



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>

THÈSE

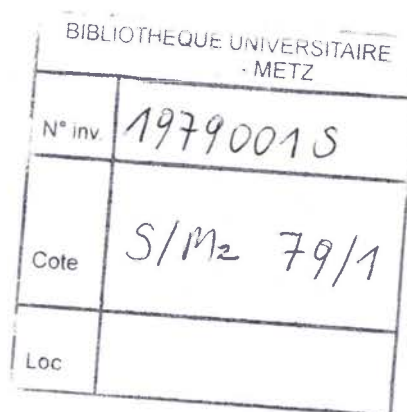
présentée

A l'U.E.R. "SCIENCES EXACTES ET NATURELLES"
DE L'UNIVERSITÉ DE METZ

pour obtenir le titre de
DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

par

André EBERHARDT



STRUCTURE ET COMPORTEMENT MÉCANIQUE A CHAUD DE BICRISTAUX BIPHASÉS DE LAITON α/β

Soutenue le 7 mars 1979 devant le jury composé de :

M. J. PHILIBERT	Université de PARIS-SUD
MM. B. BAUDELET	Université de METZ
M. CERTIER	Université de METZ
M. GERL	Université de NANCY I
J.-L. MARTIN	C.N.R.S. de TOULOUSE
G. SAINFORT	C.E.N. de GRENOBLE



UNIVERSITE DE METZ

PRESIDENT : M. FERRARI PIERRE

U.E.R. "SCIENCES EXACTES ET NATURELLES"

DIRECTEUR : M. RHIN GEORGES

PROFESSEURS

M. LONCHAMP JEAN-PIERRE T.T.P. PHYSIQUE
M. BARO RAYMOND T. PHYSIQUE
MADAME CAGNANT DENISE T.T.P. CHIMIE
M. LERAY JOSEPH P.S.C. PHYSIQUE
M. BLOCH JEAN-MICHEL T. CHIMIE
M. KLEIM ROLAND P.S.C. PHYSIQUE
M. CHARLIER ALPHONSE P.S.C. PHYSIQUE
M. TAVARD CLAUDE P.S.C. PHYSIQUE
M. WENDLING EDGAR P.S.C. CHIMIE
M. BAUDELET BERNARD P.S.C. PHYSIQUE
M. CERTIER MICHEL P.S.C. PHYSIQUE

MAITRES DE CONFERENCES

M. WEBER JEAN-DANIEL MECANIQUE
M. CARABATOS CONSTANTIN PHYSIQUE
M. FALLER PIERRE CHIMIE
M. RHIN GEORGES MATHEMATIQUES
MADAME SEC ANTOINETTE MATHEMATIQUES
M. DAX JEAN-PIERRE MATHEMATIQUES
M. SCHMITT BRUNO MATHEMATIQUES
M. PLUVINAGE GUY PHYSIQUE
M. HEIZMANN JEAN-JULIEN PHYSIQUE
M. ROUX ANDRE MATHEMATIQUES
M. HASHIMOTO SATOSHI PHYSIQUE
M. DURAND DOMINIQUE PHYSIQUE
M. CHAUVIN ANDRE MATHEMATIQUES

Cette étude a été réalisée au Laboratoire de Physique et de Technologie des Matériaux de l'Université de METZ (Laboratoire Associé au C.N.R.S. N° 155) dans le cadre de contrats de recherche financés par le C.N.R.S. (Actions Thématiques Programmées : Propriétés Mécaniques des Solides).

Bernard BAUDELET a animé ce travail; je tiens à le remercier pour la qualité des relations qu'il a développées au sein de son équipe et l'esprit de collaboration et de confiance dans lequel il m'a permis de travailler.

J'exprime toute ma gratitude à :

- Messieurs J. PHILIBERT et M. GERL qui ont bien voulu porter un jugement sur cette étude.

- Messieurs M. CERTIER, J.L. MARTIN et G. SAINFORT pour leur participation à ce jury.

Ce travail doit beaucoup à la collaboration de Satoshi HASHIMOTO et de Michel SUERY, je leur exprime ici toute ma reconnaissance.

Je remercie tous ceux qui ont participé à ce travail, en particulier :

- Gilles BOUTET pour la part prépondérante qu'il a prise dans la conception et la réalisation des dispositifs expérimentaux.

- Hervé BEITZ pour tous les travaux photographiques, ainsi que Jean Marie HOUZELLE et Gilbert MABILLE pour les travaux d'atelier.

- Madame MARCELET qui s'est chargée de l'aspect administratif des contrats et Madame PETITJEAN qui a assuré, avec bonne humeur, la frappe de ce texte dans les meilleurs délais.

- Mademoiselle PETERSHEIM et François LAVIGNE qui se sont chargés de l'impression de ce texte.

TABLE DES MATIERES

	<u>PAGES</u>
<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>PARTIE I - BICRISTAUX BIPHASES</u>	
I.1. RAPPEL DES METHODES UTILISEES POUR REALISER DES BICRISTAUX BIPHASES ...	5
I.2. REALISATION DE BICRISTAUX BIPHASES PAR DIFFUSION EN PHASE SOLIDE	
I.2.1. Principe	8
I.2.2. Déplacement de l'interface en fonction du temps et équilibre thermodynamique	10
I.2.3. Possibilité de réaliser des joints de phases à l'équilibre thermodynamique	13
I.3. CHOIX DES MATERIAUX	15
I.4. ETUDE DU BICRISTAL BIPHASE - ASPECT MORPHOLOGIQUE ET ORIENTATIONS MUTUELLES DES PHASES	
I.4.1. Techniques expérimentales	17
I.4.2. Morphologie du bicristal biphasé	18
I.4.2.1. Résultats expérimentaux	18
A) Aspect macroscopique	18
B) Effet KIRKENDALL	18
C) Observation de "marches" à l'interface	21
D) Sous-structure dans les couples de diffusion	21
E) Profil de concentration	24
F) Macles induites par le traitement de diffusion	26
I.4.2.2. Discussion	34
A) Dislocations d'accommodation induites par le gradient de concen- tration	34
B) Formation de macles durant la diffusion	36
I.4.3. Orientations mutuelles	37
I.4.3.1. Recherches des orientations mutuelles optimales entre une phase cfc et une phase cc	37

	<u>PAGES</u>
I.4.3.2. Résultats expérimentaux	38
I.4.3.3. Discussion	42
I.5. CONCLUSION	45
BIBLIOGRAPHIE	49
<u>PARTIE II - GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES DANS DES BICRISTAUX BIPHASES DE LAITON</u>	53
II.1. INTRODUCTION	53
II.2. DISPOSITIF DE FLUAGE	54
II.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX	56
II.3.1. Allure générale des courbes de fluage	56
II.3.2. Loi de comportement en cisaillement de bicristaux biphasés ...	60
II.3.3. Caractéristiques du bicristal biphasé déformé	62
A) Aspect macroscopique	62
B) Défauts géométriques à l'interface	62
C) Sous structure dans la phase β au voisinage de l'interface	65
II.3.4. Déformation des phases α et β du laiton	65
II.4. DISCUSSION	69
II.4.1. Glissement intrinsèque et mécanismes accommodateurs	69
II.4.2. Glissement contrôlé par la diffusion autour des défauts géométriques	72
II.4.3. Déformation des bicristaux aux fortes contraintes	80
II.4.3.1. Loi de comportement du glissement aux joints de phases	80
II.4.3.2. Modèles de glissement accommodé par déformation plastique ..	87
II.4.4. Origine des défauts géométriques	93
II.4.4.1. Aspect bidimensionnel des défauts géométriques	94
II.4.4.2. Mécanisme de déformation des aspérités	97
II.4. CONCLUSION	99
BIBLIOGRAPHIE	101
CONCLUSION GENERALE	104

ANNEXES

- I. Recherche des orientations mutuelles optimales entre une phase cfc et une phase cc - Cas du système cuivre-chrome
- II. Correction de la vitesse de glissement aux joints de phases pour les fortes contraintes
- III. Coefficient de diffusion dans les solutions solides
- IV. Glissement aux joints de phases accommodé par diffusion avec transformation de phase

INTRODUCTION

Généralement, les matériaux sont portés à haute température soit par nécessité lorsque les équipements doivent fonctionner en permanence à température élevée (industries nucléaires et aérospatiales) et on recherche alors principalement une grande résistance au fluage, soit pour les déformer plastiquement et dans ce cas on recherche plutôt une diminution temporaire de la résistance mécanique et une augmentation de la ductilité.

Un des aspects très important du comportement à chaud des matériaux monophasés ou polyphasés est le glissement macroscopique des grains les uns par rapport aux autres le long de leur interface commune. Ce phénomène de fluage intergranulaire est connu depuis très longtemps et a été observé dans tous les matériaux monophasés [1,2]. Dans les matériaux biphasés, un glissement aux joints de phases peut être observé de façon analogue lorsque ceux-ci sont sollicités dans le domaine des déformations superplastiques [3-5]. Ce mécanisme de glissement aux joints de grains ou de phases peut représenter une part importante de la déformation plastique à chaud. De plus, ce glissement est souvent à l'origine d'un endommagement par formation de cavités ou de fissures au niveau des joints de grains ou (et) de phases. Cet endommagement fait actuellement l'objet de nombreuses études, car son importance est grande dans la conception des pièces qui doivent être sollicitées mécaniquement à température élevée.

Certains auteurs ont abordé l'étude du glissement aux joints de grains à partir de matériaux polycristallins, le situant ainsi dans son environnement habituel [6-11]. Cependant, l'analyse est rendue difficile du fait de l'état de contrainte qui règne dans chaque joint, du grand nombre de joints agissant dont les glissements sont incompatibles aux joints triples et de l'existence de déformations intracristallines. De plus, ces observations sont limitées à la surface et ne traduisent qu'imparfaitement le rôle des joints de grains en volume. C'est pourquoi certains auteurs ont développé des travaux à partir de bicristaux [12-15] qui permettent entre autre de se libérer du problème de compatibilité aux joints triples et de mieux maîtriser certains paramètres géométriques du joint tels que l'orientation relative des grains et le plan de l'interface.

Les études sur le joint de phases ont été jusqu'à ce jour limitées aux matériaux polycristallins biphasés $[\bar{3}-5]$, $[\bar{1}6]$ et sont sujettes aux mêmes remarques que précédemment. Les eutectiques lamellaires dans lesquels le joint de phases est relativement plan constituent une première simplification du problème. Ainsi, dans une première approche, nous avons étudié le glissement le long des interfaces de l'eutectique lamellaire Pb-Sn soumis à un cisaillement simple parallèlement aux plans des lamelles $[\bar{1}7-21]$. Il a été montré qu'il existe une grande dispersion dans les valeurs des vitesses de cisaillement mesurées au niveau des interfaces et dans le coefficient n de sensibilité de la vitesse à la contrainte. Ces dispersions sont dues vraisemblablement à la différence de morphologie des interfaces. Les difficultés de mesure et d'interprétation rencontrées au cours de cette première étude ont motivé celle qui fait l'objet de ce travail.

Afin de mieux cerner le comportement du joint de phases, il nous est apparu nécessaire de réaliser un matériau constitué de deux phases monocristallines de natures chimiques différentes séparées par une interface plane. Dans la suite, nous appellerons un tel matériau un bicristal biphasé.

La réalisation des bicristaux biphasés, ses caractéristiques morphologiques et cristallographiques constituent la première partie de ce rapport. Dans une seconde partie sont déterminées et analysées les lois de comportement de ces bicristaux biphasés soumis à un cisaillement simple.

BIBLIOGRAPHIE

1. W. ROSENHAIN, D. EWEN, J. Inst. Metals, 10 (1913) 119.
2. R.N. STEVENS, Met. Rev. 11 (1966) 129.
3. D.J. DINGLEY, H.H. WILLS, Proceeding of the Third Annual S.E.M. Symposium IIT Research Institute. Chicago, Illinois 60616, USA, April (1970) 329.
4. H. NAZIRI, R. PEARCE, M. HENDERSON BROWN, K.F. HALES, Acta Met. 23 (1975) 489.
5. A.E. GECKINLI, C.R. BARRETT, J. Mat. Sci. 11 (1976) 510.
6. J.L. WALTER, H.E. CLINE, Trans. AIME, 242 (1968) 1823.
7. R.N. STEVENS, Trans. AIME, 236 (1966) 1762.
8. R.L. BELL, GRAEME-BARBER, T.G. LANGDON, Trans. AIME, 239 (1967) 1821.
9. T.G. LANGDON, R.L. BELL, Trans. AIME, 242 (1968) 2479.
10. R.L. BELL, T.G. LANGDON, J. Mat. Sci. 2 (1967) 313.
11. R.L. BELL, T.G. LANGDON, Interface Conférence, R.C. Gifkins éditeur Sydney (1969) 115.
12. R.N. STEVENS, Met. Rev., 11 (1966) 129.
13. M. BISCONDI, G. GOUX, Mém. Sci. Rev. Mét., 65 (1968) 167.
14. B. MICHAUT, Thèse Grenoble (1972).

15. P. LAGARDE, M. BISCONDI, C.R.A.S. 277 série C (1973) 85.
16. T. CHANDRA, J.J. JONAS, D.M.R. TAPLIN, J. Mat. Sci. 13 (1978) 2380.
17. A. EBERHARDT, B. BAUDELET, J. Mat. Sci. 9 (1974) 865.
18. A. EBERHARDT, B. BAUDELET, J. Microsc. Spectrosc. Electron. 1 (1976) 491.
19. B. BAUDELET, M. SUERY, A. EBERHARDT, J. Phys. 36 C4 (1975) 281.
20. M. CAGNON, M. SUERY, A. EBERHARDT, B. BAUDELET, Acta. Met. 25 (1977) 71.
21. M. SUERY, A. EBERHARDT, B. BAUDELET, M. CAGNON, G. SAUVAGE, J.J. FAVIER, M. TURPIN, Conference on in situ composites - II Lakeville. Connecticut, Sept. 2-5 (1975).

PARTIE I - BICRISTAUX BIPHASES

Dans cette première partie, après avoir rappelé les différentes méthodes déjà utilisées pour réaliser des bicristaux biphasés, nous présenterons une nouvelle technique de préparation mise au point au laboratoire et fondée sur une propriété caractéristique de la diffusion en phase solide en système polyphasé. Nous justifierons ensuite le choix des couples de diffusion étudiés. Nous analyserons enfin l'interface obtenue à partir des phases α et β du laiton d'un point de vue morphologique (planéité du joint, présence de macles), chimique (profil de concentration) et cristallographique (orientations relatives des phases).

I.1. RAPPEL DES METHODES UTILISEES POUR REALISER DES BICRISTAUX BIPHASES

Trois techniques ont déjà été utilisées pour réaliser des bicristaux biphasés. La première est fondée sur l'utilisation de deux métaux ayant des points de fusion très différents et des solubilités mutuelles quasiment nulles. La phase ayant le point de fusion le plus bas est liquide et croît sur celle dont le point de fusion est le plus élevé. Le tableau I.1 indique les couples qui ont déjà été étudiés.

	Ag-Fe	Cu-Pb	Mo-W	Se-Te
Structure	cfc - cc	cfc - cc	cc - cc	h A8-h A8
T_F °C	960-1534	1083-327	2620-3380	217-450
Réf.	[17], [27]	[37]	[47]	[57]

TABLEAU I.1

Bicristaux biphasés réalisés à partir de deux métaux ayant des points de fusion très différents et des solubilités mutuelles très faibles.

La zone de transition entre les deux phases est faible, elle est due à la grande différence entre les points de fusion et à la faible valeur du coefficient de diffusion d'un des éléments dans l'autre à la température de préparation [1]. Les interfaces ainsi obtenues sont bien localisées et très proches de l'équilibre thermodynamique, ce qui facilite l'étude théorique. Cependant, ils ne sont pas représentatifs d'une interface précipité-matrice [6] car on ne peut exclure au niveau de l'interface, la présence de pores qui seraient à l'origine, dans les études de diffusion, d'un transport de l'élément diffusant par un mécanisme de diffusion superficielle ou d'évaporation condensation. Sur l'Ag-Fe, BONDY [1] et JOB [2] ont vérifié en utilisant soit la microfractographie, soit la dissolution chimique sélective, qu'il n'existe pas de pores de dimensions notables sans rejeter toutefois la possibilité de l'existence de micropores tels que ceux observés par SCHÖBER et BALLUFFI [7] dans des joints de grains préparés par soudure de deux films minces monocristallins. Il faut remarquer également que la définition du domaine de déformation à chaud est délicate lorsque les deux composés ont des points de fusion et des duretés très différents. Aussi, ce type d'interface se prête mal à des études de déformation à chaud.

La deuxième technique consiste à souder par diffusion deux métaux purs dont le diagramme d'équilibre est du type eutectique avec deux solutions solides (Ag-Cu, Pb-Sn, Cd-Zn). PERINET [6] a utilisé l'alliage Ag-Cu qui présente la plus grande solubilité mutuelle pour réaliser par soudure des bicristaux biphasés. Après traitement, l'interface limite deux phases dont les compositions chimiques au voisinage de l'interface sont données par le diagramme d'équilibre. ~~On est amené alors à considérer un équilibre thermodynamique local,~~ l'ensemble du bicristal biphasé n'étant pas à l'équilibre thermodynamique. Dans cette méthode comme dans la précédente, l'interface initiale séparant les deux phases et l'interface finale sont confondues et peuvent contenir des impuretés et des oxydes. La plupart des alliages sont constitués d'une solution solide et d'une phase intermédiaire ou d'une solution solide et d'un composé intermétallique et les deux techniques précédentes sont limitées à un petit nombre d'alliages biphasés très particuliers et peu utilisés (immiscibilité des composants dans un cas et alliages eutectiques avec solubilité mutuelle dans l'autre).

La troisième méthode peut s'appliquer à un grand nombre d'alliages Cu-Zn [8,9], Cu-Ni-Zn [10], Cu-Zn-Sn [11] et consiste à fondre localement

7.

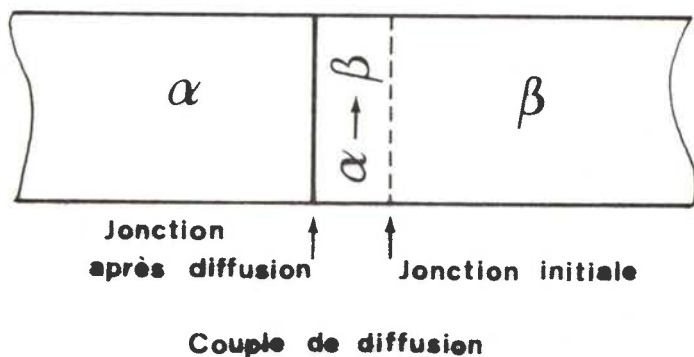
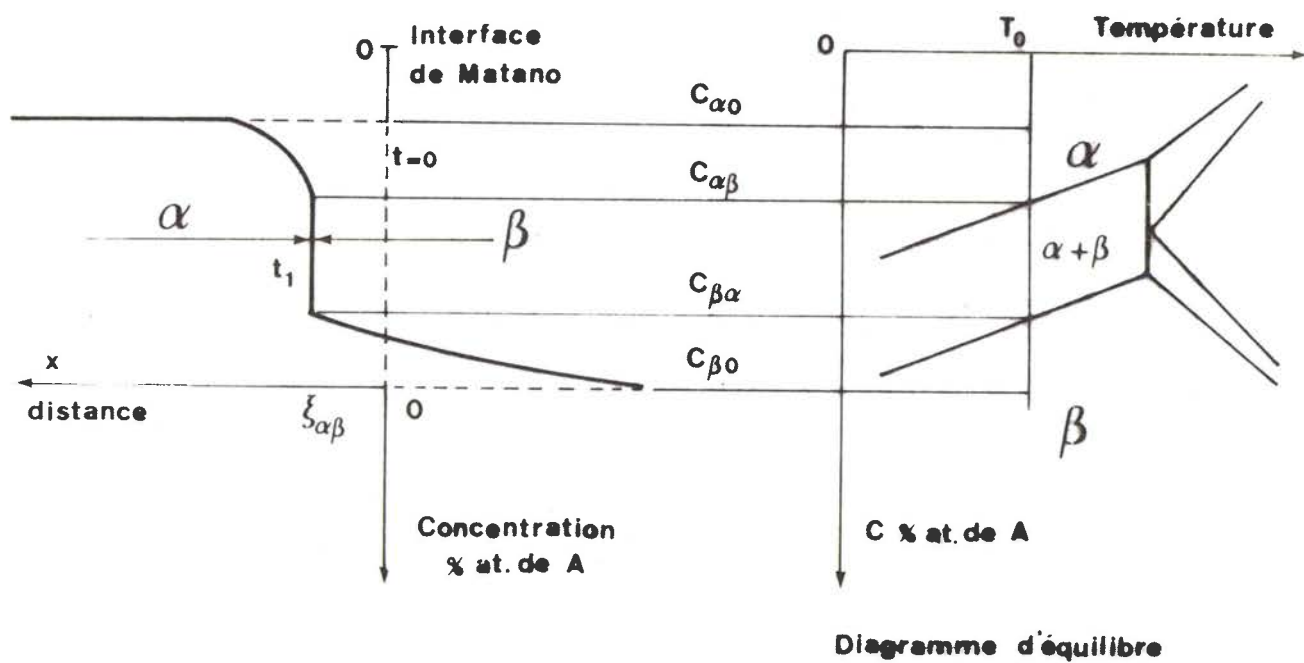
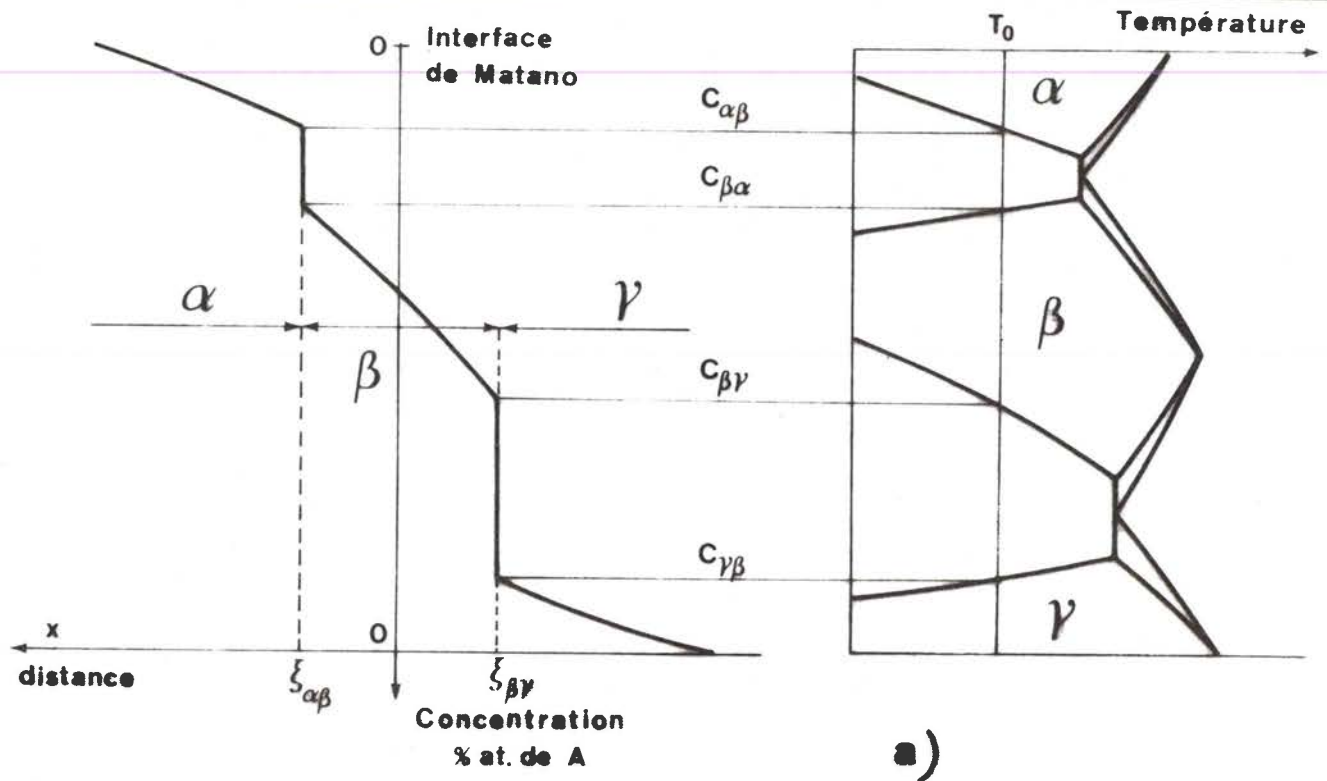


Fig. I,1

- a) Principe de la diffusion à l'état solide en système multiphasé
- b) Couple de diffusion constitué de deux solutions solides

dans un fort gradient de température, les deux phases monocristallines constituant le couple. Le matériau ainsi obtenu est constitué des deux phases monocristallines initiales séparées par une région de transition biphasée à gros grains. Par un traitement thermique sur un bicristal biphasé de laiton $\alpha - \beta$, HINGWE et SUBRAMANIAN [12] réduisent puis annulent complètement cette zone duplex de transition. Cependant, il reste dans l'interface un grand nombre de défauts géométriques (période 50 μm environ, amplitude 10 μm). Les auteurs ont montré que la composition chimique au voisinage de l'interface est bien celle donnée par le diagramme d'équilibre, mais à des distances de l'ordre de 80 μm , la composition est celle du matériau de base. Comme dans la méthode précédente, l'ensemble de l'échantillon n'est pas à l'équilibre thermodynamique.

I.2. REALISATION DE BICRISTAUX BIPHASES PAR DIFFUSION EN PHASE SOLIDE

I.2.1. Principe

La méthode que nous avons utilisée est fondée sur un résultat classique de la diffusion en système polyphasé [13,14]. Lorsque deux matériaux purs A et B non miscibles en toute proportion sont pressés l'un contre l'autre et portés à haute température, toutes les phases intermédiaires prédites par le diagramme d'équilibre apparaissent (Fig. I.1.a), exceptionnellement, certaines phases peuvent être absentes [15]. Si au lieu de prendre comme matériau de départ les métaux purs A et B, on réalise un couple à partir de deux phases α et β consécutives d'un diagramme d'équilibre, la diffusion fait apparaître une seule interface (Fig. I.1.b). L'examen du diagramme d'équilibre, Fig. I.1.b par exemple, montre qu'il est nécessaire de tremper les échantillons après diffusion afin d'éviter la précipitation de la phase α dans la phase β au niveau de l'interface. Pour la même raison, les expériences ultérieures, diffusion à l'interphase ou essais mécaniques, devront être effectuées à une température égale ou légèrement supérieure à la température de diffusion.

Contrairement aux techniques précédentes, celle-ci repose sur la création par diffusion d'une nouvelle phase, β sur la figure I.1.b, dans la phase mère α , l'interface $\alpha - \beta$ se déplaçant d'autant plus rapidement que la différence entre les limites de solubilité $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$ est plus faible [15]. Cette méthode peut s'appliquer à un grand nombre de couples. Nous avons reporté dans le tableau I.2, d'après les données de HANSEN [16], les principaux

SYSTEME	DOMAINE DE TEMPERATURE
Ag - Al Cd Mg Zn	610 - 780 440 - 736 → 759 258 - 710
Al - Co Cu Ni	300 - 1400 565 - 1037 → 1395
Au - Zn	404 - 642
Cu - Be Ga In Sn Zn	605 - 866 620 - 915 574 - 710 586 - 798 454 - 902
Pd - Zn	700 - 1350

TABLEAU I.2

Principaux couples conduisant à des interfaces CFC-CC

couples conduisant à des interfaces du type cfc-cc en indiquant le domaine de température d'utilisation. Elle peut également s'appliquer à des couples solutions solides - composés intermétalliques. Ainsi, nous avons pu obtenir une jonction entre une solution solide d'étain dans le cuivre et la phase ϵ (Cu_3Sn). Il apparaît également possible de réaliser une jonction entre une solution solide de cuivre dans l'aluminium et la phase θ (Al_2Cu).

I.2.2. Déplacement de l'interface en fonction du temps et équilibre thermodynamique

KIRKALDY [11] a démontré que dans un couple de diffusion semi-infini constitué d'un nombre quelconque de composants, la loi de déplacement en fonction du temps des différentes phases intermédiaires tend vers une loi parabolique : $\xi \sim t^{1/2}$. Ceci est vrai pour des coefficients de diffusion constants ou variables et résulte du fait que l'équilibre local est atteint dans un temps très court. Certains écarts à la loi parabolique à l'origine des temps peuvent s'expliquer par une valeur anormalement élevée de l'énergie d'activation pour le transfert des atomes à travers un ou plusieurs joints de phases. Expérimentalement [11], le déplacement des interfaces suit une loi parabolique et permet ainsi d'envisager l'existence d'un équilibre thermodynamique local.

KINDSON [15], reprenant les hypothèses de KIRKALDY, a donné une expression complète du déplacement de l'interface.

$$\xi_{\alpha\beta} = 2 \left[\frac{(DK)_{\beta\alpha} - (DK)_{\alpha\beta}}{C_{\alpha\beta} - C_{\beta\alpha}} \right] \sqrt{t} = A_{\alpha\beta} \sqrt{t} \quad (\text{I.1})$$

où $K_{\alpha\beta}$ ou $K_{\beta\alpha} = \sqrt{t} \left(\frac{\partial c}{\partial x} \right)_{\alpha\beta}$ ou $_{\beta\alpha}$; $D_{\alpha\beta}$ et $D_{\beta\alpha}$ sont les coefficients d'interdiffusion dans les phases α et β , les distances étant prises par rapport à l'interface de Matano. La constante $A_{\alpha\beta}$ peut être positive, négative ou nulle suivant les valeurs relatives des termes $(DK)_{\alpha\beta}$ et $(DK)_{\beta\alpha}$. En conséquence, l'interface peut se déplacer suivant le sens des x positifs ou négatifs et même rester stationnaire dans le temps. Il faut remarquer que la constante $A_{\alpha\beta}$ ne suit pas une loi d'Arrhenius simple : cette constante dépend de la différence entre deux coefficients d'interdiffusion qui sont eux-mêmes des moyennes pondérées des coefficients de diffusion des espèces diffusantes ; elle est généralement fonction des limites de solubilité $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$ qui dépendent de la température.

Deux hypothèses sont contenues implicitement dans ce raisonnement. La première est que la croissance des phases est déterminée uniquement par la diffusion en volume; la seconde considère que la vitesse de germination d'une phase est très rapide et ne contrôle pas le mécanisme de déplacement de l'interface.

Cas des couples de diffusion finis

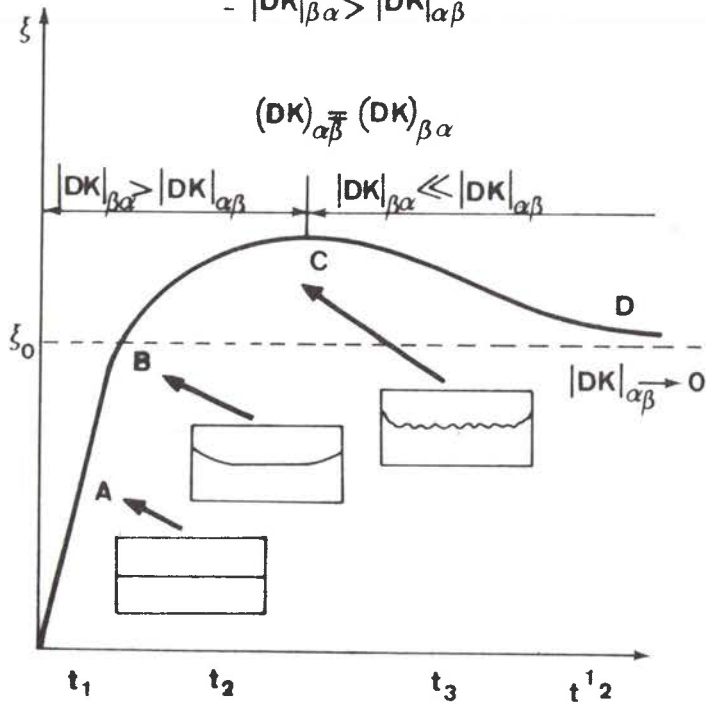
Dans un couple de diffusion infini, le sens et la vitesse de déplacement de l'interface sont déterminés par la valeur de la constante $A_{\alpha\beta}$ de l'équation (I.1). Lorsque le couple est de dimension finie, la quantité d'espèce diffusante, qui est limitée, diminue au cours du temps et modifie la valeur du terme $A_{\alpha\beta}$. Ceci se traduit sur la courbe déplacement - temps par un écart à la loi parabolique tel que celui que nous avons observé sur le couple $\text{CuAl}_\alpha\text{-CuAl}_\beta$ (fig. I.2.b). Dans un cas extrême où le temps de diffusion serait infiniment long, l'interface peut même régresser pour atteindre finalement une position correspondant à l'équilibre thermodynamique. Nous allons montrer que cette technique n'est pas acceptable pour réaliser des bicristaux biphasés proches de l'équilibre thermodynamique, car d'une part elle nécessite des temps très longs de diffusion pendant lesquels la dézincification de la phase β ne peut plus être négligée et d'autre part l'interface ne reste pas plan, mais s'incurve et contient un nombre important de défauts géométriques.

Considérons un couple de diffusion fini constitué des phases α et β de masses m_α et m_β et de compositions initiales $C_{\alpha 0}$ et $C_{\beta 0}$ pour lequel on suppose que la diffusion dans la phase β est beaucoup plus rapide que dans la phase α . Ceci a pour conséquence que le gradient de concentration dans la phase β est beaucoup plus faible que dans la phase α (fig. I.2.c) ce qui correspond à un instant donné à $|K_{\alpha\beta}| > |K_{\beta\alpha}|$. Nous supposons de plus que le produit $(DK)_{\beta\alpha}$ est supérieur en valeur absolue au produit $(DK)_{\alpha\beta}$ de sorte que le terme $A_{\alpha\beta}$ soit positif et que le déplacement de l'interface se fasse dans le sens des x positifs. Au cours de la diffusion, lorsque la quantité d'espèce diffusante diminue, le gradient de concentration dans la phase β diminue également, alors que celui dans la phase α reste constant. Ainsi, le terme $A_{\alpha\beta}$ va décroître en même temps que $|K_{\beta\alpha}|$, passer par zéro (immobilité de l'interface) puis changer de signe lorsque $K_{\beta\alpha}$ tend vers zéro (Fig. I.2.a). L'interface se déplace alors vers les x négatifs et tend asymptotiquement vers une position d'équilibre ξ_0 qui est atteinte lorsque la concentration dans la phase α est constante et égale à $C_{\alpha\beta}$ ($K_{\alpha\beta}$ tend vers zéro). L'ensemble

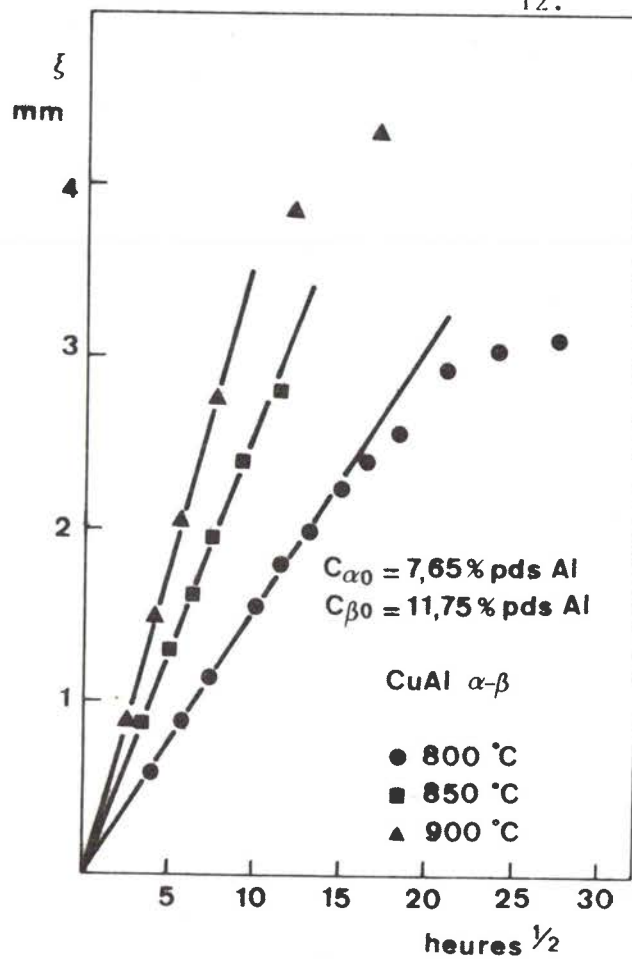
$$\xi_{\alpha\beta} = 2 \left[\frac{(DK)_{\beta\alpha} (DK)_{\alpha\beta}}{C_{\alpha\beta} - C_{\beta\alpha}} \right] t^{1/2} = A_{\alpha\beta} t^{1/2}$$

Hypothèses - $D_{\beta\alpha} \gg D_{\alpha\beta}$

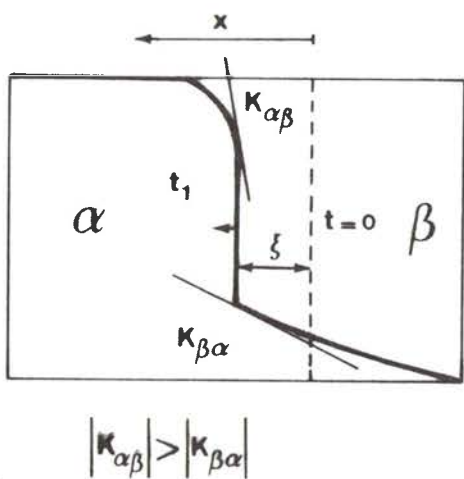
- $|DK|_{\beta\alpha} > |DK|_{\alpha\beta}$



a)



b)



c)

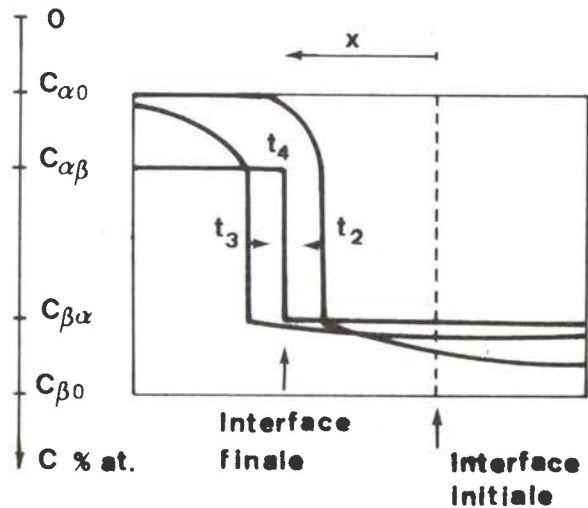


Fig.I.2 - Couple de diffusion de dimension finie

- a) Allure générale de la loi de déplacement en fonction du temps pour un couple fini dont les phases α et β initiales ont des masses m_α et m_β et des concentrations $C_{\alpha 0}$ et $C_{\beta 0}$
- b) Déplacement de l'interface à l'intérieur de la phase α dans le couple $\text{CuAl}_\alpha - \text{CuAl}_\beta$ pour différentes températures
- c) Courbe concentration - distance

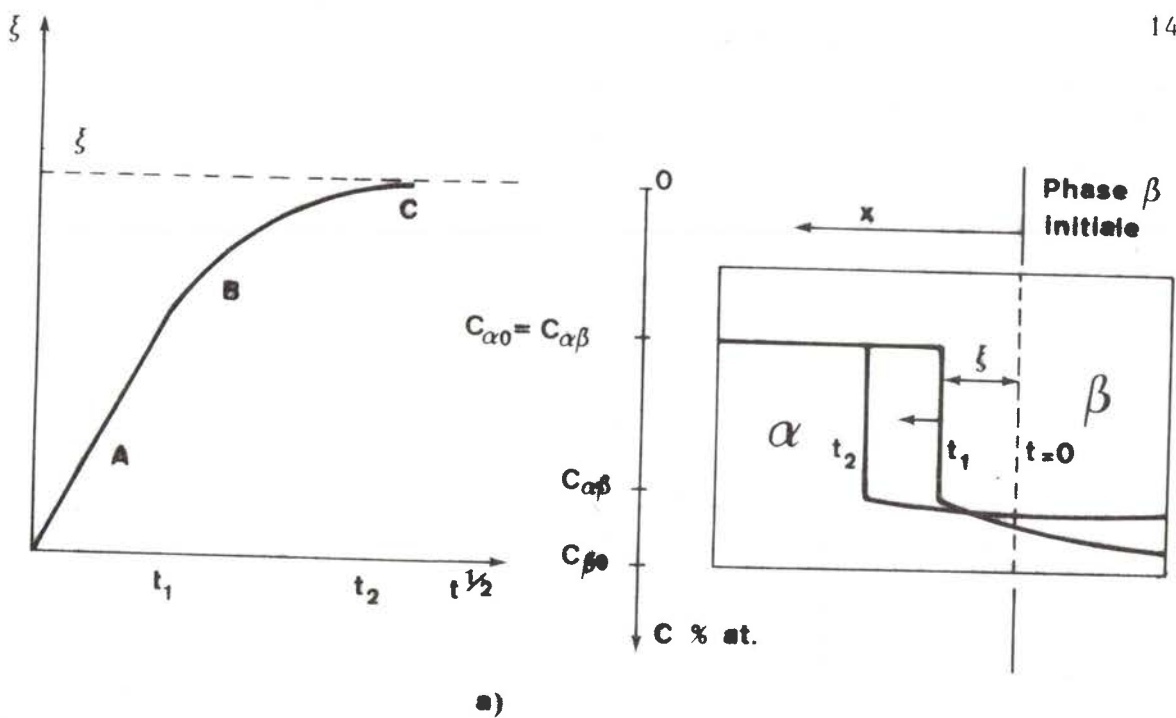
de l'échantillon est alors à l'équilibre thermodynamique et la position ξ_0 de l'interface s'obtient par la "règle des segments inverses" (ξ_0 peut être positif, négatif ou nul). Il faut remarquer que dans le premier stade de la diffusion (déplacement vers les x positifs) $|DK|_{\beta\alpha} > |DK|_{\alpha\beta}$ et le déplacement de l'interface est contrôlé par la diffusion dans la phase β , alors que dans le second stade (déplacement vers les x négatifs) $(DK)_{\beta\alpha} \sim 0$ et c'est la diffusion dans la phase α qui contrôle le déplacement de l'interface. Comme nous avons fait l'hypothèse que la diffusion dans la phase α est lente, il apparaît impossible de réaliser de cette manière et dans des temps raisonnables, des échantillons à l'équilibre thermodynamique avec des profondeurs de pénétration importantes.

D'autre part, dans la région B de la figure I.2.a, la nouvelle interface s'incurve et dans la région C des instabilités apparaissent le long du front de diffusion rendant ainsi ces échantillons inutilisables pour des expériences de diffusion ou de déformation par glissement le long du joint de phases.

I.2.3. Possibilité de réalisation de joints de phases proches de l'équilibre thermodynamique

Si la phase α de départ a une concentration $C_{\alpha 0}$ égale à la concentration limite $C_{\alpha\beta}$ (fig. I.1.b), le gradient de concentration dans la phase α est nul et la partie CD de la courbe a) Fig. I.2. n'existe plus. L'équilibre est atteint asymptotiquement en C, Fig. I.3.a. Afin d'éviter les instabilités rencontrées dans les régions B et C, il est possible d'arrêter l'expérience de diffusion en A (au temps t_1) et de séparer la phase initiale β (fig. I.3.a) du reste de l'échantillon. Le bicristal biphasé restant est constitué d'une part d'une phase α à la concentration d'équilibre $C_{\alpha\beta}$ et d'autre part d'une phase β dans laquelle la concentration est voisine de $C_{\beta\alpha}$ et le gradient de concentration en élément diffusant est faible.

Pour obtenir, en partant de l'état liquide, un monocristal α à la composition $C_{\alpha\beta}$ Fig. I.3.b, il faut traverser un domaine biphasé de T_0 à T dans lequel il y a croissance simultanée des deux phases α et β . La proportion de phase β diminue ensuite avec la température pour disparaître complètement à la température T . Cette technique encore à l'étude nous a permis récemment de réaliser des monocristaux de laiton à une composition voisine de $C_{\alpha\beta}$ à 650°C (Fig. I.3.b).



La phase α a une concentration initiale égale à $C_{\alpha 0}$, le gradient dans α est constamment nul ($K_{\alpha\beta} = 0$) et le déplacement a pour expression

$$\xi_{\alpha\beta} = 2 \frac{(DK)_{\beta\alpha}}{C_{\alpha\beta} - C_{\beta\alpha}} t^{1/2}$$

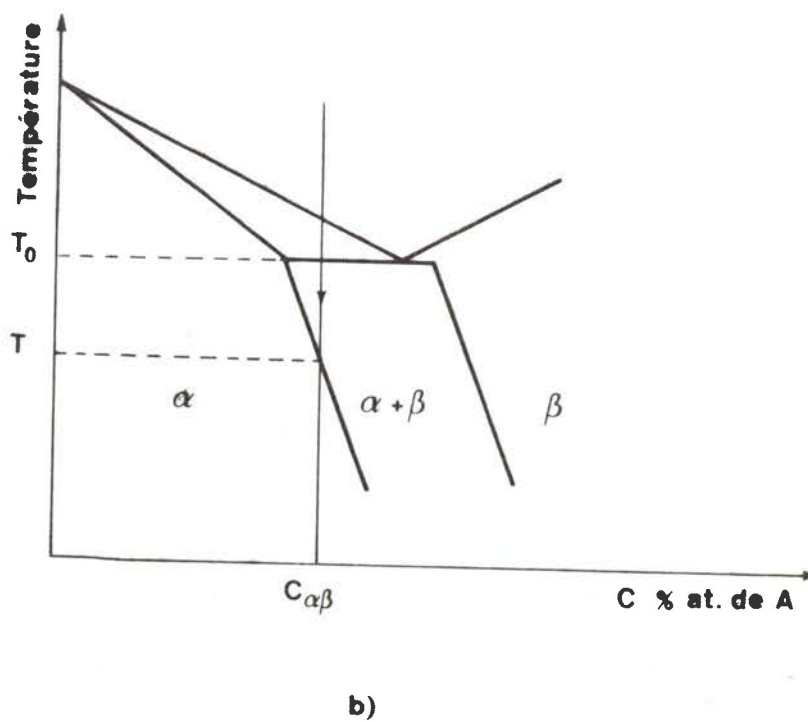


Fig. I.3 a) Couple de diffusion de dimension finie
b) Préparation d'un monocristal α à la composition limite $C_{\alpha\beta}$

I.3. CHOIX DES MATERIAUX

Parmi les matériaux présentés dans le tableau II, nous retiendrons plus particulièrement deux d'entre eux qui présentent un comportement super-plastique lorsqu'ils sont biphasés et à petits grains :

- les cupro-aluminiums en phase α et β
- les laitons également en phase α et β

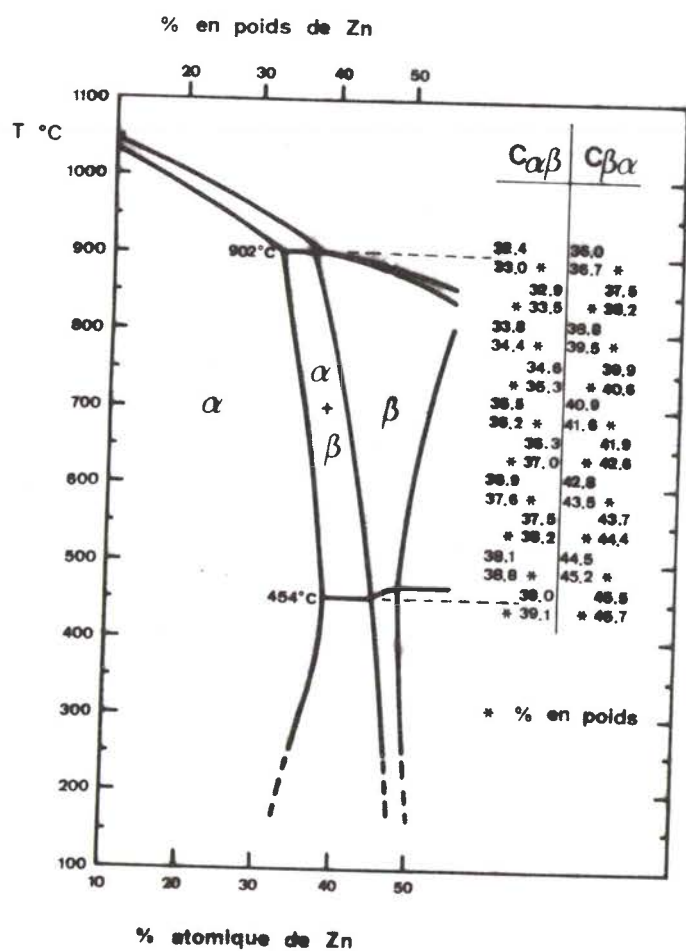
La figure I.4.a et b donne les diagrammes d'équilibre de ces deux alliages limités au domaine d'existence des phases α et β .

Les phases α et β de l'alliage Al-Cu ont des duretés comparables dans le domaine de température étudié, ce qui en fait un matériau de choix pour l'étude du glissement aux joints de phases. Cependant, la présence de martensite dans la phase β et les décompositions complexes qui interviennent à la température ambiante en font un mauvais matériau pour l'étude de la structure de l'interface et de son voisinage par microscopie électronique par transmission. Mais sa stabilité sous vide à haute température le rend utilisable pour la déformation in-situ dans un microscope électronique à haute tension.

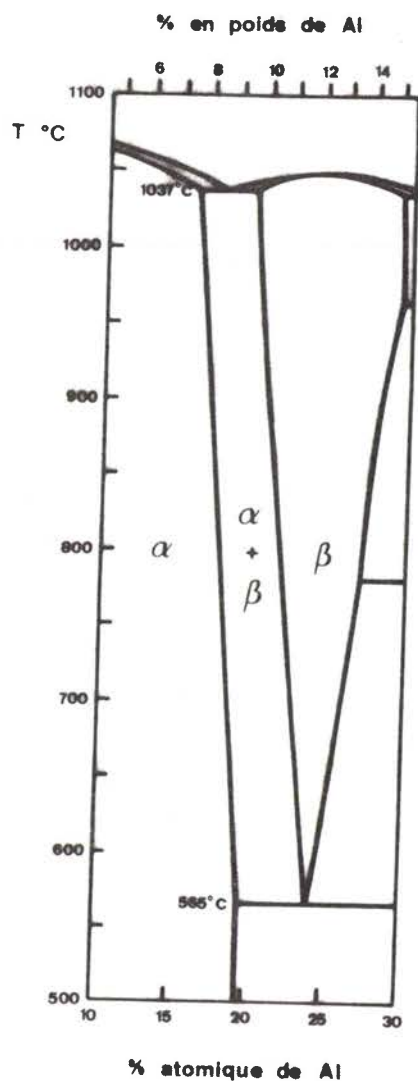
En revanche, les laitons pour lesquels la dézincification est un phénomène gênant lors de la déformation à haute température sont facilement observables à froid en microscopie optique et électronique par transmission. De plus, il existe de nombreuses études sur les propriétés physiques et mécaniques des laitons (loi de comportement, module de cisaillement, etc ...) et notamment les coefficients de diffusion du cuivre et du zinc sont connus en fonction de la concentration.

Dans ce travail, le glissement aux joints de phases est abordé essentiellement à partir de bicristaux biphasés de laiton et nous réserverons les bicristaux biphasés Al-Cu, dont nous avons déjà étudié partiellement la loi de comportement $[\bar{1}\bar{1}\bar{7}]$, pour des travaux ultérieurs en déformation in-situ dans un microscope électronique par transmission.

La température des essais a été fixée à 650°C. Elle est suffisamment basse pour que la dézincification ne soit pas trop importante et assez élevée pour que les temps de diffusion ne soient pas trop longs.



a)



b)

Fig. I.4

Diagramme d'équilibre d'après HANSEN [16].

a) Alliage Cu-Zn, b) Alliage Al-Cu

Les nombres avec astérisques indiquent des concentrations limites $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$ en poids, les nombres sans astérisques indiquent les concentrations atomiques.

I.4. ETUDE DU BICRISTAL BIPHASE - ASPECT MORPHOLOGIQUE ET ORIENTATIONS MUTUELLES DES PHASES

Cette partie a fait l'objet de deux études séparées menées en collaboration d'une part avec S. HASHIMOTO, M. SUERY et B. BAUDELET [18,19] pour les aspects morphologiques et cristallographiques du couple de diffusion et d'autre part avec A. PERIO, J.J. BACMANN et M. SUERY [20] pour les aspects théoriques concernant les orientations mutuelles entre les phases α et β des bicristaux biphasés.

I.4.1. Techniques expérimentales

Les phases α et β des alliages Cu-Zn utilisés ont été préparées à partir de cuivre et de zinc à 99,999 %. Les différentes solutions solides α ont des compositions comprises entre 22 et 31,6 % en poids de zinc, la phase β contient 47,6 % en poids de zinc.

Les monocristaux α sont élaborés sous argon par la technique classique de BRIDGMAN, puis découpés par électroérosion parallèlement aux plans $\{111\}$, $\{110\}$ ou $\{100\}$ avec une précision de 2° environ. Pour éliminer les perturbations dues à la découpe précédente et afin d'éviter la recristallisation pendant le traitement de diffusion, une épaisseur de plusieurs dixièmes de millimètres est enlevée par abrasion mécanique et par polissage électrolytique. Un polissage final à la pâte diamantée 1-3 μm permet d'obtenir un contact uniforme sur toute la surface de diffusion. Les phases polies α et β sont alors serrées ensemble dans une presse à vis et portées à la température de diffusion sous atmosphère d'argon dans un four régulé à $\pm 1^\circ\text{C}$. Pour éviter la précipitation de la phase α dans la phase β , chaque bicristal biphasé est trempé à l'eau après le traitement de diffusion. Ces échantillons sont ensuite découpés, polis et attaqués électrolytiquement dans la solution D31 de PRESI, afin de révéler la microstructure et de mettre en évidence les points d'émergence des dislocations par figures d'attaque.

Les orientations relatives des phases α et β en présence sont déterminées par la méthode de LAUE en retour avec une précision de $\pm 1,5^\circ$.

Le profil de concentration à la traversée d'un joint de phases est mesuré par microsonde électronique (CAMECA MS 46) en utilisant la raie K_α du cuivre ou du zinc. La tension d'accélération est comprise entre 25 et 28 KV, la dimension de la sonde est de 2 μm environ.

I.4.2. Morphologie du bicristal biphasé

I.4.2.1. Résultats expérimentaux

A) Aspect macroscopique

La figure I.5 représente un couple de diffusion double comprenant un monocristal α situé entre deux polycristaux β^0 . Au cours du traitement thermique, la diffusion du zinc dans le monocristal α transforme une partie de celui-ci en une nouvelle phase β appelée dans la suite β^n afin de la distinguer de la phase originelle β^0 . La nouvelle phase ainsi formée est constituée de grains colonnes de grandes dimensions pouvant atteindre 10 à 20 mm de diamètre. L'ensemble constitué par exemple par le grain 4 de la figure I.5 et sa phase α adjacente peut être considéré comme un bicristal biphasé. En remplaçant la phase β^0 polycristalline par une phase β^0 monocristalline, on peut augmenter la taille des grains colonnes β^n mais sans exclure totalement la présence de certains joints perpendiculaires à l'interface.

B) Effet KIRKENDALL

La figure I.6. met en évidence l'effet KIRKENDALL qui apparaît dans la solution solide β au cours du traitement de diffusion. Dans la partie gauche de l'échantillon, la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ a eu lieu normalement alors que dans la partie droite, la diffusion a été empêchée soit par la présence d'une oxydation inévitable des surfaces lors de la préparation, soit par le fait que les surfaces initiales n'étaient pas suffisamment planes dans cette région. Ainsi, dans cette zone, il apparaît à la fois la jonction initiale $\alpha\beta^0$ et la jonction finale $\beta^0\beta^n$. Cette dernière est rendue visible par la présence d'oxydes en surface, ceux-ci jouant le rôle de marqueurs. Le déplacement de ces marqueurs, par effet KIRKENDALL, vers la phase mère β a pour origine la plus grande mobilité du zinc par rapport au cuivre dans la solution solide β des laitons. On observe également, dans certains cas, au niveau de l'interface finale $\beta^0\beta^n$ la porosité habituelle de l'effet KIRKENDALL fig. I.7.

Ces perturbations qui apparaissent loin de l'interface $\alpha\beta^n$ ne sont pas gênantes pour les essais mécaniques et nous n'en tiendrons pas compte par la suite.

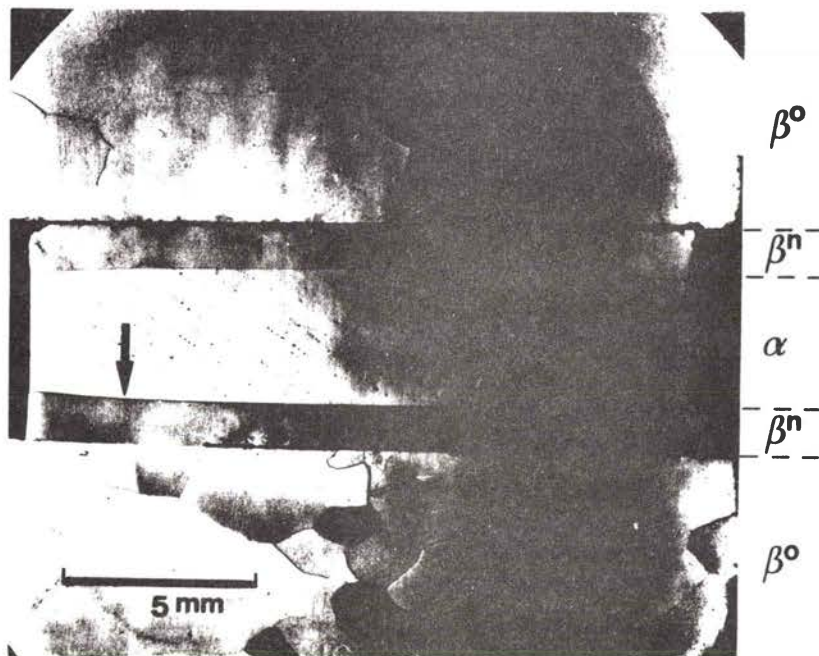


Fig. I.5

Exemple d'un couple de diffusion double après traitement thermique de 64 heures à 650°C. L'épaisseur de la zone diffusée vaut 1,1 mm. Elle dépend de la température et du temps de diffusion, des concentrations initiales $C_{\alpha 0}$ et $C_{\beta 0}$ et des conditions de contact à l'interface. La vitesse de déplacement de l'interface suit une loi parabolique classique $\xi = A\sqrt{t}$ où ξ est le déplacement de l'interface, t le temps de diffusion et A une constante. Dans ce cas $C_{\alpha 0}$ et $C_{\beta 0}$ valent respectivement 30,2 et 47 % en poids de zinc et la constante A $1,5 \cdot 10^{-2} \text{ mm min}^{-1/2}$;

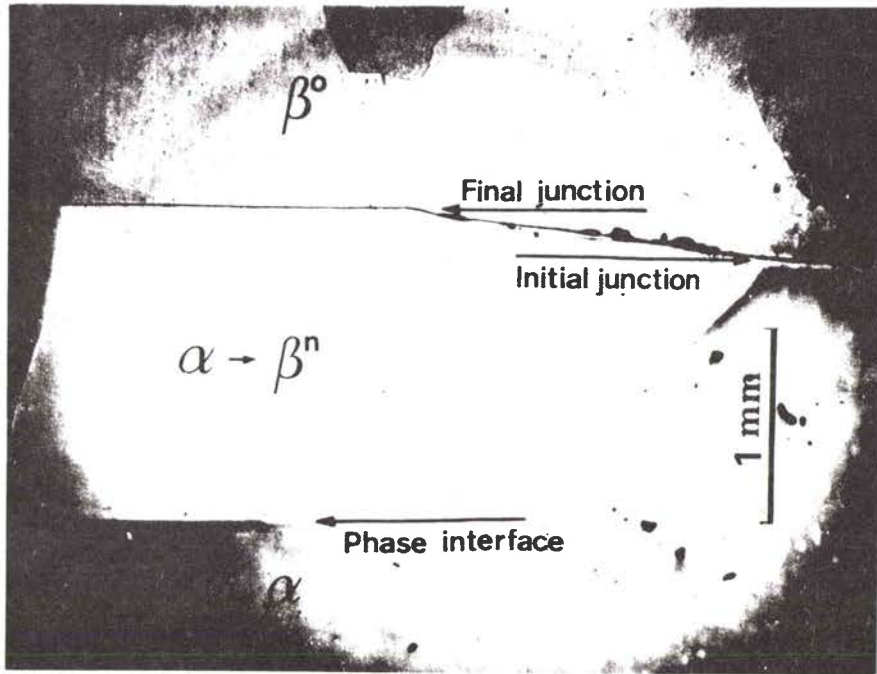


Fig. I.6

Effet KIRKENDALL dans un couple de diffusion

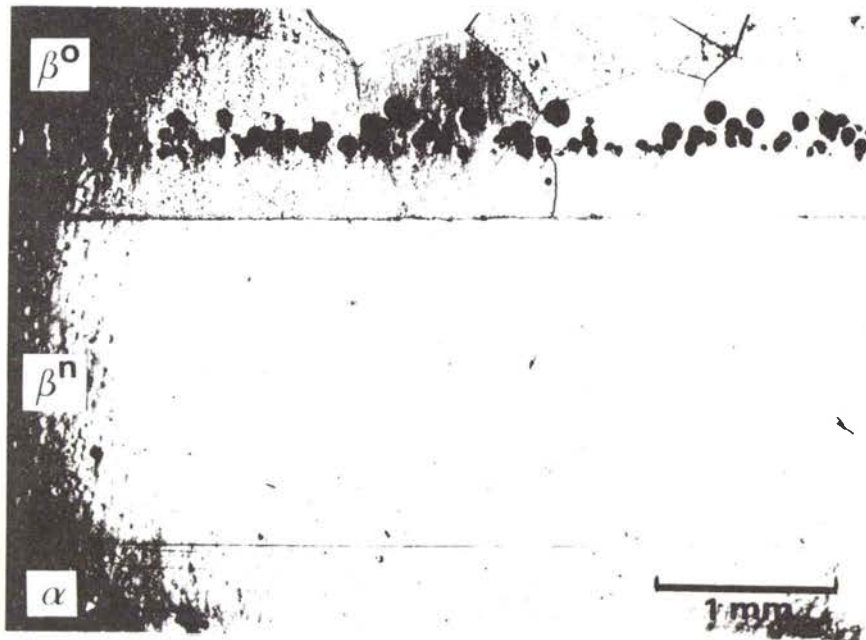


Fig. I.7

Porosité KIRKENDALL dans la phase β^0

C) Observation de "marches" à l'interface

Nous considérerons maintenant des défauts périodiques, dont la période et la hauteur sont de l'ordre du micron et qui s'étendent sur des distances au moins égales à $50\text{ }\mu\text{m}$; nous n'envisagerons pas les marches au niveau atomique qui peuvent exister à l'interface pour minimiser l'énergie du joint.

En général, lorsque le plan de l'interface est du type (111), (110) ou (001), le joint est plan et ne contient aucun défaut périodique. En revanche, des marches apparaissent lorsque le plan du joint est parallèle à un plan cristallographique d'indices élevés. Un exemple est donné en figure I.8. où le plan d'observation est perpendiculaire à l'interface. La hauteur et la période des marches régulièrement espacées sont respectivement de 1 et $2,5\text{ }\mu\text{m}$, l'orientation relative des phases ne correspond pas à une orientation particulière. La figure I.9. représente le même échantillon observé parallèlement à l'interface. Les "rides" situées dans la région α ont respectivement une hauteur et une période de 1,2 et $2,4\text{ }\mu\text{m}$ et sont probablement dues aux marches périodiques du joint. Ces "rides" sont approximativement parallèles aux trois directions a, b, c qui sont les intersections des plans $\{110\}$ de la phase cubique centrée β avec le plan du joint de phases.

Nous chercherons à éviter ce type de défauts dans les échantillons destinés aux essais mécaniques et plus particulièrement aux essais de glissement.

D) Sous-structure dans les couples de diffusion

La sous-structure de dislocations et de sous-joints de grains a été révélée en utilisant la technique d'attaque décrite en I.4.1. Le diamètre des sous-grains et la densité des dislocations dans la phase initiale α sont respectivement de $100\text{ à }300\text{ }\mu\text{m}$ et de $5.10^5\text{ à }2.10^6\text{ cm}^{-2}$. Généralement, il n'y a pas de différence importante dans le diamètre des sous-grains et la densité de dislocations avant et après le traitement de diffusion. Un exemple de figures d'attaque sur la surface $\{100\}$ perpendiculaire au plan de l'interface est représenté en figure I.10. Les dislocations sont distribuées de façon homogène dans la phase α et la densité moyenne est estimée à 4.10^5 cm^{-2} . On peut remarquer que dans quelques régions voisines de l'interface, le diamètre des sous-grains est légèrement inférieur à celui des sous-grains loin de la jonction. Des observations ont également été effectuées parallèlement au plan de l'inter-

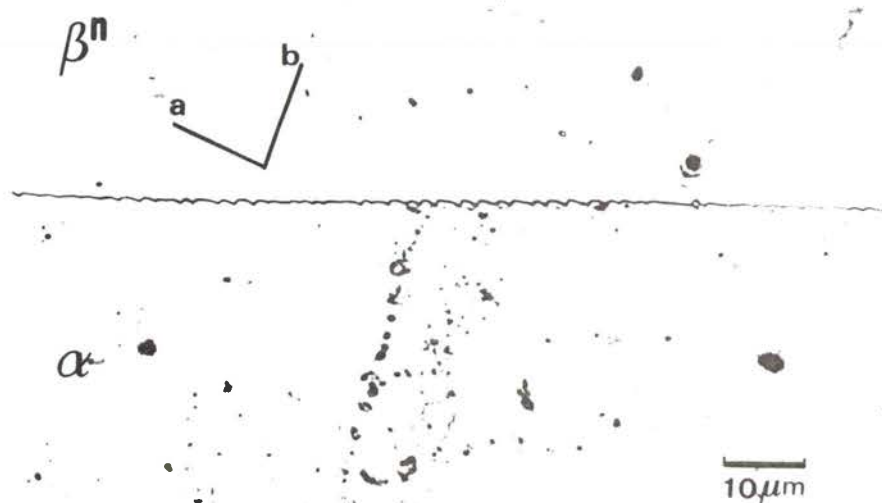


Fig. I.8

Marches périodiques à l'interface (I.B.L. Interphase Boundary Ledges) observées dans un plan perpendiculaire à l'interface. Les directions a et b sont les intersections des plans (110) de la phase β^n avec le plan d'observation

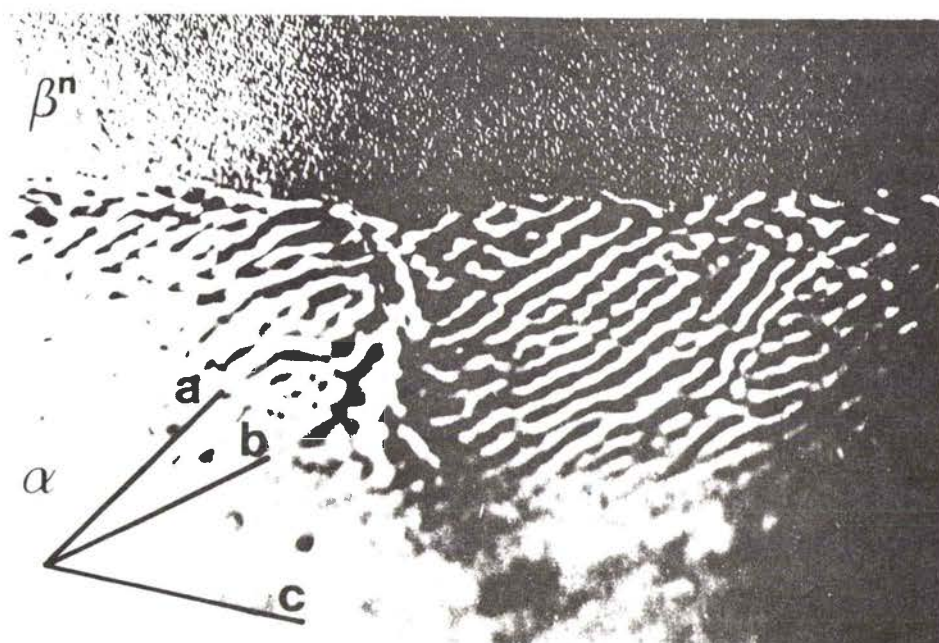


Fig. I.9

I.B.L. observées dans un plan approximativement parallèle au plan de l'interface. Les lignes a, b et c sont les intersections des plans (110) β avec le plan d'observation.

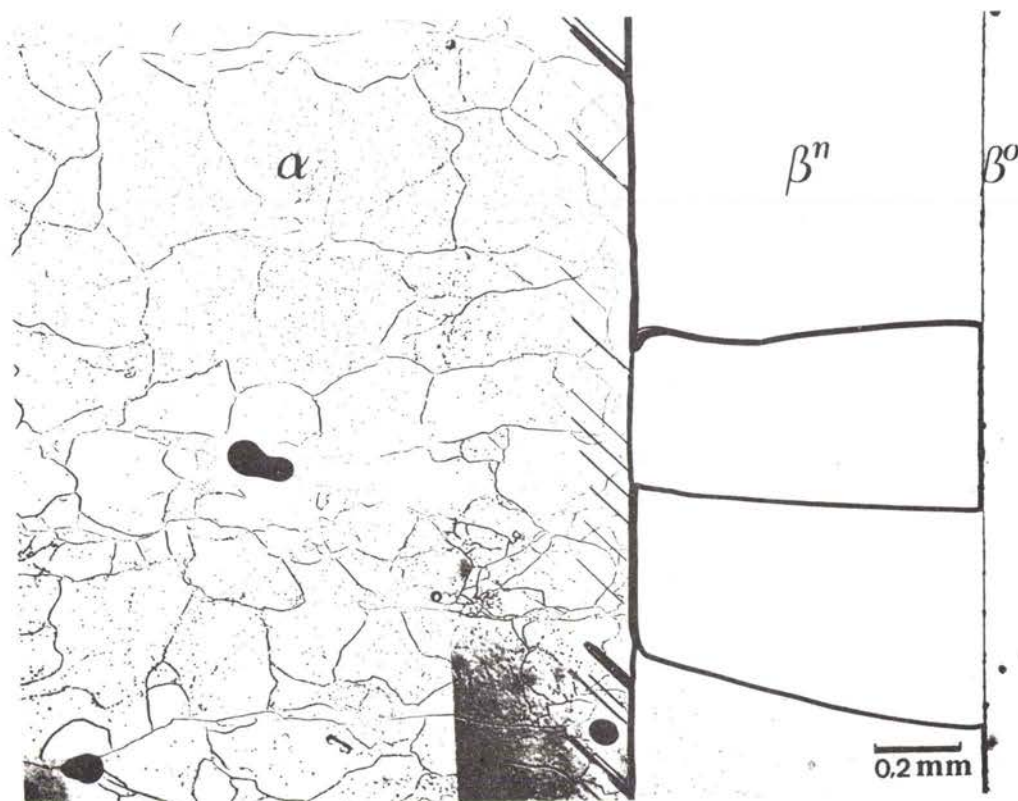


Fig. I.10

Configuration de dislocations et de sous-grains dans la phase α d'un bicristal biphasé. Le plan d'observation est parallèle au plan (100)

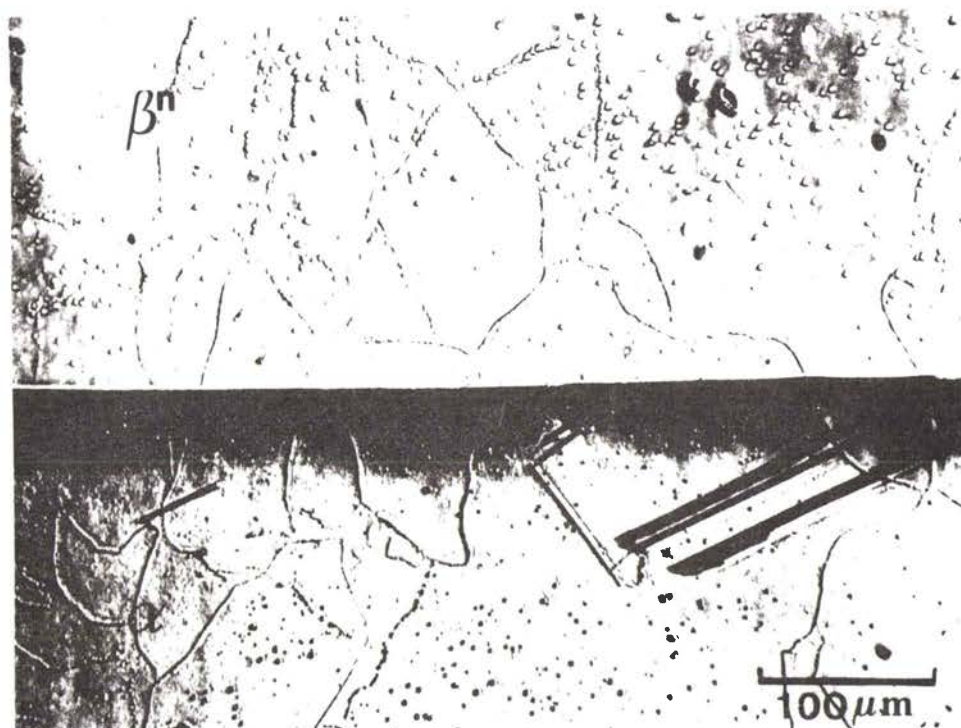


Fig. I.11

Les sous-grains traversent de façon continue l'interface $\alpha\beta^n$

face dans la zone de diffusion du même échantillon et n'ont fait ressortir aucune différence appréciable au point de vue densité de dislocation et diamètre des sous-grains.

Il faut remarquer que les sous-grains coupent souvent la surface perpendiculairement à l'interface (fig. I.11) et traversent de façon continue l'interface $\alpha\beta^n$. La sous-structure de sous-joints de grains existant dans la phase β^n semble donc avoir pour origine celle qui existait au même endroit avant que se produise la transformation $\alpha \rightarrow \beta^n$.

E) Profil de concentration

Les monocristaux de phase α qui ont été utilisés ont une composition inférieure à 32,5 % en poids de zinc. En effet, au delà de cette valeur correspondant à la concentration limite à 900°C (Fig. I.4) la solidification de la solution solide se fait en traversant un domaine biphasé (cf. I.2.3). Comme la composition initiale $C_{\alpha 0}$ de la phase α n'est pas identique à $C_{\alpha\beta}$ à la température considérée, la concentration dans la phase α va varier progressivement entre ces deux valeurs sur une distance D qui dépend à la fois de la différence $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ et des conditions de diffusion. La figure I.12 représente un profil de concentration typique. Loin de la jonction dans les phases α et β^0 les concentrations sont égales aux concentrations initiales. Au niveau de l'interface, les concentrations limites $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$ déterminées expérimentalement correspondent aux erreurs expérimentales près, à celles données par le diagramme d'équilibre à la température de diffusion. Dans la phase β^n , la concentration est remarquablement constante et égale à $C_{\beta\alpha}$.

La différence $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ joue un rôle important dans la nature des défauts présents à l'interface. Lorsque celle-ci est inférieure à 6 %, aucun défaut de structure n'a été décelé. Lorsque cette différence dépasse 6 %, une structure maclée se développe dans la phase α sur une distance environ égale à D . Si la différence dépasse 15 %, une recristallisation peut apparaître même en présence de la structure maclée. Ce phénomène peut être expliqué par l'introduction de dislocations d'accommodation servant à compenser la différence de paramètres du réseau due au gradient de concentration et par leur réarrangement durant la diffusion.

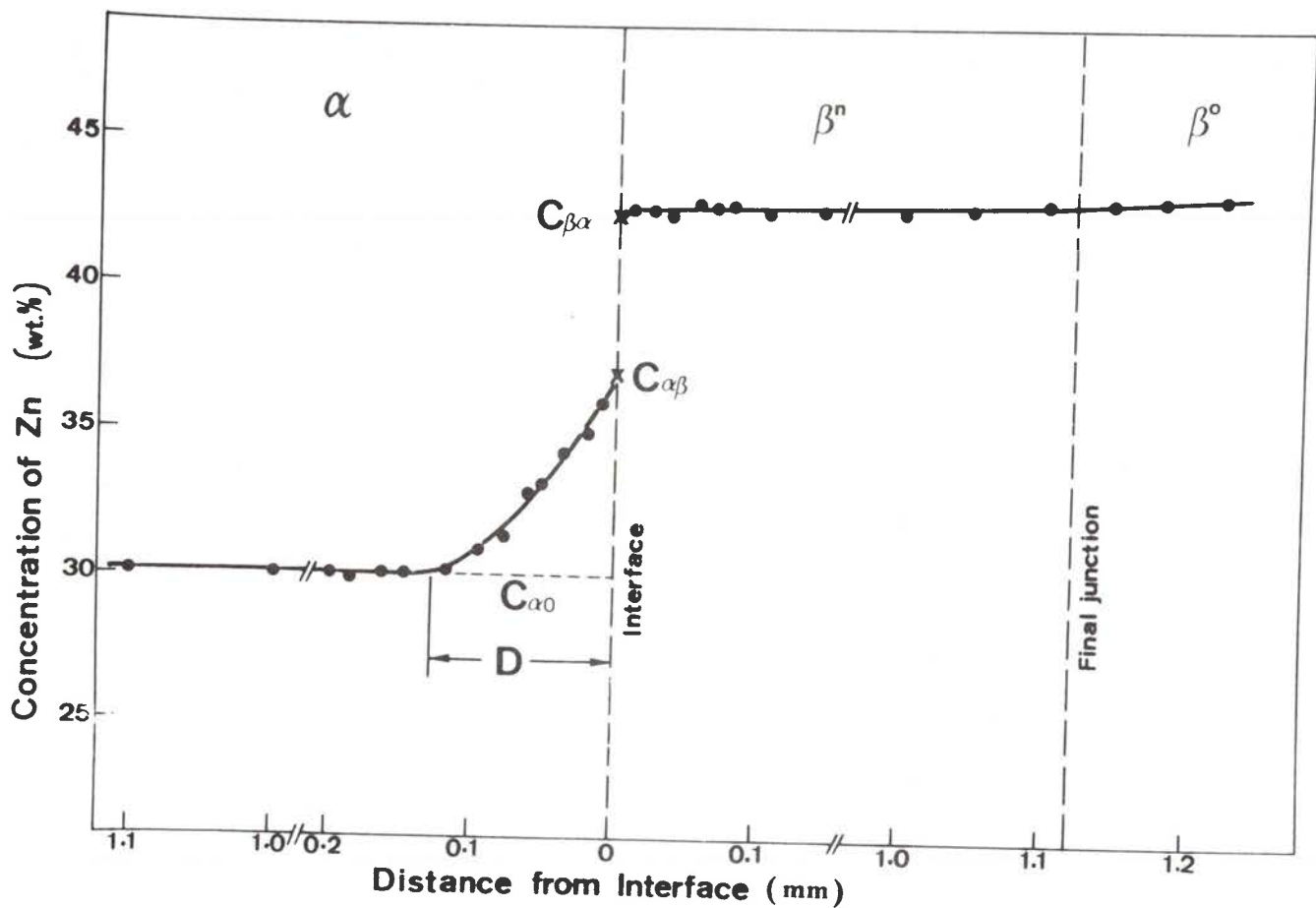


Fig. I.12

Profil de concentration dans un couple de diffusion. Les points X dans le plan de l'interface indiquent les concentrations limites en Zn $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$

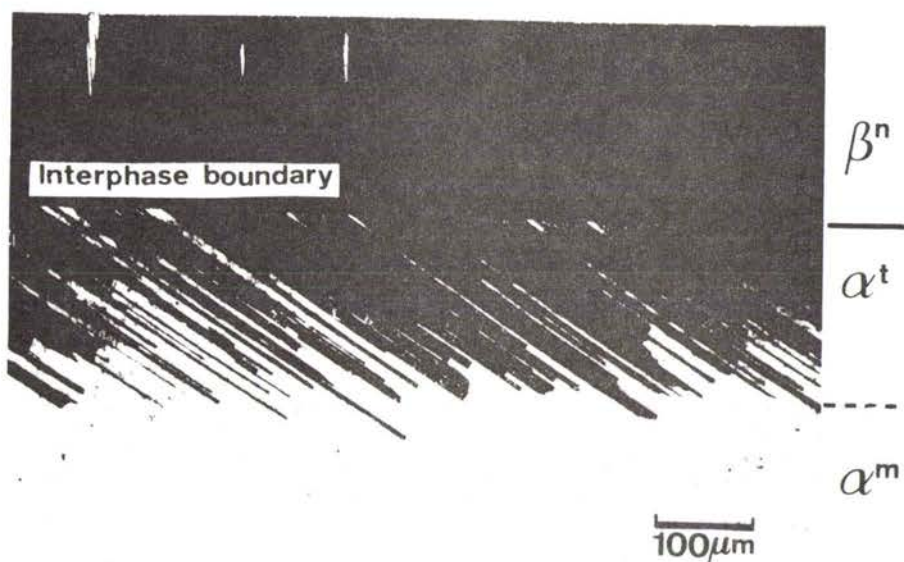


Fig. I.13

Structure maclée dans la phase α d'un bicristal biphasé

F) Macles induites par le traitement de diffusion

Dans certaines conditions expérimentales, des macles peuvent apparaître dans la phase α du couple de diffusion. Nous montrerons que ces macles dépendent de l'orientation cristallographique de l'interface par rapport au cristal α initial et du gradient de concentration dans la phase α .

Un exemple de macles induites par la diffusion est représenté sur la figure I.13, dans laquelle le plan d'observation est perpendiculaire au joint de phases. L'échantillon est constitué d'une phase β^n provenant de la transformation $\alpha \rightarrow \beta$, d'une phase α notée ici α^m et de la région maclée notée α^t . Bien que l'aspect morphologique suggère que l'on a affaire à des macles de recuit, nous avons vérifié les relations d'orientation entre d'une part la matrice α^m et les macles α^t et d'autre part entre α^t et β^n . La projection stéréographique de la structure est représentée sur la figure I.14. Le plan de maclage et la direction de maclage sont respectivement $\{111\}$ et $\langle 112 \rangle$ et sont analogues à ce que l'on observe pour les macles de recuit dans les métaux et alliages cfc $[\bar{2}1, 2\bar{2}]$. Généralement, il n'existe pas de relation cristallographique spéciale entre α^t et β^n comme celle que l'on rencontre entre la matrice α^m et β^n . Ces relations spéciales mutuelles entre α et β^n telles que celles de KURDJUMOV-SACHS (K-S), NISHIYAMA-WASSERMANN (N-W) ou la relation de N-W inverse seront abordées au paragraphe I.4.3. Pour l'échantillon de la figure I.14, la relation d'orientation entre α^m et β^n est située entre K-S et I-N-W.

Influence de l'orientation du plan de l'interface sur la formation des macles

Sur la figure I.15 sont représentés des couples de diffusion ayant respectivement pour plan d'interface les plans (111), (011), (001) et (211) de la phase α . Les plans d'activation du maclage ont été déterminés en observant des coupes perpendiculaires et parallèles au plan de l'interface. L'ensemble des résultats est résumé sur la figure I.16 dans laquelle le pôle central correspond au plan de l'interface. Les plans d'observation correspondant aux figures I.15.b, c et d sont représentés en pointillés sur la figure I.16.

Dans le couple du type (111) fig. I.15.a, c'est à dire celui où le plan de l'interface est parallèle au plan (111) de la phase mère α , un seul plan de maclage apparaît et il est parallèle au plan de l'interface, Fig. I.15 Fig. I.16.

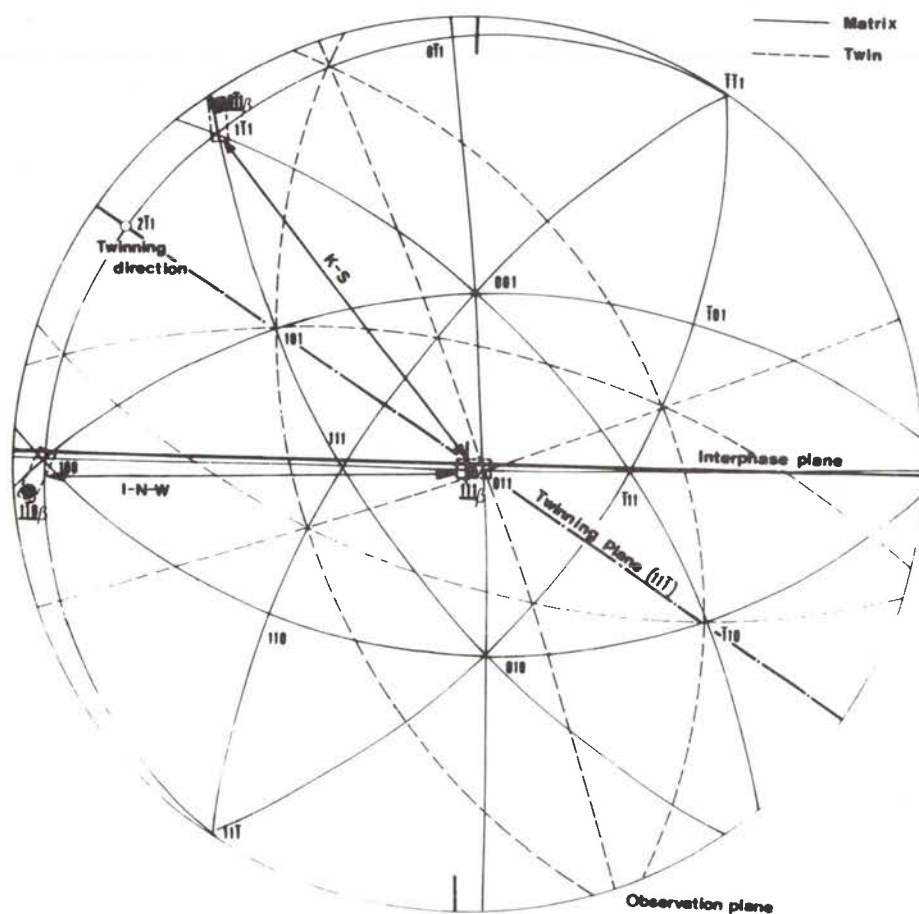


Fig. I.14

Orientation cristallographique de la matrice α et de la structure maclée de l'échantillon représenté en figure I.13. On peut remarquer que l'orientation mutuelle entre la matrice α^m et la phase β^n est située entre les orientations de KURDJUMOV-SACHS (K-S) $(1\bar{1}1)_\alpha // (0\bar{1}1)_\beta$, $[011]_\alpha // [111]_\beta$ et de NISHIYAMA-WASSERMANN Inverse (I-N-W) $(011)_\alpha // (111)_\beta$, $[100]_\alpha // [110]_\beta$.

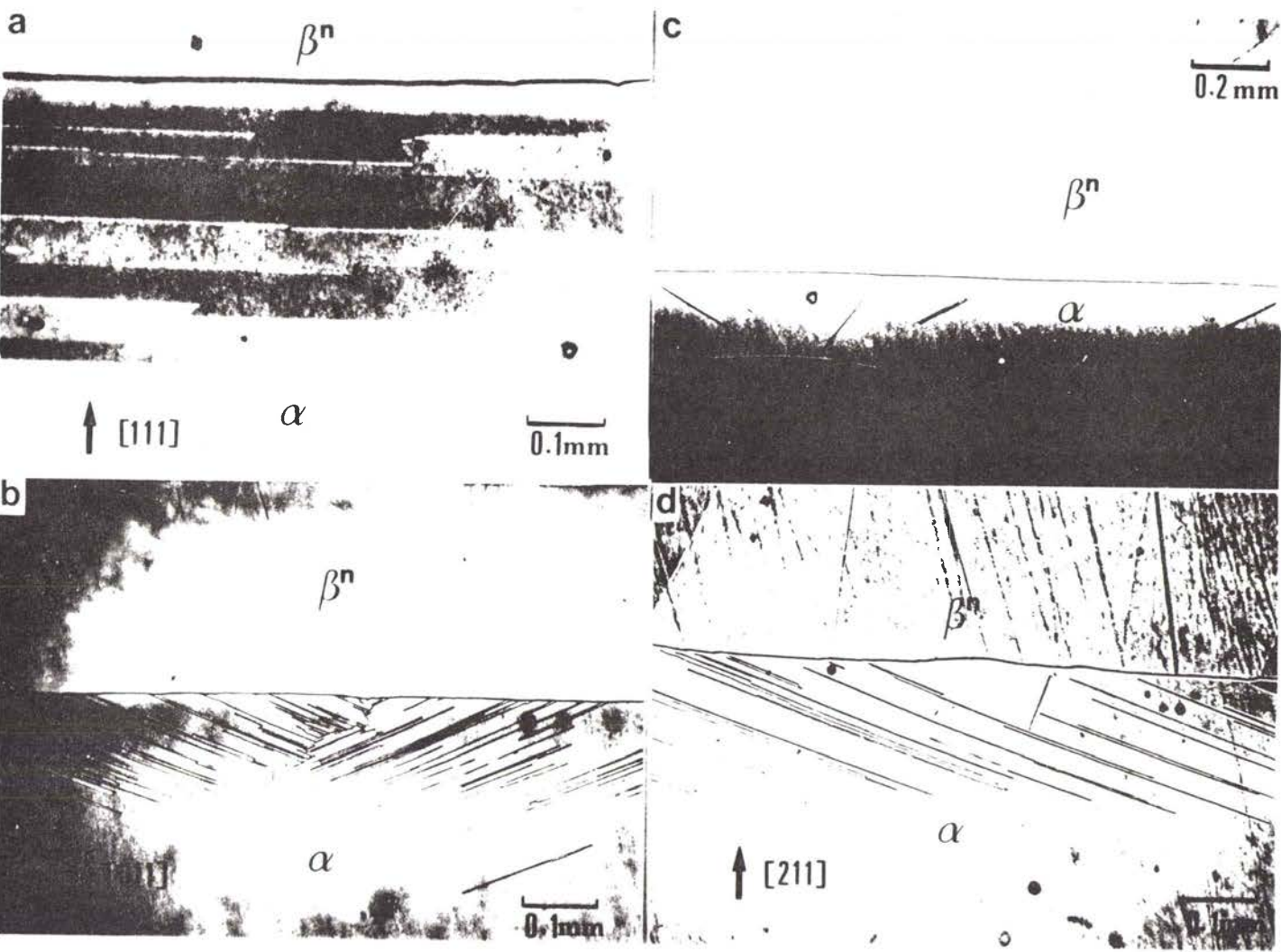


Fig. I.15

Influence du plan du joint de phases sur la structure maclée de la phase α .
 Le plan de l'interface est parallèle à $(111)_\alpha$ en a, $(011)_\alpha$ en b, $(001)_\alpha$ en c,
 $(211)_\alpha$ en d.

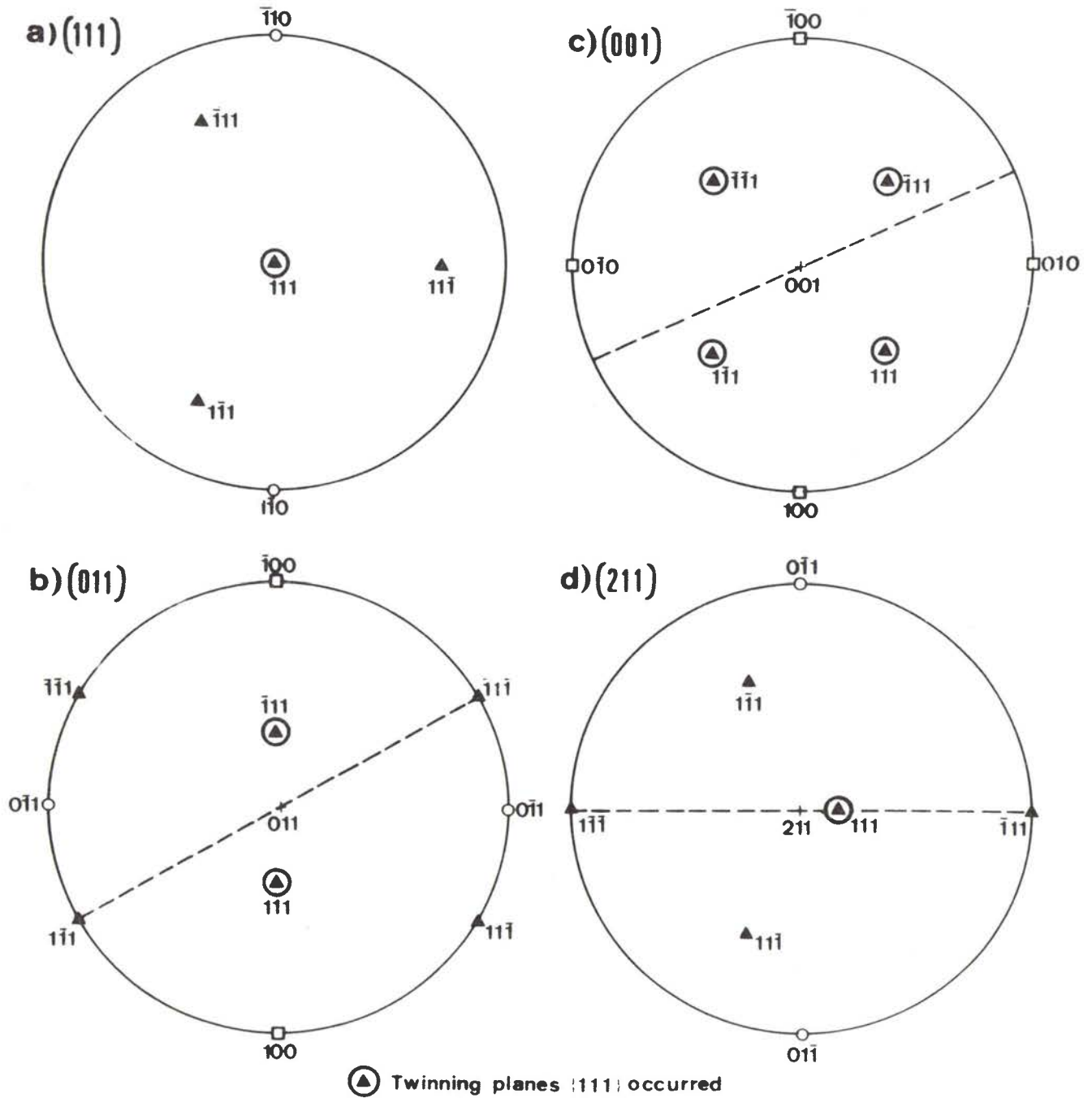


Fig. I.16

Projection stéréographique représentant les plans de maclage activés dans les différents couples de la figure I.15. Le pôle de chaque figure est normal au plan de l'interface. Les plans d'observation sont indiqués en pointillés.

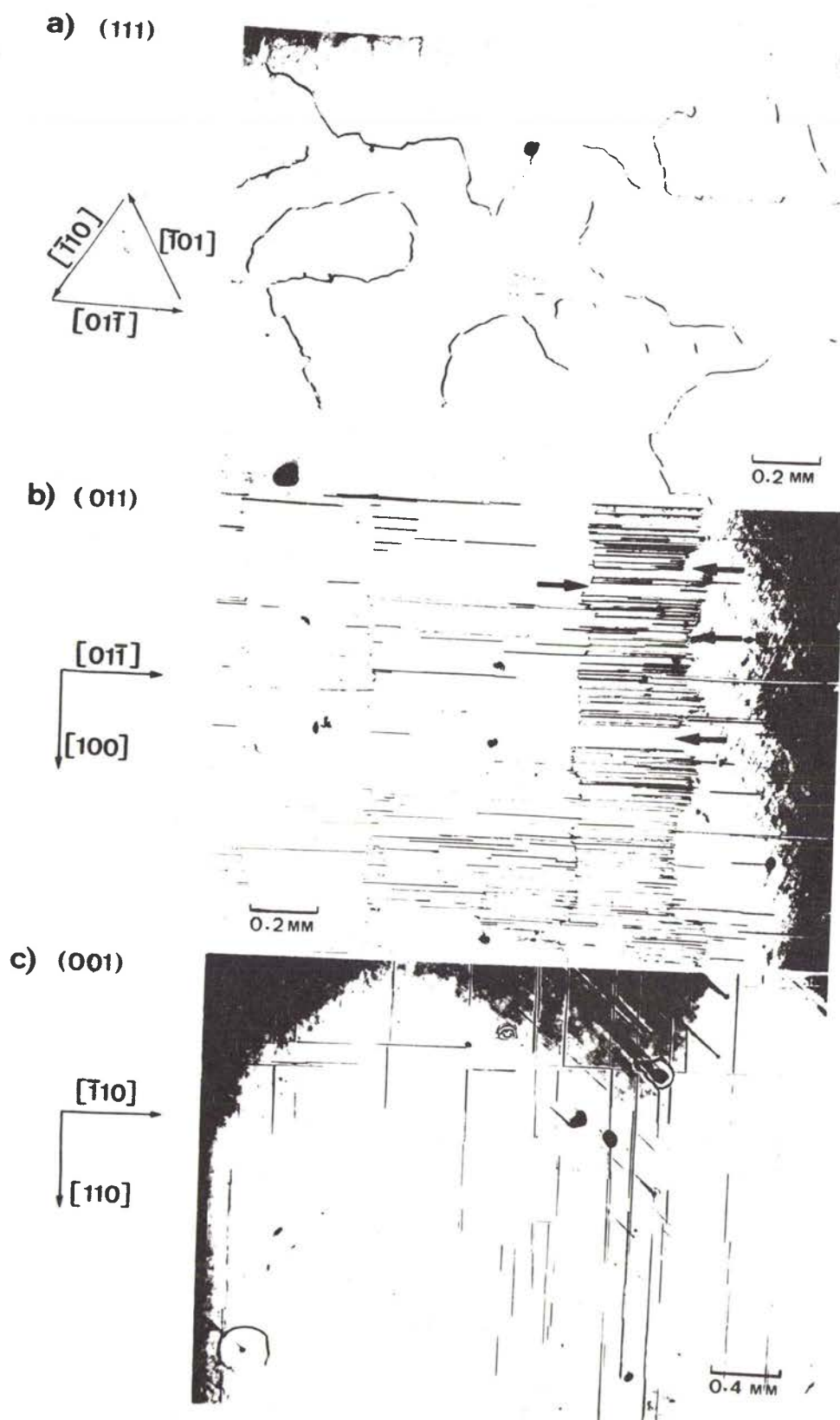


Fig. I.17

Distribution des macles dans un plan parallèle au plan de l'interface pour les couples du type (111), (011) et (001).

Deux plans symétriques $\{111\}$ ayant le plus petit angle par rapport à l'interface sont des plans actifs pour le maclage lorsque le couple est du type (011). Les deux autres plans $\{111\}$ perpendiculaires au plan (011) de l'interface ne sont jamais observés Fig. I.15 et I.16. Lorsque le couple est du type (001), les quatre plans $\{111\}$ apparaissent comme plan de maclage, Fig. I.15.c et I.16.c.

Dans le couple (211), seul un plan de maclage $\{111\}$ est activé. Celui-ci, (111), fait un angle faible avec le plan de l'interface, les autres plans (1 $\bar{1}$ 1) et (11 $\bar{1}$) sont également observés comme plans de maclage, mais leur densité est très faible par rapport à celle du plan (111).

Les macles ont également été observées pour les couples du type (111), (011) et (001) dans un plan parallèle au plan de l'interface $\alpha\beta^n$. La figure I.17 représente la distribution des interfaces entre les macles α^t et la matrice α^m dans un plan parallèle à l'interface.

Dans le cristal du type (111) fig. I.17, les interfaces entre α^t et α^m semblent distribuées au hasard, mais on peut considérer qu'elles sont constituées d'un ensemble de segments parallèles aux directions $\langle 110 \rangle$ de la phase α^m . Comme les joints de macles cohérents ne peuvent pas être observés ici car ils sont parallèles à la surface, il semble probable que les joints entre α^t et α^m pour le cristal (111) soient des joints de macles incohérents en zone avec les directions $\langle 110 \rangle$ de la phase α^m .

Pour le couple (011), seuls sont activés les plans $\{111\}$ faiblement inclinés par rapport au plan du joint, Fig. I.17.b. L'intersection des joints avec le plan de l'interface a été trouvée égale à $[01\bar{1}]$ comme on pouvait le prévoir à partir de la projection stéréographique I.16.b. Les lignes perpendiculaires aux macles indiquées par des flèches sont approximativement parallèles à la direction $[100]$ et correspondent à des sous-joints dans la matrice α .

Dans le couple (001), figure I.17.c, les joints entre les macles α^t et la phase mère α^m sont orientés suivants deux directions perpendiculaires $[\bar{1}10]$ et $[110]$.

Si on ne considère que la forme et non la dimension, ces macles sont analogues aux micromacles qui interviennent dans la croissance épitaxiale des films $[\bar{2}3-26]$. Par exemple PASHLEY et STOWELL $[\bar{2}5]$ ont observé sur des films d'or orientés (001) une forte densité de macles perpendiculaires entre elles dans le plan $\{111\}$. Ce cas est analogue à celui de la figure I.17.c en ce

qui concerne la répartition des macles mais, dans les bicristaux biphasés, l'étendue des macles est environ 10^3 fois supérieure à celle existant dans les films. Comme c'est le cas dans la croissance épitaxiale des films, on peut penser qu'ici également, le maclage intervient comme un processus permettant de diminuer l'énergie de déformation accumulée entre les deux phases.

Il faut remarquer que les macles observées dans les couples de diffusion sont souvent incurvées, Fig. I.13, I.15.b et d. Ce phénomène existe également pour les macles de recuit qui se développent au cours de la diffusion du zinc dans un cristal de cuivre $[\bar{2}7\bar{7}]$, dans les couples cuivre-nickel $[\bar{2}8\bar{7}]$ et dans les films or-palladium $[\bar{2}9\bar{7}]$.

Influence du gradient de concentration sur le maclage

Nous avons montré qu'au voisinage de la jonction $\alpha\beta$, la concentration en zinc dans la phase α varie progressivement de $C_{\alpha 0}$, concentration initiale dans la phase α , à $C_{\alpha\beta}$, concentration limite à la température de diffusion. Cette dernière correspond aux erreurs expérimentales près à celle donnée par le diagramme d'équilibre. La région où règne un gradient de concentration s'étend généralement sur une longueur D , Fig. I.12, qui dépend des conditions de diffusion. Dans le tableau I.3, nous avons reporté pour 10 échantillons ayant diffusé dans des conditions différentes :

- la distance D pour laquelle le gradient de concentration est différent de zéro.
- la distance d , valeur moyenne de l'étendue de la zone maclée.
- le gradient de concentration maximum dans la zone maclée $\left. \frac{\partial c}{\partial x} \right|_{\max}$
- la différence entre la concentration limite à la température de diffusion $C_{\alpha\beta}$ et la concentration initiale dans la phase α , $C_{\alpha 0}$.

Il apparaît que quelles que soient les conditions de préparation des couples (température, temps, composition des phases), la zone maclée s'étend dans la phase α sur une distance environ égale à celle où règne un gradient de concentration en zinc.

Existence d'une concentration critique de la phase α pour la formation de macles

Les trois derniers échantillons du tableau I.3 ne contiennent pas de macles. L'échantillon N° 8, obtenu à partir d'un polycristal α dont la concentration relativement élevée est de 32,3 % en poids de zinc, contient des

Specimen N°	Diffusion direction	Diffusion Conditions		$C_{\alpha 0}$ (wt.%Zn)	$C_{\alpha \beta}$ (wt.%Zn)	D (μm)	d (μm)	$\frac{\partial C}{\partial x} \Big _{\text{max}}$ ($\times 10^{-2} \text{ wt.\%Zn} / \mu\text{m}$)	$C_{\alpha \beta} - C_{\alpha 0}$ wt.% Zn
		Temp. (°C)	Time (hrs)						
1	[111]	750	63	24.5	35.3	250	207	5.16	10,8
2	[111]	650	150	25.2	37.0	520	520	3.76	11,8
3	[011]	650 + 710	150 + 248	22.3	36.0	700	650	2.6	13,7
4	[111]	650	64	30.2	37.0	120	90	6.4	6,8
5	[111]	650	67	30.2	37.0	85	64	10.0	6,8
6	[011]	650	88	26.05	37.0	85	90	18.9	10,95
7	[001]	650	67	30.0	37.0	100	150	9.5	7
8 (*)	-	650	49	32.3	37.0	40	-	8.9	4,7
9 (**)	-	650	22	31.6	37.0	50	-	8.5	5,4
10	[111]	750	24	29.8	35.3	150	-	5.3	5,5

Tableau I.3

Gradient de concentration et étendue de la zone maclée dans la phase α d'un bicristal biphasé de laiton.

D : distance pour laquelle le gradient de concentration est différent de zéro

d : valeur moyenne de l'étendue de la zone maclée

$\frac{\partial C}{\partial x} \Big|_{\text{max}}$: gradient de concentration maximum dans la zone maclée

(*) : la phase α utilisée pour le couple de diffusion est polycristalline

(**) : l'orientation du monocristal α ne correspond pas à une orientation particulière

macles uniformément réparties dans tous les grains du cristal mais ne présente pas de zone maclée spécifique. Le gradient de concentration dans cet échantillon est supérieur à celui de l'échantillon N° 1 et inférieur à celui du N° 6. Il semble donc que le gradient de concentration ne soit pas une grandeur caractéristique associée à la formation des macles. En effet, cette grandeur, très importante au début de la diffusion et proportionnelle à la différence $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$, décroît au cours du temps, rendant ainsi incomparables entre elles les expériences faites pour des températures et des temps différents. Si on considère, à la place du gradient dans la phase α , la différence $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ entre la concentration limite à une température donnée et la concentration initiale dans la phase α , on peut remarquer que pour les échantillons N° 8, 9 et 10 (non maclés), cette différence est minimale.

Pour diminuer la valeur de la différence $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ il y a deux possibilités :

- préparer des monocristaux ayant des concentrations plus élevées en zinc (cf. I.2.3)
- augmenter la température de diffusion. En effet, dans les laitons, la concentration limite $C_{\alpha\beta}$ entre la phase α et la phase β décroît avec la température.

Cette deuxième méthode a été utilisée en prenant un échantillon, numéroté 10, provenant du même cristal que les échantillons N° 4 et 5 et en le faisant diffuser à 750°C au lieu de 650°C. Le couple après diffusion ne contient aucune macle. Un résultat semblable a été obtenu récemment à partir d'échantillons proches de l'équilibre thermodynamique. Il apparaît donc que la formation des macles se produit lorsque la différence de concentration initiale $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ dépasse une valeur critique comprise entre 5,5 et 6,8 % en poids de zinc pour le domaine de température étudié.

I.4.2.2. Discussion

A) Dislocations d'accommodation induites par le gradient de concentration

La variation du paramètre cristallin avec la concentration en soluté entraîne l'apparition de contraintes internes. Si celles-ci dépassent la limite d'élasticité, elles sont relaxées par une déformation plastique par dislocations dans la zone où règne un gradient de concentration.

De nombreux auteurs ont étudié ces dislocations par différentes techniques, figures d'attaque $[30, 31]$, rayons X $[32]$, microscopie électro-

nique [33,34] et ont montré qu'elles pouvaient être réparties uniformément dans la zone où règne un gradient de concentration ou se rassembler pour former des sous-joints. Par exemple, AYRES et WINCHELL [18] ont étudié les dislocations induites par la diffusion du zinc dans un monocristal de cuivre. Ils ont montré qu'un grand nombre de dislocations avaient leurs vecteurs de BURGERS dans le plan d'isoconcentration et étaient organisées en sous-joints (de flexion essentiellement).

On admet généralement que la zone limite séparant deux régions de compositions chimiques différentes peut s'analyser en termes de dislocations d'accommodation. La densité linéaire de dislocations nécessaire pour permettre la transition d'une partie d'un cristal où le paramètre vaut a , à une autre où il vaut b , est donnée par la relation [36]

$$\rho_L = (a-b)/ab \quad (I.2)$$

Si on suppose que la transition se fait sur une distance h , on peut définir une densité de dislocation par unité de surface par :

$$\rho = 2 \rho_L / h \quad (I.3)$$

Certains auteurs ont abordé plus particulièrement la relation entre le gradient de concentration et la densité de dislocations d'accommodation. PRUSSIN [30] a montré que dans une solution solide, lorsque la loi de VEGARD est applicable, la densité de dislocation s'exprime par :

$$\rho = \frac{\delta}{\gamma} \frac{\partial c}{\partial x} \quad (I.4)$$

où α est la composante coin du vecteur de BURGERS de la dislocation ,

$\delta = \frac{1}{a} \frac{\partial a}{\partial c}$ la variation du paramètre cristallin avec la concentration et x

la distance dans la direction de diffusion, normalement à l'interface. ABRAHAMS [37] a proposé une relation de la forme :

$$\rho = \frac{\Delta a}{a^2} \frac{\partial c}{\partial x} \quad , \Delta a : \text{variation du paramètre cristallin} \quad (I.5)$$

pour rendre compte de la densité de dislocations dans une jonction GaAsP.

Cette relation, compatible avec les précédentes, est bien vérifiée expérimentalement.

Pour estimer la densité de dislocations nécessaire pour accommoder le gradient de concentration dans la phase α des couples de diffusion, nous utiliserons la relation proposée par PRUSSIN [30] (Eq. I.4). PEARSON [38] a montré que pour la phase α du laiton, la variation du paramètre cristallin avec la concentration peut s'exprimer, à la température ambiante, par :

$$a = 3,657 + k(c-20) \overset{\circ}{\text{\AA}} \quad (\text{I.6})$$

où c est la concentration de zinc en pourcentage atomique, k une constante indépendante de la température et dont la valeur moyenne est $2,385.10^{-3} \overset{\circ}{\text{\AA}}/\% \text{ at.}$ La variation du paramètre cristallin de la solution saturée α a été mesurée en fonction de la température entre 300° et 870°C par ANDREWS [39] et HUMEROTHY [40]. Nous tiendrons compte de cette double dépendance du paramètre cristallin pour calculer la densité de dislocations d'accommodation. Pour les échantillons N° 2 et 7, cette densité a été estimée à 2.10^7 cm^{-2} et $3,5.10^7 \text{ cm}^{-2}$, valeurs environ 100 fois plus élevées que celles observées généralement (cf. I.4.2.1.D). Il semble donc que la plus grande partie des dislocations d'accommodation soit absorbée dans un processus qui pourrait être soit la formation et propagation des macles, soit une recristallisation comme cela a parfois été observé.

B) Formation des macles durant la diffusion

Nous ferons l'hypothèse que les dislocations nécessaires pour accommoder la variation du paramètre cristallin sont à l'origine de la formation des macles. MATHEWSON [41] a proposé un modèle où la germination des macles se fait à partir de groupes de fautes d'empilement. Dans le laiton α l'énergie de faute d'empilement est faible (14 erg/cm^2 à 850°C d'après [42]) et permet de supposer que les dislocations d'accommodation sont dissociées. De plus, il a été montré expérimentalement [43] que dans le laiton α le plan des macles de recuit coïncide avec le plan de glissement activé lors de la déformation. Ainsi, les dislocations d'accommodation ayant glissé dans des plans $\{111\}$ vont former des macles dont les plans activés seront du type $\{111\}$ comme ceux observés expérimentalement (I.4.2.1.F).

Dans ce paragraphe, il a été montré que :

- 1) il est possible de réaliser des bicristaux de grandes dimensions
- 2) les "marches" périodiques apparaissent à l'interface lorsque le plan du joint est parallèle à un plan cristallographique d'indices élevés. Le joint

ne contient pas ce type de défaut lorsque le plan de l'interface est parallèle à un plan de bas indices.

- 3) le diamètre des sous-grains et la densité de dislocations dans la phase α sont respectivement de 100 à 300 μm et de $5 \cdot 10^5$ à $2 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$. Les dislocations sont distribuées de façon uniforme dans la phase α .
- 4) La concentration dans la phase α varie de la concentration initiale $C_{\alpha 0}$ du matériau de base à la concentration $C_{\alpha\beta}$ donnée par le diagramme d'équilibre à la température considérée. La concentration dans la phase β varie peu et est égale à $C_{\beta\alpha}$.
- 5) Dès que la différence de concentration $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ entre la concentration limite pour la température de diffusion et la concentration initiale dans la phase α dépasse une valeur limite comprise entre 5,5 et 6,8 % en poids de zinc, des macles se forment dans toute la région où règne un gradient de concentration.
- 6) Le maclage se produit sur les plans $\{111\}$ ayant le plus petit angle avec le plan d'isoconcentration.
- 7) Les dislocations d'accommodation associées au gradient de concentration dans la zone de diffusion sont supposées être responsables de la génération de la structure maclée.
- 8) Par figures d'attaque, il a été montré qu'il n'y a pas de différence appréciable entre la densité de dislocations dans la zone α voisine de l'interface et dans la matrice. Ceci suggère que les dislocations nécessaires à l'accommodation (dans la zone de diffusion dont la densité est environ dix fois supérieure à celle observée expérimentalement) soient entièrement absorbées par la formation de macles.

I.4.3. Orientations mutuelles

I.4.3.1. Recherches des orientations mutuelles optimales entre une phase cfc et une phase cc

Dans un matériau polyphasé à l'équilibre thermodynamique, les orientations mutuelles des phases ayant une interface commune obéissent en général à des relations bien déterminées qui correspondent à des densités de sites de coïncidence élevées. BOLLMANN/ $\bar{4}4\bar{7}$ /a montré que lorsque les mailles primitives des deux phases sont presque identiques, il est possible de prévoir les orientations mutuelles optimales. Cette méthode, qui a été appliquée à la cryptoperthite [$\bar{4}4\bar{7}$] repose sur la minimisation d'un paramètre P , purement géométrique,

qui varie dans le même sens que l'énergie (Annexe I). Cette analyse a été reprise $\langle \bar{2}0 \rangle$ dans le cas des structures cfc/cc et plus particulièrement pour les alliages cuivre-chrome et les laitons $\alpha - \beta$ dont le rapport des paramètres cristallins $a_{\text{cfc}}/a_{\text{cc}}$ ne diffère que de 0,1 % à la température ambiante.

Il a été montré que les relations d'orientation les plus probables sont voisines des orientations classiques de KURDJUMOV-SACHS (K-S), NISHIYAMA-WASSERMANN (N-W), NISHIYAMA-WASSERMANN inverse (N-W-I)* et d'une relation intermédiaire appelée Th située entre K-S d'une part et N-W et N-W-I d'autre part . Tableau I.4.

Nous avons représenté sur la projection stéréographique Fig. I.18, les différentes orientations mutuelles rencontrées dans les couples cfc/cc. Pour cela, nous avons utilisé trois directions arbitraires $[111]$, $[\bar{1}01]$ et $[0\bar{1}1]$ pour la phase cfc et les directions $[011]$, $[\bar{1}\bar{1}1]$ et $[100]$ pour la structure cc. Les projections de la structure cfc sont en traits pleins et celles de la structure cc en pointillés. La relation N-W est caractérisée par une rotation, à partir de la position K-S, de 5,3 degrés autour de la direction commune $[111]_{\text{cfc}}$, $[011]_{\text{cc}}$. La relation N-W-I peut se déduire de la position K-S par une rotation de 7 degrés autour de l'axe $[\bar{1}01]_{\text{cfc}}$ suivie d'une rotation de 9 degrés autour de $[0\bar{1}1]_{\text{cfc}}$. La relation Th se situe bien entre les orientations K-S et N-W.

I.4.3.2. Résultats expérimentaux

Nous avons étudié les orientations relatives des phases α et β dans les bicristaux biphasés de laiton dont le plan de l'interface est parallèle au plan (111), (011) ou (001) de la phase α .

Le plan de l'interface est du type $(111)_{\alpha}$

La figure I.19 rassemble les résultats pour 27 bicristaux, préparés à partir de monocristaux α , dont l'interface est parallèle au plan (111) de la phase α . Les orientations mutuelles mesurées sont rassemblées autour des orientations classiques. Pour pouvoir estimer la probabilité d'apparition d'une orientation particulière, nous avons reporté ces résultats sur un histogramme, Fig. I.20, comportant en abscisse les positions classiques K-S, N-W,

* Cette relation est identique à la relation de PITSH $\langle \bar{4}5 \rangle$

TYPE	ORIENTATIONS		ANGLE DE DEVIATION
	$\alpha(\text{fcc})$	$\beta(\text{bcc})$	
K-S	$\begin{matrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & \bar{1} \\ 1 & 2 & \bar{1} \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & \bar{1} \\ 2 & 1 & \bar{1} \end{matrix}$	- - -
N-W	$\begin{matrix} \bar{1} & 1 & \bar{1} \\ 1 & 1 & 0 \\ 1 & 1 & 2 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0 & 1 & \bar{1} \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 1 \end{matrix}$	- - -
I-N-W	$\begin{matrix} \bar{1} & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \end{matrix}$	$\begin{matrix} \bar{1} & 1 & 1 \\ 1 & 1 & 0 \\ 1 & \bar{1} & 2 \end{matrix}$	- - -
Bain	$\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & \bar{1} \\ 0 & 1 & 1 \end{matrix}$	- - -
Th.	$\begin{matrix} 1 & \bar{1} & 1 \\ 1 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 1 \end{matrix}$	$\begin{matrix} 0 & \bar{1} & 1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 1 & 1 & 1 \end{matrix}$	2.5° 3.2° 3.2°

TABLEAU I.4

Relations d'orientation classiques

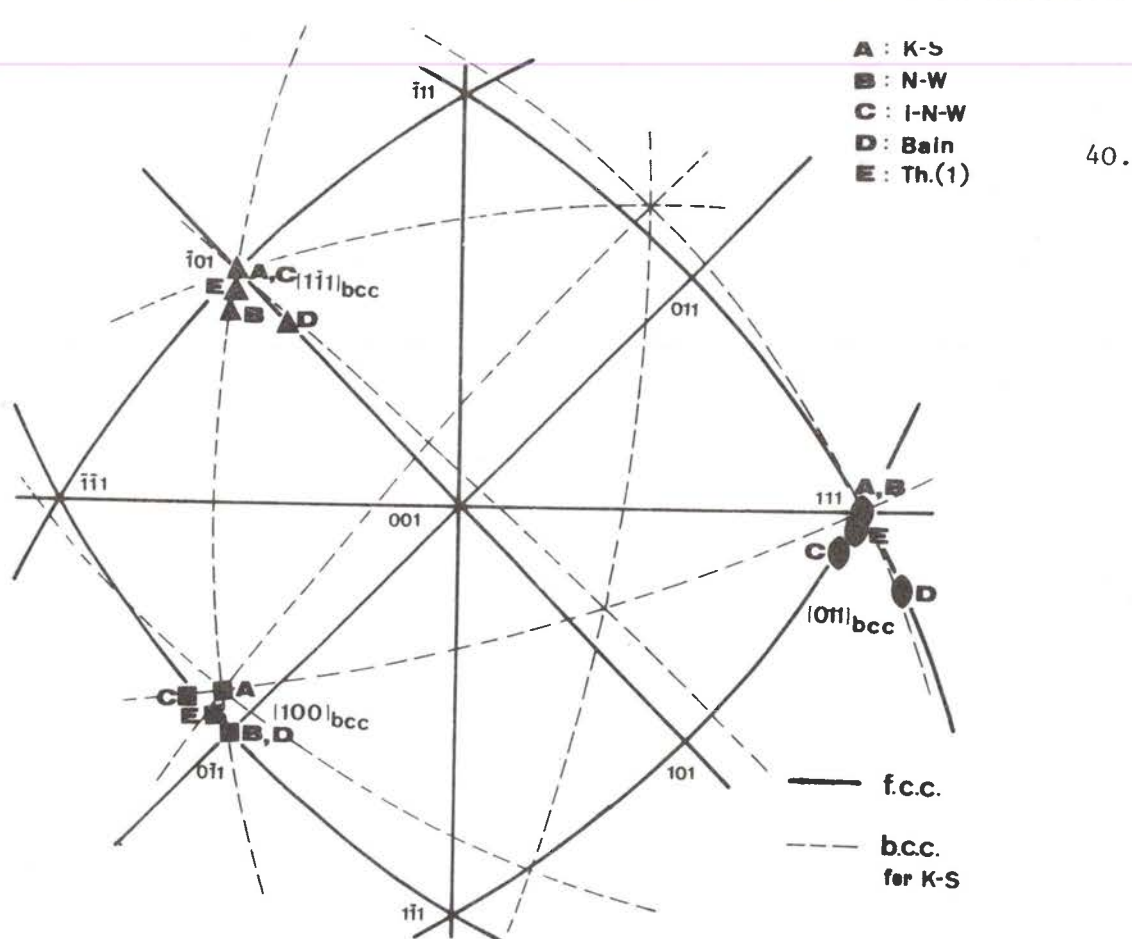


Fig. I.18

Représentation stéréographique des orientations mutuelles classiques entre les phases α (f.c.c.) et β (b.c.c.) du laiton. Les orientations de la phase β sont portées sur la projection $[001]_{\alpha}$.

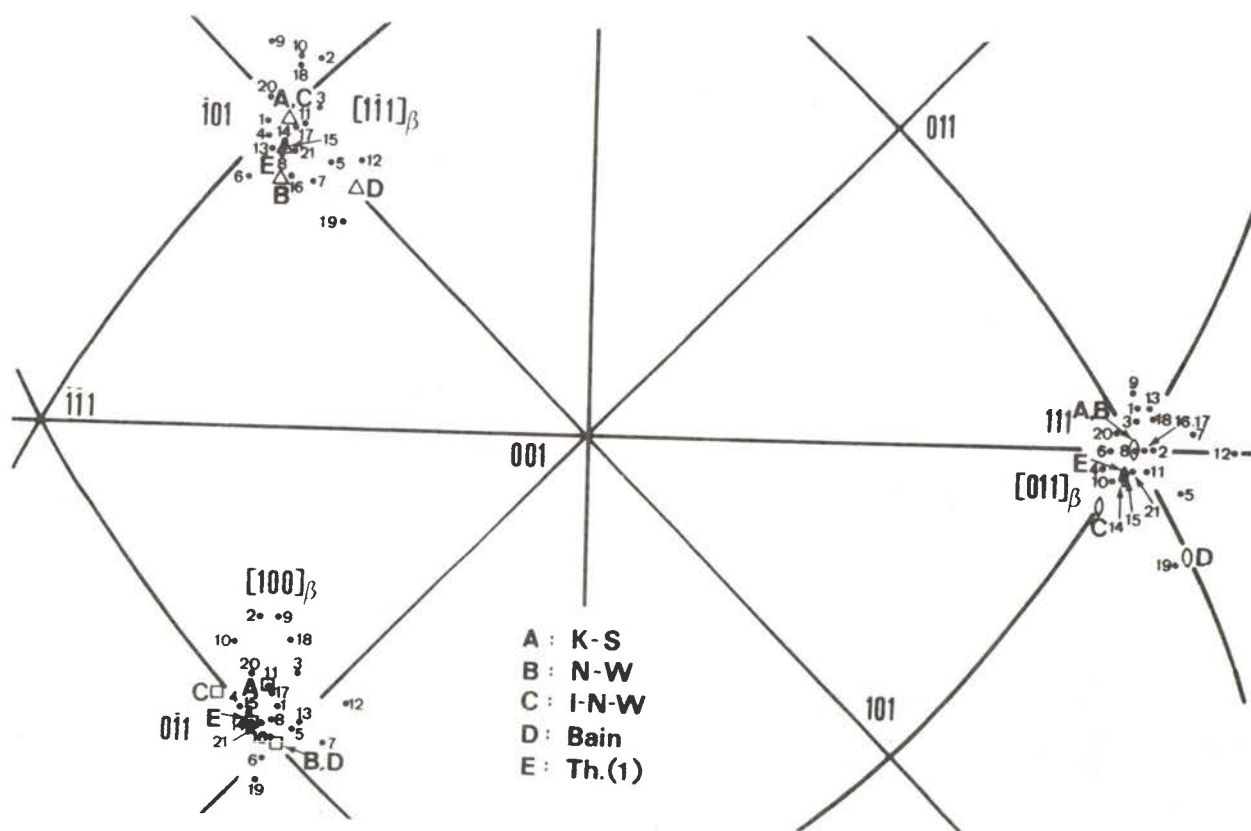


Fig. I.19

Représentation stéréographique des orientations mutuelles obtenues expérimentalement à partir de couples de diffusion dont le plan de l'interface est parallèle à $(111)_{\alpha}$.

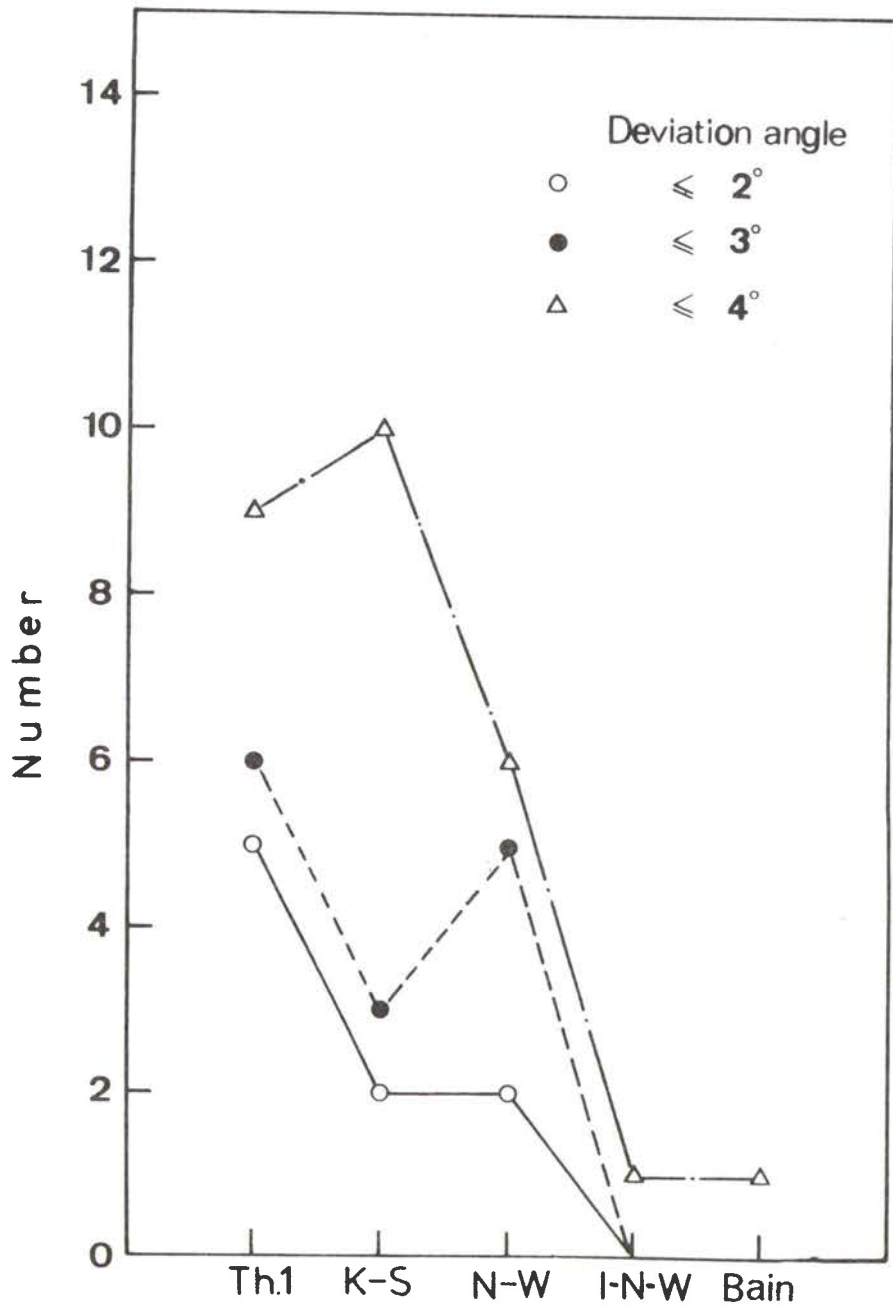


Fig. I.20

Histogramme des orientations mutuelles pour les couples de diffusion du type $(111)_\alpha$.

N-W-I et celle de Bain, ainsi que la position Th, déterminée théoriquement. Une orientation est identifiée à une orientation classique si l'angle de rotation qui permet de passer de cette orientation à l'orientation classique est inférieure à 2° par exemple. Il apparaît clairement sur la figure I.20 que l'orientation Th est la plus probable suivie par les relations KS et NW. Il faut remarquer que ces trois orientations correspondent au parallélisme des plans denses des deux phases.

Le plan de l'interface est du type $(011)_\alpha$ et $(001)_\alpha$

Les tableaux I.5 et I.6 résument l'ensemble des résultats. Il semble que la relation N-W soit la plus probable pour une interface du type $(001)_\alpha$ alors que les relations K-S, N-W-I et Th apparaissent équiprobables pour l'interface du type $(001)_\alpha$.

I.4.3.3. Discussion

Il ressort des résultats précédents que l'orientation relative peut être influencée par le plan de l'interface. En effet, lorsque le plan de l'interface est du type $(111)_\alpha$, la relation Th est la plus favorable, alors que c'est la relation N-W qui apparaît le plus souvent pour les interfaces $(011)_\alpha$. D'autres facteurs peuvent influencer la relation d'orientation et notamment la température de diffusion et la méthode d'obtention des interfaces. Le tableau I.7 indique les relations d'orientation entre les phases α et β pour des alliages Cu-Zn et Cu-Cr. L'interface $\alpha\beta$ a été obtenue par précipitation de α dans β , par précipitation de β dans α , par diffusion de zinc en phase vapeur, par solidification unidirectionnelle (cas du Cu-Cr) ou par diffusion en phase solide. Quelle que soit la méthode, les orientations mutuelles sont toujours soit les orientations classiques, soit des orientations intermédiaires entre ces orientations. GRENINGER sur les laitons et CLARKE et STOBBS sur le cuivre-chrome ont observé une orientation située entre K-S et N-W très proche de l'orientation Th.

L'analyse théorique faite à partir du modèle du "réseau O" de BOLLMANN est partiellement satisfaisante. En effet, elle montre que les relations Th et N-W sont les plus probables suivies ensuite par la relation N-W-I, ce qui est effectivement observé expérimentalement. Cependant, elle ne prévoit pas la relation K-S. Cela peut provenir du fait que la recherche des orientations

N°	K-S	N-W	I-N-W	Bain	Th.
	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$
1	x		x		x
2		x			
3		x			
4		x			x
5		x			

Tableau I.5

Relations d'orientation pour les bicristaux du type (011)

N°	K-S	N-W	I-N-W	Bain	Th.
	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$	$<2^{\circ}<3^{\circ}<4^{\circ}$
1		x			x
2	x				
3	x				
4			x		x
5			x		x

Tableau I.6

Relations d'orientation pour les bicristaux du type (001)

Alloys	Methods to form the phases	Type of orientation Relationships		Author(s)
Cu-Zn	Precipitation of α from β	K-S		Weerts(1932) _{/46/}
Cu-Zn	Peritectic reaction of β from the parent α -phase	K-S and N-W; nevertheless, a preferred deviation direction from these existed, which is very near to the Th.(1).		Greninger (1937) _{/47/}
Cu-Zn	Vapour phase diffusion of Zn into α -brass crystals	$< 400^{\circ}\text{C}$	N-W	Woo, Barrett and Mehl (1944) _{/48/}
		500° $\sim 700^{\circ}\text{C}$	Between N-W and K-S	
Cu-Zn	Polycrystals of ($\alpha + \beta$) phase	K-S		Hu and Smith (1956) _{/49/}
Cu-Zn	Bainitic transformation ($\beta \rightarrow \alpha$)	A so-called modified K-S and I-N-W		Garwood (1965) _{/50/}
Cu-Zn	Vapour phase diffusion of Zn into (100) α -brass	K-S and an 'apparent' relation being identical to the I-N-W		Ito and Abe (1973) _{/51/}
Cu-Zn	Vapour phase diffusion of Zn into (100), (110) and (111) Cu crystals	K-S or N-W		Yamamoto, Sakuma and Nishizawa (1974) _{/52/}
Cu-Cr	Precipitation of Cr rich β -phase from Cu-0.33wt.%Cr alloy	Between N-W and K-S		Hall, Aaronson and Kinsma (1972) _{/53/}
Cu-Cr	Unidirectionally solidified Cu-1.45 wt.%Cr eutectic alloy	a so-called modified K-S which is very near to the Th.(1), and I-N-W		Clarke and Stobbs (1974) _{/54/}
Cu-Zn	Solid-solid diffusion with oriented α -brass crystals	(111)	Th., and following the N-W or K-S	Present authors (1978) _{/18,19/}
		(110)	N-W, Th.	
		(100)	Th., K-S and I-N-W	

Tableau I.7

Relations d'orientations généralement observées entre la phase α et la phase β des alliages Cu-Zn et Cu-Cr.

mutuelles par la méthode de BOLLMANN ne prend pas en compte le plan réel de l'interface.

Il est possible d'aborder la détermination des orientations mutuelles en se fixant le plan de l'interface par rapport à la phase α par exemple et en déterminant la variation relative des distances atomiques qui intervient suivant des directions cristallographiques simples. Le tableau I-8 indique pour les orientations mutuelles classiques la variation relative des distances atomiques suivant certaines rangées denses. La relation K-S qui correspond au parallélisme des plans $\{111\}_{\alpha}$ et $\{110\}_{\beta}$ présente une valeur très faible de δ dans les directions communes $\langle 110 \rangle_{\alpha}, \langle 111 \rangle_{\beta}$.

Cette méthode ne peut s'appliquer simplement que dans le cas où les plans des deux réseaux sont parallèles. Ces deux approches sont incomplètes, seul un modèle atomique du joint de phases devrait permettre de rendre compte entièrement des observations.

Dans ce paragraphe, nous avons montré que :

- 1) par la méthode du 'réseau "O" de BOLLMANN il est possible de prévoir certaines orientations mutuelles classiques. Une nouvelle orientation appelée Th a été déterminée par cette méthode.
- 2) Lorsque le plan de l'interface est du type $(111)_{\alpha}$, l'orientation Th est la plus probable suivie ensuite par les orientations N-W et K-S.
- 3) Lorsque le plan de l'interface est du type $(011)_{\alpha}$ et $(001)_{\alpha}$, les orientations mutuelles sont respectivement N-W et K-S, N-W-I ou Th.
- 4) Dans la méthode de diffusion en phase solide, le plan de l'interface joue un rôle déterminant pour l'orientation relative.

1.5. CONCLUSION

Dans cette première partie, nous avons montré qu'il est possible d'obtenir, par une méthode de diffusion en phase solide, des bicristaux biphasés de laiton. Généralement, ces échantillons contiennent des défauts géométriques (aspérités dans le plan de l'interface). Cependant, par un choix correct du plan de l'interface, il est possible de supprimer presque totalement ce type de défauts.

Dans la phase α du bicristal biphasé, des macles se développent généralement au voisinage de l'interface. Leur origine semble être liée à la

Orientations mutuelles				Type	δ %
α	β	α	β		
{111}	{110}	<110>	<111>	K-S	2.35
		<110>	<100>	N-W	- 12.75
{110}	{100}	<211>	<110>	N-W	7.95
		<110>	<100>	Bain	- 12.75
	{111}	<111>	<110>	K-S	34.9
		<100>	<110>	I-N-W	- 12.75
{100}	{110}	<110>	<111>	I-N-W	- 2.98
		<100>	<110>	Bain	- 12.7
	{100}	<110> or <100>	<100> <110>	Bain	- 12.75

Tableau I.8

Variations relatives de distances atomiques pour différentes orientations mutuelles des phases α et β du laiton.

$$\delta (\%) = (\vec{a}_\alpha - \vec{a}_\beta) / \vec{a}_\alpha \times 100 \%$$

$\vec{a}_\alpha$ et $\vec{a}_\beta$ étant les vecteurs unitaires du réseau, $a_\alpha = 3,6925 \text{ \AA}$
et $a_\beta = 2,944 \text{ \AA}$.

différence $C_{\alpha\beta} - C_{\alpha 0}$ où $C_{\alpha\beta}$ est la concentration limite à la température considérée et $C_{\alpha 0}$ la concentration initiale dans la phase α . Il est possible de les éliminer en diminuant cette différence en deçà d'une valeur critique. Pour cela, il faut réaliser des monocristaux α ayant des concentrations très élevées en zinc. Ceci présente certaines difficultés que nous n'avons résolues que récemment; c'est pourquoi dans la suite de notre travail nous utiliserons des bicristaux biphasés qui ne sont pas à l'équilibre thermodynamique et ne contiennent pas de macles dans la phase α .

Il a été montré également que l'orientation relative des phases ne peut pas être imposée. Elle dépend du choix du plan de l'interface et se situe principalement autour des orientations classiques N-W, K-S, N-W-I. Il semble donc difficile de vouloir étudier la variation d'un paramètre quelconque en fonction de l'orientation relative des phases d'un bicristal biphasé. Cependant, l'orientation relative du plan de l'interface par rapport à la phase α peut être imposée et servir de paramètre dans l'étude d'une propriété.

La méthode de diffusion en phase solide qui a été employée ici pour la préparation de bicristaux biphasés peut s'appliquer également à la réalisation de revêtement de surface. Le substrat (cuivre par exemple) est plongé dans une poudre constituée de phase β du laiton et soumis à un traitement de diffusion*. L'échantillon est alors constitué en surface d'une zone α recouverte d'une couche β . Le joint de phase α - β est très résistant mécaniquement, car il n'y a pas d'intermétallique présent à l'interface comme cela est le cas lorsqu'on procède par exemple à partir d'un bain de zinc liquide. Un exemple est donné en figure I.21 où un laminage à froid de 95 % en dix passes a été effectué sur un bicristal biphasé de laiton sans qu'aucune fissure ne se forme au niveau de l'interface.

Cette méthode semble donc très commode pour réaliser des bicristaux biphasés de bonne qualité. En effet, parallèlement à ce travail, cette méthode a été utilisée depuis par certains auteurs [55] pour préciser le rôle de l'interface α - β dans la déformation plastique à froid. Il est également possible d'étudier les phénomènes de fatigue et de rupture qui interviennent dans les matériaux biphasés [56,57]. Dans la suite, nous utiliserons ces matériaux pour l'étude du glissement aux joints de phases.

* Certains brevets ont été pris pour ce procédé - Etablissement DE DION-BOUTON (1926), Institut für Physikalische Chemie der Metalle am Kaiser Wilhelm Institut für Metallforschung (1937), British Insulated Callender's Cables (1958), ONERA (1964)

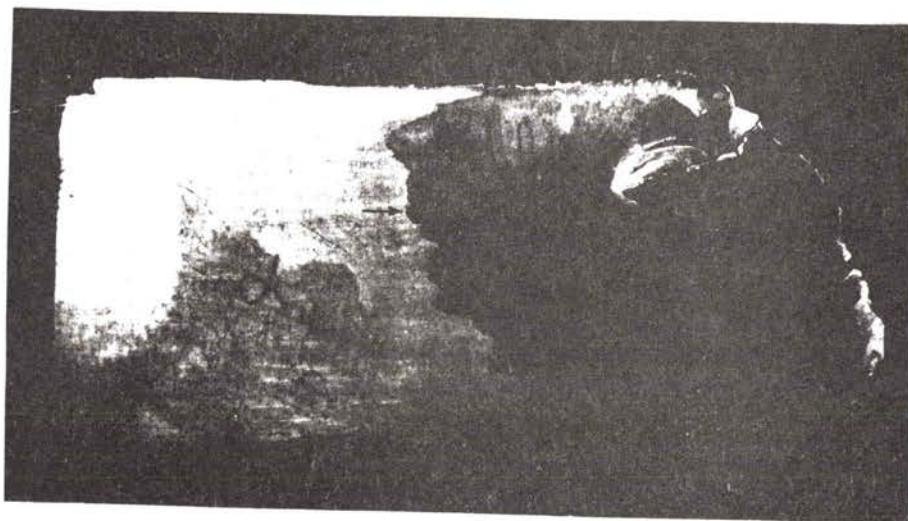


Fig. I.21

Bicristal biphasé de laiton après un laminage à froid de 95 % en dix passes.

BIBLIOGRAPHIE

1. A. BONDY , Thèse , Faculté des Sciences, Orsay (1971).
2. B. JOB, Thèse, Faculté des Sciences, Orsay (1973).
3. H. SANG et W.A. MILLER, J. Crystal Growth, 6 (1970) 303.
4. Yu.D. CHISTYAKOV, A.I. PEKAREV et M.A. GARTMAN, Soviet Phys. Cryst., 4 (1968) 597.
5. C. LEMERCIER et J.M. THUILLIER, Mater. Res. Bull., 1 (1966) 109.
6. F. PERINET , Rapport CEA-R-4657 (1975).
7. T. SCHOBER, R.W. BALLUFFI, Phil. Mag., 20 (1964) 511.
8. A.B. GRENINGER, Trans. AIME, 124 (1937) 379.
9. R.W. HECKEL, A.J. HICKL, R.J. ZAEHRING et R.A. TANZILLY, Met. Trans., 3 (1972) 2565.
10. R.D. SISSON, Jr. et M.A. DAYAMANDA, Met. Trans. , 3 (1972) 647.
11. J.S. KIRKALDY et D.J. FEDAK, Trans. AIME 224 (1962) 904.
12. A.K. HINGNE et K.N. SUBRAMANIAN, J. Crystal Growth, 21 (1974) 287.
13. H. BUCKLE, Recherche Aéronautique, 12 (1949) 45; 16 (1950) 61.
14. Y. ADDA et J. PHILIBERT, La diffusion dans les solides, Presses Universitaires de France (1966).
15. G.V. KIDSON, J. Nucl. Mat., 3 (1961) 21.
16. M. HANSEN, Constitution of Binary Alloys (1958) édité par Mc Graw-Hill Book Company.

17. A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET, I.C.S.M.A. 4 , 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys (1976) 388.
18. S. HASHIMOTO, A. EBERHARDT, M. SUERY et B. BAUDELET , accepté pour publication dans Phil. Mag.
19. S. HASHIMOTO, A. EBERHARDT et B. BAUDELET, accepté pour publication dans Phil. Mag.
20. A. PERIO, J.J. BACMANN et A. EBERHARDT, Rev. Phys. Appl., 12 (1977) 1197.
21. E.O. HALL, Twinning (London : Butterworths Scientific Publications), (1954) 42.
22. R.W. CAHN, Adv. Phys., 3 (1954) 363.
23. R.D. BURBANK et R.D. HEIDENREICH, Phil. Mag, 5 (1960) 373.
24. F.R.L. SCHOENING et A. BALTZ , J. Appl. Phys., 33 (1962) 1442.
25. D.W. PASHLEY et M.J. STOWELL, Phil. Mag., 8 (1963) 1605.
26. L.A. BRUCE et H. JAEGER, Phil. Mag., 36 (1977) 1354.
27. V.Y. DOO et R.W. BALLUFFI, Acta Met., 6 (1958) 428.
28. R.S. BARNES, Proc. Phys. Soc. ,London , 65B (1952) 512.
29. J.W. MATHEWS, Acta Met., 16 (1968) 35.
30. S. PRUSSIN, J. Appl. Phys., 32 (1961) 1876.
31. Y. SATO et H. ARATA, Japan J. Appl. Phys., 3 (1964) 511.
32. G.H. SCHWATKE et H.J. QUEISSER, J. Appl. Phys., 33 (1962) 1540.
33. J. WASHBURN, G. THOMAS et H.J. QUEISSER, J. Appl. Phys., 35 (1964) 1909.
34. E. LEVINE, J. WASHBURN et G. THOMAS, J. Appl. Phys., 38 (1967) 87.

- 51.
35. P.S. AYRES et P.G. WICHELL, J. Appl. Phys., 39 (1968) 4820; *ibid.*, 43 (1972) 816.
36. J.H. VAN DER MERWE, Proc. Phys. Soc., Lond. A, 63 (1950) 616 ; J. Appl. Phys., 34 (1963) 117 et 123.
37. M.S. ABRAHAMS, L.R. WEISBERG, C.J. BUIOCCHI et J. BLANC, J. Mat. Sci., 4 (1969) 223.
38. W.B. PEARSON, A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys, London, Pergamon Press, (1958) 619.
39. K.W. ANDREWS et W. HUME-ROTHERY , Proc. Roy. Soc., A178 (1941) 464.
40. W. HUME-ROTHERY, G.F. LEWIN et P.W. REYNOLDS, Proc. Roy. Soc., A157 (1936) 167.
41. C.H. MATHEWSON, Trans. AIME, 132 (1944) 38.
42. L.E. MURR, Interfacial Phenomena in Metals and Alloys , London : Addison-Wesley Publishing Co., (1975) 87.
43. R. MADDIN, C.H. MATHEWSON et W.R. HIBBARD, Trans. AIME, 185 (1949) 655.
44. W. BOLLMANN, H.V. NISSEN , Acta Cryst., A24 (1968) 546.
45. W. PITSCH, Phil. Mag., 4 (1959) 577.
46. J. WEERTS, Z. Metall., 26 (1932) 256.
47. A.B. GRENINGER, Trans. AIME. 124 (1937) 379.
48. S. WOO, C.S. BARRETT et R.F. MEHL, Trans. AIME, 156 (1944) 100.
49. H. HU et C.S. SMITH, Acta Met. , 4 (1956) 638.
50. R.D. GARWOOD, Physical Properties of Materials and Bainite (Special Publ. 93) London, Iron Steel Inst., (1965) 90.
51. K. ITO et H. ABE, Trans. J.I.M., 14 (1973) 168.

52. M. YAMAMOTO, T. SAKUMA et T. NISHIZAWA, J. Japan Inst. Metals, 38 (1974) 637.
53. M.G. HALL, H.I. AARONSON et K.R. KINSMA, Surface Sci., 31 (1972) 257.
54. D.R. CLARK, et W.M. STOBBS, Metal Science, 8 (1974) 242.
55. T. TAKASUGI, O. IZUMI et N. FAT-ALLA, J. Mat. Sci., 13 (1978) 2013.
56. N. FAT-ALLA, T. TAKASUGI et O. IZUMI, J. Mat. Sci., 13 (1978) 2462.
57. T. TAKASUGI, N. FAT-ALLA et O. IZUMI, Acta Met., 26 (1978) 1453.

PARTIE II

GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES

DANS DES BICRISTAUX BIPHASES DE LAITON α - β

II.1. INTRODUCTION

Le glissement aux joints de grains ou de phases est un mécanisme qui intervient dans la déformation à chaud des matériaux monophasés et biphasés. L'étude du glissement aux joints de grains a déjà fait l'objet de nombreuses publications [1 - 7] et il a été montré que d'une part la courbe déplacement-temps présente généralement un durcissement et par suite qu'il n'existe pas de régime stationnaire très étendu. D'autre part, les vitesses initiales moyennes mesurées pendant les premiers instants de la déformation dépendent fortement des orientations mutuelles des deux cristaux et sont d'autant plus lentes que la cohérence du joint est plus importante [8]. Lorsqu'on passe des joints de grains aux joints de phases, il n'est plus possible de parler de positions de macles mais seulement d'orientations de "pseudo-coïncidence" qui sont des orientations mutuelles optimales pour lesquelles la densité des "dislocations de joints" est beaucoup plus importante que celle qui existe dans les joints de macles. De plus, nous avons montré qu'il n'est pas possible de faire varier à volonté l'orientation mutuelle des phases. Enfin, dans le cas du laiton, comme nous le verrons ultérieurement, le phénomène de dézincification perturbe considérablement les premiers instants de la déformation. Il n'est donc pas possible d'entreprendre l'étude de l'influence de l'orientation mutuelle des phases sur la vitesse initiale du fluage. C'est pourquoi nous nous sommes attachés plus particulièrement aux états stationnaires de fluage.

Un certain nombre de paramètres peuvent avoir une influence sur le régime stationnaire de glissement au joint de phases et notamment :

- a) la structure intrinsèque de l'interface, orientations mutuelles, plan cristallographique de l'interface.
- b) la morphologie du plan de l'interface (aspérités, présence de macles aboutissant à l'interface...).
- c) l'interaction de la déformation plastique des phases adjacentes avec le joint de phases.
- d) les coefficients de diffusion des constituants.
- e) l'équilibre ou le non équilibre thermodynamique du joint qui se traduit entre autre par le déplacement de l'interface perpendiculairement à elle-même .

Dans la suite de notre travail, nous ne considérerons pas l'influence de la structure intrinsèque de l'interface sur le glissement aux joints de phases et pour cela, l'ensemble des résultats présentés ici sera relatif à la même orientation mutuelle des phases et au même plan cristallographique de l'interface. Les échantillons que nous utiliserons ne sont pas à l'équilibre thermodynamique, mais la concentration en zinc sera choisie suffisamment élevée pour éviter la formation de macles. Quelques essais effectués après la fin de ce travail ont permis de montrer que l'écart à l'équilibre thermodynamique n'avait pas un rôle déterminant sur la vitesse de fluage. Nous aborderons plus particulièrement l'influence de la morphologie du plan de l'interface sur la vitesse de fluage ainsi que le rôle de l'interaction de la déformation plastique des phases α et β adjacentes avec le joint de phases.

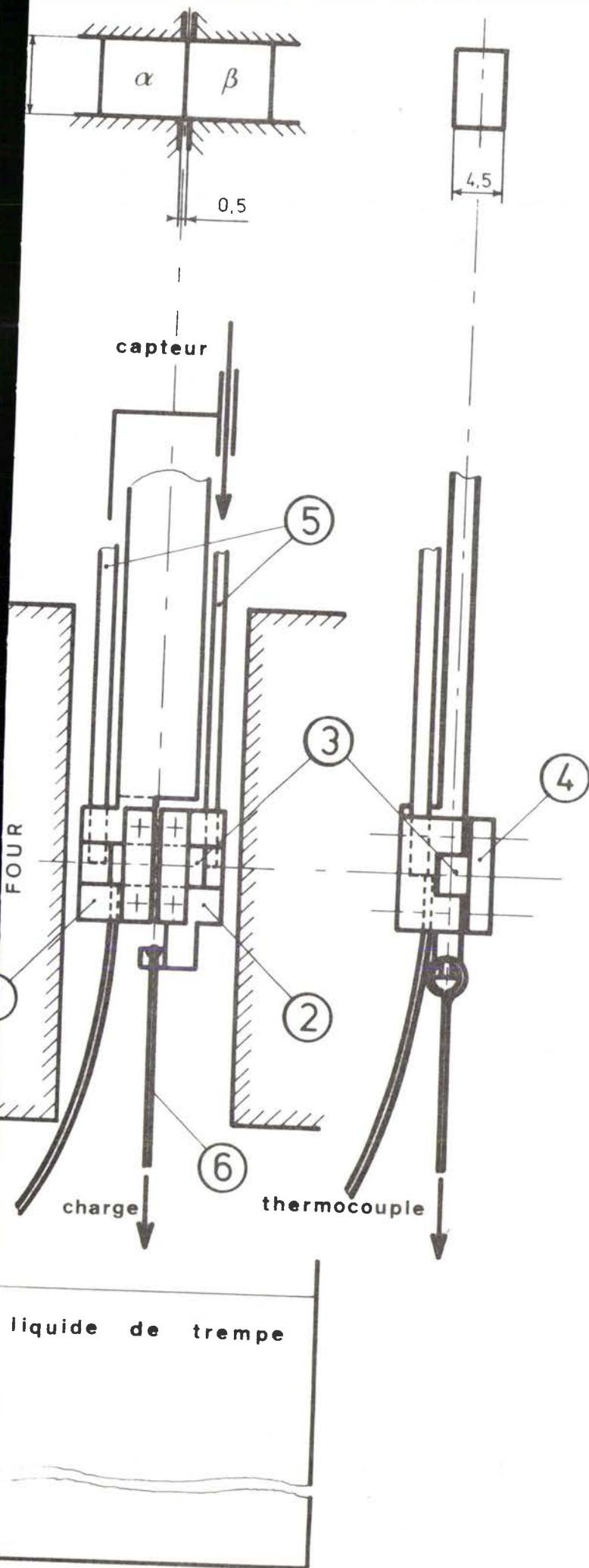
Le glissement a été étudié à partir de l'essai de fluage à charge ou à contrainte constante en cisaillement simple à 650°C, température de préparation des bicristaux biphasés. Nous montrerons qu'il existe un état de fluage stationnaire qui s'étend sur de grandes déformations. Nous en déduirons des lois de comportement et nous proposerons une interprétation de ces lois en adaptant aux joints de phases les modèles de glissement aux joints de grains.

II.2. DISPOSITIF DE FLUAGE

Le dispositif schématisé sur la figure II.1 permet :

- de réaliser des expériences de fluage à charge constante sous atmosphère d'argon à la pression atmosphérique.
- de tremper l'échantillon sous charge afin d'éviter la précipitation dans la phase β et de fixer la structure en vue d'observations ultérieures.

éprouvette de cisaillement



- ① Mors fixe
- ② Mors mobile
- ③ Eprouvette de cisaillement
- ④ Cavaliers de fixation
- ⑤ Tiges de rappel du capteur
- ⑥ Tige articulée

55.

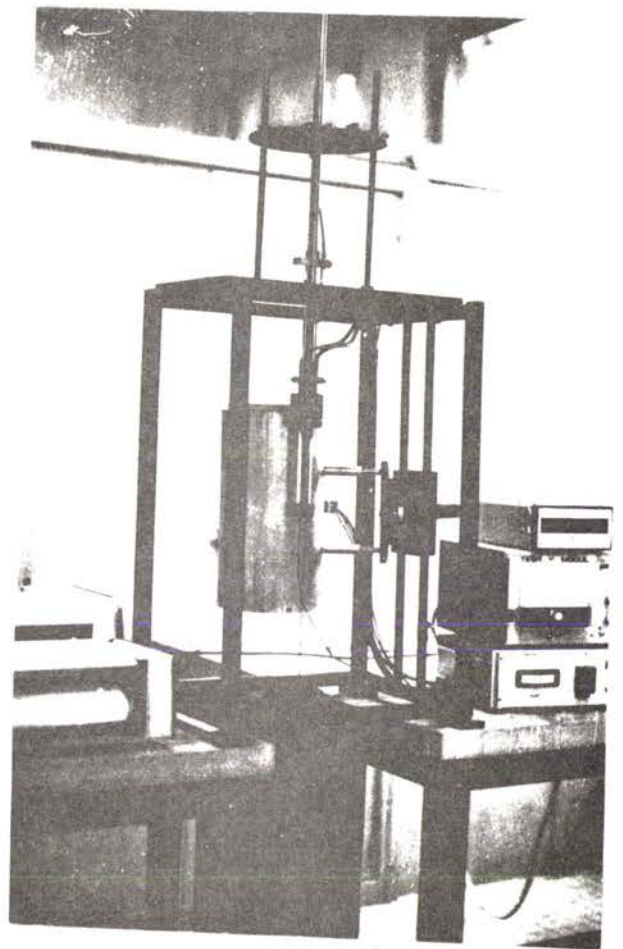


Fig. II.1

Dispositif de fluage

Il comprend principalement :

- un ensemble de deux mors dont l'un 1 est fixe et l'autre 2 est mobile. l'éprouvette non entaillée 3 est entièrement encastrée et maintenue en place par des cavaliers 4.
- un ensemble de deux tiges de rappel 5 reliées à un capteur linéaire inductif permettant de mesurer le déplacement relatif d'une phase par rapport à l'autre.
- un thermocouple placé dans le mors fixe au voisinage immédiat de l'échantillon.

La charge est appliquée au mors mobile par l'intermédiaire d'une tige articulée 6. L'ensemble mors fixe, mors mobile, tige articulée et charge peut se translater verticalement afin d'amener l'échantillon dans le bac de trempe.

Le four est alimenté par une régulation P.I.D. (proportionnelle, intégrale, différentielle) qui permet après introduction du dispositif dans le four d'atteindre rapidement la température d'équilibre. La mise en température est d'environ 15 minutes et permet ainsi de minimiser les phénomènes de dézincification.

II.3. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les résultats contenus dans cette partie concernent uniquement les bicristaux biphasés de laiton déformés à 650°C.

II.3.1. Allure générale des courbes de fluage

L'évolution du déplacement relatif des phases adjacentes est représentée sur la figure II.2 . Les courbes obtenues présentent trois domaines.

Domaine I

Le début de la déformation suit généralement une loi parabolique, la vitesse très grande au départ, décroît constamment jusqu'à un déplacement relatif ℓ_1 variable d'un échantillon à l'autre (compris entre 10 et 50 μm). Ce domaine correspond à la déformation d'une phase α qui se développe à la surface de l'échantillon au voisinage de l'interface. En effet, dans les laisons, la dézincification est un phénomène important à haute température [9,10]. Dans la phase α la dézincification entraîne une diminution de la teneur en

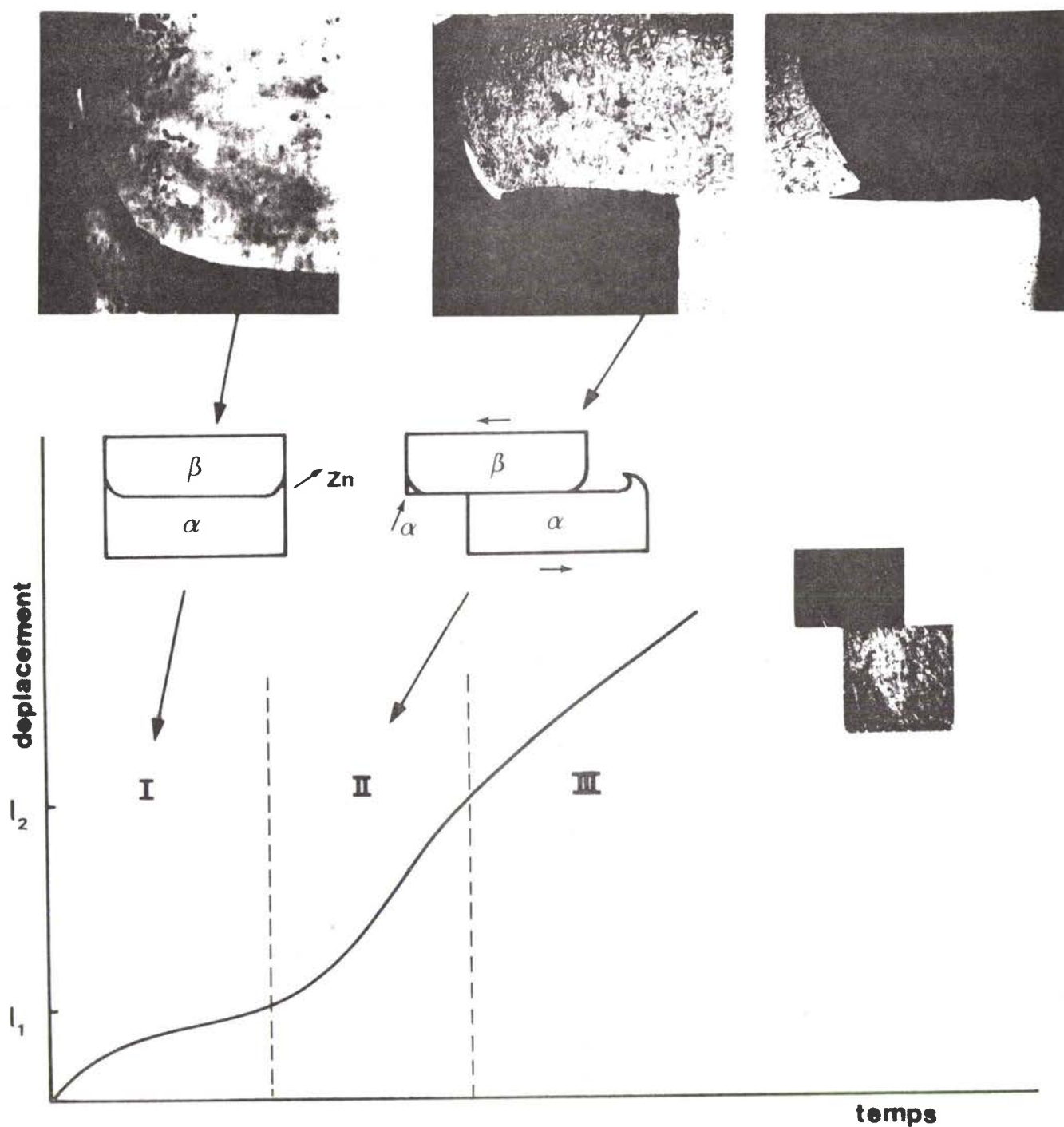


Fig. II.2 Aspect général des courbes de fluage

- I) Perturbation due à la dézincification de la phase β
 - II) Domaine des vitesses initiales
 - III) Régime stationnaire
- l_1 : de 10 à 50 μm suivant le temps de mise en température
 l_2 : 100 à 200 μm

zinc au voisinage de la surface. Dans la phase β dont la concentration est égale à la limite de solubilité $C_{\beta\alpha}$ une diminution de la teneur en zinc a pour effet de transformer cette phase β en phase α . La partie de la phase β dézincifiée forme une avancée qui est présente tout autour de l'échantillon (Fig. II.2). Pour que le glissement puisse se produire le long de l'interface, il est nécessaire de déformer cette avancée de phase α jusqu'à rupture (en ℓ_1 sur la figure II.2).

L'effet perturbateur de la dézincification peut être réduit en recouvrant la surface de l'échantillon d'une couche de carbone et en diminuant le temps de mise en température de l'échantillon. Ainsi, la déformation ℓ_1 qui est caractéristique de l'importance de la dézincification peut être rendue inférieure à $10 \mu\text{m}$.

Domaine II

Après rupture de l'avancée α en ℓ_1 , la vitesse augmente rapidement, passe par un maximum et diminue progressivement à partir de ℓ_2 . C'est le début du glissement effectif que l'on pourrait caractériser par sa vitesse initiale v_i . Cependant, pour une contrainte donnée, la dispersion des vitesses est trop grande (*) pour pouvoir retenir cette grandeur comme caractéristique de l'état initial.

Domaine III Fluage stationnaire

C'est le domaine du glissement stationnaire où la vitesse reste constante. La vitesse de glissement représentée sur la figure II.3 en fonction de la déformation est sensiblement constante depuis des déformations d'environ $200 \mu\text{m}$ (correspondant à ℓ_2 Fig: II.2) jusqu'à plusieurs millimètres ($2,5 \text{ mm}$ sur Fig. II.3).

Au delà, il apparaît généralement un durcissement ($\partial v / \partial \ell \sim 10^{-2} \text{ mn}^{-1}$) Dans la suite de cette étude, nous ne considérerons que les états stationnaires.

Pour pouvoir exploiter sur le même échantillon plusieurs états stationnaires pour différentes contraintes, nous considérerons que la vitesse est constante si elle varie de moins de 5 % pour $100 \mu\text{m}$ de déplacement relatif.

(*) En raison notamment de la perturbation entraînée par le domaine I

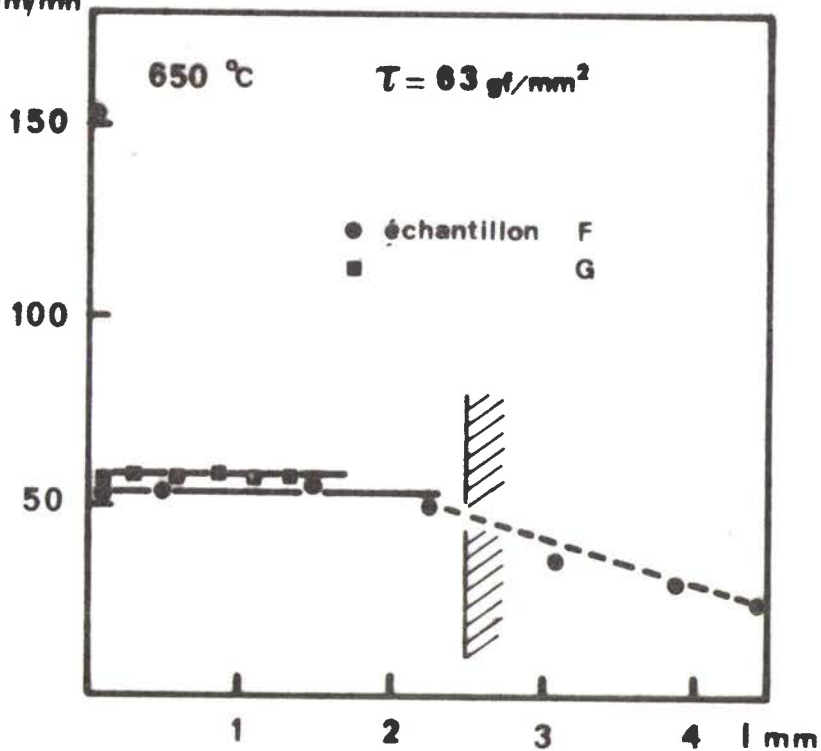
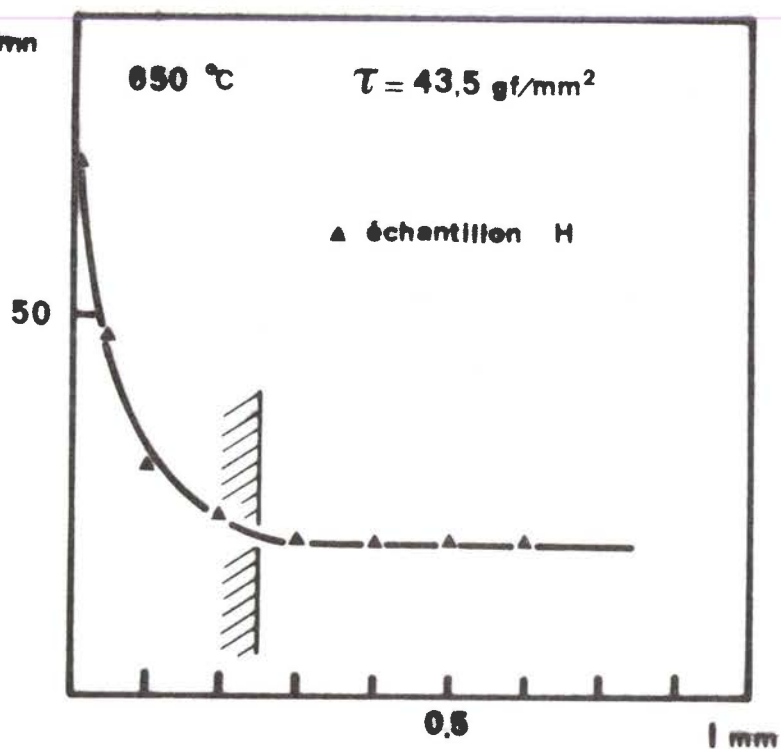


Fig. II.3

Variation de la vitesse de glissement en fonction du déplacement relatif des deux parties du bicristal biphasé. La vitesse de glissement est constante depuis des déformations d'environ 200 μm jusqu'à plusieurs millimètres.

II.3.2. Loi de comportement en cisaillement de bicristaux biphasés

Les résultats peuvent s'analyser à partir d'une loi puissance

$$\tau = A v^m \quad \text{où} \quad v = B \tau^n \quad \text{avec} \quad m = 1/n$$

où τ est la cisssion moyenne dans le plan de cisaillement et v la vitesse de déplacement relatif des phases.

La figure II.4 représente les vitesses stationnaires obtenues sur un même échantillon par sauts de contrainte à valeurs croissantes. La vitesse qui a été reportée contient à la fois la vitesse de glissement aux joints de phases et la vitesse de déformation par cisaillement de la phase β voisine du joint de phases. Connaissant la loi de comportement de la phase β , il est possible de corriger ces courbes et il est montré en annexe II que cette correction, intervenant surtout pour les contraintes élevées, augmente légèrement la pente (de 0,6 à 0,7 dans l'exemple de l'annexe II).

La loi de comportement comprend principalement deux domaines :

- pour les contraintes faibles ($\tau < 60 \text{ gf/mm}^2$) la vitesse est proportionnelle à la contrainte appliquée.
- pour les contraintes moyennes ($60 \text{ gf/mm}^2 < \tau < 200 \text{ gf/mm}^2$) l'exposant de la contrainte est compris entre 1 et 2 .

Lorsque la contrainte dépasse 200 gf/mm^2 , la vitesse de glissement devient très grande (de l'ordre du millimètre par minute) et la déformation dans β très importante.

Quelques essais ont cependant permis d'estimer la valeur de n dans ce domaine et ont montré qu'il est voisin de 3.

$\tau \text{ gf/mm}^2$	0 - 60	60 - 200	> 200
n	1	1,3 - 1,8	2,5 - 3
m	1	0,6 - 0,8	0,3 - 0,4

Sauts de contrainte

Dans le domaine des faibles contraintes, des sauts croissants ou décroissants de contraintes conduisent toujours à la même valeur de l'exposant n de la contrainte.

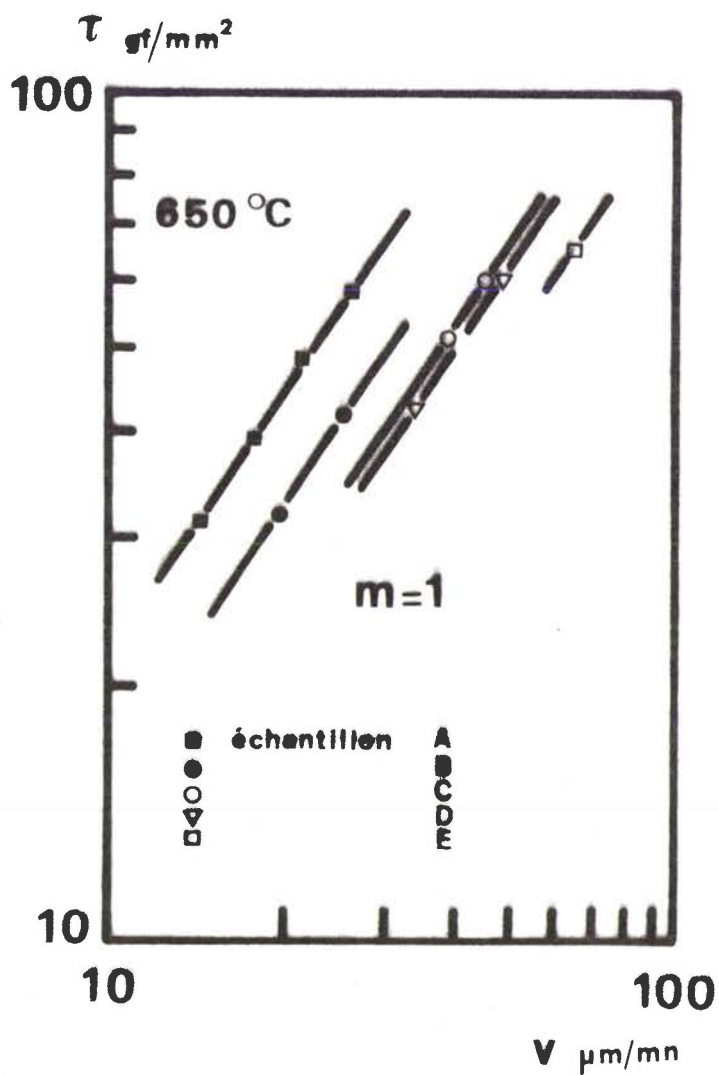
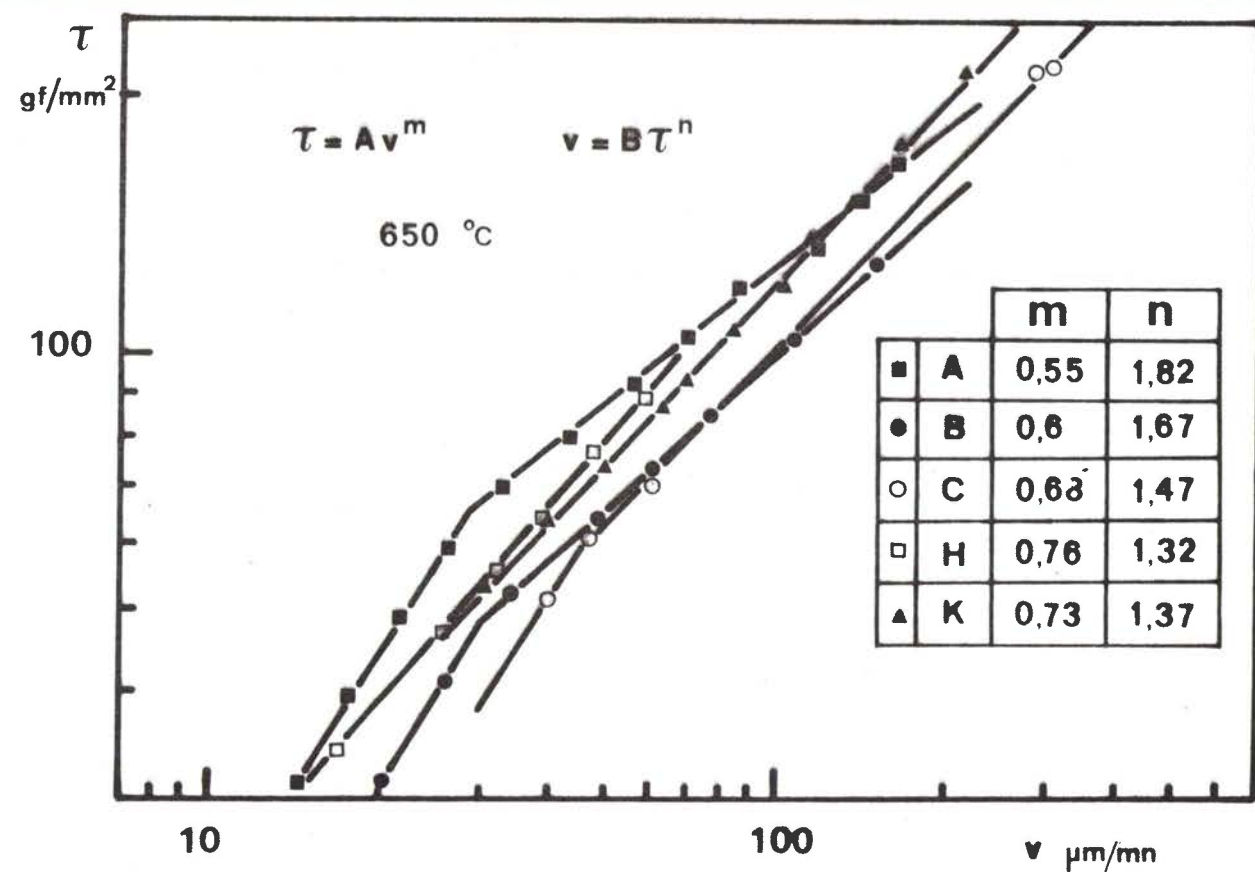


Fig. II.4

- a) Loi de comportement en cisaillement de bicristaux biphasés de laiton
- b) Pour les faibles contraintes, la vitesse est proportionnelle à la cission appliquée. (La pente correspondant à l'échantillon E a été déterminée par sauts de contrainte).

Pour les contraintes moyennes, on observe quelquefois un durcissement dans la courbe de vitesse/déplacement dont l'effet est de diminuer la valeur apparente de n . Dans ce cas, la mesure du coefficient n se fait lors d'un saut à contrainte croissante, immédiatement après le saut. La valeur de n obtenue sur un grand nombre d'échantillons est comprise entre 1,4 et 1,5, valeurs compatibles avec celles de la figure II.4. Les sauts de contrainte à valeurs décroissantes conduisent toujours à la même valeur du coefficient n : $n = 2,1$.

La figure II.5 résume le comportement en glissement d'un joint de phases en contraintes croissantes (A→B) et en contraintes décroissantes (B→C).

II.3.3. Caractéristiques du bicristal biphasé déformé

a) aspects macroscopiques

L'aspect général de l'échantillon est différent suivant la valeur de la contrainte appliquée.

Pour des contraintes faibles ($\tau < 60 \text{ gf/mm}^2$) le glissement a lieu le long de l'interface α - β sans déformation appréciable des deux phases (Fig. II.6, a et b).

Pour les contraintes élevées ($\tau > 100 \text{ gf/mm}^2$) le glissement est accompagné d'une déformation de la phase β qui est la plus ductile à haute température. La déformation de la phase α est négligeable (Fig. II.6, d et e).

b) défauts géométriques de l'interface

On peut caractériser les défauts géométriques de l'interface par une période λ et une hauteur h en supposant en première approximation qu'ils sont de forme sinusoïdale. L'interface d'un échantillon non déformé contient généralement des défauts dont la période est de l'ordre de $100 \mu\text{m}$ et la hauteur voisine de $0,5 \mu\text{m}$.

La figure II.6, a-e représente l'aspect de l'interface après déformation à différentes contraintes. La densité de défauts géométriques le long de l'interface dans des échantillons déformés à faibles contraintes est comparable à celle des échantillons non déformés. Dès que la contrainte dépasse 60 gf/mm^2 , la densité de défauts augmente rapidement alors que l'amplitude évolue peu. Cette densité reste cependant inchangée au cours de la déformation en régime stationnaire à contrainte constante.

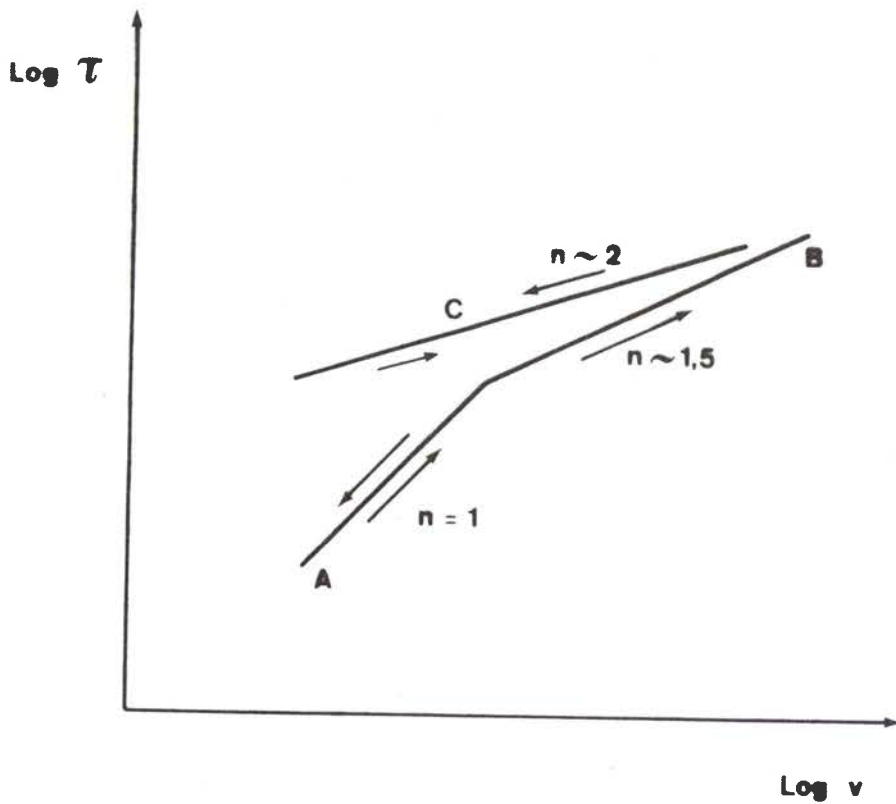
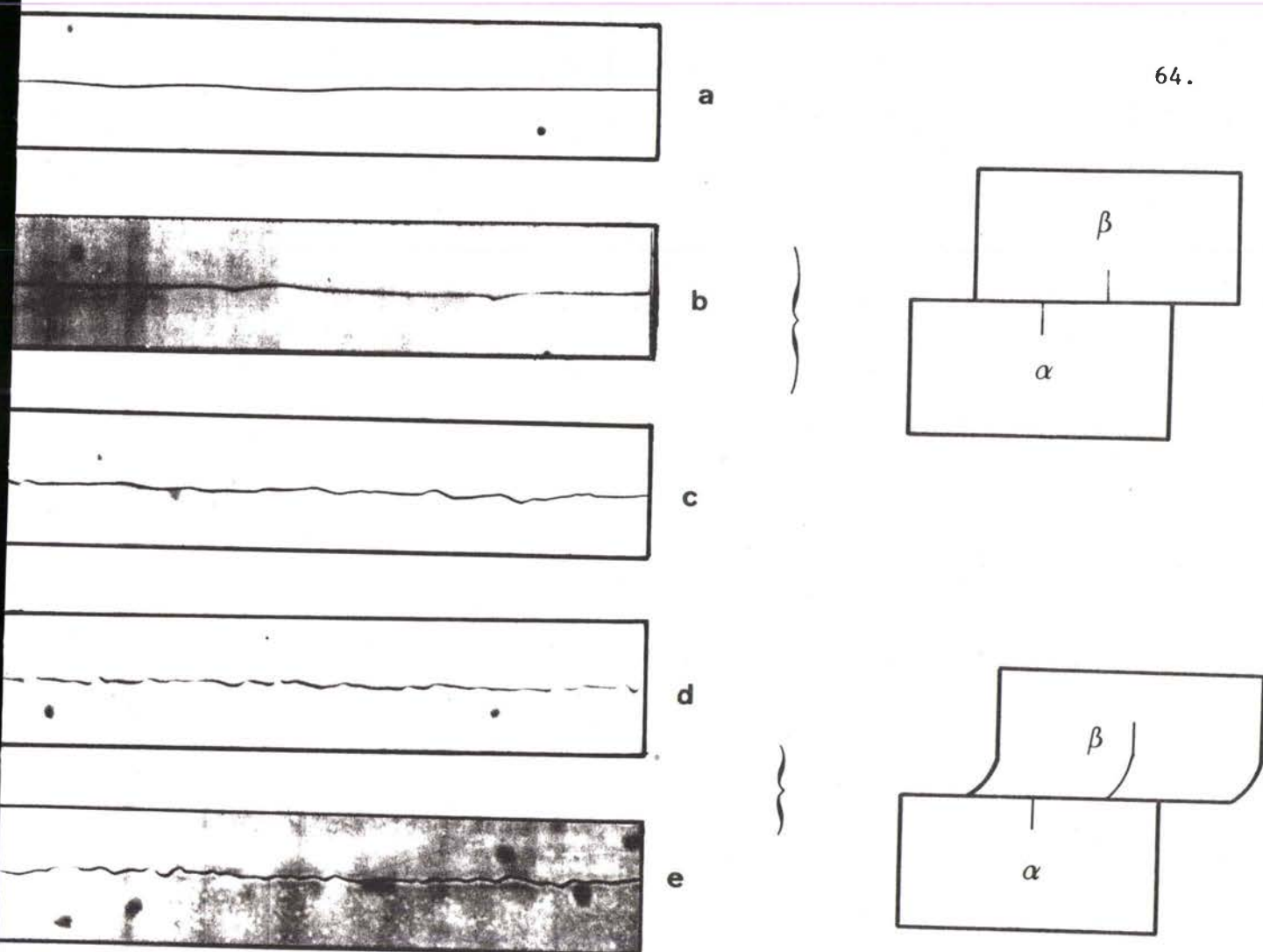


Fig. II.5

Loi de comportement des bicristaux biphasés de laiton.
 Les états stationnaires de fluage sont obtenus à contraintes croissantes de A à B et à contraintes décroissantes de B à C. A contraintes croissantes, l'exposant de la contrainte vaut respectivement 1 et 1,5 pour les contraintes faibles et moyennes. En contraintes décroissantes, l'exposant n vaut 2 quelle que soit la contrainte.



τ_a gf/mm ²	λ μm	h μm	Fig.
39	65	0,6	a
56	40	0,6	b
126	6	0,8	c
200	5	0,9	d
300	4	1,0	e

Fig. II.6

Evolution des défauts géométriques dans le plan du joint de phases en fonction de la contrainte appliquée.

c) sous-structure dans la phase β au voisinage de l'interface

La déformation par fluage de la phase β se fait par mouvement de dislocations et la sous-structure qui apparaît au voisinage de l'interface est représentée sur la figure II.7. La taille des sous-grains est inversement proportionnelle à la cisssion moyenne et peut s'exprimer par $d = \alpha \mu b \tau^{-1}$ avec $\alpha = 110$. Cette valeur de la constante α est du même ordre de grandeur que celles obtenues à partir de compilation par WEERTMAN [$\bar{11}$] ($\alpha = 100$) et BIRD et col. [$\bar{12}$] ($\alpha = 20$). Pour les contraintes inférieures à 100 gf/mm^2 , les sous-grains sont de grandes dimensions (200 à 800 μm) et en petit nombre dans la zone comprise entre la jonction initiale et la jonction finale, ce qui justifie la dispersion des résultats.

II.3.4. Déformation des phases α et β du laiton

Pour préciser l'importance relative de la déformation par glissement aux joints de phases par rapport à la déformation par cisaillement en volume, il est nécessaire de connaître les lois de comportement des phases α et β constituant le bicristal. La figure II.8, a et b représente les courbes contrainte-vitesse de déformation en coordonnées logarithmiques pour des laitons α et β à différentes températures. Elles ont été obtenues à partir d'essais de traction à vitesse de déformation constante. L'exposant de la contrainte qui varie peu avec la température vaut respectivement 5,8 et 3,2 environ pour les phases α et β . Ces résultats sont en très bon accord avec ceux obtenus par différents auteurs [$\bar{13}$ - $\bar{17}$].

A 650°C , température adoptée pour les essais de cisaillement dans les bicristaux biphasés, les lois de comportement pour les phases α et β s'expriment par :

$$\dot{\epsilon}_{\alpha} = 3,9 \cdot 10^{-4} \sigma^{5,8} \quad \text{et} \quad \dot{\epsilon}_{\beta} = 8,4 \cdot \sigma^{3,2}$$

($\dot{\epsilon}$ en mn^{-1} et σ en kgf/mm^2).

La figure II.9 représente le rapport $\dot{\epsilon}_{\beta}/\dot{\epsilon}_{\alpha}$ à 650°C dans le domaine de contraintes utilisées pour les essais de cisaillement sur les bicristaux biphasés. Dans tout le domaine de contrainte, on peut considérer que la vitesse de déformation de la phase α est négligeable devant celle de la phase β . Ainsi dans la suite, nous considérerons que seule la phase β est déformable.

66.

$$\tau = 300 \text{ gf/mm}^2$$

$$T = 650^\circ \text{ C}$$

β



← Joint de phases

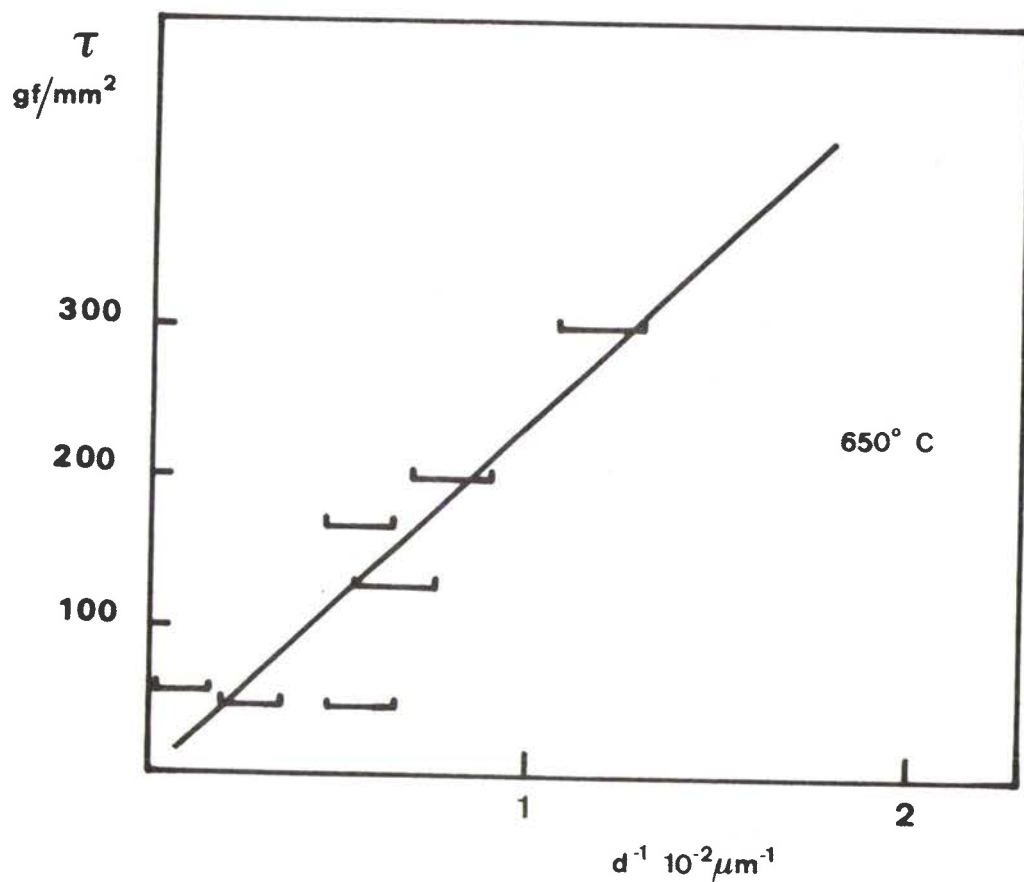


Fig. II.7

Taille des sous-joints dans la phase β au voisinage du joint de phases.

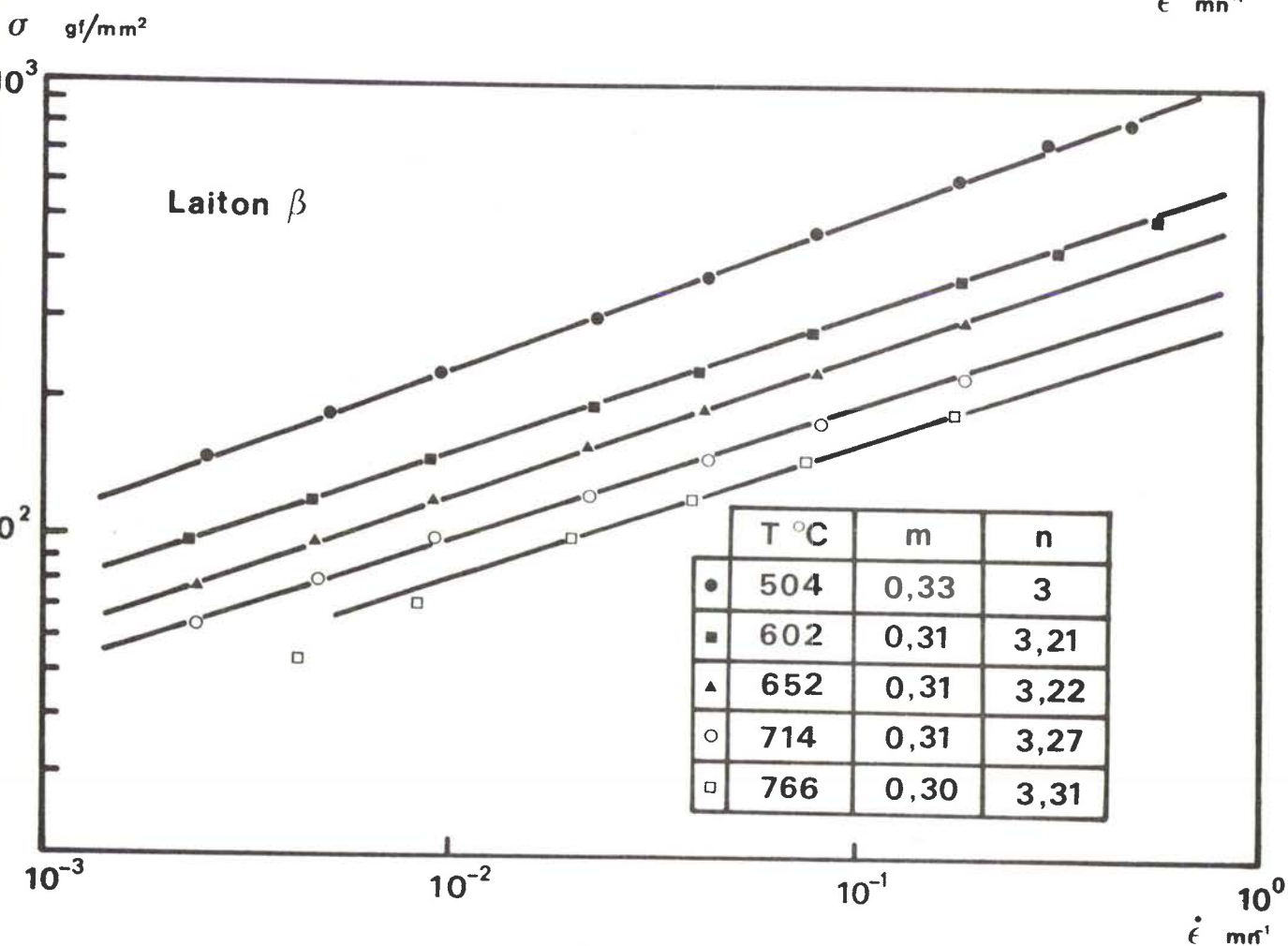
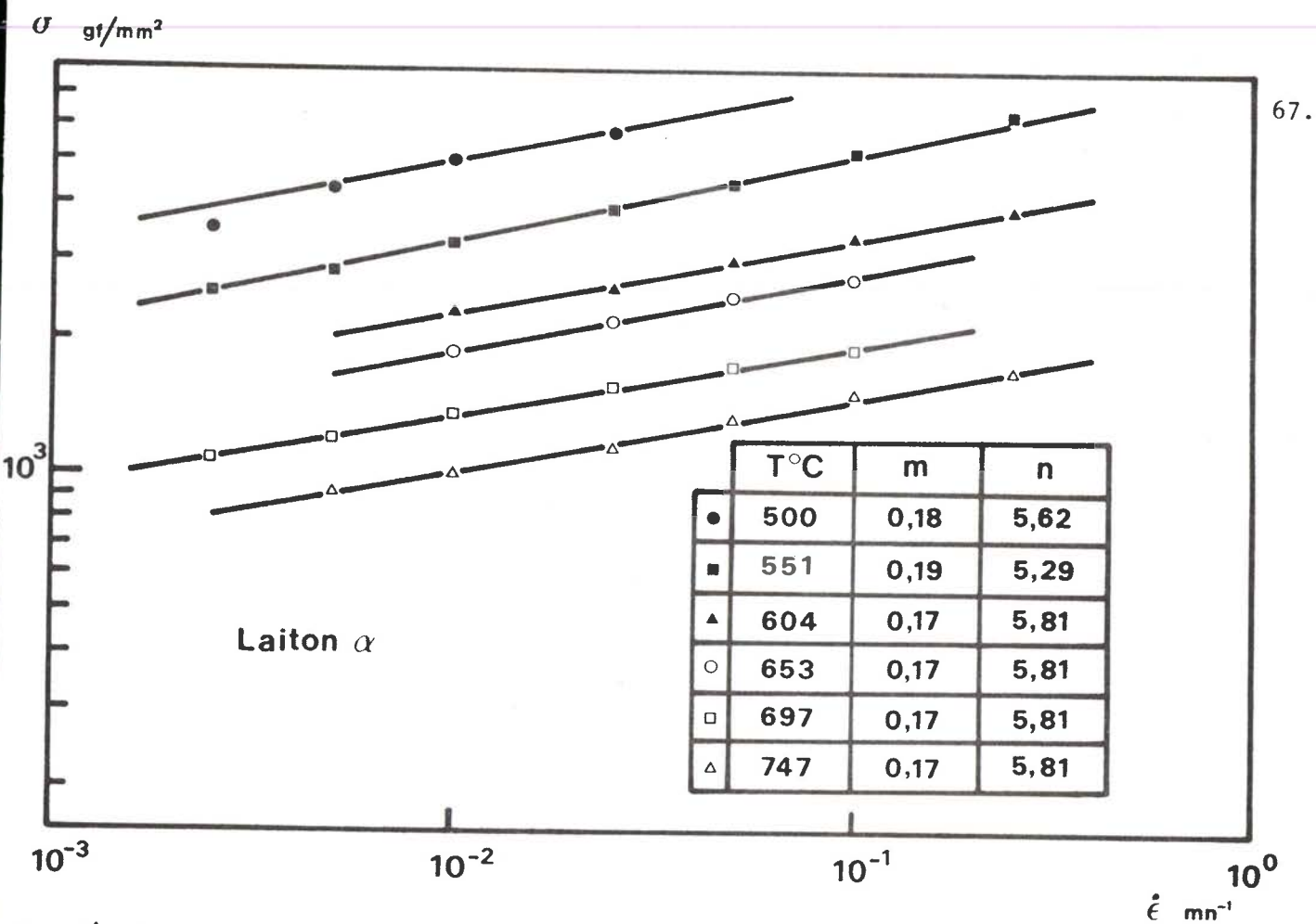
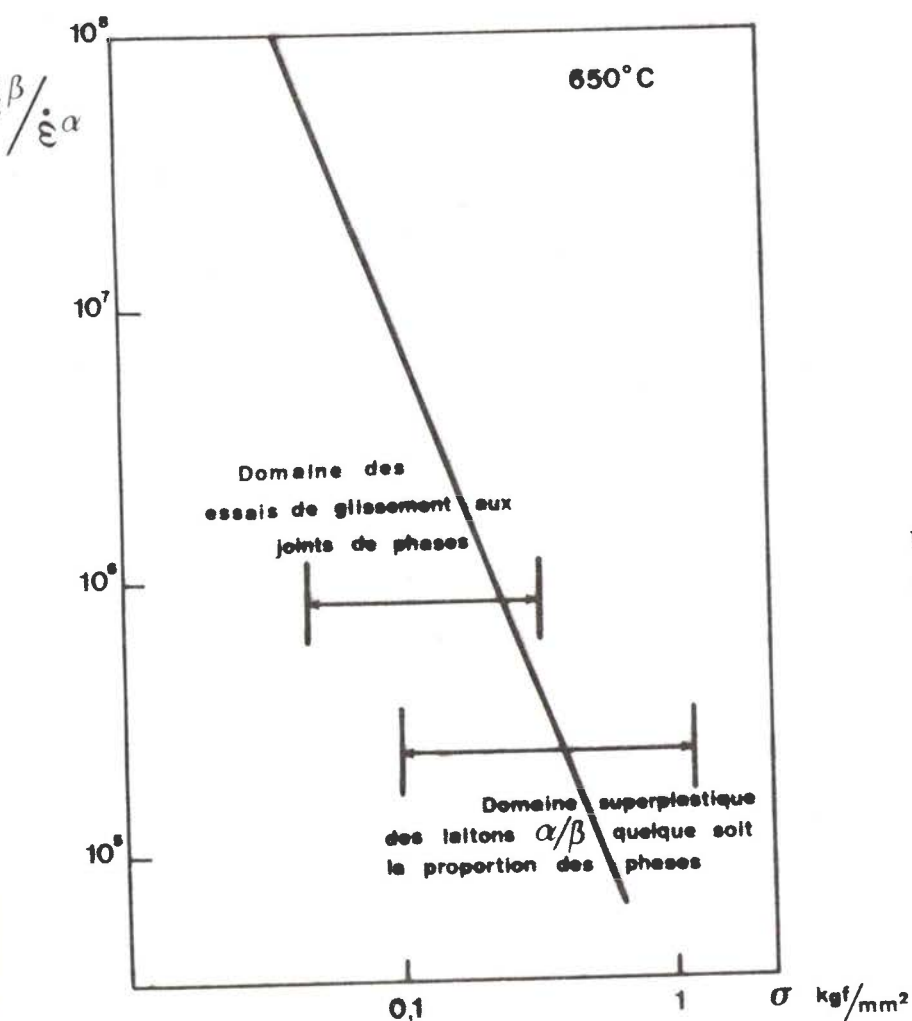


Fig. II.8

Lois de comportement des laitons α (32,1 % en poids de Zn) et β (47,6 % en poids de Zn) d'après M. SUERY (communication privée).



$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \sigma^n$$

pour $\sigma = 1$ kgf/mm² et $T = 650^\circ\text{C}$

$$\dot{\epsilon}_0^\alpha = 3,9 \cdot 10^{-4} \text{ min}^{-1} \quad (n = 5,8)$$

$$\dot{\epsilon}_0^\beta = 8,4 \text{ min}^{-1} \quad (n = 3,2)$$

Fig. II.9

Comparaison entre les vitesses de glissement à 650°C dans les phases α et β du laiton. Dans le domaine de contraintes correspondant soit à la déformation superplastique soit aux essais de glissement aux joints de phases, on peut considérer que la phase α ne se déforme pas.

Energie d'activation et mécanisme de déformation dans la phase β

L'énergie d'activation apparente a été déterminée pour la phase β par la méthode des sauts de température et vaut 23 kcal/mole pour des contraintes comprises entre 60 et 200 gf/mm² (les énergies d'activation du cuivre et du zinc dans la phase β valent respectivement 23* et 22 kcal/mole). BROWN et LENTON [16] ont montré que pour les contraintes faibles, l'énergie d'activation du fluage est indépendante de la contrainte et vaut 25 kcal/mole. DELOBELLE et OYTANA [17] ont trouvé que pour des contraintes plus importantes ($0,4 \text{ kgf/mm}^2 < \sigma < 0,8 \text{ kgf/mm}^2$), l'énergie d'activation apparente est voisine de 23 kcal/mole et décroît avec la contrainte pour atteindre par exemple 12 kcal/mole à $0,1 \text{ kgf/mm}^2$. Ce résultat contradictoire avec le précédent n'a pas été interprété par les auteurs.

L'étude des mécanismes de déformation des solutions solides concentrées est très complexe et il n'existe pas de justification théorique sur le choix notamment du coefficient de diffusion reflétant le mécanisme réel qui contrôle la vitesse de fluage. On admet généralement que la déformation plastique est contrôlée soit par la montée des dislocations, soit par leur glissement visqueux. Récemment, CHIN et col. [18,19] sur Al-Zn et DELOBELLE et col. [17] sur le laiton β ont montré que l'on peut rendre compte de la déformation de ces solutions solides concentrées par un mécanisme séquentiel glissement-montée des dislocations dans lequel le processus le plus lent contrôle la déformation.

II.4. DISCUSSION

II.4.1. Glissement intrinsèque et mécanismes accommodateurs

L'analyse du glissement au joint fait intervenir deux processus dont l'importance relative dépend de la morphologie du joint.

Si le joint est parfaitement plan (Fig. II.10.a), le glissement est contrôlé par le déplacement de dislocations contenues dans le plan du joint et on parle de glissement intrinsèque.

Si le plan du joint contient des défauts géométriques (Fig. II.10.b), le glissement intrinsèque ne peut pas se produire sans l'aide d'un mécanisme accommodateur dont le rôle est de transporter de la matière de part et d'autre du défaut pour permettre le déplacement relatif des grains. Ces deux mécanismes sont en série et c'est le plus lent qui contrôle le glissement au joint.

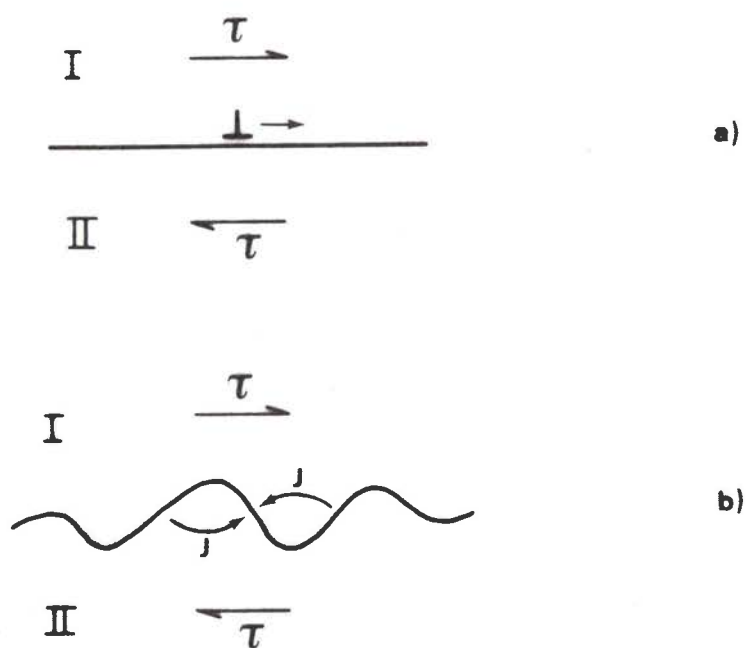


Fig. II.10

Glissement au joint de grains

- a) intrinsèque dans le cas d'un joint plan
- b) avec mécanisme accommodateur, lorsque le joint contient des aspérités

Glissement intrinsèque

Il est difficile de mettre en évidence le glissement intrinsèque car généralement les joints contiennent des défauts, cependant, certains auteurs [20,21] ont suggéré, à partir de mesures de vitesses initiales, que ce glissement est un mécanisme très rapide.

Récemment, GATES [22,23] a proposé un modèle pour décrire le glissement au joint de grains qui est fondé sur le mouvement de dislocations de structure (intrinsèques ou extrinsèques). Les dislocations intrinsèques primaires ou secondaires sont prévisibles théoriquement en utilisant le formalisme de BOLLMANN [24,25] (*). Les dislocations extrinsèques résultent de l'interaction des dislocations de matrice avec celles du joint de grains. Dans le modèle de GATES, le glissement est contrôlé par la montée des segments coin, soit des dislocations de joints, soit des dislocations extrinsèques ayant interagi avec le joint de grains. La vitesse de glissement est proportionnelle à la cisssion appliquée et à un terme de structure caractérisant le joint, elle est très élevée et décroît considérablement lorsque la désorientation entre les grains se rapproche d'une position de forte coïncidence [27].

Les dislocations extrinsèques ont pour effet de durcir le joint en augmentant le nombre de points d'ancrage des dislocations glissiles et le modèle reste applicable à condition qu'aucun système de glissement ne soit activé dans les grains adjacents. De plus, il est nécessaire que le joint soit plan ou que le mécanisme accommodateur soit plus rapide que le glissement produit par les dislocations de joints de grains. Ces conditions sont remplies au début de la déformation lorsque l'accommodation est élastique et plus spécialement dans les expériences de frottement intérieur. L'accord avec les valeurs expérimentales est bon dans les deux cas [27,28].

Avec le formalisme de BOLLMANN [29], il est possible de définir des dislocations de joints de phases telles que celles qui ont été observées par exemple dans les joints α/β du laiton par GLEITER et BARO [30]. Le modèle précédent peut alors s'appliquer sans modifications fondamentales au glissement

(*) SCHÖBER et BALLUFFI [26] ont observé dans les joints de bicristaux d'or des dislocations ayant des vecteurs de BURGERS plus petits que ceux normalement observés dans le réseau et qui peuvent être calculés par la théorie de BOLLMANN.

intrinsèque aux joints de phases. La nature même des matériaux que nous avons utilisés ne nous a pas permis d'effectuer des mesures reproductibles sur les vitesses initiales (présence d'une zone dézincifiée, cf. II.3.1). Cependant, il semble possible d'effectuer ce type de mesure sur d'autres couples tel que Cu-Ge α (cfc) - Cu-Ge ξ (hcp) par exemple.

Glissement accommodé

Généralement, les joints de grains ou de phases contiennent des défauts géométriques plus ou moins importants et le mécanisme précédent ne peut se produire qu'en présence d'une accommodation locale autour des défauts.

Cette accommodation peut se produire :

- élastiquement, dans ce cas la réponse du matériau à une sollicitation est instantanée. Le glissement maximum en présence d'accommodation élastique est faible, de l'ordre de $50 \text{ \AA}$ $\langle \bar{3}1\bar{7} \rangle$.
- par transport de matière par diffusion des régions en compression vers les régions en traction $\langle \bar{3}1\bar{7} \rangle$. Elle correspond à des contraintes faibles pour lesquelles le glissement dans les grains adjacents n'est pas activé.
- par déformation plastique avec mouvement de dislocations pour les contraintes plus élevées lorsque le mécanisme précédent devient insuffisant pour accommoder le glissement. Le comportement est différent suivant que l'on considère la déformation localisée au voisinage de l'aspérité $\langle \bar{3}2\bar{7} \rangle$ ou étendue dans le volume des grains.

Ces deux derniers mécanismes sont en mesure de décrire des états stationnaires de glissement tels que ceux observés dans les bicristaux biphasés de laiton.

II.4.2. Glissement contrôlé par la diffusion autour des défauts géométriques

Les résultats expérimentaux qui ont été obtenus en cisaillement simple sur les bicristaux biphasés de laiton se rapportent à des états stationnaires pour lesquels, à faible contrainte, la vitesse est proportionnelle à la cission appliquée. Un modèle de glissement au joint de grains accommodé par diffusion tel que celui proposé par RAJ et ASHBY $\langle \bar{3}1\bar{7} \rangle$ peut s'appliquer aux joints de phases à condition d'envisager séparément l'accommodation dans chacune des phases. En effet, dans un matériau biphasé, l'une des phases peut être très "dure" et ne permettre qu'une accommodation minimale alors que l'autre beaucoup plus ductile supporte à elle seule la quasi totalité de l'accommodation. On trouvera en annexe IV une adaptation du modèle de RAJ et ASHBY appliquée aux joints de phases. Comme la diffusion dans la phase α du laiton est

beaucoup plus lente que dans la phase β (Fig. II.9), on peut négliger v_α , vitesse de glissement résultant de l'accommodation dans la phase α , devant v_β de sorte que la vitesse de glissement devient :

$$v \sim v^\beta = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v^\beta}{f^\beta} \left[1 + \frac{2\pi}{\lambda} f^\beta \frac{\delta D_b}{D_v^\beta} \right] \quad \text{équation A.IV.20}$$

avec τ_a cisssion appliquée, Ω volume atomique, k constante de BOLTZMANN, T température absolue, λ la période des défauts, h la hauteur des défauts, D_v^β le coefficient de diffusion dans la phase β , f^β le facteur de corrélation en volume dans la phase β , D_b le coefficient de diffusion le long du joint de phases et δ l'"épaisseur" du joint de phases.

Dans l'expression de la vitesse de glissement, tous les éléments sont connus, sauf le coefficient de diffusion au joint de phases pour lequel il n'existe encore aucune donnée dans la littérature. Pour pouvoir estimer l'importance du terme $\delta D_b / D_v^\beta$ dans l'équation (A.IV.20), nous avons reporté cette quantité en fonction de l'inverse de la température relative T_f/T , Fig.II.11 dans le cas du joint de phases Ag-Cu pour lequel des données expérimentales existent [33]. Pour une température relative égale à celle utilisée pour la déformation des bicristaux biphasés de laiton, $\delta D_b / D_v^\beta$ est de l'ordre de $1 \mu m$ dans le joint de phases Ag-Cu. Bien que cette estimation soit très grossière, nous utiliserons cette valeur pour déterminer la quantité

$$M = \frac{2\pi}{\lambda} f^\beta \frac{\delta D_b}{D_v^\beta} \quad \text{(équation A.IV.20)}$$

dans l'expression de la vitesse. Dans ces conditions, M est petit devant l'unité ($M = 8.10^{-2}$ lorsque $\lambda = 40 \mu m$).

La vitesse de glissement devient alors :

$$v = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v^\beta}{f^\beta} \quad \text{(II.1)}$$

La valeur du coefficient de diffusion intervenant dans l'expression ci-dessus dépend du mode de diffusion. En effet, si on admet que la matière transportée servant à accommoder est de composition constante, D_v^β est donnée par l'équation A.IV.16, soit :

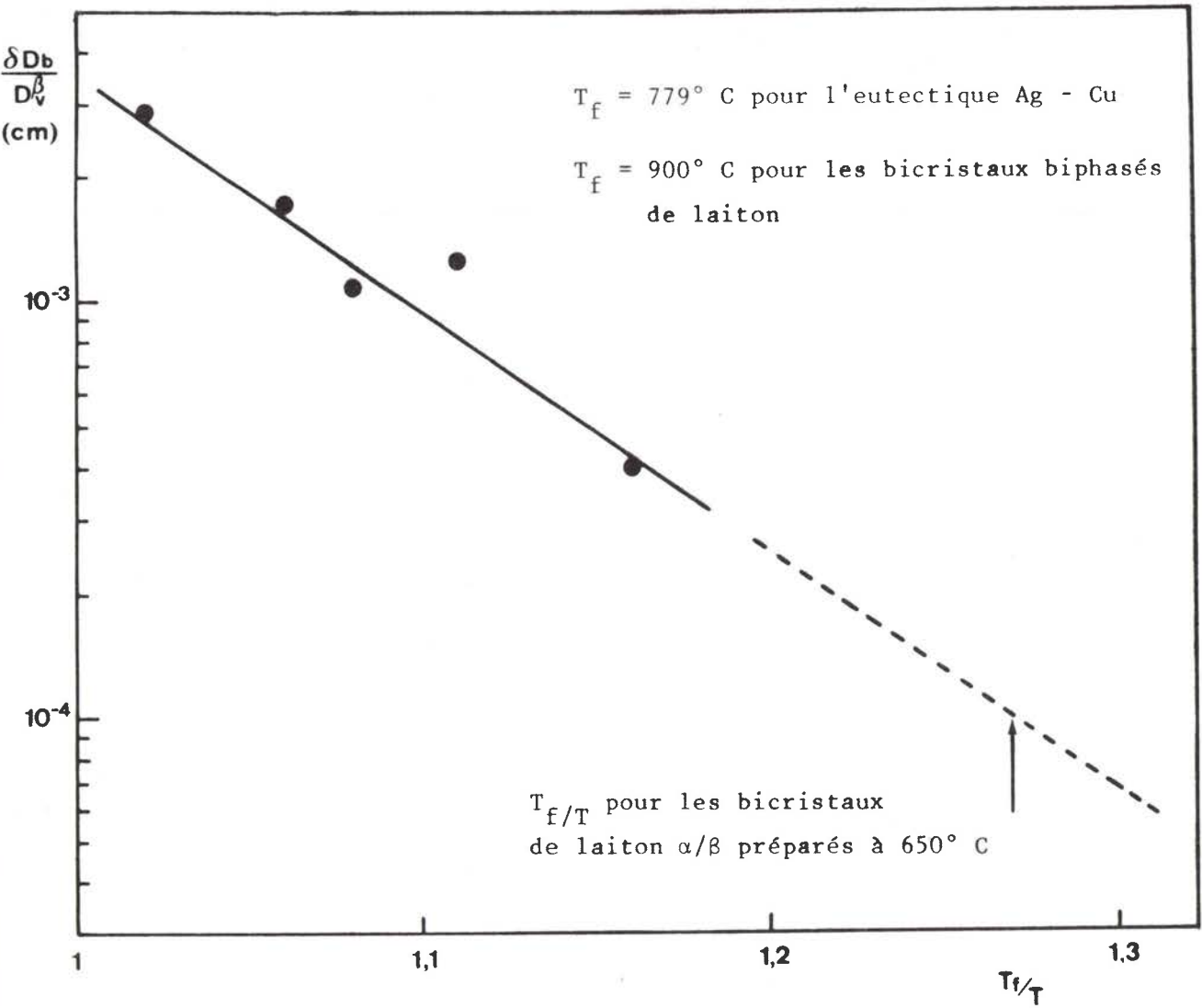


Fig. II.11

Variation relative des coefficients de diffusion en volume et au joint de phases dans un bicristal Ag-Cu d'après PERINET [14]

D_v^β : coefficient de diffusion en volume dans la phase β (solution solide riche en Cu)

D_v^α : coefficient de diffusion en volume dans la phase α (solution solide riche en Ag)

D_b : coefficient de diffusion au joint de phases

δ : épaisseur du joint

$$D_v^\beta = D_{st}^\beta = \frac{D_{A^*}^\beta D_{B^*}^\beta}{n_{A B^*}^\beta + n_{B A^*}^\beta} \quad (\text{si } L_{AB} = 0)$$

Cette expression correspond à un régime stationnaire de diffusion où les deux espèces A et B ayant des mobilités différentes créent des gradients de concentration dont l'effet est de diminuer la mobilité de l'espèce la plus rapide et d'accélérer la plus lente.

Ce coefficient peut s'appliquer indifféremment à un bicristal constitué de deux solutions solides concentrées β ou un bicristal biphasé α - β . Cependant, pour un bicristal biphasé, il est possible d'envisager l'existence d'un mécanisme accommodateur accompagné d'une transformation de phases (annexe IV).

La différence de mobilité des deux espèces engendre deux flux indépendants J_A^β et J_B^β (équation A.III.35) que l'on peut décomposer en un flux transportant de la matière à composition constante $J_A^{\beta 1} + J_B^\beta$ et un flux supplémentaire $J_A^{\beta 2}$ allant de la zone en compression vers la zone en extension. Dans la zone en compression, ce départ supplémentaire d'élément A a pour effet de produire la transformation $\beta \rightarrow \alpha$, de même dans la zone en extension la surconcentration en élément A produit la transformation $\alpha \rightarrow \beta$ de sorte que le défaut géométrique va migrer globalement comme indiqué sur la figure A.IV.4. Le flux $J_A^\beta + J_B^\beta$ est supérieur à celui que l'on obtient en régime de diffusion stationnaire et le coefficient de diffusion a pour expression :

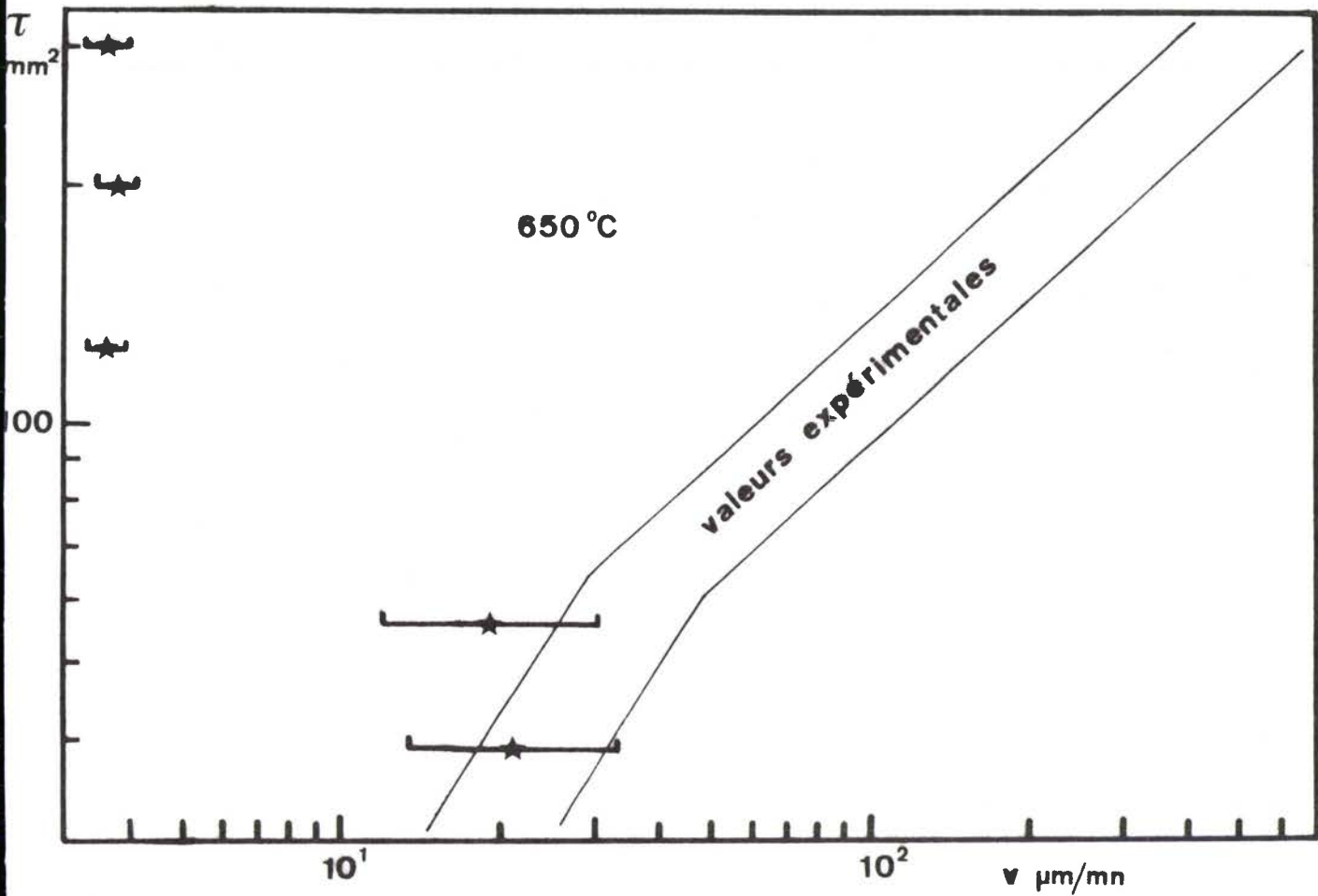
$$D_v^\beta = D_h^\beta = n_{A A^*}^\beta D_{A^*}^\beta + n_{B B^*}^\beta D_{B^*}^\beta \quad (\text{A.IV.20})$$

D_v^β est supérieur d'environ 50 % à D_{st}^β (tableau A.IV.1).

Nous avons utilisé cette valeur D_h^β du coefficient de diffusion pour calculer la vitesse de glissement d'après l'expression (II.1). La figure II.12 montre que l'accord est très satisfaisant pour les faibles contraintes ($\tau_a < 60 \text{ gf/mm}^2$) où l'exposant de la contrainte vaut 1. Pour les contraintes plus élevées ($\tau_a > 60 \text{ gf/mm}^2$), le modèle précédent n'est plus applicable, car d'une part l'exposant de la contrainte augmente ($n \sim 1,5$) et d'autre part les valeurs expérimentales sont 10 à 100 fois supérieures aux valeurs calculées.

Energie d'activation

Pour pouvoir mesurer l'énergie d'activation apparente, il est nécessaire que la morphologie de l'interface ne soit pas modifiée lors d'un saut de



$$v = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v^\beta}{f_v^\beta} \quad \text{avec} \quad D_v^\beta = D_h^\beta = n_A^\beta D_{A^*}^\beta + n_B^\beta D_{B^*}^\beta$$

$$\Omega = 13.10^{-30} \text{ m}^3 ; k = 1,38.10^{-23} \text{ J/}^\circ\text{C} ; T = 923 \text{ K} ; f_v^\beta = 0,727 ;$$

$$D_{A^*}^\beta = 4,3.10^{-12} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} ; D_{B^*}^\beta = 1,7.10^{-12} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} ; n_A^\beta = c_{\beta\alpha} = 0,419 ;$$

$$n_B^\beta = 1 - n_A^\beta = 0,581$$

τ_a gf/mm ²	39	56	126	200	300
v_{cal} μm/mn	21	19	3,5	3,7	3,7

Fig. II.12

Vitesses de glissement calculées à partir du modèle de RAJ et ASHBY adapté aux joints de phases. L'accord avec les valeurs expérimentales est bon uniquement pour les faibles contraintes.

température et nous allons montrer qu'en toute rigueur cette mesure est impossible sur un bicristal biphasé à l'équilibre thermodynamique dont les limites de solubilité des deux phases α et β dépendent de la température. En effet, un bicristal biphasé à l'équilibre thermodynamique à la température T_1 (Fig. II.13. a et b) est constitué à la température $T_2 (> T_1)$ d'une partie biphasée $\alpha - \beta$ (anciennement α) à l'équilibre thermodynamique et d'une phase β sur-saturée. Le joint de phases migre vers la région biphasée en interceptant des précipités β (Fig. II.13.b) dont la présence modifie considérablement la morphologie du joint (*).

En utilisant un échantillon globalement hors d'équilibre, c'est à dire constitué d'une phase α à la composition $C_{\alpha 0} < C_{\alpha \beta}$ et d'une phase β à la composition $C_{\beta 0} > C_{\beta \alpha}$, il est possible de se placer dans des conditions acceptables pour la mesure de l'énergie d'activation. Le gradient de concentration qui règne au voisinage de l'interface permet de limiter la précipitation de la phase β , lorsque la température passe de T_1 à T_2 ($T_1 < T_2$) à une zone peu étendue (quelques μm) (Fig.II.13.c). Comme le joint de phases migre à une vitesse non nulle qui dépend du temps de diffusion ($\sim 500 \text{ \AA} / \text{mn}$ pour un bicristal de laiton à 650°C ayant diffusé pendant 133 heures), il est possible après un temps de maintien en température raisonnable (20 minutes environ) de poursuivre des mesures de glissement avec un joint plan (*).

Nous avons effectué sur des échantillons hors d'équilibre tels que ceux utilisés précédemment une mesure de l'énergie d'activation dans le domaine où le glissement est accommodé par diffusion. La figure II.14 représente le produit $v.kT$ en fonction de l'inverse de la température absolue pour une contrainte constante de 32 gf/mm^2 . L'énergie d'activation pour le glissement vaut 27 kcal/mole , elle est très proche de l'énergie d'activation pour la diffusion du cuivre et du zinc dans la phase β ($Q_{\text{Cu}}^\beta \sim Q_{\text{Zn}}^\beta \sim 26 \text{ Kcal/mole}$ à 650°C d'après la figure A.III.8). Ceci est compatible avec l'hypothèse faite à propos de l'importance relative de la diffusion aux joints de phases par rapport à la diffusion en volume.

(*) Lorsque la température passe de T_2 à T_1 ($T_2 > T_1$), la précipitation a lieu dans la phase β . Comme la composition dans la phase β varie très lentement avec la distance au joint, la zone contenant des précipités α a une étendue plus grande que dans le cas précédent où la température passe de T_1 à T_2 . En conséquence, cette zone perturbée ne peut pas être résorbée assez rapidement par migration de l'interface.

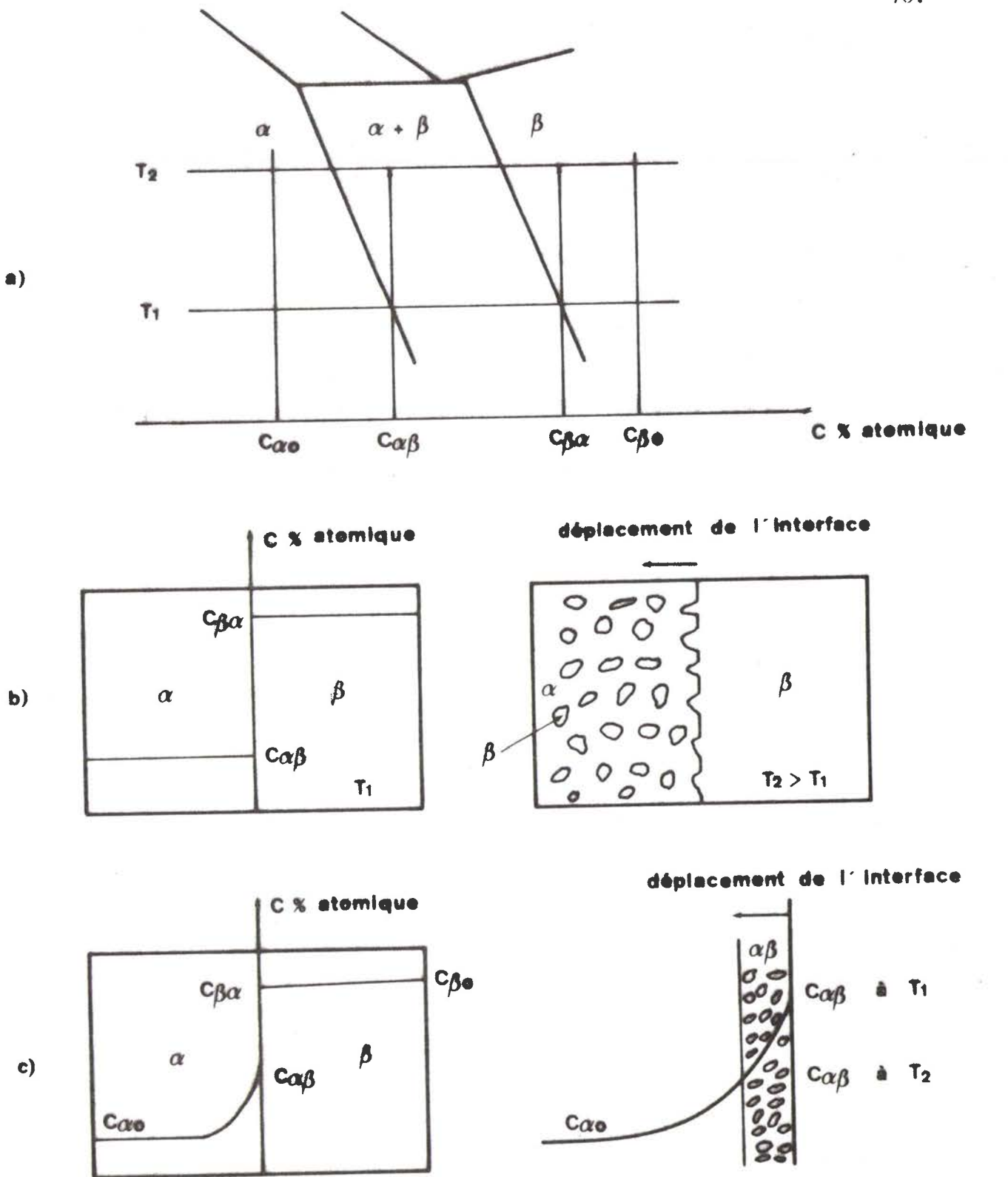


Fig. II.13

Mesure de l'énergie d'activation pour le glissement de bicristaux biphasés

- les limites de solubilités des phases α et β dépendent de la température. Une élévation de température de T_1 à T_2 produit une précipitation de la phase β dans la phase α .
- l'échantillon est à l'équilibre thermodynamique. A la température T_2 , la phase α contient des précipités stables
- l'échantillon est hors d'équilibre ($C_{\alpha 0} < C_{\alpha \beta}$), la précipitation est localisée au voisinage de l'interface et peut être éliminée par déplacement de l'interface

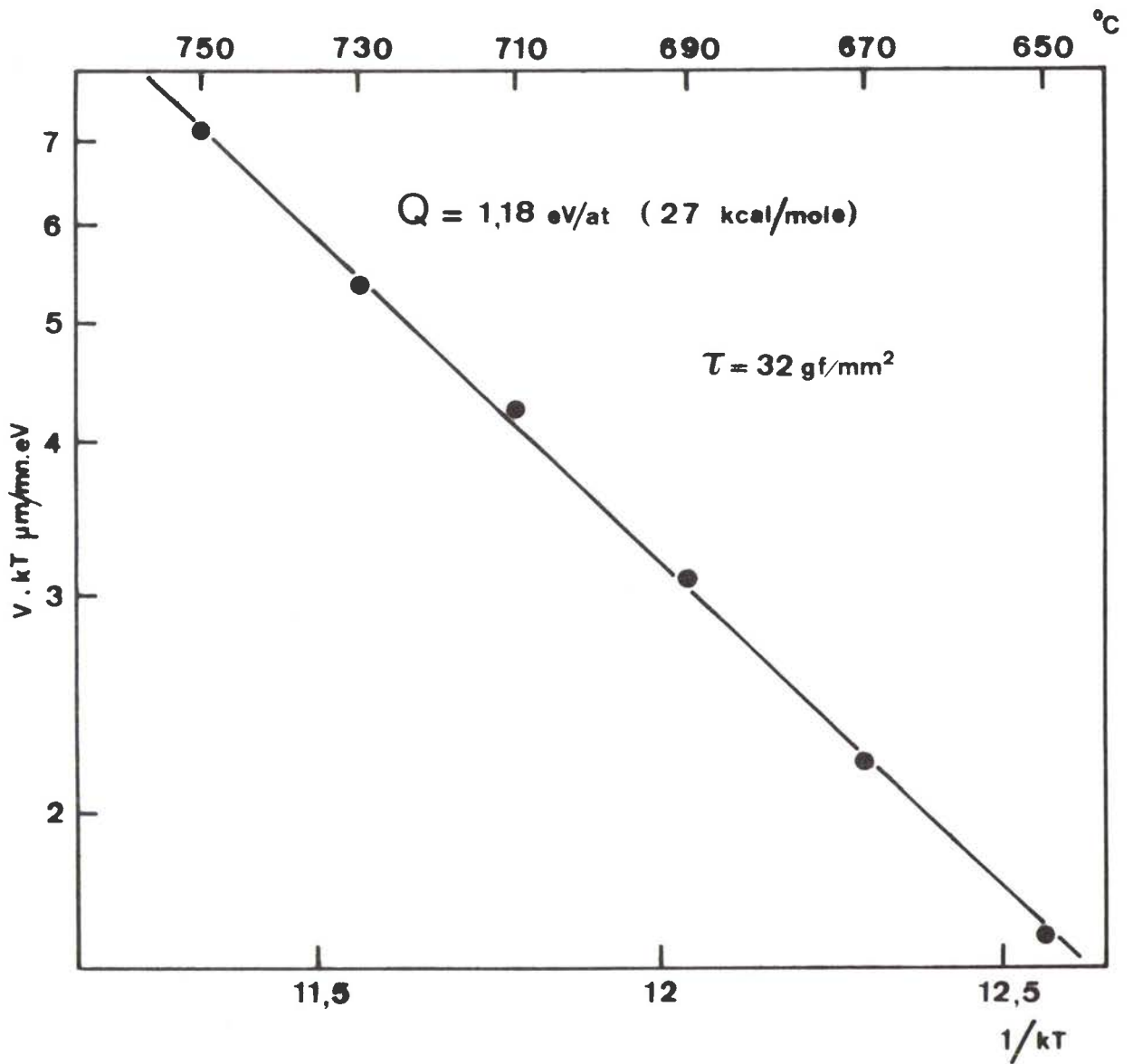


Fig. II.14

Energie d'activation pour le glissement aux joints de phases de bicristaux biphasés de laiton.

II.4.3. Déformation des bicristaux biphasés aux fortes contraintes

II.4.3.1. Loi de comportement du glissement aux joints de phases

Le comportement du bicristal change considérablement lorsque la contrainte appliquée dépasse une valeur limite (60 gf/mm^2 environ pour les bicristaux biphasés de laiton). La déformation plastique de la phase β qui est négligeable pour les faibles contraintes (cf. II.3.3,a) intervient maintenant de deux manières différentes : d'une part en augmentant la vitesse apparente du glissement et d'autre part en interagissant directement avec le joint de phases. Le premier point a été traité en annexe II et il a été montré que cela ne modifie pas de façon fondamentale la loi de comportement expérimentale. Le second point se traduit par une augmentation de la densité de défauts géométriques dans le joint de phases (fig. II.6 c, d et e) et sera abordé au paragraphe suivant.

Le mécanisme accommodateur décrit précédemment (II.4.2.) est trop lent pour rendre compte des vitesses de glissement observées (fig. II.15 courbes a, b et c) et nous montrerons qu'il est nécessaire de faire intervenir un nouveau mécanisme accommodateur, indépendant du précédent et capable d'expliquer à la fois l'augmentation de vitesse (de a à c sur fig. II.15) et la valeur plus élevée de l'exposant de la contrainte ($n \sim 1,5$).

Les résultats expérimentaux (cf. II.3.2.) ont été obtenus en considérant une suite d'états stationnaires correspondants à différentes contraintes à valeurs croissantes. Pour chaque échantillon, la loi de comportement peut s'analyser à l'aide d'une loi puissance :

$$\tau = A v^{m''} \quad \text{ou} \quad v = B \tau^{n''} \quad \text{avec} \quad m'' = 1/n'' \quad (\text{II.2})$$

où v est la vitesse stationnaire de fluage et τ la cisssion moyenne appliquée. L'exposant de la contrainte n'' ou son inverse m'' varie d'un échantillon à l'autre, sa valeur moyenne est de 1,5 environ. Les facteurs de proportionnalité A et B varient également d'un échantillon à l'autre et dépendent notamment de la morphologie du joint. Dans la suite, nous supposons que :

- la morphologie du joint est caractérisée uniquement par la période λ des défauts (il n'est pas tenu compte de la hauteur h de ces défauts, hauteur qui varie peu avec la cisssion, Fig. II.6)
- le coefficient B est proportionnel à la période λ .

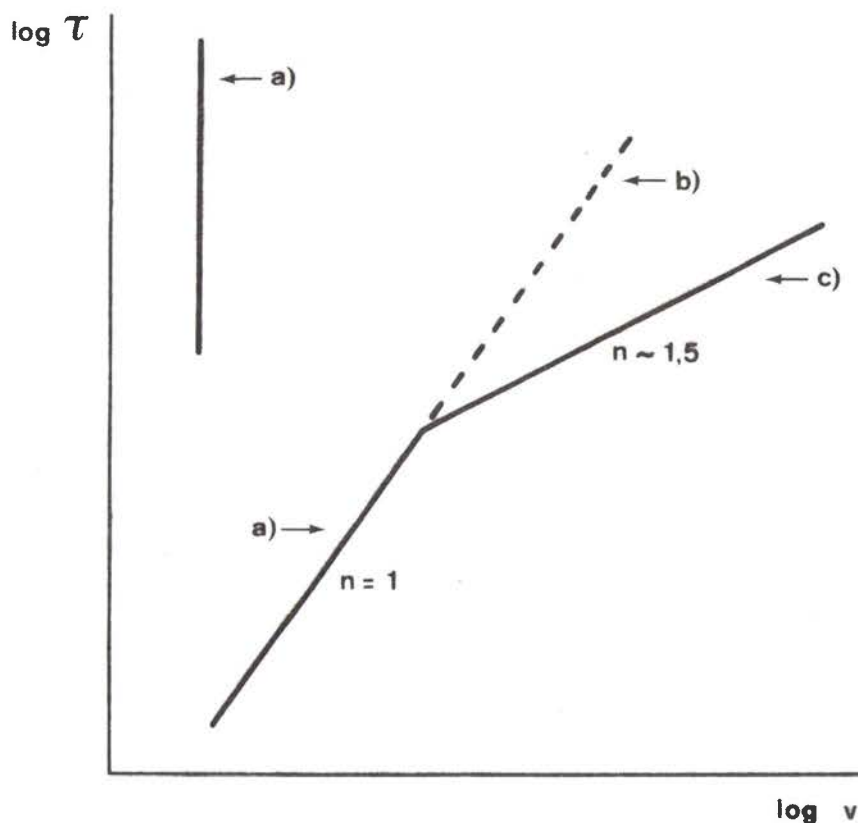


Fig. 11.15

- a) Glissement accommodé par diffusion. La discontinuité dans la courbe a) correspond à l'augmentation de la densité de défauts à l'interface.
- b) Glissement accommodé par diffusion dans le cas où la déformation plastique de la phase β n'interagirait pas avec le joint de phases (λ indépendant de τ).
- c) Vitesse de glissement expérimentale corrigée de la déformation de la phase β . (cf. A.II)

Une justification théorique de ces hypothèses sera proposée ultérieurement. La relation (1) s'écrit alors :

$$v = c \lambda \tau^{n''} \quad (\text{II.3})$$

La période λ des défauts géométriques varie avec la contrainte appliquée (cf. II.3.3. - fig. II.6) et la figure II.16 représente la variation de cette période λ avec la cisssion moyenne appliquée. On peut distinguer principalement deux régions : pour les contraintes inférieures à 80 gf/mm^2 , la période augmente considérablement pour tendre vers la valeur limite correspondant aux défauts résiduels dans l'échantillon non déformé. Pour les contraintes supérieures à 80 gf/mm^2 , la période est reliée à la cisssion par une loi puissance :

$$\lambda \sim \tau^{-n'} \quad \text{avec} \quad n' = 0,54 \quad (\text{II.4})$$

Il faut remarquer que la variation rapide de la période des défauts correspond approximativement au domaine de transition où l'exposant de la contrainte passe de 1 à 1,5 c'est à dire à la région où la déformation plastique de la phase β n'est plus négligeable.

Il apparaît donc que les essais effectués à contraintes croissantes ne sont pas à "morphologie constante". Cependant, les défauts géométriques une fois créés à une contrainte donnée ne se résorbent que très lentement et il est possible d'assimiler un saut de contrainte à valeur décroissante à un essai à "morphologie constante". Dans ce cas, l'exposant de la contrainte mesuré immédiatement après le saut vaut 2,1 (cf. II.3.2.). La loi de comportement devient alors :

$$v = c \lambda \tau^n \quad \text{avec} \quad n = 2,1 \text{ dans laquelle} \quad (\text{II.5})$$

- λ est un terme constant pour des sauts de contraintes à valeurs décroissantes c'est à dire à "morphologie constante",
- $\lambda \sim \tau^{-n'}$ avec $n' = 0,54$ pour des sauts de contraintes à valeurs croissantes c'est à dire à "morphologie variable". Dans ce cas, l'exposant apparent de la contrainte vaut $n - n' = 1,5$ ce qui correspond bien aux valeurs expérimentales.

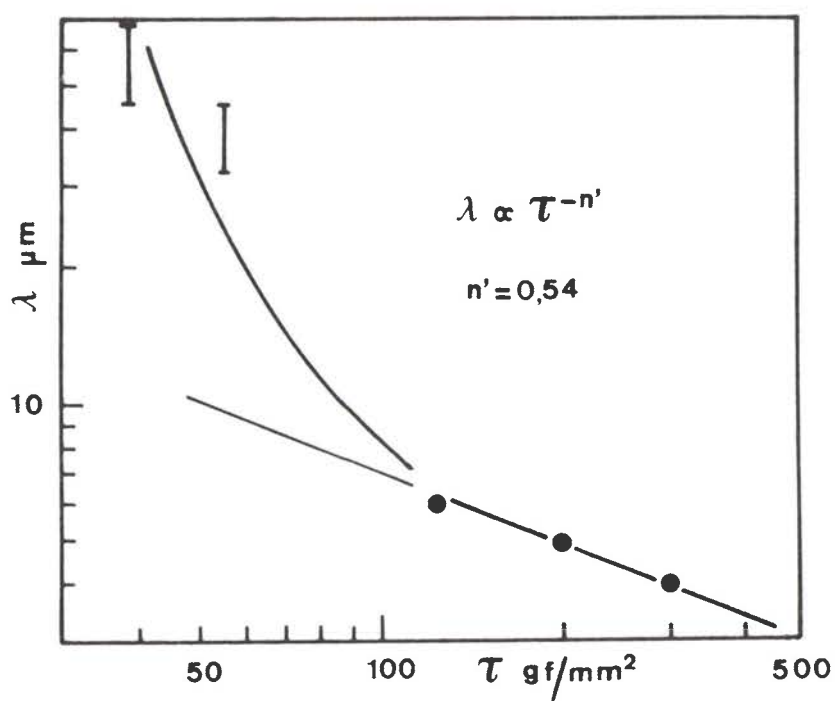


Fig. II.16

Variation de la période des défauts géométriques avec la cisssion appliquée.

Le résultat précédent est compatible avec les très nombreux essais préliminaires qui ont été effectués sur des "biphases" réalisés à partir de phases α et β polycristallines. Ces matériaux contiennent en effet une plus forte densité de défauts géométriques à l'interface que ceux réalisés à partir de phases α et β monocristallines. On peut classer ces défauts en deux catégories :

- des défauts pseudopériodiques (a) sur la figure II.17) analogues à ceux observés dans les bicristaux biphasés et caractérisés par une période λ et une hauteur h ($\lambda \sim 10 \mu\text{m}$, $h \sim 0,5 \mu\text{m}$).
- des défauts associés aux joints de grains dans les phases α et β et aux macles dans la phase α (fig. II.17)

Les essais de fluage réalisés à contraintes croissantes à partir de ces matériaux sont plus reproductibles que ceux réalisés sur les bicristaux biphasés, mais n'ont jamais permis de mettre en évidence le domaine où la vitesse de glissement est proportionnelle à la contrainte (ce domaine, s'il existe est déplacé vers les vitesses très faibles). La figure II.18 montre que pour un ensemble d'échantillons, la dispersion est faible et que la loi de comportement est de la forme :

$$v \sim \tau^2$$

Des sauts de contraintes à valeurs décroissantes conduisent toujours à la même valeur $n = 2$ de l'exposant de la contrainte.

A condition de ne pas dépasser des contraintes pour lesquelles la déformation de la phase β induit des défauts géométriques dont la période est inférieure à $10 \mu\text{m}$, on peut considérer que les essais à contraintes croissantes ou décroissantes se font à "morphologie constante".

Nous considérons donc par la suite, que la loi de comportement du glissement aux joints de phases aux contraintes élevées est de la forme $v \sim \tau^2$ lorsque la morphologie du joint de phases est constante. Cette situation est réalisée soit lorsque le joint contient initialement une forte densité de défauts , soit lorsqu'on effectue un saut de contrainte à valeur décroissante. Lorsque le joint de phases contient peu de défauts, la déformation plastique de la phase ductile (β) interagit avec le joint (en créant des marches de période λ et de hauteur h) et conduit à une loi de comportement apparente

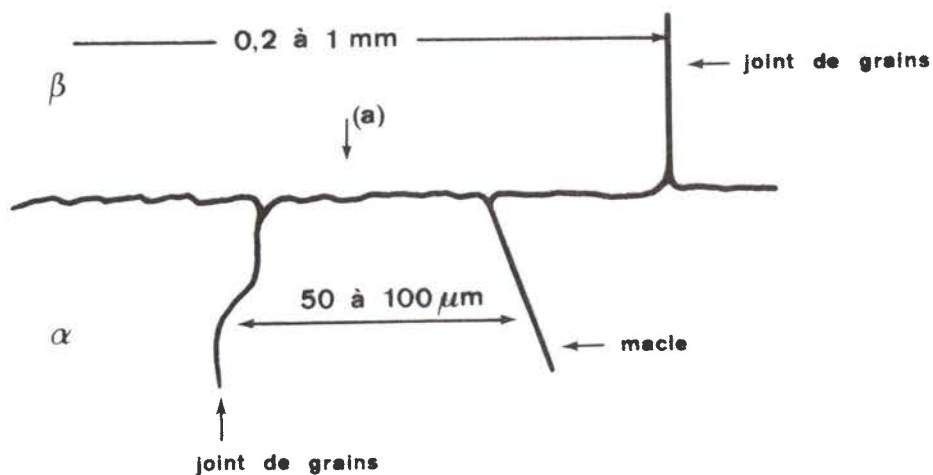


Fig. II.17

Aspect d'un joint de phases pour un couple de diffusion constitué de deux phases α et β polycristallines. En plus des aspérités habituelles (a), les joints de grains et de macles aboutissant à l'interface forment des défauts supplémentaires dont la densité est inversement proportionnelle à la taille des grains.

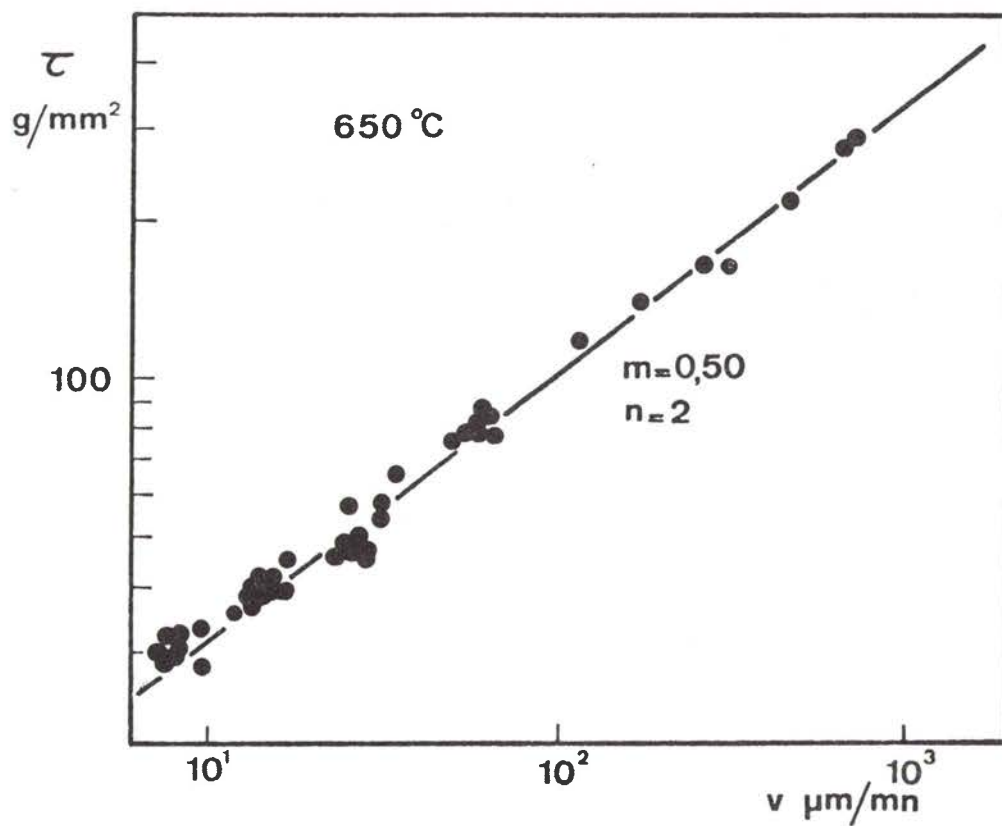


Fig. II.18

Loi de comportement de biphasés obtenus à partir d'une phase α polycristalline. La vitesse de glissement est proportionnelle au carré de la contrainte appliquée

dans laquelle l'exposant de la contrainte a une valeur comprise entre 1 et 2 (1,5 pour les bicristaux biphasés de laiton).

II.4.3.2. Modèles de glissement accommodé par déformation plastique

Au delà d'une contrainte limite (60 gf/mm^2), le transport de matière par diffusion devient insuffisant pour accommoder le glissement le long du joint de phases (fig. II.15.a). Afin d'interpréter les résultats expérimentaux obtenus aux plus fortes contraintes, nous nous proposons d'envisager une accommodation plastique locale du glissement faisant intervenir le déplacement de dislocations. Tous les modèles de déformation plastique faisant appel aux cellules à parois de dislocations sont à écarter, car d'une part les cellules observées dans la phase β ont des tailles très grandes par rapport aux périodes des défauts générés sur l'interface (cf. I.3.3) et d'autre part les exposants théoriques de la contrainte n déduits de ces modèles sont bien supérieurs à ceux observés. En revanche, les modèles proposés pour expliquer le comportement superplastique des matériaux semblent mieux adaptés car ils ont été élaborés d'une part en tenant compte de l'absence de cellules à parois de dislocations dans les grains et d'autre part pour interpréter des coefficients de sensibilité de la vitesse à la contrainte voisins de 2 ($m = 1/n = 0,5$).

Nous envisagerons le cas où l'accommodation du glissement est contrôlée par la montée des dislocations de matrice soit dans le "manteau", région très limitée voisine du joint de phases, soit dans le joint de phases. Nous examinerons ensuite l'hypothèse selon laquelle le glissement aux joints de phases observé macroscopiquement n'a pas réellement lieu au niveau de l'interface, mais résulte d'un cisaillement d'une couche de faible épaisseur de phase β située aux sommets des aspérités contenues dans le joint.

Accommodation dans le manteau (déplacement de dislocations de joints)

Pour expliquer l'accroissement de la vitesse de glissement observé expérimentalement figure II.15.c, nous ferons l'hypothèse que celui-ci est accommodé par déformation plastique par dislocations d'une zone voisine de l'interface : le "manteau". Cette notion de déformation plastique localisée a été introduite par GIFFKINS $[\bar{3}2]$ pour rendre compte de la loi de comportement en σ^2 observée dans le domaine de déformation superplastique des matériaux monophasés polycristallins. Nous rappellerons ce modèle en montrant comment on peut l'adapter au glissement aux joints de phases.

La vitesse de déformation de nombreux matériaux superplastiques biphas est proportionnelle au carré de la contrainte et certains auteurs [34-36], ont cherché à expliquer cette dépendance en considérant que la déformation plastique est contrôlée par la montée des dislocations situées en tête d'empilement de dislocations. BALL et HUTCHISON [37] et MUKHERJEE [38] considèrent que les dislocations traversant les grains forment des empilements aux joints de grains. Malheureusement ces empilements n'ont jamais été observés [39]. GIFKINS [32] a conservé cette idée d'empilement mais en considérant que ce sont les dislocations de joints de grains qui forment des empilements aux joints triples (figure II.19). La concentration de contrainte en tête d'empilement est relaxée par le départ de la dislocation de tête qui se dissocie soit en dislocations de joint dans les deux grains adjacents, soit en dislocations de matrice. Ces dernières vont glisser et monter le long du joint, s'annihiler ou se recombinaient pour former de nouvelles dislocations de joints. Le déplacement de dislocations dans une zone voisine du joint produit une déformation plastique localisée dans le "manteau" qui permet d'expliquer la rotation des grains observée en déformation superplastique. Dans ce modèle, le glissement aux joints de grains résultant du départ des dislocations situées en tête d'empilement est contrôlé par la montée des dislocations dans les grains adjacents.

La figure II.20 représente un joint de phases contenant un défaut géométrique s'opposant au libre déplacement des dislocations de joints de phases. Pour que le glissement puisse se produire, il est nécessaire de transporter de la matière de la région I vers la région II. Nous supposons que ce transport s'effectue par l'intermédiaire de la déformation plastique localisée au voisinage de l'interface dans la phase la plus ductile (β pour le laiton). Si τ_a est la cisssion appliquée parallèlement au joint de phases, la cisssion sur la dislocation située en tête d'empilement a pour expression [40]

$$\tau = \frac{2\ell}{\mu b'} \tau_a^2$$
 où ℓ est la longueur de l'empilement, μ le module de cisaillement, b' le vecteur de Burgers des dislocations de joints de phases et τ_a la cisssion appliquée. La vitesse de montée des dislocations dissociées a pour expression [41] :

$$V_m = \frac{D\tau b^3}{\ell_d kT} \quad \text{avec} \quad \ell_d = \frac{b}{2\pi} \log \frac{R}{b}$$

R est le rayon d'un cylindre entourant la dislocation et sur lequel la concentration en lacunes est égale à la concentration d'équilibre thermique loin de la dislocation. Dans les polycristaux, on adopte généralement pour R la demi taille des grains. en supposant $R \sim \lambda/2$, la vitesse de montée devient :

$$V_m = (D\tau b^2) / (1,5 kT)$$

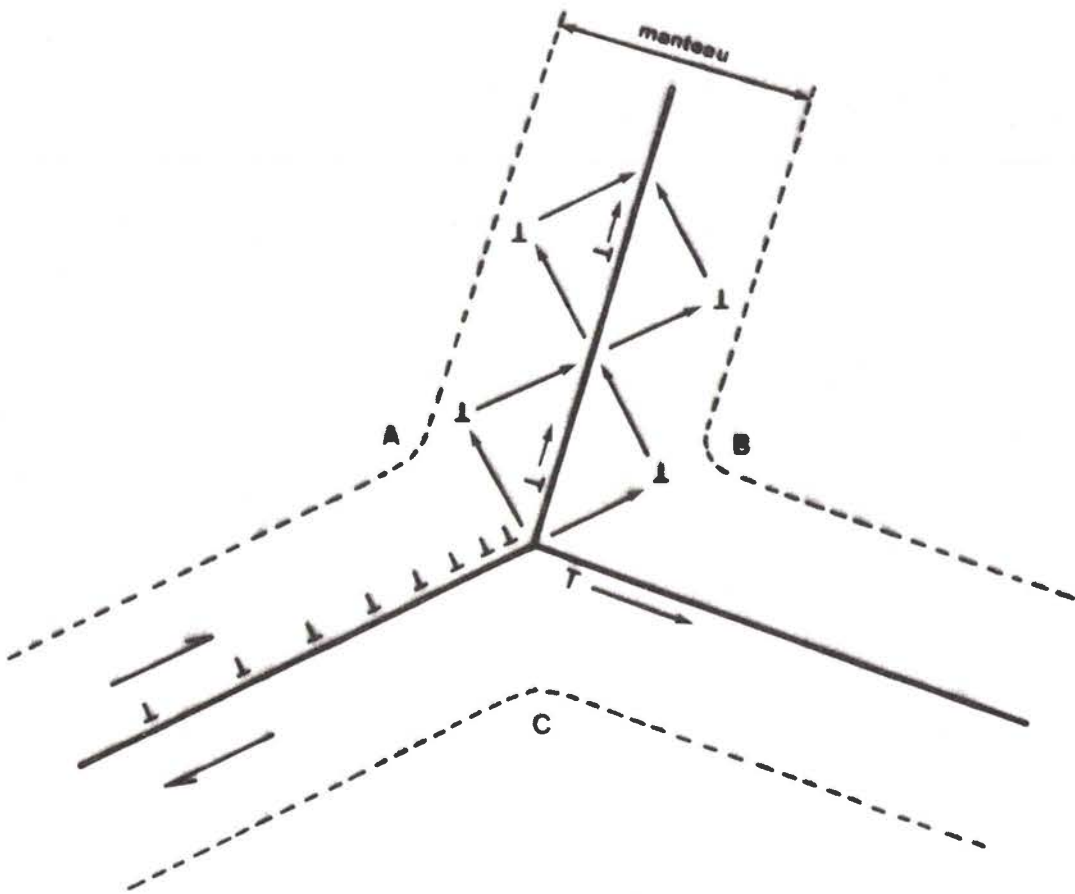


Fig. II.19

Modèle de GIFFKINS $[\bar{3}2]$. La déformation est localisée dans une zone voisine du joint appelée le "manteau".

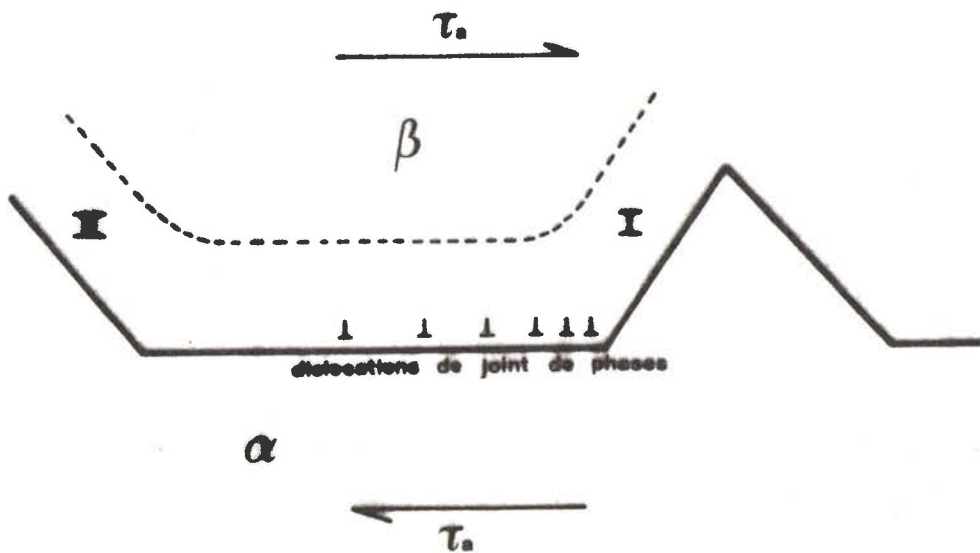


Fig. II.20

Glissement aux joints de phases accommodé par une déformation plastique localisée au voisinage de l'interface.

La dislocation monte d'une distance h' pendant un temps $t = h'/v_m$ et la vitesse de glissement résultante s'écrit $v = b'/t = b'v_m/h'$. Si on admet pour simplifier que $b' \sim b$ et que la longueur de l'empilement vaut $\ell = \lambda/2$, l'expression précédente devient :

$$v = \frac{Db^2}{1,5kT\mu} \frac{\lambda}{h'} \tau_a^2 \quad (\text{II.6})$$

Cette relation met en évidence la proportionnalité de la vitesse de glissement au carré de la cisssion appliquée et à la période des défauts, cependant la hauteur de montée h' n'est pas connue, mais elle peut être calculée à partir des données expérimentales. En effet, en prenant pour D l'expression A III.32 soit $D = (D_{A^*} D_{B^*}) / (n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*})$ et pour v et τ_a les valeurs données sur la figure II.4 soit respectivement $D = 2,3 \cdot 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$, $v = 200 \text{ } \mu\text{m}/\text{mn}$, $\tau_a = 200 \text{ gf}/\text{mm}^2$, $\lambda = 5 \text{ } \mu\text{m}$ et $\mu = 8 \cdot 10^9 \text{ N}/\text{m}^2$ d'après $[\bar{4}2\bar{2}]$, $b = 2,6 \text{ } \text{\AA}$ et $kT = 1,27 \cdot 10^{-20} \text{ J}$ à 650°C , on trouve $h' \sim 60 \text{ } \text{\AA}$. Dans ce modèle, les dislocations de matrice montent dans le manteau, ce qui se traduit dans la vitesse de glissement par la présence du coefficient de diffusion en volume. On peut également supposer que les dislocations dissociées montent dans le joint de phases avant de poursuivre leur glissement dans le manteau. Dans ce cas, la vitesse de montée a pour expression $v_m = D_{gb} \frac{b^3}{kkt}$ $[\bar{3}2\bar{2}]$ et la vitesse de glissement devient :

$$v = \frac{D_{gb} b^3}{kT\mu} \frac{\lambda}{h'^2} \tau_a^2 \quad (\text{II.7})$$

Pour exploiter quantitativement cette expression, nous sommes amenés à estimer la valeur du coefficient de diffusion le long du joint de phases. Comme il n'existe actuellement aucune donnée numérique, nous procèderons comme au paragraphe II.4.2. par analogie avec les mesures de PERINET sur Ag-Cu .pour les mêmes températures relatives T/T_M , $\delta D_b / D_v \sim 10^{-4} \text{ cm}$. En prenant $\delta = 5 \text{ } \text{\AA}$ on trouve $h \sim 700 \text{ } \text{\AA}$.

Ce modèle est essentiellement fondé sur l'idée que le glissement se produit effectivement le long du joint de phases et qu'il induit par l'intermédiaire d'une concentration de contraintes sur un obstacle (défaut géométrique ou joint triple) une déformation plastique dans une région limitée au voisinage du joint. Cette déformation qui accommode le glissement est contrôlée par la montée des dislocations soit en volume dans le manteau, la distance de montée étant extrêmement faible et peu réaliste ($h' \sim 60 \text{ } \text{\AA}$) soit dans le joint de phases et dans ce cas nous ne pouvons avoir qu'une idée très approximative

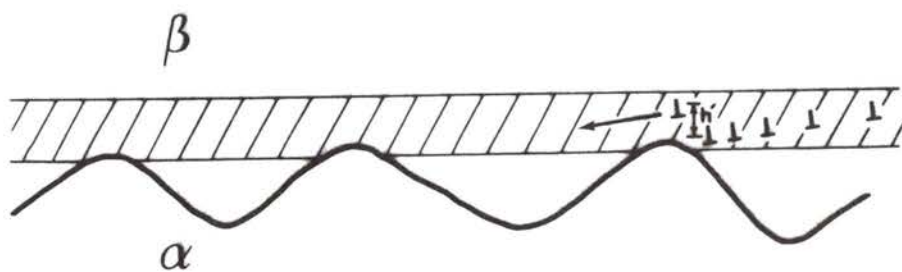


Fig. II.21

Glissement apparent résultant de la déformation plastique d'une couche β située à la partie supérieure des aspérités.

de la distance de montée ($h' \sim 700 \text{ \AA}$). Il faut remarquer que ce modèle n'apporte aucune information sur l'épaisseur du "manteau".

Modèle de glissement résultant d'une déformation locale de la phase β
(déplacement de dislocation de volume)

A l'échelle macroscopique, le glissement que l'on observe expérimentalement semble bien localisé au niveau du joint de phases. Cependant, il n'est pas possible d'affirmer que celui-ci a effectivement lieu au niveau du joint lorsque celui-ci contient des défauts géométriques. Comme la phase α est peu ductile à haute température, il est possible d'envisager que la phase β située entre deux défauts ne se déforme pas et que le glissement macroscopique apparent résulte d'une déformation locale de la phase β située au niveau supérieur des aspérités. Fig. II.21 Ce modèle bien que différent du précédent conduit à la même expression pour la vitesse de glissement.

En effet, on peut rapprocher cette situation de celle décrite par MUKHERJEE [38] où les dislocations émises à partir de crans aux joints de grains traversent les joints et s'empilent sur le joint opposé. Ici, les dislocations émises à proximité de l'extrémité des aspérités traversent la phase β et viennent s'empiler sur l'aspérité voisine. La dislocation en tête d'empilement monte d'une distance h' dans le joint de phases (ou au voisinage du joint de phases) avant de franchir l'obstacle. La vitesse de glissement est établie de la même manière que précédemment, équation (II.6).

La différence fondamentale avec le modèle précédent réside dans le fait que l'empilement a lieu dans la phase β et devrait donc être visible en microscopie électronique. Si on estime le nombre de dislocations contenues dans l'empilement, on trouve un nombre relativement petit.

$$n \sim \frac{2L}{\mu b} \tau_a = 10$$

avec $L \sim \lambda$, $\lambda = 5 \mu\text{m}$, $\tau_a = 200 \text{ gf/mm}^2$, $\mu = 8.10^9 \text{ N/m}^2$, $b = 2,5 \text{ \AA}$.

Les deux modèles proposés reposent sur des hypothèses difficiles à vérifier expérimentalement. Il semble en effet que le seul moyen d'étude efficace capable de fournir quelques renseignements sur les mécanismes intervenant dans le glissement le long d'un joint de phases soit la déformation

in situ dans un microscope électronique à transmission. Les difficultés rencontrées sont alors de deux types, d'une part au niveau de la préparation des échantillons et d'autre part dans le choix d'un matériau stable sous vide à haute température. Cette étude est en cours (J.L. MARTIN, F. MONCHOUX, Laboratoire d'Optique Electronique du C.N.R.S. de TOULOUSE). Elle sera réalisée à partir de bicristaux biphasés de laiton déformés à l'extérieur du microscope et observés à froid et sur des bicristaux biphasés de cuivre-aluminium qui seront déformés in situ à 700°C dans le microscope électronique à haute tension.

II.4.4. Origine des défauts géométriques

Les défauts géométriques situés dans le plan du joint de phases ont été caractérisés en première approximation par leur période λ ($\sim 50 \mu\text{m}$) et leur hauteur h ($\sim 0,6 \mu\text{m}$). Ces aspérités jouent le rôle d'obstacles au glissement et on s'attendrait à les voir diminuer en importance au cours de la déformation, ceci d'autant plus rapidement que la vitesse de glissement est plus grande. L'expérience a montré que d'une part ces aspérités ne dépendent pas de la déformation, mais sont caractéristiques d'un état stationnaire et que d'autre part leur importance augmente avec la vitesse de déformation. Le mécanisme de formation de ces défauts est encore mal connu. Cependant, nous montrerons que ceux-ci peuvent être associés aux dislocations provenant de la déformation de la phase ductile β .

Pour rendre compte de la présence de défauts géométriques au cours d'un processus de déformation stationnaire, nous ferons l'hypothèse qu'ils résultent de la compétition entre un mécanisme de formation et un mécanisme d'annihilation. En effet, la forme ondulée du joint de phases ne correspond pas à un état stable et le matériau doit évoluer vers un minimum de son énergie libre en réduisant son énergie interfaciale. JOB [43] a montré qu'il est théoriquement possible de prévoir la cinétique d'évolution de ces aspérités si on connaît le coefficient de diffusion aux joints de phases et l'énergie interfaciale. Nous n'aborderons pas ce point, car d'une part ces grandeurs ne sont pas connues pour les laitons et d'autre part l'évolution des aspérités est vraisemblablement accompagnée d'une transformation de phases dont on ignore la cinétique. De plus, les échantillons ne sont pas à l'équilibre thermodynamique (bien qu'on puisse envisager un équilibre local) et l'interface qui progresse continuellement joue nécessairement un rôle dans le processus d'annihilation des aspérités.

Pour analyser le mécanisme de formation des aspérités, nous observerons les surfaces libres α et β du joint de phases générées au cours du cisaillement.

II.4.4.1. Aspect bidimensionnel des défauts géométriques

Après un glissement relatif de plusieurs millimètres, les deux parties α et β du bicristal qui ne sont plus en contact mutuel, permettent d'observer la surface du joint de phases après déformation. Cette observation peut se faire soit à partir de la surface libre α , soit à partir de celle de β .

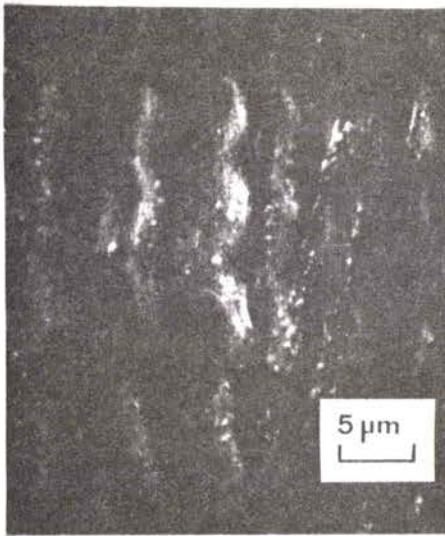
Surface libre de la phase β .

Les aspérités étant réparties uniformément dans le plan de l'interface, on peut considérer que le bicristal biphasé est constitué d'une part de la phase α dont le joint présente une rugosité due aux aspérités et d'une phase β très ductile qui épouse exactement la forme de l'interface et se déplace par glissement sur la phase α . La figure II.22 représente la surface libre après cisaillement. Elle est constituée d'un ensemble de sillons parallèles à la direction de glissement et espacés d'une distance environ égale à la période des aspérités. Ces sillons ont pour origine les aspérités contenues dans le plan de l'interface et plus particulièrement celles situées dans la zone limite AB de la figure II.22. Une observation plus fine fait apparaître des ondulations le long de ces sillons. La formation de ces ondulations est moins claire et pourrait être due à la relaxation des contraintes dans la phase β immédiatement à la sortie de AB.

Surface libre de la phase α .

L'examen de la surface libre α montre qu'après cisaillement celle-ci est recouverte uniformément de phase β dont l'épaisseur est d'environ $1\mu\text{m}$. Une succession de polissages électrolytiques fait apparaître des îlots α dont la taille augmente avec l'importance du polissage. La phase α apparaît seule lorsque l'épaisseur de la couche enlevée dépasse un micron (Fig. II.23). La forme des îlots α peut s'analyser à partir de trois directions qui sont les intersections avec le plan de l'interface de trois plans de glissement actifs $\{110\}$ de la phase β . On notera que le facteur de Schmid pour ces trois plans ne peut pas être déterminé facilement pour une sollicitation en cisaillement simple, seule une analyse par la méthode aux éléments finis permettrait cette détermination.

Ainsi les aspérités de la phase α semblent bien être reliées étroitement à la déformation de la phase ductile β .



650°C

$$\tau = 150 \text{ gf/mm}^2$$

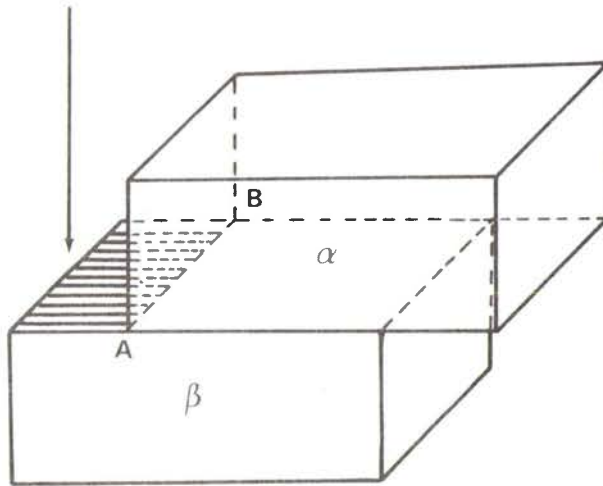
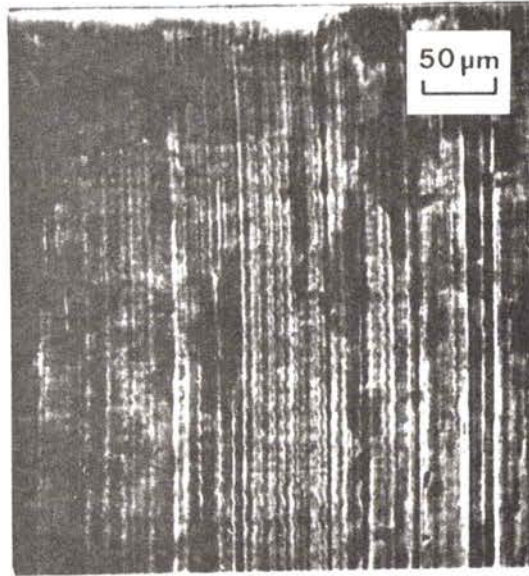
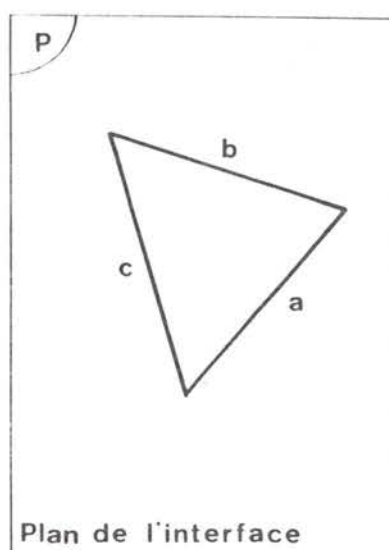
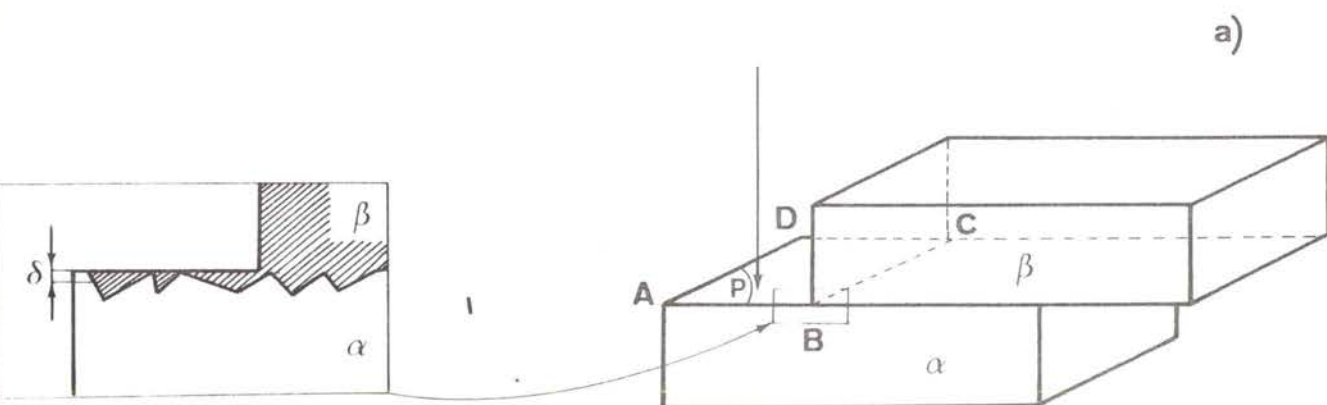


Fig. II.22

Joint de phase après cisaillement - Observation de la surface libre β . (microscopie à balayage)



b)



a)

Fig. II.23

Joint de phases après cisaillement. Vue de dessus. La surface libre ABCD est initialement entièrement recouverte par de la phase β .

a) par polissage électrolytique, une couche d'épaisseur δ est enlevée, laissant apparaître la partie supérieure des défauts géométriques contenus dans le plan du joint de phases.

b) intersection des plans $\{110\}$ de la phase β avec le plan P de l'interface. Les côtés a , b et c correspondent respectivement aux intersections des plans (011) , (101) et $(1\bar{1}0)$ avec le plan P.

La forme des défauts géométriques représentés sur la figure a) peut être analysée à partir des trois directions a , b et c .

II.4.4.2. Mécanisme de formation des aspérités

Lorsqu'une dislocation traverse un joint, elle introduit dans ce joint une marche microscopique et une dislocation dont le vecteur de Burgers est généralement quelconque (Fig II.24 a). En répétant ce processus, il est possible d'envisager la formation de marches macroscopiques dont l'importance augmenterait avec la densité de dislocations mobiles contenue dans la matrice. Cependant, le passage des dislocations au travers du joint sous-entend que la déformation macroscopique résultante se produit de part et d'autre du joint. Dans les bicristaux biphasés de laiton, les défauts géométriques apparaissent lorsque la déformation plastique de la phase β n'est plus négligeable, alors que celle de la phase α , elle, reste très faible. En effet :

$$\left[\dot{\epsilon}^{\beta} / \dot{\epsilon}^{\alpha} \right] \tau = 0,1 \text{ kgf/mm}^2 \sim 10^6 \text{ à } 10^7 \text{ d'après la figure II.9}$$
$$T = 650^{\circ}\text{C}$$

Ce mécanisme n'est pas acceptable et il faut en conséquence, envisager que la formation de ces aspérités, corrélée aux systèmes de glissement de la phase β , se produit sans déformation plastique dans la phase α . Ainsi, les dislocations mobiles de la phase β interagissant avec le joint de phases vont, soit se décomposer en une dislocation de joint de phases et une dislocation de matrice (dans β) fig. II.24.b, soit former des empilements, fig. II.24.c. Le premier cas ne conduit pas à la modification du relief de l'interface alors que le second peut donner lieu à un processus de montée de la dislocation en tête d'empilement. Cette montée sous l'effet du tenseur des contraintes appliquées est contrôlée par la diffusion des lacunes dans la phase β . Nous avons montré en annexe IV que la diffusion au voisinage du joint de phases des deux éléments constituant la solution solide peut se faire à des vitesses différentes si on suppose qu'elle est accompagnée d'une transformation de phases locale. Dans cette hypothèse, le transport de matière nécessaire à la montée des dislocations dans la phase β se ferait par exemple, par départ préférentiel de zinc et entraînerait localement la transformation de la phase β en phase α fig. II.24. d. L'excédent de zinc diffusant vers la phase α produit alors la transformation inverse $\alpha \rightarrow \beta$.

Ce mécanisme de formation des aspérités repose sur deux hypothèses. La première est que la déformation de la phase la plus ductile est à l'origine des défauts qui apparaissent dans le joint en régime stationnaire. Cette

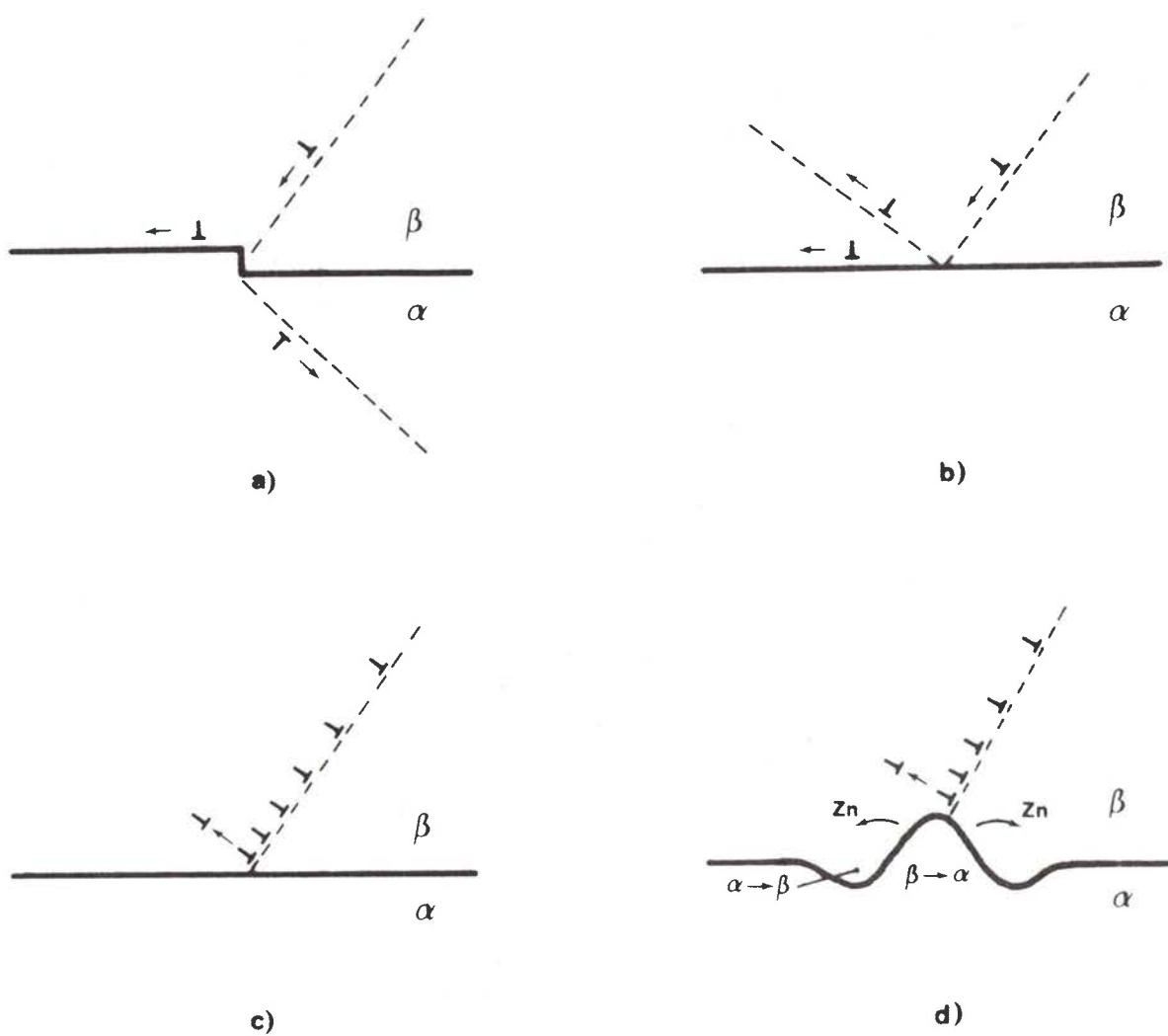


Fig. II.24

Interaction des dislocations avec le joint de phases.

- a) la dislocation traverse le joint en laissant une marche et une dislocation de joint.
- b) la phase α est indéformable. La dislocation issue de la phase ductile se décompose en une dislocation de matrice et une dislocation de joint.
- c) montée de la dislocation située en tête d'empilement.
- d) montée d'une dislocation avec transformation de phase.

hypothèse a pu être partiellement vérifiée en interprétant la forme bidimensionnelle des aspérités. La seconde fait intervenir un mécanisme de diffusion avec transformation de phase, cette dernière n'a pu être vérifiée expérimentalement.

Des expériences supplémentaires devront être effectuées en vue de confirmer le rôle des dislocations mobiles de la phase ductile β interagissant avec le joint de phases. La méthode des figures d'attaque notamment pourra préciser la configuration des dislocations de matrice au voisinage de l'interface. La microscopie in-situ à haute tension pourra, elle, en plus apporter des précisions sur la formation des aspérités au niveau du joint de phases (sur des bicristaux biphasés de Cu-Al).

II.4. CONCLUSION

Les bicristaux biphasés de laiton qui ont été déformés par cisaillement simple à haute température ont permis de montrer que :

- La dézincification en surface perturbe le début de la déformation et rend impossible l'exploitation des résultats concernant les vitesses initiales. Cependant, il n'est pas exclu de pouvoir réaliser ce type d'expériences à partir d'autres couples tels que Cu-Ge par exemple.
 - Il existe un régime stationnaire très étendu (plusieurs millimètres de déplacement relatif).
 - La vitesse de glissement relatif des deux phases est très élevée (0,1 mm/mn pour 100 gf/mm²).
 - Le comportement en cisaillement des bicristaux biphasés qui peut s'exprimer à partir d'une loi puissance $v = B \tau^n$ comprend trois domaines:
 - a) pour les faibles contraintes $\tau < 60 \text{ gf/mm}^2$, la vitesse est proportionnelle à la cisssion appliquée, $n = 1$.
 - b) pour les fortes contraintes $60 \text{ gf/mm}^2 < \tau < 200 \text{ gf/mm}^2$, l'exposant de la contrainte est compris entre 1 et 2 ($n = 1,5$ généralement).
 - c) pour les contraintes supérieures à 200 gf/mm², l'exposant n est de l'ordre de 3.
 - Pour les contraintes faibles, le glissement se fait sans déformation appréciable de la phase β .
- Pour les contraintes plus élevées, la déformation de la phase β ne peut plus

être négligée. La sous-structure qui se développe dans la phase β au niveau du joint de phases est caractérisée par des sous grains de grande dimension (200 à 800 μm).

Dans tout le domaine de contrainte étudié, la déformation de la phase α est négligeable.

- Lorsque la contrainte dépasse une valeur limite (60 gf/mm^2), la densité de défauts géométriques contenus dans le plan du joint de phases augmente considérablement. Des essais à structure "constante" ou "variable" ont permis de montrer que dans ce domaine, la loi de glissement intrinsèque est $v \sim \tau^2$. La valeur apparente de l'exposant de la contrainte compris entre 1 et 2 qui est déterminée en sauts de contrainte à valeurs croissantes résulte de la variation avec la contrainte de la densité de défauts à l'interface.

Des modèles ont été proposés pour rendre compte de ces différents faits expérimentaux, malheureusement, ils ont été établis sans le support d'observations microstructurales par suite des difficultés rencontrées dans l'amincissement des bicristaux biphasés. Néanmoins, ils permettent de rendre compte des lois de comportement et de l'évolution de la structure des interfaces au cours des essais de cisaillement simple.

Pour interpréter la loi de comportement aux contraintes faibles, nous avons adapté aux bicristaux biphasés le modèle de glissement aux joints de grains contrôlé par la diffusion proposé par RAJ et ASHBY. L'accord est satisfaisant dans tout le domaine où la densité de défauts à l'interface est constante.

Pour analyser la loi de comportement aux fortes contraintes, nous avons fait appel à des modèles de déformation superplastique. L'exposant 2 de la contrainte apparaît toujours comme conséquence d'un empilement de dislocations, soit dans le joint de phases, soit dans la phase ductile à l'intérieur d'une zone voisine de l'interface. Quelle que soit l'hypothèse, la vitesse est proportionnelle à la période des défauts et au carré de la contrainte, ce qui correspond aux résultats expérimentaux.

L'origine des défauts géométriques qui se développent au cours de la déformation est encore mal connue. Ils sont associés à la déformation plastique de la phase ductile β . La montée des dislocations avec transformation de phases locale pourrait expliquer la formation de ces défauts.

BIBLIOGRAPHIE

1. M. BISCONDI et C. GOUX, Mém. Sci. Rev. Mét., 65 (1968) 167.
2. R.L. BELL, N.B.W. THOMPSON et P.A. TURNER, J. Mat. Sci., 3 (1968) 524.
3. B. MICHAUT, Thèse Grenoble, (1972).
4. C.A.P. HORTON et C.J. BEEVERS, Acta Met., 16 (1968) 733.
5. P. LAGARDE et M. BISCONDI, C.R.A.S., 277 Série C (1973) 85.
6. K.E. PUTTICK, B. TUCK, Acta Met., 13 (1965) 1043.
7. M. BISCONDI, Thèse, Paris (1971).
8. P. LAGARDE et M. BISCONDI, Can. Met. Quat., 13 (1974) 245.
9. I. ITOH et T. HIKAGE, Trans. JIM, 17 (1976) 165.
10. R.H. HEIDERSBACH et E.D. VERINK, Corrosion - Nace, 28 (1972) 397.
11. J. WEERTMAN, Trans ASM., 61 (1968) 681.
12. J.E. BIRD, A.K. MUKHERJEE et J.E. DORN, Int. Conf. on quantitative relation between properties and microstructure, (1969) Haïfa - Israël.
13. B. BURTON et G.W. GREENWOOD, Acta Met., 18 (1970) 1237.
14. P. GRIFFITHS et C. HAMMOND, Acta Met., 20 (1972) 935.
15. C. OYTANA, A. MERMET et P. DRUOT, Mat. Sci. Eng., 14 (1974) 89.
16. N. BROWN et D.R. LENTON, Acta Met., 17 (1969) 669.
17. P. DELOBELLE et C. OYTANA, Mem. Sc. Rev. Met., (1976) 293.
18. B.A. CHIN, G.M. POUND et W.D. NIX, Met. Trans., 8A (1977) 1517.



19. B.A. CHIN, W.D. NIX et M. POUND, Met. Trans., 8A (1977) 1523.
20. R.N. STEVENS, Met. Revs., 11 (1966) 129.
21. J.L. WALTER et H.E. CLINE, Trans. Met. Soc., AIME 242 (1968) 1823.
22. R.S. GATES, Acta Met., 21 (1973) 855.
23. R.S. GATES, Scripta Met., 8 (1974) 55.
24. W. BOLLMANN, Phil. Mag., 16 (1967) Pt I 363, Pt II 383.
25. W. BOLLMANN, Crystal Defect and Crystalline Interfaces, Springer Verlag, Berlin, (1970).
26. T. SCHOBERR et R.W. BALLUFFI, Phil. Mag., 21 (1970) 109.
27. M. BISCONDI et C. GROUX, Mem. Sci. Rev. Met., 65 (1968) 167.
28. D. Mc LEAN, Grain Boundaries in Metals, Clarendon Press, (1957) 293.
29. W. BOLLMANN, Phys. Stat. Sol. (a) 21 (1974) 543.
30. G. BÄRO et H. GLEITER, Acta Met., 21 (1973) 1405.
31. R. RAJ et M.F. ASHBY, Met. Trans., 2 (1971) 1113.
32. R.C. GIFKINS, Met. Trans., 7A (1976) 1225.
33. F. PERINET, Rapport CEA - R - 4657 (1975).
34. H.W. HAYDEN, R.C. GIBSON, H.F. MERRICK et J.H. BROPHY, Trans. Quart. A.S.M., 60 (1967) 3.
35. T.G. LANGDON, Phil. Mag., 22 (1970) 689.
36. J.H. GITTUS, Trans. ASME, 6 (1977) 244.
37. A. BALL et M.M. HUTCHISON, Metal Sci. J., 3 (1969) 3.

38. A.K. MUKHERJEE, Mat. Sci. Eng., 8 (1971) 83.
39. R.B. NICHOLSON, Electron Microscopy and Structure of Materials, G. THOMAS et al. eds., University of California Press, Los Angeles, Calif.
40. J. FRIEDEL, Dislocations, Pergamon Press, Oxford, (1964) 262.
41. J.P. POIRIER, Plasticité des solides à haute température des solides cristallins, Eyrolles, (1976).
42. G.M. Mc MANUS, Phys. Rev., 129 (1963) 2004.
43. B. JOB, Thèse Faculté des Sciences, Orsay, (1973).

CONCLUSION GENERALE

La diffusion en phase solide est une méthode qui permet de réaliser des bicristaux biphasés contenant une très faible densité de défauts géométriques dans le plan de l'interface. Elle a été appliquée aux laitons et aux cuproaluminium α - β et peut s'étendre à un grand nombre d'alliages.

Dans ce travail, nous avons abordé l'étude du glissement aux joints de phases en régime stationnaire et de ce fait nous nous sommes attachés essentiellement à l'étude des mécanismes accommodateurs qui contrôlent le glissement lorsque l'interface n'est pas parfaitement plane. Nous n'avons pas étudié l'influence de l'orientation cristallographique mutuelle, du plan de l'interface et de la direction de cisaillement dans ce plan sur la vitesse stationnaire de fluage. Ces trois paramètres ont certainement un effet plus marqué sur les vitesses initiales.

L'accommodation par diffusion aux faibles contraintes devient rapidement insuffisante lorsque ces contraintes dépassent une valeur limite. En effet, l'augmentation de la densité de défauts à l'interface, qui a été attribuée à l'interaction de la déformation plastique de la phase β avec l'interface, diminue considérablement les possibilités d'accommodation par diffusion. Pour rendre compte de l'augmentation de la vitesse de glissement aux contraintes plus élevées, nous avons supposé que l'accommodation se fait alors dans une région voisine du joint de phases. La notion de glissement en tant que déplacement relatif de deux parties rigides le long de leur surface commune perd toute signification et la mesure de ce déplacement résulte de la déformation par cisaillement d'une couche limite (analogue au frottement de couche limite). Par extension, il est vraisemblable que ce glissement ou frottement de couche limite opère également pour des contraintes plus élevées en superplasticité ou en déformation à chaud. Les modèles qui ont été proposés pour rendre compte des lois de comportement devront être étayés par des observations en microscopie électronique. Seule une observation in situ devrait permettre de comprendre la formation des aspérités et plus généralement, l'interaction à chaud de la déformation plastique d'une phase ductile avec une phase dure.

Nous avons montré que le glissement aux joints de phases est un mécanisme de déformation extrêmement rapide. Si on considère que la déformation

superplastique fait intervenir principalement deux mécanismes, une déformation intragranulaire et un glissement aux joints, il apparaît que le glissement aux joints de phases ne peut pas contrôler cette déformation superplastique.

Dans le domaine des contraintes correspondant à la déformation à chaud et superplastique, les aspérités contenues dans le plan du joint de phases peuvent être à l'origine d'un endommagement qui se développerait au voisinage de ces défauts dans les zones en dépression interne. Pour diminuer le relief situé à l'interface, il est possible alors de placer le polycristal hors d'équilibre thermodynamique en augmentant la température par exemple. Dans ces conditions, les aspérités constituées par de la phase α à la composition limite vont se transformer en phase β et contribuer ainsi à une migration du joint de phases dont l'effet sera de niveler ce joint et de diminuer ainsi les possibilités d'endommagement. Ces mécanismes sont difficiles à expliquer théoriquement, car la précipitation ou la transformation de phases au niveau des aspérités font intervenir des phénomènes de diffusion dans des régions où règne un champ de contraintes non uniforme.

D'autres travaux peuvent être entrepris sur les bicristaux biphasés réalisés à partir de la méthode que nous avons proposée et notamment des études de diffusion aux joints de phases pour lesquelles il existe très peu de données. Pour cela, il est nécessaire que l'échantillon soit à l'équilibre thermodynamique, ce que nous avons pu réaliser dans certains cas.

Indépendamment de ce travail, certains auteurs ont déjà utilisé cette méthode pour étudier la compatibilité de la déformation plastique à froid, la propagation de fissures et les phénomènes de fatigue aux interfaces α/β des laitons.

Généralement, les problèmes qui peuvent être étudiés à propos des joints de phases sont ceux que l'on rencontre pour les joints de grains avec des difficultés supplémentaires provenant d'une part du "désordre atomique" plus important qui règne dans ces joints et d'autre part de la difficulté rencontrée pour l'observation en microscopie électronique.

ANNEXE I

Classification
Physics Abstracts
61.50

RECHERCHE DES ORIENTATIONS MUTUELLES OPTIMALES ENTRE UNE PHASE cfc ET UNE PHASE cc CAS DU SYSTÈME CUIVRE-CHROME

A. PERIO, J. J. BACMANN

Département de Métallurgie, Section d'Etudes de Métallurgie,
Centre d'Etudes Nucléaires de Grenoble, 85 X 38041 Grenoble Cedex, France

et

M. SUERY, A. EBERHARDT

Laboratoire de Physique et de Technologie des Matériaux, (*)
Faculté des Sciences, Ile du Saulcy, 57000 Metz, France

(Reçu le 28 janvier 1977, accepté le 25 mai 1977)

Résumé. — La méthode du réseau 0 a été utilisée pour rechercher les orientations mutuelles préférentielles possibles entre les phases du système cuivre-chrome. Les orientations mutuelles favorables déduites des calculs présentent un accord satisfaisant avec les observations expérimentales.

Abstract. — The 0-lattice method has been used in order to predict possible mutual orientations between an f. c. c. phase (Cu) and a b. c. c. phase (Cr). The result of these calculations is in good enough agreement with previous experimental observations.

1. Introduction. — Dans un matériau polyphasé à l'équilibre, les orientations mutuelles des phases ayant une interface commune obéissent en général à des relations bien déterminées qui correspondent à des densités de sites de coïncidences élevées. A partir d'une méthode géométrique, en prenant la cryptoperthite pour exemple, Bollmann et Nissen [1] ont montré qu'il était possible de prévoir l'orientation mutuelle optimale entre deux phases dont les mailles primitives sont presque identiques.

Nous nous sommes proposés d'illustrer la méthode de Bollmann par la recherche des relations d'orientation mutuelle entre une phase cubique à faces centrées et une phase cubique centrée. Notre choix s'est porté sur le système cuivre-chrome pour lequel il existe un nombre suffisant d'observations expérimentales de précipités de chrome dans un alliage Cu-Cr à 0,33 % en poids de chrome [2] et d'eutectiques orientés Cu-Cr [3]. Par ailleurs dans l'exemple très semblable, laiton α -laiton β , les structures interfaciales observées [4] ont pu être interprétées par Bollmann [5]. Toutes ces observations ont permis de mettre en évidence des orientations mutuelles proches des relations dites de Kurdjumov-Sachs (K-S), Nishiyama-Wassermann (N-W), Nishi-

yama-Wassermann inverse (N-W-I) décrites dans le tableau I.

TABLEAU I

Relation d'orientation mutuelle	Correspondance entre les directions cristallographiques
Bain	$[001]_{cc} // [001]_{cfc}$ $[100]_{cc} // [110]_{cfc}$ $[010]_{cc} // [\bar{1}10]_{cfc}$
Nishiyama-Wassermann	$[001]_{cc} // [0\bar{1}1]_{cfc}$ $[\bar{1}10]_{cc} // [\bar{1}11]_{cfc}$ $[110]_{cc} // [211]_{cfc}$
Nishiyama-Wassermann inverse	$[0\bar{1}1]_{cc} // [001]_{cfc}$ $[\bar{1}11]_{cc} // [\bar{1}10]_{cfc}$ $[211]_{cc} // [110]_{cfc}$
Kurdjumov-Sachs	$[011]_{cc} // [111]_{cfc}$ $[\bar{1}1\bar{1}]_{cc} // [101]_{cfc}$ $[2\bar{1}1]_{cc} // [\bar{1}2\bar{1}]_{cfc}$

Avant d'aborder le problème de la recherche des orientations mutuelles optimales, nous rappellerons brièvement la méthode préconisée par Bollmann [1, 6].

2. Recherche des relations d'orientation dans le système cuivre-chrome. — 2.1 RAPPEL DE LA

(*) Laboratoire associé au C.N.R.S., n° 155.

MÉTHODE. — Considérons deux réseaux 1 et 2, supposés interpénétrés ayant une origine commune et en orientation mutuelle donnée. Le modèle géométrique des structures interfaciales, proposé par Bollmann [6], est basé sur la recherche des points de coïncidence (ou points 0) entre les deux réseaux. Ces points de coïncidence qui représentent les zones de bon accord entre les réseaux 1 et 2 forment un réseau dit réseau 0. Entre les points de coïncidence, existent des zones de mauvais accord qui peuvent être figurées par des parois de cellules (dites cellules 0), entourant les sites du réseau 0 et construites de manière analogue à des cellules de Wigner-Seitz. Si dans le bi-réseau constitué des réseaux 1 et 2 supposés interpénétrés on matérialise l'interface, celle-ci doit passer par le maximum de zones de bon accord (donc de points 0) et les intersections de l'interface avec les parois des cellules 0 définissent les dislocations interfaciales qui condensent les écarts à la coïncidence entre les réseaux 1 et 2.

2.1.1 Représentation analytique du réseau 0. — Avec la notation matricielle utilisée par Bollmann, les sites du réseau 0 sont définis par l'équation suivante :

$$[I - M^{-1}]x^0 = b^1. \quad (1)$$

Dans un repère donné, x^0 et b^1 sont des matrices colonnes dont les éléments sont respectivement les composantes d'un vecteur du réseau 0 et d'un vecteur du réseau 1. I est la matrice unité et M la matrice de rang 3, représentative du tenseur reliant le réseau 2 au réseau 1 selon l'équation

$$x^2 = Mx^1. \quad (2)$$

Pour que le réseau 0 défini ci-dessus ait un sens, il faut que les mailles primitives des réseaux 1 et 2, construites à partir de l'origine et qui se correspondent dans la transformation représentée par l'éq. (2), soient en relation de proches voisines.

Lorsque la matrice $T = I - M^{-1}$ a un déterminant $|T| \neq 0$, son inverse T^{-1} existe et représente, dans le référentiel choisi, le tenseur qui relie le réseau 0 au réseau 1 :

$$x^0 = T^{-1}b^1.$$

Le réseau 0 est alors tridimensionnel et est constitué de points 0.

Lorsque la matrice T est de rang 2, le réseau 0 n'est plus un réseau de points mais est constitué de lignes parallèles (lignes 0) dont la direction est donnée par le produit vectoriel des vecteurs ligne de T .

Enfin, lorsque T est de rang 1, le réseau 0 est constitué de plans parallèles (plans 0) dont la normale est colinéaire aux vecteurs ligne de T .

2.1.2 Optimisation de l'accolement entre deux réseaux. — La qualité de l'accolement entre deux réseaux est d'autant meilleure que l'énergie interfaciale qui lui correspond est plus faible. Le problème est donc de rechercher la relation d'orientation entre les deux réseaux caractérisée par l'énergie interfaciale

minimale. Toutefois, afin de simplifier les calculs et de conserver à la méthode un caractère purement géométrique, Bollmann [1] remplace l'énergie par un paramètre P qui, pour une famille de dislocations parallèles, d'espacement d et de vecteur de Burgers b (vecteur b^1 de la relation (1)) est donné par :

$$P = \frac{b^2}{d^2}. \quad (4)$$

Si l'interface comporte un réseau de dislocations formé de deux familles de dislocations parallèles indépendantes :

$$P_{ij} = \left[\frac{b_i}{d_i}\right]^2 + \left[\frac{b_j}{d_j}\right]^2. \quad (5)$$

Cette fonction P_{ij} est définie, positive et reste continue même lorsqu'une des familles de dislocations disparaît, c'est-à-dire lorsque l'un des d_i devient infini.

Considérons le cas où la matrice T est de rang 3. La maille primitive du réseau 0 obtenue à partir d'une maille primitive du réseau 1 selon la relation (3) est construite sur trois vecteurs de base

$$X_1^0, X_2^0, X_3^0.$$

Afin de simplifier le problème, nous supposons que :

— les interfaces possibles sont les plans de base du réseau 0

$$(X_1^0, X_2^0; X_2^0, X_3^0; X_3^0, X_1^0);$$

— les parois des cellules 0 sont parallèles à ces plans de base. Dans chacun de ces plans de base, les dislocations sont parallèles aux vecteurs de base (cf. Fig. 1)

Compte tenu de ces hypothèses, à un réseau 0, donné à une relation d'orientation mutuelle, sont associés trois paramètres P_{12}, P_{23}, P_{31} . P_{12} est donné par

$$P_{12} = \left[\frac{b_1}{d_1}\right]^2 + \left[\frac{b_2}{d_2}\right]^2 \quad (6)$$

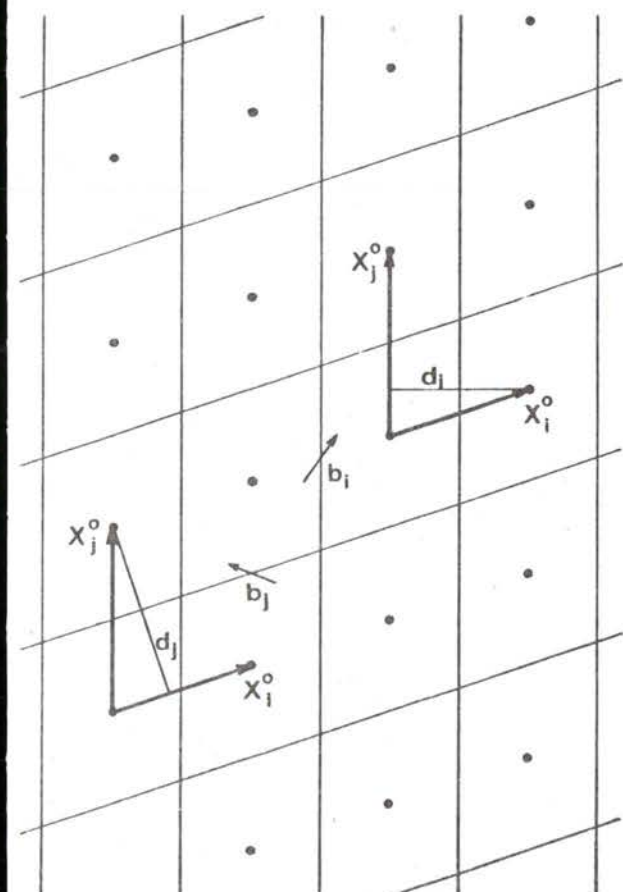
ou bien

$$P_{12} = \frac{b_1^2}{|X_1^0|^2 \sin^2(X_1^0, X_2^0)} + \frac{b_2^2}{|X_2^0|^2 \sin^2(X_1^0, X_2^0)} \quad (7)$$

Parmi différentes orientations mutuelles, l'accolement optimal sera celui pour lequel l'un des paramètres P_{12}, P_{23}, P_{31} est minimal. Dans la pratique, recherche l'orientation mutuelle optimale consiste, à partir d'une relation donnée, à déterminer la rotation qu'il faut effectuer sur le réseau 2 pour minimiser l'un des trois paramètres précités.

2.2 APPLICATION AU SYSTÈME CUIVRE-CHROME. — Dans un repère orthonormé, tout tenseur d'ordre peut être représenté par le produit d'une matrice symétrique S et d'une matrice orthogonale R [7].

$$M = R.S. \quad (8)$$



$$P_{ij} = \left[\frac{b_i}{d_i} \right]^2 + \left[\frac{b_j}{d_j} \right]^2$$

 FIG. 1. — Définition du paramètre géométrique P_{ij} .

 [Definition of the geometrical parameter P_{ij} .]

Si l'on impose aux valeurs propres de la matrice S d'être toutes positives, cette décomposition est unique. Si M représente une relation entre mailles proches voisines, son déterminant est positif ; par conséquent celui de la matrice R l'est également. S est représentative d'une déformation pure et R d'une rotation. Bonnet et Durand [8] ont montré que cette décomposition se mettait de simplifier la discussion de la qualité de l'accrolement entre deux réseaux.

2.2.1 Déformation pure faisant correspondre une maille primitive du chrome à une maille primitive du cuivre, proches voisines — Les paramètres cristallins du cuivre et du chrome sont respectivement $a = 3,6074 \text{ \AA}$ et $a' = 2,8788 \text{ \AA}$. L'orientation mutuelle pour laquelle deux mailles primitives proches voisines se déduisent l'une de l'autre dans une déformation pure est évidente. Elle correspond à la relation de Bain (tableau I) :

$$\begin{aligned} [001]_{\text{Cu}} &\parallel [001]_{\text{Cr}} \\ [110]_{\text{Cu}} &\parallel [100]_{\text{Cr}} \end{aligned}$$

Dans un repère orthonormé dont les axes sont paral-

lèles aux directions $[100]$, $[010]$, $[001]$ du cuivre pris pour réseau 1, la matrice S s'écrit :

$$S = \begin{vmatrix} 1 + \varepsilon_1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 + \varepsilon_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 + \varepsilon_3 \end{vmatrix} \quad (9)$$

avec :

$$\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \frac{a' \sqrt{2}}{a} - 1 = 0,1286 ;$$

$$\varepsilon_3 = \frac{a'}{a} - 1 = -0,2020 .$$

Dans la relation :

$$x^{\text{Cr}} = S x^{\text{Cu}} \quad (10)$$

la matrice S fait correspondre, par exemple, la maille primitive du cuivre construite sur les vecteurs :

$$x_1^{\text{Cu}} = a \begin{vmatrix} 1 \\ 2 \\ 0 \end{vmatrix} \quad x_2^{\text{Cu}} = a \begin{vmatrix} -1 \\ 2 \\ 0 \end{vmatrix} \quad x_3^{\text{Cu}} = a \begin{vmatrix} 0 \\ 1 \\ 2 \end{vmatrix} \quad (11)$$

à la maille primitive du chrome construite sur les vecteurs :

$$\begin{aligned} x_1^{\text{Cr}} &= a' \begin{vmatrix} \frac{\sqrt{2}}{2} \\ \frac{\sqrt{2}}{2} \\ 0 \end{vmatrix} & x_2^{\text{Cr}} &= a' \begin{vmatrix} -\frac{\sqrt{2}}{2} \\ \frac{\sqrt{2}}{2} \\ 0 \end{vmatrix} \\ x_3^{\text{Cr}} &= a' \begin{vmatrix} 0 \\ \frac{\sqrt{2}}{2} \\ 1 \\ 2 \end{vmatrix} \end{aligned} \quad (12)$$

2.2.2 Orientations mutuelles optimales dans le système cuivre-chrome. — A partir de calculs sur ordinateur, nous avons recherché les rotations satisfaisant à l'équation :

$$(I - S^{-1} R^{-1}) x^0 = b^{\text{Cu}} \quad (13)$$

pour lesquelles un paramètre P_{ij} présente un minimum. Les éléments des matrices R sont des fonctions des cosinus directeurs α , β , γ ($\alpha^2 + \beta^2 + \gamma^2 = 1$) des axes de rotation et des angles de rotation θ . La détermination des fonctions $P_{ij} = f(\alpha, \beta, \gamma, \theta)$ a été effectuée dans des intervalles de variation de ces paramètres limités à l'aide des remarques suivantes.

a) Pour que le réseau 0 défini par la relation (13) ait un sens, les mailles primitives cuivre et chrome doivent rester en relation de proches voisins après que la rotation ait été effectuée sur le réseau du chrome. Par conséquent, la matrice R doit représenter une rotation de petit angle [8] dont nous avons fixé la valeur supérieure à 15° .

b) La symétrie de la figure formée par les deux réseaux en relation de déformation pure (éq. (10)) est celle de l'holoédrie quadratique. Il suffit donc de rechercher les rotations d'angle positif dont l'axe est orienté à l'intérieur du trièdre $[100]_{Cu}$, $[010]_{Cu}$, $[001]_{Cu}$.

c) Par suite des hypothèses simplificatrices posées au paragraphe 2.1.2, pour chaque rotation, nous avons été conduits à calculer non pas trois mais quinze paramètres P_{ij} . En effet, nous considérons que les interfaces possibles sont déterminées par deux vecteurs de base du réseau. Ces vecteurs sont les transformés des vecteurs de base du réseau de cuivre selon la relation (13). Ces vecteurs b^{Cu} représentent les vecteurs de Burgers des dislocations interfaciales, décrits dans le réseau du cuivre et que l'on admet être du type $\frac{1}{2} [110]_{Cu}$, au nombre de 12. Si l'on considère deux de ces vecteurs et leurs opposés, toute combinaison de ces quatre vecteurs, pris deux à deux, conduit à la même valeur du paramètre P_{ij} . Il suffit donc de considérer, par exemple, les six vecteurs :

$$b_1 = \frac{1}{2} [110]_{Cu}; \quad b_2 = \frac{1}{2} [101]_{Cu}; \quad b_3 = \frac{1}{2} [011]_{Cu};$$

$$b_4 = \frac{1}{2} [\bar{1}\bar{1}0]_{Cu}; \quad b_5 = \frac{1}{2} [\bar{1}01]_{Cu}; \quad b_6 = \frac{1}{2} [0\bar{1}\bar{1}]_{Cu}.$$

Pour une rotation donnée, il existe par conséquent $C_2^6 = \frac{6!}{2!4!} = 15$ paramètres P_{ij} à prendre en compte.

d) Enfin, les vecteurs b^{Cu} considérés ayant tous même module, la relation (7) peut être remplacée par :

$$P_{ij} = \frac{1}{|X_i^0|^2 \sin^2(X_i^0, X_j^0)} + \frac{1}{|X_j^0|^2 \sin^2(X_i^0, X_j^0)} \quad (14)$$

A titre d'exemple, la figure 2 montre la variation du paramètre P_{34} en fonction de l'angle θ et des cosinus directeurs de l'axe de la rotation ($\alpha = 0$; $\beta = \sqrt{1 - \alpha^2 - \gamma^2}$; $0,05 < \gamma < 0,15$; $8,5^\circ < \theta < 10^\circ$).

L'ensemble des résultats du calcul est présenté dans le tableau II où figurent : les rotations conduisant à des accolements optimaux, la valeur minimale du paramètre P_{ij} associé, les directions cristallographiques qui se correspondent dans la rotation considérée, l'angle entre ces directions et le type de relation d'orientation. Cinq paramètres P_{35} , P_{15} , P_{36} , P_{34} et P_{16} présentent une valeur minimale. Pour compléter le tableau II, il faut ajouter que le paramètre P_{14} est minimum ($P_{14} = 0,1995 \times 10^{-2}$) pour toute rotation d'angle $\theta = 9,4^\circ$ autour d'un axe situé dans le plan (001) du réseau du cuivre.

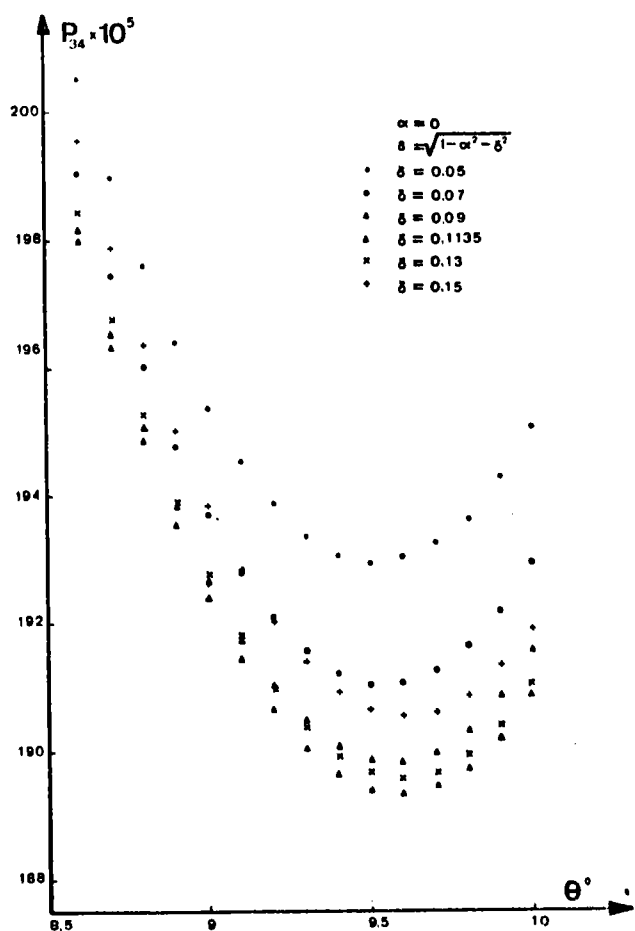


FIG. 2. — Evolution du paramètre P_{34} en fonction de l'angle θ et de l'axe de rotation.

[Variation of the parameter P_{34} with the rotation angle and the rotation axis.]

Les orientations mutuelles associées aux paramètres P_{35} et P_{15} d'une part, P_{36} et P_{34} d'autre part, sont respectivement très voisines des relations d'orientation du type N-W et N-W-I. Par contre, aucun paramètre ne présente de minimum pour une relation d'orientation du type K-S. Pour ce qui concerne l'orientation mutuelle associée au paramètre P_{16} , le tableau II fait apparaître un certain nombre de directions cristallographiques assez voisines. Si l'on groupe par paires des couples de ces directions, on constate que cette dernière orientation mutuelle est un compromis entre les relations de Bain, K-S, N-W, N-W-I (par exemple $[\bar{1}11]_{Cr} \approx [\bar{1}01]_{Cu}$ et $[0\bar{1}\bar{1}]_{Cr} \approx [1\bar{1}\bar{1}]_{Cu}$ est voisine d'une relation de K-S). Les calculs fondés sur le modèle de Bollmann permettent donc de rendre compte de observations expérimentales de façon satisfaisante. En effet, Hall, Aaronson et Kinsma [2] observent avec une précision de $0,5^\circ$ des relations variant entre les deux orientations extrêmes de N-W et de K-S. De même, Clarke et Stobbs [3] trouvent deux catégories d'orientations, l'une correspondant à une orientation de N-W-I et l'autre à une orientation dite de K-S modifiée ($[\bar{1}11]_{Cr} \approx [\bar{1}01]_{Cu}$, $[1\bar{1}\bar{1}]_{Cr} \approx [201]_{Cu}$). Il faut remarquer que cette dernière orientation ainsi que les pré-

TABLEAU II

Rotation	Paramètre P_{ij} minimum	Directions correspondantes		Angle entre directions correspondantes	Type de relation
		Cr	Cu		
$= \sqrt{2}/2$	$P_{35} = 0,398 \times 10^{-2}$	[100]	[110]	0°	N-W
$= \sqrt{2}/2$		[011]	[111]	0,3°	
$= 0$		[011]	[112]	0,3°	
$= 9,42^\circ$	$P_{15} = 0,15479 \times 10^{-2}$	[100]	[110]	0,9°	N-W
$= 0,765847$		[011]	[111]	0,4°	
$= 0,64158$		[011]	[112]	0,9°	
$= 0,04305$		[100]	[110]	0,9°	
$= 9,46^\circ$	$P_{36} = 0,19949 \times 10^{-2}$	[110]	[010]	0°	N-W-I
$= 0$		[111]	[101]	0,3°	
$= 1$		[112]	[101]	0,3°	
$= 0$	$P_{34} = 0,18931 \times 10^{-2}$	[110]	[010]	1,1°	N-W-I
$= 0,993538$		[111]	[101]	0,8°	
$= 0,1135$		[112]	[101]	0,7°	
$= 9,59^\circ$	$P_{16} = 0,15472 \times 10^{-2}$	[111]	[201]	1,7°	
$= 0,427519$		[111]	[101]	3,2°	
$= 0,90265$		[011]	[112]	2,3°	
$= 0,0495$		[011]	[111]	2,5°	
$= 9,46^\circ$		[100]	[110]	3,2°	
		[110]	[010]	4,1°	

lentes peuvent être obtenues si on tolère de faibles écarts à l'orientation mutuelle correspondant au minimum du paramètre P_{16} .

L'étude théorique a été réalisée en prenant pour rapport des paramètres a/a' une valeur égale à 1,253. Une variation de ce rapport modifie légèrement les relations d'orientation mutuelle et il semble possible d'expliquer l'écart entre les relations d'orientation déduites du calcul et celles correspondant à l'alignement de directions cristallographiques par de telles variations.

Par ailleurs, à la précision avec laquelle les calculs ont été conduits, pour chacune des rotations du tableau II, le minimum du paramètre P_{ij} est observé lorsque le déterminant de la matrice $T = (I - S^{-1}R^{-1})$ change de signe. Chaque orientation mutuelle optimale du système cuivre-chrome correspond par conséquent à un accolement avec lignes 0 (dét. $T = 0$). Ceci est illustré par la figure 3 qui représente, dans une échelle logarithmique la variation de la valeur absolue du déterminant de la matrice T , en fonction de l'angle de rotation autour de l'axe $\alpha = 0$, $\beta = 0,9935$; $\delta = 0,1135$. La courbe présente une discontinuité à un angle compris entre $9,59^\circ$ et $9,60^\circ$, le paramètre P_{16} étant alors minimum.

La possibilité de trouver des accolements avec lignes 0 dans le système cuivre-chrome ne doit pas surprendre.

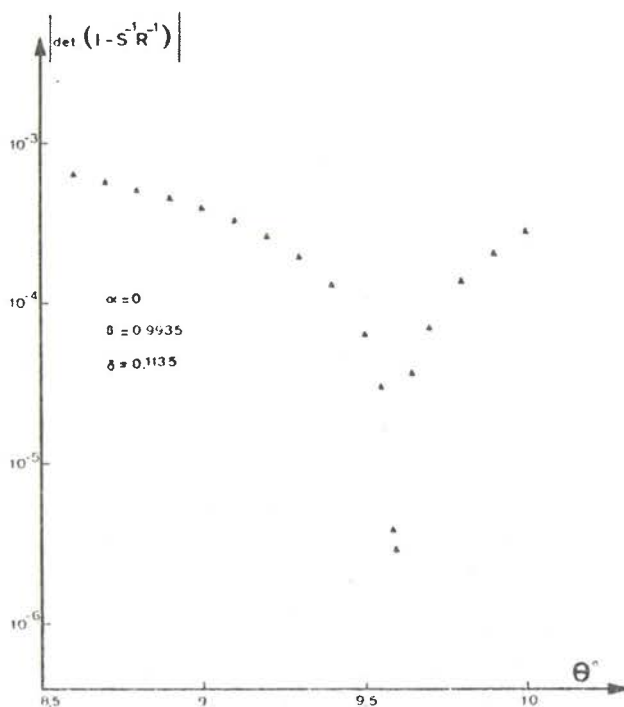


FIG. 3. -- Variation de la valeur du déterminant de la matrice $T = I - S^{-1}R^{-1}$ au voisinage du minimum de P_{34} .

[Variation of the value of the determinant of the matrix $T = I - S^{-1}R^{-1}$ near the minimum of P_{34} .]

Bonnet et Durand [8] ont en effet montré que lorsque les $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$ de la déformation pure (9) ne sont pas tous de même signe, il existe des rotations pour lesquelles la matrice $T = I - S^{-1} R^{-1}$ est de rang 2. Si l'on représente ces rotations par des vecteurs de composantes $p = \alpha\theta, q = \beta\theta, r = \gamma\theta$ (θ petit), l'extrémité de ces vecteurs décrit une partie d'un hyperboloïde de révolution autour de $[001]_{Cu}$ et défini par l'équation : déterminant de $T = 0$; soit :

$$\varepsilon_1^2 \varepsilon_3 + \varepsilon_1 \left[1 + \frac{\varepsilon_1 + \varepsilon_3}{2} \right] \times [p^2 + q^2] + \varepsilon_3 [1 + \varepsilon_1] r^2 = 0 \quad (15)$$

Les directions des lignes 0 (L_0) et des normales (B) aux plans contenant les vecteurs b , satisfaisant à l'éq. (13), sont données respectivement par les produits vectoriels de vecteurs ligne de la matrice T pour les lignes 0 et par les produits vectoriels des vecteurs colonne de la matrice T pour les vecteurs B . Soit au troisième ordre près :

$$\left. \begin{aligned} L_0 & \left\{ \begin{aligned} & \frac{-\varepsilon_1 q + pr \left(1 + \frac{\varepsilon_1}{2} \right)}{(1 + \varepsilon_1)^2} \\ & \frac{\varepsilon_1 p + qr \left(1 + \frac{\varepsilon_1}{2} \right)}{(1 + \varepsilon_1)^2} \\ & \frac{\varepsilon_1^2 + (p^2 + q^2) \frac{\varepsilon_1}{2} + r^2(1 + \varepsilon_1)}{(1 + \varepsilon_1)^2} \end{aligned} \right. \\ B & \left\{ \begin{aligned} & \frac{\varepsilon_1 q + pr \left(1 + \frac{\varepsilon_1}{2} \right)}{(1 + \varepsilon_1)(1 + \varepsilon_3)} \\ & - \frac{\varepsilon_1 p + qr \left(1 + \frac{\varepsilon_1}{2} \right)}{(1 + \varepsilon_1)(1 + \varepsilon_3)} \\ & \frac{\varepsilon_1^2 + (p^2 + q^2) \frac{\varepsilon_1}{2} + r^2(1 + \varepsilon_1)}{(1 + \varepsilon_1)^2} \end{aligned} \right. \quad (16) \end{aligned}$$

Lorsque l'extrémité du vecteur rotation décrit la surface de l'hyperboloïde, le calcul montre que, θ restant petit, les vecteurs L_0 et B sont en première approximation portés par deux cônes de révolution d'axe $[001]_{Cu}$ (le réseau du cuivre étant pris pour référence). La figure 4 représente la projection stéréographique des directions des vecteurs L_0 et B . Nous y avons également précisé les directions des vecteurs L_0 et B associés à chacune des orientations mutuelles optimales du tableau II. Ces directions permettent pour un plan de joint et une orientation mutuelle donnés de déterminer théoriquement le réseau de dislocations interfaciales

L_0 $\left\{ \begin{array}{l} \square \text{ N-W} \\ \triangle \text{ N-W-I} \\ \circ \text{ relation intermédiaire} \end{array} \right.$

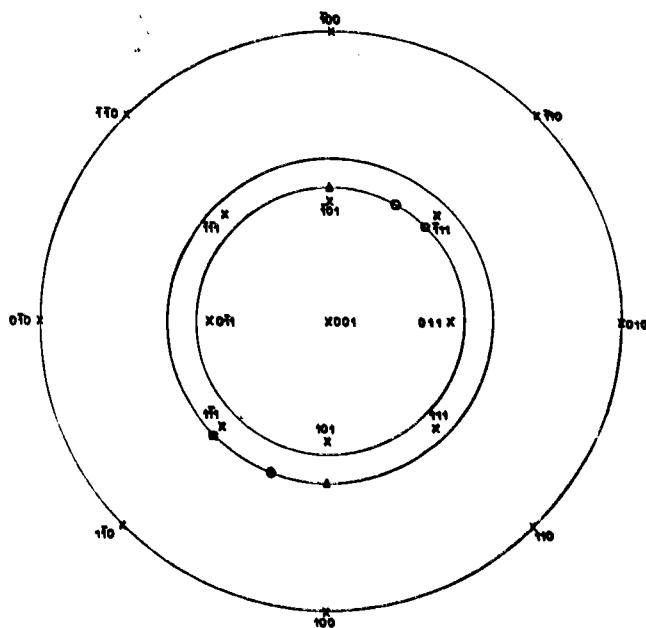


FIG. 4. — Directions des lignes 0 et des sous-espaces B associées aux orientations mutuelles du tableau II.

[Directions of the 0-lines and of the normals of the B-subspaces associated with the mutual orientations in table II.]

qui rend compte de l'accolement entre les deux cristaux [6]. Elles peuvent alors servir de base à l'interprétation des observations expérimentales.

3. Conclusion. — Ce travail montre que dans le cas du système cuivre-chrome, comme précédemment pour la cryptoperthite, le modèle de Bollmann permet de prévoir les orientations mutuelles les plus probables. Conformément aux observations expérimentales, les relations optimales d'orientation mutuelle du système cuivre-chrome sont voisines de celles de N-W, N-W-I et d'une relation de compromis entre les précédentes et celle de K-S. Ce résultat obtenu à partir des seules valeurs des paramètres cristallins du cuivre et du chrome souligne l'importance du rôle joué par les facteurs géométriques dans les problèmes d'accolement entre ces deux phases.

Un autre point particulier mérite d'être souligné. Les calculs confirment une notion intuitive à savoir : si la transformation qui lie deux réseaux est une relation entre sites proches voisins à l'intérieur d'une même cellule 0, l'accolement optimal correspond à une dégénérescence du réseau 0, lorsque celle-ci est possible.

Remerciements. — Les auteurs remercient les Dr W. Bollmann, B. Baudalet, R. Bonnet et G. Saintfort pour de fructueuses discussions et l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, financé par le C. E. A. et le C. N. R. S. dans le cadre des A. T. P. Physico-Chimie des Surfaces : contrat n° 119911 et Propriétés Mécaniques des Solides : contrat n° 1 S 01.

Bibliographie

- [1] BOLLMANN, W., NISSEN, H. V., *Acta Cryst.* A24 (1968) 546.
 - [2] HALL, M. G., AARONSON, H. I., KINSMAN, K. R., *Surf. Sci.* 31 (1972) 257.
 - [3] CLARKE, D. R., STOBBS, W. M., *Metal Sci.* 7 (1974) 242.
 - [4] BÄRO, G., GLEITER, H., *Acta Met.* 21 (1973) 1405.
 - [5] BOLLMANN, W., *Phys. Stat. Sol.* (a) 21 (1974) 543.
 - [6] BOLLMANN, W., *Crystal Defects and Crystalline Interfaces* (Springer-Verlag, Berlin) 1970.
 - [7] MANDIL, J., *Cours de Mécanique des Milieux Continus* (Gauthier-Villars, Paris) 1966.
 - [8] BONNET, R., DURAND, F., *Mat. Res. Bull.* 7 (1972) 1045.
-

ANNEXE II

CORRECTION DE LA VITESSE DE GLISSEMENT AU JOINT DE PHASES POUR LES FORTES CONTRAINTES

Le glissement au joint de phases est généralement accompagné d'une déformation plastique des deux phases en présence. Dans les bicristaux biphasés de laiton, elle est localisée essentiellement dans la phase β qui, à haute température, est plus ductile que la phase α . Ainsi, la vitesse de déplacement relatif des deux phases mesurée expérimentalement est la somme de la vitesse de glissement au joint de phases et de la vitesse de cisaillement de la phase β située entre les mors, Fig.AII.1.a.

Pour les contraintes supérieures à 60 gf/mm^2 , cette dernière n'est plus négligeable et nous montrerons qu'il est possible de tenir compte de cet effet pour exprimer la vitesse effective de glissement au joint de phases.

I) Détermination de la constante de proportionnalité entre la cisssion et la vitesse de déformation dans la phase β .

La déformation en traction uniaxiale de la phase β polycristalline s'exprime à l'aide d'une loi de puissance dans laquelle l'exposant de la contrainte vaut $n = 3,2$ à 650°C (cf. II.3.4). On admet généralement que cet exposant ne dépend pas du mode de sollicitation. En revanche, le coefficient de proportionnalité entre la contrainte et la vitesse de déformation dépend du mode de sollicitation et peut être relié théoriquement au coefficient obtenu lors d'un essai en contrainte uniaxiale. Cependant, dans le cas du cisaillement simple, une méthode numérique du type éléments finis permettrait de déterminer cette constante et il nous a semblé préférable de la déterminer expérimentalement à partir de l'essai de cisaillement sur le bicristal biphasé lui-même.

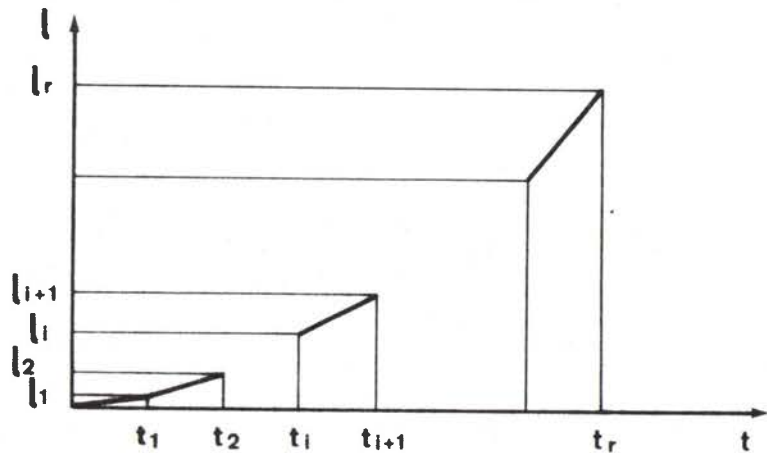
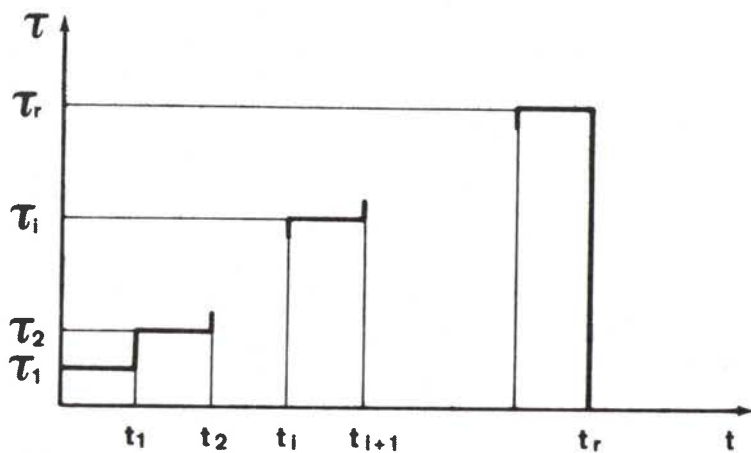
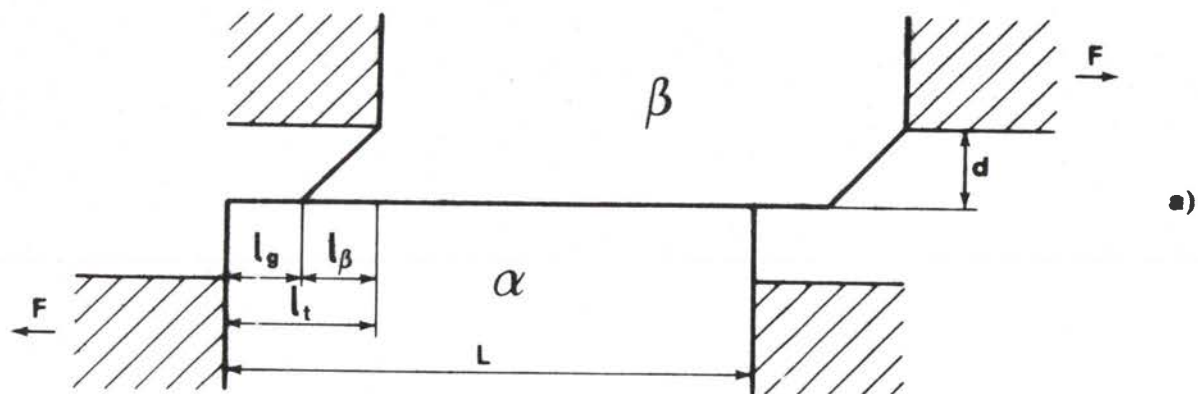


Fig. AIV.1

Cisaillement sous forte contrainte ($\tau > 60 \text{ gf/mm}^2$) d'un bicristal biphasé de lation.

- a) Allure générale de l'éprouvette
- b) Programme de chargement
- c) Courbe déplacement/temps

L'échantillon étant maintenu entre deux mors distants de $2d$, Fig.AII.1.a, nous supposons que la déformation par cisaillement de la phase β est uniforme sur la distance d et nous écrirons :

$$\dot{\epsilon} = \frac{v_{\beta}}{d} = \dot{\epsilon}_0 \left[\frac{\tau}{\tau_0} \right]^n \quad \text{avec} \quad n = 3,2 \text{ à } 650^{\circ}\text{C} \quad (1)$$

$\dot{\epsilon}_0$ correspond à la vitesse de déformation sous une cisssion égale à τ_0 .

Le programme de chargement représenté en Fig.AII.1.b, permet d'exprimer la déformation totale de la phase β par :

$$l_{\beta} = \dot{\epsilon}_0 d \sum_{i=1}^r \left[\frac{\tau_i}{\tau_0} \right]^n \Delta t_i \quad \text{avec} \quad \Delta t_i = t_{i+1} - t_i \quad (2)$$

La quantité l_{β} est mesurée sur l'échantillon en fin d'essai et connaissant les valeurs de Δt_i et τ_i on en déduit $\dot{\epsilon}_0$ pour une valeur τ_0 choisie arbitrairement (100 gf/mm² par exemple).

II) Correction de la vitesse de glissement

Pour une cisssion donnée τ_i la vitesse de cisaillement de la phase est donnée par :

$$v_{\beta}^i = \dot{\epsilon}^i \cdot d = \dot{\epsilon}_0 d \left[\frac{\tau_i}{\tau_0} \right]^n \quad (3)$$

et la vitesse de glissement au joint de phases par

$$v_g^i = v_t^i - v_{\beta}^i \quad (\text{Fig.AII-2, } A \rightarrow B)$$

III) Correction de la cisssion

Sur la courbe expérimentale $\tau = \tau(v)$, la cisssion moyenne est déterminée à partir de la déformation totale l_t^i et a pour expression :

$$\tau_i = \frac{F_i}{S_0} \frac{1}{1 - \frac{l_t^i}{L}} \quad (4)$$

A.II.4.

où F_i est la charge maintenue constante pendant le $i^{\text{ème}}$ essai (*), L la longueur de l'échantillon et S_0 sa section initiale. La cission réelle doit être calculée à partir de la section de l'interface à l'instant considéré c'est à dire à partir de ℓ_g^i et on obtient :

$$\tau_i^R = \frac{F_i}{S_0} \frac{1}{(1 - \ell_g^i/L)} \quad (5)$$

avec $\ell_g^i = \ell_t^i - \ell_\beta^i$ et $\ell_\beta^i = \sum_{j=1}^i v_\beta^j \Delta t_j$

Quelle que soit la valeur de la cission déterminée à partir de la déformation expérimentale, elle est toujours supérieure à la cission réelle dans le plan de l'interface et le point représentatif dans le diagramme $\tau(v)$ passe de B en C , Fig.AII.2 .

Remarque

L'importance relative des deux corrections précédentes varie d'un échantillon à l'autre et il arrive parfois que la seconde compense totalement la première.

IV) Loi de comportement corrigée - Conclusion

Dans un cas extrême comme celui représenté sur la figure AII.2 où la correction est très importante, les erreurs expérimentales induites par la déformation plastique de la phase β modifient peu la loi de comportement. En effet, l'exposant de la contrainte varie de 1,7 à 1,4 , ce qui n'est pas déterminant pour l'interprétation théorique dont les modèles font intervenir des exposants entiers.

(*) En toute rigueur, la cission n'est pas constante durant l'essai à charge constante. Si on se limite pour chaque contrainte à une déformation de 100 μm environ ($\Delta \ell_i^t = \ell_{i+1}^t - \ell_i^t$) la cission augmente au plus de 1,5 %

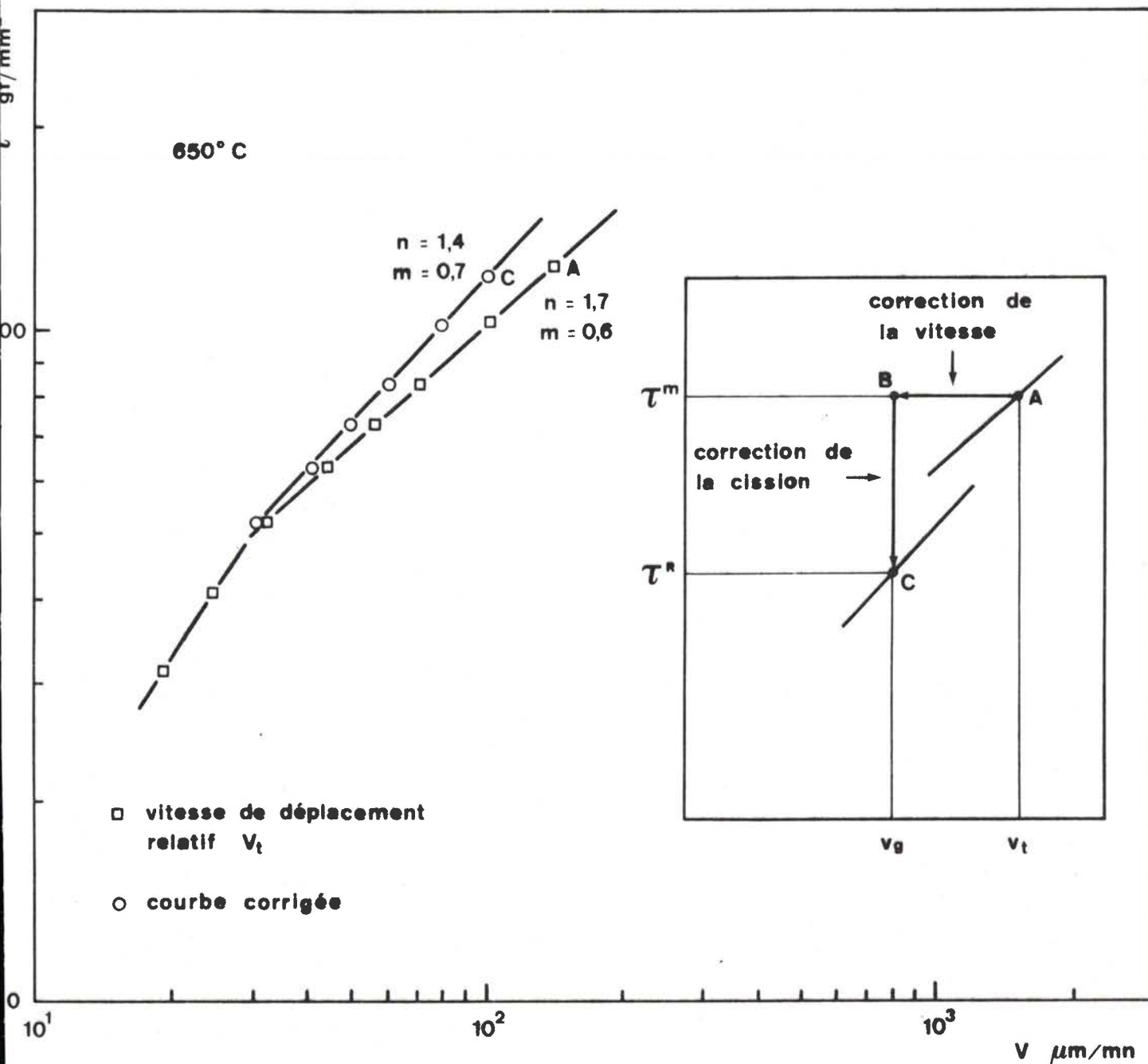


Fig.AIV.2

Correction de la vitesse de glissement aux joints de phases.

Le point C se déduit du point A par deux corrections :

- une correction de la vitesse A B
- une correction de la contrainte B C

ANNEXE III

I. COEFFICIENT DE DIFFUSION DANS LES SOLUTIONS SOLIDES

Dans les solutions solides diluées, le coefficient de diffusion adopté dans les différents modèles de fluage est le coefficient d'autodiffusion du solvant dans la solution. Ce coefficient est modifié par la présence d'atomes de soluté et peut être augmenté ou diminué suivant la nature "rapide" ou "lente" du soluté $[\bar{1}]$. Lorsque la concentration en soluté augmente, on se trouve confronté à de nombreuses difficultés que l'on peut classer en trois catégories.

La première tient à l'existence dans la solution AB de deux espèces A et B en proportions comparables et pour lesquelles la notion de solvant et de soluté perd toute signification. Les atomes A et B appartiennent au même réseau cristallin et les lacunes, non identifiables, peuvent s'échanger avec les atomes A et B avec des fréquences de sauts différentes $[\bar{2}]$. La description complète de la diffusion nécessite de prendre en considération trois équations de flux $[\bar{3}]$ (flux de A, de B et de lacunes) ainsi qu'une matrice 3 x 3 de coefficients de diffusion indiquant l'influence mutuelle de ces trois flux.

La deuxième difficulté concerne plus particulièrement le choix d'un coefficient de diffusion pour un mécanisme de fluage donné $[\bar{4}]$. En effet, il a été montré expérimentalement $[\bar{5-6}]$ que le fluage associé aux déplacements des dislocations dans des solutions solides peut être contrôlé soit par leur montée soit par leur glissement. Dans le premier cas, c'est la contrainte qui est la force motrice pour la diffusion des lacunes vers (ou à partir) des dislocations et il n'existe aucune relation simple entre le nombre de lacunes de A ou de B qui participe au processus élémentaire de montée par migration d'un cran. Dans le second cas, il s'agit d'interdiffusion de l'atmosphère de soluté entourant la dislocation dans le solvant.

A.III.2.

La troisième difficulté intervient dans la façon d'exprimer les relations liant les flux aux forces motrices [4]. L'équation A.III.1 décrit le flux à partir du gradient du potentiel chimique alors que (A.III.2) fait intervenir le gradient de concentration.

$$J_i = - \sum_j L_{ij} \nabla \mu_j \quad (\text{A.III.1})$$

$$J_i = - \sum_j D_{ij} \nabla C_j \quad (\text{A.III.2})$$

L_{ij} : matrice des coefficients de proportionnalité

D_{ij} : matrice des coefficients de diffusion.

Le modèle de fluage de NABARRO-HERRING [7], [8] a été décrit en termes de potentiels chimiques, alors que le modèle de COTTRELL-JASWON [9] (nuage de soluté autour des dislocations) a été décrit lui à l'aide des gradients de concentration. Jusqu'à présent, cinq coefficients de diffusion ont été proposés pour décrire le fluage des solutions solides binaires (tableau A.III.1).

I.1. COEFFICIENT DE DIFFUSION POUR LE FLUAGE NABARRO-HERRING [10]

La première expression du coefficient de diffusion a été proposée par HERRING [7]. L'auteur a fait l'hypothèse qu'un régime stationnaire s'établit dès le début du fluage c'est à dire que la matière transportée par diffusion est de composition constante.

($J_A/n_A = J_B/n_B$, J_A , J_B et n_A , n_B sont les flux et les fractions atomiques de A et B). Le flux d'atomes de l'espèce i s'exprime de la façon suivante :

$$J_i = - \frac{N}{kT} \sum_k D_{ik}^H \nabla (\mu_k - \mu_v) \quad (\text{A.III.3})$$

où μ_k et μ_v sont respectivement les potentiels chimiques de l'espèce k et des lacunes, N est le nombre de sites par unité de volume et D_{ik}^H la matrice des coefficients de diffusion. Le coefficient de diffusion qui intervient dans le processus de fluage diffusion s'écrit alors :

$$D_H = \sum_{ik} \left[(D^{-1})_{ik}^H n_i n_j \right]^{-1} \quad (\text{A.III.4})$$

COEFFICIENTS DE DIFFUSION	AUTEURS	REF.	REMARQUES
$D_{cl} = D_H = \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}}$ (1)	CHIN, POUND et NIX (d'après analyse de HERRING) BURTON et BASTOW (en supposant que la concentration en lacunes est uniforme)	/10/ /12/	Fluage NABARRO-HERRING Fluage contrôlé par la montée des dislocations
$D_{gl} = \tilde{D} = \phi(n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*})$ (2) (coefficient de diffusion chimique)	CHIN, POUND et NIX	/10/	Fluage contrôlé par le glissement des dislocations
$D_{RN} = \frac{1}{\phi} \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}}$ (3)	RAO et NIX	/24/	Aucune justification théorique de la présence de ϕ au dénominateur
$D_{st} = \phi \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}}$ si $L_{AB} = 0$ $D_{st} = \phi \frac{(n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*}) D_{A^*} D_{B^*}}{f_o D_{A^*} D_{B^*} + n_A n_B (D_{A^*} - D_{B^*})}$ si $L_{AB} \neq 0$ (4)	BREBEC et POIRIER	/25/	Régime stationnaire de diffusion
$D_h = \phi(n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*})$ (5)			Alliage homogène

Tableau III.1

A.III.4.

Pour un alliage binaire et en négligeant les termes non diagonaux , les expressions précédentes deviennent :

$$J_i = - \frac{N}{kT} D_{ii}^H \nabla(\mu_i - \mu_v) \quad (\text{A.III.5})$$

$$\text{et} \quad D_H = \frac{D_A D_B}{n_B^2 D_A + n_A^2 D_B} \quad (\text{A.III.6})$$

De plus, il est possible d'exprimer le flux de l'espèce i en fonction du coefficient de diffusion du traceur D_{i*} de la ième composante [11]

$$J_i = - \frac{D_{i*} C_i}{kT} \nabla(\mu_i - \mu_v) \quad (\text{A.III.7})$$

C_i étant la concentration de la ième composante .

En comparant les équations (A.III.5) et (A.III.6) dans le cas des solutions solides diluées, on peut remarquer que le coefficient de HERRING s'écrit :

$$D_{ii}^H = D_{i*} n_i \quad (n_i = C_i/N) \quad (\text{A.III.8})$$

et en reportant dans (A.III.6) on obtient finalement :

$$D_H = \frac{D_A^* D_B^*}{n_A D_{B*} + n_B D_{A*}} \quad (\text{A.III.9})$$

BURTON ET BASTOW [12] ont obtenu le même résultat en supposant que la concentration en lacunes est uniforme, malheureusement cette hypothèse n'est pas vérifiée en fluage. Il est important de remarquer que dans l'expression de D_H ce sont les coefficients de diffusion des traceurs A et B qui interviennent et non pas les coefficients de diffusion intrinsèques. (Le coefficient de diffusion intrinsèque est relié au coefficient de diffusion du traceur par

$$D_i = \left[1 + \frac{\delta \log \gamma_i}{\delta \log n_i} \right] D_{i*} = \phi D_{i*})$$

I.2. COEFFICIENT DE DIFFUSION POUR LE FLUAGE CONTRÔLE PAR LA MONTÉE DES DISLOCATIONS

Le mécanisme de fluage contrôlé par la montée des dislocations est différent du fluage NABARRO-HERRING; cependant, le processus de diffusion est le même. En effet, le fluage N.H. est contrôlé par la diffusion d'atomes dans un gradient de concentration de lacunes produit par traction ou compression aux joints de grains. De façon analogue, le fluage contrôlé par la montée des dislocations résulte de la diffusion d'atomes dans le gradient de concentration de lacunes créé lorsqu'une dislocation rencontre un obstacle. Dans les deux cas le gradient de concentration de lacunes est induit par la contrainte. Le coefficient de diffusion adopté dans ce cas est le même que pour le fluage N.H. $[10]$. Tableau III.1.1.

$$D_{cl} = D_H \quad (A.III.10)$$

L'équation (A.III.9) est bien vérifiée dans les alliages dilués tels que Fe-Si $[13]$, Fe-Ni et Fe-P $[14]$. Dans ce cas $n_B \ll n_A$ et il a été montré que le coefficient de diffusion déduit des expériences de fluage est comparable au coefficient de diffusion du traceur D_{Fe^*} .

I.3. COEFFICIENT DE DIFFUSION POUR LE FLUAGE CONTRÔLE PAR LE GLISSEMENT DES DISLOCATIONS

Différents modèles (*) ont déjà été proposés pour rendre compte du fluage contrôlé par le glissement des dislocations. Le mécanisme est toujours le même, les atomes de soluté précipitent autour de la dislocation afin de minimiser l'énergie de déformation. Ceci conduit à la formation autour de la dislocation d'une atmosphère riche en soluté. Il y a création d'un couple de diffusion A-B comprenant d'une part, une zone A constituée de la dislocation avec son atmosphère riche en soluté, d'autre part d'une zone B entourant la précédente et pauvre en soluté. On peut montrer théoriquement que la force qui

(*) WEERTMANN $[5]$ en a retenu six qui sont : les mécanismes de FRIEDEL $[15]$ (traînage de l'atmosphère de soluté) de COTTRELL-JASWON $[9]$ (traînage de l'atmosphère de soluté, influence de la concentration et du facteur de taille) de SUZUKI $[16]$ (ségrégation du soluté sur les fautes d'empilement) de SCHOECK $[17]$ (mise en ordre des atomes de soluté sous l'effet de la contrainte) de FISCHER $[18]$ (destruction de l'ordre à courte distance et de FLINN $[19]$ (ordre-désordre à grande distance).

A.III.6.

s'oppose au glissement des dislocations en présence de soluté est toujours importante même si l'effet de taille est petit $[\bar{2}0\bar{7}]$ ou si les dislocations sont fortement dissociées $[\bar{2}1\bar{7}]$. En fluage stationnaire, soit la dislocation échappe à l'atmosphère de soluté, soit elle reste piégée à l'intérieur et se déplace avec elle. Aux faibles contraintes, la dislocation reste dans son atmosphère de soluté et son déplacement est conditionné par celui de cette atmosphère. C'est pourquoi CHIN, POUND et NIX $[\bar{1}0\bar{7}]$ considèrent que l'on est en présence d'un phénomène d'interdiffusion et adoptent dans ce cas le coefficient de diffusion chimique (ou d'interdiffusion) $\tilde{D}$, (Tableau A.III.1.2)

$$D_{gl} = \tilde{D} = \phi(n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}) \quad \text{avec} \quad \phi = \frac{\partial \log \gamma_A}{\partial \log n_A} = 1 + \frac{\partial \log \gamma_B}{\partial \log n_B}$$

(A.III.11)

ϕ est le facteur thermodynamique qui peut être supérieur à 1 ($\phi = 3,7$ pour le laiton β à 650°C ou inférieur à 1 comme c'est le cas pour l'alliage Al-Zn $[\bar{1}0\bar{7}]$)

I.4. CAS DE FLUAGE SEQUENTIEL

Lorsque la concentration en soluté d'une solution solide augmente, le mécanisme contrôlant le fluage peut changer. CANNON et SHERBY $[\bar{2}2\bar{7}]$ ont suggéré que si les deux mécanismes précédents existent simultanément et sont indépendants, ils agiront de façon séquentielle (ou en série), le plus lent contrôlant la vitesse de déformation. La vitesse totale de fluage résultant à la fois du glissement des dislocations et de leur montée a pour expression :

$$1/\dot{\epsilon}_{\text{tot}} = 1/\dot{\epsilon}_{cl} + 1/\dot{\epsilon}_{gl} \quad (\text{A.III.12})$$

où $\dot{\epsilon}_{cl}$ est la vitesse de déformation due à la montée des dislocations et $\dot{\epsilon}_{gl}$ la vitesse de déformation due au glissement des dislocations. CHIN, NIX et POUND $[\bar{2}3\bar{7}]$ ont adopté ce modèle pour rendre compte du fluage de l'alliage Al-Zn dans un large domaine de concentration (0-60% at.). Dans cet alliage, le facteur thermodynamique ϕ varie d'un facteur 10 entre 0 et 30 % at. et module considérablement la valeur du coefficient de diffusion chimique. L'accord avec les résultats expérimentaux est très bon (Fig. A.III.1.a), ce qui justifie l'utilisation à la fois du coefficient de diffusion chimique pour le fluage contrôlé par le glissement des dislocations et du coefficient $D_{cl} = D_H$ pour le fluage contrôlé par la montée des dislocations.

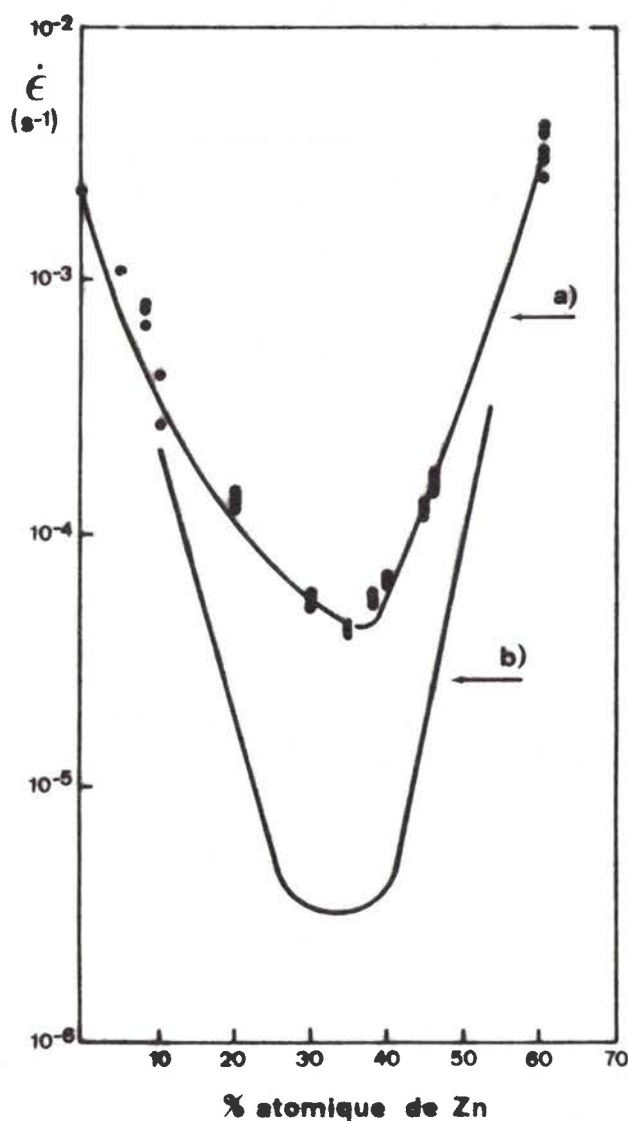


Fig. AIII.1

Comparaison entre les vitesses expérimentales de fluage de Al-Zn et les valeurs calculées d'après le modèle séquentiel de Cannon et Sherby [22]. D'après CHIN, NIX et POUND [23].

La courbe a) est calculée à partir du coefficient de diffusion $D_{cl} = D_H$ pour la montée et $D_{gl} = \tilde{D}$ pour le glissement.

La courbe b) a été déterminée en utilisant le coefficient de diffusion proposé par Brébec et Poirier soit ϕD_H pour la montée et $D_{gl} = \tilde{D}$ pour le glissement des dislocations.

I.5. COEFFICIENTS DE DIFFUSION UTILISES PAR D'AUTRES AUTEURS

a) RAO et NIX [24] Tableau A.III.1, 3

Les auteurs ont proposé cette expression pour interpréter les expériences de SELLARS et QUARRELL [21] sur le système Au-Ni. Cependant, il n'est pas possible de justifier théoriquement la présence du facteur thermodynamique ϕ au dénominateur.

b) BREBEC et POIRIER [25] Tableau A.III.1, 3 et 4

BREBEC et POIRIER ont proposé un traitement thermodynamique général englobant les deux cas extrêmes suivants :

- avant l'établissement du régime stationnaire de diffusion, l'alliage est homogène et les gradients de concentration en A et B sont nuls en tous points et on a :

$$D_h = \phi (n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*}) \quad (\text{A.III.13})$$

- l'état stationnaire de diffusion est établi dès le début du fluage et on obtient alors :

$$D_{st} = \phi \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}} \quad \text{si } L_{AB} = 0 \quad (\text{A.III.14})$$

$$\text{et } D_{st} = \phi \frac{(n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*}) D_{A^*} D_{B^*}}{f_o D_{A^*} D_{B^*} + n_A n_B (D_{A^*} - D_{B^*})^2} \quad \text{si } L_{AB} \neq 0 \quad (\text{A.III.15})$$

Les auteurs ont comparé les énergies d'activation du fluage à celles calculées à partir des coefficients de diffusion. Les figures A.III.2 et 3 donnent les résultats pour l'alliage Au-Ni [21] et Cu-Ni [26] et montrent d'une part que pour l'alliage Au-Ni l'accord est mauvais surtout si on tient compte du facteur thermodynamique (Fig. A.III.2, courbe b) et d'autre part que la variation de l'énergie d'activation des coefficients de diffusion moyens est très peu sensible aux hypothèses faites ($\bar{Q}_h$, $\bar{Q}_{st}$ et $\bar{Q}'_{st}$ différent au maximum de 0,2 eV). BREBEC et POIRIER concluent que bien que la vitesse de fluage puisse être contrôlée par la montée des dislocations, il est difficile d'admettre que cette vitesse soit contrôlée par la diffusion des lacunes en volume. Cependant, SELLARS et QUARRELL ont montré que le fluage de la solution solide Au-Ni est assez bien décrit par le mécanisme de COTTRELL-JASWON et il semble que cet alliage puisse s'analyser à l'aide du fluage séquentiel proposé

Fig. AIII.2

Variation de l'énergie d'activation avec la concentration en Au dans l'alliage Au-Ni.

D'après Brébec et Poirier [25]

a) Q_F mesurée par fluage [21]

b) $\bar{Q}_{st}$

c) $\bar{Q}_{st} - Q_\phi$

($\bar{Q}'_{st}$ est très voisin de $\bar{Q}_{st}$)

d) Q_h

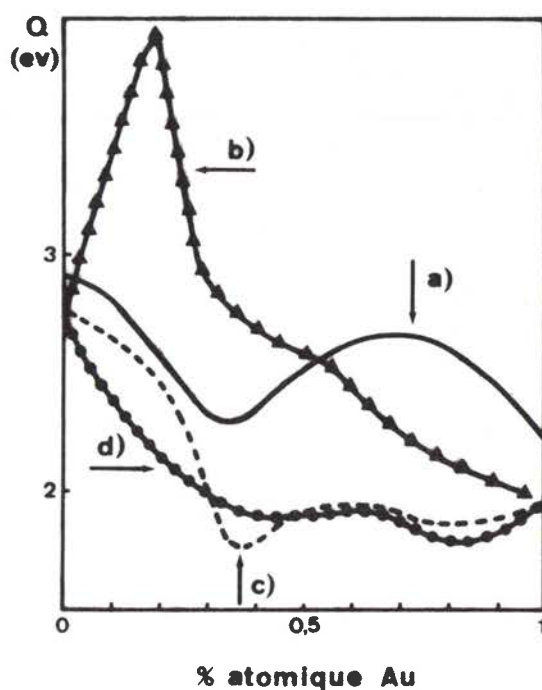


Fig. AIII.3

Variation de l'énergie d'activation avec la concentration en Cu dans l'alliage Cu-Ni.

D'après Brébec et Poirier [25]

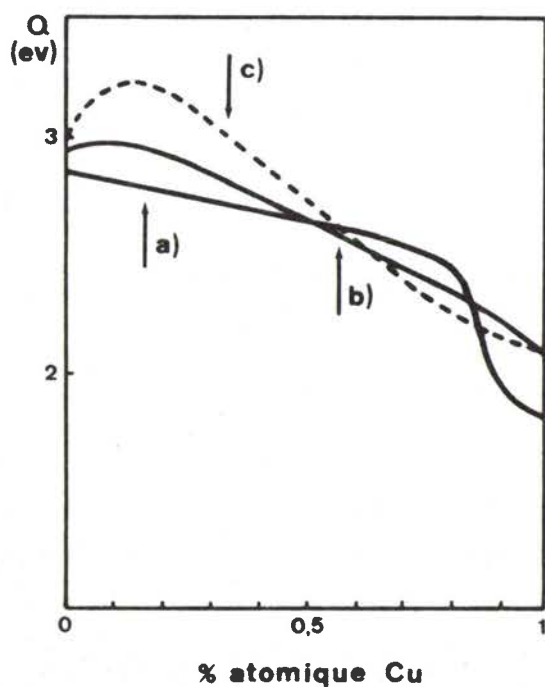
a) Q_F mesurée par fluage [21]

b) $\bar{Q}_h - Q_\phi$

c) $Q_{st} - Q_\phi$

($\bar{Q}'_{st}$ est très voisin de $\bar{Q}_{st}$)

Dans ce cas Q_ϕ est très voisin de 0.



par CANNON et SHERBY [22] .

Pour les faibles concentrations (0-25 %) l'énergie de fluage est comparable à celle obtenue à partir du rapport D_{st}'/ϕ de BREBEC et POIRIER (c'est à dire $\bar{Q}_{st}' - \bar{Q}_\phi$ sur la figure A.III.2, courbe c).

Dans ce domaine, le fluage pourrait être contrôlé par la montée des dislocations et par suite par la diffusion des lacunes en volume alors que pour les concentrations supérieures ou d'après [21] le fluage est contrôlé par le glissement des dislocations, l'énergie d'activation devrait être calculée à partir du coefficient de diffusion chimique $\bar{D}$ [4] .

I.6. REMARQUE SUR LA PRESENCE DU FACTEUR THERMODYNAMIQUE DANS LES EXPRESSIONS DE BREBEC ET POIRIER

En utilisant les données de CHIN et al. [10] , [23] sur l'alliage Al-Zn, nous avons reporté sur la figure A.III.1, courbe b, la vitesse de fluage calculée à partir du coefficient de diffusion D_{st} . L'accord avec les valeurs expérimentales n'est acceptable qu'entre 0 et 10 % at. alors qu'en utilisant $D_H = D_{st}/\phi$ l'accord est excellent sur tout le domaine de concentration (Fig. A.III.1.a) . De plus, les expressions (A.III.13) et (A.III.14) peuvent se mettre sous la forme :

$$D_h = n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*} \quad (A.III.16)$$

$$D_{st} = \frac{D_A D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}} \quad (A.III.17)$$

où D_A et D_B sont les coefficients de diffusion intrinsèques reliés aux coefficients de diffusion des traceurs par :

$$D_A = \phi D_{A^*} \quad \text{et} \quad D_B = \phi D_{B^*} \quad (A.III.18)$$

Il semble donc que les expressions précédentes soient plus aptes à décrire un fluage contrôlé par la diffusion des lacunes en présence d'un gradient de concentration. Cette situation peut se rencontrer lorsque la concentration d'un des constituants de la solution aux sources et aux puits de lacunes est supérieure à celle de la matrice (dislocation en tant que puits ou sources de lacunes dans le mécanisme de COTTRELL-JASWON par exemple). Les lacunes,

avant de quitter la source, traversent le nuage de soluté où règne un gradient de concentration. Si le facteur thermodynamique ϕ est inférieur à 1 (ou tend vers zéro pour une concentration correspondant à une limite de miscibilité comme c'est le cas dans Al-Zn [23]) la migration des lacunes à travers le nuage de soluté peut devenir très lente et contrôler la diffusion des lacunes en volume. Il semble donc que les expressions de BREBEC et POIRIER soient en mesure de décrire un fluage contrôlé par la diffusion des lacunes en volume lorsque les puits et les sources sont attractives vis à vis des atomes de soluté, le nuage de soluté étant un obstacle à la libre circulation des lacunes entre puits et sources ($\phi < 1$).

En résumé il apparaît que pour le fluage des solutions solides, il faut utiliser :

$$- \quad D_H = D_{cl} = \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}}$$

lorsque le mécanisme est du type fluage-diffusion ou si le fluage est contrôlé par la montée des dislocations.

$$- \quad \tilde{D} = \phi (n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*})$$

lorsque le fluage est contrôlé par le glissement des dislocations.

- Une combinaison des deux valeurs précédentes résultant de l'application de l'équation (A.III.12) dans le cas du fluage séquentiel.

II. COEFFICIENT DE DIFFUSION DANS LE MODELE DU GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES CONTROLE PAR LA DIFFUSION AUTOUR DE DEFAUTS GEOMETRIQUES CONTENUS DANS LE PLAN DU JOINT.

La démarche utilisée pour établir les équations de flux est analogue à celle de BREBEC et POIRIER [25]. Cependant, pour traiter les deux cas limites de diffusion (alliage homogène, état stationnaire) nous emploierons le formalisme de HERRING reliant le flux au gradient du potentiel chimique.

NOTATION

N : nombre de sites par unité de volume, on le suppose constant.

- J_A, J_B, J_L : Flux mesurés par rapport au réseau des atomes A, B et des lacunes.
 X_A, X_B, X_L : Forces thermodynamiques correspondantes.
 L_{AA}, L_{AB}, L_{BB} : Coefficients phénoménologiques. On admettra que la relation de Onsager $L_{AB} = L_{BA}$ est vérifiée.
 C_A, C_B, C_L : concentrations exprimées en nombre d'atomes par unité de volume.
 n_A, n_B, n_L : Concentrations exprimées en fractions atomiques.
 μ_A, μ_B : potentiels chimiques des espèces A et B.
 γ_A, γ_B : Coefficients d'activité de A et B.
 k : Constante de BOLTZMANN.
 T : Température absolue.
 σ : Contrainte locale.
 Ω : Volume atomique.
 ϕ_A, ϕ_B : Facteur thermodynamique
 D_{A^*}, D_{B^*} : Coefficient d'autodiffusion des traceurs A et B dans l'alliage de composition n_A .
 f_0 : Facteur de corrélation pour l'autodiffusion.

II.1. EQUATIONS GENERALES DES FLUX

La thermodynamique des processus irréversibles [3] appliquée à la diffusion dans les solutions binaires permet de relier les flux aux forces thermodynamiques correspondantes :

$$\begin{aligned}
 J_A &= L_{AA} (X_A - X_L) + L_{AB} (X_B - X_L) \\
 J_B &= L_{AB} (X_A - X_L) + L_{BB} (X_B - X_L) \\
 J_A + J_B + J_L &= 0
 \end{aligned}
 \tag{A.III.19}$$

Pour un système isotherme et isobare, on peut appliquer la relation de GIBBS-DUHEM soit :

$$C_A X_A + C_B X_B + C_L X_L = 0 \tag{A.III.20}$$

Les forces thermodynamiques sont reliées aux potentiels chimiques par :

$$X_i = - \nabla \mu_i \quad i = A, B \text{ ou } L \quad (\text{A.III.21})$$

a) RELATION DE MANNING [3]

MANNING a proposé des relations entre les coefficients phénoménologiques et les coefficients d'autodiffusion des traceurs A et B dans l'alliage considéré. Ces expressions sont valables si les lacunes sont à l'équilibre thermodynamique, ce qui n'est pas le cas ici, mais nous supposons que l'écart à l'équilibre est faible et que les expressions restent utilisables [25].

Pour un réseau cc ou cfc, on a :

$$\begin{aligned} L_{AA} &= \frac{C_A^D D_{A^*}}{kT} (1 + 2 n_A^D D_{A^*} V) \\ L_{BB} &= \frac{C_B^D D_{B^*}}{kT} (1 + 2 n_B^D D_{B^*} V) \\ L_{AB} &= \frac{2 C_A^D C_B^D D_{A^*} D_{B^*} V}{(C_A + C_B) kT} \end{aligned} \quad (\text{A.III.22})$$

$$\text{avec} \quad V = \frac{1}{M_O (n_A^D D_{A^*} + n_B^D D_{B^*})} \quad \text{et} \quad \frac{1}{f_O} = 1 + \frac{2}{M_O}$$

où f_O est le facteur de corrélation pour l'autodiffusion.

($f_O = 0,781$ pour le cfc et $0,727$ pour le cc)

On peut remarquer qu'il est équivalent de considérer $L_{AB} = 0$ ou $f_O = 1$.

b) ALLIAGE HOMOGÈNE

Nous supposons que l'alliage est initialement homogène et si la contrainte est faible, les forces chimiques sur les espèces A et B sont du même ordre de grandeur et également faibles ($X_A \sim X_B$). Les équations (A.III.19) deviennent :

$$J_A = (L_{AA} + L_{AB}) (X_A - X_L)$$

$$J_B = (L_{BB} + L_{AB}) (X_B - X_L)$$

$$J_L = (L_{AA} + 2 L_{AB} + L_{BB}) (X_A - X_L) \quad (\text{A.III.23})$$

D'après les expressions de MANNING , Eq. (A.III.22)

$$L_{AA} + L_{AB} = \frac{C_A^D A^*}{kTf_0} \quad ; \quad L_{BB} + L_{AB} = \frac{C_B^D B^*}{kTf_0} \quad \text{et} \quad (\text{A.III.24})$$

$$L_{AA} + 2 L_{AB} + L_{BB} = \frac{C_A^D B^* + C_B^D A^*}{kTf_0}$$

Sachant que $n_i = C_i/N = C_i \Omega$, les équations (A.III.23) deviennent :

$$J_A = - \frac{n_A^D A^*}{\Omega kTf_0} \nabla(\mu_A - \mu_L)$$

$$J_B = - \frac{n_B^D B^*}{\Omega kTf_0} \nabla(\mu_B - \mu_L) \quad (\text{A.III.25})$$

$$J_L = \frac{n_A^D A^* + n_B^D B^*}{\Omega kTf_0} \nabla(\mu_A - \mu_L)$$

analogues à celles proposées par FEDER et col. [11] .

c) ETAT STATIONNAIRE

Généralement les deux espèces ne s'échangent pas à la même vitesse avec les lacunes; l'espèce la plus rapide, A par exemple, va créer un gradient de concentration qui aura pour effet de ralentir l'espèce A et d'accélérer l'espèce B. Au bout d'un certain temps, qui sera fonction de la distance entre puits et sources et la mobilité des espèces, on atteindra un état stationnaire où les concentrations en A et B n'évolueront plus et on pourra écrire :

$$J_A = - n_A J_L \quad \text{et} \quad J_B = - n_B J_L \quad (\text{A.III.26})$$

Ce qui revient à dire que la matière transportée est de composition constante. Si on fait l'hypothèse que l'état stationnaire est atteint rapidement, il est alors possible de déterminer un coefficient de diffusion pour le transport de

matière à composition constante. Les équations (A.III.19) deviennent :

$$L_{AA} (X_A - X_L) + L_{AB} (X_B - X_L) = - n_A J_L \quad (\text{A.III.27})$$

$$L_{AB} (X_A - X_L) + L_{BB} (X_B - X_L) = - n_B J_L$$

On peut exprimer $X_A - X_L$ et $X_B - X_L$ en fonction de J_L et des coefficients phénoménologiques :

$$X_A - X_L = - J_L \frac{n_A L_{BB} - n_B L_{AB}}{L_{AA} L_{BB} - L_{AB}^2} \quad (\text{A.III.28})$$

$$X_B - X_L = - J_L \frac{n_B L_{AA} - n_A L_{AB}}{L_{AA} L_{BB} - L_{AB}^2}$$

et en calculant $n_A (X_A - X_L) + n_B (X_B - X_L)$ on trouve :

$$J_L = - \frac{L_{AA} L_{BB} - L_{AB}^2}{n_A^2 L_{BB} + n_B^2 L_{AA} - 2 n_A n_B L_{AB}} \left[n_A (X_A - X_L) + n_B (X_B - X_L) \right] \quad (\text{A.III.29})$$

quand l'état stationnaire est atteint; on peut considérer que $X_A \sim X_B$ et en tenant compte de (A.III.21)

$$J_L = \frac{L_{AA} L_{BB} - L_{AB}^2}{n_A^2 L_{BB} + n_B^2 L_{AA} - 2 n_A n_B L_{AB}} \nabla(\mu_A - \mu_L) \quad (\text{A.III.30})$$

et en utilisant les relations de MANNING on obtient finalement :

$$J_L = \frac{D_L}{\Omega kT} \nabla(\mu_A - \mu_L) \quad (\text{A.III.31})$$

avec

$$D_L = \frac{(n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*}) D_{A^*} D_{B^*}}{f_0 D_{A^*} D_{B^*} + n_A n_B (D_{A^*} - D_{B^*})^2} \quad \text{si } L_{AB} \neq 0 \quad (\text{A.III.32})$$

$$D_L = \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}} \quad \text{si } L_{AB} = 0$$

d) POTENTIEL CHIMIQUE

La définition du potentiel chimique en présence de contraintes non hydrostatiques, comme c'est le cas en fluage diffusion pose de nombreuses difficultés [2]. GIBBS (1876) a montré que pour un solide soumis à une pression non hydrostatique il était possible de définir le potentiel chimique des atomes d'un solide situés au voisinage d'une surface. Par contre, le potentiel chimique des atomes (ou des lacunes) en tout point du solide n'a pas de signification physique. Cependant, le flux de matière peut être calculé en faisant l'approximation des états stationnaires [7] et on a :

$$J_L = - \frac{D}{\Omega kT} \nabla(\mu - \mu_L)$$

Ω est le volume atomique, μ le potentiel chimique de l'atome et μ_L celui de la lacune.

En régime permanent il y a conservation de la matière à l'intérieur du cristal $\nabla J = 0$ et on obtient l'équation de LAPLACE $\nabla^2(\mu - \mu_L) = 0$ que l'on peut résoudre si on connaît $\mu - \mu_L$ aux limites du cristal. La quantité $\mu - \mu_L$ s'exprime d'après HERRING en fonction de la contrainte normale à la surface par $\mu - \mu_L = \mu_0 - \sigma_n \Omega$

μ_0 : potentiel chimique sur un cristal source où $\sigma_n = 0$.

II.2. APPLICATION A LA DIFFUSION AUTOUR DE DEFAUTS GEOMETRIQUES CONTENUS DANS LE PLAN D'UN JOINT DE GRAINS OU DE PHASES SEPARANT DES SOLUTIONS SOLIDES

Considérons un joint de grains ou de phases contenant des défauts géométriques et soumis à un essai de cisaillement (Fig. A.III.4). Le champ de contraintes appliqué induit des contraintes normales σ_n sur les faces AB (compression) et A'B' (extension); le flux de lacunes résultant sera dirigé des zones en extension vers les zones en compression.

a) JOINT DE GRAINS

La différence entre les coefficients de diffusion des espèces A et B dans la solution solide crée un gradient de concentration dont l'effet est de ralentir l'espèce la plus rapide et d'accélérer la plus lente. Après établissement d'un régime stationnaire de diffusion, les flux des espèces A et B allant des zones en extension vers les zones en compression seront tels que la

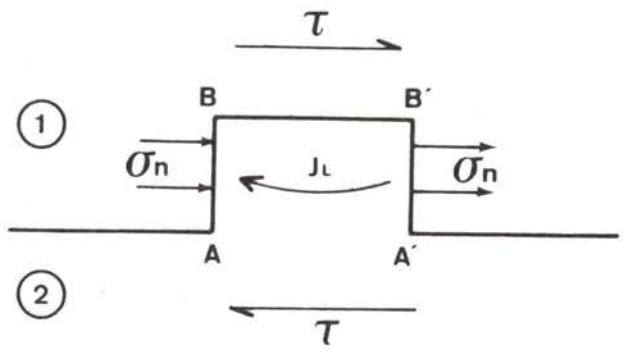
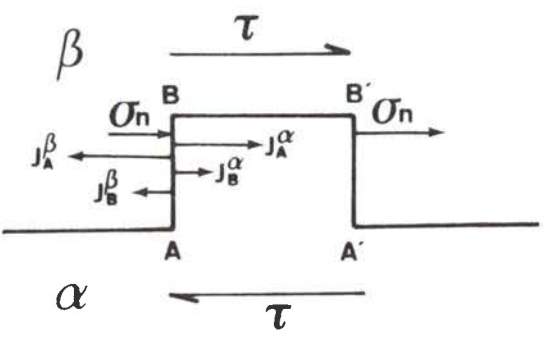


Fig. AIII.4



a)

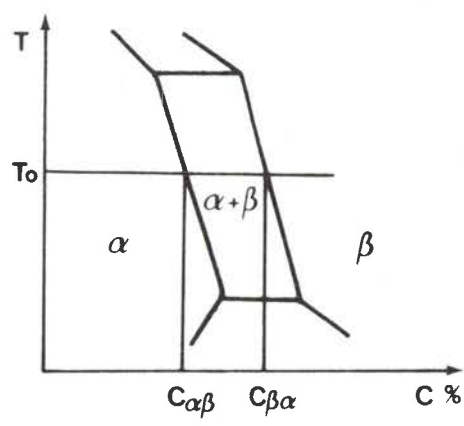


Fig. AIII.5

b)

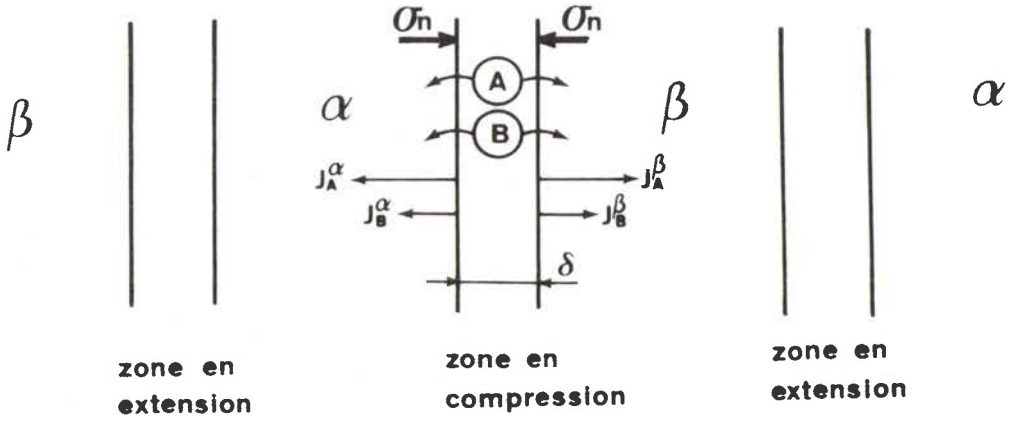


Fig. AIII.6

matière transportée sera de composition constante , les relations exprimant les différents flux sont données par (A.III.31) et (A.III.32).

b) JOINTS DE PHASES

Considérons un joint contenant un défaut géométrique et séparant deux solutions solides α et β (Fig. A.III.5, a et b). Si nous supposons que la transformation de phases est impossible ou infiniment lente, la matière transportée doit être de composition constante et la diffusion dans chacune des phases est contrôlée par le mécanisme précédent. Si la transformation de phases est possible ou suffisamment rapide, le flux total de matière dans chacune des phases (ou de lacunes en sens inverse) peut se décomposer en :

- un flux transportant de la matière à composition constante (contrôlé par l'espèce la plus lente).
- un flux supplémentaire de l'espèce la plus rapide dont l'effet sera de produire dans les zones en extension la transformation de phases $\alpha \rightarrow \beta$ par exemple et la transformation inverse dans les zones de compression.

Le flux global de matière transportée n'est plus de composition constante, mais l'excès de l'espèce la plus rapide absorbée par la transformation de phases ne produit plus un gradient de concentration s'opposant à sa mobilité. Ce cas est analogue à celui de l'alliage homogène , Eq. (A.III.25).

On admet généralement que le joint de grains ou de phases a une épaisseur $\delta (\sim 5 \text{ \AA})$. Pour le joint de phases, on peut faire l'hypothèse que la composition varie continuellement de $C_{\alpha\beta}$ à $C_{\beta\alpha}$ dans l'épaisseur du joint. Les atomes des espèces A et B contenus dans l'épaisseur d'un joint soumis par exemple à un effort de compression peuvent s'en échapper en diffusant soit à travers la phase α , soit à travers la phase β (Fig. A.III.6).

Si nous faisons l'hypothèse que la composition du joint reste constante dans le temps, chaque atome de A ou de B quittant le joint par l'une des phases sera remplacé par un atome semblable provenant de l'autre phase. C'est la phase ayant pour les espèces A et B les plus faibles coefficients de diffusion qui contrôlera la diffusion dans l'épaisseur du joint et nous pourrions identifier l'épaisseur du joint à la phase dans laquelle :

- la matière transportée est de composition constante
- les coefficients des espèces A et B sont les plus faibles.

La première condition est réalisée pour la phase α dans l'exemple de la figure A.III.5 si on admet que le coefficient de diffusion de l'espèce A est supérieur à celui de l'espèce B. En effet, un départ supplémentaire de A ne produit pas de transformations de phases, donc la matière transportée est de composition constante. Nous ferons cette hypothèse pour la diffusion normale au plan de joint. Le joint de phases sera considéré comme une surface séparant deux milieux où la diffusion dans une phase est indépendante de la diffusion dans l'autre phase.

c) EXPRESSION DES FLUX LORSQUE LA TRANSFORMATION DE PHASE EST POSSIBLE

Soient $D_{A^*}^\alpha$, $D_{B^*}^\alpha$, $D_{A^*}^\beta$, $D_{B^*}^\beta$ les coefficients d'autodiffusion des traceurs A et B dans l'alliage considéré. Nous supposons que $D_{A^*}^\alpha > D_{B^*}^\alpha$ et que $D_{A^*}^\beta > D_{B^*}^\beta$. Cette hypothèse n'est pas restrictive et permet de définir le sens de la transformation de phase.

La condition $D_{A^*}^\alpha > D_{B^*}^\alpha$ impose que la transformation de phase ne pourra pas se produire dans la phase α par un départ supplémentaire de A et par suite que la matière transportée est de composition constante. C'est le cas du fluage stationnaire et les expressions des différents flux sont données par les équations (A.III.26, 31 et 32)

La condition $D_{A^*}^\beta > D_{B^*}^\beta$ dans la phase β indique que le flux de A est supérieur à celui de B dans la même phase. Le transport global de matière peut se décomposer en :

- un transport de matière à composition constante contrôlé par l'espèce la moins rapide.
- un transport supplémentaire de A produisant la transformation de phases.

Les flux sont reliés aux gradients de contrainte par (A.III.25), c'est à dire :

$$J_A^\beta = - \frac{n_A^\beta D_{A^*}^\beta}{\Omega k T f^\beta} \nabla(\mu_A^\beta - \mu_L^\beta) \quad ; \quad J_B^\beta = - \frac{n_B^\beta D_{B^*}^\beta}{\Omega k T f^\beta} \nabla(\mu_B^\beta - \mu_L^\beta) \quad (\text{A.III.33})$$

que nous pouvons écrire sous la forme :

$$J_A^\beta = - \frac{1}{\Omega k T f^\beta} \left[n_A^\beta D_{B^*}^\beta + n_A^\beta (D_{A^*}^\beta - D_{B^*}^\beta) \right] \nabla(\mu_A^\beta - \mu_L^\beta) = J_A^{\beta 1} + J_A^{\beta 2}$$

$$J_B^\beta = - \frac{1}{\Omega k T f^\beta} n_B^\beta D_{B^*}^\beta \nabla(\mu_B^\beta - \mu_L^\beta) \quad ; \quad (\nabla \mu_B^\beta \sim \nabla \mu_A^\beta) \quad (\text{A.III.34})$$

$J_A^{\beta 1}$ et J_B^{β} correspondent au transport de matière à composition constante et on a bien : $J_A^{\beta 1} / J_B^{\beta} = n_A / n_B$

$J_A^{\beta 2}$ est le flux supplémentaire.

Le transport total de matière s'écrit alors :

$$J_A^{\beta} + J_B^{\beta} = - \frac{1}{\Omega k T f^{\beta}} \left[\underbrace{D_{B^*}^{\beta}}_{\text{associé au transport de matière à composition constante}} + n_A^{\beta} (\underbrace{D_{A^*}^{\beta} - D_{B^*}^{\beta}}_{\text{associé à la transformation de phases}}) \right] \nabla (\mu_A^{\beta} - \mu_L^{\beta}) \quad (\text{A.III.35})$$

associé au transport
de matière à compo-
sition constante

associé à la trans-
formation de phases

CONCLUSION

a) En utilisant le formalisme de HERRING, les relations entre les flux et les gradients de potentiel chimique se font par l'intermédiaire de coefficients de diffusion qui sont exprimés à partir des coefficients de diffusion des traceurs et ne font pas intervenir le facteur thermodynamique, Eq. (A.III.25, 31 et 32).

b) Lorsque la diffusion intervient autour de défauts géométriques contenus dans le plan d'un joint de phases, deux cas sont à envisager :

- la transformation de phases est impossible ou très lente, dans ce cas la diffusion dans les deux phases est du type stationnaire, Eq. (A.III.31 et 32).
- la transformation de phases est possible et très rapide, le flux total de matière allant des zones en compression vers les zones en extension se décompose en deux parties, un transport de matière à composition constante respectant la composition de l'alliage $J_A^{\beta 1}$ et J_B^{β} (A.III.34) et un flux supplémentaire $J_A^{\beta 2}$ permettant la transformation de phases. Le flux total de matière est donné par l'équation (A.III.35).

III. DONNEES NUMERIQUES CONCERNANT LES COEFFICIENTS DE DIFFUSION ET LES ENERGIES D'ACTIVATION DANS LES LAITONS (*)

III.1. COEFFICIENT DE DIFFUSION ET ENERGIE D'ACTIVATION

Dans le tableau A.III.2 sont reportés les principaux résultats relatifs aux coefficients de diffusion et énergies d'activation dans les laitons α et β . Les valeurs des coefficients de diffusion et des énergies d'activation à 650°C pour les concentrations $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$ sont obtenues par extrapolation à partir des figures A.III.7 et 8. Comme on peut le remarquer sur la figure A.III.7, la diffusion dans la phase β est beaucoup plus rapide que dans la phase α ($D_{\text{Cu}^* \text{ ou Zn}^*}^{\beta} / D_{\text{Cu}^* \text{ ou Zn}^*}^{\alpha} \sim 200$) et dans les deux phases le zinc diffuse plus vite que le cuivre, 3,9 fois dans la phase α et 2,1 fois dans la phase β . Ce dernier résultat est en accord avec ceux de LANDERGREN et INMAN [28]. Les énergies d'activation extrapolées sont comparables pour les deux constituants d'une même phase et plus élevées dans la phase α que dans la phase β .

III.2. DIFFUSION AUX JOINTS DE PHASES

Il n'existe à notre connaissance aucune donnée concernant la diffusion aux joints de phases dans les laitons. L'obtention de joint de phases $\alpha - \beta$ plans et de grandes dimensions par des méthodes de diffusion en phase solide devrait permettre d'effectuer des mesures de diffusion le long du joint de phases.

III.3. FACTEUR THERMODYNAMIQUE (d'après les données de HARGREAVES [29])

La figure A.III.9. représente la variation du rapport pression de vapeur/concentration en fonction de la concentration pour différentes températures dans les laitons α et β .

Le facteur thermodynamique déduit de la pente est constant entre 550°C et 700°C et vaut $\phi = 3,7$.

(*) Une grande partie des données numériques de ce paragraphe provient de [1]

a)

Zn		Cu		cZat de Zn	Ref
D_0 $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$	Q kcal/mole	D_0 $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$	Q kcal/mole		
0,62	41,2	0,85	44,5	27	(*)
0,73	40,7	0,34	41,9	31	(**)

(*) INMAN M.C., JOHNSTON D., MERCER W.L., SHUTTLEWORTH,
Proc. 2d Radioisotopes Conf. Oxford (1954) II, 85.

(**) HINO J., TOMIZUKA C., WERT C., Acta Met., 5 (1957) 41.

b)

Zn		Cu		cZat de Zn	Ref.
D_0 $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$	Q kcal/mole	D_0 $\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$	Q kcal/mole		
0,031	23,33	0,038	25,01	45	(*)
0,019	21,9	0,020	23,3	47	(***)
0,0035	18,78	0,011	22,04	47	

(***) KUPER A.B., LAZARUS D., MANNING J.R., TOMIZUKA C.,
Phys. Rev. 104 (1956) 1536.

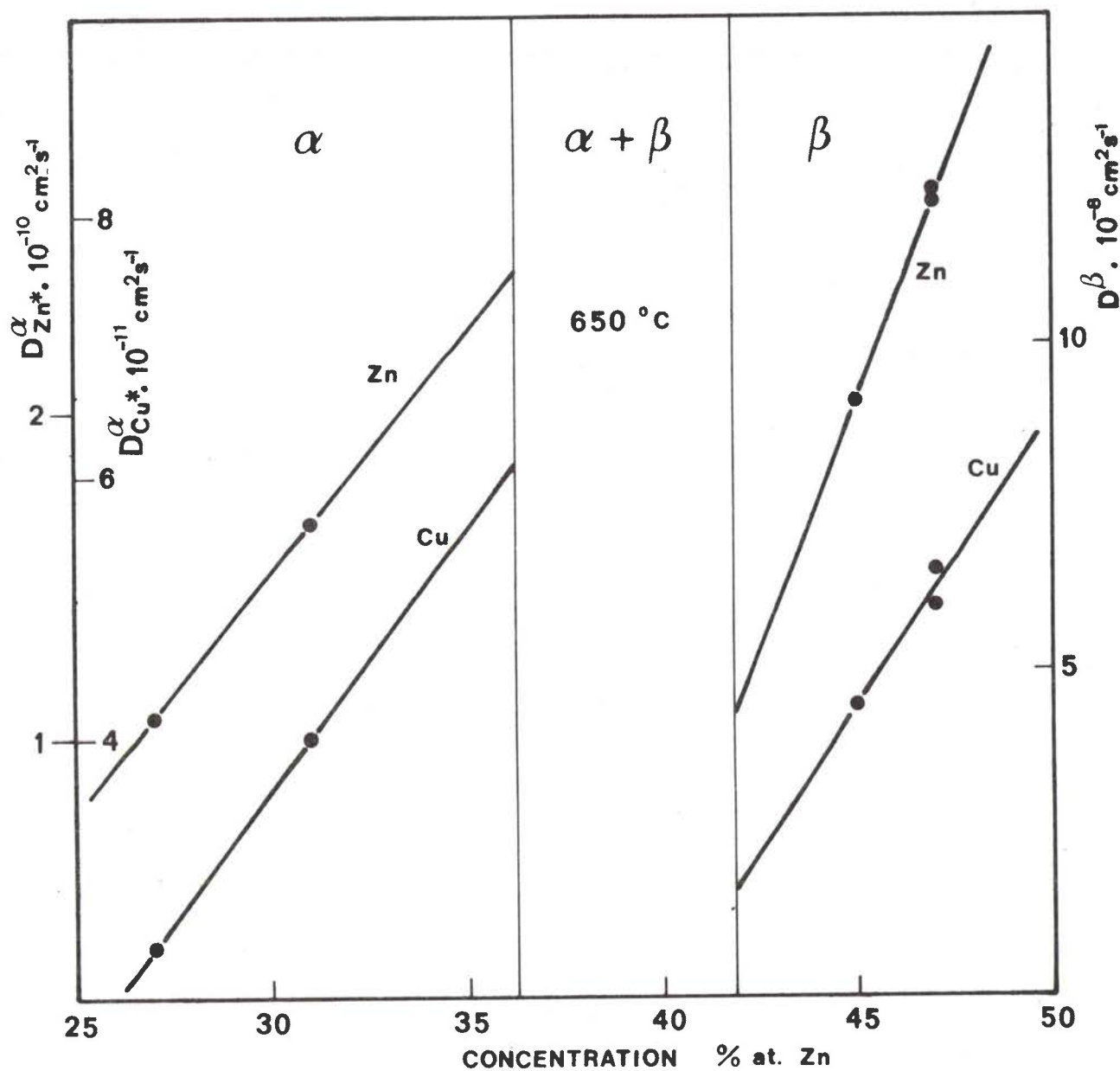
Tableau AIII.2

Valeurs du coefficient préexponentiel D_0 et de l'énergie d'activation Q
en fonction de la concentration en zinc

a) dans la phase α du laiton

b) dans le plan β du laiton

D'après ADDA Y. et PHILIBERT J.. (1)



Pour $C_{\alpha\beta} = 36,3 \text{ \% at. Zn}$; $D_{Cu}^{\alpha} = 6,1 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$; $D_{Zn}^{\alpha} = 24 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$

Pour $C_{\beta\alpha} = 41,9 \text{ \% at. Zn}$; $D_{Cu}^{\beta} = 1,7 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$; $D_{Zn}^{\beta} = 4,3 \cdot 10^{-8} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$

Fig. AIII.7

Coefficients de diffusion du cuivre et du zinc dans les phases α et β du laiton. Valeurs extrapolées à 650 °C pour les concentrations limites $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$

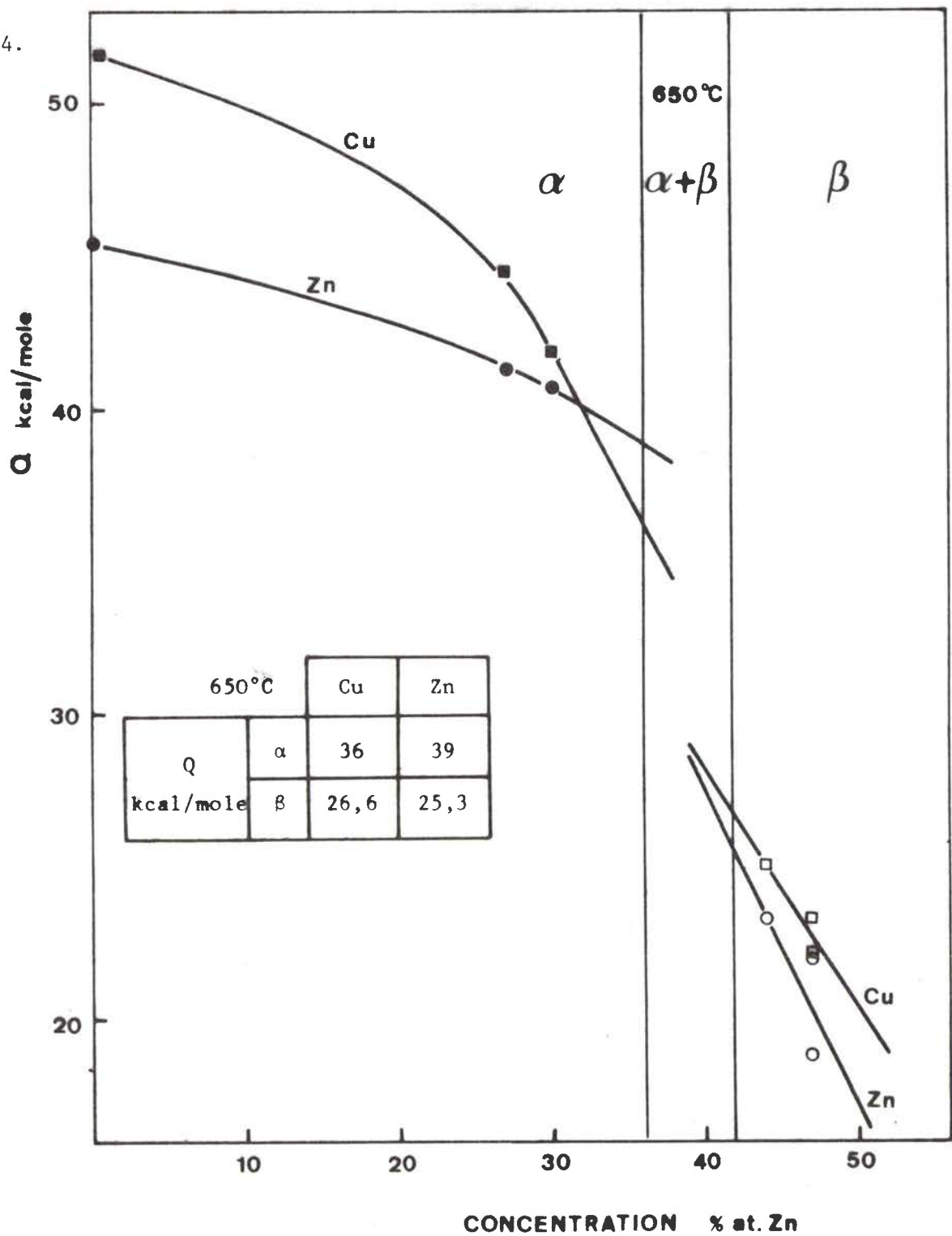


Fig. AIII.8

Energie d'activation pour la diffusion du cuivre et du zinc dans les phases α et β du laiton. Valeurs extrapolées à 650°C pour les concentrations limites $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$

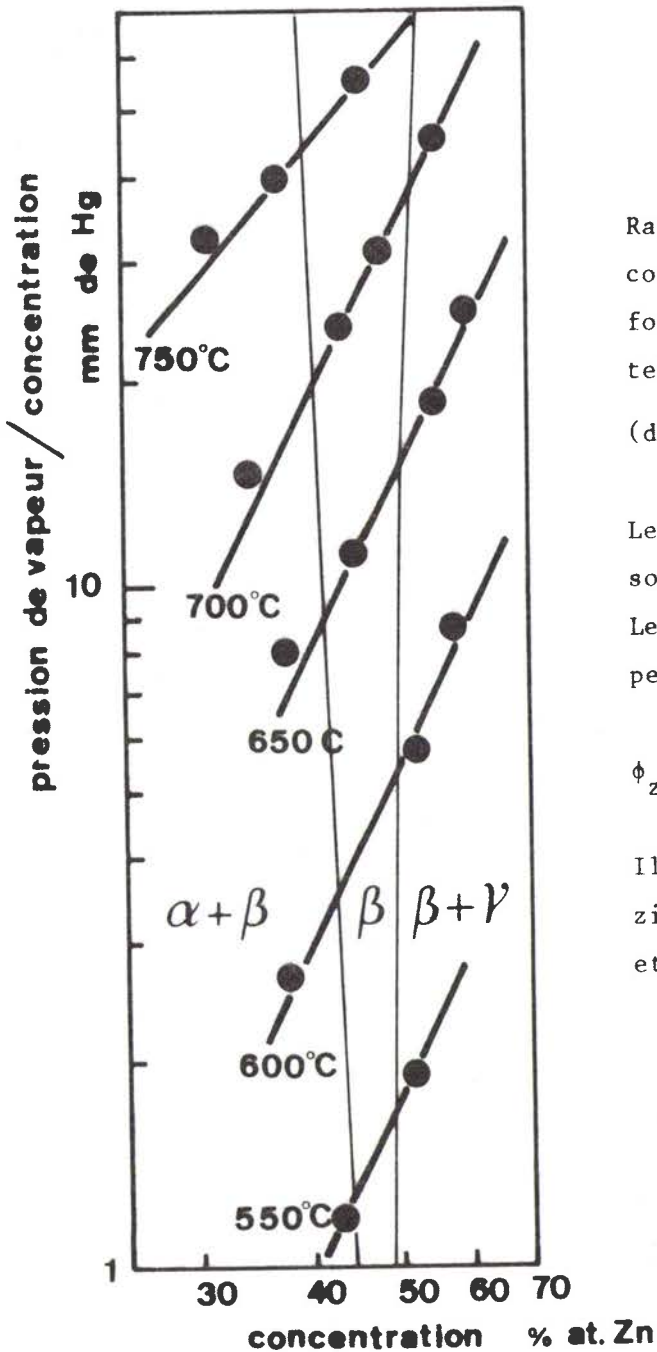


Fig. AIII.9

Rapport entre la pression de vapeur et la concentration dans la phase β du laiton en fonction de la concentration pour différentes températures

(d'après les données R. HARGREAVES - 29)

Les points situés à l'extérieur du domaine β sont obtenus par extrapolation.

Le facteur thermodynamique se déduit de la pente des courbes par :

$$\phi_{\text{zn}} = 1 + \frac{\partial \log p_{\text{Zn}} / n_{\text{Zn}}}{\partial \log n_{\text{Zn}}} = 1 + \frac{\partial \log \gamma_{\text{Zn}}}{\partial \log n_{\text{Zn}}}$$

Il est indépendant de la concentration en zinc et de la température (de 550°C à 700°C) et vaut

$$\phi = 3,7$$

BIBLIOGRAPHIE

1. Y. ADDA, J. PHILIBERT, La diffusion dans les solides P.U.F., Paris (1966).
2. J.P. POIRIER, Plasticité à haute température des solides cristallins, EYROLLES, 61 Bd Saint Germain (1976).
3. P.G. SHEWMON, Diffusion in Solids, McGraw-Hill Co., New York (1963) 122.
4. B.A. CHIN, G.M. POUND et W.D. NIX, Met. Trans., 8A (1977) 1517.
5. J. WEERTMAN, Trans. TMS. AIME, 218 (1960) 207.
6. O.D. SHERBY et P.M. BURKE, "Mechanical Behavior of Crystalline Solids at Elevated Temperature", Progr. Mater. Sci., 13 (1968).
7. C. HERRING, J. Appl. Phys., 21 (1950) 437.
8. F.R.N. NABARRO, Deformation of Crystal by the Motion of Single Ions . Strength of Solids, Phys. Soc. London (1948) 75.
9. A.H. COTTRELL et M.A. JASWON, Proc. Roy. Soc. 199 (1948) 104.
10. B.A. CHIN, G.M. POUND et W.D. NIX, Met. Trans. 8A (1977) 1517.
11. J. FEDER, C. RUSSELL, J. LOTHE et G.M. POUND, Adv. Phys. 15 (1966) 111.
12. B. BURTON et B.D. BASTOW, Acta Met. 21 (1973) 13.
13. H. JONES et G.M. LEAK, Acta Met., 14 (1966) 21.
14. E.D. HONDROS, Phys. Stat. Sol., 21 (1967) 375.
15. J. FRIEDEL, Dislocations, Pergamon Press, New York (1964) 410.
16. H. SUZUKI, Sci. Rep. Inst. Tohoku Univ., A4 (1952) 455; A7 (1955) 194.

17. G. SCHOECK, Phys. Rev., 102 (1956) 1458.
18. J.C. FISCHER, Acta Met., 2 (1954) 9.
19. P.A. FLINN, Trans. TMS AIME, 218 (1960) 145.
20. M. ASARO, O. UZURI et E. TANAKA, Trans. Japan Inst. Metals, 9 (1968) 349.
21. C.M. SELLARS et A.G. QUARRELL, J. Inst. Metals, 90 (1961-62) 329.
22. W.R. CANNON et O.D. SHERBY, Met. Trans., 1 (1970) 1030.
23. B.A. CHIN, W.D. NIX et G.M. POUND, Met. Trans., 8A (1977) 1523.
24. M.V. RAO et W.D. NIX, Scripta Met. , 7 (1973) 1255.
25. G. BREBEC et J.P. POIRIER, Acta Met., 23 (1975) 125.
26. K. MONNA, H. SUTO et H. DIKAWA, J. Jap. Inst. Met., 28 (1964) 192.
27. U. LENDERGREN, Jernkant. Ann. 140, 6 (1956) 401.
28. M.C. INMAN, J. Inst. of Metals, London, 81 (1953) 744.
29. R. HARGREAVES, J. Inst. of Metals, London, 64 (1939) 115.

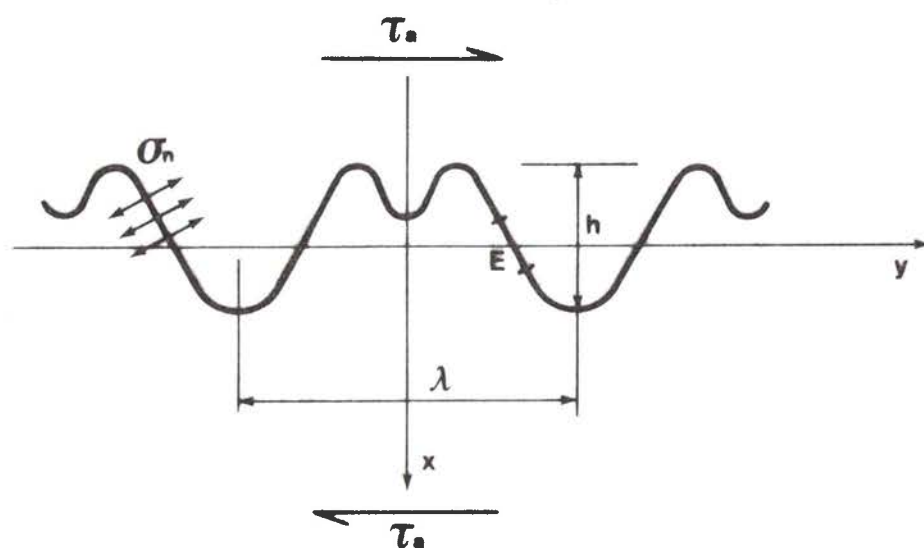


Fig. A.IV.1

Schéma d'un joint de grain périodique

ANNEXE IV

GLISSEMENT AUX JOINTS DE PHASES ACCOMMODE PAR DIFFUSION AVEC TRANSFORMATION DE PHASE

RAJ et ASHBY ont proposé un modèle où le glissement aux joints de grains est contrôlé par la diffusion autour de défauts géométriques contenus dans le plan d'un joint dont la forme reste stable au cours du glissement. La vitesse de glissement est proportionnelle à la contrainte appliquée, à un facteur de structure caractérisant les défauts géométriques et au coefficient d'autodiffusion (en volume ou au joint de grains). Ce modèle élaboré pour le fluage des corps purs ou des solutions solides diluées peut s'étendre aux solutions solides concentrées dans la mesure où il est possible de définir un coefficient de diffusion, ainsi qu'au joint de phases si on admet que celui-ci est constitué de deux solutions solides concentrées sans interaction mutuelle. Après avoir rappelé le modèle de RAJ et ASHBY pour les corps purs, nous montrerons qu'il est possible de l'étendre aux solutions concentrées et aux joints de phases sans transformation à l'état solide. Nous établirons dans le cas où une transformation de phases est possible la relation entre la vitesse et la contrainte.

GLISSEMENT AUX JOINTS DE GRAINS ENTRE DEUX CORPS PURS OU DEUX SOLUTIONS SOLIDES DILUEES

Cette approche du glissement aux joints de grains est essentiellement macroscopique. La matière est considérée comme un continuum où l'on peut appliquer les théories classiques de l'élasticité et de la diffusion.

Considérons un joint dont les défauts ont un axe de symétrie d'ordre deux perpendiculaire au plan moyen du joint et dont la forme est représentée par une fonction périodique paire (Fig. A. IV. 1). Si on admet que les dérivées premières sont finies, on peut le décrire par une série de FOURIER.

$$x = \sum_1^{\infty} h_n \cos \frac{2\pi}{\lambda} ny \quad (\text{A. IV. 1})$$

CONTRAINTE NORMALE σ_n

Lorsque le joint est soumis à un effort de cisaillement τ_a parallèle au plan moyen du joint, les contraintes normales σ_n qui apparaissent au niveau du joint s'écrivent par symétrie

$$\sigma_n = \gamma \sum_1^{\infty} \alpha_n \sin \frac{2\pi}{\lambda} ny \quad (\text{A. IV. 2})$$

où γ est un coefficient homogène à une contrainte.

L'équilibre mécanique dans le plan du joint conduit à :

$$\tau_a \lambda - \int_{-\lambda/2}^{+\lambda/2} \sigma_n \frac{dx}{dy} dy = 0 \quad (\text{A. IV. 3})$$

$$\text{d'où } \gamma = - \frac{\tau_a \lambda}{\pi \sum_1^{\infty} n \alpha_n h_n} \quad (\text{A. IV. 4})$$

ACCOMMODATION PAR DIFFUSION

Un joint contenant des défauts géométriques, rectangulaires dans la figure (A. IV. 2), ne peut glisser sans la présence d'un processus accommodateur. Dans un joint de grains, le processus accommodateur est identique dans les deux parties constituant le bicristal. La figure A. IV. 2 a et b considère uniquement la partie supérieure du bicristal accolée à un solide indéformable. La cisssion appliquée τ_a développe sur les faces latérales du défaut des contraintes normales de compression et d'extension. Le flux de matière (ou de lacunes en sens inverse) J_α allant des zones en compression vers les zones en extension permet à la partie supérieure du bicristal de glisser de la quantité ℓ_α . La figure A. IV. 2 c et d considère la partie inférieure du bicristal qui grâce au flux J_β (égal à J_α dans un bicristal) glisse de ℓ_β de sorte que le déplacement relatif global des deux parties du bicristal vaut $\ell_\alpha + \ell_\beta$.

Supposons que le glissement se fasse à vitesse constante et que les puits et sources pour les lacunes soient situés uniquement au joint. Ceci signifie que la divergence du flux est nulle à l'intérieur du cristal ou de façon équivalente que le laplacien du potentiel chimique est nul :

$$\nabla^2 \left[\mu(x, y) - \mu_L(x, y) \right] = 0 \quad (\text{A. IV. 5})$$

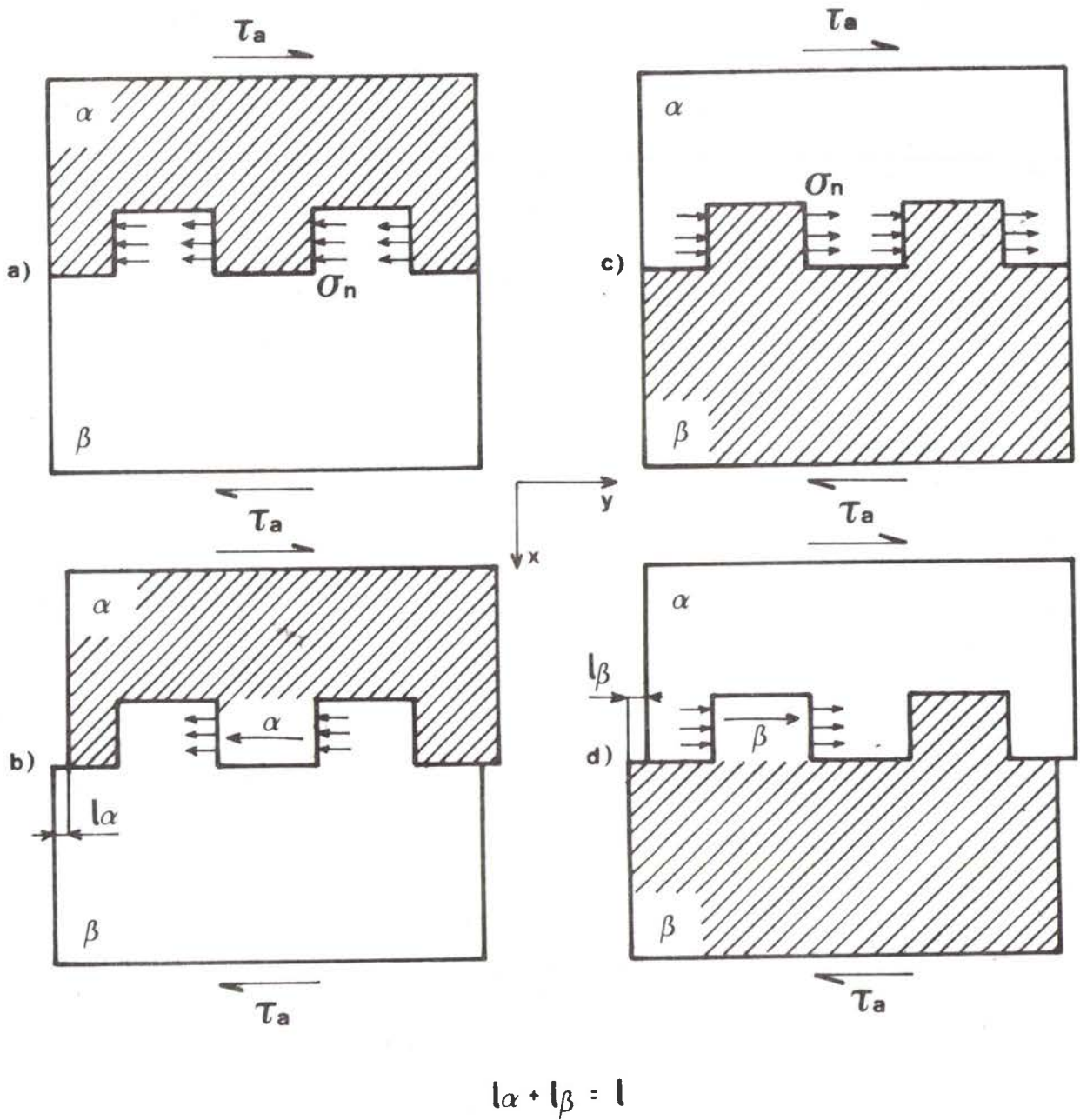


Fig. A.IV.2

Accommodation par diffusion dans un bicristal biphasé

a), b) Accommodation dans la phase α

c), d) Accommodation dans la phase β

Pour obtenir le flux de lacunes à l'intérieur des cristaux, il faut résoudre cette équation en tenant compte des conditions aux limites qui sont essentiellement des conditions d'équilibre chimique, mécanique (Eq. A. IV. 4) et de compatibilité pour le glissement au joint.

A l'équilibre, le potentiel chimique des lacunes au joint est relié à la contrainte normale par

$$\mu - \mu_L = \mu_0 - \sigma_n \Omega$$

où Ω est le volume atomique et σ_n la contrainte normale au joint, μ_0 est le potentiel chimique des lacunes en l'absence de contrainte et μ le potentiel chimique des atomes.

L'équation de compatibilité pour le glissement s'obtient en écrivant que le glissement total ℓ résulte du transport de matière par les flux

$$J_\alpha \text{ et } J_\beta \quad (J_\alpha = J_\beta \text{ pour un bicristal})$$

Considérons l'élément E du joint de la figure (A. IV. 1) représenté en figure A. IV. 3 et afin de pouvoir utiliser les équations pour le joint de phases, nous envisagerons séparément les deux demi-cristaux.

Dans un système de référence fixe par rapport au défaut géométrique, les deux demi-cristaux se déplacent de ℓ_α et ℓ_β ($\ell = \ell_\alpha + \ell_\beta$ est le déplacement relatif du cristal α par rapport au cristal β).

Le volume de matière arrivant dans l'élément E du joint pendant le temps Δt pour expression :

$$\Delta t \cdot \Omega \left[J_{av} \Delta S + \left\{ J_b (\vec{r} + d\vec{r}) - J_b (\vec{r}) \right\} \frac{\delta}{2} \right]$$

- où
- Ω est le volume atomique
 - ΔS la surface de l'élément E
 - δ l'épaisseur du joint
 - J_{av} le flux de matière (ou de lacunes en sens inverse) en volume.
 - J_b le flux de matière (ou de lacunes en sens inverse) dans le joint.

Ce volume contribue à déplacer le cristal α dans la direction y de $v_\alpha \Delta t$ c'est à dire un volume de $v_\alpha \Delta t \Delta S \sin \theta$ où v_α est la vitesse de glissement exprimée dans le repère fixe et on peut écrire :

$$v_\alpha = \frac{\Omega}{\Delta S \sin \theta} \left[J_{av} \Delta S + \left(J_b (\vec{r} + d\vec{r}) - J_b (\vec{r}) \right) \frac{\delta}{2} \right]$$

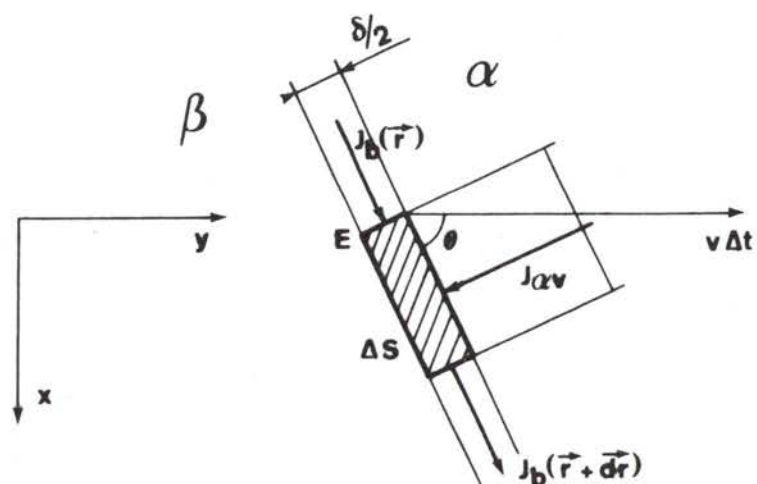


Fig. A.IV.3

Schéma de l'élément E de la figure A.IV.1

Si on confond le plan du joint avec le plan (0, y) on introduit seulement une erreur de second ordre sur la vitesse si $h \ll \lambda$ et une erreur de l'ordre de $\sqrt{2}$ si $h \sim \lambda/2$ [1]. Comme $J_{\alpha v}$ est un flux en volume, il ne sera fonction que de y et n'aura qu'une composante suivant x soit $J_v^x(0, y)$. De même J_b est un flux le long du joint qui possède une composante suivant y et ne dépend que de y, soit $J_b^y(y)$

L'approximation précédente permet également d'écrire que

$$\operatorname{tg} \theta = \frac{dx}{dy} \sim \sin \theta \quad \text{et} \quad \frac{\Delta S}{\Delta y} = \cos \theta \sim 1$$

et l'équation précédente devient :

$$\frac{v_\alpha}{\Omega} \frac{dx}{dy} = J_{\alpha v}^x(0, y) + \frac{\delta}{2} \frac{d J_b^y(y)}{dy} \quad (\text{A. IV. 6})$$

Pour le cristal 2 on obtient de même :

$$\frac{v_\beta}{\Omega} \frac{dx}{dy} = J_{\beta v}^x(0, y) + \frac{\delta}{2} \frac{d J_b^y(y)}{dy}$$

et la vitesse de glissement $v = v_\alpha + v_\beta$ de α par rapport à β

$$\frac{v}{\Omega} \frac{dx}{dy} = J_{\alpha v}^x(0, y) + J_{\beta v}^x(0, y) + \delta \frac{d J_b^y(y)}{dy} \quad (\text{A. IV. 7})$$

avec $J_{\alpha v}^x = J_{\beta v}^x$ pour un bicristal.

Pour la suite, nous considérerons comme RAJ et ASHBY le cas du bicristal mais en ne prenant en compte qu'une moitié du bicristal.

Les flux de matières sont reliés aux potentiels chimiques par

$$J_v(x, y) = \frac{D_v}{\Omega k T f_v} v \left[\mu(x, y) - \mu_L(x, y) \right]$$

$$J_b^y(y) = \frac{D_b}{\Omega k T} \frac{d [\mu(x, y) - \mu_L(x, y)]}{dy} \quad (\text{A. IV. 8})$$

D_v et D_b sont les coefficients de diffusion en volume et aux joints des tra-
ceurs, f_v le facteur de corrélation, T la température absolue et k la constante
de Boltzmann.

La solution de l'équation (A. IV. 5) doit admettre comme conditions aux limites :

$$\begin{aligned}\mu(0, y) - \mu_L(0, y) &= \mu_0 - \Omega \gamma \sum_1^{\infty} \alpha_n \sin \frac{2\pi}{\lambda} ny \\ \mu(\infty, y) - \mu_L(\infty, y) &= \mu_0\end{aligned}\quad (\text{A. IV. 9})$$

et peut s'écrire :

$$\begin{aligned}\mu(x, y) - \mu_L(x, y) &= \sum_1^{\infty} A_n \exp - \left(\frac{2\pi nx}{\lambda} \right) \sin \frac{2\pi ny}{\lambda} + c \\ \text{avec } c &= \mu_0 \quad \text{et } A_n = -\Omega \gamma \alpha_n\end{aligned}$$

en remplaçant dans (A. IV. 8)

$$\begin{aligned}J_v^x(0, y) &= \frac{D_v}{\Omega kT f_v} \Omega \gamma \sum_1^{\infty} \frac{2\pi n}{\lambda} \alpha_n \sin \frac{2\pi ny}{\lambda} \\ \frac{d J_b^y(0, y)}{dy} &= \frac{D_b}{\Omega kT} \Omega \gamma \sum_1^{\infty} \left(\frac{2\pi n}{\lambda} \right)^2 \alpha_n \sin \frac{2\pi ny}{\lambda}\end{aligned}\quad (\text{A. IV. 10})$$

En introduisant les quantités (A. IV. 10) dans (A. IV. 6) nous obtenons

$$\frac{\gamma}{kT} \sum_1^{\infty} \alpha_n \left(n \frac{D_v}{f_v} + \frac{\pi \delta}{\lambda} n^2 D_b \right) \sin \frac{2\pi}{\lambda} ny = - \frac{v}{\Omega} \sum_1^{\infty} n h_n \sin \frac{2\pi}{\lambda} ny$$

Cette équation doit être vérifiée pour tout y , donc

$$\begin{aligned}\frac{\gamma}{kT} \alpha_n \left(n \frac{D_v}{f_v} + \frac{\pi \delta}{\lambda} n^2 D_b \right) &= - \frac{v}{\Omega} n h_n \\ \text{et } \alpha_n &= - \frac{v k T}{\Omega \gamma} h_n \frac{1}{\frac{D_v}{f_v} + \frac{\pi \delta}{\lambda} n D_b}\end{aligned}$$

En remplaçant la valeur trouvée pour α_n dans l'équation (A. IV. 4), la vitesse v de glissement devient :

$$v = \frac{1}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v}{f_v} \frac{1}{\sum_1^{\infty} \left\{ \frac{h_n^2 / h^2}{\frac{1}{n} + \frac{\pi \delta}{\lambda} \frac{D_b}{f_v}} \right\}} \quad (\text{A. IV. 11})$$

La contrainte normale dans le plan du joint est donnée par

$$\sigma_n (0, y) = - \frac{\tau_a \lambda}{\pi h} \frac{\sum_1^{\infty} \left\{ \frac{1}{1 + \frac{\pi n}{\lambda} f_v \frac{\delta D_b}{D_v}} \sin \frac{2\pi}{\lambda} ny \right\}}{\sum_1^{\infty} \left\{ \frac{nh_n^2 / h^2}{1 + \frac{\pi n}{\lambda} f_v \frac{\delta D_b}{D_v}} \right\}} \quad (\text{A. IV. 12})$$

Nous utiliserons par la suite pour simplifier les calculs une forme de joint sinusoïdale de hauteur $h/2$ décrite par :

$$x = \frac{h}{2} \cos \frac{2\pi}{\lambda} y$$

Les expressions (A. IV. 11) et (A. IV. 12) deviennent alors

$$v = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v}{f_v} \left\{ 1 + \frac{\pi}{\lambda} f_v \frac{\delta D_b}{D_v} \right\} \quad (\text{A. IV. 13})$$

$$\sigma_n (0, y) = - 2 \frac{\tau_a \lambda}{\pi h} \sin \frac{2\pi}{\lambda} y \quad (\text{A. IV. 14})$$

Dans le cas du bicristal, les équations (A. IV. 11) et (A. IV. 13) doivent être multipliées par deux pour obtenir la vitesse relative de cisaillement, elles sont alors analogues à (A. IV. 9) et (A. IV. 11) de RAJ et ASHBY.

Remarques :

a) Pour les températures élevées, la diffusion en volume est plus rapide que celle aux joints de grains et le coefficient sans dimension $M = \frac{\pi}{\lambda} f_v \frac{\delta D_b}{D_v}$ est négligeable devant 1.

La vitesse de glissement est alors proportionnelle à la cission appliquée τ_a , à un facteur de structure caractérisant les défauts λ/h^2 et au coefficient de diffusion en volume D_v .

b) Pour les températures moyennes M est grand devant 1 et la vitesse est proportionnelle à τ_a , au coefficient de diffusion aux joints de grains et à un facteur de structure $1/h^2$, indépendant de la période des défauts.

Application aux bicristaux de solutions solides concentrées.

Le modèle précédent est directement applicable si on adopte pour coefficient de diffusion les valeurs déterminées en annexe III c'est à dire en comparant les équations (A. III. 25) à l'équation (A. IV. 8) on obtient :

$$v = \frac{8}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_h}{f_v} \left\{ 1 + \frac{\pi}{\lambda} \frac{\delta D_b}{D_h / f_v} \right\} \quad (\text{A. IV. 15})$$

avec $D_h = n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*}$ pour l'alliage homogène.

En comparant les équations (A. III. 13) et (A. III. 14) à l'équation (A. IV. 8) on obtient pour le régime stationnaire :

$$v = \frac{8}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} D_{st} \left\{ 1 + \frac{\pi}{\lambda} \frac{\delta D_b}{D_{st}} \right\} \quad (\text{A. IV. 16})$$

avec

$$D_{st} = \frac{(n_A D_{A^*} + n_B D_{B^*}) D_{A^*} D_{B^*}}{f_v D_{A^*} D_{B^*} + n_A n_B (D_{A^*} - D_{B^*})^2} \quad \text{si } L_{AB} \neq 0$$

$$D_{st} = \frac{D_{A^*} D_{B^*}}{n_A D_{B^*} + n_B D_{A^*}} \quad \text{si } L_{AB} = 0$$

Le cas de l'alliage homogène semble peu vraisemblable, car si les deux espèces ont des mobilités différentes, un gradient de concentration va s'établir qui aura pour effet de diminuer la mobilité de l'espèce la plus rapide et d'accélérer la plus lente. Pour le glissement en régime stationnaire, nous ne retiendrons que le second cas (Eq. A.IV.16) qui correspond à un transport de matière à composition constante.

Application aux bicristaux biphasés

a) La transformation de phase est impossible.

Le bicristal est composé de deux solutions solides α et β sans interaction que l'on peut analyser séparément ($J_{\alpha v}^x \neq J_{\beta v}^x$ dans A.IV.7)

Les vitesses de glissement provenant de l'accommodation dans chacune des phases α et β s'expriment par les équations (A. IV. 16) dans lesquelles les coefficients

D_{st} , f_v , n_A , n_B , D_{A^*} et D_{B^*} sont affectés respectivement des indices α et β .

La vitesse totale de cisaillement est

$$v = v^\alpha + v^\beta = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} (D_{st}^\alpha + D_{st}^\beta) \left[1 + \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\delta D_b}{D_{st}^\alpha + D_{st}^\beta} \right] \quad (\text{A. IV.18})$$

b) La transformation de phase est possible

Pour fixer le sens de la transformation, nous adopterons les mêmes hypothèses que dans l'annexe III, II.2.c, c'est à dire que :

$$D_{A^*}^\alpha > D_{B^*}^\alpha \quad \text{et} \quad D_{A^*}^\beta > D_{B^*}^\beta$$

la transformation de phase impossible dans α est rendue possible dans β par un départ supplémentaire de l'élément A.

Nous avons montré en annexe III (Eq. A. III. 35) que le flux total de matière dans la phase β s'écrit alors :

$$\begin{aligned} J_A^\beta + J_B^\beta &= - \frac{1}{kT\Omega f^\beta} \left[D_{B^*}^\beta + n_A^\beta (D_{A^*}^\beta - D_{B^*}^\beta) \right] \nabla(\mu_A^\beta - \mu_L^\beta) \\ &= - \frac{1}{kT\Omega f^\beta} \left[n_A^\beta D_{A^*}^\beta + n_B^\beta D_{B^*}^\beta \right] \nabla(\mu_A^\beta - \mu_L^\beta) \end{aligned} \quad (\text{A. IV. 19})$$

donc la vitesse de glissement associée à l'accommodation avec transformation de phase a pour expression :

$$v^\beta = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v^\beta}{f^\beta} \left[1 + \frac{2\pi}{\lambda} f^\beta \frac{\delta D_b}{D_v^\beta} \right] \quad (\text{A. IV. 20})$$

avec $D_v^\beta = n_A^\beta D_{A^*}^\beta + n_B^\beta D_{B^*}^\beta = D_h^\beta$

Dans la phase α on aura :

$$v^\alpha = \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} D_v^\alpha \left[1 + \frac{2\pi}{\lambda} \frac{\delta D_b}{D_v^\alpha} \right] \quad (\text{A. IV. 21})$$

avec $D_v^\alpha = D_{st}^\alpha$ donné par (A. IV. 16)

et la vitesse totale de glissement sera $v = v^\alpha + v^\beta$

	D_{A^*}	D_{B^*}	$\frac{D_{B^*}}{f_v}$	$\frac{n_A(D_{A^*}-D_{B^*})}{f_v}$	$\frac{D_h}{f_v}$	$\frac{D_{st}}{L_{AB} \neq 0}$	$\frac{D_{st}}{L_{AB} = 0}$
α en $10^{-11} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$	24	6,1	7,8	8,3	16,1	8,4	9,8
β en $10^{-9} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$	43	17	23,4	15	38,4	22,8	29,3

$n_A^\alpha = 0,363$	$n_B^\alpha = 0,637$	Avec transformation de phase	Sans transformation de phase
$n_A^\beta = 0,419$	$n_B^\beta = 0,581$		
$f_v^\alpha = 0,781$	$f_v^\beta = 0,727$		

Tableau A.IV.1

Coefficients de diffusion intervenant dans l'expression des flux dans les différents cas envisagés. Il apparait que la matière transportée lorsque la transformation de phase est possible, est supérieure d'environ 50 % à celle transportée lorsque la transformation est impossible.

Remarque :

La vitesse de glissement résultant d'une accommodation dans la phase β avec transformation de phase est supérieure à celle obtenue dans le cas où la transformation n'est pas possible.

En effet, si on suppose pour simplifier que la diffusion dans la phase α est très lente par rapport à celle dans β , les vitesses sont proportionnelles à $D_v^\beta / f_v^\beta = n_A^\beta D_{A^*}^\beta + n_B^\beta D_{B^*}^\beta / f_v^\beta$ dans le premier cas et à

$$D_v^\beta = D_{st}^\beta = D_{A^*}^\beta D_{B^*}^\beta / (n_A^\beta D_{B^*}^\beta + n_B^\beta D_{A^*}^\beta) \text{ dans le second cas.}$$

Le tableau A. III. 1 montre que dans le cas du laiton, le premier est supérieur au second d'environ 50 %.

c) Déplacement des défauts géométriques (dans le cas où la transformation de phase est possible et rapide).

Considérons un joint de phases dans un repère attaché au défaut dans sa position initiale. Le flux total $J_A^\beta + J_B^\beta$ qui a été décomposé en $J_A^{\beta 1}$ et $J_A^{\beta 2}$ (annexe III, Eq. A. III. 17) contribue dans sa totalité au déplacement par glissement de la phase β . Cependant, $J_A^{\beta 1}$ correspond à un transport à composition constante alors que $J_A^{\beta 2}$ est utilisé au niveau du joint pour produire la transformation de phase ($J_A^{\beta 2}$ est essentiellement constitué de l'élément A puisque $D_{A^*}^\beta > D_{B^*}^\beta$). Dans le cas de la fig. A. IV.4, l'élément A arrivant par le flux $J_A^{\beta 2}$ dans la zone en extension produira une surconcentration au joint qui disparaîtra dans la phase α en produisant la transformation $\alpha \rightarrow \beta$. C'est le phénomène inverse qui transformera la phase β en phase α dans les zones en compression.

Le résultat de ces transformations a pour effet de déplacer le défaut dans le sens opposé au glissement de la phase β (dans un repère lié au défaut géométrique). Soient $C_{\alpha\beta}$ et $C_{\beta\alpha}$ les compositions limites des phases α et β à la température T.

La quantité de matière nécessaire pour produire la transformation de phase est proportionnelle à $C_{\alpha\beta} - C_{\beta\alpha}$ de sorte que la relation de comptabilité pour le glissement (Eq. A.IV. 6) accommodé dans la phase β sera modifiée comme suit :

$$\frac{v_\alpha (C_{\beta\alpha} - C_{\alpha\beta})}{\Omega} \frac{dx}{dy} = J_A^{\beta 2} + \frac{\delta}{2} \frac{dJ_b}{dy} \quad (\text{A. IV. 22})$$

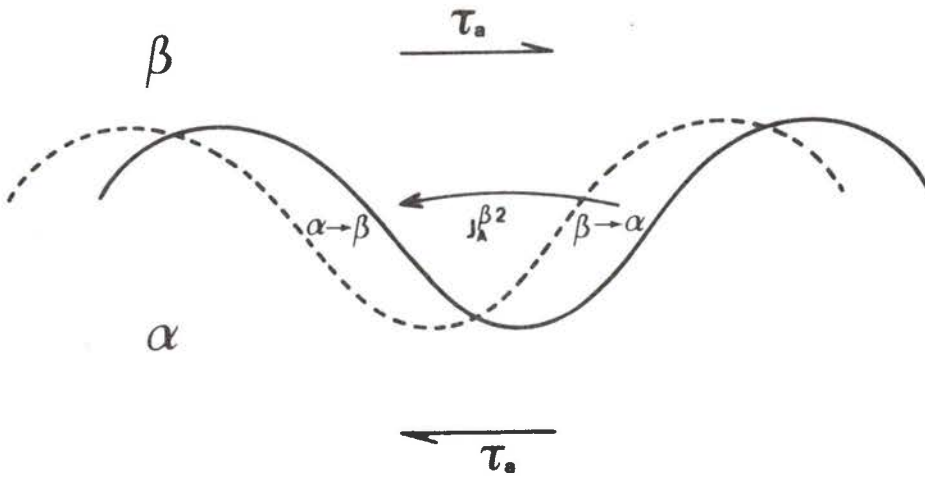


Fig. A.IV.4

Déplacement des défauts géométriques résultant de la transformation de phases

avec ici
$$J_A^{\beta 2} = - \frac{1}{kT\Omega f^\beta} n_A^\beta (D_{A^*}^\beta - D_{B^*}^\beta) \nabla(\mu_A^\beta - \mu_L^\beta) \quad \text{Eq. (A.III.35)}$$

v_α étant alors la vitesse de déplacement du défaut dans le joint de phases.

Par un raisonnement analogue, nous obtenons :

$$v_d = \frac{1}{C_{\beta\alpha} - C_{\alpha\beta}} \frac{4}{\pi} \frac{\tau_a \Omega}{kT} \frac{\lambda}{h^2} \frac{D_v^\beta}{f^\beta} \left\{ 1 + \frac{\pi}{\lambda} \frac{\delta D_b}{D_v^\beta / f^\beta} \right\} \quad (\text{A. V. 23})$$

avec
$$D_v^\beta = n_A^\beta (D_{A^*}^\beta - D_{B^*}^\beta)$$

Conclusion

Le modèle développé par RAJ et ASHBY pour le glissement aux joints de grains dans des matériaux purs ou des solutions solides diluées peut s'appliquer aux joints de grains dans les solutions solides concentrées à condition de choisir pour coefficient de diffusion celui qui correspond à un état stationnaire de diffusion, c'est à dire à un transport de matière de composition constante. Dans le cas d'un joint de phases entre deux solutions solides concentrées, le modèle s'applique également si on considère séparément les deux phases dans leur contribution propre au glissement. Si une transformation de phases est possible et suffisamment rapide, la vitesse de glissement résultante est plus élevée et cette transformation déplace les défauts géométriques dans le sens opposé au glissement dans la phase β à une vitesse qui peut être très grande devant la vitesse de glissement (Si $D_{A^*}^\beta \gg D_{B^*}^\beta$).

BIBLIOGRAPHIE

1. R. RAJ, M.F. ASHBY, Met. Trans., 2 (1971) 1113.