phases précipitées intra-granulaires sont, dans ces états, beaucoup plus fines que dans l'EHM0%.

Ces deux éléments agissent simultanément pour favoriser la disparition des phases précipitées au sein des copeaux, après usinage. Dans l'EHM0%, les précipités sont plus épais, stables, et plus nombreux; leur disparition lors de l'usinage est donc réduite.

## *Relation entre la microstructure et l'usinage*

L'influence de la microstructure initiale sur le comportement du matériau à l'usinage est abordée dans cette partie. La partie 3 de ce chapitre a montré que la puissance de coupe engagée au cours de l'usinage est indépendante de la microstructure des matériaux EHM. Cependant, la répartition des efforts (normaux et tangentiels) est affectée par les variations microstructurales.

Pour toutes les profondeurs de passe réalisées, de 2µm à 40µm, les valeurs du coefficient de frottement apparent de l'EHM5% sont supérieures à celles de l'EHM0% (+5%). Cette tendance est accentuée pour les EHM10%, EHM20% et EHM40% (+15%). On observe que, afin de maintenir une dureté de 350HV, plus le taux de réduction initial est faible (faible écrouissage), et donc, plus le temps de traitement est long (créant des précipités stables, en plus grand volume, et de plus grandes dimensions), plus le coefficient de frottement apparent est faible. Ce coefficient augmente jusqu'à atteindre un maximum (à partir de 10% de déformation initiale). Cette tendance est observée, et ce, indépendamment de la profondeur de passe.

Nous allons mettre en vis à vis les évolutions de la quantité de précipités et des coefficient de frottement apparent $\bar{\mu}$, en fonction des taux de réduction initiaux, sur la Figure 153 :

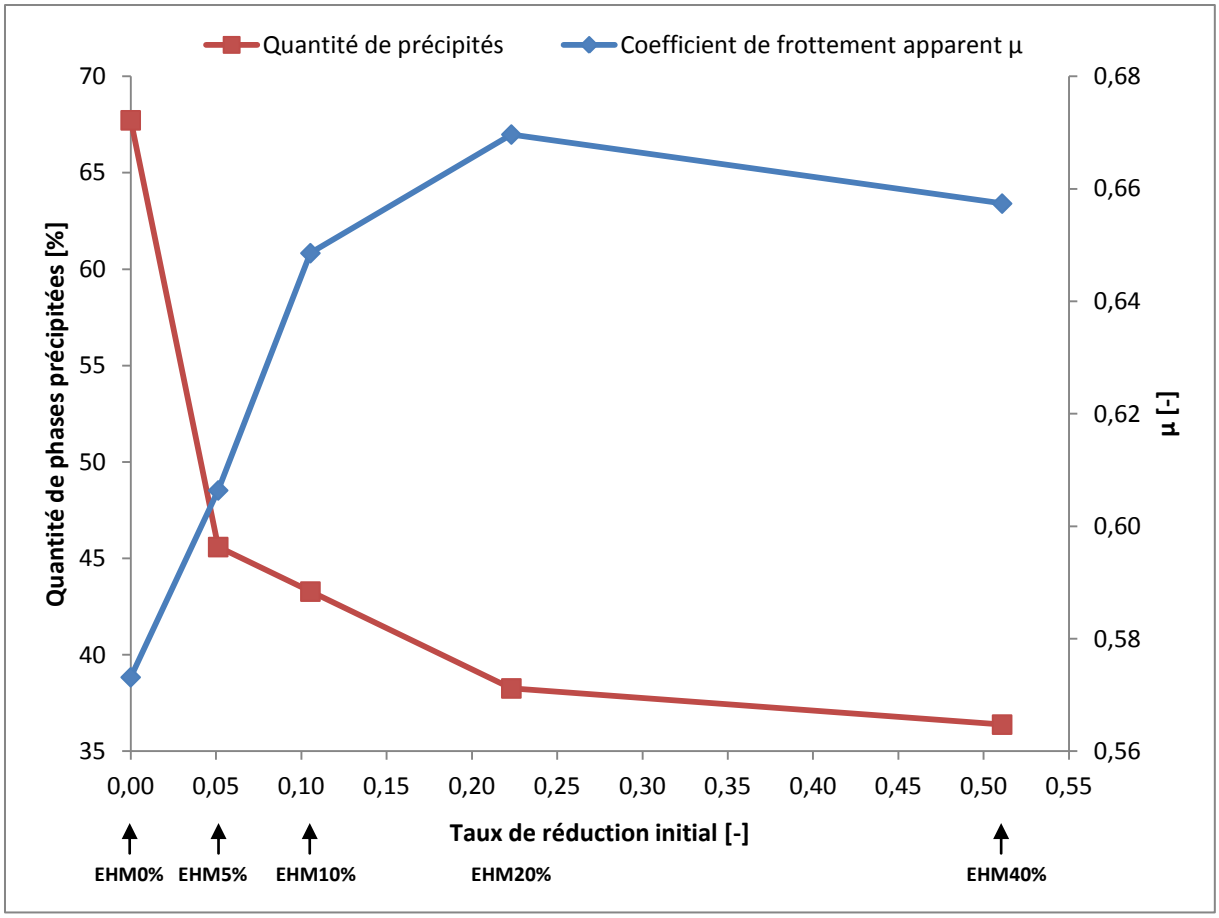



**Figure 153 : Evolution des quantités de phases précipitées, et du coefficient de frottement apparent des EHM, en fonction du taux de réduction initial**

Les courbes représentant l'évolution de la quantité de précipités avant usinage, mesurée par diffraction des rayons X, et celles représentant l'évolution du coefficient de frottement apparent sont complémentaires. Ces évolutions confirment l'importance du rôle de la microstructure dans le comportement à l'usinage. Pour une profondeur de passe donnée, à dureté équivalente, ce sont bien les taux de déformation initiaux et les fractions volumiques de phases précipitées qui régissent la répartition des efforts durant la coupe. Cependant, le fait d'avoir des alliages à dureté équivalente, il existe une relation forte entre taux de déformation initial et fraction volumique de précipités. Ces essais ne nous permettent donc pas de séparer l'influence de la déformation sur celle de la fraction volumique de précipités.

Pour ce faire, il nous est nécessaire de démarrer une discussion qui permettra confronter les résultats obtenus dans ce chapitre, avec ceux du chapitre précédent (étude de l'état de livraison).

# CHAPITRE V

# DISCUSSION

# 1) Rappel des principaux résultats

## a) Influence de la microstructure sur l'usinage

Dans les études menées aux chapitres 3 et 4, les effets de la microstructure sur l'usinage ont été mis en évidence. En effet, l'usinage dans des conditions similaires d'alliages ayant la même chimie et des duretés comparables, mais avec des microstructures différentes, a conduit aux constatations suivantes :

- évolution de l'effort global de coupe en fonction du matériau à profondeur de passe constante, présentant des variabilités :
  - micro-usinage ($a_p$ <5µm) : 7%
  - macro-usinage ($a_p$ >5µm) : 15%

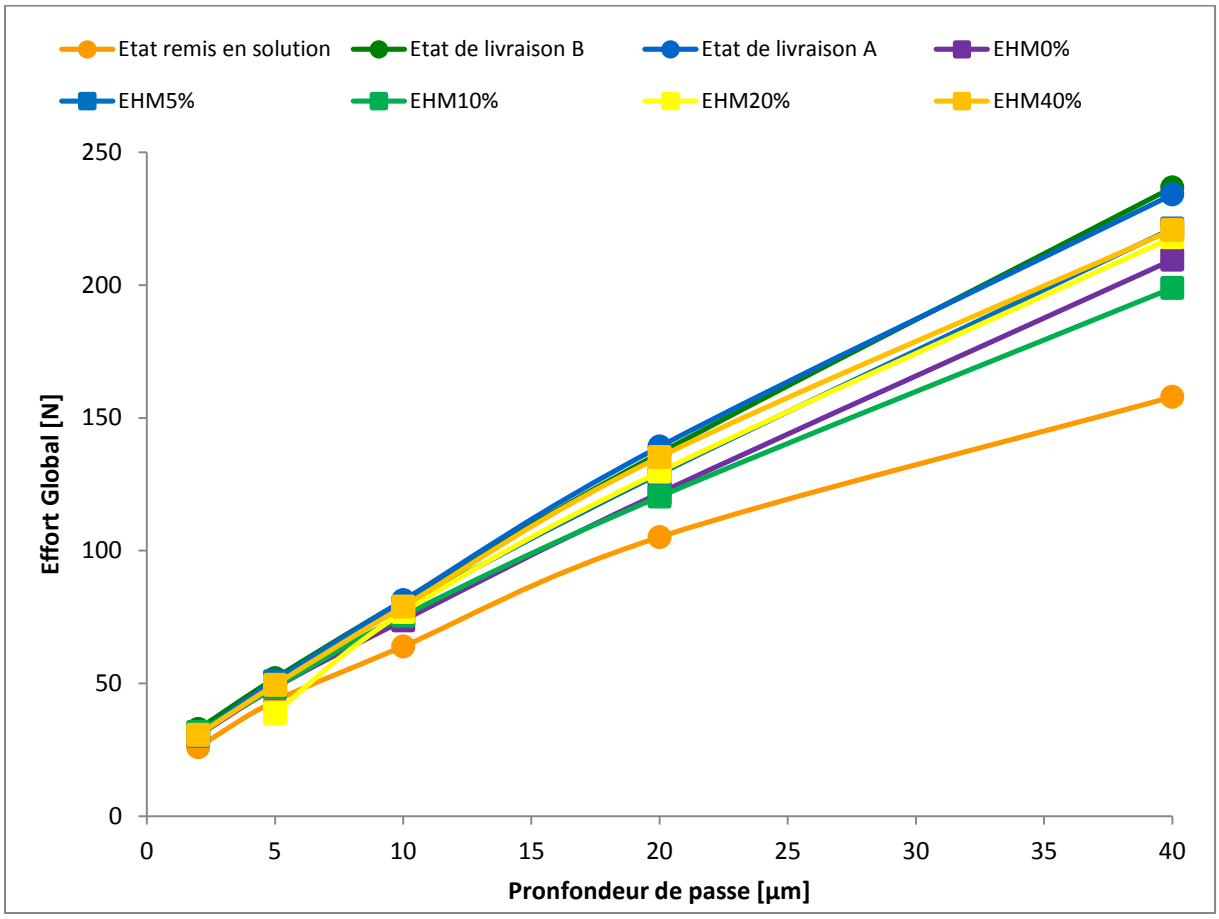



**Figure 154 : Evolution des efforts globaux de coupe en fonction de la profondeur de passe, pour l'ensemble des matériaux de l'étude (Etats de livraison et EHM)**

- grande importance de la profondeur de passe $a_p$ dans l'évolution du coefficient moyen de frottement apparent $\bar{\mu}$

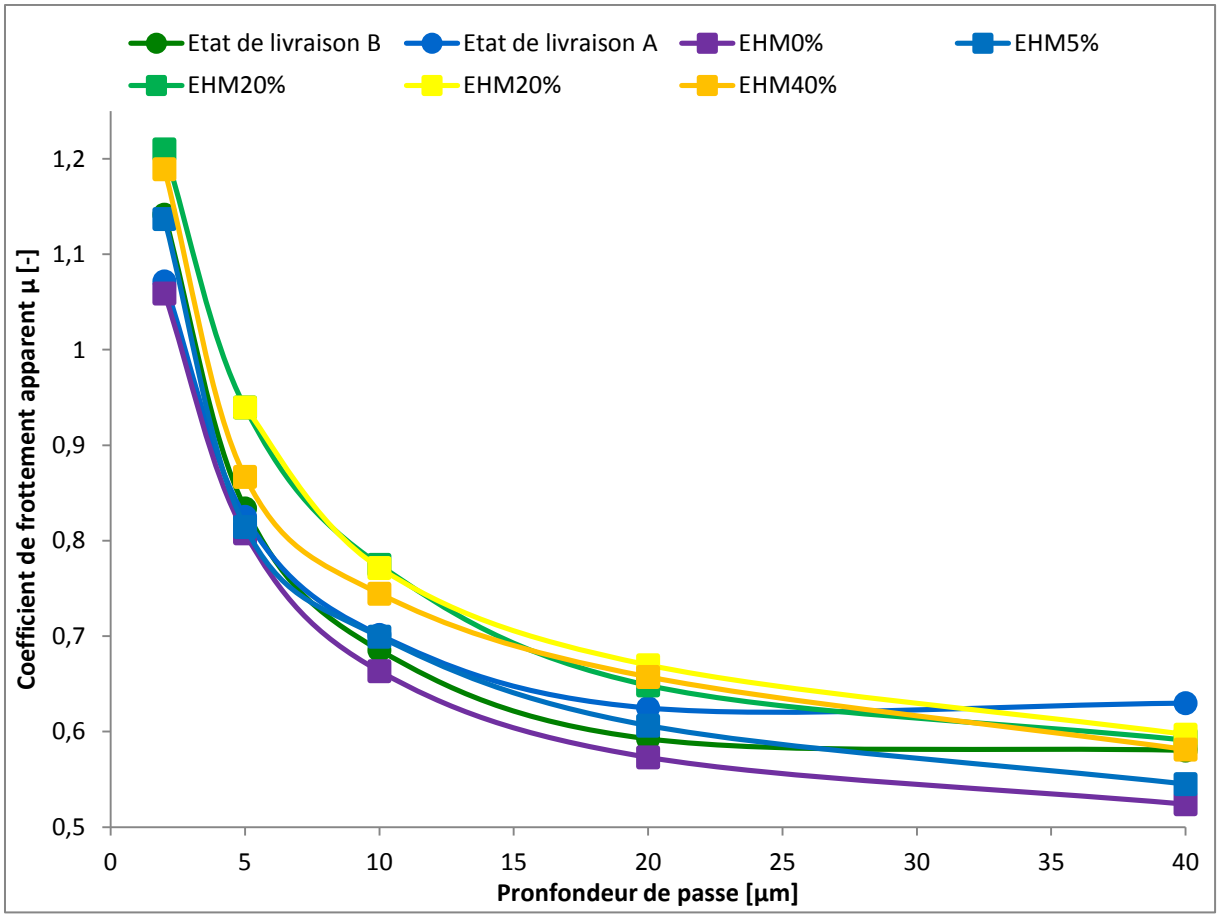



**Figure 155 : Evolution du coefficient de frottement apparent des matériaux de l'étude (état de livraison et EHM), en fonction de différentes profondeurs de passe**

En confrontant les résultats obtenus aux chapitres 3 et 4, on observe que le coefficient de frottement apparent moyen diminue lorsque la profondeur de passe augmente. Dans le cas d'un usinage « macroscopique » (passes de 20 et 40µm), une évolution plus faible du coefficient de frottement apparait. A l'inverse, pour de faibles profondeurs de passe (micro-usinage), une augmentation très significative de µ est observée, jusqu'à devenir supérieur à l'unité (indiquant que l'effort normal devient supérieur à l'effort tangentiel).

- influence de la microstructure sur l'évolution de $\bar{\mu}$

Il a été observé que, pour les profondeurs de passe importantes (supérieures à 40µm), les matériaux EHM présentent des coefficients de frottement inférieurs à ceux des matériaux à l'état de livraison (A et B).

## b) Effet de l'usinage sur la microstructure

L'usinage des EHM et des matériaux à l'état de livraison conduit aux résultats suivants :

- une augmentation du taux de déformation dans les copeaux
- une variation de la quantité de phase des précipités après usinage

## *Taux de déformation*

Le modèle analytique de formation des copeaux a permis d'estimer les taux de déformation dans la bande de cisaillement principale : ils évoluent de $\gamma = 2,7$ à $\gamma = 3,92$ dans le matériau à l'état de livraison pour des passes de 2 µm à 40µm.

Les résultats du modèle analytique montrent que la diffusion de la chaleur a un effet plus prononcé que le travail plastique, en effet, la température $\theta_{BCP}$ augmente alors que le cisaillement $\gamma$ diminue avec la profondeur de passe $a_p$.

L'augmentation de la température dans la bande de cisaillement $\theta_{BCP}$ et de la longueur de contact $l_c$ avec la profondeur de passe compensent l'effet de la baisse de la vitesse de copeau $V_c$. On observe également que la température moyenne à l'interface $\overline{T_{int}}$ augmente avec la profondeur de passe $a_p$. Les tendances reproduites par le modèle sont conformes aux mesures de températures réalisées.

On constate également les effets directs de la déformation plastique sur la microstructure : les îlots de Pb et les lamelles de phase γ-BeCu inter-granulaires se déforment au cours de l'usinage. Pour le plomb, on passe de sphères de 0.8µm de diamètre à des zones allant jusqu'à 8µm de longueur après usinage.

Enfin, on observe sur la plupart des échantillons la propagation de fissures (totale ou interrompue), et plus spécifiquement dans le matériau à l'état de livraison.

## *Quantité de phases*

Les quantifications des phases présentes permettent de suivre l'évolution de la microstructure après usinage : pendant l'opération d'usinage, entre 75 et 99% des précipités ont été dissouts, et ce, dans l'ensemble des matériaux (état de livraison + EHM). La lecture du diagramme d'équilibre nous montre que la dissolution des précipités n'est possible que par un passage au delà de 620°C ou, selon nos essais, qu'après un maintien long à 450°C-500°C.

La Figure 156 résume l'ensemble des résultats obtenus :

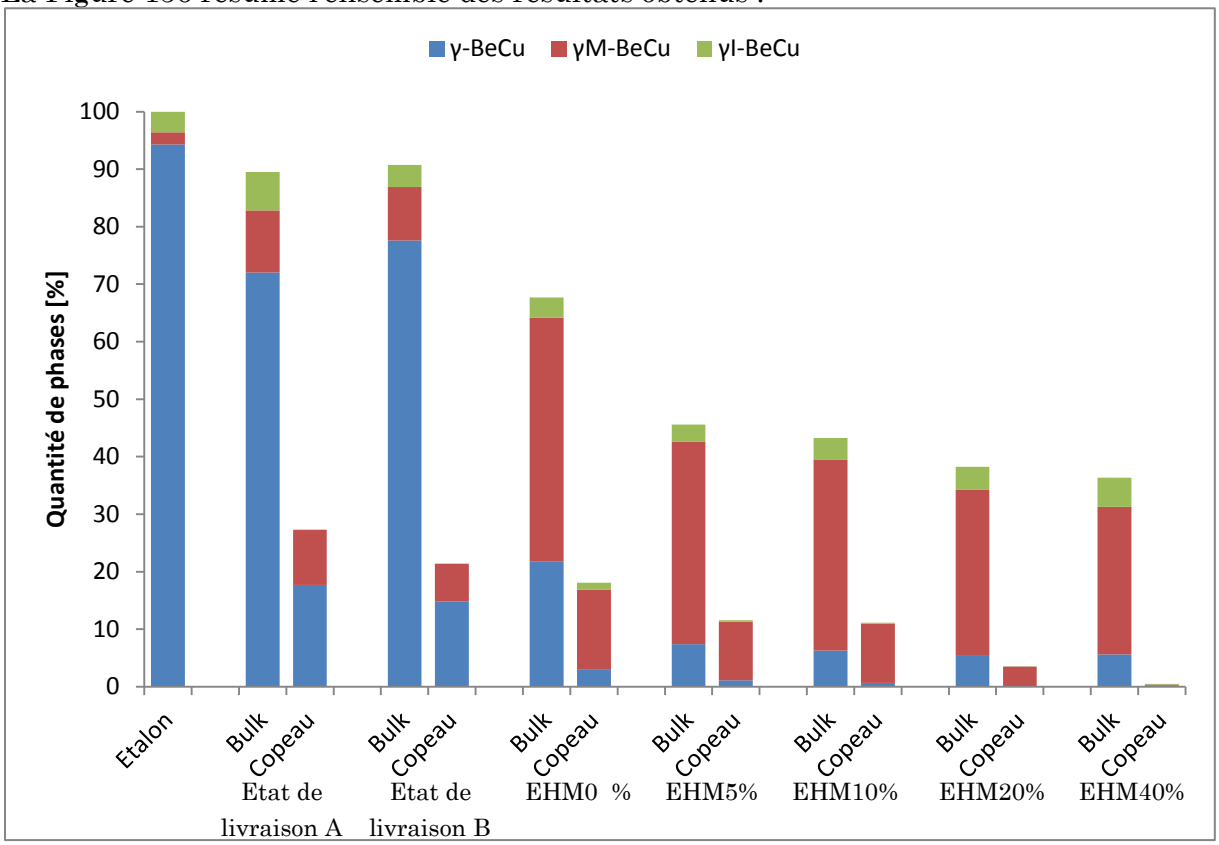



**Figure 156 : Quantification des phases précipitées dans les matériaux de l'étude (état de livraison et EHM) ainsi que dans les copeaux issus de leur usinage ($a_p$ = 20µm)**

L'usinage de ces différents matériaux permet de suivre les cinétiques de dissolution des phases précipitées, dans les mêmes conditions d'usinage ($a_p$ = 20µm). On observe, pour l'ensemble des EHM que les quantités de phases γM-BeCu et γI-BeCu présentes dans les copeaux sont respectivement à hauteur de 25% et 4%. Pour les EHM ayant un taux de déformation initial supérieur à 5%, la phase γ-BeCu est totalement dissoute. En revanche, l'EHM0% maintient 20% de la quantité initiale de phase γ-BeCu. Pour les matériaux à l'état de livraison, la phase γI-BeCu disparait totalement et le taux de phase γ-BeCu diminue fortement (54%). En revanche, la proportion de γM-BeCu reste stable.

## 2) Mécanisme de dissolution et de réversion

Comme nous l'avons rappelé au chapitre I.A.5., la réversion consiste en une transformation de l'état métallurgique du matériau (et donc des propriétés physiques et mécaniques) suite à une montée très rapide et très brève de la température franchissant ou non les températures de solvus des phases métastables. De ce fait, on l'appelle également rétrogression bien qu'un sur-vieillissement puisse conduire à un nouveau gain de propriété, comme cela est observé dans le cas du soudage d'alliage à base d'aluminium. Techniquement, il s'agit d'une dissolution.

L'apparition de ce phénomène est liée à la stabilité des précipités en fonction de leur rayon. En effet, suivant l'équation de Gibbs-Thomson, les précipités portés à une température supérieure à la température d'équilibre (liée à leur dimension) subissent une dissolution. Dans les mécanismes de croissance, la coalescence des particules s'amorce à des températures inférieures au solvus des précipités, contrairement aux mécanismes de dissolution qui s'opèrent à hautes températures. La réduction de la stabilité thermique des petites particules (précipités intra-granulaires) peut être expliquée en considérant l'équation de Gibbs-Thomson, qui relie la concentration Ci de l'interface matrice/précipité à l'énergie interfaciale  et au rayon r du précipité :

$$C_i = C_e . e^{\left(\frac{2\sigma V_m}{rRT}\right)}$$

où :

- $C_e$ est la concentration à l'interface du soluté, à l'équilibre, sans unité
- σ est la tension de surface, exprimée en [$J.m^{-2}$]
- $V_m$ est le volume molaire de la particule, exprimé en [$m^3.mol^{-1}$]
- r est le rayon de la particule, exprimé en [m]
- R est la constante universelle des gaz parfaits, ayant pour valeur 8,314 $J.K^{-1}.mol^{-1}$
- T est la température, exprimée en [K]

Il est également possible d'obtenir une expression explicite du rayon critique r*. En dessous de cette valeur, le précipité sera dissout. Au delà, sa croissance sera privilégiée durant la coalescence. L'expression de r* est donnée ci-après :

$$r^* = \frac{2\sigma V_m}{rRT}\left(ln\left(\frac{C_m}{C_e}\right)\right)^{-1}$$

où :

- $C_m$ est la concentration moyenne du soluté dans la matrice, sans unité

De par la dépendance de *r** à la valeur de la concentration *Ce*, la stabilité du précipité est sensible au changement de température au cours du traitement.

Dans les premières étapes de la réversion, la fraction volumique des précipités décroit rapidement car les plus petits disparaissent (ce phénomène est parfaitement connu dans le cas des alliages ZnAlMg). Cette dissolution entraine une augmentation de la teneur en béryllium dans la matrice. Certains auteurs mettent en avant que le processus de réversion est incomplet lorsque le vieillissement de l'alliage est réalisé à basse température (280°C dans les travaux de Mishima et al.[21]). Ils en déduisent alors que la réversion ne peut être complète si la précipitation discontinue de la phase γ-BeCu inter-granulaire apparait (aux joints de grains). Mais ce point est remis en cause par de nombreux auteurs comme le montre par exemple Tkhagapsoev[22].

On postule alors que des mécanismes de réversion ou de dissolution sont actifs au cours du procédé d'usinage en coupe orthogonale.

## a) Modèles de dissolution en régime isotherme

Dans un premier temps, nous allons analyser la dissolution en régime isotherme de précipités en déterminant la vitesse de dissolution. Parmi tous les modèles existants, nous ne retiendrons que deux d'entre eux qui ont la particularité d'être simples à appliquer dans notre cas :

- le modèle présenté par Enomoto et al.[60] pour des particules sphériques
- le modèle Hewit et Buttler[61] qui s'appuie sur les travaux théoriques des équipes de Aaron[62] et de Nolfi[63], adapté pour particules plate-like plus proches de celles que nous rencontrons dans nos alliages

Le modèle d'Enomoto[60] et Nojiri[64] montre que les cinétiques de croissance et de dissolution de phases précipitées, contrôlées par des mécanismes de diffusion, sont influencées par les tensions de surfaces générées à l'interface matrice-précipité. En s'appuyant sur les travaux de Kolodner[65], ils démontrent que l'hypothèse couramment acceptée d'interfaces stationnaires n'est pas valable dans le cas de la sursaturation. Ils développent alors une nouvelle méthode prenant en compte la courbure du réseau à l'interface matrice-précipité, à partir de l'équation de diffusion appliquée à un précipité de forme sphérique :

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D\left(\frac{\partial^2 c}{\partial r^2} + \frac{2}{r}\frac{\partial c}{\partial r}\right)$$

qui peut se réécrire sous la forme :

$$\frac{\partial\big((c - c_0)r\big)}{\partial T} = \frac{\partial^2\big((c - c_0)r\big)}{\partial R^2}$$

après introduction d'un paramètre adimensionnel de durée normalisée (T) :

$$T = \frac{D.t}{{r_0}^2}$$

Enomoto et al.[60] montrent alors que la concentration du soluté à l'interface matrice/précipité permet de décrire la dissolution des précipités, et que le temps caractéristique régit la distance de migration :

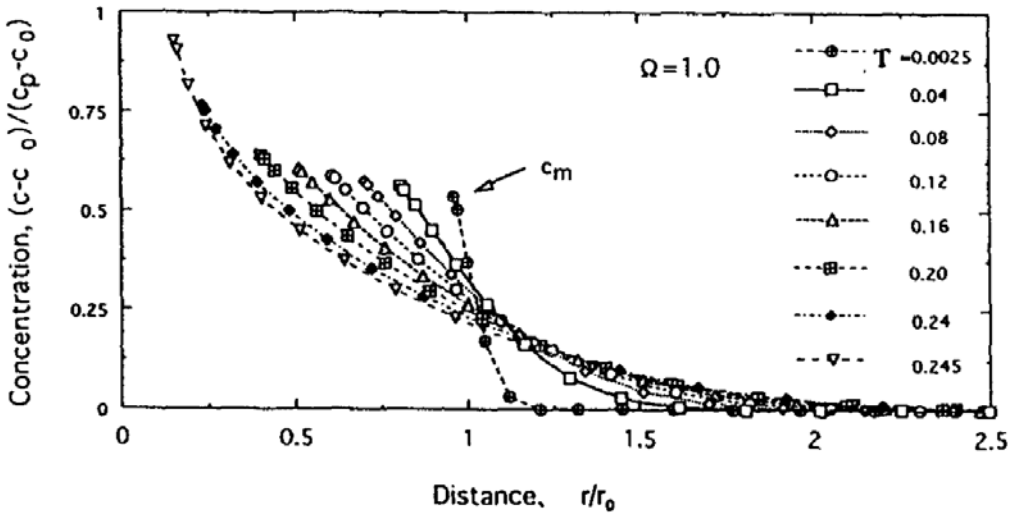



**Figure 157 : Evolution de la distance de diffusion à l'interface matrice/précipité pour différents paramètres T adimensionnels normalisés**

L'application de ce résultat dans le cas des C17300 (bien que la forme des précipités ne soit pas sphérique) conduit à l'obtention de la Figure 158 et de la Figure 159, qui illustrent l'influence du temps, de la température et de la taille des précipités sur la distance parcourue par les atomes de béryllium. On peut alors tracer les réseaux de courbes qui suivent :

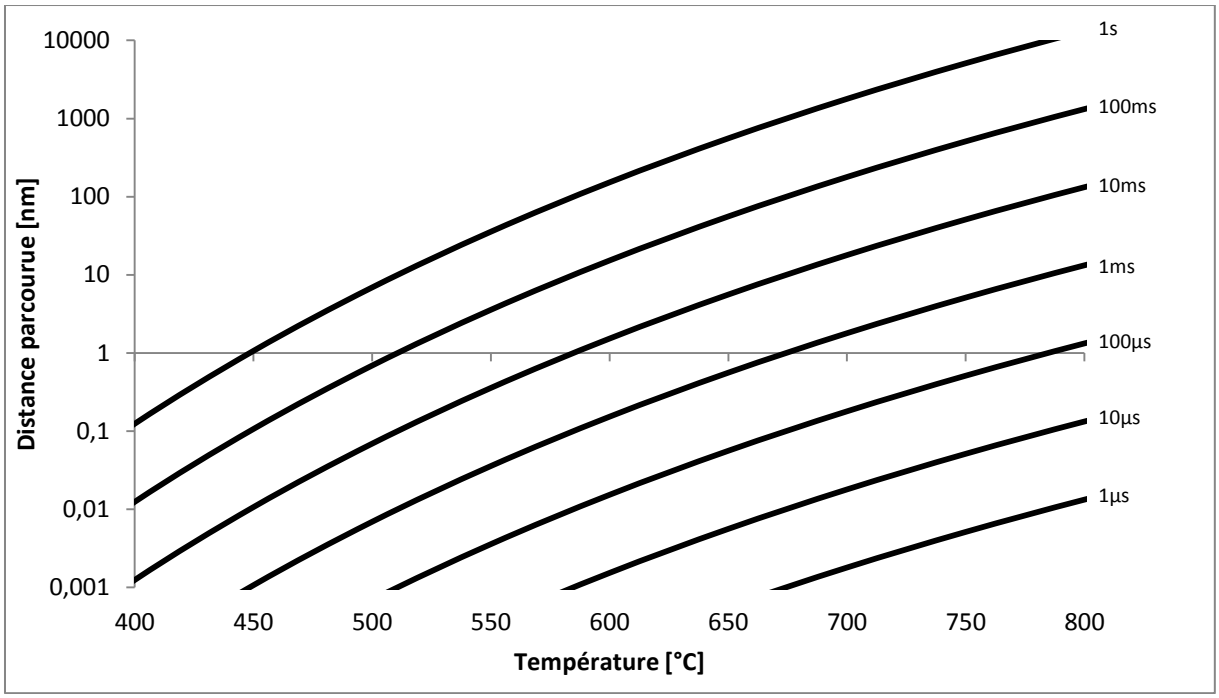



**Figure 158 : Evolution de la distance de diffusion à l'interface matrice/précipité en fonction de la température pour différents temps de maintien, considérant une taille de précipité fixée à 5nm**

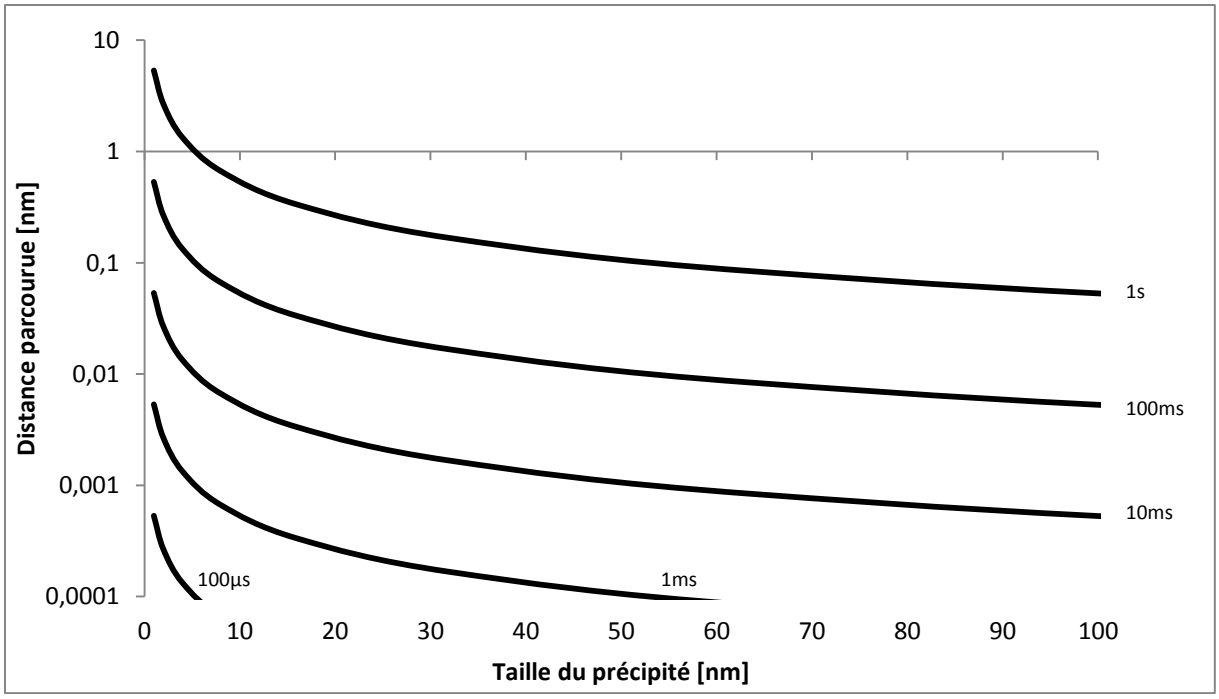



**Figure 159 : Evolution de la distance de diffusion à l'interface matrice/précipité en fonction de la taille du précipité pour différents temps de maintien à 450°C**

Pour obtenir une distance de diffusion des atomes des précipités vers la matrice égale à 1nm, ces relations nous indiquent qu'il est nécessaire d'atteindre les couples température/temps suivant :

- 450°C durant 1s
- 510°C durant 0.1s
- 580°C durant 10ms
- 800°C durant 10µs

De même, pour une température de traitement fixée à 450°C, la taille du précipité influence le temps de diffusion, puisque pour déplacer l'atome de 1nm, il est nécessaire de maintenir cette température de traitement durant :

- 1s pour une taille de précipité de 5nm
- 0,1s pour une taille de précipité de 1nm

Ces résultats montrent clairement l'influence combinée de la durée et de la taille des précipités sur la vitesse de dissolution.

Ces résultats sont confirmés par les modèles de dissolution des précipités en régime isotherme. En effet, suivant les travaux de Nemoto[66] et de Hewit et Buttler[61], il est montré que le flux de lacunes (si on considère un régime lacunaire de diffusion) peut être induit par un champ de contrainte (cisaillement). Adapté à notre problème, la vitesse de dissolution des précipités en forme de disque prend la forme suivante :

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\frac{\sigma . v . D}{L_Z . k . T}}{\left(1 - \frac{V_m^{Be}}{V_m^{precipité}}\right)}$$

où :

- $D$ est le coefficient d'interdiffusion[67] avec $D$ = 3,2. $10^{-16}$ m².s$^{-1}$ à 550°C
- $v$ est le volume atomique du béryllium : 5,8.$10^{-30}$ m$^3$
- $k$ est la constante de Boltzmann : 1,38064852.$10^{-23}$ kg.m².s$^{-2}$.K$^{-1}$
- $T$ est la température absolue, exprimée en [K]
- $L_Z$ est la distance effective de diffusion, qui est fixée égale à la dimension du précipité[68]
- est la contrainte au voisinage du précipité, exprimée en [MPa]

La contrainte peut être évaluée par la relation :

$$= - G.e$$

où :

- $G$ est le module de cisaillement[69]: $G$=0,485.$10^{11}$ N.m$^{-2}$
- $e$ est le désaccord paramétrique à l'interface précipité/matrice.

A partir des travaux de Watanabe[58], les composantes moyennes de la déformation associée au désaccord paramétrique pour la phase γ-BeCu sont :

$$\varepsilon_{11} = \varepsilon_{22} = 0{,}05.10^{-3} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{33} = -0{,}25.10^{-3}$$

Pour tous les autres précipités de la séquence de précipitation, les composantes de déformation $\varepsilon_{11}$ évoluent de -0,11.$10^{-3}$ à -0,25.$10^{-3}$. Une valeur moyenne acceptable pour le désaccord paramétrique est donc $e$ = -0,2.$10^{-3}$. Le volume molaire du précipité (on considère ici la phase γ-BeCu) a été calculé à partir des valeurs du paramètre de maille mesuré par diffraction des rayons X : $V_m^{précipité}$ = 1,18.$10^{-5}$ m$^3$.mol$^{-1}$ (on donne également $V_m^{Be}$= 4,85.$10^{-6}$ m$^3$.mol$^{-1}$). A partir de ces valeurs, la vitesse de dissolution isotherme est égale à 0,62 nm.s$^{-1}$. Ainsi, pour arriver à la dissolution totale d'un précipité, comme dans notre cas, et en considérant les phases métastables ayant les plus petites dimensions (2nm de largeur pour les EHM40%), en surestimant la température de contact à 550°C (supérieure de 150°C à celle mesurée par le thermocouple intrinsèque), un temps d'interaction en température (au cours de l'opération d'usinage) de 1,6 secondes est nécessaire (on rappelle que la vitesse de coupe utilisée dans le cas de l'usinage orthogonale est de 0,83m.s$^{-1}$). D'après cette modélisation, il est peu probable que les temps d'interaction soient suffisamment longs pour permettre la migration des atomes de béryllium du cœur des précipités jusque dans la matrice.

## b) Estimation des temps d'interaction (application du modèle de formation du copeau)

L'utilisation du modèle analytique de formation du copeau appliqué au chapitre 3 permet, à partir des efforts mesurés, d'estimer les temps de transit et les températures de coupe de chacun des matériaux. Par cette méthode, nous avons vu que, dans le cas le plus favorable ($a_p$=40µm donne les températures les plus élevées et le temps d'interaction les plus longs), les températures de BCP et BCS atteignaient respectivement 210°C et 360°C, et 35µs pour les temps de transit dans la BCP.

Les temps de transit dans la bande de cisaillement peuvent être calculés à partir du modèle physique présenté et utilisé pour déterminer les températures et les contraintes de cisaillement effective dans cette même bande, à partir de la relation :

$$t_{BCP} = \frac{h_{BCP}}{v_{BCP}^{N}}$$

où :

- $v_{BCP}^{N}$ est la vitesse de déplacement normale de la bande de cisaillement, exprimée en [m.s$^{-1}$]
- $he_{BCP}$ épaisseur de la bande de cisaillement, déterminée directement sur les copeaux d'usinage, exprimée en [m]

Le Tableau 45 indique les valeurs obtenues pour chacune de ces grandeurs et pour chacune des profondeurs de passe dans le cas des matériaux à l'état de livraison A :

| Profondeur de passe (µm) | Temps de Transit dans la BCP (µs) | Temps de transit dans la BCS (µs) | Température mesurée à l'interface (°C) |
|---|---|---|---|
| **5** | 7,5 | 63,7 | 220 |
| **10** | 13,1 | 84,3 | 259 |
| **20** | 24,3 | 134,6 | 313 |
| **40** | 33,0 | 257,8 | 387 |

**Tableau 45 : Temps de transit calculés et température mesurée à l'interface pour des profondeurs de passe allant de 5 à 40µm**

Dans le cas des EHM, les mêmes calculs conduisent aux valeurs suivantes pour la profondeur de passe $a_p$ = 20µm :

| EHM | Temps de transit dans la BCP (µs) | Température mesurée à l'interface (°C) | Temps de transit dans la BCS (µs) |
|---|---|---|---|
| **0%** | 25,4 | 271 | 126,7 |
| **5%** | 29,8 | 276 | 139,2 |
| **10%** | 32,9 | 286 | 154,9 |
| **20%** | 32,5 | 290 | 163,9 |
| **40%** | 35,3 | 297 | 158,7 |

**Tableau 46 : Temps de transit et température à l'interface calculés pour la profondeur de passe 20µm pour les différents EHM**

Par cette méthode, on voit que, dans le cas le plus favorable ($a_p$=40µm), les températures de BCP et BCS atteignaient respectivement 210°C et 360°C, et le temps de séjour d'une "particule" n'excède donc pas des temps de l'ordre de 33µs dans la zone de cisaillement primaire et près de 260µs dans la zone de cisaillement secondaire.

La température et le temps de maintien ne peuvent donc conduire à la dissolution observée si le seul mécanisme de diffusion lacunaire est envisagé, ni même à la stabilisation quelconque de l'une des phases métastables. L'application d'un modèle de

diffusion isotherme montre qu'avec nos conditions, la vitesse de dissolution est de l'ordre de 0,62 nm.s$^{-1}$. Ce résultat montre clairement que le mécanisme de diffusion seul ne peut être la cause de la dissolution des phases précipitées observée.

Il apparait donc nécessaire de faire intervenir d'autres mécanismes liés à la diffusion couplés à des mécanismes de déformation pour expliquer les effets observés dans cet alliage. D'autres paramètres physiques doivent donc être considérés.

### c) Influence de la taille de précipité sur la température de réversion

Le principal paramètre gouvernant le phénomène de réversion, hormis la température et la durée de maintien, est la dimension et la géométrie des précipités.

En s'appuyant sur les travaux de Kelli et Niklson[70] et de Morokhov[71], Tkhagapsoev[22] a montré que l'intensité du phénomène de réversion ne dépendait pas uniquement du degré d'instabilité d'un précipité, mais également des phénomènes à l'interface précipité/matrice indépendamment de la nature du précipité. Ces travaux montrent que la proportion d'atomes situés à l'interface augmente avec l'abaissement de la taille du précipité. Il est mis en évidence que la température de dissolution des phases précipitées est liée à la taille de la particule. Ainsi, l'évolution de la température de réversion en fonction de la taille d'un précipité de forme circulaire (*plate-like*) est régie par la relation suivante :

$$T_x = T_0 e^{\left(-\frac{2\sigma V}{x\lambda}\left(1-\frac{A}{2x}\right)\right)}$$

où :

- To est la température de transformation (solvus), exprimée en [K]
- V est le volume atomique de phases précipitées, exprimé en [m$^3$]
- λ est l'énergie d'activation, exprimée en [J.mol$^{-1}$]
-  est la tension superficielle de surface, exprimée en [J.m$^{-2}$]
- A est un paramètre géométrique, exprimé en [m]
- x est l'épaisseur du précipité, exprimé en [m]

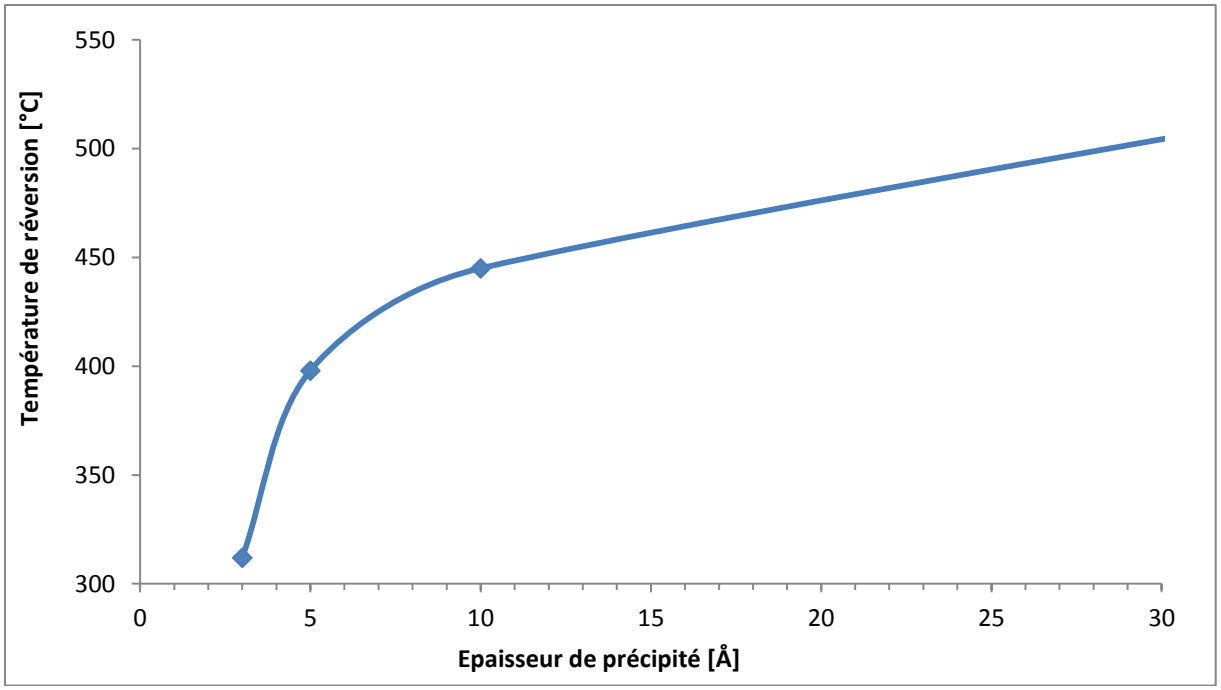



**Figure 160 : Evolution de la température de réversion en fonction de la taille de précipité de la phase γ-BeCu**

Pour des précipités de la phase γ-BeCu de 0,5nm d'épaisseur ($T_{solvus}$ = 620°C), la température de réversion est abaissée à 398°C, alors que des précipités de 0,3nm d'épais voient leur température de réversion portée à 312°C, soit 86°C d'écart.

De même, du fait de la dissolution, la concentration de béryllium dans la matrice évolue :

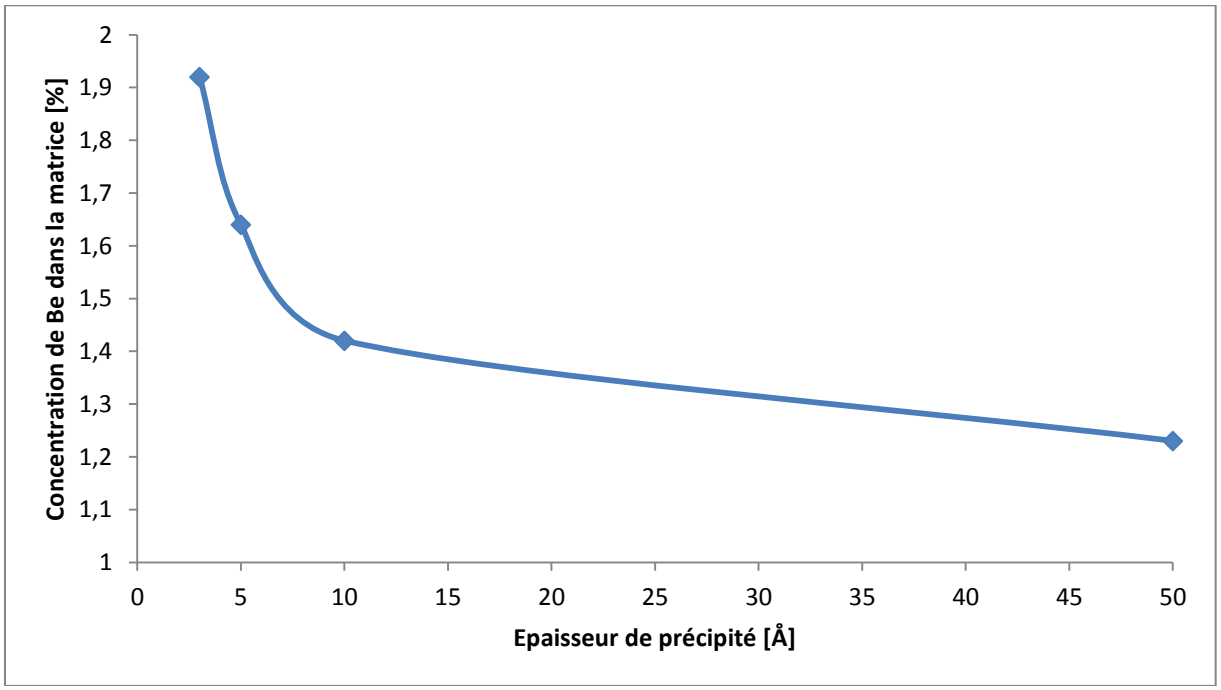



**Figure 161 : Evolution de la concentration de béryllium dans la matrice en fonction de la taille de précipité de la phase γ-BeCu**

## *Cas du C17300*

Dans les cas des EHM, les précipités les plus épais observés mesurent près de 30nm, alors que les plus fins sont proches de 2nm. Or, au cours de l'usinage, le cisaillement intense généré par le procédé amène très certainement une fragmentation des précipités. En effet, dans les travaux de Rabkin et Buinov[72] portant sur le comportement en fatigue des précipités θ' dans les alliages Al-Cu, il a été observé qu'une sollicitation cyclique peut être la cause de la fragmentation de précipités ayant des morphologies comparables à celles observées dans notre étude. De la même façon, Mac Eavily et al.[73] observent ce même phénomène en cisaillement simple. Dans le cas de la coupe orthogonale, la déformation plastique est estimée par le modèle analytique à des valeurs de $\gamma \approx 3$ dans la bande de cisaillement primaire. Ce cisaillement est suffisamment intense pour permettre la fragmentation des précipités. Si on admet que les précipités formés sont cohérents ou semi-cohérents (pour les phases $\gamma_M$-BeCu et $\gamma$-BeCu intra-granulaires, Monzen et al.[11] ont montré que ces précipités étaient cohérents avec la matrice), leur cisaillement est possible. Une estimation des tailles de précipités appartenant à la phase $\gamma_M$-BeCu a été réalisée à partir des analyses des profils de raies de diffraction des rayons X dans l'EHM0%, et met en évidence une réduction des domaines cohérents de diffraction significative (le principe de calcul sera présenté ultérieurement paragraphe 3-b) :

- avant usinage : 110 nm
- après usinage : 3,5 nm

Lorsqu'un précipité est cisaillé, son rayon décroit par dissolution s'il est porté à une température telle qu'il ne puisse se trouver à l'équilibre (relation de Gibbs-Thomson). Si ce processus de diffusion est actif, il s'accompagne simultanément d'une réduction de la dimension du soluté par le mouvement des atomes vers la matrice. Une réduction de la taille de ces particules entraine alors une réduction de leur température de réversion, et peut autoriser leur dissolution.

## *Estimation des températures de réversion*

A partir des températures de solvus des phases majoritaires dans chacun des EHM, et en tenant compte des tailles de leurs précipités intra-granulaires (avec et sans cisaillement), il est possible d'estimer les températures de réversion de ces alliages :

| EHM | Epaisseur des précipités intra-granulaires [nm] | Température de solvus considéré [°C] | Température de réversion [°C] |
|---|---|---|---|
| **0%** | 30 | 620 | 526 |
| **0%$_{cisaillé}$** | 3,5 | 420 | 326 |
| **5%** | 3,5 | 420 | 326 |
| **10%** | 2,5 | 420 | 315 |
| **20%** | 2 | 420 | 301 |

**Tableau 47 : Estimation des températures de réversion pour chacun des EHM**

Ces résultats sont obtenus par extrapolation des résultats de Tkhagapsoev[22]. Ils sont conformes également aux valeurs qui conduisent à une rétrogression des propriétés observée par Mishima pour des alliages vieillis à une température comprise en 300°C et 400°C. On fixe alors la température de réversion des précipités de petites tailles à 350°C, quelque soit le type de précipité.

## 3) Modèle de réversion assistée en cours d'usinage

Afin de prendre en compte l'ensemble de ces paramètres physiques dans le cas des phénomènes de diffusion dans les alliages C17300, et d'expliquer la dissolution des phases précipitées au cours de l'usinage, il est nécessaire de définir et calculer un coefficient de diffusion effectif à partir des données microstructurales décrivant nos matériaux. Développé par Campbell et al.[74] (dans le cas de l'usinage grande vitesse d'alliages base aluminium 7074) pour expliquer par diffusion la formation de précipités dans des copeaux d'AlCu, ce modèle prend en compte la combinaison des effets de la température et du temps de diffusion corrélés aux temps d'usinage.

### a) Détermination du coefficient de diffusion effectif $D_{eff}$

Ce modèle s'appuie notamment sur les travaux de Ballufi[75]. La distance de diffusion des atomes présents dans les précipités, notée $x$, peut être estimée grâce à l'équation suivante :

$$\langle x \rangle^2 = \int_0^t D_{eff}\big(T(t')\big)dt'$$

où :

- $D_{eff}(T)$ est le coefficient de diffusion effectif, dépendant de la température, exprimé en $[m^2.s^{-1}]$
- $T(t')$ est la température de la zone usinée, dépendant du temps d'opération, exprimée en [°C]
- t et la durée de l'interaction outil/copeau, exprimée en [s]

Ce modèle prend en compte simultanément trois composantes, calculées à partir des énergies d'activation :

- la diffusion dans le volume de la matière ($D_{bulk}$)
- la diffusion au cœur des dislocations ($D_{disloc}$)
- la diffusion le long des joints de grains ($D_{GB}$)

D'après les travaux de Balluffi[75], appliqués au cas des matériaux CFC, les relations entre les différentes énergies d'activation sont données par :

$$Q_{disloc} = 0{,}6.\,Q_{bulk} \quad et \quad Q_{GB} = 0{,}5.\,Q_{bulk}$$

Campbell montre qu'il est alors possible d'établir un coefficient de diffusion effectif, prenant en compte l'influence de la température et de la déformation plastique :

$$D_{eff}(T) = (1 - f - g).\,D_{bulk}(T) + f.\,D_{disloc}(T) + g.\,D_{GB}(T)$$

$$f = \rho_{disloc}.\pi.R_{disloc}^2$$

$$g = \frac{\delta}{d}$$

où :

- $d$ est la taille de grains, exprimée en [m]
- $\delta$ est l'épaisseur d'un joint de grain, estimée à 4 distances inter-réticulaires (1,4nm), exprimée en [m]
- $R_{disloc}$ est le rayon de dislocation, dont la valeur est fixée à 0,54nm
- $\rho_{disloc}$ est la densité de dislocation, exprimée en [$m.m^{-3}$]

Chacun des coefficients de diffusion est donné par la relation suivante :

$$D(T) = D_0.\,e^{\left[-\frac{Q}{RT}\right]}$$

où :

- $D_0$ est le coefficient pré-exponentiel exprimé en [$m^2.s^{-1}$]
- Q est l'énergie d'activation, exprimée en [$J.mol^{-1}$]
- R est la constante universelle des gaz parfaits, ayant pour valeur 8,314 $J.K^{-1}.mol^{-1}$
- T est la température à laquelle s'effectue la diffusion, exprimée en [K]

Le calcul du coefficient de diffusion effectif est obtenu à partir des valeurs du coefficient de diffusion dans le volume $D_{bulk}$ qui est dépendant de la température. Les travaux de Butrymowicz et al.[67] donnent l'évolution de $D_{bulk}$ pour des températures variant entre 525°C et 900°C, au sein de la phase $\gamma$-BeCu et de la matrice $\alpha$-CuBe. Dans le cas de la réversion de précipités, c'est au sein de la matrice que les atomes de béryllium vont diffuser. L'extrapolation des données de Butrymowicz et al.[67] aux plus faibles températures nous permet d'accéder au coefficient pré-exponentiel et à l'énergie d'activation :

$$Q_d = -(-1{,}95.10^4).R = 1{,}62.10^5\,J$$

$$D_0 = e^{-12{,}11} = 5{,}5.10^{-6}\,m^2.s^{-1}$$

Appliqué au cas du C17300, ce coefficient de diffusion effectif permet d'estimer la distance de diffusion $\langle x \rangle$ des atomes de béryllium au cours de l'opération d'usinage en appliquant la relation intégrale.

## b) Estimation de $D_{eff}$ dans le cas des C17300

Comme nous l'avons rappelé, la distance de diffusion effective des atomes est régie par la diffusion dans le volume ($D_{bulk}$), la diffusion dans les dislocations ($D_{disloc}$) et par la diffusion dans les joints de grain ($D_{GB}$). La valeur de $D_{disloc}$ est fortement dépendante du rayon de cœur des dislocations et de la densité de dislocation ρ, qu'il convient d'estimer pour chacun des matériaux analysés. Enfin, $D_{GB}$ dépend de l'épaisseur du joint de grain considéré et de la taille des grains $d$ dans le copeau. Grâce à l'analyse des profils obtenus par diffraction des rayons X, nous pouvons accéder aux paramètres manquant : $\rho$ et $d$.

### *Méthode d'analyse des profils de diffraction*

L'application de la méthode dite des "largeurs intégrales de Voigt" proposée par de Keijser et Langford[76], permet d'estimer le taux de dislocation présent dans un polycristal. On utilise alors les raies de diffraction Co-$K_\beta$ $(111)_{\alpha\text{-CuBe}}$ (monochromatique) mesurées sur les matériaux après sur-vieillissement, avant et après usinage. Cette méthode nécessite un échantillon standard dans un état présentant de faibles taux de dislocations : l'échantillon obtenu après remise en solution peut jouer ce rôle. Après déconvolution des profils expérimentaux par le profil dit standard, la méthode des largeurs intégrales s'appuie sur la forme du profil mesuré, notamment sur la largeur à mi-hauteur (2ω) et la largeur intégrale (β) :

| Matériau | Position angulaire 2θ $(111)_\alpha$ [°] | Largeur à mi-hauteur 2ω [°] | Largeur intégrale β [°] | $\frac{2\omega}{\beta}$ |
|---|---|---|---|---|
| **Etat remis en solution** | 46,126 | 0,479 | 0,531 | 0,902 |
| **EHM0%** | 45,828 | 0,808 | 1,023 | 0,783 |
| **EHM5%** | 45,985 | 0,841 | 1,070 | 0,784 |
| **EHM10%** | 45,975 | 0,863 | 1,094 | 0,788 |
| **EHM20%** | 45,999 | 0,832 | 1,047 | 0,793 |
| **EHM40%** | 46,074 | 0,810 | 1,057 | 0,768 |

**Tableau 48 : Evolution des paramètres 2ω et β pour le standard et les matériaux EHM**

A partir de ces résultats, de Keijser et Langford[76] montrent qu'il est possible de déterminer les composantes de Cauchy et de Gauss de la raie de diffraction analysée.

La composante de Cauchy " $\frac{\beta_C}{\beta}$ " est alors obtenue à partir de la relation approchée :

$$\frac{\beta_C}{\beta} = 2{,}0207 - 0{,}4803.\left(\frac{2\omega}{\beta}\right) - 1{,}7756.\left(\frac{2\omega}{\beta}\right)^2$$

La composante de Gauss, quant à elle, est approchée par la relation suivante :

$$\frac{\beta_G}{\beta} = 0{,}6420 + 1{,}4187.\left(\frac{2\omega}{\beta} - \frac{2}{\pi}\right)^{\frac{1}{2}} - 2{,}2043.\left(\frac{2\omega}{\beta}\right) + 1{,}8706.\left(\frac{2\omega}{\beta}\right)^2$$

Les relations liant la distribution de l'intensité diffractée de la raie vraie "f" à celles de l'échantillon standard "g" et de l'échantillon analysé "h" sont alors :

$$\beta_C^f = \beta_C^h - \beta_C^g$$

$$\left(\beta_G^f\right)^2 = \left(\beta_G^h\right)^2 - \left(\beta_G^g\right)^2$$

## *Estimation de la densité de dislocation et de la taille de domaine*

A partir des largeurs intégrales de Cauchy et de Gauss, les résultats livrent les valeurs des microdéformations, de la taille de domaine cohérent de diffraction et du taux de dislocations présentes au sein du matériau, grâce aux relations suivantes :

$$D = \frac{\lambda}{\beta_C^f.\cos\theta}$$

$$\tilde{e} = \frac{\beta_G^f}{4.\tan\theta}$$

La densité de dislocation est obtenue par la relation de Williamson-Smallman[77] :

$$\rho = 2\sqrt{3}.\frac{\sqrt{\langle\tilde{e}^2\rangle}}{D * b}$$

| Matériau | $\langle e \rangle$ | $D$ [nm] | ρ [m.m$^{-3}$].10$^{17}$ |
|---|---|---|---|
| **EHM0%** | 0,0043 | 18 | 1,22 |
| **EHM5%** | 0,0046 | 17 | 1,36 |
| **EHM10%** | 0,0049 | 16 | 1,43 |
| **EHM20%** | 0,0047 | 18 | 1,28 |
| **EHM40%** | 0,0036 | 15 | 1,32 |

**Tableau 49 : Evolution des paramètres D, e, et ρ pour les matériaux EHM**

On observe alors que la densité de dislocation moyenne présente dans les échantillons après usinage est égale à :

$$\bar{\rho} = 1{,}32.10^{17} \quad \frac{m}{m^3}$$

Cette valeur est une valeur acceptable pour des matériaux déformés de la sorte et peut-être considérée comme une bonne approximation.

Les tailles de domaines cohérents sont comprises entre 15 et 20nm. Ces tailles représentent les domaines délimités par des frontières de dislocations au sein d'un grain. Il ne s'agit donc pas de l'estimation de la taille de grains qui lui est bien supérieure.

La question du coefficient de diffusion dans les joints de grain doit alors être abordée car nous sommes en présence d'un matériau comportant des précipités. Si la taille de

domaines cohérents semble compatible avec les microstructures fines observées dans les EHM5%, EHM10% et EHM20%, la faible taille des précipités intra-granulaires ne leurs permet pas, statistiquement, d'interagir avec les joints de grains de cristallites mesurant quelques centaines de nanomètres. Pour ces matériaux, le coefficient pondérateur du coefficient de diffusion dans les joints de grains est donc fixé à 0. En revanche, si l'on considère les mesures en microscopie électronique à transmission pour l'EHM0% avant usinage, la grande taille des précipités intra-granulaires conduit à penser qu'ils peuvent interagir avec ces frontières, le coefficient pondérateur sera donc considéré comme non nul dans ce cas. Si l'on considère un cisaillement intense des précipités intra-granulaires, ce coefficient sera également considéré nul.

## *Calcul du coefficient de diffusion effectif*

L'obtention de la densité de dislocations peut désormais être utilisée dans le calcul du coefficient de diffusion effectif, dans le cas du C17300, qui devient :

$$D_{eff}(T) = (1 - f - g).D_{bulk}(T) + f.D_{disloc}(T) + g.D_{GB}(T)$$

$$f = \rho_{disloc}.\pi.R_{disloc}^2$$

$$g_{EHM0\%} = \frac{\delta}{d} \quad \text{et} \quad g_{EHM0\%\,cisaillé} = g_{EHM5\%} = g_{EHM10\%} = g_{EHM20\%} = 0$$

où :

- $d$ est la taille de grains dans le copeau (une première estimation fixera cette valeur à 100nm), exprimée en [m]
- $\delta$ est l'épaisseur d'un joint de grain, estimée à 4 distances inter-réticulaires (1,4nm), exprimée en [m]
- $R_{disloc}$ est le rayon de dislocation, dont la valeur est fixée à 0,54nm
- $\rho_{disloc}$ est la densité de dislocation, dont la valeur moyenne est estimée à $1{,}32.10^{17}$ $m.m^{-3}$ (dans l'ensemble des copeaux issus des EHM), exprimée en [$m.m^{-3}$]

Soit, pour l'EHM0% :

$$D_{eff}(T) = 0{,}864.D_{bulk}(T) + 0{,}122.D_{disloc}(T) + 0{,}014.D_{GB}(T)$$

Pour l'EHM0%$_{cisaillé}$, l'EHM5%, l'EHM10% et l'EHM20% :

$$D_{eff}(T) = 0{,}878.D_{bulk}(T) + 0{,}122.D_{disloc}(T)$$

La Figure 162 trace l'évolution des trois coefficients $D_{bulk}(T)$, $D_{disloc}(T)$ et $D_{GB}(T)$ en fonction de l'évolution de la température :

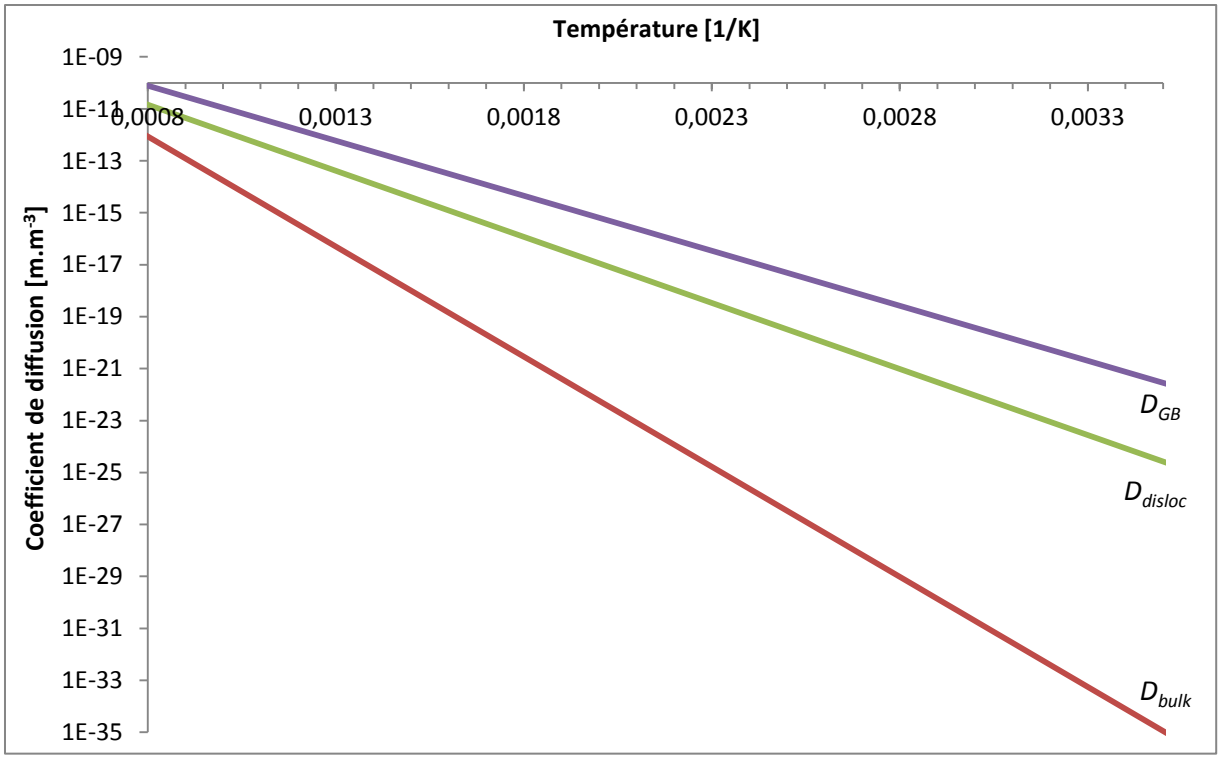



**Figure 162 : Evolution des coefficients de diffusion $D_{eff}$, $D_{bulk}$, $D_{dilsoc}$ et $D_{GB}$ pour les matériaux EHM**

## c) Calcul des distances de diffusion et des fractions volumiques

### *Calcul des distances de diffusion*

Ces coefficients de diffusion effectifs permettent de calculer la distance de diffusion en supposant que la fonction $D_{eff}(T)$ est une fonction créneau c'est à dire qu'elle est constante sur le temps d'intégration :

$$x = \sqrt{D_{eff} * t_{transit}}$$

Si l'on utilise les résultats obtenus grâce au modèle analytique de formation du copeau (appliqué au cas du C17300), pour une passe de 20µm, les durées de transit estimées dans la zone de cisaillement primaire et dans la zone de cisaillement secondaire sont :

| Matériau | Durée de transit BCP [µs] | Durée de transit BCS [µs] |
|---|---|---|
| **EHM0%** | 25,4 | 126,7 |
| **EHM5%** | 29,8 | 139,2 |
| **EHM10%** | 32,9 | 154,9 |
| **EHM20%** | 32,5 | 163,9 |
| **EHM40%** | 35,3 | 158,7 |

**Tableau 50: Temps de transit dans les bandes de cisaillement primaire et secondaire pour la profondeur de passe 20µm des différents EHM**

La distance de diffusion des atomes de béryllium en fonction de la température peut alors être déterminée. On rappelle que si la température de maintien est inférieure à la température de réversion (dépendant de la taille du précipité et du solvus de la phase), alors la distance de diffusion est nulle. La Figure 163 présente ces résultats :

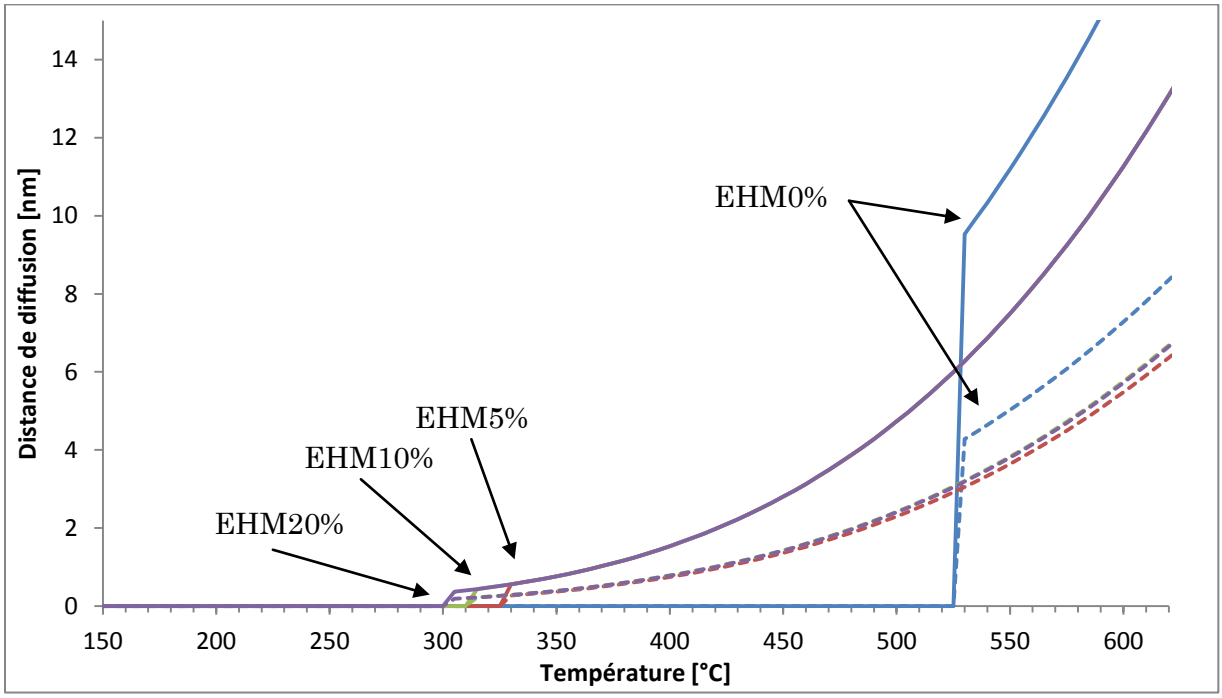



**Figure 163 : Evolution des distances de diffusion des atomes de béryllium dans la matrice α-CuBe, en fonction de la température de maintien, pour les matériaux EHM - dans la BCS en trait plein - dans la BCP en trait pointillé**

On observe sur cette courbe que, pour des températures simulées de 157°C dans la bande de cisaillement primaire, aucune diffusion n'est permise ($T < T_{rev}$). De même, dans la zone de cisaillement secondaire, pour une température mesurée de 313°C, aucune diffusion n'intervient dans l'EHM0%. En revanche, la valeur de cette température étant proche des températures de réversion des EHM5%, EHM10% et EHM20%, la distance de diffusion des éléments d'alliages atteint 0,487nm pour ces matériaux.

## *Estimation des fractions volumiques*

La Figure 164 présente une estimation de la réduction des fractions des phases précipitées en tenant compte des distances de diffusion calculées plus haut, pour différentes températures, en fixant les durées de transit calculées dans la bande de cisaillement secondaire. Les volumes de précipités sont calculés à partir des observations réalisées au microscope électronique à transmission, avant usinage, et en tenant compte des distances de diffusion estimées.

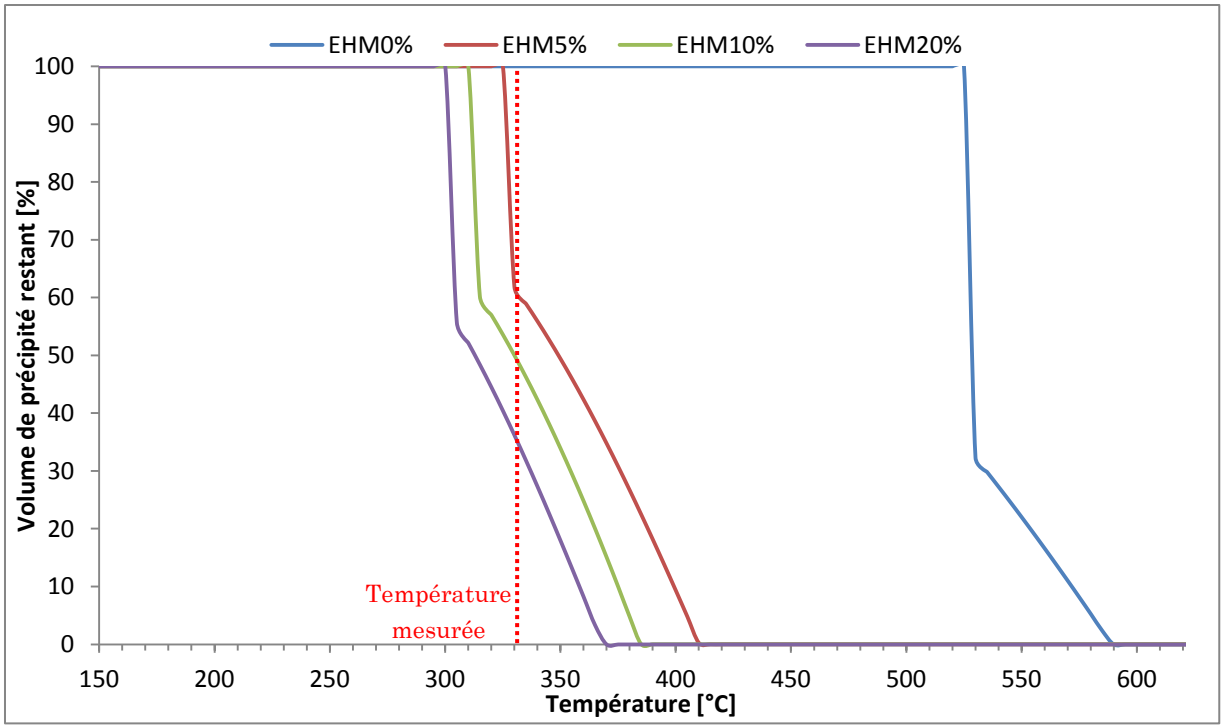



**Figure 164 : Evolution des volumes de précipités, en fonction de la température de maintien, pour les matériaux EHM**

Ce graphique met donc en évidence que, pour des températures au voisinage des températures mesurées, avec les durées d'interaction dans la BCS, les précipités issus de l'EHM0% ne subissent aucune réduction de leur volume, alors que ceux présents dans l'EHM5% sont réduits de près de 35%. Les matériaux ayant un taux de réduction initial plus important (EHM10% à EHM20%) voient leurs précipités disparaitre, respectivement, de 50% et de 63%. Ces résultats montrent que, pour les coefficients de diffusion estimés dans ces conditions d'usinage, la diminution de la fraction de précipités calculée n'est pas en cohérence avec les pertes observées en diffraction des rayons X. On rappelle ici les pertes de fractions volumiques estimées par quantification de phases par diffraction des rayons X :

| Matériau | Perte de γ-BeCu [%] | Perte de $\gamma_M$-BeCu [%] | Perte de $\gamma_I$-BeCu [%] | Perte Totale [%] |
|---|---|---|---|---|
| **EHM0%** | -86 | -67 | -65 | **-73** |
| **EHM5%** | -85 | -71 | -90 | **-74** |
| **EHM10%** | -89 | -69 | -96 | **-74** |
| **EHM20%** | -100 | -88 | -98 | **-90** |
| **EHM40%** | -98 | -99 | -99 | **-98** |

**Tableau 51 : Quantification des pertes de phases précipitées, issue des analyses XRD dans les copeaux des EHM**

Trois hypothèses peuvent être envisagées pour expliquer ces écarts :

- la température mesurée à l'interface outil/copeau étant une mesure moyenne, sa valeur est probablement sous-estimée, et la diffusion s'effectue à plus haute température.
- la trempe à l'air, du copeau, n'est pas suffisamment sévère pour considérer que le temps de maintien en température équivaut au temps de transit dans la bande de cisaillement secondaire.
- le cisaillement imposé lors de l'opération d'usinage diminue la taille des précipités intra-granulaires et abaisse leur température de réversion.

La première de ces hypothèses requiert, afin d'assurer la dissolution totale des précipités intra-granulaires des EHM5%, EHM10% et EHM20%, et le maintien de 27% des précipités intra-granulaire observés dans les copeaux de l'EHM0%, une montée en température à 540°C. Cette température est largement supérieure à celle mesurée à l'interface outil/copeau (+72%). Examinons à présent les deux hypothèses restantes.

## *Hypothèse : refroidissement du copeau par convection*

Dans le cas de l'atomisation de poudres de tailles micrométriques, les coefficients de refroidissement peuvent atteindre des valeurs extrêmes, jusqu'à $1.10^7$ °C.s$^{-1}$, comme le montrent les travaux de solidification rapide de Dai et al.[78]. De telles vitesses de refroidissement permettent de limiter la diffusion des espèces dès la sortie de la BCS (de 120 à 160µs). Dans notre cas, en raison de la faible vitesse de pénétration du copeau dans l'air, cette hypothèse n'est pas vérifiée. Considérons alors une dissipation de la chaleur (générée à l'interface outil/copeau) par convection forcée (en négligeant le terme de radiation). La chaleur se dissipe lorsque le copeau entre en contact avec l'air. Il est possible d'estimer la vitesse de refroidissement du copeau, et donc le temps de maintien en température supplémentaire d'un précipité :

$$-h.A.\theta_i = \rho.c.V.\frac{d\theta}{dt}$$

$$t = \frac{\rho.c.V}{h.A} ln\left(\frac{\theta_i}{\theta_{(t)}}\right)$$

$$\theta_{(t)} = \theta_i.e^{\left(-\frac{h.A.t}{\rho.c.V}\right)} + \theta_0$$

où :

- $h$ est le coefficient de convection dans l'air, exprimée en [W.m$^{-2}$.K$^{-1}$]
- $A$ est l'aire du copeau en contact avec l'air, exprimée en [m²]
- $\theta_i$ est la température initiale, dans la BCS, exprimée en [°]
- $\theta_{(t)}$ est la température du copeau, exprimée en [°]
- $\theta_0$ est la température du milieu ambiant, exprimée en [°]
- $\rho$ est la masse volumique du matériau, exprimée en [kg.m$^{-3}$]
- $c$ est la capacité thermique, exprimée en [J.kg$^{-1}$.K$^{-1}$]
- $V$ est la vitesse du copeau dans l'air, exprimée en [m.s$^{-1}$]

En connaissant la température à tout instant, il est possible de calculer la distance de diffusion intégrale, ainsi que le volume des précipités, au cours d'un refroidissement qui commence dès la sortie de la BCS :

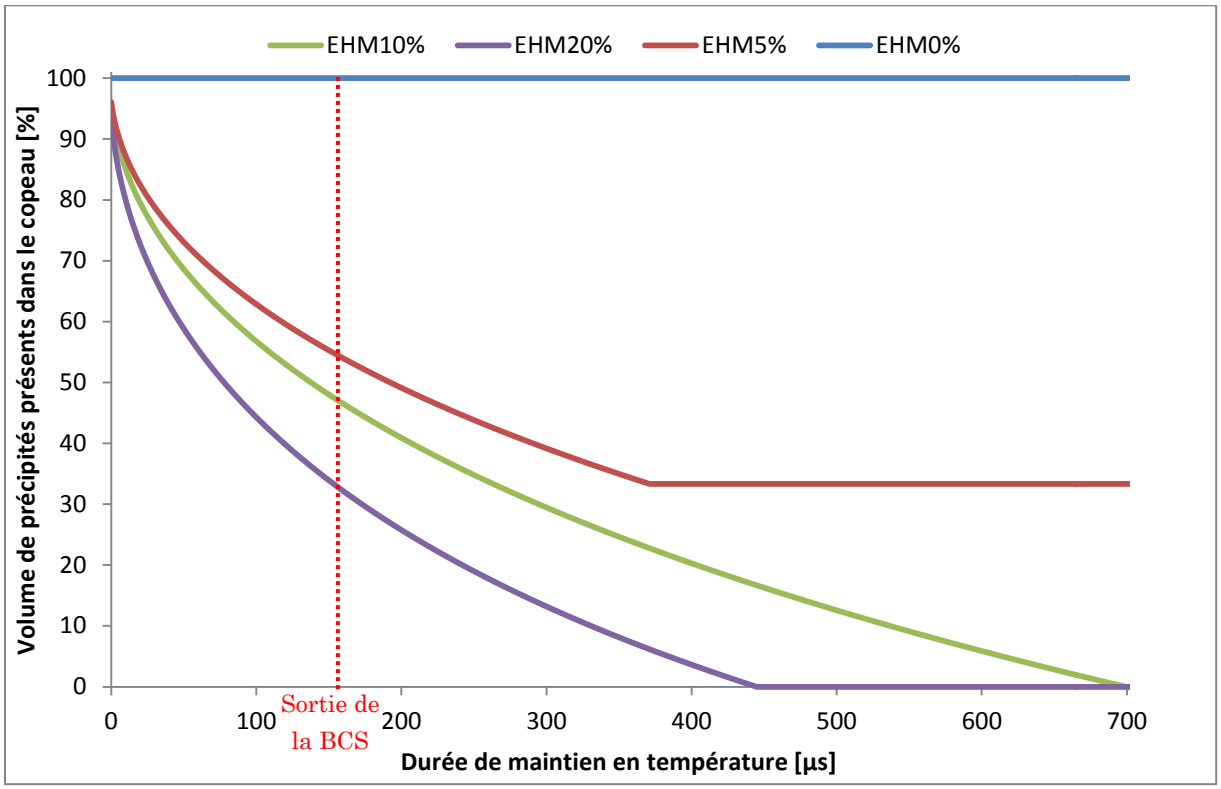



**Figure 165 : Volume de précipité présents dans le copeau, en fonction de la durée de maintien en température, pour les différents EHM - T=327°C avec convection**

Pour être en accord avec les observations effectuées sur les copeaux des EHM, il est nécessaire de considérer un temps de maintien total de 700µs, pour une température T=327°C (légèrement supérieure à la température de réversion considérée pour l'EHM5%). Au cours du refroidissement, à la sortie de la bande de cisaillement secondaire, la dissolution des précipités se poursuit. Pour les EHM10% et EHM20%, la température étant toujours supérieure à leur température de réversion, la dissolution peut être totale. De même, pour l'EHM5%, la dissolution s'interrompt lorsque la température n'est plus suffisante pour permettre le déplacement des atomes. Dans ce cas, près de 30% des précipités peuvent être conservés. En revanche, pour l'EHM0%, la température de réversion est encore suffisamment haute pour maintenir à 100% son volume de précipité. L'hypothèse d'un maintien à 327°C, en considérant la vitesse de refroidissement, ne semble donc pas être en mesure de décrire complètement les phénomènes observés.

## *Hypothèse : Introduction du cisaillement des précipités*

La dernière hypothèse pouvant mettre en accord ces calculs de diffusion atomiques avec les observations issues des mesures de diffraction des rayons X est celle de la considération du cisaillement des précipités au cours de la coupe (en prenant en compte

le refroidissement par convection). En effet, le cisaillement intense auquel sont soumis les précipités peut entrainer leur fragmentation conduisant à leur réversion si leur rayon est plus faible que le rayon critique. En considérant ce cas, le calcul des distances de diffusion, et donc des fractions de précipités nous donne la figure suivante :

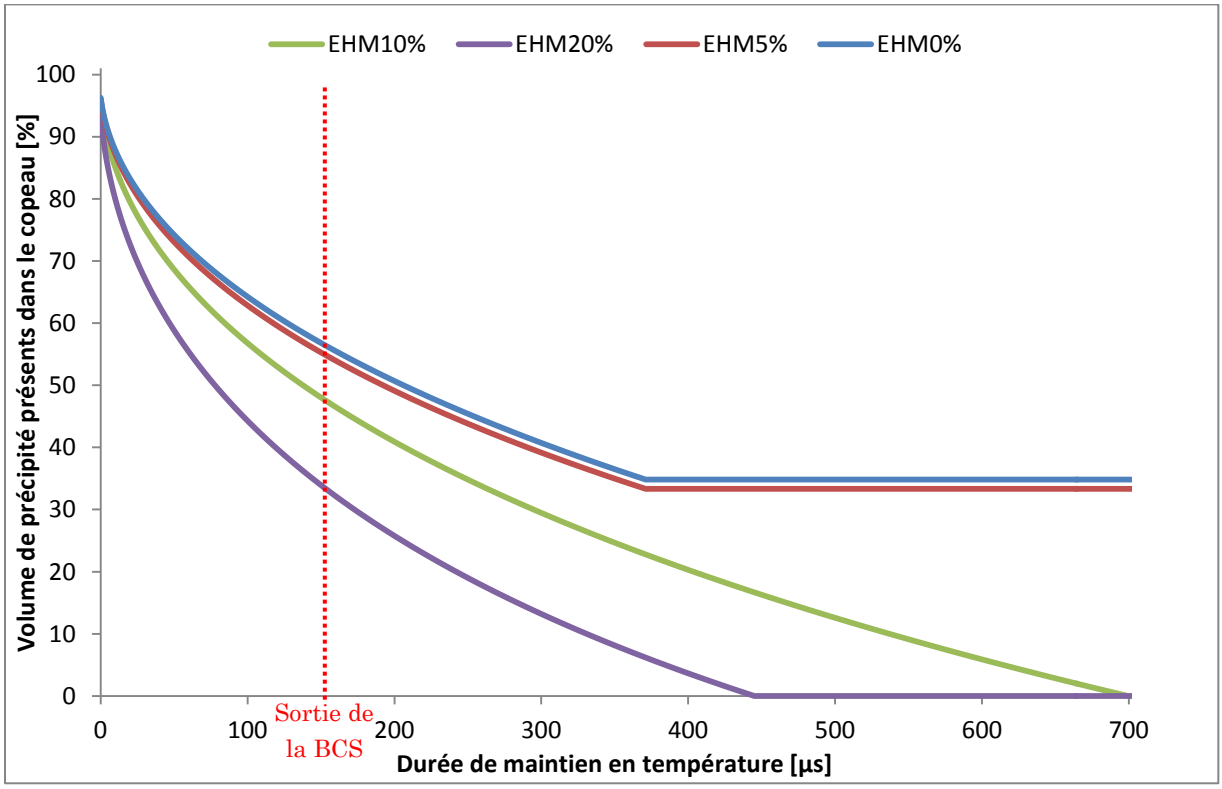



**Figure 166 : Volume de précipité présents dans le copeau, en fonction de la durée de maintien en température, pour les différents EHM - T=327°C avec convection et cisaillement des précipités**

Dans ce dernier cas, il est alors possible d'expliquer la dissolution des précipités dans l'ensemble des matériaux, en considérant les conditions suivantes :

- une fragmentation des précipités de grande taille par cisaillement dans le plan de coupe, à l'entrée de la BCS
- un abaissement de la température de réversion par effet de taille des particules
- une montée en température instantanée et homogène dans la portion de copeau au contact de la BCS
- un maintien de cette température durant la traversée de la BCS
- un refroidissement par convection à la sortie de la BCS
- un arrêt du déplacement des atomes si la température de la particule est inférieure à la température de réversion
- une diffusion atomique négligeant le coefficient de diffusion dans les joints de grains, pour les particules de petites tailles

L'ensemble de ces résultats met en évidence que, afin de dissoudre les précipités intra-granulaires métastables tel que $\gamma_I$-BeCu (mais également pour réduire fortement la taille des précipités les plus stables tels que $\gamma_M$-BeCu et $\gamma$-BeCu), plusieurs modèles sont envisageables.

## *Localisation des atomes de béryllium après diffusion*

Un point reste cependant en suspens : la mesure des taux de béryllium en solution solide, avant et après usinage, donne des résultats comparables, et ce, dans l'ensemble des EHM. Vers où migrent les atomes de béryllium?

Si le procédé de coupe fournit les conditions nécessaires (temps/température/taux de dislocation) à la diffusion des atomes de béryllium dans la matrice α-CuBe, peuvent-ils se déplacer suffisamment loin afin d'assurer une répartition homogène au sein de l'ensemble de la matrice? Les raies de diffraction des rayons X de la matrice α-CuBe, après usinage, devraient alors changer de position angulaire afin de respecter la loi de Végard et se retrouver aux mêmes positions que celles du matériau à l'état remis en solution solide. La Figure 167 présente la position d'un pics $(111)_{\alpha\text{-CuBe}}$ sous un rayonnement de Cobalt :

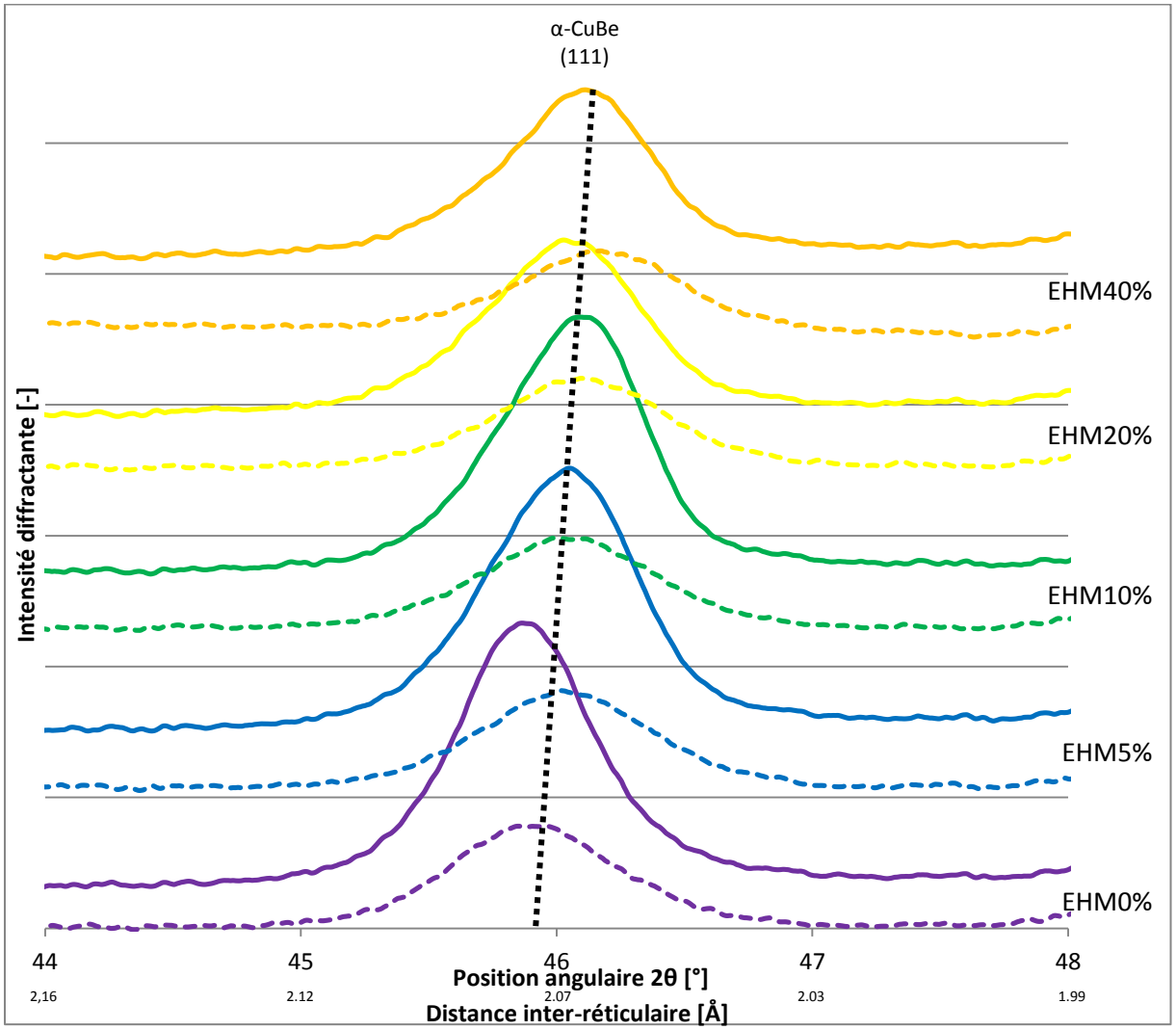



**Figure 167 : Diffractogramme intégré au cœur du matériau, source de cobalt : EHM avant usinage (en trait plein) - EHM après usinage (en trait pointillé) - (ap = 20µm)**

On constate que la position angulaire des raies (111) de la phase α-BeCu des EHM avant et après usinage n'a pas évolué, ce qui indique que les atomes de béryllium ne sont pas

répartis de façon homogène dans la matrice. Comme les calculs de diffusion donnent des déplacements nanométriques, on peut émettre l'hypothèse de la formation de cluster d'atomes, à la périphérie des précipités ou d'une ségrégation sur les dislocations. Ces regroupements d'atome constituent à eux seuls l'équivalent d'une seconde phase riche en béryllium en faible quantité.

# 4) Influence de la réversion sur le processus d'usinage

La réversion des précipités demande un temps minimal pour une température donnée.

Si on admet qu'une "particule" se présente en pointe d'outil et pénètre dans une zone portée à la température de réversion, on peut alors considérer que la réversion conduit à une variation continue de la concentration le long du contact outil/copeau. La réversion étant totale lorsque la particule a parcouru toute la longueur de contact outil/copeau notée $l_c$ et la longueur liée à la convection.

Si on s'appuie sur les travaux de Mishima et al.[21] et les travaux de Tkhagapsoev[22], l'effet principal de la réversion est l'abaissement des propriétés physiques et mécaniques. La figure suivante, extraite des travaux de Tkhagapsoev[22], présente les variations de la dureté en fonction de la température de réversion. On peut constater que, pour un alliage en tout point similaire à nos matériaux, la dureté évolue très brutalement pour des temps très courts et pour des températures semblables à celles que nous mesurons dans la BCS. Des résultats de même nature ont été obtenus par Mishima et al.[21].

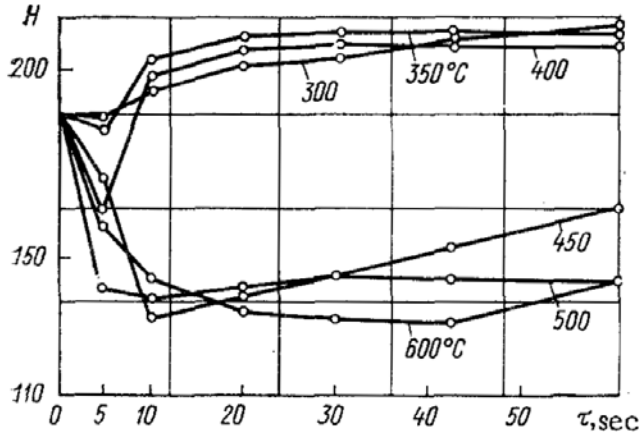



**Figure 168 : Influence du temps de maintien, pour différentes températures, sur la dureté d'un C17200 vieilli 90min à 230°C**

On peut donc considérer que le matériau évolue en cours d'usinage, principalement le long de la bande de cisaillement secondaire où les températures sont les plus élevées si on se réfère au modèle de formation du copeau.

Cette interprétation des résultats justifie le choix réalisé pour le coefficient lié à la température dans la loi de Johnson et Cook (voir chapitre III). En effet, habituellement le coefficient $m$ est essentiellement lié à l'adoucissement thermique. Dans notre cas, bien

qu'il s'agisse d'une prise en compte sommaire, l'adoucissement mécanique lié à la réversion est inclus dans cet unique paramètre. Des travaux ultérieurs pourraient permettre de prendre en compte cet effet à condition de connaitre la cinétique de réversion.

De plus, le cisaillement des précipités, dans le plan de cisaillement, renforce l'idée d'un adoucissement dynamique au cours de la coupe, jouant simultanément sur l'évolution de la taille des précipités et sur les propriétés mécaniques de l'alliage.

## 5) Conclusion

Il a été démontré dans cette partie que l'utilisation d'un modèle de diffusion classique ne permettait pas d'expliquer la dissolution des phases précipitées après usinage. Un modèle de diffusion assistée est alors privilégié.

Grâce à l'utilisation du modèle développé par Campbell[74], et adapté au cas du C17300, il est possible d'estimer la distance de diffusion minimale des atomes de béryllium entre le précipité et la matrice, pour chacun des EHM et ce, pour différents niveaux de températures (les bornes inférieures de ce calcul sont les valeurs mesurées/données par le modèle analytique). En prenant en compte les temps de transit et les températures dans la BCS, on met en évidence que les atomes de béryllium peuvent se déplacer de quelques nanomètres durant l'opération de coupe, permettant d'expliquer la baisse significative de la quantité de précipités dans les copeaux.

Dans le cas de l'EHM20%, en raison de l'élaboration par des traitements thermiques courts, les précipités intra-granulaires formés sont de très faibles dimensions (largeur de 2nm). Aussi, lors de l'opération de coupe orthogonale stricte, la distance de diffusion des atomes de béryllium est supérieure à cette largeur : les précipités sont totalement dissous. Cette information est en accord avec les quantifications de phases obtenues par diffraction des rayons X après usinage.

Dans le cas des EHM10% et EHM5%, les temps de traitements thermiques sont plus conséquents. Les précipités formés ont donc des dimensions plus importantes (épaisseur de 2.5nm et 3nm). Les distances atteintes ne permettent pas la dissolution totale des précipités intra-granulaires présents. Pour que ces résultats soient en accord avec les mesures de diffraction des rayons X effectuées sur les copeaux, il est nécessaire de considérer les températures de réversion, un refroidissement par convection et des temps de maintien en température plus élevés (700µs).

Dans le cas de l'EHM0%, en considérant le cisaillement des phases précipitées d'une dimension suffisamment importante (30nm de largeur), il est alors possible d'expliquer la perte globale de ces phases (estimée à 73%).

La dissolution des phases précipitées au cours de l'usinage a donc pu être expliquée par des mécanismes de diffusion assistée. Il est admis que la dissolution est accélérée, non seulement par le transport d'atomes par les dislocations (dislocation pipe), mais aussi par la génération de densités de lacunes élevées[79]. De plus, le cisaillement des précipités peut également être une source de dissolution induite par l'effet de Gibbs-Thomson : on peut donc assister à un comportement adoucissant dans une large gamme de températures. La microstructure évolue alors hors équilibre.

Pendant la coupe, le matériau subit un cisaillement intense ainsi qu'une élévation de température, qui permet la dissolution des précipités de faibles dimensions. Bien que les temps soient courts, ils permettent aux atomes de béryllium de s'extraire des phases précipitées et de migrer à leur voisinage, dans la matrice. L'apparition de ce phénomène de réversion, au cours de l'usinage, provoque donc une évolution des phases présentes. Ce changement de microstructure induit également un abaissement des propriétés mécaniques de l'alliage. Le long de la face de coupe, entre la pointe de l'outil et la sortie du champ de température, les précipités deviennent de plus en plus fins. A un instant donné, l'alliage usiné est donc en évolution et subit un adoucissement dynamique. Cette hétérogénéité microstructurale induit une hétérogénéité des propriétés mécaniques, pouvant expliquer en partie les variabilités de comportement des différents alliages à l'état de livraison (A et B), s'illustrant au travers des problématiques de propagation de fissures et de variation du coefficient de frottement apparent.

# CONCLUSION GENERALE

# Conclusion Générale

L'étude expérimentale d'un cupro-béryllium élaboré dans différents états métallurgiques, au travers de sa caractérisation et de son usinage, a permis d'améliorer simultanément notre connaissance du procédé d'usinage et de l'évolution microstructurale des C17300.

Une étude de la cinétique de précipitation a pu être présentée, où l'évolution des phases (stables et métastables) a pu être suivie. La caractérisation fine multi-échelle a permis d'identifier six phases présentes dans les différents états métallurgiques du C17300 : α-CuBe, γ-BeCu, $\gamma_M$-BeCu, $\gamma_I$-BeCu, β-BeCo et Pb. L'observation d'une $\gamma_M$-BeCu se trouvant dans deux états métallurgiques différents, d'abord tétragonale puis monoclinique, ainsi que le suivi de sa cinétique de formation dans un matériau non-déformé ont pu être réalisés. Cette étude confirme donc la séquence proposée par Houska[19], qui décrit cette phase comme un état contraint de la phase stable γ-BeCu, capable d'évoluer jusqu'à atteindre son état stable. Nos observations sont également en accord avec la description de la phase γ-BeCu, et son paramètre de maille est donné à : a = b = c = 0,270 nm.

En ajustant les couples taux de réduction initial / traitement thermique, nous avons été en mesure de générer des alliages à dureté équivalente (350HV), mais possédant des microstructures très différentes : les EHM. Si la nature des phases précipitées sont identiques, les variations de morphologie et de distribution de ces phases sont importantes (autant inter-granulaires qu'intra-granulaires).

Le développement d'un banc d'essai d'usinage en coupe orthogonale stricte a permis de réaliser les essais de coupe, à différentes profondeur de passe, sur des gammes allant du micro-usinage (2µm) au macro-usinage (40µm). L'instrumentation de cet équipement nous a donné accès aux efforts de coupe (normaux et tangentiels), mais également aux températures à l'interface outil/copeau, à l'aide d'une méthode originale développée au cours de cette étude (thermocouple intrinsèque).

En caractérisant la matière avant et après l'opération d'usinage en coupe orthogonale stricte, nous avons également pu identifier et quantifier les phases en présence, et mettre en évidence une perte importante de fraction volumique de phases précipitées dans les copeaux. L'utilisation d'un modèle analytique de la formation du copeau, et d'un modèle de diffusion assistée, ont permis de mettre en évidence le cisaillement des précipités de grandes tailles au cours de la coupe, mais également de proposer une explication d'une dissolution par réversion.

Cette dernière approche ouvre la voie d'une modification des propriétés mécaniques au cours même de l'opération d'usinage : l'adoucissement dynamique.

Il a été démontré, dans la littérature, que la topologie d'inclusions en forme de disques dans une matrice uniforme influence le comportement mécaniques de matériaux

biphasés. Les travaux de Maltis et de Dong et Lee proposent des modèles mathématiques reliant la taille et la répartition double-périodique de platelets avec le comportement en fissuration d'un composite. Ils démontrent que, en fonction de la microstructure des matériaux, les valeurs des facteurs d'intensité de contraintes ($K_I$, $K_{II}$ et $K_{III}$) peuvent subir des variations importantes, respectivement de 100%, 70% et 500%. Ces modèles pourront être appliqués dans le cas de nos alliages d'études (EHM et états de livraison), mais nécessiteront l'incorporation de paramètres supplémentaires, comme par exemple la considération du taux de déformation initial.

La réduction des valeurs des coefficients de frottement observée dans les alliages de cette étude permet d'apprécier ces variations de propriétés mécaniques. On rappelle qu'un lien fort existe entre les efforts mesurés et l'usinabilité : l'abaissement de μ est généralement associé à une amélioration de l'usinabilité, car l'augmentation des efforts normaux génère une usure prématurée des outils de coupe, et dégrade la qualité de l'usinage.

La corrélation entre l'analyse microstructurale et l'usinabilité a été établie au cours de cette étude. Deux facteurs microstructuraux jouant un rôle prépondérant sur l'usinabilité ont pu être identifiés :

- la fraction volumique de phases précipitées formées.
- le taux de déformation initial.

L'analyse conjointe des EHM et de l'état de livraison permet, finalement, de séparer ces deux effets, comme l'indique la Figure 169 :

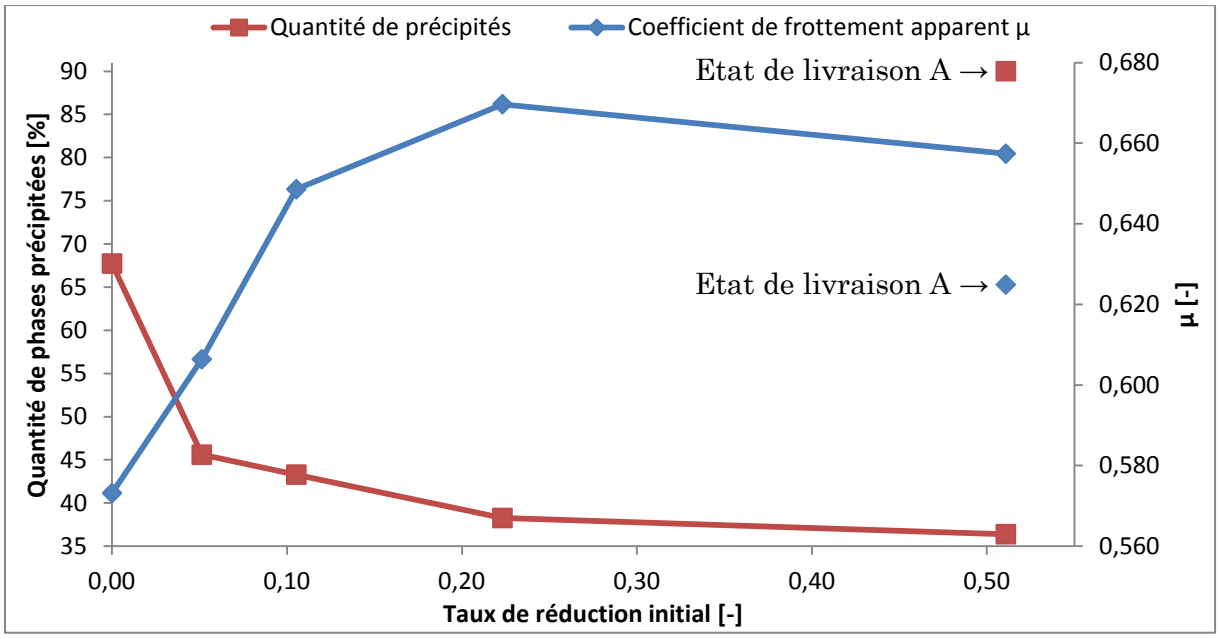



**Figure 169 : Evolution des fractions volumiques de phases précipitées, et du coefficient de frottement ($a_p$=20μm), en fonction du taux de réduction initial, des matériaux de l'étude**

Les matériaux à l'état de livraison possèdent des fractions volumiques de précipités largement supérieures à ceux des EHM, alors que leur usinabilité est plus faible que celle des EHM ayant de faibles taux de déformation initiale (EHM0% et EHM5%).

L'influence de la fraction volumique ne semble donc pas jouer de rôle prépondérant sur le comportement à l'usinage. A partir de ces informations, nous pouvons conclure que c'est bien le taux de déformation initial qui régie, pour des matériaux à dureté équivalente, la répartition des efforts et donc, l'usinabilité des alliages C17300.

L'amélioration des gammes de préparation des matériaux à l'état de livraison est donc possible. Afin d'améliorer l'usinabilité des C17300, il est recommandé de limiter les taux de déformation avant sur-vieillissement, (ou d'appliquer un revenu à haute température avant le sur-vieillissement), puis de précipiter grâce à un traitement thermique, à 350°C, jusqu'à obtention de la dureté souhaitée.

En maitrisant les conditions de précipitation des phases précipitées, nous pouvons obtenir des alliages de C17300 ayant des microstructures contrôlées. L'augmentation de la taille des précipités intra-granulaires permet de contrôler les quantités de phases précipitées cisaillées et dissolues durant l'opération d'usinage, et donc la sensibilité de l'alliage à cette opération de mise en forme. Il est désormais possible de générer des alliages de C17300 possédant d'excellentes propriétés mécaniques, mais également des usinabilités améliorées.

# REFERENCES

1. Bonfield, W. & Edwards, B. C. Precipitation hardening in Cu 1.81wt%Be0.28wt%Co - Part 1 Continuous precipitation. *J. Mater. Sci.* **9,** 398–408 (1974).

2. Monzen, R., Seo, T., Sakai, T. & Watanabe, C. Precipitation Processes in a Cu–0.9 mass% Be Single Crystal. *Mater. Trans.* **47,** 2925–2934 (2006).

3. Nourbakhsh, S. & Nutting, J. The metallography of cuboid-shaped inclusions in commercial Cu-Be-Co alloy. *J. Mater. Sci.* **14,** 2642–2644 (1979).

4. Chakrabarti, D. J., Laughlin, D. E. & Tanner, L. E. The Be–Cu (Beryllium-Copper) system. *Bull. Alloy Phase Diagrams* **8,** 269–282 (1987).

5. Guinier, A. & Jacquet, P. Sur le durcissement par revenu de l'alliage cuivre-glucinium. *Académie des Sci.* **Scéance du,** 22–24 (1943).

6. Geisler, A. H., Mallery, J. H. & Steigert, F. E. On the mecanism of precipitation in Cu-Be alloys.pdf. *J. Met.* **March,** 307–316 (1952).

7. Misch, L. Kristallstrukurelle Untersuchungen von einigen Berylliumlegierungen. *Metallwirtschaft* **15,** 163 (1936).

8. Harkness, J. C. & Guha, A. in *Volume 9* 1787–1814 (ASM HANDBOOK, 2004).

9. Shimizu, K., Mikami, Y., Mitani, H. & Otsuka, K. Electron Microscope Study of the Precipitation Processes in Cu-2wt %Be Alloy. *Japan Inst. Met. Mater.* **12,** 206–213 (1971).

10. Gruhl, W. & Wassermann, G. Uber den Verlauf des Ausscheidung bei Kupfer-Beryllium-Legierungen. *Met. Zeitschrift fur tecknik, Ind. und Handel* **5,** 141–145 (1951).

11. Monzen, R., Hasegawa, T. & Watanabe, C. Effect of prior deformation on dimensional change and precipitation process in a Cu-1.8wt%Be-0.2wt%Co alloy aged at 320°C. *Philos. Mag. Lett.* **89,** 75–85 (2009).

12. Arnaud, D., Barbery, J., Fargette, B. & Naudot, P. Propriétés du cuivre et de ses alliages. **33,** (1985).

13. Yamamoto, A., Nozato, R., Morimoto, T. & Tsubakino, H. Calorimetric Study on Precipitation in Cu-Be Alloys. *Mater. Trans. JIM* **34,** 312–318 (1993).

14. Rioja, R. J. & Laughlin, D. E. The sequence of precipitation in Cu-2wt%Be alloys. *Acta Metall.* **28,** 1301–1313 (1980).

15. Tsubakino, H., Nozato, R. & Yamamoto, A. Precipitation sequence for simultaneous continuous and discontinuous modes in Cu–Be binary alloys. *Mater. Sci. Technol.* **9,** 288–294 (1993).

16. Monzen, R., Shigehara, H. & Kita, K. Misorientation dependence of discontinuous precipitation in Cu-Be alloy bicrystals. *J. Mater. Sci.* **35,** 5839–5843 (2000).

17. Koo, Y. M. & Cohen, J. B. The structure of gp zones in Cu-10.9at.%Be. *Acta Metall.* **37,** 1295–1306 (1989).

18. Khachaturyan, A. G. & Laughlin, D. E. Structural transformations during decomposition in Cu-Be alloys. *Acta Met. mater.* **38,** 1823–1835 (1990).

19. Houska, C. R. Model for precipitation in polycrystalline Cu-11.55at%-Be-0.23at%-Co. *J. Mater. Sci.* **29,** 4447–4459 (1994).

20. Gruhl, W. Uber Ruckbildungserscheinungen an Kupfer-Beryllium.pdf. *Met. Zeitschrift fur tecknik, Ind. und Handel* **5,** 231–238 (1951).

21. Mishima, Y., Okubo, T. & Shiromizu, R. Ageing, Reversion and Reageing of Copper-Beryllium Alloys.pdf. *Trans. Japan Inst. Met.* **10,** 73–80 (1969).

22. Tkhagapsoev, K. G. Investigation of 'reverse solution' in beryllium bronze. *Plenum Publ. Corp.* 818–822 (1983).

23. Haasen. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (1979).

24. Neuhauser & Schwink. ???? (1991).

25. Kocks. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (1975).

26. Deschamps. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (1996).

27. Guo & Sha. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (2002).

28. Defretin, A. L. & Levaillant, G. Usinage à grande vitesse. *Tech. l'ingénieur* **BM7180,** 1–26 (1999).

29. Molinari, A. & Dudzinski, D. *Stationary shear band in high-speed machining.* (1992).

30. Moufki, A., Devillez, A., Segreti, M. & Dudzinski, D. A semi-analytical model of non-linear vibrations in orthogonal cutting and experimental validation. *Int. J. Mach. Tools Manuf.* **46,** 436–449 (2006).

31. Moufki, A. & Molinari, A. A new thermomechanical model of cutting applied to turning operations. Part II. Parametric study. *Int. J. Mach. Tools Manuf.* **45,** 181–193 (2005).

32. Burns, T. J. & Davies, M. A. On repeated adiabatic shear band formation during high-speed machining. *Int. J. Plast.* **18,** 487–506 (2002).

33. Felder. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (2006).

34. Vilarinho, C., Davim, J. P., Soares, D., Castro, F. & Barbosa, J. Influence of the chemical composition on the machinability of brasses. *J. Mater. Process. Technol.* **170,** 441–447 (2005).

35. Nobel, C., Klocke, F., Lung, D. & Wolf, S. Machinability Enhancement of Lead-Free Brass Alloys. *Procedia CIRP* **14,** 95–100 (2014).

36. Hung, N. P., Lim, S. W. & Zhong, Z. W. Effect of Microstructure on Ultraprecision Machining oc Copper-Beryllium alloys. *Adv. Manuf. Syst. Technol.* **406,** 171–178 (1999).

37. Nobel, C., Hofmann, U., Klocke, F. & Veselovac, D. Experimental investigation of chip formation, flow, and breakage in free orthogonal cutting of copper-zinc alloys. *Int J Adv Manuf Technol* (2015). doi:10.1007/s00170-015-7749-z

38. Nobel, C., Hofmann, U., Klocke, F., Veselovac, D. & Puls, H. Application of a new, severe-condition friction test method to understand the machining characteristics of Cu – Zn alloys using coated cutting tools. *Wear* **344-345,** 58–68 (2015).

39. Hung, N. P., Wahid, M. F. B. & Tua, K. F. Assessment of Ultra-Precision Machined Surfaces. *Mater. Manuf. Process.* **15,** 521–531 (2000).

40. Sudhakar, K. V., Cisneros, J. C., Cervantes, H. & Gomez Pineda, C. Machining Characteristics and Fracture Morphologies in a Copper-Beryllium (Cu-2Be) Alloy. *J. Mater. Eng. Perform.* **15,** 117–121 (2006).

41. Courbon, C. *et al.* Further insight into the chip formation of ferritic-pearlitic steels : Microstructural evolutions and associated thermo-mechanical loadings. *Int. J. Mach. Tools Manuf.* **77,** 34–46 (2014).

42. Brown, A. M. & Ashby, M. F. Correlations for Diffusion Constants. *Acta Met. mater.* **28,** 1085–1101 (1980).

43. Kota, N. Mechanical Micromachining Effect of Crystallographic Anisotropy on Machining Forces. (2011).

44. Zhang. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

45. Ayed, Y. Approches expérimentales et numériques de l'usinage assisté jet d'eau haute pression : étude des mécanismes d'usure et contribution à la modélisation multi-physiques de la coupe. (2013).

46. Johnson, G. & Cook, J. Constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates, and high temperature. *Proc. 7th Symp. Ballist.* **Netherland,** (1983).

47. Wagner, V. Amélioration de la productivité en usinage d'un titane réfractaire : le Ti5553. (2011).

48. Bissey, S. Développement d'un modèle d'efforts de coupe applicable à des familles d'outils : cas du fraisage des aciers traités thermiquement. (2005).

49. Hor, A. Simulation physique des conditions thermomécaniques de forgeage et d'usinage : caractérisation et modélisation de la rhéologie et de l'endommagement. (2011).

50. Cotton, F. A. & Wilkinson, G. *Advanced Inorganic Chemistry*. (1988).

51. Geisler, A. H. in *Phase Transformations in Solids* 387–544 (1951).

52. Beryllium Copper. *Copp. Dev. Assoc.* 1–49 (1962).

53. Dewes, R. C., Ng, E., Chua, K. S., Newton, P. G. & Aspinwall, D. K. Temperature measurement when high speed machining hardened mould / die steel. *J. Mater. Process. Technol.* **92-93,** 293–301 (1999).

54. Longbottom, J. M. & Lanham, J. D. Cutting temperature measurement while machining – a review. *Aircr. Eng. Aerosp. Technol. An Int. J.* **77,** 122–130 (2005).

55. Lefebvre, A. ETUDE EXPERIMENTALE ET ANALYTIQUE POUR LA CARACTERISATION DES ECHANGES THERMIQUES LOCAUX ET GLOBAUX A L'INTERFACE MEULE-PIECE EN RECTIFICATION. (2005).

56. Johnson, G. & Cook, J. Constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates, and high temperature. *7th Symp. Ballist.* **Netherland,** (1983).

57. Osamura. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

58. Watanabe, C. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (2008).

59. Chbihi, A. No Title.

60. Enomoto, M. & Nojiri, N. Influence of Interfacial Curvature on the Growth and Dissolution Kinetics of a Spherical Precipitate. *Scr. Mater.* **36,** 625–632 (1997).

61. Hewit, P. & Buttler, E. P. Mechanisms and kinetics of O' dissolution in Al-3% Cu. *Acta Metall.* **34,** 1163–1172 (1986).

62. Aaron. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

63. Nolfi. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

64. Nojiri. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

65. Kolodner. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

66. Nemoto, M. A HVEM study of the roles of dislocation movements and vacancy flow during dissolution of cementite in steel. *Acta Metall.* **22,** 847–862 (1974).

67. Butrymowicz, D. B., Manning, J. R. & Read, M. E. Diffusion in Copper and Copper Alloys - Part III. Diffusion in Systems Involving Elements of the Groups IA, IIA, IIIB, IVB, VB, VIB, and VIIB. *J. Phys. Chem. Ref. Data* **4,** 177–249 (1975).

68. Zener. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (1960).

69. Ledbetter. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □(1976).

70. Niklson, K. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

71. Morokhov. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □

72. Rabkin & Buinov. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (1961).

73. MacEavily. □_□_ □□ _□□_○□ □□ _□□□□_ □ (1963).

74. Campbell, C. E., Bendersky, L. A., Boettinger, W. J. & Ivester, R. Microstructural characterization of Al-7075-T651 chips and work pieces produced by high-speed machining. *Mater. Sci. Eng. A* **430,** 15–26 (2006).

75. Balluffi, R. W. On Measurements of Self-Diffusion Rates alog Dislocations in F.C.C. Metals. *Phys. Status Solidi* **42,** 11–34 (1970).

76. Langford, J. I., de Keijser, H., Mittemeijer, E. J. & Vogels, A. B. P. Use of the Voigt function in a single-line method for the analysis of X-ray diffraction line broadening. *J. Appl. Crystallogr.* **15,** 308–314 (1982).

77. Williamson, G. E. & Smallman, R. E. Dislocation Densities in Some Annealed and Cold-Worked Metals from Measurements on the X-Ray Debye-Scherrer Spectrum. *Philos. Mag.* **1,** 34–45 (1956).

78. Dai, Y., Yang, M., Song, C., Han, Q. & Zhai, Q. Solidification structure of C2.08Cr25.43Si1.19Mn0.43Fe70.87 powders fabricated by high pressure gas atomization. *Mater. Charact.* **61,** 116–122 (2009).

79. Lebreton, V. Etude métallurgique et optimisation de la fabrication d'alliages à base de cuivre coulés en continu : analyse de la ségrégation et des phénomènes de précipitation dans les alliages CuNi15Sn8, CuNi6Si1.8Cr, CuTi3Al2 et CuTi3Sn2.75. (2012).

**RESUME**

Le travail proposé s'inscrit dans le contexte général de la maîtrise des propriétés des matériaux en relation avec les conditions d'usinage. Cette étude s'intéresse en particulier aux relations entre Microstructure et Usinage. La problématique développée dans ce travail concerne la mise en forme des alliages cuivre-béryllium à usinabilité améliorée (C17300) qui ont la réputation d'être versatiles à l'usinage, en dépit de propriétés mécaniques macroscopiques comparables. La mise en évidence de ces variations d'usinabilité et la recherche des causes et des solutions est l'objectif principal. Après la description du matériau d'étude et des méthodes de caractérisation, l'usinage des alliages C17300 est conduit en réalisant le suivi des efforts et des températures au cours d'une opération de coupe orthogonale stricte. Les résultats expérimentaux, à la fois de la caractérisation multi-échelle et de l'usinage des nuances industrielles dans un état de livraison et de remise en solution, sont présentés. Ils permettent de mettre en œuvre et de valider un modèle analytique de coupe. La question de l'influence de l'usinage sur la microstructure de la pièce usinée est complétée par le développement d'alliages modèles à dureté contrôlée élaborés en interne. Une caractérisation très précise des ces alliages (en surface, en sous-surface et dans les copeaux) permet d'évaluer l'impact de la microstructure initiale sur leur usinabilité. Enfin, une discussion confronte l'ensemble des résultats obtenus. Grâce à l'utilisation du modèle analytique validé, des informations essentielles (temps de contact, temps de transit et température au sein des bandes de cisaillement) permettent de mettre en évidence des phénomènes diffusionnels en cours d'usinage. L'adaptation de différents modèles de diffusion assistée permet d'expliquer les phénomènes observés. Pour clôturer l'étude, de nouveaux chemins de mise en forme des C17300 sont proposés, afin d'assurer l'obtention de propriétés mécaniques excellentes avec une usinabilité améliorée.

**ABSTRACT**

The document presented hereby study the relationship existing between machining and materials behaviors, especially from a microstructure's perspective. The main purpose of this study is to understand the variability of cutting process of copper-beryllium alloys with improved machining capabilities, despite the fact that their macroscopic mechanical properties are even. After a description of those alloys and the characterization methods used in the present work, the machining of different materials are presented. The stresses and temperatures reached during orthogonal cutting are recorded and will describe the machinability. Experimental results of machining alloys which are in different metallurgical states are then presented. Those results will help the implementation of an analytical model of chips formation. The influence of machining process on work pieces and chips produced by orthogonal cutting of copper-beryllium alloys are then completed by a study of model materials developed in this work. Those alloys presenting well defined microstructure still possess the same hardness despite different thermo-mechanical treatments including mechanical deformation and ageing. A very detailed microstructure analysis of those model materials shows the influence of initial microstructure on their machinability. Diffusion mechanisms are put in light thanks to the information delivered by the analytical model (interaction time, transit time and temperature obtained through the different shear bands). Those assisted diffusion mechanisms explain the material behaviour during the orthogonal cutting. At last, better ways of material forming are exposed in order to have simultaneously excellent mechanical properties and excellent machinability for copper-beryllium alloys.