

**Comportement en fluage d'un alliage
Cu-2Cr-0.3Zr
aux températures intermédiaires.**

Thèse présentée à l'Institut de Métallurgie Structurale
Université de Neuchâtel

Pour l'obtention du titre de Docteur ès Sciences

par
Corinne Dubois
Diplômée en Métallurgie et Sciences des Matériaux
Institut National des Sciences et Techniques Nucléaires
Université de Paris XI-Orsay

Directeur de thèse : Prof. M. A. Morris

Jury :
- Prof. D.G. Morris
- Prof. B. Ilchner
- Prof. J.L. Strudel

1996

IMPRIMATUR POUR LA THESE

**Comportement en fluage d'un alliage Cu-Cr-0,3Zr
aux températures intermédiaires
de Mme Corinne Dubois**

**UNIVERSITE DE NEUCHÂTEL
FACULTE DES SCIENCES**

La Faculté des sciences de l'Université de
Neuchâtel sur le rapport des membres du jury,

Madame M. Morris (directrice de thèse),
Messieurs D. Morris, B. Lischner (Lausanne)
et J.-L. Strudel (Paris)

autorise l'impression de la présente thèse.

Neuchâtel, le 11 décembre 1996

Le doyen :
R. Dändliker

R. Dändliker

SOMMAIRE

PREAMBULE	p. 7
A / INTRODUCTION	p. 10
I / Généralité sur le fluage	p. 10
1.1 / <u>Description des courbes de fluage</u>	p. 10
1.2 / <u>Influence de la contrainte sur la vitesse de déformation aux températures intermédiaires</u>	p. 10
1.3 / <u>Dépendance en température de la vitesse de déformation</u>	p. 11
1.3.1 / L'énergie d'activation	p. 11
1.3.2 / Le mécanisme thermiquement activé, introduction au volume d'activation	p. 12
1.4 / <u>Comportement en fluage du cuivre pur</u>	p. 14
1.4.1 / La dépendance en contrainte de la vitesse de déformation	p. 14
1.4.2 / La dépendance en température de la vitesse de déformation	p. 16
1.4.3 / La sous-structure de déformation	p. 18
II / Fluage des matériaux durcis par la présence d'une deuxième phase dispersée	p. 20
11.1 / <u>Influence des particules sur le comportement en fluage des alliages</u>	p. 23

II.2 / <u>Interprétation du fluage en terme de contrainte effective</u>	p. 23
II.2.1 / La contrainte en retour	p. 24
II.2.2 / La contrainte seuil	p. 26
II.3 / <u>Mécanismes de déformation de matériau comportant une deuxième phase dispersée</u>	p. 26
II.3.1 / Mécanismes athermiques de dépassement des particules	p. 27
II.3.2 / Mécanismes thermiquement activés de dépassement des particules	p. 30
II.3.2.1 / Origine de la contrainte critique	p. 30
II.3.2.2 / Description des processus de montée	p. 32
II.4 / <u>Les lois de comportement en fluage</u>	p. 34

B / TECHNIQUES EXPERIMENTALES p. 40

I / Le matériau p. 40

II / Observation de la microstructure avant l'essai de fluage p. 42

II.1 / Observation qualitative de la microstructure p. 42

II.2 / Préparation des lames minces pour l'observation au microscope électronique en transmission p. 42

II.3 / Observation quantitative de la microstructure p. 43

III / Les essais mécaniques p. 43

III.1 / l'éprouvette de fluage p. 43

III.2 / <u>La machine de fluage</u>	p. 44
III.4 / <u>Détermination des paramètres de fluage</u>	p. 46
III.4.1 / Détermination de l'exposant de contrainte n	p. 47
III.4.2 / Détermination de l'énergie d'activation Q_c	p. 47
III.4.3 / Détermination du volume d'activation V^*	p. 48
IV/ Observations des échantillons flués	p. 49
C / RESULTATS	p. 52
I / La microstructure avant l'essai de fluage	p. 52
I.1 / <u>La taille de grain</u>	p. 52
I.2 / <u>La distribution des particules de chrome</u>	p. 52
II / Les courbes expérimentales	p. 55
III / La sous-structure après le fluage	p. 61
III.1 / <u>La distribution des particules de chrome</u>	p. 61
III.2 / <u>La sous-structure de dislocations</u>	p. 64
III.3 / <u>Répartition des différentes distribution de particules</u>	p. 74
IV / Les paramètres de fluage n, Q_c	p. 74
IV.1 / <u>La dépendance en contrainte de la vitesse de déformation</u>	p. 75

IV.2 / <u>La dépendance en température de la vitesse de déformation</u>	p. 77
V / Rationalisation des paramètres de fluage par l'utilisation du concept de la contrainte effective, σ_{eff}	p. 81
D / DISCUSSION	p. 84
I / Interprétation des variations d'exposants de contrainte par le concept de la contrainte effective	p. 84
I.1 / <u>Signification des valeurs élevées de l'exposant de contrainte n</u>	p. 84
1.1.1 / Choix de l'exposant de contrainte	p. 86
1.1.2 / Interprétation de la variation de n suivant la température	p. 87
1.2 / <u>Interprétation de σ_p</u>	p. 89
1.2.1 / Identification du mécanisme de dépassement des particules	p. 90
1.2.1.1 / Comparaison de la contrainte seuil avec la contrainte d'Orowan	p. 91
1.2.1.2 / Comparaison avec les contraintes seuils proposées pour les mécanismes thermiquement activés de dépassement des particules	p. 92
1.2.1.3 / Choix du mécanisme de dépassement des particules	p. 94
1.3 / <u>Influence des particules dans l'organisation de la sous-structure de dislocations</u>	p. 97
1.3.1 / Validité de la relation d'addition	p. 97
1.3.2 / Comparaison avec la sous-structure de déformation obtenue dans le CuCrZr, avec celle généralement observée dans le cuivre pur lors de la déformation	p.101
II / Interprétation des fortes valeurs de l'énergie d'activation Q_c	p.102
II.1 / <u>Glissement thermiquement activé des dislocations</u>	p.104

II.2 / Nature de l'obstacle qui contrôle la vitesse de déformation p.106

II.3 / Confirmation suivant le volume d'activation p.106

E / CONCLUSION p.111

F / BIBLIOGRAPHIE p.114

PREAMBULE

PRÉAMBULE

Il existe une demande importante de la part des industries, notamment, de l'électronique, du nucléaire et de l'aérospatiale, d'alliages possédant de bonnes propriétés, mécaniques et conductrices, jusqu'aux hautes températures [1-4].

Le cuivre est, pour cela, un matériau fort intéressant. Il possède, en effet, des propriétés conductrices, à la fois thermique et électrique, une certaine résistance à la corrosion, et, un module de Young relativement faible qui lui permet de minimiser les contraintes thermiques. Sa facilité d'usinage et sa bonne formabilité en font également un matériau facile d'emploi [1, 2].

Toutefois, son application pour les hautes températures nécessite l'amélioration de sa résistance mécanique [1-4], des éléments d'addition ont alors été introduits afin de former des alliages correspondant aux exigences requises [2]. Les solutions solides qui ont ainsi pu être obtenues ont, certes, permis une augmentation de ses propriétés mécaniques, mais ont malheureusement causé, une diminution de ses propriétés conductrices [2]. Par contre, ces dernières n'étaient que faiblement altérées lorsque l'alliage se composait d'une seconde phase dispersée au sein de la matrice de cuivre pur.

Ce dernier type de matériau pouvait donc se révéler intéressant, si cette amélioration des propriétés mécaniques demeurait relativement stable en fonction de la température. Pour cela, la solubilité et la diffusivité des éléments d'addition devaient être faibles, pour limiter, respectivement, la dissolution ou la croissance des particules [1, 2]. La fraction volumique de précipités devait être, suffisamment grande, pour compenser toute perte de résistance associée à la croissance des particules, mais également, suffisamment faible, pour ne pas trop altérer la conductivité du cuivre [1].

Les alliages binaires CuCr et de CuZr ont permis de satisfaire à ces exigences [3, 4]. Bien que la solubilité du chrome et du zirconium dans le cuivre pur varie avec la température, la quantité d'éléments dissouts reste raisonnable à haute température. Même si ces alliages binaires possèdent des propriétés mécaniques supérieures à celles du cuivre, l'ajout d'un troisième élément a toutefois été envisagé. Il a, en effet, permis l'obtention d'une microstructure plus fine en influençant la taille de grain et la précipitation [3, 5]. Parmi les nombreux systèmes qui ont été étudiés, le plus intéressant s'est révélé être le CuCrZr [3, 5].

Etudier le fluage d'un matériau, c'est notamment tenter de prévoir à long terme son comportement, sous une contrainte constante, à une température donnée, en essayant de connaître les mécanismes qui régissent la déformation. Pour un alliage possédant une seconde phase dispersée, il est intéressant d'étudier l'évolution des particules au cours du temps et leur influence sur la résistance en fluage du matériau. Dans le cas d'alliages de cuivre, bien que quelques études à hautes températures aient été effectuées [6, 8], très peu abordent les propriétés obtenues au cours d'essais de fluage [2]. Lors de notre travail nous avons donc tenté d'aborder ce sujet afin de comprendre les mécanismes de déformation engendré la présence des précipités dans la matrice de cuivre. Nous avons, pour cela, déterminé les caractéristiques en fluage du CuCrZr par rapport à celles du cuivre pur, et, sur la base de différentes théories proposées pour les matériaux comportant une seconde phase dispersées, nous avons déduit une loi de comportement en fluage de notre matériau aux températures intermédiaires.

INTRODUCTION

A / INTRODUCTION

I/ Généralité sur le fluage

1.1/ Description des courbes de fluage

Le but d'une étude de fluage est la prévision à long terme, du comportement d'un matériau soumis à des conditions de contrainte et de température constantes. Dans la mesure où la déformation plastique se produit principalement par le mouvement de dislocations, la recherche s'est axée sur la compréhension de la nature des mécanismes qui leurs sont associés. Tout d'abord, en déduisant les vitesses de déformation grâce aux courbes expérimentales décrivant l'allongement subi par l'éprouvette au cours du temps, puis, en associant leur variation en fonction de la contrainte et de la température, à la sous-structure de dislocations développée lors de l'essai de fluage.

Le fluage se décrit donc par l'évolution de la vitesse de déformation au cours du temps. Après la mise en charge de l'éprouvette, celle-ci diminue fortement sur l'intervalle de temps qui définit le stade primaire, puis varie très lentement, jusqu'à devenir stationnaire lors du stade secondaire du fluage. Si la température est suffisante, il se produit, finalement, une accélération de la vitesse de déformation qui conduit à la rupture de l'éprouvette au stade tertiaire du fluage [7, 8].

L'observation de la sous-structure de déformation obtenue après un essai de fluage, permet d'interpréter les variations des vitesses de déformation. Initialement, la sous-structure peut se présenter, soit comme une répartition uniforme de dislocations [7, 8], soit composée de sous-grains faiblement désorientés et contenant une faible densité de dislocations [9]. La mise en charge de l'éprouvette provoque l'augmentation brutale de celles-ci [7, 8, 10], donc la croissance de la densité d'obstacles à leur mouvement, et conduit à la formation d'enchevêtrements et de dipôles [9, 11]. Les dislocations, par la suite, se regroupent en formant des "clusters", qui évoluent progressivement en parois de cellules [8, 11-13] ou de sous-grains [7]. L'établissement de la sous-structure de déformation débute ainsi au stade primaire du fluage et s'achève dans la période transitoire, entre le stade primaire et le stade secondaire [11, 14]. Le passage entre ces deux étapes de fluage ne se produit que si la sous-structure atteint un arrangement stable, en densité de dislocations et en taille de sous-grains, caractéristique de la contrainte qui a été utilisée durant l'essai [7, 8, 14].

1.2/ Influence de la contrainte sur la vitesse de déformation aux températures intermédiaires

Bien qu'une relation de type exponentielle puisse parfois traduire le comportement en fluage d'un matériau [7, 15], les vitesses de déformation obtenues aux températures intermédiaires sont souvent exprimées suivant une loi de type puissance, $\dot{\epsilon}_s = (\sigma_a)^n$, elles sont donc avantageusement reportées suivant le graphe $\dot{\epsilon}_s (\sigma_a)$, en coordonnées logarithmiques [7, 8, 11]. En chaque point de cette représentation, la tangente définit la sensibilité à la contrainte, n , de la vitesse de déformation. Une variation de n entre 4 et 7, a souvent été constatée pour la plupart des matériaux purs. Elle a été attribuée aux conditions expérimentales, au degré de pureté du matériau, à l'énergie de faute d'empilement, à la contrainte de friction ou simplement à un changement de mécanisme [7, 11, 15].

1.3/ La dépendance en température de la vitesse de déformation

1.3.1/ L'énergie d'activation

Dans la mesure où le comportement en fluage d'un matériau dépend de la température, il se produit grâce à un processus thermiquement activé. Sa vitesse de déformation peut alors s'exprimer suivant une équation d'Arrhénius [11, 14-16]:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 \exp - \frac{\Delta G}{k T} \quad (\text{A.1.1})$$

Si une droite est obtenue à partir du graphe $\ln \dot{\epsilon} (1/T)$, cette loi est valable. La valeur que l'on déduit directement de la pente est l'enthalpie d'activation, ΔH , qui ne diffère de l'énergie libre de Gibbs, ΔG , que lorsque cette dernière varie avec la température à contrainte constante [16].

À hautes températures, l'énergie d'activation du fluage ΔH ou Q_c a souvent été trouvée égale à l'énergie d'autodiffusion en volume Q_l du matériau [8]. Toutefois, pour les températures intermédiaires, de 0.4 à 0.7 T_f , T_f la température de fusion du matériau, il n'existerait aucune raison pour que la vitesse de déformation soit activée thermiquement par l'intermédiaire de la diffusion [11, 14]. En effet, dans cette gamme de températures plus basses, les énergies d'activation sont, non seulement, observées plus faibles, de 0.5 à 0.8 Q_l , mais décroissantes avec la température.

Ce changement dans la valeur de l'énergie d'activation serait interprété par un changement de mécanisme qui contrôle la vitesse de déformation [11]. L'énergie de diffusion en volume traduirait la montée des dislocations, et l'énergie d'activation apparente, qui est une fonction linéaire de la contrainte, caractériserait le glissement thermiquement activé contrôlé par

obstacles [11, 14]. Dans ce dernier cas, les processus concernés peuvent être, le glissement dévié [14], l'intersection de dislocations avec, les parois de cellules, les sous-joints [15], ou les arbres de la forêt de dislocations [17].

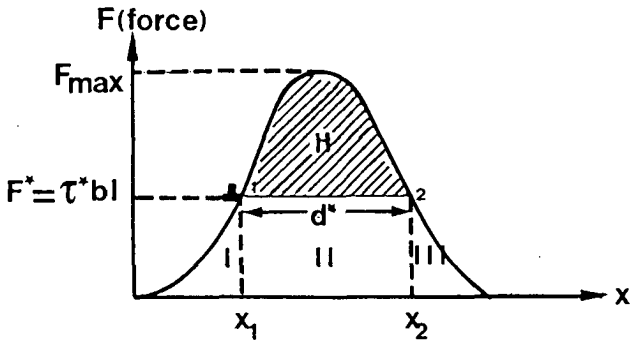
1.3.2/ Le mécanisme thermiquement activé, introduction au volume d'activation

Dans la mesure où, la déformation plastique d'un matériau cristallin s'effectue grâce à des processus activés thermiquement qui dépendent, du temps, de la température et de la vitesse de déformation, aux températures intermédiaires, ils peuvent toujours être analysés en termes de franchissement d'obstacles effectués par des segments de dislocations, aidés de la contrainte appliquée et de l'agitation thermique [14, 16]. La contrainte appliquée, pour déformer le cristal à une vitesse de déformation donnée, est alors une fonction décroissante de la température [11, 18].

Si l'on considère une dislocation isolée sur son plan de glissement, celui-ci contient des obstacles qui peuvent être classés en deux catégories [17-19, 20]. Ceux, qui possèdent un champ de contrainte qui agit sur des distances de l'ordre d'une dizaine de distances interatomiques voir plus grandes. Ces obstacles sont considérés athermiques car l'énergie nécessaire à leur dépassement est beaucoup trop importante pour être fournie par l'activation thermique. Ils sont principalement constitués par les champs de contraintes des autres dislocations présentes sur les plans de glissement parallèles, et les gros précipités. La seconde catégorie d'obstacles concerne ceux qui possèdent un champ de contrainte qui s'étend sur de faibles distances. Il s'agit de la friction de réseau, des précipités cohérents, du glissement dévié, de la montée des dislocations et des arbres constituant la forêt de dislocations. La barrière d'énergie qu'ils représentent pour la dislocation en mouvement, est suffisamment faible pour que les vibrations du réseau cristallin contribuent à leur dépassement. Elle peut être illustrée suivant un diagramme force distance (fig. A.1.1.) qui montre que l'énergie libre du système augmente au voisinage de l'obstacle, atteint un maximum puis diminue lorsque l'obstacle est dépassé [18, 21].

Si la dislocation est soumise à une contrainte, τ_a (fig. A.1.1.) elle peut glisser jusqu'à la position d'équilibre, notée 1. L'énergie mécanique, dans cet exemple, ne suffit pas au dépassement de l'obstacle, la dislocation demeure donc pressée contre cette barrière d'énergie. Elle adopte une forme qui dépend de la résistance de l'obstacle et des interactions existantes avec les autres dislocations présentes sur les plans de glissement voisins [20]. C'est l'action coopérative de la contrainte effective et de la température qui conduit la dislocation en position 2. L'énergie thermique a donc fourni le complément d'énergie nécessaire à la dislocation pour le dépassement de l'obstacle local. Elle peut, désormais, rapidement glisser jusqu'à l'obstacle suivant, sous l'action de la contrainte appliquée.

Fig. A.I.1. Le diagramme force distance qui permet de schématiser la barrière d'énergie thermique que doit surmonter la dislocation en mouvement [18].



La quantité d'énergie, ΔH^* , qui doit être fournie par l'agitation thermique pour surmonter l'obstacle local est donnée par la partie hachurée sous la courbe, entre x_1 et x_2 .

Le travail effectué par la contrainte effective lors de l'événement thermiquement activé est alors $W_2 = \tau^* b (x_2 - x_1)$ [20].

L'énergie totale, ΔH , qui est fournie lors de l'essai de fluage est donc égale à :

$$\Delta H = \Delta H^* + W_2$$

Par conséquent

$$\Delta H^* = \Delta H - V^* \tau^*$$

V^* est le volume d'activation $V^* = b l \Delta R$ avec $\Delta R = (x_2 - x_1)$, la distance sur laquelle se produit l'événement thermiquement activé.

ΔH^* est ainsi l'énergie d'activation totale pour le franchissement de l'obstacle par une dislocation de vecteur de Burger \vec{b} . Ce serait la valeur nécessaire à fournir lorsque la contrainte appliquée est nulle. Si cette dernière diffère de zéro, cette énergie diminue d'une quantité $\tau^* V^*$. V^* est dimensionnellement le volume d'activation. Elle est définie suivant l'expression $V^* = A^* \times b$ où A^* représente l'aire sur laquelle doit glisser la dislocation, de vecteur de Burger \vec{b} , au cours du mécanisme de déformation, pour se libérer de l'obstacle. Cette grandeur qui illustre, en fait, la dépendance en contrainte de l'enthalpie d'activation, permet l'identification du mécanisme qui contrôle la vitesse de déformation sous des conditions de températures et de contraintes données [18]. Sa valeur peut être faible, c'est le cas de la montée, ou au contraire, appréciable, c'est le cas pour l'intersection entre dislocations. Tout dépend, de la longueur, l , de dislocation impliquée dans le processus de dépassement, que détermine la force exercée par la contrainte appliquée. La hauteur et la largeur de l'obstacle ΔR sont également importantes, elles illustrent la distance sur laquelle la force agit durant l'activation thermique. Le tableau (A.I.1.) répertorie les valeurs caractéristiques de chaque mécanisme thermiquement activé [18, 19].

1.4/ Comportement en fluage du cuivre pur

1.4.1/ La dépendance en contrainte de la vitesse de déformation

Le rassemblement des résultats concernant le fluage du cuivre pur [22-28], sur une large gamme de contraintes et de températures, a été effectué par Raj et Langdon [29-32]. En y ajoutant, leurs résultats ainsi que ceux de Rétima et Cornet [33], nous avons pu constater qu'à partir des températures intermédiaires, $0.5 T_f$, mais également, à des valeurs supérieures à $0.75 T_f$ [26], une dépendance exponentielle, de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte, pouvait être observée. Cependant, la loi puissance demeure celle qui est la plus souvent retenue pour exprimer la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation. D'une étude à l'autre, pour

Tab. A.I.1. Caractéristiques des mécanismes de déformation thermiquement activés. Suivant le concept géométrique de l'aire d'activation. ΔR est la distance d'activation, elle correspond à la distance que la dislocation parcourt sur l'obstacle, l est la longueur de dislocation qui participe au mécanisme de dépassement de l'obstacle [19].

Mécanisme	ΔR (b)	l (b)	observations
Peierls-Nabarro	≈ 1	1-20	V^* est indépendant de la déformation ; ΔH_0 est liée à l'énergie de ligne de la dislocation.
Trainage de défauts ponctuels	≈ 1	$1-10^3$	ΔH_0 est donnée par l'énergie de migration du défaut ponctuel.
Interaction avec les défauts ponctuels	< 10	$1-10^2$ *	V^* est lié à la concentration de défauts ponctuels qui contrôlent la déformation, et peut-être dépendant de la déformation si celle-ci altère la concentration ou la distribution des défauts considérés.
Intersection de dislocations	< 10	$> 10^3$ **	V^* doit décroître en fonction de la déformation lorsque la densité de la forêt de dislocations croît.
Mouvement non conservatif de crans	≈ 1	$10-10^3$	ΔH_0 est donnée par l'énergie d'autodiffusion ; s'applique exclusivement aux dislocations vis ; V^* doit dépendre de la déformation puisque l'espacement des crans provenant d'intersection décroît.
Montée	≈ 1	≈ 1	ΔH_0 est donnée par l'énergie d'autodiffusion ; exclusivement sur les dislocations coins.
Mouvement conservatif de crans	≈ 1	$10-10^3$	S'applique aux dislocations vis ; V^* dépend de la déformation comme le mouvement non conservatif de crans.
Glissement dévié	≈ 1	$10-10^2$	S'applique aux dislocations vis ; contrôle souvent la vitesse de déformation lorsque les dislocations sont très dissociées ; ΔH inclu le terme de constriction
Intersection de dipôles de dislocations	1-10	$> 10^3$ ***	V^* décroît lorsque la densité de dipôles croît avec la déformation.

* La densité de défauts ponctuels > 1 ppm

** La densité de la forêt de dislocations $< 10^9$ cm⁻²

*** La densité de dipôles $< 10^9$ cm⁻²

des conditions d'essais similaires, $0.57 T_f$ par exemple, différentes valeurs, variant ou non avec la température, ont été obtenues pour n , de 4.8, 5.8 et 6,3 [23, 25, 27]. Il est donc difficile, pour un matériau, de trouver une seule valeur qui s'associerait à un comportement en fluage donné. Pour les températures qui nous intéressent, entre 0.5 et 0.6 T_f , les exposants de contrainte sont autour de 4 et 5.

1.4.2/ La dépendance en température de la vitesse de déformation

Les valeurs d'énergie d'activation en fluage, Q_c , déduites des essais effectués sur des échantillons de cuivre [22-34] nous confirment qu'il existe une variation de l'énergie d'activation avec la température, de 0.05 à 3.3 fois l'énergie d'autodiffusion en volume du cuivre, Q_l , pour $T/T_f > 0.5$. Ceci est illustré à la figure (A.1.2) sur laquelle Q_c est reportée en fonction de T/T_f [29, 31].

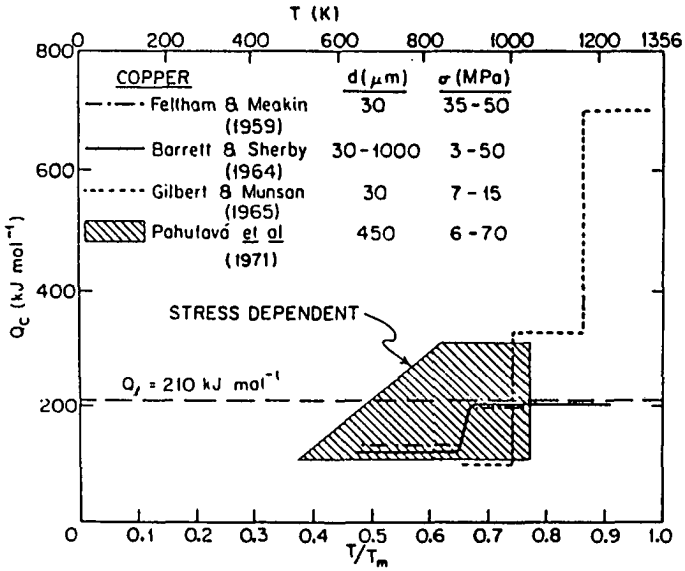
Les valeurs reportées, mise à part celles de Barrett et Sherby [25], ne tiennent pas compte de la variation en température du module de Young. Q_c qui représente l'énergie d'activation du fluage, est, par conséquent, plus élevée, de 5 kJmol^{-1} à $0.4 T_f$ jusqu'à 30 kJmol^{-1} à T_f [29].

Aux faibles températures et aux fortes contraintes, Q_c semble inférieure à Q_l , tandis qu'elle lui est similaire aux fortes températures et aux faibles contraintes. La vitesse de déformation a été observée dépendante de la taille de grain, seulement dans la première de ces deux régions. La transition entre les deux domaines se situerait à $0.65 T_f$ [25], bien qu'une valeur plus élevée, $0.75 T_f$, ait été obtenue par ailleurs [26] et qu'il ait été suggéré que cette transition devait être fonction de la taille de grain [25].

Certains auteurs ont obtenu une énergie d'activation pour le fluage du cuivre dépendante de la contrainte [23, 26, 27, 29, 31, 33], alors que d'autres n'en ont vu aucune [25]. Des valeurs nettement supérieures à Q_l ont été constatées pour les contraintes les plus fortes [26, 27, 33]. Elles seraient influencées par la recristallisation aux fortes températures et aux vitesses de déformation élevées.

Seules les données de Feltham et Meakin [27] et de Pahutova [23] sont réparties sur un même large domaine de contraintes et de températures. Mais il existe une différence d'un ordre de grandeur entre les tailles de grains de leur matériau, leurs valeurs d'exposants de contraintes sont donc observées très différentes. Des recherches ont montré que pour des diamètres inférieurs à $100 \mu\text{m}$, l'influence de cette taille de grain sur la vitesse de déformation au stade stationnaire augmenterait lorsque la taille de grains diminuerait. Les données de Rétima et Cornet [33] n'ont

Fig. A.I.2. Rassemblement de divers résultats concernant la variation d'énergies d'activation du fluage, obtenues pour le cuivre pur, en fonction de la température [29, 31].



pu être influencées par la taille de grains car celle-ci est 150 μm supérieure à sa limite d'influence sur la vitesse de déformation .

Sherby et Barrett [25] bien que n'ayant pas obtenus d'énergie d'activation qui variait avec la contrainte appliquée, ont tout de même calculé un volume d'activation. Celui-ci, indépendant de la contrainte, a été évalué à $680b^3$. Il leur a permis de suggérer que le mécanisme qui contrôlait la vitesse de déformation pouvait être le mouvement non conservatif de crans sur une dislocation vis. Ceci a été confirmé par Pahutova [27], pour les faibles vitesses de déformation.

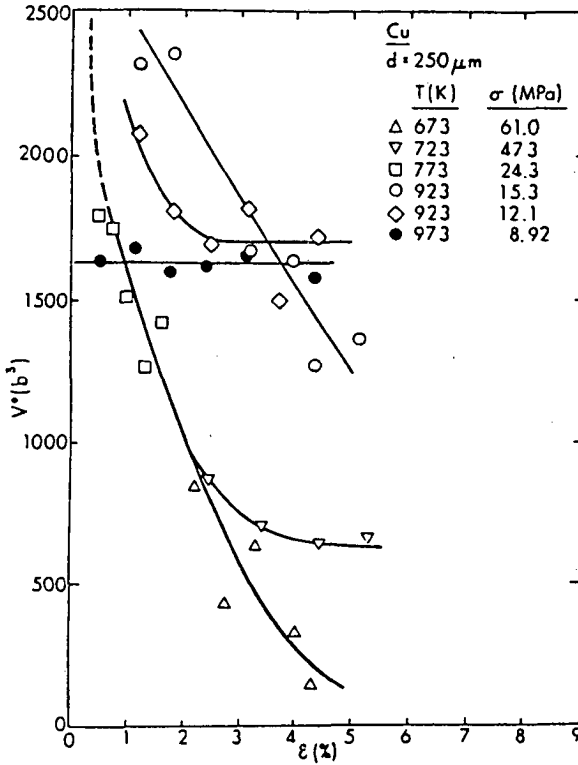
En observant les énergies d'activation qu'ils avaient obtenu, Retima et Cornet [33] ont rejeté la loi puissance qui traduit l'existence d'un équilibre entre le glissement rapide des dislocations et leur montée lente contrôlée par diffusion. Ils ont préféré considérer un mécanisme de glissement thermiquement activé des dislocations, comme le glissement dévié. Ils ont ainsi confirmé l'hypothèse de Poirier [35] qui suggèrait que deux mécanismes agissaient en parallèle, la montée, gouvernée par la diffusion et le glissement dévié. Raj et Langdon [30-32] ont passé en revue différents types de modèles faisant intervenir une variation de l'énergie d'activation avec la contrainte. Leurs mesures de volume d'activation (fig. A.1.3.) [29, 36] ont montré que celui-ci variait avec la quantité de déformation, aux plus faibles températures et aux fortes contraintes, mais qu'aux plus hautes températures, il demeurait indépendant de la déformation et de l'ordre de $1600b^3$. Ils en ont conclu qu'à hautes températures, la montée pouvait se produire tandis qu'aux températures intermédiaires, le glissement thermiquement activé des dislocations, à l'intérieur des cellules, devenait prépondérant. Pour ce dernier cas, ils supposaient que les dislocations pouvaient s'annihiler dans les parois de cellules en effectuant des glissements déviés.

1.4.3/ La sous-structure de déformation observées dans le cuivre pur.

Elle se décrit, soit en terme de cellules [24, 37-39], caractérisées par des écheveaux de dislocations, soit en terme de sous-grains [24, 40-42], avec des sous-joints parfaitement formés. Ces observations, effectuées au départ par la technique de figures d'attaque [40, 42], ont été confirmées par des observations au microscope électronique en transmission [41]. La sous-structure observée dépendrait de la vitesse de déformation. Pour $\dot{\epsilon}/D_1 \sim 10^{11} \text{m}^{-2}$, une sous-structure en cellules tendrait à être favorisée, alors que pour $\dot{\epsilon}/D_1 \sim 3 \cdot 10^8 \text{m}^{-2}$ ce seraient des sous-grains qui auraient été constatés [29].

L'angle de désorientation dans la sous-structure du cuivre augmenterait avec la déformation jusqu'à 0.68 Tf [43, 44], comme c'est le cas d'une structure cellulaire, mais resterait relativement

Fig. A.I.3. Mesures de volumes d'activation V^* effectuées par S.V. Raj sur le cuivre pur, en fonction de la déformation [29, 36].



constante au cours du stade stationnaire de la déformation. Il a souvent été remarqué que des sous-grains se formaient durant le stade stationnaire de la déformation. Raj et Langdon [29, 32] ont constaté que lorsque la vitesse de déformation pouvait s'exprimer comme une fonction puissance de la contrainte appliquée [45, 46], le cuivre possédait une sous-structure similaire à celle obtenue lors du fluage du chlorure de sodium. Ils ont ainsi observé des cellules et des sous-grains à la fois équiaxes et allongés, subdivisés par des sous-joints et des cellules secondaires. De larges sous-grains, contenant une forte densité de dislocations et un grand nombre de cellules équiaxes, côtoyaient, en alternance, des plus étroits, légèrement désorientés les uns par rapport aux autres. L'augmentation de la contrainte appliquée et de la vitesse de déformation produirait une destruction importante des cellules. Ceci impliquerait, une plus grande quantité de dislocations mobiles à l'intérieur des sous-grains, un épaississement des parois des cellules, ainsi qu'une diminution des parois de sous-joints secondaires. La conséquence serait finalement une modification de la loi de comportement en fluage pour le cuivre pur.

II/ Fluage des matériaux durcis par la présence d'une deuxième phase dispersée.

II.1/ Influence des particules sur le comportement en fluage des alliages

L'intérêt de la précipitation est constaté en observant les propriétés mécaniques de l'alliage par rapport à celles du matériau pur. La déformation et la rupture se produisent, en effet, à une contrainte appliquée d'autant plus élevée que la fraction volumique des particules est grande et que leur taille est petite [47-51].

Des éléments d'addition tels que Be, Cd, Cr, Co, Fe, Sn, Mg, Zr ont été utilisés pour obtenir un durcissement par précipitation des alliages de cuivre. Dans la mesure où leur solubilité varie avec la température, un traitement thermique adéquate de ces matériaux a permis l'obtention de fines distributions de particules. Si l'on considère l'alliage de CuCr par exemple, la solubilité du chrome dans le cuivre est de 0.89% à 1076.6°C et diminue jusqu'à 0.03% à 400°C [52]. A partir d'une solution solide sursaturée en chrome il se produit donc la précipitation de particules riches en chrome, métastables, sphériques ou quasi sphériques qui peuvent, suivant leur taille, être cohérentes ou non avec la matrice [5, 53, 54]. La solubilité du zirconium dans le cuivre est, quant à elle, de 0.11% at. à 950°C et diminuerait jusqu'à 0.038% à 838°C [55]. Dans un alliage à 0.3%at de Zr, la sursaturation conduit à la précipitation d'un intermétallique de formule Cu_5Zr [55] ou Cu_3Zr [56].

Le durcissement par dispersion d'oxyde, telles que Al_2O_3 , BeO_2 , SiO_2 , TiO_2 , a permis de maintenir la résistance d'un matériau jusqu'à des températures élevées, 1000°C [57]. Toutefois,

pour des températures intermédiaires, la précipitation a pu être constatée aussi stable que ces dispersoïdes, par conséquent, aussi efficace [5].

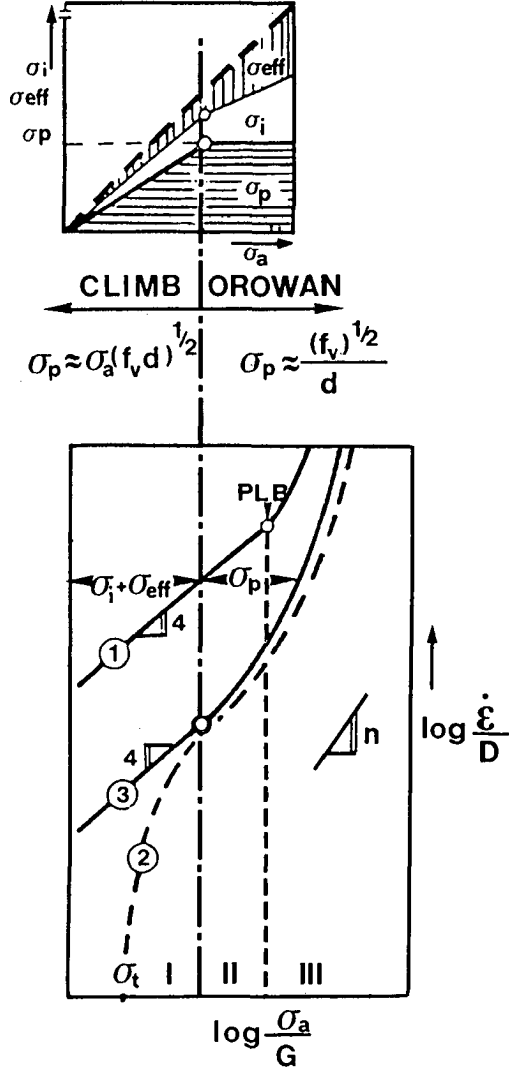
Les particules, en perturbant le mouvement des dislocations, provoqueraient en fait une double action durcissante [48, 58]. Elles agiraient directement, en ancrant, et en freinant les dislocations, en diminuant, par conséquent, leur libre parcours moyen. Mais également, indirectement, en influençant la répartition et la multiplication des dislocations lors de la déformation.

Ainsi, pour obtenir la même vitesse de déformation qu'une matrice exempte de particule, une énergie supplémentaire, mécanique ou thermique, devra être fournie à l'alliage comportant une seconde phase dispersée. Ceci se caractérise par une forte dépendance en contrainte et en température de la vitesse de déformation.

Contrairement à ce que suggèrerait l'emploi de la loi puissance, les valeurs de la sensibilité à la contrainte, peuvent, non seulement, être très élevées, mais également, varier avec la température, lorsque la gamme de contrainte sur laquelle sont effectués les essais est suffisamment grande [58, 59]. Elles peuvent aussi présenter une évolution en fonction de la contrainte [58-61], soit en augmentant fortement lorsque cette dernière s'approche d'une contrainte critique en dessous de laquelle aucun fluage n'a été perçu (courbe 2 fig. A.II.1.), soit en présentant deux valeurs différentes aux faibles et aux fortes contraintes appliquées. Les différentes régions qui résultent de cette évolution de l'exposant de contrainte ont été associées à des changements de mécanismes. De la montée, dans la région I, au contournement d'Orowan, dans les régions II et III (fig. A.II.1.). On note que pour le matériau exempt de particules, courbe 1, il existe également une contrainte à partir de laquelle la loi puissance n'est plus valable et doit être remplacée par une loi de type exponentiel.

La loi puissance, habituellement employée pour les matériaux purs, ne peut donc plus être utilisée pour décrire le comportement en fluage de ces alliages. Dans la mesure où la vitesse de déformation est fortement liée à la microstructure induite lors de la déformation du matériau, deux suggestions ont été proposées pour expliquer ces variations d'exposant de contrainte [58, 62]. La première consiste à considérer l'existence de deux processus de déformation A et B dont chacun posséderait un exposant de contrainte n_A et n_B avec $n_B > n_A$. Le plus lent des mécanismes dominerait le comportement en fluage du matériau de telle sorte que n tendrait soit vers n_A , aux fortes contraintes, soit vers n_B , aux faibles contraintes. Toutefois, dans la mesure où les théories ne prédisent que de faibles valeurs de sensibilité à la contrainte, l'existence d'une asymptote verticale pour une contrainte critique a plutôt été attribuée à la présence d'une contrainte seuil. Un terme relatif à l'évolution de la microstructure du matériau contenant une dispersion de particules a donc été introduit dans l'équation de vitesse de déformation. Le comportement en fluage est donc traduit, non pas en fonction d'une contrainte appliquée mais en

Fig. A.II.1. Représentation de la dépendance en contrainte de la vitesse de déformation de matériaux qui contiennent une deuxième phase dispersée. G est le module de cisaillement, D le coefficient de diffusion [60].



fonction d'une contrainte effective, qui illustre que la déformation du matériau ne se produit non plus sous la totalité de la contrainte appliquée, mais sous partie de celle-ci, la contrainte effective.

II.2/ Interprétation du fluage en terme de contrainte effective

Ce concept de contrainte effective avait déjà été introduit dans le cadre de matériaux purs ou monophasés [63-66]. Après une chute de contrainte, la vitesse de déformation obtenue avait, en effet, été constatée plus faible que celle mesurée lorsque l'échantillon subissait le fluage directement sous la contrainte réduite. Ceci a été expliqué en introduisant l'existence d'une contrainte, σ_0 , correspondant à la résistance développée au cours de la déformation contre le mouvement de la dislocation. Un matériau ne fluait donc plus sous la totalité de la contrainte appliquée, mais sous la contrainte réduite, la **contrainte effective**.

L'application de cette idée à des matériaux contenant une dispersion de particules a permis de rationaliser, les fortes valeurs d'exposants de contrainte et d'énergies d'activation, ainsi que leurs variations observées, au cours de différents essais de fluage d'alliages comportant une deuxième phase dispersée. Elle permettait, en effet, quelque soit le type de matériau étudié, l'obtention de valeurs relativement uniformes de n et Q_c , semblables à celles obtenues pour les matériaux exempts de particules, dans une gamme de contraintes et de températures similaire. Ceci révélait que les mécanismes de déformation thermiquement activés présents dans la matrice, avec ou sans particule, pouvaient finalement se révéler semblables.

La contrainte effective a été introduite, dans l'équation de fluage, en soustrayant, à la contrainte appliquée σ_a , une contrainte σ_0 , liée à la microstructure du matériau.

$$\dot{\epsilon} = A (\sigma_a - \sigma_0)^{n_0} \quad (\text{A.II.1})$$

n_0 est alors constant et inférieur à n , n étant l'exposant de contrainte apparent déterminé expérimentalement en appliquant l'équation (A.I.1).

Cette contrainte σ_0 , illustre donc la résistance qu'offre le matériau à la déformation. Elle peut être considérée, dans une première approche, comme la mesure de la contribution des particules pour empêcher le mouvement des dislocations. Le nom qu'on lui attribue, dépend de son évolution avec les différents paramètres que sont, la température, la composition et la quantité de déformation. Il peut s'agir en effet, d'une **contrainte en retour** [61, 64, 67, 68, 70-73], ou d'une **contrainte seuil** [58, 70, 73, 75, 77]. Il réside souvent une confusion quant au choix du terme à utiliser pour la décrire, c'est pourquoi il nous semble nécessaire de préciser le contexte dans lequel chacune de ces contraintes est employée.

II.2.1/ La contrainte en retour

La **contrainte en retour** résulte d'interactions existantes entre les dislocations mobiles et la sous-structure développée lors du fluage [61, 64, 66-68, 70-73, 84]. Elle varie, par conséquent, en fonction des conditions expérimentales, c'est-à-dire, de la température, de la contrainte et de la déformation. Suivant la théorie utilisée pour expliquer le comportement en fluage d'un matériau, elle peut-être qualifiée de contrainte de **friction** σ_0 , ou de contrainte **interne** σ_i , son nom dépend, de la méthode employée pour sa détermination et du mécanisme, la *restauration* ou le *glissement thermiquement activé des dislocations* [72], considéré comme contrôlant la vitesse de déformation.

Dans le cas de la restauration, c'est-à-dire, lors de la croissance du réseau tridimensionnel de dislocations, la déformation ne se produit que sous l'action d'une contrainte appliquée suffisamment importante pour libérer athermiquement la dislocation de ses points d'ancrage, c'est-à-dire des noeuds du réseau tridimensionnel de dislocations. Dans ce modèle, le temps que la dislocation passe à glisser entre chaque obstacle est négligeable comparé à celui durant lequel elle demeure bloquée. La **contrainte de friction** est alors la contrainte minimale nécessaire à fournir pour que la dislocation puisse glisser ; le processus thermiquement activé qui contrôle la vitesse de déformation ne peut donc se produire en dessous de cette valeur critique. Le fluage est alors gouverné par la différence entre la contrainte appliquée et la contrainte de friction [70, 71], c'est-à-dire sous l'action d'une contrainte effective qui définit, la taille, donc la croissance, du réseau tridimensionnel de dislocations développé durant le fluage [70]. Caractéristique de la sous-structure existante au stade stationnaire de la déformation, elle est le paramètre qui relie la contrainte appliquée à la densité des dislocations non associées aux sous-joints, $\sigma_a = \sigma_0 + \alpha \mu b \sqrt{\rho}$, où σ_a la contrainte appliquée, σ_0 est la contrainte de friction, α une constante quasi égale à 1, μ le module de cisaillement et ρ la densité de dislocations [68]. Dans le cas d'un matériau comportant une seconde phase dispersée, on remarque qu'il existe une différence de vitesse de déformation avec le matériau pur. Ceci a été attribué au ralentissement survenue dans la croissance du réseau due à la présence de la dispersion [70]. Cette dernière serait effectivement responsable de la diminution de la vitesse de réarrangement et d'annihilation des dislocations. Dans la mesure où cette contrainte retour agit sur le réseau de dislocations, un terme qui a été adopté pour la contrainte de friction, est la contrainte en retour du réseau [61, 73].

La contrainte de friction est caractéristique de la sous-structure à l'état stationnaire. Elle est influencée par la présence des sous-grains, des forces de réseau, des atomes de soluté, de la taille et de la distribution des particules [65, 74]. Elle caractérise les "facteurs structuraux" autres que ceux qui prennent part à la déformation et qui freinent le mouvement de la dislocation. Parce que

dans les métaux de structure compacte, contrairement aux cubiques centrés, cette contrainte de friction est faible, peu de variations d'exposant de contrainte ont pu être observées d'un métal à l'autre, la valeur moyenne n , généralement, été déterminée à 4. La présence de solutés ou d'une dispersion de particules, en perturbant le réseau cristallin, modifie la contrainte de friction, les sensibilités à la contrainte présentent donc des valeurs différentes de celles obtenues pour la matrice exempte d'élément d'addition. On a donc pu associer à un fort exposant de contrainte, une valeur importante de la contrainte de friction [61, 64, 67, 68, 70-72].

Lorsque l'on considère le cas où la vitesse de déformation est contrôlée par le *glissement thermiquement activé des dislocations* plutôt que par la croissance du réseau tridimensionnel de dislocations, le temps que les dislocations passent à glisser devient comparable, sinon plus grand, que celui passé contre l'obstacle [61, 73, 84]. Dans la mesure où le durcissement provoqué par l'ensemble des dislocations est à l'origine de la **contrainte interne**, celle-ci a été qualifiée de "contrainte en retour des dislocations" [61, 66, 73, 84]. La sous-structure de dislocations développée lors de la déformation devient hétérogène, la contrainte interne, faible au départ, augmente donc en cours de déformation. Elle varie d'un point à l'autre de l'échantillon [75], en favorisant ou non, le mouvement de la dislocation. Son existence a été introduit afin d'interpréter des expériences de chutes de contrainte au cours desquelles des vitesses négatives avaient été observées [71, 73, 74]. En effet, une déformation négative ne pouvait être perçue que dans la mesure où la chute de contrainte était suffisante pour occasionner une contrainte appliquée inférieure à la contrainte interne, le mouvement des dislocations se produisait donc sous l'action de cette dernière.

Cette contrainte interne provenait du durcissement provoqué par l'existence des particules, incluant les enchevêtrements de dislocations aux particules, les joints de grains, qui exercent une contrainte en retour longue portée, et les dislocations à l'intérieur du sous-grains [80]. Le processus de glissement a donc lieu sous une contrainte effective, il faut en effet fournir de l'énergie mécanique pour lutter contre le durcissement provoqué par la déformation avant de continuer à déformer [61, 73].

Ces deux contraintes retour dépendent, au cours du stade stationnaire, de la contrainte appliquée et de la température. Puisqu'elles sont associées à l'évolution de l'hétérogénéité de la sous-structure produite ou existante lors de la déformation, elles augmentent en cours du fluage, tant que l'état stationnaire n'est pas atteint. Le rôle de la contrainte effective n'est pas le même suivant que la contrainte interne ou la contrainte de friction intervient dans sa définition. Ainsi elle représente, dans le premier cas, la force motrice pour le mouvement des dislocations, et elle permet, dans le second cas, le contrôle la taille du réseau de dislocations [61, 64, 67, 68, 70-73].

II.2.2/ la contrainte seuil

Ce qualificatif de seuil exprime une constance, dans le sens où une valeur fixe de la contrainte doit être dépassée pour que la déformation se produise. Cette valeur doit donc être indépendante des conditions dans lesquelles s'effectue l'essai, c'est-à-dire, de la température, de la contrainte et de la vitesse de déformation [58, 73-75].

La contrainte d'Orowan constitue l'exemple typique de la contrainte seuil athermique [58, 73, 77, 81]. Définie suivant les paramètres qui caractérisent la seconde phase dispersée, elle représente la contrainte athermique supplémentaire nécessaire à fournir à la dislocation pour contourner une paire de particules. Elle sert généralement de contrainte de référence, à laquelle sont comparées les contraintes thermiques qui caractérisent les différents modèles qui peuvent expliquer le comportement en fluage de matériaux possédant une deuxième phase dispersée.

Il est parfois difficile, avec les résultats obtenus graphiquement, de juger à quel type de contrainte nous avons affaire. Sa signification peut alors être précisée en procédant à des essais supplémentaires. Les contraintes en retour dépendant de la microstructure de déformation, elles peuvent être obtenues en perturbant les conditions de déformation, en effectuant, par conséquent, des changements brusques de contrainte durant les essais de fluage [61, 65, 67, 68, 70, 73, 67, 68, 70, 73]. L'existence de la contrainte seuil, peut être, elle, confirmée en observant l'évolution de la déformation instantanée obtenue lors de la mise en charge de l'éprouvette, en fonction de la contrainte appliquée, la déformation reste élastique tant que cette contrainte seuil n'est pas dépassée [82].

II.3/ Mécanismes de déformation de matériau comportant une deuxième phase dispersée

Dans les alliages comportant une seconde phase dispersée, la dislocation doit dépasser les particules avant de pouvoir déformer la matrice. Si la contrainte est suffisante elle peut le faire sans l'aide de la température, grâce à un mécanisme athermique, de cisaillement ou de contournement [58, 60, 73, 75, 83, 84, 87]. Dans ce dernier cas, Orowan a montré (1954) que l'énergie d'activation nécessaire au passage de la dislocation, entre une paire de particules, était effectivement, trop importante pour que l'activation thermique puisse avoir une quelconque influence. Ainsi, lorsque la contrainte appliquée était insuffisante, les particules n'étant pas dépassées, le fluage de l'alliage ne pouvait pas se produire. Toutefois, il a été constaté que si la température était suffisamment élevée [58, 77, 84-86, 92], celle-ci pouvait intervenir et permettre la déformation du matériau. Un autre processus de dépassement thermiquement activé des particules, impliquant la montée des dislocations, devait alors intervenir.

II.3.1/ Mécanismes athermiques de dépassement des particules

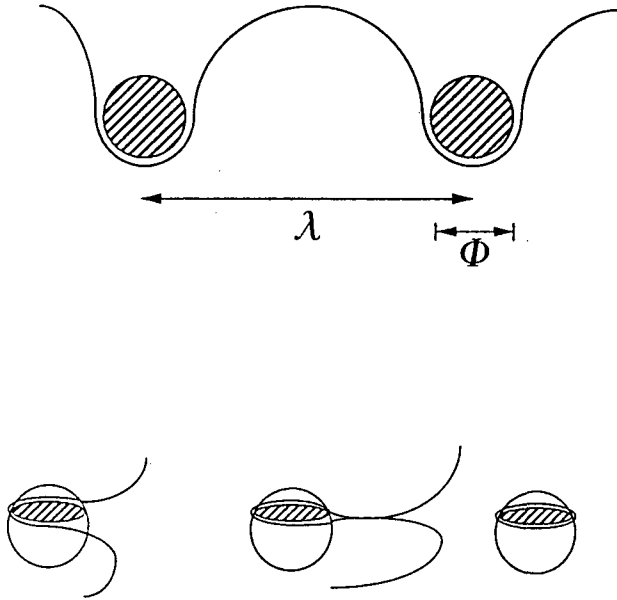
Les mécanismes athermiques de dépassement des particules se produisent lorsque la contrainte appliquée est supérieure à la contrainte qui caractérise, le mécanisme de cisaillement ou celui de contournement. Leur existence est donc révélée par une contrainte seuil athermique, en dessous de laquelle aucun fluage ne peut être obtenu [58, 87].

La dislocation, sous l'action de la contrainte appliquée, peut cisailer une particule si son interface est cohérente avec la matrice. Dans la mesure où la différence de paramètre de réseau cristallin admissible entre la particule et la matrice est 2%, la taille des précipités est limitée à 10 nm [87]. Seul pour les très faibles misfit ce diamètre peut être légèrement plus élevé. Lorsque la différence de paramètres de maille augmente, l'interface cohérente peut devenir semi-cohérente par l'intervention de dislocations accommodant les zones de déformation cohérentes créées autour des particules. Les particules deviennent alors impénétrables, et la dislocation doit contourner ces obstacles pour pouvoir les dépasser. Ce processus laisse autour de la particule une boucle de dislocation qui sépare la région cisailée, la matrice, de la région non cisailée, la particule (fig. A.II.2.). La contrainte seuil athermique est alors associée à la contrainte d'Orowan [51, 58, 73, 74, 79, 88, 89].

La résistance du matériau a été considérée comme résultante de la somme des contraintes nécessaires, au contournement des particules et à la déformation de la matrice, $\tau_{\text{matériau}} = \tau_{\text{particules}} + \tau_{\text{matrice}}$ [77, 90]. Par conséquent, dans le cas du processus d'Orowan, la détermination de la contrainte de cisaillement locale qui permet la déformation locale du matériau, se réduit à la connaissance de la cission critique permettant à la dislocation, bloquée contre une rangée de particules distantes de λ , de s'échapper en courbant suivant un rayon de $\lambda/2$ entre celles-ci. Cette contrainte seuil est donc liée à l'augmentation de la longueur de ligne qui se produit lors du dépassement d'une paire de particules. La contrainte d'Orowan est alors, la contrainte qui permet d'obtenir la dislocation dans la configuration critique où ses deux bras, parallèles et distants du diamètre de la particule puissent, interagir et faciliter son passage entre les particules. Une boucle résultante de cette interaction est, par la suite, laissée autour de la particule [49, 51, 91].

La valeur de contrainte d'Orowan, déterminée par les expériences, est une valeur macroscopique qui dépend non pas de la contrainte appliquée ou de la vitesse de déformation, mais de la taille et de la distribution des particules [58, 75]. Elle est reliée à leur espacement donc à la résistance

Fig. A.II.2. Illustration du comportement de la dislocation qui dépasse une paire de particules grâce au mécanisme d'Orowan. Φ est le diamètre de la particule, λ la distance interparticulaire planaire. Dans une première étape la dislocation courbe entre les deux obstacles jusqu'à la position critique au cours de laquelle les deux bras de la dislocation interagissent pour laisser autour de chaque particule une boucle de dislocation.



qu'il engendre. Celui-ci ne serait pas la distance de centre à centre, L , entre deux particules, mais celle le long d'une ligne de dislocation. La forme adoptée par cette dernière lors de son passage à travers une aire d'obstacles va donc influencer sur la valeur de l'espacement. Deux cas extrêmes sont alors possibles, la dislocation peut complètement courber entre les particules, l'espacement effectif est alors donné pour le cas d'une ligne de dislocation flexible, par l'expression $\lambda_2 = \sqrt{\frac{2\pi}{3f_v}} \times r$, où f_v est la fraction volumique de particules de rayon r . Dans le second cas, la ligne de dislocation reste droite et l'espacement devient $\lambda_1 = \frac{4r}{3f_v}$ le long de cette dislocation rigide. Friedel a défini une distance pour des obstacles faibles qui est fonction de la force qui agit sur le segment de dislocation $F = \tau_c b \lambda_2$. La valeur calculée, λ , se situe entre les deux valeurs précédentes, $\lambda_1 < \lambda < \lambda_2$. Elle peut s'exprimer comme $\lambda_F = \sqrt{\frac{F}{2T}}$, avec T la tension de ligne de la dislocation [58]. Dans le cas du mécanisme d'Orowan, la distance entre les particules doit être prise égale à λ_2 , car la dislocation courbe parfaitement entre les obstacles [58, 73].

Les valeurs expérimentales sont généralement supérieures aux valeurs théoriques précédemment considérées. Ainsi, Kocks a montré qu'elles étaient généralement supérieures de 15%. De plus, l'espacement des particules n'est jamais une valeur fixe, mais se représente plutôt par une distribution : des distances exceptionnellement larges, ou étroites, n'adoucissent, ou ne durcissent, en rien le matériau. Chaque espacement entre paire de particules possède donc sa contrainte locale propre de passage. Ainsi, pour une contrainte appliquée donnée, une dislocation courbera entre les particules, dont l'espacement correspondra à la contrainte locale appliquée, mais demeurera bloquée contre des obstacles pour lesquels la contrainte appliquée a fourni une contrainte locale trop faible. Selon Kocks et Foreman, le glissement de la dislocation pourrait se produire facilement si 1/3 des espacements entre particules ne bloquent pas la dislocation dans son mouvement. Pour tenir compte de ceci, ils ont introduit un facteur statistique qui permet de relier, la contrainte appliquée à la contrainte locale [47].

$$\Delta\tau_{\text{Orowan}} = 0.84 \times \frac{2T}{b\lambda_2}$$

T la tension de ligne de la dislocation, b le vecteur de Burgers.

σ_0 athermique peut inclure des termes de friction comme, la contrainte critique de cisaillement de la matrice, le durcissement propre à l'existence des particules dans la matrice et le durcissement provoqué par la sous-structure de dislocations. Ceci, plus d'autres incertitudes, provenant des expériences et de la théorie, comme la déviation de la distribution de particules d'une répartition parfaitement aléatoire et l'anisotropie élastique de la plupart des matériaux,

signifient que les valeurs calculées et mesurées de la contrainte sont rarement en accord en dessous d'une précision de 30%.

II.3.2/ Mécanismes thermiquement activés de dépassement des particules

Nous venons de voir qu'aux faibles températures, la présence de particules stables en matrice implique l'existence d'une contrainte seuil athermique nécessaire à dépasser pour que le fluage se produise. Cependant, la déformation a été observée pour des contraintes appliquées inférieures à cette valeur athermique et l'absence de boucle de dislocation autour des particules non cisailables a été constatée [85, 86], l'intervention du processus de montée a donc été proposée pour expliquer ce phénomène [47, 58, 61, 70, 75, 85, 87].

L'existence de la déformation en dessous d'une contrainte seuil théorique supposait, en effet, qu'une partie de la dislocation une fois devant l'obstacle avait la possibilité, grâce à l'aide de l'activation thermique, de monter (fig. A.II.3). Suivant les hypothèses, et les détails employés pour le décrire, ce processus prévoyait ou non une contrainte critique minimale à fournir pour la création d'une longueur de dislocation supplémentaire, nécessaire au dépassement de la particule [58, 79].

II.3.2.1/ Origine de la contrainte critique

Lorsqu'une dislocation dépasse une particule par montée, l'énergie nécessaire à ce processus comprend non seulement, l'énergie nécessaire au changement de longueur de ligne, mais également, le travail effectué par la contrainte appliquée, la contrainte appliquée qui est exercée normale au plan de glissement, et enfin, l'énergie d'interaction élastique des différentes dislocations localisées près de la particule. En générale, dans les différents modèles [58], seuls la longueur de ligne et le travail effectué par la contrainte appliquée sont pris en considération. En imposant une tension de ligne de la dislocation constante, la variation d'énergie du système a pu s'exprimer :

$$dE = T dl - \tau b l dx \quad (\text{A.II.3})$$

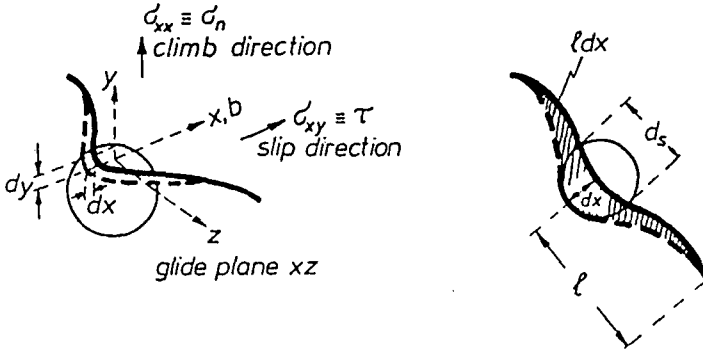
La montée ne peut se produire que si elle entraîne une diminution de l'énergie du système.

$dE/dx < 0$ a donc permis de définir une contrainte minimale nécessaire à fournir pour ce processus de déformation.

$$\tau_c = (2T/b\lambda) 0.5 \times \frac{dl}{dx} \quad (\text{A.II.4})$$

$\frac{dl}{dx}$ illustre la résistance à la montée et décrit la vitesse à laquelle la longueur de ligne augmente lorsque le segment de dislocation surmonte la particule (fig. A.II.3.) [58].

Fig. A.II.3. Détail de la montée d'une dislocation par delà une particule. d_s est le diamètre moyen de la section de la particule prise quelque soit le plan de glissement de la dislocation. l est l'espacement de centre à centre qui existe entre deux particules le long de la dislocation qui monte [58].



Le modèle classique prévoyait un espacement, λ , entre particules distribuées suivant un réseau carré, $\lambda = \sqrt{\frac{\pi}{6 f_v}} \times \phi$, avec f_v fraction volumique de particules et ϕ leur diamètre moyen.

Fricdel a estimé que l'espacement des particules sur une ligne de dislocation devait être plus grand, car celle-ci courbait entre les obstacles suivant un rayon de courbure dépendant de la force qui agissait sur elle $F = \tau_c b \lambda_F$. La contrainte critique de montée qu'il proposait, est donc inférieure à celle du modèle classique. Ces deux valeurs de contrainte critique supposaient que toutes les particules étaient surmontées, les particules devaient donc être régulièrement réparties, suivant des distances identiques entre elles. Or, en réalité, il existe une distribution de tailles, donc d'espacements, entre les particules, chacun possédant sa propre énergie de dépassement [75]. Un facteur statistique, de passage entre les particules a donc été introduit. En partant de cette idée [58, 78], Blum et Reppich proposaient que pour une contrainte inférieure à la contrainte d'Orowan, la montée de quelques unes des particules permettrait au reste d'être dépassées sans l'intervention de la température.

11.3.2.2/ Description des processus de montée

Lorsque la dislocation rencontre sur son plan de glissement, une aire de particules, elle courbe entre les obstacles. Son mouvement se trouve stoppé lorsque la résistance contre la courbure de la ligne de dislocation devient égale à la contrainte effective qui agit sur la dislocation en mouvement. Des forces localisées près de la particules provoquent alors la montée de la dislocation.

Brown et Ham 1971 [47] ont étudié le problème simplifié d'une dislocation confrontée à une particule de forme cubique orientée à 45° par rapport à son plan de glissement. Ils considéraient que seul le segment de dislocation qui se situait à l'interface du précipité effectuait le processus de montée. La résistance à la montée qu'ils obtenaient étaient une constante égale à $\sqrt{2}$ qui ne dépendait que de la forme de la particule quelque soit la température de l'essai. La contrainte seuil correspondait alors à la moitié de la contrainte d'Orowan [92].

Par la suite Shewfelt et Brown en 1977 ont étendu ce modèle de montée localisée au cas d'une particule sphérique [6]. La montée se produisait pour un angle critique dépendant du rapport h/R , dans lequel h représentait la distance entre le plan de glissement de la dislocation et le centre de la particule de rayon R . Ils ont abouti à une résistance à la montée de 1.2 et à une contrainte critique de l'ordre de 0.32 de la contrainte d'Orowan.

Ces modèles de montée locale impliquaient, selon Lagneborg, l'existence d'une instabilité de la configuration de la dislocation à l'interface de la particule/matrice [92]. Il a suggéré, en se basant

sur le modèle de Brown et Ham, que le segment de dislocation situé entre les obstacles devait, sous l'action de sa courbure et de sa tension de ligne, monter [47]. Avec la théorie de Lagneborg, la montée locale laissait place à la montée générale [92] dans laquelle l'augmentation de la longueur de ligne impliquée dans le processus de dépassement des particules était plus petite, aboutissant à la résistance à la montée, plus faible et égale à 0.77. Cette valeur n'était plus constante mais dépendait de la racine carrée de la fraction volumique. Ce modèle de montée générale n'aboutissait pas à l'existence d'une contrainte seuil mesurable [87].

Hausselt et Nix en 1977, ont par la suite considéré l'existence d'une montée générale, mais contrairement à Lagneborg, ils supposaient que la dislocation pouvait monter, alternativement, par dessus et par dessous la particule [85, 86].

En 1982, Srolovitz, Petkovis et Luton ont renoncé à l'hypothèse de l'interface adhérente dans laquelle la longueur de ligne nécessaire à la montée caractérisait la contrainte critique [93]. Ils ont plutôt proposé un modèle d'interface glissile en introduisant l'existence de forces attractives autour de la particule qui attireraient les dislocations glissant en leur voisinage. Leur interface incohérente permettrait effectivement de réduire l'énergie de ligne de la dislocation qui, dans un cas extrême, pouvait tendre vers zéro, et conduire à la disparition de la dislocation à l'interface.

Ce n'était donc plus le processus de montée qui était à l'origine de la contrainte critique, mais la contrainte nécessaire au détachement de la dislocation de l'interface, ou, celle nécessaire à la création d'un nouveau segment de dislocation. Cette contrainte critique devenait alors dépendante de la nature de l'interface. Nardone et Tien ont suggéré, à ce propos, qu'il devait exister une différence d'efficacité d'ancrage de la dislocation entre les interfaces cohérentes et incohérentes [59, 93, 94]. Seule cette dernière donnerait lieu à un ancrage de la dislocation donc à une forte contrainte seuil. Arzt a proposé, pour caractériser cette interface, un paramètre de relaxation de l'énergie de ligne de la dislocation arrivant à la particule [78, 95-103]. Les auteurs ont ainsi montré que si la tension de ligne de la dislocation à l'interface particule/matrice était, approximativement, diminué de 6% à 15 % par rapport à celle de la matrice pour, respectivement, les faibles et les fortes fractions volumiques, la barrière d'énergie nécessaire pour surmonter la particule n'était plus liée à la montée mais au détachement de celle-ci [95-103]. Dans ce cas, le problème n'était plus l'augmentation de la longueur de ligne de dislocation durant le processus de montée mais création d'une dislocation.

11.4/ Les lois de comportement en fluage

Les théories qui expliquent le comportement en fluage de matériau à dispersion sont donc basées sur la présence d'une contrainte seuil ou de retour, σ_0 , qui permet d'exprimer la vitesse de déformation en fluage, non plus en fonction de la contrainte appliquée mais, en fonction de la contrainte effective :

$$\dot{\epsilon}_s = A (\sigma_a - \sigma_0)^{n_0} \quad (\text{A.II.1})$$

Suivant, la signification qui a été donnée à σ_0 , et les mécanismes considérés, différentes valeurs de n_0 ont été utilisées dans l'expression (A.II.1). Toutefois, le choix qui est effectué pour cet exposant de contrainte provient souvent de l'obtention de la meilleure corrélation des vitesses de déformation en fonction de la contrainte appliquée. Ainsi, pour Howson, Mervyn, Tien [81], la valeur, $n_0 = 3$, permet de représenter correctement leurs données de fluage, avec σ_0 comme contrainte d'Orowan. Gittus aboutit également à un exposant de trois lorsque la restauration contrôle la déformation. Park, Lavernia, Farghalli [105], ont essayé chacun des trois exposants, 3, 5 et 8, qu'ils ont, respectivement associé, à différents mécanismes comme le glissement visqueux, la montée et la diffusion en volume à structure constante. Pour leur étude la meilleure corrélation était obtenue avec $n_0 = 5$.

Wilshire et al [61, 64, 65, 67, 68, 70, 71, 72, 106, 107] en introduisant σ_0 , tout d'abord, comme contrainte de friction, puis, comme une contrainte interne, ont imposé 4 comme exposant de contrainte, pour indiquer qu'un mécanisme spécifique, invoquant un processus de déformation contrôlé par la diffusion, s'opérait. Bien que ce concept permet d'aboutir à une relation dont l'exposant de contrainte est "universel", la valeur de la contrainte σ_0 ne peut être calculée, que ce soit à partir d'observations microstructurales, ou à partir de déductions théoriques [107]. σ_0 reste donc un paramètre empirique qui ne peut être obtenu qu'en effectuant un grand nombre d'expériences de fluage. Cette équation n'est donc pas suffisamment prévisible pour une étude de fluage. Une autre objection peut être également émise concernant l'utilisation de la relation $\dot{\epsilon}_s = A' (\sigma - \sigma_0)^4$; elle ne peut pas être appliquée à tous les métaux obéissant à une loi puissance de la contrainte pour lesquels, n_0 est constant et plus grand que 4, sur plusieurs ordres de grandeur de vitesses de déformation [107].

En étendant l'approche de Wilshire et al, à des matériaux complexes, Evans et Harrison [62] ont indiqué que σ_0 devait dépendre de la contrainte appliquée pour que la relation en puissance de la contrainte soit préservée. Ils ont ainsi montré que si σ_0 était constante aux fortes contraintes appliquées, elle devenait proportionnelle à ces dernières lorsque celles-ci étaient faibles. En constatant que l'expression, $\dot{\epsilon}_s = A' (\sigma_a - \sigma_0)^4$, avec σ_0 comme contrainte de friction et A une constante dépendant du matériau, n'était pas systématiquement applicable à tous les matériaux,

ils ont suggéré que les différences observées pouvaient provenir de la résistance du réseau de dislocations. Ils ont abouti à une relation unique, $\dot{\epsilon}_s = C (\sigma_a - \sigma_0 / \sigma_{0.5})^{3.5}$, C indépendant du matériau, en introduisant la contrainte d'écoulement du matériau $\sigma_{0.5}$. L'exposant de contrainte de 3.5 qui en résultait semblait valable pour un grand nombre de matériaux.

Lund et Nix [77] ont montré que la forte résistance de leur matériau provenait de la contribution active de deux termes, la contrainte nécessaire à fournir pour déformer la matrice et celle nécessaire au contournement des particules, la contrainte seuil athermique d'Orowan. Cette idée à l'avantage d'être prévisible dans la mesure où seules deux caractéristiques ont besoin d'être connues. La première correspond au comportement en fluage de la matrice, la seconde, à la connaissance de la microstructure du matériau durci par précipitation, c'est-à-dire, à la distance moyenne entre particules. Ils aboutissent à la relation $\dot{\epsilon}_s = A' (\sigma_a - \sigma_0)^{n_0}$, où A' et n_0 sont les mêmes constantes que celles obtenues pour la description du comportement en fluage de la matrice exempte de particule, n_0 est généralement proche de 5.

Cependant, bien que l'approche de Lund et Nix pour expliquer le comportement en fluage de leur alliage, soit plausible, deux objections peuvent être émises. La première concerne la détermination de la contrainte seuil, qui n'est pas si évident et le succès de cette loi additive dépendrait sensiblement, de la manière avec laquelle la contrainte d'Orowan a été calculée. Celle-ci pourrait, effectivement, varier d'un facteur deux à trois suivant la valeur des paramètres employés. Pharr et Nix [90] ont donc choisi d'effectuer sa vérification expérimentale par des mesures, à température ambiante, de la limite élastique des matériaux avec et sans particule. Bien que la valeur de la contrainte seuil n'ait pas été trouvée égale à la contrainte d'Orowan, ils restaient en accord avec la loi additive proposée par Lund et Nix [77, 76]. La seconde objection réside dans le fait que leur approche implique un comportement en fluage du matériau qui devrait être semblable à celui de la matrice. Or, il semble n'exister aucune raison qui supposerait que la sous-structure de déformation n'ait aucune influence sur le comportement en fluage du matériau.

La description du comportement en fluage d'un métal devrait non seulement inclure les paramètres concernant la distribution de particules mais également les caractéristiques structurales comme, les sous-joints, les dislocations, les macles, éventuellement présentes dans l'alliage pour expliquer la valeur de la contrainte seuil obtenue par les expériences. Dans la mesure où la sous-structure devrait rester stable sous les conditions de déformation imposées, c'est une contrainte seuil apparente qui est prédite.

En se basant sur l'approche de Lund et Nix [77], Lin et Sherby [107] ont également suggéré que la résistance de l'alliage devait suivre la règle d'addition, mais que celle-ci devait être modifiée pour tenir compte des perturbations créées par la présence des particules sur le développement

des sous-grains. Ainsi, contrairement à ce qui avait été proposé, la matrice ne fluait plus sous la contrainte effective comme si les particules étaient absentes. Ces dernières seraient, en effet, non seulement à l'origine d'une contrainte seuil, mais stabiliseraient également la structure de sous-grains dont la taille aurait été déterminée par l'espacement moyen entre grosses particules, au cours du traitement thermomécanique. Ils ont donc proposé que le comportement de leur matériau pouvait être traduit par la relation en puissance de 8, caractéristique d'un matériau pour lequel la structure resterait constante en cours de fluage quelle que soit la contrainte appliquée, $\dot{\epsilon}_s = B (\sigma_a - \sigma_0)^8$, avec σ_0 comme contrainte seuil d'Orowan. Cette relation en puissance de 8, qui insiste sur l'importance des sous-grains, leur a permis de déterminer l'influence de leur taille dans la résistance du matériau et sur la vitesse de déformation en fluage [107].

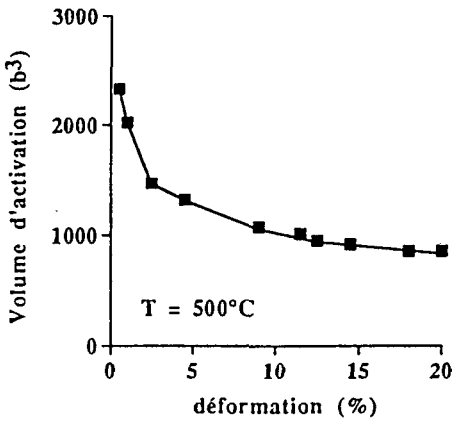
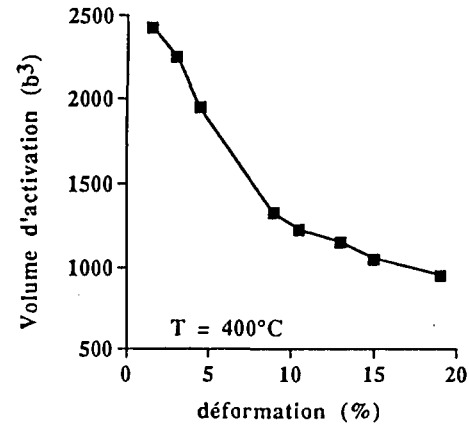
Lagneborg et Bergman, en se basant sur un modèle de restauration, ont également utilisé la loi additive en considérant, les résistances engendrées par la sous-structure de dislocation et par les particules [84]. Ils ont abouti à une équation du même type que celle de Wilshire, c'est-à-dire, $\dot{\epsilon}_s = B (\sigma_a - \sigma_0)^4$, pour laquelle σ_0 était constante à hautes contraintes et proportionnelle à la contrainte appliquée lorsque celle-ci était faible. σ_0 et $\alpha \mu b \sqrt{\rho}$ prenaient effectivement des proportions différentes suivant la valeur de la contrainte appliquée (fig. A.II.1) [61, 64, 65, 67, 68, 70-72, 76].

D'après Blum et Reppich [58], la structure de dislocations obtenue en fonction de la déformation est quasi similaire dans les matériaux durcis par précipitation et les matériaux monophasés tant que la déformation est uniforme et que les particules sont stables durant le fluage. Le matériau serait alors effectivement supposé se déformer en réponse à une contrainte effective $\sigma_{eff} = \sigma_a - \sigma_p$, en suivant uniquement la loi de la matrice [58].

Tout dépend, en fait, de la distribution des particules à laquelle sont confrontées les dislocations. En effet, Morris et Joye [88, 89], en étudiant un alliage de CuCrZr qui avait subi trois traitements thermiques différents, ont pu déduire une loi de comportement en déformation du même type pour ce matériau, $\dot{\epsilon}_s = (\sigma_a - \sigma_0)^4$. Seule pour la série d'échantillons dont le diamètre des particules et la distance interparticulaire planaire étaient les plus grands, la contrainte σ_0 a été déterminée comme étant la contrainte d'Orowan, la déformation thermiquement activée se produisait donc dans la matrice, comme si celle-ci était exempte de particules, sous l'action de la contrainte effective ($\sigma_a - \sigma_{Orowan}$). Pour les autres échantillons le processus thermiquement activé correspondait au dépassement des précipités par un processus de montée.

Dans la mesure où les volumes d'activation déterminés par ces auteurs diminuaient lors de la déformation, la vitesse de déformation devait être contrôlée par le mécanisme de la forêt de dislocations (fig. A.II.5). En effet, au cours de la déformation l'augmentation de la

Fig. A.II.5. Variation des volumes d'activation obtenue pour le CuCrZr en fonction de la déformation, pour deux températures d'essai, 400°C et 500°C [88].



densité de dislocations crée une diminution de l'espacement qui existe entre elles, donc entre les obstacles. Les valeurs de l'aire d'activation qui dépendent de ces distances doivent donc décroître. Après 5% de déformation, la sous-structure de dislocations se stabilise, il ne se produit alors qu'une faible augmentation de la densité de dislocations, le volume d'activation devient, par conséquent, constant. Sa valeur, se situant autour de $1000 \pm 200b^3$, a permis de déterminer une distance entre obstacles de 100 à 120 nm [88].

Cette étude, qui a été effectuées par Morris et Joye, considérait la déformation de l'alliage de CuCrZr sous des vitesses de déformation constantes de l'ordre de 10^{-4} - 10^{-5} s⁻¹, les particules demeuraient donc stables durant leur expérience. Notre étude aborde le comportement du CuCrZr soumis à une déformation à long terme plutôt qu'à court terme de ce même alliage, au cours de laquelle la contrainte est imposée et les vitesses de déformation sont de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-7} s⁻¹. Il s'agit donc d'étudier, d'une part, l'influence des conditions imposées lors d'un essai de fluage, sur la distribution des particules et leur conséquences sur la résistance en fluage du matériau et d'autre part, de comparer ces résultats à ceux qui ont pu être observés pour le cuivre pur [89].

**TECHNIQUES
EXPERIMENTALES**

B / TECHNIQUES EXPERIMENTALES

I/ Le matériau

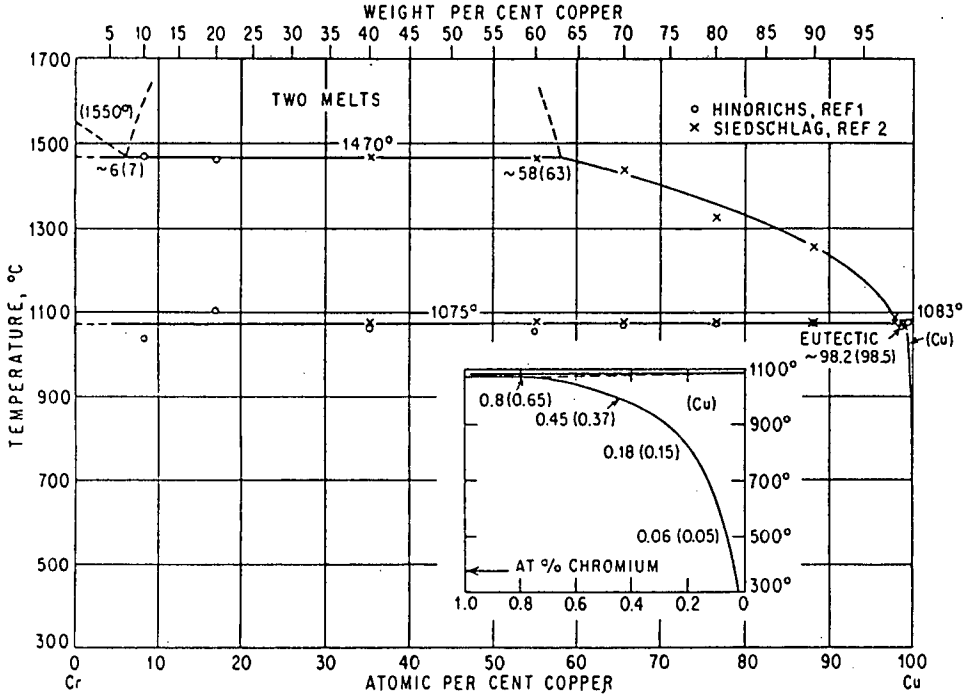
L'alliage de Cu 2%Cr 0.3%Zr (%at.) qui a été étudié, a été fourni par la société Suissmétal. Cette composition a été établie au cours d'une étude concernant la stabilité thermique de la microstructure d'alliages de cuivre obtenus par solidification rapide [3]. Notre matériau a été élaboré par la méthode de déposition Osprey qui consiste à vaporiser, en utilisant l'azote comme gaz propulseur, l'alliage liquide sur un substrat rotatif [108]. Cette technique a permis d'obtenir un lingot d'un diamètre et d'une hauteur de 150 mm qui a été extrudé à une température de 820°C, en barre de 19 mm de diamètre afin de réduire le niveau de porosité du matériau. Par la suite, un étirage jusqu'à un diamètre de 6 mm s'est révélé nécessaire pour la réalisation d'éprouvettes de fluage de dimension adéquate pour nos essais de fluage.

Le temps de refroidissement d'un lingot, obtenu par la méthode de déposition Osprey, ne permet pas le maintien d'une sursaturation aussi importante, ni l'obtention d'une microstructure aussi fine que celles proposées par les autres méthodes de solidification rapide. En effet, l'existence de particules de chrome, d'une taille de l'ordre du micron, et d'un mélange eutectique Cu-Cu₃Zr aux joints de grains, ont été constatés après l'élaboration de cet alliage [108].

Avant leur usinage sous forme d'éprouvettes de fluage, tous les échantillons ont subi un même traitement thermique qui leur a permis d'acquérir une microstructure et des propriétés mécaniques initiales identiques avant chaque essai.

Les échantillons ont donc subi, dans un premier temps, un recuit à 980°C pendant une demi-heure sous atmosphère d'argon, pour permettre le solutionnement d'une partie des atomes de chrome (fig.1.1.) [52]. Cette étape a été suivie d'une trempe, dans l'eau glacée, pour conserver la microstructure qui a pu être établie au cours du recuit. Dans un deuxième temps, un revenu à 700°C pendant une heure, suivi d'un refroidissement lent, toujours sous atmosphère protectrice d'argon, a permis la précipitation d'une fine distribution de particules de chrome [52].

Fig. B.I.1. Diagramme de phase du CuCr [52]



II/ Observation de la microstructure avant les essais de fluage

Les observations de la microstructure ont été effectuées au moyen de deux microscopes, un microscope optique, de type Polyvar, qui possède une résolution de l'ordre de $0.25 \mu\text{m}$, et un microscope électronique en transmission, le Philips CM12 de 120kV. Pour ce dernier toutes les observations ont été réalisées en champ clair.

II.1/ Observation qualitative de la microstructure

Afin de connaître l'évolution de la microstructure à chaque étape du traitement thermique, c'est-à-dire, après le solutionnement à 980°C , puis, après le survieillessement à 700°C [5], l'observation de la microstructure d'un barreau a tout d'abord été réalisée à l'aide du microscope optique Polyvar.

Les coupes transversales de ces échantillons de CuCrZr de 6 mm de diamètre ont, tout d'abord, subi un prépolissage mécanique en utilisant des toiles de carbure de silicium, puis, des solutions de suspension d'alumine de différente granulométrie, 3000 puis 200 \AA . La surface déformée créée lors de cette préparation, a par la suite été éliminée grâce à un polissage électrochimique de 2 à 3 secondes, sous une intensité de 20 A, et une tension de 10-20 V. L'électrolyte utilisé se composait de 500 ml d'eau désionisée, 250 ml de méthanol, 50 ml de propanol, 250 ml d'acide phosphorique et 2.63 g d'urée.

Si le microscope optique a été utile pour suivre l'influence du traitement thermique sur la présence des différentes distributions de particules, il n'a toutefois pas permis, de part sa limite de résolution, une détermination quantitative de leur taille.

II.2/ Préparation des lames minces pour l'observation au microscope électronique en transmission

Une réduction du diamètre du barreau a été effectuée pour permettre l'observation au microscope électronique en transmission d'un échantillon non déformé. Des tranches de 300 à $400 \mu\text{m}$ d'épaisseur ont pour cela été découpées à l'aide d'une scie circulaire diamantée, Isomet Buehler.

L'observation au M.E.T. nécessite l'obtention d'échantillons très minces. Ceux-ci ont été réalisés grâce au système Tenupol qui permettait d'obtenir l'amincissement de la lame grâce au polissage de chacune des faces de l'échantillon par un double jet d'électrolyte.

La solution utilisée était composée de 87.5% de méthanol et de 12.5% d'acide nitrique. Les conditions optimales de polissage ont été difficiles à obtenir, car elles variaient fortement suivant l'état de surface de la lame, son épaisseur et la température utilisée au moment du polissage. Nous avons néanmoins obtenu des zones minces, de dimension raisonnable, en procédant à un polissage en deux étapes à une température de -35°C. Tout d'abord, deux minutes, sous une tension de 15 V à laquelle était associée un courant de l'ordre de 200 mA, puis en diminuant la tension donc l'intensité jusqu'à, respectivement, 7V et environ 80 mA.

II.3/ Observation quantitative de la microstructure

La coupe transversale d'un barreau de 6 mm de diamètre a été polie, sur différentes toiles de carbure de silicium puis sur des toiles en velour en utilisant les solutions de suspension d'alumine. Les joints de grains ont été révélés grâce à une solution d'attaque composée de 800 ml d'eau désionisée, 65 ml d'acide sulfurique, de 16 g de dichromate de potassium, et 3 g de chlorure de sodium.

La détermination de la distribution des diamètres des grains a été réalisée en reportant leur forme sur un transparent qui a, par la suite, servi de support aux enregistrements et aux mesures effectuées par l'analyseur d'image, Cambridge Quantimet 970.

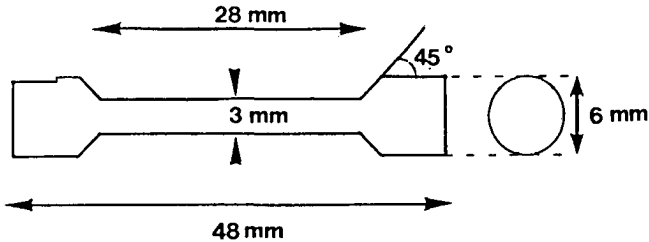
Puisque la limite du microscope optique ne permettait pas de mesures quantitatives de la seconde phase dispersée, les distributions des diamètres des particules de chrome et d'intermétallique base zirconium ont été réalisées par l'intermédiaire d'observations effectuées au microscope électronique en transmission. A partir des micrographies obtenues, les particules ont été redessinées sur des transparents. Puis, suivant leur morphologie, elles ont été mesurées, soit suivant des directions aléatoires, c'est le cas des particules sphériques et quasi sphériques de chrome, soit suivant deux directions orthogonales correspondant aux diamètres minimum et maximum de la particule. Ce dernier type de mesure a été utilisé dans le cas des particules d'intermétallique base zirconium dont la forme allongée a nécessité de calculer un rayon effectif moyen qui a permis, par la suite, de déterminer aisément la distance interparticulaire planaire.

III/ Les essais mécaniques

III.1/ L'éprouvette de fluage

Les éprouvettes de fluage ont été usinées à partir des barreaux de CuCrZr de 6 mm de diamètre qui ont subi le traitement thermique d'initialisation de la microstructure (B.III.1.).

Fig. B.III.1. Epreuve de fluage.



Les inclusions, les cavités provenant de particules arrachées et les entailles, causent, la rupture prématurée de l'éprouvette et sont donc, en général, à l'origine d'une mauvaise reproductibilité des résultats de fluage. Pour éliminer ces défauts de surface qui ont été produits lors de l'usinage, les éprouvettes ont du être polies mécaniquement, avant chaque essai de fluage, avec différents papiers recouverts de carbure de silicium.

III.2/ La machine de fluage

L'échantillon soumis à une force de traction constante, F , s'allonge au cours du temps en diminuant de section, S . La contrainte subie par l'échantillon, $\sigma = F/S$, augmente donc lors de sa déformation. Pour la maintenir constante, il est nécessaire de réduire la force qui s'exerce sur l'échantillon au cours de l'essai de fluage.

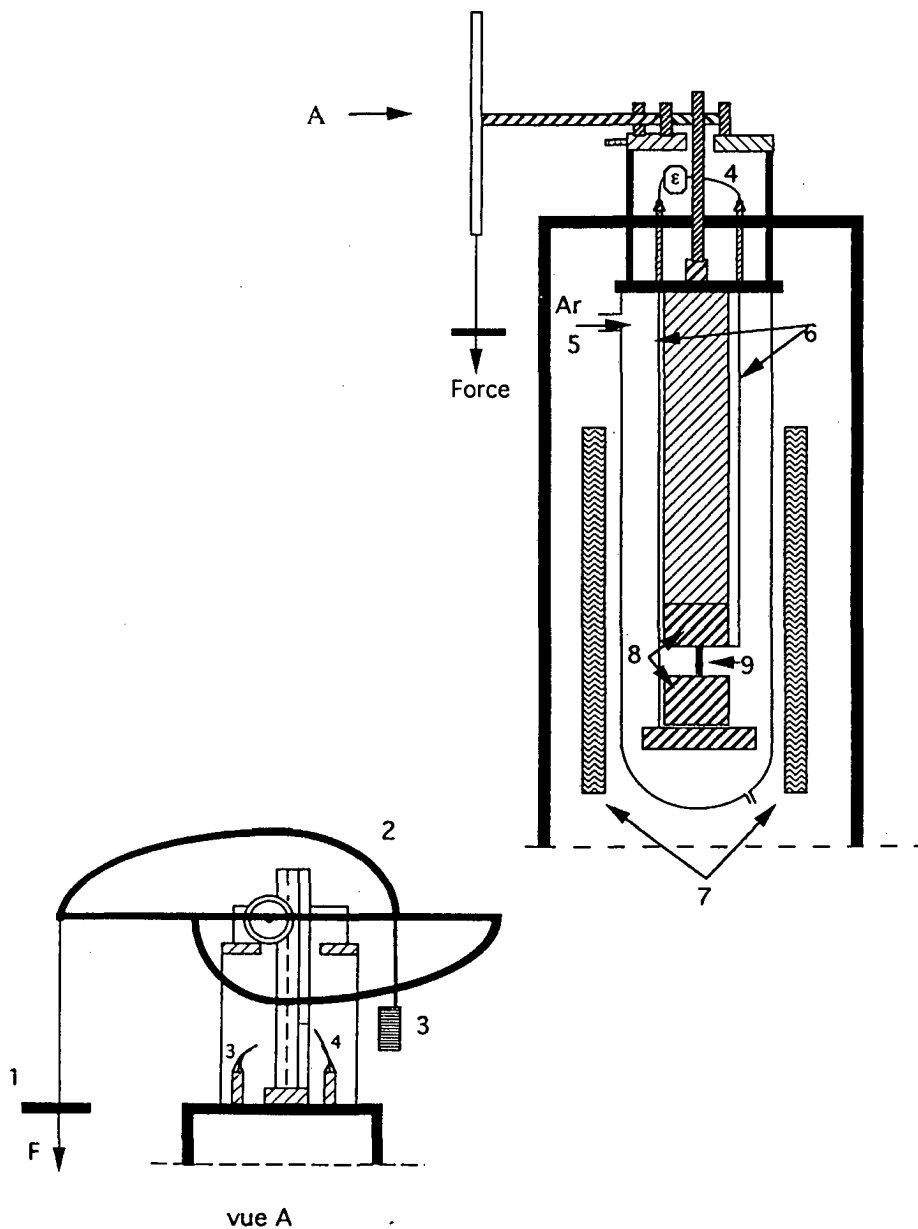
La technique utilisée, développée par Andrade, consistait à employer une came (fig. B.II.2.) dont le profil se caractérisait par un rayon de courbure qui variait suivant la déformation subie par l'éprouvette au cours de l'essai de fluage [109].

La variation du rayon de courbure R de la came a pu être déterminée à partir de la relation d'équilibre initiale $r \times F = R \times F'$ (fig. B.III.2) [109] à partir de laquelle, l'égalité suivante a été déduite :

$$R = R_0 \left(\frac{1}{1 + \frac{\Delta l}{L_0}} \right)$$

Fig. B.III.3. Schéma de la machine de fluage.

(1) masse, (2) came, (3) contre-poids, (4) palpeurs et capteurs de force, (5) arrivée d'Argon, (6) tiges de céramique, (7) four, (8) mors, (9) éprouvette



Elle montre que lorsque l'échantillon s'allonge de $(L_0 + \Delta l)$, L_0 étant sa longueur initiale, il se produit une diminution de la distance R , par rapport à la distance initiale R_0 qui conduit à la réduction de la force F exercée sur l'éprouvette.

La détermination de l'allongement de l'échantillon s'effectue par la mesure de la course réalisée par 2 tiges en alumine. Chacune d'elle est reliée, à une extrémité de l'éprouvette de fluage et à un palpeur Sylvac P25 dont la capacité de mesure est de 25 mm et la précision de mesure sur la course totale de 1.5 μm . Ces palpeurs sont reliés à un système de mesure électronique Sylvac qui permet de lire l'allongement subi par l'éprouvette soumise à une contrainte constante.

La montée en température est effectuée rapidement grâce à un four elliptique, Quad Elliptical, qui se compose de quatre réflecteurs elliptiques en aluminium permettant de focaliser, sur l'éprouvette de fluage, l'énergie infra-rouge émise par chaque filament de tungstène. La mobilité verticale de ce four, par rapport à l'échantillon, permet à la fin de chaque essai de fluage, un refroidissement rapide de ce dernier. Il est généralement accéléré par un courant d'air froid. La charge exercée sur l'éprouvette est maintenue tout au long de la procédure de refroidissement pour éviter tout changement microstructural pouvant survenir après l'essai de fluage.

Tous les essais ont été effectués sous atmosphère protégée d'Argon pour éviter une oxydation de la surface de l'éprouvette qui pourrait être à l'origine d'une modification, non seulement, de la section de l'échantillon, mais également, de ses propriétés en fluage.

Un traceur relié à chaque élément de mesure a permis de témoigner de l'essai de fluage réalisé, en représentant, la diminution de la force exercée sur l'échantillon, l'évolution de l'allongement réalisés au cours du temps, ainsi que la température subie par l'échantillon.

III.4/ Détermination des paramètres de fluage

Les essais ont été effectués à trois températures, 0.49, 0.52 et 0.56 T_f , correspondant respectivement à 400, 450 et 500°C, sous des contraintes constantes comprises entre 80 et 155 MPa.

Dans la mesure où l'existence du stade stationnaire a été remise en cause par de nombreux auteurs [14, 109], les paramètres de fluage, l'exposant de contrainte et l'énergie d'activation, ont été déterminés pour différentes quantités de déformation plutôt que pour un intervalle de déformation durant lequel la vitesse de déformation aurait été supposée constante.

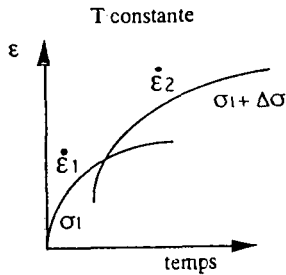
III.4.1/ Détermination de l'exposant de contrainte n

L'exposant de contrainte se définit suivant la relation établie pour une structure constante.

$$n = \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \ln \sigma}$$

Deux méthodes pouvaient être utilisées pour sa détermination. La première consistait à effectuer des mesures de vitesses de déformation avant et après chaque saut de contrainte effectué à une quantité de déformation donnée en cours de l'essai de fluage (fig. B.III.4.).

Fig. B.III.4. Illustration d'une méthode de détermination de l'exposant de contrainte



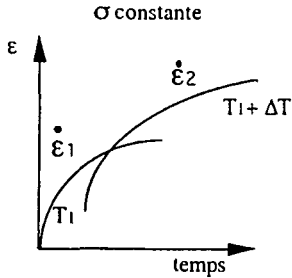
La seconde consistait à déterminer à partir de différentes éprouvettes fluées à différentes contraintes, la vitesse de déformation, pour la même quantité de déformation. Le graphe représentant les vitesses de déformation en fonction de la contrainte appliquée était alors tracé en coordonnées logarithmiques et la valeur de n était obtenue à partir de la pente des droites. Cette dernière méthode, que nous avons employée, supposait que, pour une même quantité de déformation, la structure de déformation était identique. Les quantités de déformation auxquelles les vitesses ont été relevées sont 8-10-12-15%.

III.4.2/ Détermination de l'énergie d'activation

L'énergie d'activation se définit suivant la relation $Q_a = - \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta(1/T)}$, pour une structure également constante.

Elle peut être obtenue en mesurant les vitesses de déformation avant et après un saut de température effectué lors d'un essai de fluage sur une même éprouvette et à une quantité de déformation donnée (fig. B.III.5.).

Fig. B.III.5. Illustration d'une méthode de détermination de l'énergie d'activation.



Ceci est cependant techniquement difficile à réaliser dans la mesure où le changement de température ne peut se produire instantanément ; une variation de la microstructure a pu se produire, durant l'intervalle de temps nécessaire pour atteindre la nouvelle température d'équilibre. Par conséquent, nous avons choisi, en assimilant là encore à une même quantité de déformation une structure identique, de mesurer la vitesse de déformation obtenue pour différents échantillons, pour une quantité de déformation donnée, sous une contrainte appliquée donnée, mais à différentes températures d'essai. L'énergie d'activation est alors déduite de la représentation du logarithme népérien de la vitesse de déformation en fonction de l'inverse de la température en Kelvin.

III.4.3/ Détermination du volume d'activation

Pour tenter d'identifier les mécanismes thermiquement activés responsable de la vitesse de déformation en fluage du CuCrZr, nous avons tenté de mesurer le volume d'activation en effectuant des charges et décharges successives au cours de nos essais de fluage. Malheureusement la reproductibilité de la mise en charge, effectuée manuellement fait qu'il est difficile de mesurer une vitesse de déformation instantanée. Les valeurs de volumes d'activation obtenus sont donc non seulement imprécises mais également difficiles à évaluer pour les premières quantités de déformation, car l'évolution de la déformation est trop rapide en début de fluage.

IV/ Observations des échantillons flués

Les essais de fluage ont été réalisés à des températures pour lesquelles une redissolution ou une précipitation supplémentaire peut être envisagée. Dans la mesure où ces phénomènes influencent les vitesses de déformation. Des mesures quantitatives de la distribution en taille des particules de chrome ont donc été également effectuées après les essais de fluage.

Les micrographies de particules de chrome ont donc été systématiquement réalisées, lors des observations effectuées par microscopie électronique en transmission. Le but étant d'obtenir leur évolution suivant, la contrainte et la température appliquées et en fonction de la déformation. Pour cela, des essais de fluage ont été interrompus pour différentes quantités de déformation et les échantillons refroidis très rapidement sous charge.

Des observations qualitatives de la sous-structure développée en cours de fluage ont également été réalisées suivant les différentes quantités de déformation 8, 10, 14%. Elles ont ainsi permis de comprendre l'établissement de la sous-structure de dislocations en cours de fluage. Il était nécessaire de déterminer s'il pouvait se produire un changement significatif de celle-ci, suivant la contrainte appliquée et la température, qui aurait pu influencer les vitesses de déformation.

Les observations ont été effectuées à très faible grossissement afin de pouvoir visualiser une plage d'échantillon suffisamment large et représentative de la sous-structure déformée, pour déterminer la forme et la répartition des sous-grains. Finalement des observations effectuées à plus fort grossissement ont permis de rendre compte du type de parois établies lors de la déformation et de visualiser le détail des interactions, dislocations/dislocations ou dislocations/particules, présentes dans les sous-grains .

RESULTATS



Fig. C.I.1.a. Coupe transversale d'un échantillon ayant subi le recuit à 980°C pendant 30 min., suivi d'une trempe à l'eau, puis d'un revenu à 700°C pendant 1h00.

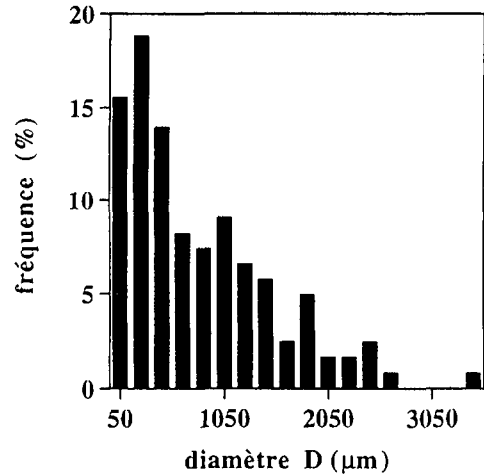


Fig. C.I.1.b. Distribution de la taille de grain d'un échantillon de CuCrZr, observé au microscope optique.

Fig. C.I.2. Echantillon de CuCrZr ayant un recuit à 980°C, pendant 30 min., suivi d'une trempe à l'eau.

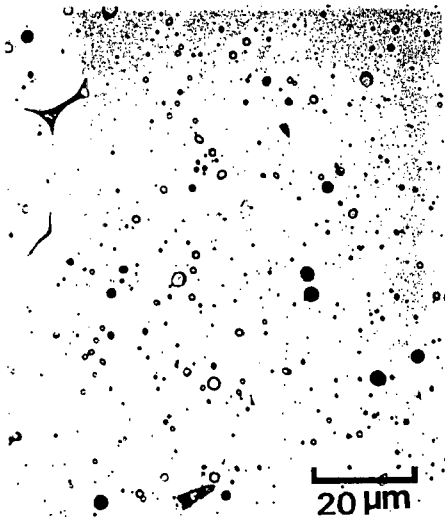
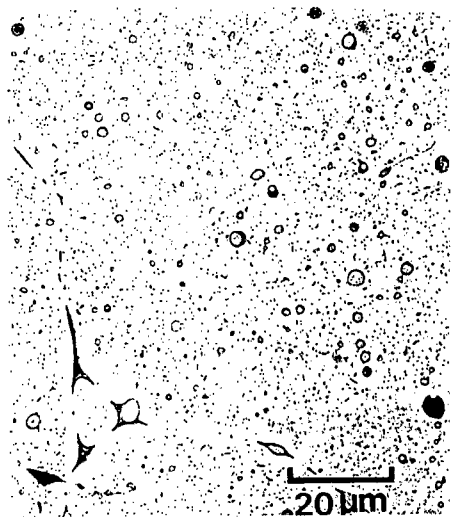


Fig. C.I.3. Echantillon de CuCrZr ayant subi un recuit à 980°C, pendant 30 min., suivi d'une trempe à l'eau, et d'un revenu de 1h00 à 700°C.



C / RESULTATS

1 La microstructure avant l'essai de fluage

1.1/ La taille de grain

Les observations au microscope optique d'une coupe transversale d'un échantillon (fig. C.I.1. a.) nous révèlent une grande disparité en taille de grain. Il est, par conséquent, plus indiqué de les représenter par une distribution de diamètre de grains (fig. C.I.1. b.) plutôt que par une valeur moyenne. Le large intervalle obtenu nous permet de constater que la plupart des grains possèdent une taille comprise entre 150 et 550 μm .

1.2/ La distribution des particules de chrome

La figure (C.I.2.) nous montre une observation effectuée au microscope optique des particules restées en matrice après que la première partie du traitement thermique ; le recuit à 980°C pendant 30 minutes, suivi de la trempe à l'eau ; ait été effectuée. Elles correspondent au 1.5%at. de chrome qui n'ont pu être solutionnés et qui ont cru durant cette étape du traitement thermique. La figure (C.I.3.) nous confirme qu'il s'est produit une augmentation du nombre de particules durant la deuxième partie du traitement thermique ; le revenu effectué à 700°C pendant une heure, suivi du refroidissement lent sous argon ; il s'agit de la précipitation supplémentaire de 0.3%at. de chrome.

La limite de résolution du microscope optique ne nous a pas permis de réaliser des mesures quantitatives à partir des figures (C.I.2.) et (C.I.3.). Des observations au microscope électronique en transmission (M.E.T.) d'une lame mince de CuCrZr ont donc été nécessaires pour déterminer les différentes distributions de particules présentes dans la matrice, après que la totalité du traitement thermique ait été effectuée (fig. C.I.4.). Les résultats des mesures de diamètre de précipités de chrome et d'intermétallique base zirconium montrés aux figures (C.I.5.) à (C.I.8.) nous ont permis d'estimer une taille moyenne pour chacune de ces distributions de particules et de déduire, par la suite, leur distance interparticulaire planaire suivant la relation $\lambda = \frac{\phi}{2} \sqrt{\frac{2\pi}{3f_v}}$ où ϕ représente le diamètre moyen des particules en mètre et f_v leur fraction volumique [48] :



Fig. C.I.4. Observation au M.E.T des différentes particules présentes en matrice après le traitement thermique.

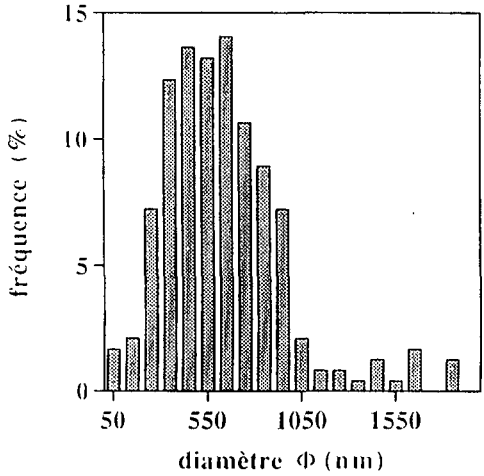


Fig. C.I.5. Distribution du diamètre des grosses particules de chrome qui n'ont pu être solutionnées durant le recuit à 980°C.

Fig. C.I.6.a. Distribution de la largeur des particules de Cu_3Zr .

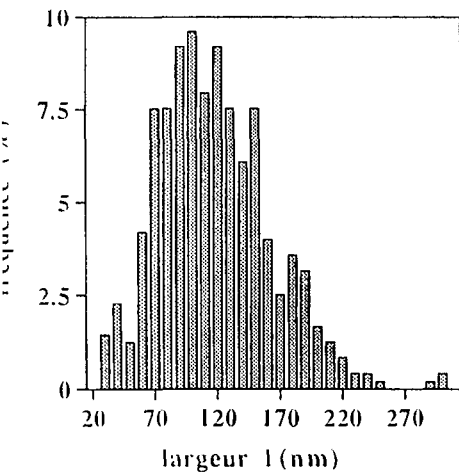
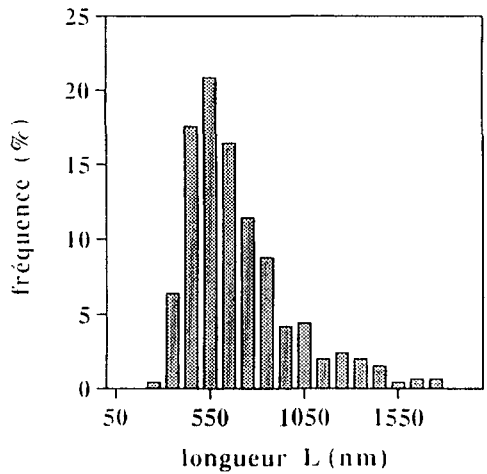


Fig. C.I.6.b. Distribution de la longueur des particules de Cu_3Zr .



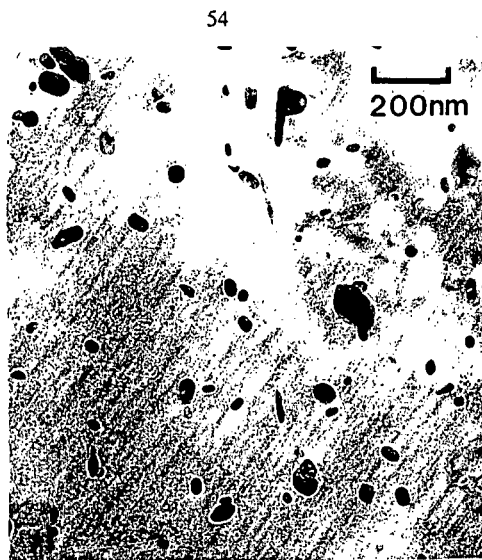
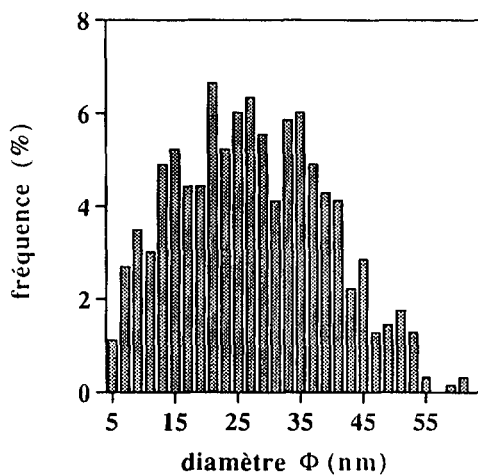


Fig. C.1.7. Observation au M.E.T des particules de chrome présentes après le revenu à 700°C pendant 1h00.

Fig. C.1.8. Distribution du diamètre des particules de chrome présentes après le revenu, effectué à 700°C pendant 1h00.



- Les plus grosses particules sphériques (fig. C.I.4.), déjà visibles en optique (fig. C.I.2., C.I.3.), résultent de la croissance des 1,6%vol. de particules de chrome non solutionnées lors du traitement thermique. Elles mesurent en moyenne 700 nm de diamètre (fig. C.I.5.) et la distance interparticulaire planaire moyenne qui leur est associée correspond à 4 μm .
- Les 1%vol. de particules plus allongées de Cu_3Zr sont présentes dès le départ dans la matrice (fig. C.I.4.) [87]. De part leur forme, il a été nécessaire de les caractériser suivant deux dimensions, leur longueur, de 700 nm, et leur largeur, de 100 nm (fig. C.I.6. a., b.). Ces paramètres nous ont permis de calculer un rayon effectif de 136 nm [5], et une distance interparticulaire planaire moyenne de 1 μm .
- La fine distribution de particules de chrome qui a précipité lors du revenu effectué à 700°C occupe une fraction volumique de 0.3%vol. (fig. C.I.7.) et ne sont décelables, de part leur taille, qu'au M.E.T.. Leur diamètre moyen a été mesuré à 25 nm (fig. C.I.8.) avec une distance interparticulaire planaire de 350 nm.

Ces dernières particules sont celles qui seraient susceptibles de croître suffisamment entre 400 et 500°C et d'influencer, par conséquent, le comportement en fluage de l'alliage [88, 110].

II Les courbes expérimentales

Lors des essais de fluage, la quantité d'allongement produite par l'échantillon au cours du temps a systématiquement été enregistrée, puis représentée par l'intermédiaire d'un traceur. A partir de ces courbes, d'autres, qui illustraient plutôt la déformation en fonction du temps, et qui étaient, par conséquent, plus communes à l'étude de fluage, ont pu être déduites. Les figures (C.II.1. a., b., c.) et (C.II.2.) donnent un aperçu de celles-ci, pour des contraintes appliquées comprises entre 100 et 148 MPa, dans la gamme de températures intermédiaires par rapport à la température de fusion du cuivre, de 400 à 500°C. En effectuant ainsi leur rassemblement pour, différentes contraintes à une température donnée, et pour, différentes températures à une contrainte donnée, nous avons pu comparer l'allure des différentes courbes de fluage et constater l'action de ces deux paramètres, la contrainte et la température, sur l'amplitude de déformation ainsi que sur les vitesses de déformation produites. D'une manière générale, les courbes présentées aux figures (C.II.1.) et (C.II.2.) montrent que l'amplitude de déformation des éprouvettes de CuCrZr obtenue au cours du temps est d'autant plus importante que la contrainte appliquée et la température sont élevées. Dans la mesure où notre but a été de prévoir le comportement en fluage

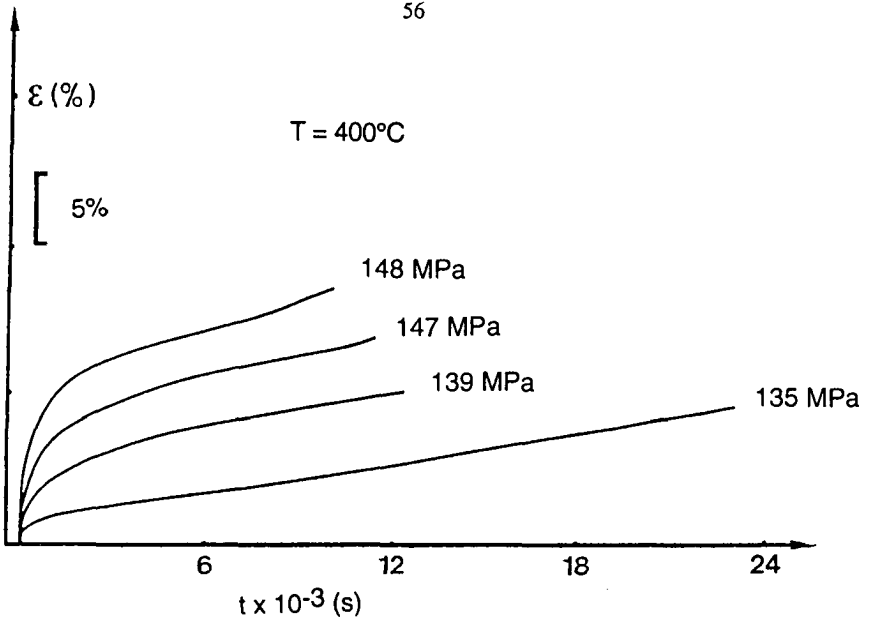
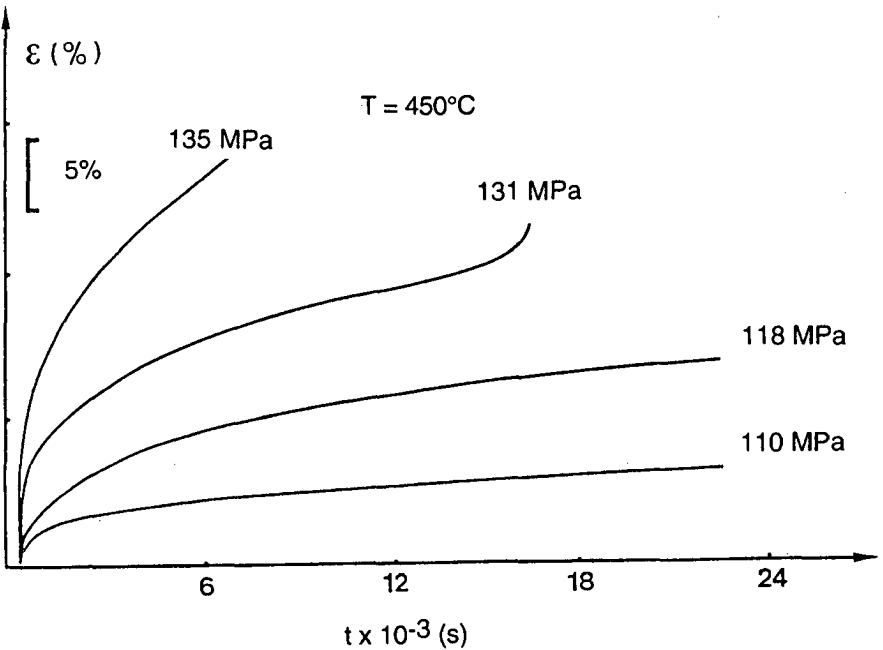


Fig. C.II.1.a. Exemples de courbes obtenues lors du fluage du CuCrZr pour une température d'essai de 400°C .

Fig. C.II.1.b. Exemples de courbes obtenues lors du fluage du CuCrZr pour une température d'essai de 450°C .



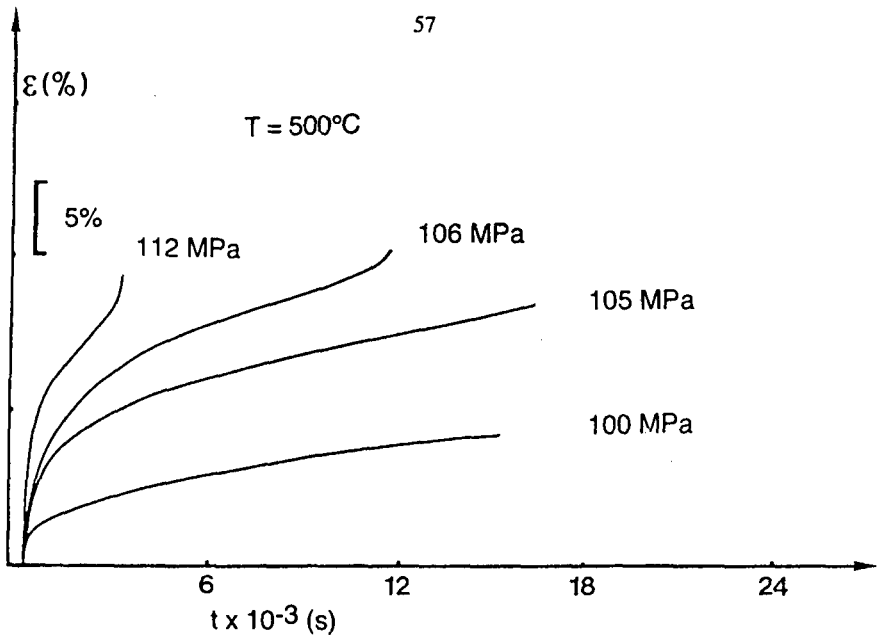
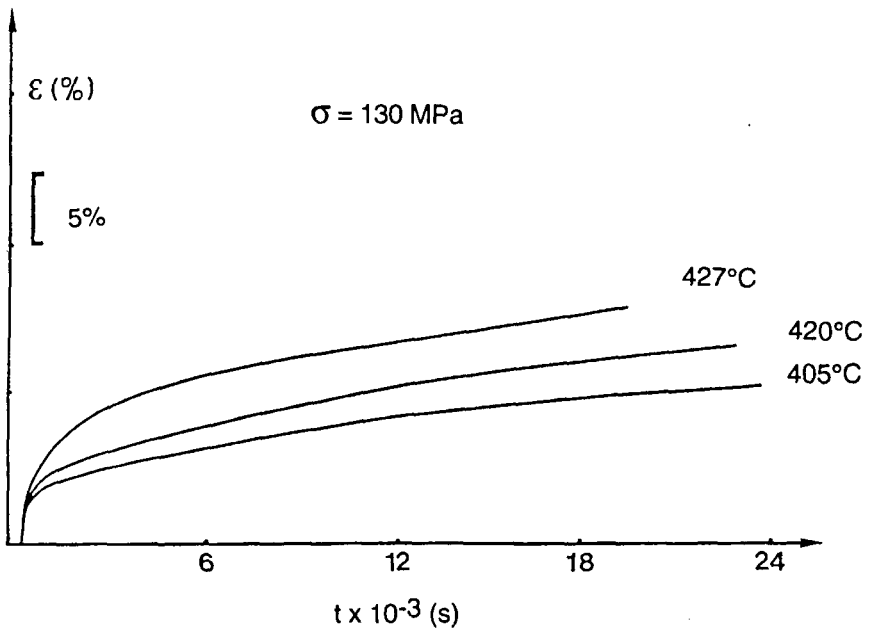


Fig. C.II.1.c. Exemples de courbes obtenues lors du fluage du CuCrZr pour une température d'essai de 500°C .

Fig. C.II.2. Exemples de courbes obtenues lors du fluage du CuCrZr pour une contrainte appliquée de 130 MPa.



du matériau, en déduisant à partir des courbes de fluage obtenues, $\epsilon(t)$, une vitesse de déformation, puis, l'expression de celle-ci, en fonction de la contrainte appliquée et de la température, il a été préférable d'effectuer des transformations de celles-ci en déterminant les vitesses de déformation, à différentes quantités de déformation, et en mesurant, sur un intervalle de temps, la déformation subie par l'éprouvette de CuCrZr. Ces représentations de la vitesse de déformation en fonction de la quantité déformée, $\dot{\epsilon}(\epsilon)$, nous ont ainsi permis de constater, suivant les paramètres de fluage utilisés, l'évolution de la vitesse de déformation en cours d'essai (fig. C.II.3.).

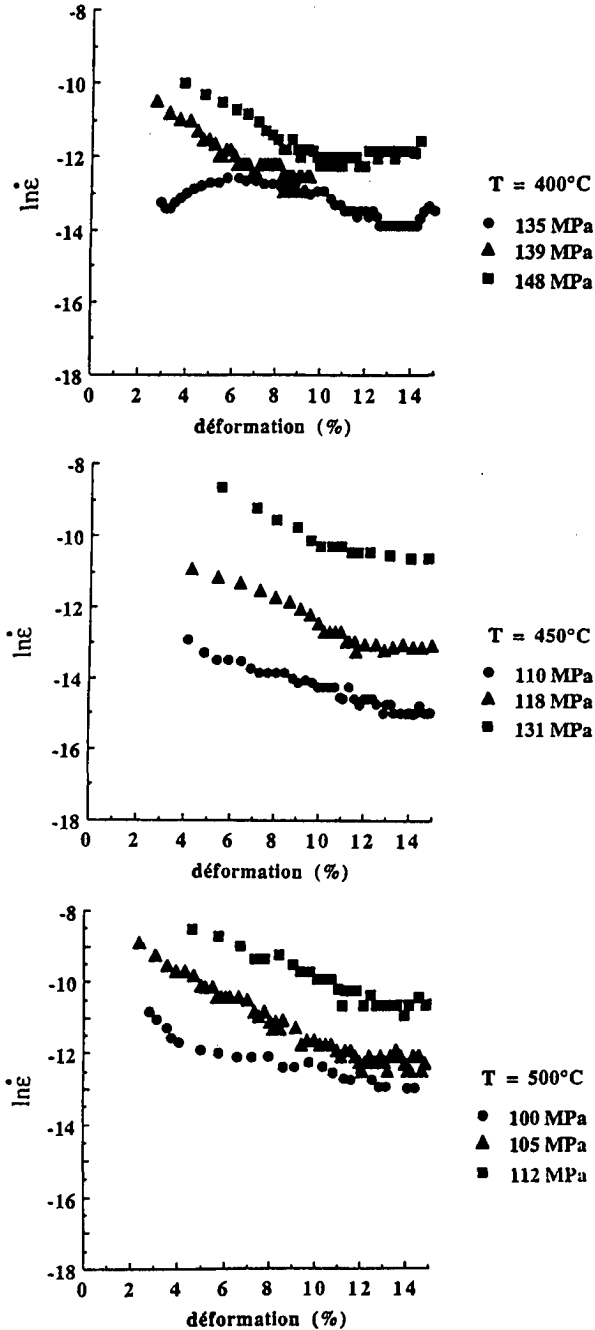
Le tableau (C.II.1.) résume les différents résultats obtenus à partir des courbes de fluage, pour différentes températures, contraintes appliquées, quantités de déformation et durées de fluage. On remarque que pour un même temps de fluage et une même température de 450°C, que l'amplitude de la déformation croît en fonction de la contrainte appliquée. Ceci se traduit par une plus forte vitesse de déformation sous 135 MPa, comparé à 110 MPa. De même, parmi deux essais réalisés sous une même contrainte de 130 MPa, à deux températures différentes, 405 et 426°C, la vitesse de déformation a été mesurée d'autant plus importante que la température était élevée. Pour le même intervalle de temps, la quantité déformée a donc été plus grande à 426°C.

Suivant la variation que l'on a pu observer de la déformation au cours du temps, donc de la vitesse de déformation, les courbes de fluage ont pu être décomposées en plusieurs stades. La proportion occupée par chacun d'eux dépendait des conditions pour lesquelles l'essai avait été réalisé.

Ainsi, chacune de ces courbes (fig. C.II.2. a., b., c.) a tout d'abord révélé, à la mise en charge de l'éprouvette, l'existence d'une déformation instantanée dont l'amplitude, pour une température donnée, devenait d'autant plus importante que la contrainte appliquée était plus élevée. La variation de la quantité de déformation au cours du temps se réduit, par la suite, très rapidement (fig. C.II.3. a., b., c.). C'est le stade primaire de la déformation. On remarque que suivant les conditions sous lesquelles est effectué le fluage, ce stade débute dès les premiers pourcentages de déformation, jusqu'aux environs de 5 à 8%. Comme on pouvait s'y attendre, par rapport aux considérations précédentes, ce ralentissement de la vitesse de déformation a été observé plus prononcé et plus étendu vers les fortes valeurs de la déformation, lorsque la contrainte et la température appliquées étaient élevées (tableau C.II.2.).

A la suite de cette première étape du fluage, apparaît le stade secondaire de la déformation, au cours duquel la vitesse de déformation n'évolue que très peu. Pour les faibles contraintes appliquées, dans le cas de 110 MPa à 450°C ou 100 MPa à 500°C, il est déjà présent aux faibles pourcentages de la déformation, vers 5%. Ce stade secondaire, pour lequel les vitesses de

Fig. C.II.3. Courbes des vitesses de déformation en fonction de la déformation, obtenues à partir des courbes de fluage, pour 400°C, 450°C, 500°C.



Tab. C.II.1. Résultats déduits des courbes de fluage $\epsilon(t)$. L'amplitude de la déformation observée est dépendante des conditions de contrainte et de température appliquées. Ceci se traduit par des vitesses de déformation différentes suivant l'essai de fluage qui a été effectué.

T (°C)	σ_a (MPa)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	ϵ (%)	temps
450	135	$(1.4 \pm 0.1) \times 10^{-5}$	10	7 min.
450	135	$(0.4 \pm 0.1) \times 10^{-5}$	12	20 min.
450	135	$(1.5 \pm 0.1) \times 10^{-5}$	20	1h20
450	130	$(1.4 \pm 0.1) \times 10^{-5}$	19	1h20
450	110	$(2.5 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	4	1h20
450	110	$(6.0 \pm 1.0) \times 10^{-7}$	10	15h40
450	110	$(3.0 \pm 1.0) \times 10^{-7}$	12	24h40
426	130	$(5.6 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	9	1h20
420	130	$(6.2 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	7	1h20
405	130	$(4.3 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	5	1h20
400	135	$(3.7 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	3	1h20
400	135	$(2.1 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	10	6h20
400	135	$(1.3 \pm 0.1) \times 10^{-6}$	12	9h20

Tab. C.II.2. Au cours du stade primaire du fluage une décroissance de la vitesse de déformation est constatée, celle-ci se réduit d'autant plus rapidement que la contrainte et la température appliquées durant l'essai de fluage sont élevées.

T (°C)	σ_a (MPa)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	
		à $\epsilon = 6\%$	à $\epsilon = 10\%$
450	131	$(9.0 \pm 1.0) \times 10^{-5}$	$(1.4 \pm 0.1) \times 10^{-5}$
450	118	$(1.0 \pm 0.1) \times 10^{-5}$	$(4.0 \pm 0.1) \times 10^{-6}$
400	148	$(25 \pm 1.0) \times 10^{-6}$	$(1.5 \pm 0.1) \times 10^{-5}$
400	139	$(7.0 \pm 1.0) \times 10^{-6}$	$(1.4 \pm 0.1) \times 10^{-6}$
400	118	$(6.1 \pm 0.1) \times 10^{-7}$	$(3.6 \pm 0.1) \times 10^{-7}$

déformations sont généralement considérées comme constantes, peut s'étendre sur un large domaine de déformation, de la courbe de fluage, de 5% jusqu'à des valeurs supérieures à 15%.

Nous avons remarqué que sa présence sur la courbe de fluage était liée à la précision avec laquelle les mesures de la vitesse de déformation pouvaient être effectuées, en cours de fluage, notamment, lorsque leur variation, de part les conditions de contrainte et de température appliquées, devenait difficile à percevoir. Par conséquent, cette vitesse que nous considérons à priori comme constante, a finalement été constatée décroissante jusqu'à environ 14 à 15 % de déformation. Nous ne pouvons, dès lors, plus considérer ce stade comme stationnaire, mais plutôt, comme quasi stationnaire. Lorsque les contraintes appliquées étaient élevées, comme 148 MPa à 400°C, ou 112 MPa à 500°C, l'étendu de ce stade secondaire diminuait pour ne devenir qu'un minimum, qui se produisait pour une quantité de déformation d'autant plus importante que la contrainte appliquée était élevée. Pour 400°C sous 139 MPa, il a effectivement été observé à 8% tandis que pour 148 MPa il se situait à 11%. Dans ces conditions, le stade primaire, s'étendait jusqu'à des quantités de déformation relativement élevées, et, ne prenait fin qu'au minimum de chaque courbe. La vitesse de déformation était finalement observée décroissante jusqu'au stade tertiaire précédent la rupture.

III La sous-structure après fluage

Puisque les fines particules de chrome sont celles susceptibles de modifier les propriétés en fluage du CuCrZr, nous avons observé leur évolution lors des essais effectués pour différentes contraintes et différentes températures appliquées.

III.1/ La distribution des particules de chrome

Les figures (C.III.1.) et (C.III.2.) montrent l'analyse quantitative effectuée sur ces particules de chrome de 25 nm de diamètre. Nous avons ainsi pu suivre leur évolution en taille suivant, la quantité déformée, la température, et la contrainte appliquée. Pour des conditions de fluage que l'on peut qualifier d'intermédiaires, c'est-à-dire, 450°C, par rapport à 400 ou 500°C, et 110 MPa, par rapport à 90 ou 150 MPa, la distribution en diamètre des particules, s'échelonne sur un domaine de tailles comprises entre 5 et 55 nm. Celui-ci ne semblerait pas changer, quelle que soit la quantité de déformation choisie pour effectuer les observations (fig. C.III.1.). Par conséquent, il paraît demeurer insensible au temps durant lequel a été effectué le fluage. Cette constatation reste valable si l'on considère non plus les déformations comme variables, mais les températures ou les contraintes (fig. C.III.2.). En effet, à 110 MPa quelles que soient les températures auxquelles ont été effectuées les essais ou à 450°C, quelles que

Fig. C.III.1. Distribution du diamètre des particules de chrome en fonction de la déformation d'un échantillon de CuCrZr flué à 450°C sous 110 MPa.

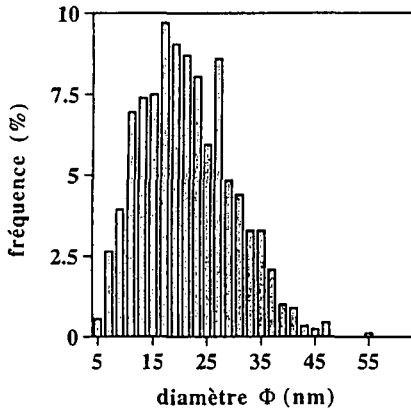
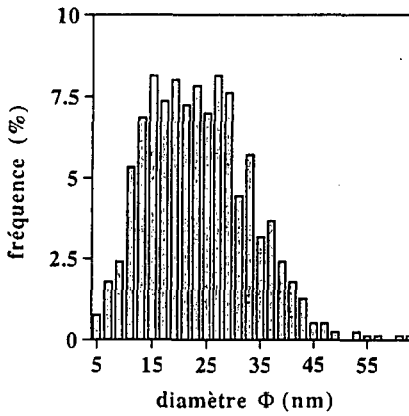
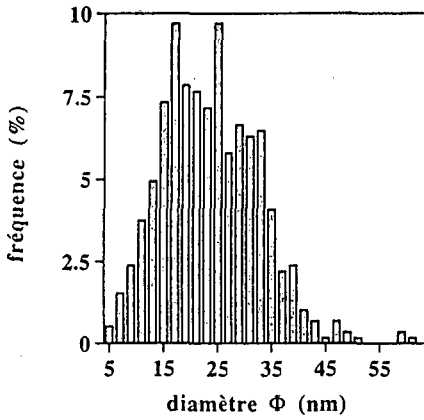
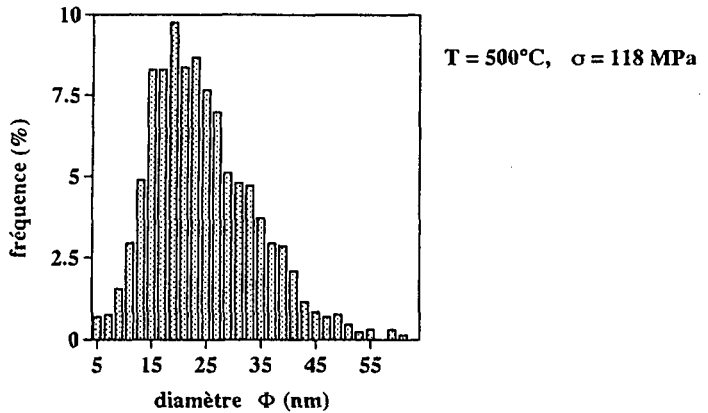
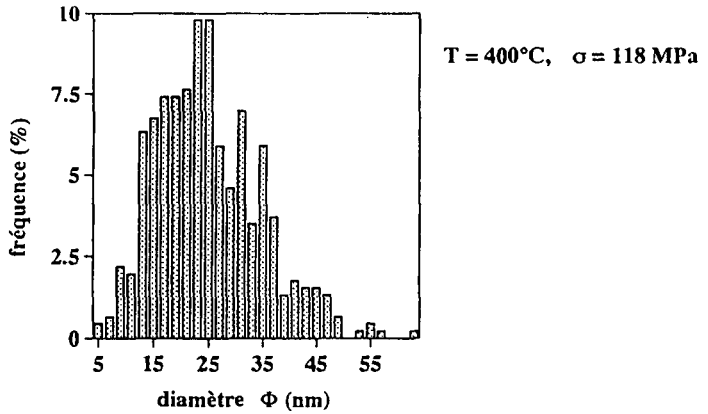
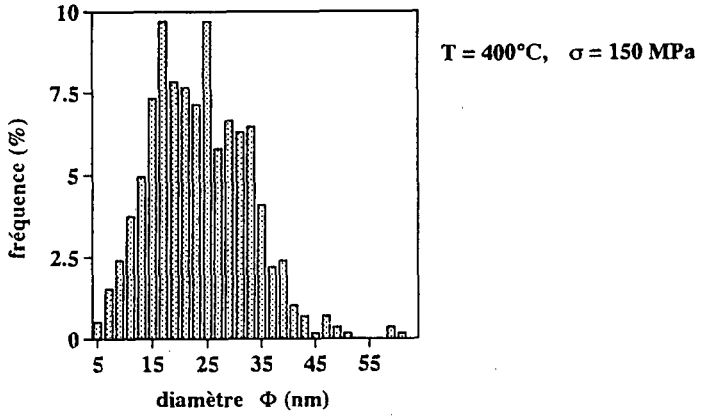


Fig. C.III.2. Distribution du diamètre des particules de chrome en fonction de la contrainte et de la température appliquées lors du fluage d'échantillon de CuCrZr.



soient les contraintes appliquées, la distribution des particules de chrome reste la même. En fait, ces graphiques présentent une telle largeur de pic que toutes les variations susceptibles de se produire lors du fluage sont confondues dans l'étalement qui existe autour de la valeur moyenne du diamètre. Nous pouvons, par conséquent, admettre que cette précipitation de fines particules de chrome, estimée à (25 ± 5) nm, puisse demeurer stable durant les essais de fluage, dans les gammes de contraintes et de températures qui nous concernent.

III.2/ La sous-structure de dislocations

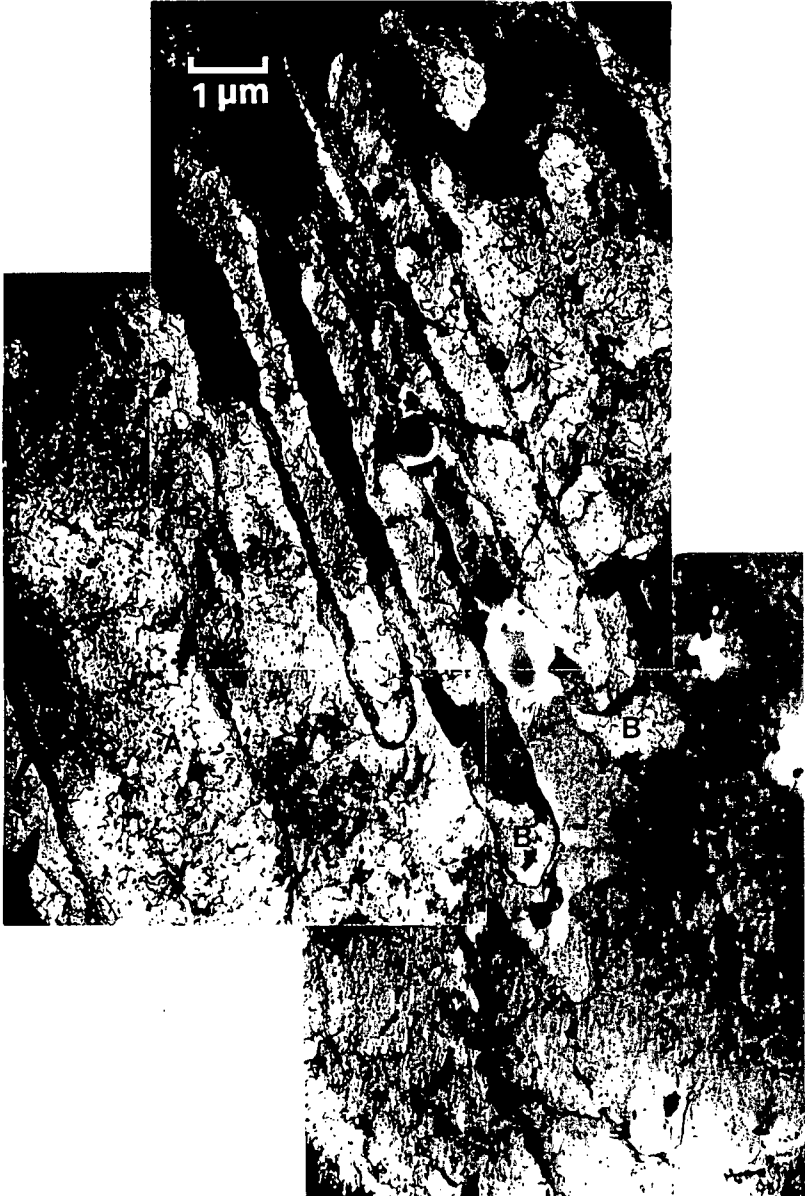
La figure (C.III.3.) présente la microstructure d'un échantillon flué à 500°C sous 118 MPa. Ces conditions de fluage sont suffisamment élevées pour que de fortes quantités de déformation soient rapidement atteintes, 19% en 10 minutes. Malgré ce fluage très rapide pour lequel la vitesse de déformation évolue de $(1.6 \pm 0.5) \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, pour 3%, à $(1.4 \pm 0.1) \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, pour 19%, des sous-grains fortement contrastés et allongés dans une même direction, d'au minimum 9 μm de longueur sur 0.7 μm de largeur, ont été formés. Or, pour des matériaux, comme le cuivre ou les alliages de cuivre, dont l'énergie de défaut d'empilement peut être considérée comme faible, par rapport à celle de l'aluminium, ce sont des parois de cellules plutôt que des sous-joints qui ont généralement été observées. Dans notre cas, il semblerait que la contrainte appliquée soit suffisamment élevée pour permettre la formation de sous-joints.

Les larges parois qui bordent ces sous-grains allongés, ainsi que la différence de contraste qui en résulte, révèlent des différences d'orientation. Celles-ci sont d'autant plus prononcées que les parois sont denses et apparaissent donc sombres sur la photo. On remarque également, à l'intérieur des sous-grains, des variations de contraste, qui révèlent des changements d'orientations donc la possibilité qu'une subdivision ait pu s'opérer. Il faut noter que ce type de sous-grains, à la fois très allongés et étroits, coexiste avec d'autres, soient plus larges (indiqués par la zone A sur la figure (C.III.3.)), soient plus petits et plus équiaxes (indiqués par la zone B sur la figure (C.III.3.)). La distribution en taille des sous-grains est donc difficile à estimer car là encore, une grande disparité est constatée.

Nous avons voulu savoir si ce type de sous-structure composée de sous-grains était créé sous des conditions de fluage bien spécifiques ou si, au contraire, il existait systématiquement lors du fluage du CuCrZr effectué aux températures intermédiaires, quelles que soient les contraintes appliquées au cours de l'essai.

En observant dans d'autres conditions, 110 MPa sous 450°C, nous avons constaté que les sous-joints se formaient dès les premiers pourcentages de déformation. En effet, la figure (C.III.4.) nous montre un exemple de sous-joints qui peut-être observés à 3% de déformation, après 3h30 de fluage à 450°C sous 110 MPa. Localisé entre deux grosses particules de chrome (nommées

Fig. C.III.3. Sous-structure de déformation d'un échantillon de CuCrZr flué à 500°C sous 118 MPa, jusqu'à 19%. On remarque notamment les sous-grains allongés. Les lettres A et B indiquent la présence de sous-grains respectivement, plus larges et plus équiaxes.



Cr sur la figure (C.III.4.)), le sous-joint n'est pas régulier, sa maille est beaucoup plus serrée près des particules qu'à mi-distance entre elles. La différence de contraste qui existe de part et d'autre de ce sous-joint ne semble pas importante, la désorientation produite par sa présence demeurerait, par conséquent, faible pour cette quantité de déformation. On remarque, malgré l'établissement de ces parois, que de nombreuses dislocations individuelles, ancrées ou contournant les précipités de 25 nm de diamètre, sont réparties de manière hétérogène ; il existe en effet des zones où elles s'accumulent et forment des écheveaux de dislocations (zone C sur la figure (C.III.4.)).

Par la suite, nous avons constaté, pour des quantités de déformation plus importantes 10% (fig. C.III.5.), que ces sous-joints se développaient à travers l'ensemble de l'échantillon en formant des bandes étroites de 0.7 μm de largeur, plutôt que des sous-grains allongés. Si leur largeur semble correctement définie, il est, par contre difficile de déterminer leur longueur. Les différences de contraste qui existent, entre chacune d'elles, indiqueraient qu'il s'est produit au cours du fluage une augmentation de la désorientation par rapport à ce qui a été observé à 3% de déformation.

A 14% de la déformation, un meilleur contraste nous permet de constater la présence de sous-grains allongés, leur limite est, effectivement, mieux définie qu'à 10% de la déformation (fig. C.III.6.). Il existe dans cette microstructure comme dans celle présentée pour le cas de 118 MPa à 500°C (fig. C.III.3.), non seulement des sous-grains allongés, mais également d'autres, plus équiaxes, qui apparaissent également sur la figure (C.III.7.). On constate, en effet, que la distribution en taille de sous-joints semble relativement hétérogène et que d'une plage à l'autre du même échantillon, cette sous-structure peut paraître différente, composée de sous-grains, soient allongés, soient équiaxes.

L'observation de la microstructure pour chaque quantité de déformation nous permet de constater que celle-ci évolue tout au long du fluage. Les sous-joints se sont établis progressivement pour former des sous-grains dont la désorientation semble s'accroître au cours de la déformation. Si cette évolution est nettement perceptible dans le stade primaire du fluage, c'est-à-dire entre 3 et 10% de déformation, elle l'est beaucoup moins entre 10 et 14 %, c'est-à-dire, dans l'intervalle quasi stationnaire du fluage. Dans ce dernier intervalle de déformation, bien que le contraste d'un sous-grain à l'autre s'accroît, et que la limite des sous-grains devenait, par conséquent, plus discernable, l'évolution de la sous-structure de déformation restait lente.

On s'aperçoit que la variation de la vitesse de déformation qui avait été observée à la figure (C.II.3.) est effectivement corrélée à l'établissement de la sous-structure de déformation.

Fig. C.III.4. Sous-structure de déformation d'un échantillon flué à 450°C sous 110 MPa, jusqu'à 3% de déformation. Les sous-joints existent et sont localisés près des grosses particules de chrome.

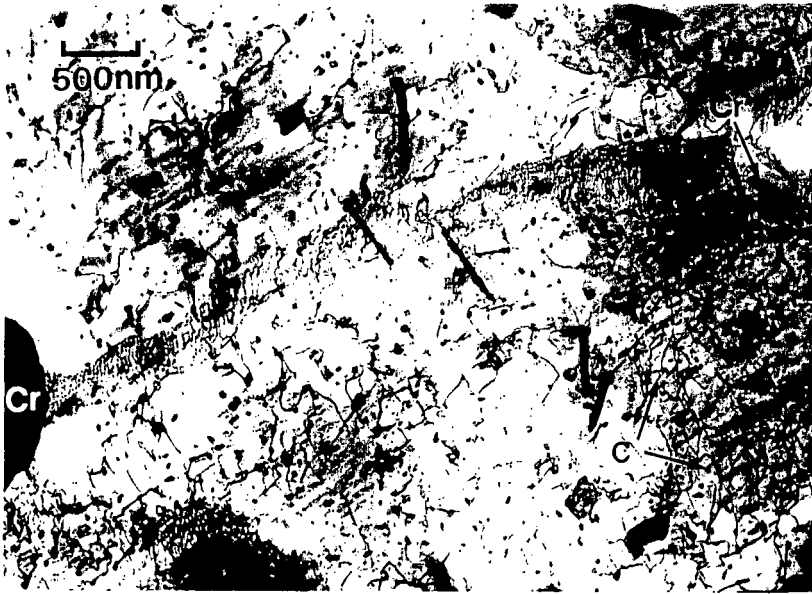


Fig. C.III.5. Sous-structure de déformation d'un échantillon flué à 450°C sous 110 MPa jusqu'à 10% de déformation.

Fig. C.III.6. Sous-structure de déformation d'un échantillon flué à 450°C sous 110 MPa jusqu'à 14% de déformation.



L'élaboration des sous-joints s'associe à une diminution importante de la vitesse de déformation. Une fois ceux-ci établis, cette dernière n'évolue plus que légèrement.

Le même type de sous-structure a pu être constaté pour d'autres conditions de fluage. Un changement de température, de 450°C à 500°C, ne semble pas produire de changement notable de la microstructure développée sous 110 MPa jusqu'à 14% de déformation (fig. C.III.8.). De plus, le fait que pour 400°C, sous 130 MPa, à 12% de déformation, nous observions également des sous-grains bien formés (fig. C.III.9.), nous amène à penser que cette organisation de la microstructure reste caractéristique de celle qui se développe lors du fluage du CuCrZr, aux températures intermédiaires, dans le domaine de contrainte appliquée considéré.

Or, d'une température à l'autre, pour une même contrainte appliquée, de même que d'une contrainte appliquée à l'autre, pour une même température, des vitesses de déformation différentes ont été obtenues. Puisque leur valeur est reliée à la sous-structure de dislocations développée lors du fluage, celle-ci devrait varier lorsque les conditions sous lesquelles sont effectuées le fluage changent. Dans la mesure où la contrainte est reliée à la densité de dislocations, ρ , suivant la relation $\sigma = cte \sqrt{\rho}$, si elle augmente, la densité de dislocations augmente également. Toutefois, dans le cas où la température d'essai est suffisamment élevée, il peut se produire une diminution du nombre de ces dislocations au profit de l'établissement de parois de moindre énergie. Ainsi, les sous-structures de déformation obtenues peuvent être semblables s'il se produit une compensation des effets de la contrainte et de la température. Alors qu'une différence pourra être notée, d'une condition de fluage à l'autre, si l'effet de la contrainte, dans la densité de dislocations, est plus importante. Les variations de vitesses de déformation observées nous amènent donc à penser qu'il existe certainement une évolution de la microstructure. Nous n'avons, cependant, pas d'observation quantitative sur la sous-structure de dislocations pour nous confirmer ce fait (tableau C.II. 1., 2.).

Les observations effectuées à plus fort grossissement ont montré que différents types de sous-joints se sont développés au cours du fluage. Il existe, tout d'abord, ceux indiqués par la lettre α sur les figures (C.III.9.) et (C.III.10.), qui ont été créés en début du fluage. Nous les qualifions donc de sous-joints primaires, car ils délimitent un premier ordre de sous-structure, les sous-grains primaires. On les repère car ils sont généralement bien formés, denses et composés de dislocations régulièrement espacées. Les figures (C.III.11.) et (C.III.12.) montrent un exemple pris pour deux conditions extrêmes de contraintes appliquées, à 500°C. Elles nous révèlent que, malgré la différence importante de contraintes appliquées, par conséquent de vitesses de déformation obtenues lors du fluage, ces sous-joints possèdent une taille de maille semblable, de l'ordre d'une vingtaine de nanomètres.

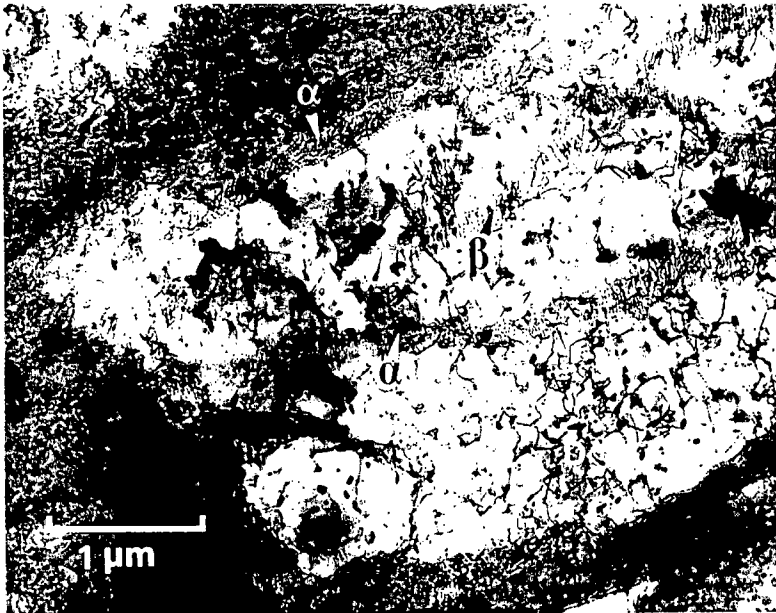


Fig. C.III.7. Sous-structure de déformation d'un échantillon flué à 450°C sous 110 MPa jusqu'à 14 % de déformation.



Fig. C.III.8. Sous-structure de déformation d'un échantillon flué à 500°C sous 110 MPa jusqu'à 14 % de déformation.

Fig. C.III.9. Sous-structure de déformation d'un échantillon flué à 400°C sous 130 MPa jusqu'à 12 % de déformation. α et β désignent, respectivement, les sous-joints primaires et secondaires.



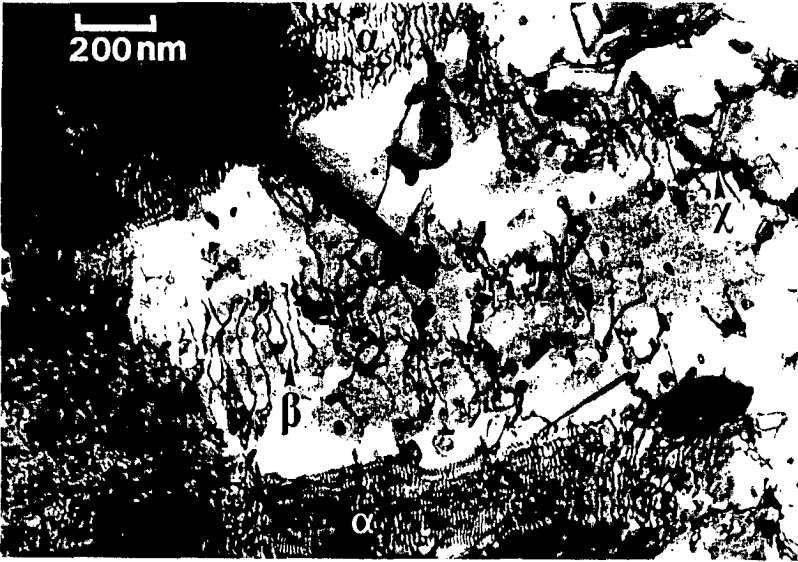


Fig. C.III.10. Sous-grains primaires d'un échantillon flué à 400°C sous 130 MPa jusqu'à 12 %. On observe l'établissement d'une parois de dislocations, β , à l'intérieur de ce sous-grain.

Fig. C.III.11. Sous-joint primaire α observé dans un échantillon flué à 500°C sous 118 MPa.



Fig. C.III.12. Sous-joint primaire α observé dans un échantillon flué à 500°C sous 88 MPa.



A l'intérieur des sous-grains primaires, deux sortes de parois semblent s'être ensuite développées au cours du fluage. Les premières, les sous-joints secondaires, sont indiquées par la lettre β et sont effectivement constatées en phase d'établissement (fig. C.III.9., C.III.10.). Elles apparaissent ainsi souvent inachevées, moins denses et moins régulières que les sous-joints primaires. L'espacement qui réside entre chaque dislocation constitutive de la paroi, ne peut donc être défini car il varie. En effet, il est constaté beaucoup plus faible en tête qu'en queue d'empilement. Un contraste similaire a pu être observé de part et d'autre de celui-ci, la désorientation que peuvent engendrer ces parois semble donc être très faible. Ces sous-joints paraissent avoir été créés par l'émission de dislocations de la paroi opposée à l'obstacle, contre lequel elles se sont établies (fig. C.III.10.). Celui-ci peut d'ailleurs être, soit un sous-joint primaire, soit une interaction entre dislocations, soit une grosse particule, respectivement montré aux figures (C.III.10.), (C.III.13.) et (C.III.14.). La deuxième catégorie de parois, observée dans le sous-grain primaire, est constituée d'écheveaux de dislocations qui sont repérés par la lettre χ sur les figures (C.III.10.) et (C.III.13.). Ils peuvent être responsables d'une désorientation dans le sous-grain primaire ; on le remarque dans la partie supérieure de la figure (C.III.10.).

L'existence de ces subdivisions peut provoquer une modification à l'intérieur du sous-grain primaire. En effet, sur la figure (C.III.9.) nous avons remarqué que parmi les deux sous-grains présentés, il semble exister une différence en quantités de dislocations ancrées aux particules. Celui du bas, qui possède une paroi en phase d'établissement, créée à partir des dislocations isolées du sous-grain, en présente, effectivement, un nombre beaucoup moins élevé. Le sous-grain du haut qui lui ne semble pas avoir été subdivisé, possède une densité de dislocations plus importante réparties de manière hétérogène. Il existe des zones, vers le centre du sous-grain, où leur concentration est plus élevée (zone D)(fig. C.III.15.) Cette accumulation de dislocations tend à favoriser les interactions entre elles, provoquant, par la suite, la création soit d'enchevêtrements (fig. C.III.17.), soit de sous-joints secondaires (fig. C.III.10., C.III.13., C.III.14.).

L'établissement des sous-grains primaires, l'augmentation de leur désorientation en cours de fluage, l'existence de leur subdivision provoquée par la création en cours de déformation de divers types de parois, nous indique que la sous-structure n'est pas stationnaire, mais au contraire, évolue continuellement en cours de fluage. Par conséquent, la variation de contraste qui avait pu être constatée à l'intérieur des sous-grains allongés, obtenus à 500°C sous 118 MPa (fig. C.III.3.), peut être expliquée par la formation de ce deuxième ordre de la sous-structure. Ceci est également révélé par la diminution de la vitesse de déformation qui avait été observée au cours du fluage.

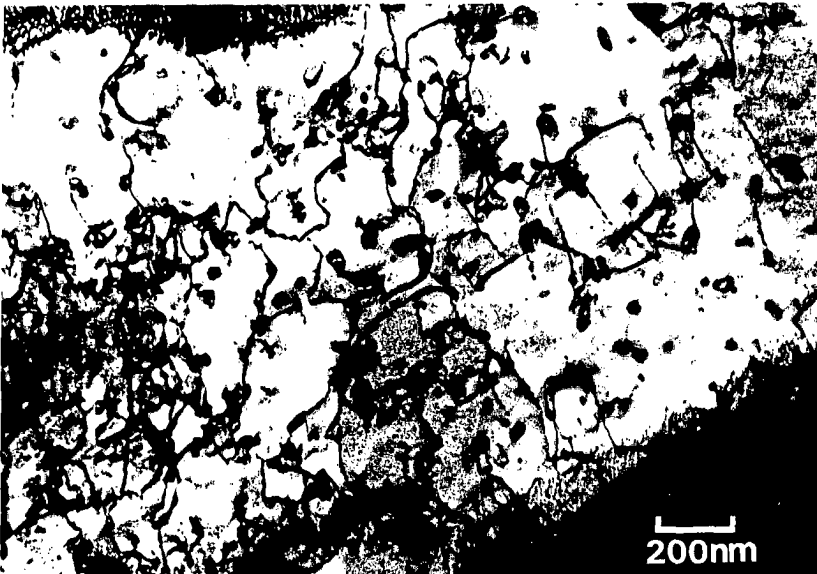


Fig. C.III.13. Sous-joint secondaire β d'un échantillon flué à 400°C sous 118 MPa jusqu'à 14 % de déformation.



Fig. C.III.14. Sous-joint secondaire β d'un échantillon flué à 450°C sous 110 MPa jusqu'à 14 % de déformation.

Fig. C.III.15. Détail de sous-grain primaire d'un échantillon flué à 400°C sous 130 MPa jusqu'à 14 % de déformation. L'activité à l'intérieur du sous-grain est demeurée importante en cours de fluage. Des zones de fortes interaction sont responsables d'une répartition hétérogène des dislocations.



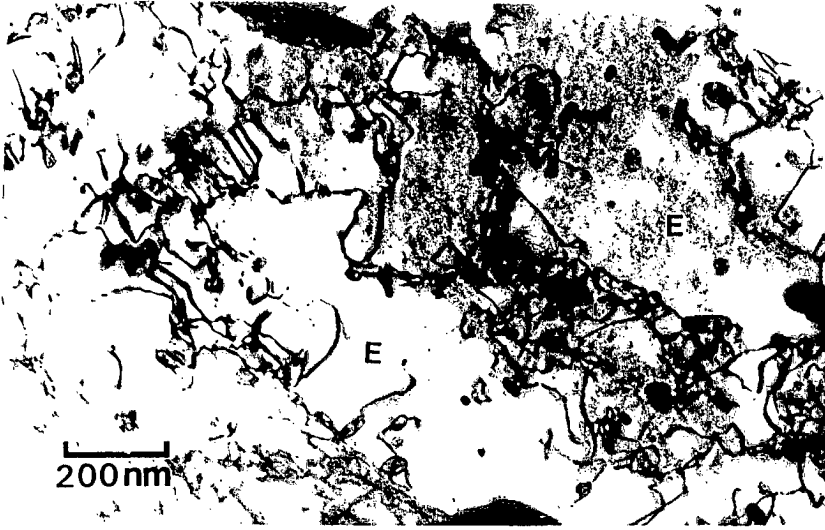


Fig. C.III.16. Observation à l'intérieur d'un sous-grain primaire d'un échantillon flué à 400°C sous 150 MPa. La répartition des dislocations est hétérogène. Les fortes interactions entre elles provoquent la formation d'écheveaux de dislocations. De part et d'autre de ces parois, en zones B et C, peu de dislocations sont perçues.

Fig. C.III.17. Sous-structure d'un échantillon qui a été flué à 450°C sous 110 MPa jusqu'à 10%. Dans le sous-grain primaire A, aucune particule, ni dislocation n'est perçue. Les dislocations ne sont plus freinées par les particules de chrome.

Fig. C.III.18. Sous-structure d'un échantillon qui a été flué à 450°C sous 110 MPa jusqu'à 10%. Aucune particule, ni dislocation n'est perçue près du joint. Dans celui-ci, les particules de chrome ont un diamètre plus important que celles présentes dans la matrice.



III.3/ Répartition des différentes distributions de particules

Nous avons constaté que les plus grosses des particules de chrome constituaient une surface importante pour l'accumulation des dislocations (fig. C.III.4.). Elles se retrouvent, par conséquent, situées dans les parois des sous-grains primaires (fig. C.III.3., C.III.6., C.III.8., C.III.17.). Les particules allongées de Cu_3Zr ont été observées non seulement, comme les particules précédentes, aux sous-joints, mais aussi à l'intérieur des sous-grains (fig. C.III.5., C.III.6.). Dans ce dernier cas, elles peuvent représenter des lieux d'accumulation des dislocations pour la formation de nouvelles parois à l'intérieur des sous-grains primaires (fig. C.III.13., C.III.14.). Les petites particules de 25 nm de diamètre, réparties de manière homogène dans la matrice de l'alliage, permettent également une distribution relativement homogène des dislocations. Les figures (C.III.15.) et (C.III.16.) nous illustrent d'ailleurs le type d'interactions qui se produit à l'intérieur des sous-grains. Elles ont été observées indifféremment dans les sous-grains aussi bien qu'aux sous-joints (fig. C.III.17., C.III.18.). Dans ces dernières, la taille des particules peut être supérieure à la moyenne (fig. C.III.17.). Il existe alors près de ces joints une zone dénudée créée par la dissolution des précipités de chrome au profit de ceux présents dans les sous-joints. On note ainsi, que dans ces zones privées de particules, les dislocations ne sont pas présentes. En l'absence des particules, les dislocations peuvent, en effet, rapidement glisser jusqu'à un autre obstacle, et former des zones de densité plus importantes de dislocations (fig. C.III.17., C.III.18.).

IV . Les paramètres de fluage n, Q_c

A partir de ces courbes de fluage, la dépendance en contrainte et en température de la vitesse de déformation a été exprimée d'une manière plus quantitative. Nous avons, pour cela, basé notre étude sur la forme d'équation la plus utilisée pour représenter le comportement en fluage de matériaux purs. Souvent désignée comme équation de Dorn, elle exprime le fluage comme une loi puissance de la contrainte de la manière suivante :

$$\dot{\epsilon} = (\sigma_a)^n \exp\left(-\frac{Q_c}{kT}\right) \quad (\text{C.IV.1.})$$

Nous avons ainsi explicité les paramètres n et Q_c pour comprendre le comportement en fluage de notre matériau ainsi que les mécanismes mis en jeu lors de la déformation.

IV.1/ La dépendance en contrainte de la vitesse de déformation

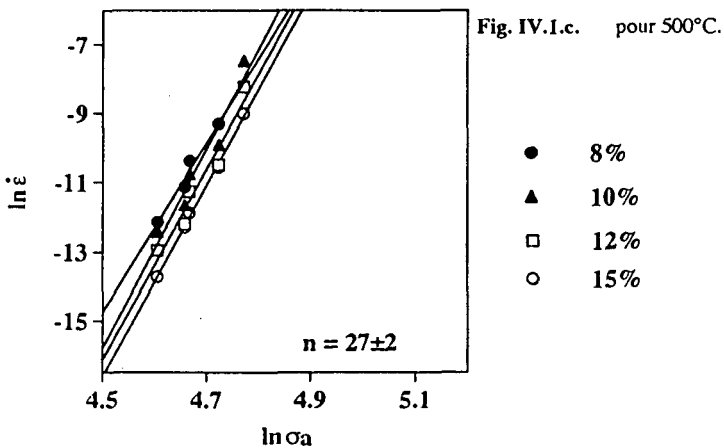
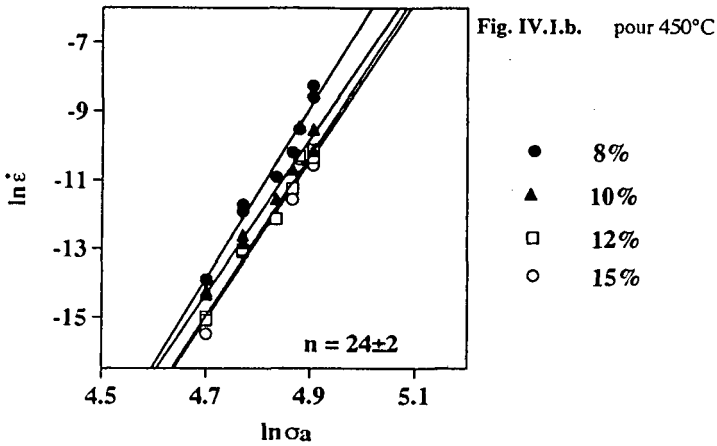
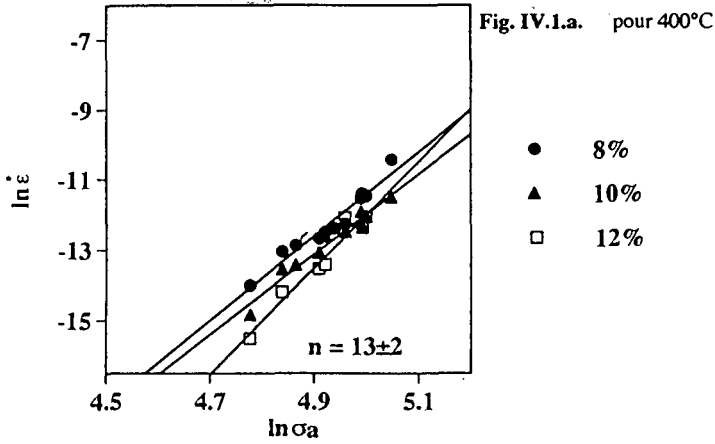
Nous avons pu constater que l'influence de la contrainte sur la vitesse de déformation est nettement visible sur les figures (C.II.1.) à (C.II.3.). Pour connaître de manière quantitative, et généraliser l'effet que produisait une variation de la contrainte appliquée sur la vitesse de déformation, il était nécessaire de déterminer l'exposant de contrainte n , également nommé sensibilité à la contrainte, dans l'expression de la vitesse de déformation.

Puisque n se définit suivant la relation $n = \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta \ln \sigma_a}$, ceci, pour une structure constante, il a simplement été évalué en relevant, à partir de chaque courbe de fluage, réalisée pour différentes contraintes appliquées, une vitesse de déformation. Or, comme nous avons pu le constater auparavant, le stade stationnaire pour lequel est définie l'équation de Dorn, n'existe pas. Car il se produit au cours du fluage une évolution de la sous-structure de déformation qui serait responsable de la diminution de la vitesse de déformation. Toutefois, en considérant, d'une contrainte appliquée à l'autre, qu'à une même quantité de déformation une même structure pouvait être obtenue, nous avons mesuré d'un essai de fluage à l'autre, les vitesses de déformation pour les mêmes quantités de déformation plutôt que pour un intervalle de déformation qui aurait été associé à un stade secondaire. Les graphes ($\ln \dot{\epsilon} / (\ln \sigma_a)$) ont ainsi été représentés pour 8, 10, 12 et 15% de déformation sur les figures (C.IV.1 a., b., c.). Les droites résultantes nous ont montré que, l'expression de la vitesse de déformation pouvait effectivement être exprimée par une fonction en puissance n de la contrainte appliquée. Dans la mesure où aucun changement de pente n'a été observé, la valeur de n , a pu être considérée comme constante dans la gamme des contraintes appliquées. De plus, pour chaque quantité de déformation, ces droites sont quasi parallèles, cette valeur de n demeurerait, par conséquent, également indépendante de la déformation entre 8 et 15%. Nous avons donc tracé une droite unique, à chacune des températures, pour représenter la valeur de n (fig. C.IV.2.) Ceci nous a confirmé l'idée selon laquelle il existerait un stade quasi stationnaire durant lequel la sous-structure, donc la vitesse de déformation, n'évolueraient que très lentement.

On peut également remarquer, comme on pouvait s'y attendre de la part d'un matériau qui contient une deuxième phase dispersée, que les valeurs de n sont relativement élevées, de trois à sept fois supérieures à celles qui sont généralement obtenues lors du fluage de matériaux purs. Elles sont en effet égales à 13 ± 2 , 24 ± 2 , et à 27 ± 2 pour respectivement, 400, 450, 500°C, alors que pour le cuivre pur, pour le même domaine de température, elles sont de l'ordre de 4 à 5 [24, 28, 36-38].

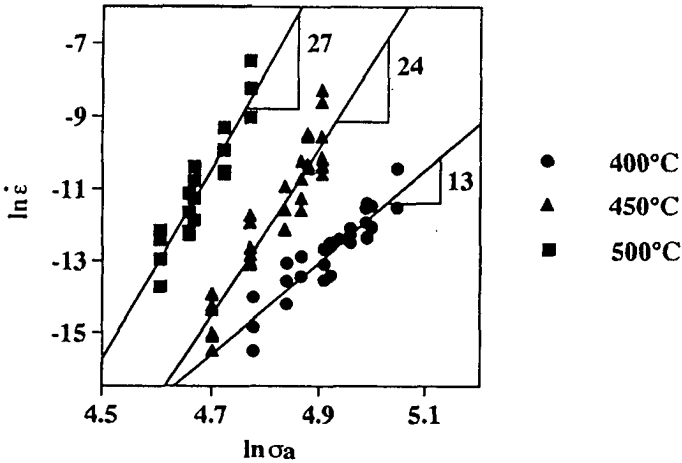
Ainsi, ces forts exposants de contrainte nous ont révélé qu'il existait pour le CuCrZr une forte sensibilité de la vitesse de déformation, non seulement à la contrainte appliquée, mais également

Fig. C.IV.1. Dépendance en contrainte de la vitesse de déformation pour trois températures d'essai de fluage, 400°C, 450°C et 500°C.



à la température d'essai utilisée. En effet, pour une variation de 100°C de celle-ci, la valeur de l'exposant de contrainte est passée du simple au double. D'une faible variation de la contrainte, il résultait une variation importante de la vitesse de déformation en fluage, et ce, d'autant plus si la température de l'essai était élevée (fig. C.IV.2.).

Fig. C.IV.2. Variation de l'exposant de contrainte suivant la température utilisée lors de l'essai de fluage.

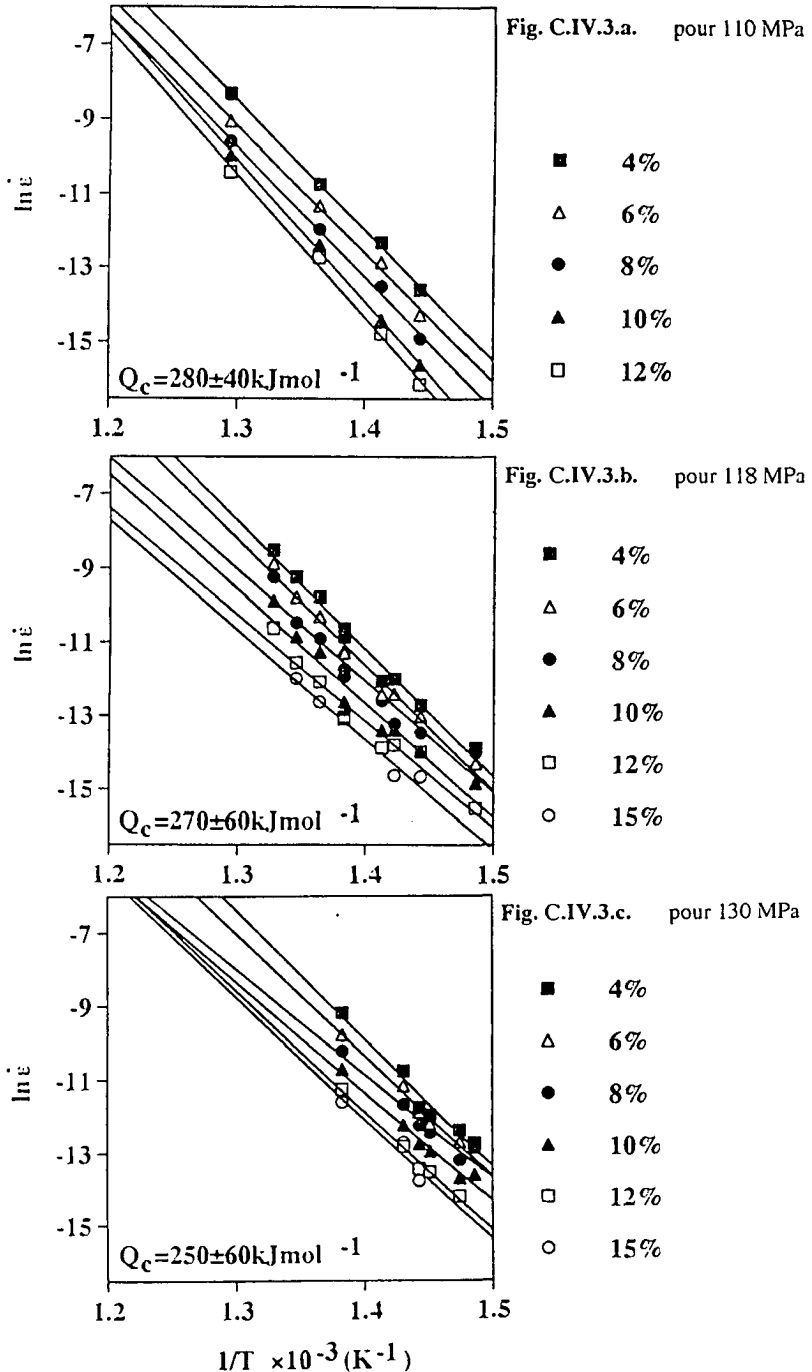


IV.2/ La dépendance en température de la vitesse de déformation

L'énergie d'activation, Q_c , nous a renseigné sur la dépendance en température de la vitesse de déformation. Nous avons constaté que celle-ci possédait effectivement une influence non négligeable sur la déformation de l'alliage puisque pour une contrainte appliquée donnée, le fluage était plus rapide pour les températures les plus élevées (tableau C.II. 1. et C.II. 2.).

Q_c a également été définie pour une structure constante suivant la relation $Q_c = \frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta(1/T)}$. Elle a donc été évaluée simplement en relevant les vitesses de déformation déduites entre 4 et 15% de déformation. Les mesures ont été effectuées à partir de courbes de fluage, à une même contrainte, 110, 118 et 130 MPa, pour différentes températures, comprises entre 400 et 500°C. Les graphes $(\ln \dot{\epsilon}, 1/T)$ ont ainsi été représentés (fig. C.IV.3.). Les droites qui ont pu être tracées, nous indiquent que pour le domaine de températures considéré, la dépendance exponentielle de la vitesse de déformation en fonction de la température, était valable. Dans la mesure où aucun changement de pente n'a été perçu, nous avons également pu considérer que les énergies

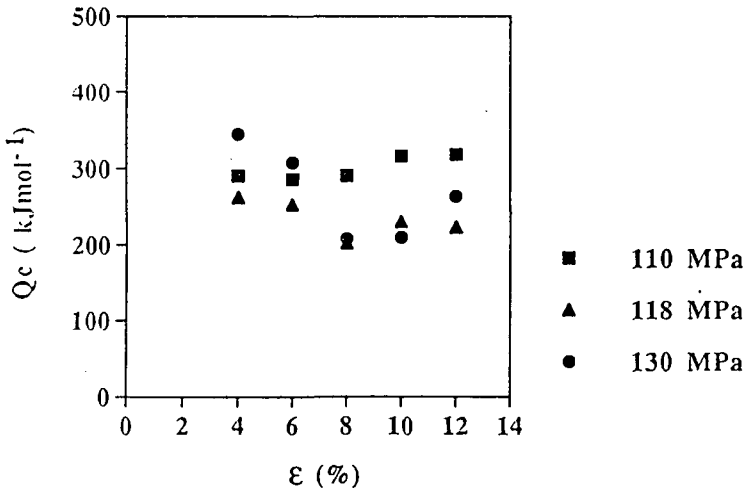
Fig. C.IV.3. Dépendance en température de la vitesse de déformation sous différentes contraintes appliquées lors des essais de fluage, 110, 118 et 130 MPa.



d'activation, déduites pour chaque quantité de déformation, demeureraient constantes pour notre gamme de températures d'études.

En considérant l'évolution de l'énergie d'activation suivant la quantité de déformation (fig. C.IV.4.), on remarque, que bien qu'il puisse exister, suivant la contrainte appliquée, une variation des valeurs obtenues qui peut être importante d'une quantité de déformation à l'autre, celle-ci reste incluse dans l'imprécision obtenue lors de leur détermination. Nous pouvons, finalement, admettre que l'énergie d'activation du fluage demeure relativement constante en cours d'essai et est très proche de l'énergie d'autodiffusion en volume dans le cuivre pur (210 kJmol^{-1}). Elles ont été évaluées entre 280 et $260 \pm 60 \text{ kJmol}^{-1}$ entre 110 et 130 MPa .

Fig.IV.4. Evolution de l'énergie d'activation du fluage suivant la quantité de déformation.

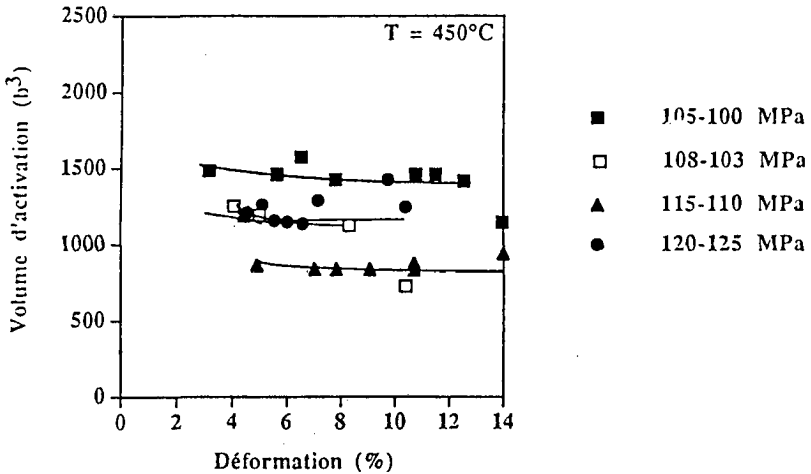


Dans la mesure où la gamme de températures pour laquelle nous avons effectué nos essais de fluage est relativement étroite, 100°C , et, qu'une seule droite a pu être tracée pour chaque quantité de déformation, un seul mécanisme de déformation est à considérer. Dans ce cas de figure, le formalisme de l'activation thermique a pu être utilisé. Il considère que l'énergie d'activation est une fonction de la contrainte qui peut être exprimée par la relation suivante, $Q_c = Q_0 + V \cdot \sigma_{10c}$. Q_c est donc l'énergie d'activation apparente moyenne qui a été mesurée et qui peut être, supérieure, inférieure, ou égale à l'énergie d'autodiffusion du cuivre. Sa valeur dépend non seulement de Q_0 , une constante qui représente l'énergie d'activation du processus qui contrôle la vitesse de déformation, mais également de σ_{10c} , la concentration de contrainte à l'obstacle.

Cette dernière, qui peut être soit positive soit négative va permettre de contribuer, ou non, au dépassement de l'obstacle. La géométrie du processus alors mis en cause est exprimée par le volume d'activation V^* . Celui-ci dépend de l'espacement existant entre les obstacles au mouvement de la dislocation et de la distance qu'elle parcourt lors du mécanisme de franchissement d'obstacles.

Comme on le constate sur la figure (C.IV.5.), le volume d'activation, déterminé par les mesures de vitesses de déformation avant et après des sauts de contrainte, effectués au cours du fluage, semble constant sur la gamme de déformation associée au stade quasi stationnaire, et de l'ordre de $800 \text{ à } 1500 \pm 200b^3$, suivant la contrainte appliquée. La distance entre obstacles est, par conséquent, demeurée constante entre 8 et 15 % de déformation. Par contre, elle varie d'une contrainte appliquée à l'autre car la valeur du volume d'activation change suivant les charges utilisées pour sa détermination.

Fig.IV.5. Evolution du volume d'activation suivant la quantité de déformation.



V Rationalisation des paramètres de fluage par l'utilisation du concept de la contrainte effective σ_{eff} .

Le comportement en fluage de l'alliage est très différent de ce qui a généralement été observé pour les matériaux purs. Les valeurs de n que nous avons pu déduire en appliquant l'équation (C.IV.1.) étaient non seulement élevées mais dépendantes de la température à laquelle l'essai avait été effectué. Par conséquent, cette relation (C.IV.1.), qui avait été déduite d'un

comportement en fluage de matériaux purs ne peut plus être utilisée pour exprimer les vitesses de déformation obtenues au cours du fluage du CuCrZr.

La littérature propose, pour les alliages à phase dispersée, l'utilisation d'une équation avec un terme supplémentaire σ_p pour exprimer leurs vitesses de déformation en fluage. La relation modifiée suivante permettrait de rationaliser les fortes valeurs de n :

$$\dot{\epsilon} = A' (\sigma - \sigma_p)^{n_0} \exp - Q_c/kT \quad (\text{C.V.I.})$$

Les nouvelles valeurs de l'exposant de contrainte n_0 qui ont donc été, soient imposées, soient déduites, s'apparenteraient à celles généralement obtenues lors du fluage de matériaux purs, c'est-à-dire qu'elle serait de l'ordre de 4 ou 5. Cette équation peut-être appliquée si la représentation graphique, de la contrainte appliquée en fonction de $\dot{\epsilon}^{1/n_0}$, donne des droites. Dans ce cas, l'ordonnée à l'origine est la valeur de la contrainte seuil σ_p . L'utilisation de cette relation se justifie car des droites ont effectivement pu être tracées lors de la représentation de σ en fonction de $\dot{\epsilon}^{1/n_0}$ avec $n_0 = 4$ et $n_0 = 5$ (fig. C.V.I.). Nous avons donc appliqué ces dernières pour déduire la valeur de σ_p . Les figures (C.V.I. a., b.) nous montre que le même graphique a pu être obtenu pour les deux valeurs d'exposant de contrainte employées. On observe effectivement des droites concourantes en un point de l'ordonnée à l'origine, et ce, quelques soient la température de l'essai et les quantités de déformation utilisées pour effectuer les mesures de vitesses de déformation au cours du fluage. Puisque ce point de concourance définit la valeur de la contrainte σ_p , cette dernière est donc constante, quelques soient les conditions expérimentales employées, elle est égale à 95 ± 15 MPa. Il s'agirait, par conséquent, d'une contrainte seuil athermique qui caractériserait un processus de dépassement d'obstacles au mouvement de la dislocation. Par conséquent, une fois ceux-ci dépassés, la matrice se déformerait sous l'action la contrainte appliquée réduite de la contrainte nécessaire au dépassement des obstacles, la contrainte effective.

L'introduction de σ_p dans l'équation de fluage nous permet donc de traduire le comportement de l'alliage comme celui de sa matrice exempte de particules. On s'attend donc que les mécanismes de déformation de la matrice avec et sans particule soient similaires.

Fig. C.V.1. Détermination de la résistance, σ_p , engendrée par la présence des particules pour deux valeurs d'exposant de contrainte.

Fig. C.V.1.a. pour $n = 4$

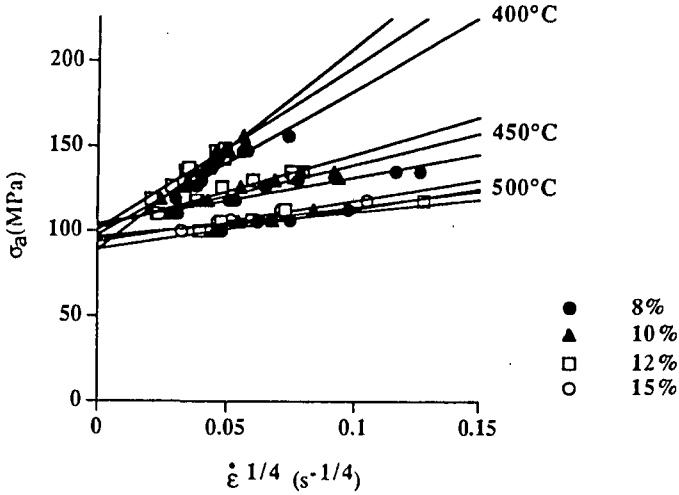
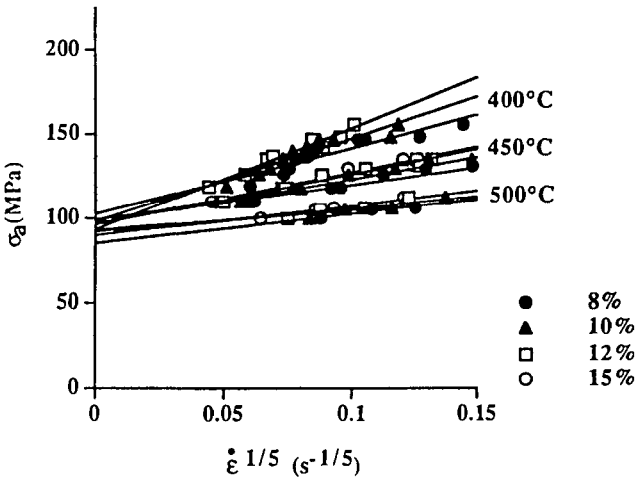


Fig. C.V.1.b. pour $n = 5$



DISCUSSION

D / DISCUSSION

I / Interprétation des variations d'exposants de contrainte par le concept de contrainte effective

1.1 / Signification des valeurs élevées de l'exposant de contrainte

L'un des problèmes majeurs de la déformation plastique est la détermination de la contrainte nécessaire à appliquer pour déformer un solide à une vitesse de déformation donnée. Une indication peut, néanmoins, être obtenue grâce à la détermination de la sensibilité à la contrainte. Celle-ci permet effectivement de prévoir la variation de la vitesse de déformation produite lors du fluage, suivant la contrainte et la température appliquées.

Les valeurs élevées des exposants de contrainte que nous avons obtenues, de 13 à 27 (fig. C.IV.1., C.IV.2.), révèlent qu'un léger changement de la contrainte appliquée entraîne une variation de la vitesse de déformation du CuCrZr qui est beaucoup plus importante que celle qui a été constatée lors du fluage du cuivre pur, pour lequel n varie seulement entre 4 et 5, de 400 à 500°C [29. 31]. Elles montrent également la forte résistance de l'alliage de CuCrZr, par rapport au matériau pur, pour des essais de fluage effectués dans les mêmes conditions de températures.

Lorsque la déformation plastique se produit par l'intermédiaire du mouvement des dislocations, une énergie totale suffisante doit leur être fournie pour leur permettre de glisser et de dépasser les obstacles présents sur leur plan de glissement. Ceux-ci peuvent exercer contre la dislocation en mouvement, une force à longue portée, dans ce cas, seule l'énergie mécanique, par l'intermédiaire de la contrainte appliquée, sera suffisante pour permettre à la dislocation de les dépasser. D'autres, exercent contre la dislocation en mouvement, une force localisée. L'énergie à fournir pourra alors se composer d'une partie mécanique, apportée par la contrainte appliquée, et d'une partie thermique provenant de la température à laquelle s'est effectué l'essai.

Ainsi, dans la mesure où les exposants de contraintes donnent une indication quant à la contribution mécanique à apporter, leur forte valeur déterminée lors du fluage du CuCrZr nous permet de nous rendre compte que la barrière d'énergie que doit surmonter la dislocation en mouvement est élevée. Les contraintes nécessaires à appliquer pour déformer l'alliage, seront donc nettement plus importantes que celles appliquées pour le cuivre pur. On constate, en effet,

que pour la déformation du CuCrZr à 500°C, à une vitesse de $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, par exemple, la contrainte à appliquée est de 112 MPa, tandis que pour le cuivre pur elle est de 62.3 MPa.

Lorsque la température augmente, l'énergie thermique devenant plus importante, la contribution mécanique devrait se réduire. Pour des essais effectués à 400°C puis à 450°C, la contrainte nécessaire à appliquer, pour obtenir la même vitesse de déformation de $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, décroît effectivement de 137 MPa à 118 MPa (fig. C.IV.2.). Ceci devrait se caractériser par une diminution de l'exposant de contrainte. Or si pour le cuivre pur, en considérant la même vitesse de déformation, $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, la valeur de n varie de 6.6 à 4.2, pour une réduction de contrainte appliquée de 80 à 8 MPa et une augmentation de la température de 350°C à 600°C [29, 31], pour le CuCrZr, nous avons, au contraire, constaté une croissance de la sensibilité à la contrainte de 13 à 26 entre 400 et 450°C. Ceci nous montre que cet exposant de contrainte, dans le cas de matériaux contenant une dispersion de particules, n'a plus de signification physique et ne permet donc plus de prévoir une quelconque variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte ou de la température appliquées. La loi de Norton (C.IV.1.) bien que représentant correctement les vitesses de déformation en fonction de la contrainte appliquée ; des droites ont été obtenues (fig. C.IV.1., C.IV.2.) ; est donc insuffisante pour prévoir et pour traduire, comme elle le ferait dans le cas des matériaux purs, l'évolution des vitesses de déformation lors du fluage de l'alliage.

Il apparait donc que dans l'équation de fluage utilisée, nous ne disposons pas, de tous les paramètres qui puissent nous permettre de comprendre simplement l'évolution de cet exposant de contrainte, n . Il a donc été nécessaire d'introduire de manière plus explicite la microstructure de l'alliage dans l'équation de vitesse de déformation, c'est-à-dire, de tenir compte de l'influence de ces particules et des obstacles qu'elles engendrent, sur le comportement en fluage de notre matériau [58].

Pour interpréter ces forts exposants de contraintes et les rationaliser par rapport aux valeurs habituellement obtenues pour les matériaux purs, une autre expression du comportement en fluage a été proposée dans la littérature :

$$\dot{\epsilon} = A' (\sigma_a - \sigma_p)^n \exp -Q_c/kT \quad (\text{D.I.I.})$$

Elle introduit explicitement un terme σ_p qui contient toutes les contributions supplémentaires à la résistance du matériau pur dû au fait que c'est un alliage contenant des distributions de particules qui a flué. Dans la mesure où la différence de comportement entre ces deux matériaux réside dans la présence des précipités, la contrainte nécessaire à appliquer pour déformer l'alliage à la même vitesse que le matériau pur devient supérieure d'une quantité, σ_p , associée à l'existence des distributions de particules. La déformation de l'alliage ne se produit donc plus

sous la totalité de la contrainte appliquée, comme elle le ferait dans le cas du cuivre pur, mais seulement sous une partie de celle-ci ; l'autre partie a effectivement servi à surmonter les obstacles présents dans la matrice du CuCrZr. Le matériau flue alors en réponse à l'application de la contrainte effective ($\sigma_a - \sigma_p$) au lieu de la contrainte appliquée, σ_a .

1.1.1/ Choix de l'exposant de contrainte

Lorsque cette contribution supplémentaire à la résistance de la matrice, qui a pour origine l'existence des particules, est ôtée, l'exposant de contrainte qui a été originellement obtenu, change. Il est réduit. Du choix que l'on fait de cet exposant de contrainte dépend la signification de σ_p .

L'utilisation de la contrainte effective pour exprimer les vitesses de déformation, implique que nous considérons que, mathématiquement, notre alliage puisse suivre la même loi de comportement en fluage qu'un matériau exempt de particule. Une valeur similaire à celle généralement obtenue pour les matériaux purs devrait donc être attribuée pour le nouvel exposant de contrainte réduit. La valeur de 4 a souvent été introduite dans cette nouvelle équation de vitesses de déformation (D.I.1.), car elle a généralement été considérée comme la valeur "universellement" obtenue pour les matériaux purs [107]. Bien que ce choix puisse être considéré comme arbitraire, la bonne corrélation obtenue à la figure (C.V.1.a.), nous permet de constater qu'elle peut également être valable dans notre cas. Toutefois, malgré la traduction correcte du comportement en fluage du CuCrZr, ce modèle dans lequel l'exposant de contrainte a été imposé à 4, est à prendre avec précaution car d'autres sensibilités à la contrainte ont déjà donné d'aussi bonnes corrélations [107]. Notamment la valeur, $n=5$, qui semble, dans notre cas, également traduire correctement nos valeurs de vitesses de déformation (fig. C.V.1.b.).

Barrett avait, par ailleurs, déjà remarqué, que lors du fluage de différents matériaux purs, la sensibilité à la contrainte de la vitesse de déformation n'était pas toujours la même, l'exposant de contrainte pouvait effectivement dévier de cette valeur 4 [63]. Il avait attribué ceci à l'existence, de forces de friction plus ou moins grandes suivant le système cristallin du matériau flué. En voulant retrouver un exposant de contrainte à la fois, identique et constant en fonction de la contrainte, ceci, quel que soit le matériau flué, il dut introduire, dans son équation de fluage, une contrainte de friction σ_0 , qui lui permettait d'éliminer toutes différences de résistance liées au réseau cristallin pouvant intervenir d'un matériau à l'autre. La valeur qu'il trouva fût 4. Par conséquent, imposer celle-ci, dans le cas d'un alliage comportant une deuxième phase finement dispersée, c'est inclure d'une manière implicite, dans le terme de résistance provenant de l'existence des particules σ_p , la variation de friction de réseau engendrée par la présence au sein de la matrice des précipités [60, 61, 64, 67, 68, 70-72]. Par contre, si l'on en fait abstraction,

l'exposant de contrainte, introduit dans la nouvelle équation de fluage, pourra tout à fait différer de cette valeur standard et imposée de 4. Ainsi, en considérant que la matrice est supposée avoir, sous l'action de la contrainte effective, le même comportement que le matériau exempt de particule, flué dans le même domaine de températures intermédiaires ; dans notre cas, nous avons vu qu'il s'agissait du cuivre pur ; l'exposant de contrainte sera celui qui a été obtenu pour le matériau pur, dans le même domaine de températures. Il a été trouvé d'après de précédentes études guère différent de 4, puisqu'entre 4 et 5, pour des températures variant de 400 à 500°C [29, 31] ; les forces de friction dans le cuivre pur sont donc faibles. En appliquant ces nouvelles valeurs de sensibilité à la contrainte, nous avons pu remarquer une bonne corrélation. En choisissant effectivement un exposant de contrainte se situant entre 4 et 5, des droites ont été obtenues (C.V.1. a.) et (C.V.1. b.). Ceci nous indique que la relation (D.I.1.) qui a été employée s'accorde bien à traduire mathématiquement la variation de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée à notre alliage. Toute différence de comportement qui aurait pu être constatée entre le cuivre pur et la matrice perturbée, par la présence d'une seconde phase dispersée, semble donc être négligeable. Ce qui signifie, finalement, que la résistance de notre matériau obéirait à la loi qui consiste à additionner la résistance créée par la présence des particules à celle de la matrice de cuivre pur [77].

1.1.2 / Interprétation de la variation de n en fonction de la température

Cette relation (D.I.1.) qui correspond à la loi modifiée de Dorn, $\dot{\epsilon} = K' (\sigma_a - \sigma_p)^{n_0}$, et qui introduit explicitement la résistance engendrée par la présence des particules, σ_p , exprime correctement les vitesses de déformation suivant la contrainte appliquée. Elle implique, que la nouvelle sensibilité à la contrainte effective demeure constante et égale à n_0 sur tout le domaine de températures considéré. La relation précédente, $\dot{\epsilon} = K (\sigma_a)^n$ (C.IV.1.), malgré les fortes valeurs de n obtenues et leur variation avec la température, permettait également de déterminer la vitesse de déformation en fluage suivant la contrainte appliquée au matériau. Dans la mesure où ces deux équations, donnent la même vitesse de déformation, pour une contrainte appliquée donnée, nous pouvons les égaliser et obtenir une relation entre les paramètres n, n_0 , σ_a , et σ_p qui puisse nous permettre de comprendre l'évolution de n en fonction de la température.

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon} &= B \sigma_a^n \exp \frac{Q_c}{kT} = A' (\sigma_a - \sigma_p)^{n_0} \exp \frac{Q_c}{kT} \\ \text{or} \quad n &= \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma_a} \right]_T \\ \Rightarrow \quad n &= \left[\frac{n_p}{1 - \frac{\sigma_p}{\sigma_a}} \right] \times \left[1 - \frac{d\sigma_p}{d\sigma_a} \right] \end{aligned} \quad (D.I.2.)$$

De nombreux auteurs ont de la même manière abouti à une égalité similaire pour exprimer les variations de l'exposant de contrainte en fonction des divers paramètres de fluage. Cependant, le second terme de cette relation, qui représente la possibilité d'une variation de σ_p avec la contrainte appliquée, σ_a , a souvent été négligé [59, 66, 81, 94].

Nous pouvons remarquer que lorsque σ_p est constant, cette égalité (D.I.2.) se réduit simplement au premier terme :

$$n = \frac{n_p}{1 - \frac{\sigma_p}{\sigma_a}} \quad (\text{D.I.3.})$$

Pour des températures d'essai croissantes, la contrainte nécessaire à appliquer diminue, par conséquent, le rapport $\frac{\sigma_p}{\sigma_a}$ augmente. L'exposant de contrainte n par le biais de la réduction du dénominateur va donc croître en fonction de la température.

Si l'on tient compte d'une variation possible entre σ_p et σ_a , du type $\sigma_p = K\sigma_a$ [11, 70] l'égalité (D.I.2.) devient :

$$n = (1-K) \frac{n_p}{1 - \frac{\sigma_p}{\sigma_a}} \quad (\text{D.I.4.})$$

L'exposant de contrainte est alors réduit d'un facteur $(1-K)$ par rapport au cas précédent. Toutefois, la variation, croissante, en fonction de la température d'essai sera tout de même observée.

On confirme ainsi, que l'augmentation de la sensibilité à la contrainte de l'alliage en fonction de la température est bien le reflet de l'existence de cette deuxième phase dispersée au sein de la matrice de cuivre. L'augmentation de n est en effet constatée comme une conséquence de l'importance relative que prend la résistance engendrée par la présence des particules σ_p , sur la contrainte appliquée σ_a , dans l'expression de la contrainte effective $\sigma_{eff} = (\sigma_a - \sigma_p)$; σ_a devient plus faible tandis que σ_p ne varie que peu ou pas.

Chacune des égalités (D.I.3.) et (D.I.4.) résulte d'une expression différente de σ_p en fonction de σ_a . Chacune d'elles est en fait associée à un mécanisme différent de dépassement, qui est respectivement, le contournement d'Orowan ou la montée. Dans la mesure où ces deux cas de figures présentent la même variation de l'exposant de contrainte avec la température, celle-ci ne nous permet pas de déterminer lequel de ces deux processus permet à la dislocation d'effectuer le dépassement des particules présentes dans la matrice de l'alliage.

1.2/ Interprétation de σ_p

La signification que l'on donne de la contribution des particules σ_p , est intimement liée, à la façon dont cette dernière a été déterminée, au choix effectué pour la sensibilité à la contrainte de la vitesse de déformation, et à la dépendance de σ_p en fonction des paramètres de fluage que sont la température, la contrainte appliquée et la quantité de déformation [75].

Ainsi, si σ_p était une contrainte en retour, elle serait obtenue par sauts de contrainte au cours d'essais de fluage. Elle engloberait, non seulement, la résistance provoquée directement par l'obstacle que représente la particule, c'est-à-dire la contrainte nécessaire à fournir pour que le mécanisme de dépassement du précipité puisse se produire, mais également, la résistance provenant des obstacles indirects, engendrés par la présence de cette deuxième phase dispersée. L'exposant de contrainte alors obtenu devrait être 4, nous avons déjà constaté qu'il semblait bien traduire le comportement en fluage de notre alliage pour les conditions de températures et de contraintes utilisées [61, 64, 67-72]. Cependant, ce modèle implique une contrainte σ_p qui soit dépendante de l'évolution de la microstructure, qui varie donc en fonction, de la quantité de déformation, de la contrainte appliquée et de la température de l'essai. Or, nous avons constaté en déterminant graphiquement sa valeur, avec les figures (C.V.I.a.) et (C.V.I.b.) que σ_p n'évolue avec aucun de ces paramètres. Elle ne peut, par conséquent, pas représenter une contrainte de retour, mais semble plutôt être une contrainte seuil. Dans ce cas, l'exposant de contrainte choisi est celui de la matrice, et σ_p caractérise, alors, uniquement le mécanisme responsable du dépassement de la particule [107].

Toutefois, pour justifier de son appellation de contrainte seuil athermique, cette résistance engendrée par la présence des particules doit être réellement, et non pas seulement mathématiquement, indépendante de la température [87]. Ainsi, cette contrainte est vraiment seuil athermique, si elle caractérise un mécanisme de déformation athermique et qu'aucune déformation ne peut se produire en dessous de sa valeur, à moins que les conditions de fluage soient modifiées ; vers de plus hautes températures, donc de plus faibles contraintes. Mais dans ce cas, un changement de processus doit intervenir.

Son existence est généralement révélée par la forme caractéristique que prend le graphe des vitesses de déformation en fonction des contraintes appliquées en coordonnées logarithmiques. La valeur de n , qui caractérise la pente de cette courbe, varie et tend vers l'infini lorsque la contrainte appliquée s'approche de la contrainte seuil athermique [58, 61, 77, 94]. Il apparaît donc une asymptote verticale lorsque $\sigma_a = \sigma_p$ qui signifie que pour toute σ_a inférieure à σ_p , aucun fluage ne peut, effectivement, se produire dans les conditions de températures d'essai pour lesquelles cette courbe a été obtenue. Dans notre cas, nous n'avons pas observé ce type de

variation car nos valeurs ne se rapprochent pas suffisamment de cette contrainte seuil pour qu'elle puisse être mise en évidence par la forme de la courbe. La seule indication, concernant son existence, a été donnée par les fortes valeurs d'exposants de contrainte, nettement supérieures à celles obtenues pour les matériaux purs, et par leur augmentation en fonction de la température.

1.2.1/ Identification du mécanisme de dépassement des particules

Bien que notre matériau contienne une deuxième phase précipitée lors du traitement thermique, son comportement semble d'avantage s'apparenter à celui qui a été observé lors du fluage d'alliages comportant une dispersion d'oxyde [59]. Notre alliage de CuCrZr présente, en effet, des particules stables et des valeurs d'exposants de contrainte élevées qui augmentent avec la température. De plus, contrairement aux alliages qui possèdent des précipités au sein de leur matrice, les alliages à dispersion d'oxyde se caractérisent par une valeur constante d'exposant de contrainte, sur une large gamme de contraintes appliquées, qui montre qu'aucun changement de mécanisme ne s'est produit. Dans ce matériau, la taille moyenne des particules ne varient pas en cours de déformation et que la valeur de σ_p que nous avons déterminée (fig. C.V.1.) est constante, il semble n'y avoir aucune raison pour qu'un changement de mécanisme se produise [59]. Un seul mécanisme est donc à considérer, soit le processus thermiquement activé, durant lequel le dépassement de la particule est réalisé par montée ou par glissement dévié et dont la résistance est une fonction linéaire de la contrainte appliquée, soit le processus athermique de contournement, pour lequel la valeur de σ_p est une constante égale à la contrainte d'Orowan.

La valeur de la contrainte seuil qui a été obtenue dépend naturellement du comportement de la dislocation, lorsque celle-ci est confrontée à une distribution de particules. Elle est fonction de la longueur de ligne supplémentaire à fournir, lorsque le processus de dépassement se produit. Quel que soit ce mécanisme, la contrainte qui le caractérise s'exprime généralement par rapport à la contrainte d'Orowan. Il existe, pour cela, deux raisons qui nous poussent à effectuer la comparaison entre la résistance, liée à la présence des particules, σ_p , et la contrainte, σ_{Orowan} , qui caractérise le processus de contournement athermique d'Orowan.

La première, provient du fait que la contrainte d'Orowan est la valeur maximale que puisse atteindre une contrainte qui caractérise un mécanisme athermique de dépassement de particules. En effet, le processus d'Orowan opère généralement aux basses températures, les contraintes appliquées sont suffisamment élevées pour fournir à la dislocation la totalité de l'énergie nécessaire au dépassement d'une paire de particules. Lorsque les températures d'essai sont plus importantes, les contraintes appliquées deviennent plus faibles, l'énergie thermique contribue alors au mécanisme de dépassement des particules par les dislocations. Un mécanisme

thermiquement activé intervient, il nécessite une contribution d'une énergie mécanique beaucoup plus faible, il se caractérise donc par une contrainte seuil plus faible que la contrainte d'Orowan.

La deuxième raison, vient de la détermination graphique (fig. C.V.I. a., b.) d'une valeur de σ_p , athermique. Il convient, par conséquent, de la comparer à un processus également indépendant de la température, le contournement d'Orowan.

1.2.1.1/ Comparaison de la contrainte seuil avec la contrainte d'Orowan

La détermination de la contrainte d'Orowan s'effectue grâce aux mesures quantitatives obtenues sur les diverses distributions en taille de précipités présents dans la matrice de cuivre (fig. C.I.5. à C.I.8. et C.III.11.). Elles nous ont permis, non seulement, de déterminer le diamètre moyen des différentes distributions de particules que rencontre une dislocation sur son plan de glissement, mais également, la distance moyenne qui sépare une paire de particules.

Les distances interparticulaires planaires, λ_p , ont été obtenues grâce à la formule :

$$\lambda_p = \frac{\phi}{2} \sqrt{\frac{2\pi}{3f_v}} \quad (D.I.5.)$$

où f_v est la fraction volumique de particules, que l'on a pu déduire des données obtenues à partir du diagramme de phase binaire (Cu,Cr) (fig. B.I.1.) [5].

Puisque ce mécanisme de dépassement se produit sur le plan de glissement de la dislocation en mouvement, une contrainte de cisaillement peut être exprimée suivant la relation [48] :

$$\tau_{\text{Orowan}} = \frac{1}{1.18} \times \frac{2\mu b}{4\pi(\lambda_p - \phi)} \ln\left(\frac{\phi}{2b}\right) \quad (D.I.6.)$$

b est le vecteur de Burger de la matrice de cuivre, μ son module de cisaillement, ϕ diamètre moyen des particules considérées. Ce qui donne, pour une contrainte moyenne associée à l'ensemble du matériau, en considérant le facteur de Taylor $M=3$, une valeur macroscopique de :

$$\sigma_{\text{Orowan}} = \frac{6}{(\lambda_p - \phi)} \ln\left(\frac{\phi}{2b}\right) \quad (D.I.7.)$$

Dans la mesure où plusieurs distributions de particules existent au sein de la matrice de cuivre, il est nécessaire de tenir compte du rôle de chacune d'entre elles, dans la résistance de l'alliage. En appliquant la relation (D.I.6.) aux plus grosses particules de chrome ou de Cu_3Zr . On constate que celles-ci produisent, de part leur fraction volumique respective, 1.5% et 1%, et l'importance de leur taille, 700 nm et 140 nm, une faible résistance, par rapport à ce qu'engendre la fine

distribution des petites particules de chrome de 25 nm. En effet, grâce à leur distance interparticulaire planaire, que l'on a pu estimer à environ, $4 \mu\text{m}$ et $1 \mu\text{m}$, leur contribution à la résistance du matériau a pu être déterminée comme étant de l'ordre de 20 à 40 MPa. Si l'on compare cette valeur à celle calculée pour les petites particules de chrome de 25 nm, on constate pour ces dernières que la résistance qui s'oppose au mouvement de la dislocation est nettement plus élevée, la contrainte nécessaire à fournir pour les dépasser correspond à environ 85 MPa, deux à quatre fois plus élevée à celle qui a été calculé pour les autres précipités de Cu_3Zr et de chrome. Ces derniers ont donc un rôle négligeable dans la résistance de l'alliage, et ne présentent, par conséquent, qu'une faible participation dans la contrainte, σ_p . Celle-ci correspond principalement à la résistance engendrée par la fine distribution des particules de chrome.

Les paramètres qui entrent dans le calcul de la contrainte d'Orowan ne sont connus que de manière imprécise. Il s'agit, notamment, de la large distribution de particules de chrome (fig. C.III.1. et C.III.2.), à laquelle correspond un diamètre moyen de la particule connu avec une assez large variation, puisqu'elle s'étend sur $\pm 5 \text{ nm}$, et de la distance interparticulaire planaire que l'on a, par la suite, déduit avec une également grande imprécision de $\pm 50 \text{ nm}$. La valeur de la contrainte d'Orowan calculée est approximativement estimée à $\pm 15 \text{ MPa}$. La comparaison de la valeur déterminée graphiquement à $95 \pm 15 \text{ MPa}$, avec celle que nous avons calculée $85 \pm 15 \text{ MPa}$, nous montre que les deux contraintes obtenues sont du même ordre de grandeur.

Le processus d'Orowan est généralement considéré comme un mécanisme qui contrôle la déformation aux basses températures, où les contraintes appliquées sont suffisamment élevées pour qu'il puisse se produire instantanément. Toutefois, des auteurs maintiennent que celui-ci peut également avoir lieu à des températures relativement élevées, dès lors que les contraintes appliquées sont suffisantes, et supérieures à la contrainte d'Orowan. Lund et Nix ont en effet constaté, durant une étude de fluage du Ni 20Cr 2ThO_2 , l'existence d'une contrainte seuil [77], en la comparant avec la contrainte d'Orowan calculée à partir de leur distribution de particules, ils ont pu conclure qu'elle représentait effectivement la contrainte seuil athermique à partir de laquelle celui-ci pouvait effectivement se produire.

1.2.1.2/ Comparaison suivant les contraintes seuils proposées dans les mécanismes thermiquement activés de dépassement des particules

Nos essais de fluage ayant été réalisés à des températures relativement élevées, on ne peut exclure la possibilité que le mécanisme de dépassement des particules puisse être thermiquement activé. Cependant, dans la mesure où l'intervention d'une énergie thermique croissante donne la possibilité à la contribution mécanique de se réduire, un mécanisme effectué grâce aux vibrations thermiques du réseau implique que la valeur de la contrainte critique qui le

caractérise, loin d'être constante, devrait varier avec la température. Cette dernière considération semble être en contradiction avec ce que nous avons pu observer expérimentalement, la contrainte seuil a été effectivement constatée comme étant graphiquement athermique (fig. C.V.I. a., b.). Dans la mesure où sa valeur a été déterminée sur la base d'une relation mathématique, il est préférable de considérer l'éventualité qu'un mécanisme thermiquement activé puisse se produire. En effet, des contraintes déterminées graphiquement comme athermiques ont déjà été remises en cause grâce à des mesures de volumes d'activation. Ceux-ci ont en effet montré que ces contraintes caractérisaient plutôt un processus de montée [88]. Il semble donc nécessaire de considérer d'autres mécanismes que celui d'Orowan, comme pouvant être à l'origine de la contrainte seuil [88, 89].

Dans le cas où seule l'augmentation de la longueur de ligne de dislocation est considérée comme responsable de l'existence de la contrainte critique, la montée locale serait le processus thermiquement activé qui produirait la plus forte valeur de la contrainte nécessaire à fournir pour que le dépassement des particules puisse se produire. En effet, seule, la partie de la dislocation localisée à l'interface de la particule effectuerait la montée, le reste, c'est-à-dire, la portion de ligne située entre les précipités, demeurerait sur son plan de glissement. La longueur de ligne, étant inférieure à celle impliquée lors du processus d'Orowan, la contrainte critique qui lui est associée est alors plus faible que la contrainte seuil athermique d'Orowan. Elle a, effectivement, été déterminée comme correspondante à la moitié de la contrainte d'Orowan, $\sigma_p = 0.5 \sigma_{\text{Orowan}}$. Sa valeur devrait donc être aux environs de 50 MPa. Or, celle-ci est beaucoup trop faible, comparée à la valeur de σ_p obtenue graphiquement, pour que la montée locale puisse être à l'origine de la contrainte seuil et du mécanisme dominant grâce auquel se produit le dépassement des particules dans le CuCrZr. Ceci, d'autant plus, qu'il a déjà été remis en cause. En effet, la courbure de ligne nécessaire au processus de montée est telle que les tensions de ligne provoquent montée générale, c'est-à-dire, la montée de la portion de dislocation restée sur le plan de glissement. La longueur de la ligne impliquée dans ce dernier processus deviennent alors plus faible que celle utilisée lors de la montée locale, par conséquent, la contrainte critique également. Ce dernier processus abordé, la montée générale, ne peut donc être à l'origine de la contrainte seuil que nous avons pu mettre en évidence.

Toutefois, la contrainte seuil précédemment considérée peut être augmentée en introduisant la possibilité d'une interaction entre la dislocation et le précipité. Les particules de chrome possèdent à température ambiante un module élastique supérieur à celui de la matrice de cuivre ($E_{\text{Cr}} = 248 \text{ GPa}$ et $E_{\text{Cu}} = 125 \text{ GPa}$), une interaction répulsive entre la dislocation et la particule qu'elle rencontre sur son plan de glissement, devrait donc se produire. Cependant, l'interface entre la matrice et la particule est, d'une part incohérente - le cuivre et le chrome ont, effectivement, tous deux des systèmes cristallins différents - et, d'autre part, les images de sous-structure montrent que la majorité des dislocations sont ancrées aux particules (fig. C.III.15.),

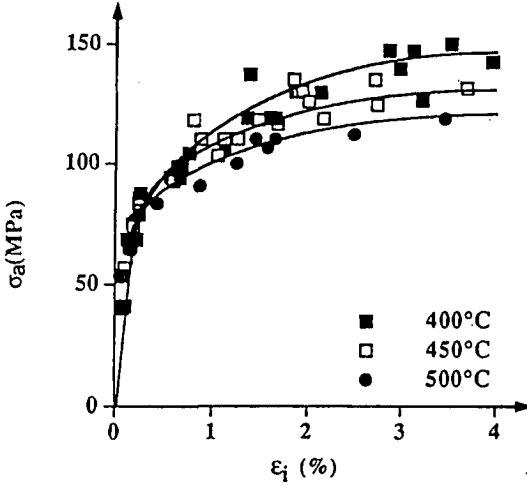
aucune répulsion ne semble avoir lieu. Les études antérieures ont admis l'existence de cette attraction entre la dislocation et la particule incohérente qui permettait une réduction de l'énergie de ligne à l'interface, favorisant ainsi la montée d'une dislocation confrontée à une particule. Si, à l'interface de la particule, la dislocation peut désormais maximiser sa longueur de ligne, la montée locale devient tout à fait envisageable car l'augmentation des tensions de ligne est compensée par la relaxation de la dislocation. La longueur de ligne devenant plus importante à l'interface, l'énergie nécessaire au détachement de la dislocation sera donc plus importante, par conséquent, la contrainte seuil également. Cette contrainte obtenue qui serait semblable à la contrainte d'Orowan [93] caractériserait, non plus l'augmentation de la longueur de ligne nécessaire à ce processus, mais plutôt le détachement de la dislocation de la particule. Dans ce cas, sur les différentes figures montrant la sous-structure de déformation, en considérant le sens de mouvement de la dislocation, cette dernière devrait alors être observée retenue du côté départ de la particule. Ceci ne paraît pas évident, puisque ce sont des dislocations qui courbent autour des obstacles qui sont plutôt constatées.

1.2.1.3/ Choix du mécanisme de dépassement des particules

Pour vérifier le caractère athermique de la contrainte seuil σ_p des mesures de la déformation instantanée produite lors de la mise en charge de l'éprouvette ont été effectuées. Celle-ci a, effectivement, lieu à des vitesses de déformation similaires que celles imposées lors d'un essai de traction. Elles sont donc suffisamment élevées pour que dans l'éventualité qu'un mécanisme de dépassement thermiquement activé de la particule existe, il n'ait pas eu le temps de se produire, même pour des températures élevées [82].

La figure (D.I.1.) révèle qu'il existe un changement de dépendance de la déformation instantanée en fonction de la contrainte appliquée aux environs de 80 MPa. En effet, pour toutes contraintes appliquées à l'éprouvette inférieures à cette valeur, une droite a pu être tracée. Elle montre qu'il existe une proportionnalité avec la contrainte appliquée et la déformation instantanée mesurée sur les courbes de fluage. Par contre, pour toutes valeurs supérieures à 80 MPa, c'est une autre fonction, de type parabolique, qui nous a permis de relier les différents points du graphe. Nous avons également remarqué, pour le premier domaine de contraintes appliquées, associé à la partie linéaire du graphique, qu'aucun fluage de l'éprouvette n'avait pu être produit. La déformation instantanée qui a été mesurée n'était, par conséquent, qu'une déformation élastique. Par contre, dans le cas où la contrainte appliquée dépassait 80 MPa, et appartenait, donc, au domaine parabolique de la représentation $\sigma_a(\epsilon_i)$, pour le temps durant lequel nous laissons l'échantillon sous charge, le stade primaire du fluage se produisait. La déformation était, alors, constituée d'une déformation élastique et plastique.

Fig. D.I.1. Détermination de la contrainte seuil athermique, obtenue par des mesures de déformation instantanée ϵ_i en fonction de la contrainte appliquée σ_a .



Le graphe obtenu (fig. D.I.1.) a donc été interprété d'une manière similaire à une courbe de traction pour laquelle il existe également, une première partie linéaire qui caractérise la déformation élastique et, une seconde partie déviant de la précédente linéarité qui caractérise l'existence de la déformation plastique. La contrainte appliquée à laquelle se situe la frontière de ces deux portions de courbe est associée à une limite d'élasticité, ou à une contrainte seuil en dessous de laquelle aucune déformation plastique n'est possible.

Pharr et Nix [90] ont, d'une manière similaire, revu les résultats de Lund et Nix [77] qui montraient que la contrainte seuil obtenue lors de leur étude du Ni 20Cr 2ThO₂, caractérisait le mécanisme de contournement athermique des particules de ThO₂. Ils ont ainsi pu obtenir expérimentalement, et non par le calcul, grâce à des essais de traction effectués à température ambiante, sur les matériaux avec et sans particules, respectivement Ni 20Cr 2ThO₂ et Ni 20Cr, que la contrainte d'Orowan était, non pas similaire, mais, finalement le double de la contrainte seuil déterminée par Lund et Nix [77]. Cette dernière caractérisait donc un mécanisme de dépassement thermiquement activé des particules plutôt que le mécanisme athermique de contournement d'Orowan auquel ils pensaient [77].

Notre graphe (fig. D.I.1.) présente une droite unique permettant de relier les points pour toutes contraintes inférieures à 80 MPa, quelles que soient les températures, 400, 450 ou 500°C. La déformation instantanée a été, par conséquent, produite indépendamment de la température, elle

était donc athermique. Au contraire de la partie parabolique, qui présente une courbe différente pour chacune des trois températures. Dans la mesure où chacune d'elles commence à partir de la même contrainte, 80 ± 15 MPa. Celle-ci a pu être considérée comme athermique, car identique à toutes les températures d'essais utilisées. Ceci confirme ce que nous avons précédemment obtenu aux figures (C.V.1. a., b.). En effet, contrairement aux résultats de Pharr et Nix [90], la contrainte σ_p à laquelle nous avons été confrontée, lors du fluage de notre alliage, est bien une contrainte seuil athermique. Nous avons eu la possibilité de constater qu'aucun fluage n'était perceptible, en dessous de cette contrainte seuil que nous avons déterminée. La déformation instantanée était simplement élastique. Celle-ci persistait jusqu'à une même contrainte que celle déterminée graphiquement aux figures (C.V.1.), quelle que soit la température d'essai, 400, 450 et 500°C.

Dans le cas où la contrainte appliquée appartient à ce domaine linéaire, les dislocations ne possèdent pas l'énergie mécanique suffisante pour dépasser le nombre de précipités nécessaires à la déformation macroscopique du matériau. Cependant, le fait qu'aucun fluage ne soit perçu dans ce domaine ne signifie en rien qu'aucune particule n'ait pu être dépassée par la dislocation. En effet, la valeur de la contrainte σ_p est une grandeur macroscopique estimée à partir de paramètres moyens. Puisque le matériau possède une distribution en taille de particules, donc, également, une distribution d'espacement entre les précipités, il existe, une distribution en contraintes de cisaillement nécessaires à fournir à la dislocation en mouvement pour que le passage des obstacles, présents sur son plan de glissement, puisse se produire. En effet, si la contrainte appliquée permet le dépassement de quelques paires de particules d'une distance caractéristique associée à sa valeur, il existe des distances, plus petites, pour lesquelles elle est insuffisante. La déformation de la matrice devient perceptible dès lors qu'un nombre suffisant d'obstacles à dépasser, correspondant à la distance moyenne obtenue à partir de la distribution en tailles de particules, est atteint [58]. Par conséquent, cette contrainte seuil qui a été obtenue caractérisera le mécanisme de dépassement le plus fréquemment produit. Lorsque la contrainte appliquée est suffisamment importante, plus élevée que la contrainte seuil, le processus de dépassement des particules qui se produit est alors identique à celui qui se produit à température ambiante, car la contrainte est vraiment athermique. Dans la mesure où celle-ci est la contrainte d'Orowan, ce processus est sans aucun doute le contournement d'Orowan. L'absence de boucles d'Orowan autour de particules, qui nous signifierait que ce mécanisme est bien celui qui opère dans notre alliage, ne peut remettre en cause l'existence de celui-ci car aux températures intermédiaires auxquelles nous travaillons, les boucles de dislocation peuvent tout simplement monter puis s'annihiler [51, 99].

1.3 / Influence des particules dans l'organisation de la sous-structure de dislocations

1.3.1/ Validité de la relation d'addition, $\sigma_{\text{matériau}} = \sigma_{\text{matrice}} + \sigma_{\text{particule}}$

Dans la mesure où notre alliage peut se décrire comme une matrice de cuivre dans laquelle existe différentes distributions de particules, utiliser la relation d'addition signifie que sous une contrainte appliquée donnée, seulement une partie de celle-ci, σ_p , contribue au dépassement des particules, l'autre partie, σ_{eff} , permet la déformation de la matrice de cuivre. Ainsi, seuls les paramètres concernant, les distributions des particules présentes dans l'alliage et le comportement en fluage du matériau pur, seraient nécessaires pour prévoir celui du CuCrZr. Cependant, il semble tout de même difficile de considérer comme négligeable l'influence de la précipitation sur la sous-structure de déformation car les particules, en réduisant le libre parcours moyen des dislocations devraient forcément modifier leur répartition [99, 107].

En effet, l'observation de la sous-structure de déformation qui a été obtenue pour trois alliages de CuCrZr, possédant chacun une distribution en diamètre de précipités différentes, a révélé que suivant la taille des particules présentes dans la matrice, l'arrangement des dislocations n'était pas le même [88]. Après des essais de traction effectués dans des conditions de températures identiques à celles qui ont été utilisées pour notre fluage, l'alliage possédant la distribution de particules de 25 nm de diamètre, identique à celle que nous avons mesurée pour notre matériau, ne présentait aucune différence d'organisation dans sa sous-structure de dislocation par rapport à celle qui avait pu être constatée après le fluage de notre CuCrZr. Par contre, dans les échantillons qui possédaient des particules de chrome de plus petite taille, de l'ordre de quelques nanomètres, la sous-structure de dislocations apparaissait complètement différente. Aucun sous-joint n'avait effectivement pu être constaté. Il semble donc que les particules de chrome aient été responsables de leur absence, et qu'il soit nécessaire de tenir compte des changements qu'elles engendrent dans le réseau de dislocations, donc, dans la résistance de la matrice.

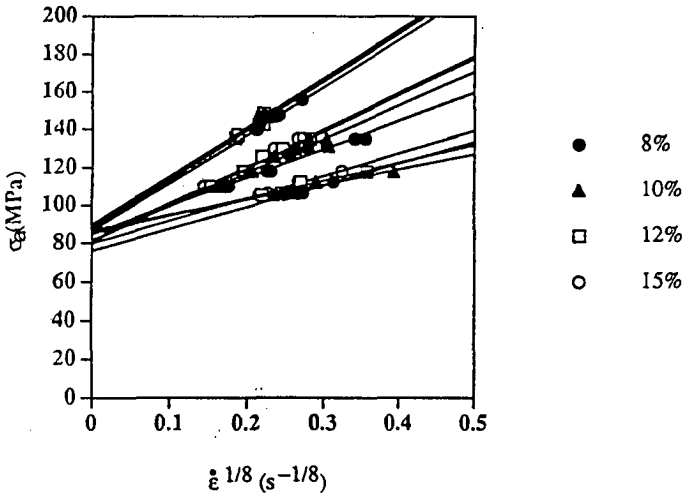
Une autre approche, similaire à celle que nous avons jusqu'à présent utilisée, a pour cela été proposée [107]. Elle considère, en effet, que les enchevêtrements ou les sous-joints formés, dans les matériaux contenant une seconde phase dispersée, sont des obstacles supplémentaires au mouvement de la dislocation qui peuvent être responsables de l'augmentation de la valeur de la contrainte seuil par rapport à la contrainte d'Orowan. Elle a déjà été abordée pour un alliage de nickel comportant une dispersion de particules d'oxyde, dont la sous-structure et le comportement en traction sont semblables à ce qui a été constaté pour notre alliage de CuCrZr. C'est-à-dire, des sous-joints ancrés aux grosses particules ainsi qu'une fine distribution de précipités freinant le mouvement de dislocations, et, des courbes de traction qui ne présentaient aucun durcissement révélant une faible variation de la sous-structure au cours de la déformation. La dépendance en contrainte de la vitesse de déformation de 8, au lieu de 4 ou 5, qui a alors été

utilisée, permettait de tenir compte de la résistance engendrée par la présence des sous-grains par le biais du paramètre λ :

$$\dot{\epsilon} = K \left(\frac{\lambda}{b}\right)^3 \frac{D_{eff}}{b^2} \left(\frac{\sigma_a - \sigma_0}{E}\right)^8 \quad (D.I.8.)$$

Le graphe que nous avons déduit à partir de la relation (D.I.8.) (fig. D.I.2.) est semblable à ceux que nous avons déjà obtenus en (C.V.1. a., b.). Les droites sont effectivement concourantes en un point de l'ordonnée à l'origine, dont la valeur correspond à celle que nous avons déjà déterminée pour σ_p , dans le cas où les exposants étaient de 4 et 5.

Fig. D.I.2. Détermination de la résistance σ_0 engendrée par la présence des particules, par l'intermédiaire de l'équation (D.I.8.), pour laquelle la vitesse de déformation est une fonction à la puissance de la contrainte.



Deux constatations peuvent être ainsi effectuées à partir de ce graphe. La première, est qu'appliquer l'équation (D.I.8.), avec succès, signifie que la sous-structure ne devrait pas ou très peu évoluer en cours de déformation. Cette loi à la puissance 8 de la contrainte effective a, été en effet, déduite de mesures de vitesses de déformation déterminées, avant et après les sauts de contraintes réalisés lors des essais de fluage. La structure était alors considérée comme

constante. La deuxième constatation est, que l'utilisation de cette équation avec un exposant de contrainte de 8 nous permet de séparer, dans le terme de résistance de l'alliage, la contrainte seuil athermique, engendrée par la présence des particules, de celle produite par l'existence des sous-joints. En effet, ces derniers ne devraient pas contribuer à la valeur de la contrainte seuil, déterminée graphiquement (fig. D.I.2.), dans la mesure où celle-ci est du même ordre de grandeur que celle qui avait été déduite des figures (C.V.1. a. et b.) et confirmée par des mesures de déformation instantanées en fonction de la contrainte appliquée (fig.D. I.1.).

L'équation (D.I.8.) s'accorde bien à décrire le comportement en fluage de notre alliage et indique, comme pour les autres relations dont les exposants de contraintes utilisés étaient de 4 et 5 (fig. C.V.1.), l'existence de la contrainte seuil athermique d'Orowan.

Cependant, cette relation (D.I.8.) ne peut s'appliquer à notre alliage, elle suppose, en effet, que la taille de sous-grain doit être constante et déterminée par la distance entre les grosses particules. Dans le CuCrZr, les sous-joints formés sont stabilisés par la présence de précipité de 700 nm de diamètre. Ces grosses particules de chrome constituent, en effet, des zones préférentielles d'accumulation de dislocations, des sous-joints en phase d'établissement à partir de leur interface, y avaient été remarqués dès 3% de déformation. La dislocation arrive à l'interface de la particule à une vitesse qui dépend des conditions de contrainte et de température que l'on applique à l'échantillon. Si l'énergie totale qui lui est fournie est suffisante, elle peut la dépasser par montée. Lorsque ce processus se déroule suffisamment rapidement, par rapport à la vitesse à laquelle les dislocations arrivent à l'interface du précipité, aucune accumulation de dislocations ne devrait être perçue à la particule. Dans le cas contraire, les dislocations arrivant à la particule restent bloquées, et se réorganisent, en supposant que la contrainte et la température soient suffisantes, dans une configuration de moindre énergie, le sous-joint. Si ce phénomène d'accumulation se produit pour toutes les particules de chrome, il devrait exister une relation entre la taille des sous-grains développés lors de la déformation et la distance interparticulaire planaire entre grosses particules. Or, l'espacement moyen entre ces grosses particules est de 4 μm , et le diamètre des sous-grains en moyenne de 1.5 μm . Les grosses particules ne déterminent donc pas la taille des sous-grains primaires.

L'utilisation de cette relation (D.I.8.) supposait également de négliger lors de la déformation le durcissement produit à l'intérieur des sous-grains. Or, en cours de déformation, la quantité de dislocations produite augmente, le nombre de dislocations mobiles dans le sous-grain primaire augmente également. Les interactions sont alors plus importantes et la vitesse de déformation décroît jusqu'à atteindre une valeur constante correspondant à l'équilibre du nombre de dislocations produites et annihilées [11]. Nous avons constaté pour le CuCrZr, une diminution des vitesses de déformation tout au long du fluage, elle peut alors s'expliquer soit par le ralentissement du glissement de la dislocation provoqué par l'augmentation des interactions entre les dislocations

mobiles créées en cours de déformation et la forêt de dislocations, soit par la subdivision qui se produit dans les sous-grains primaires.

Nous avons effectivement constaté en observant notre sous-structure de dislocations la présence de plusieurs types de sous-joints. Ceux qui se sont formés dès les premières quantités de déformation, et qui demeurent stables durant le stade quasi stationnaire de la déformation. Ceux qui se sont développés à l'intérieur des sous-grains, soient en écheveaux de dislocations soient en sous-joints non terminés, qui se sont donc formés beaucoup plus tard, et qui subdivisent les premiers sous-grains. Ces sous-joints en phase d'établissement semblent nous indiquer que les dislocations sont générées aux parois, et que sous l'action de la contrainte de cisaillement elles glissent jusqu'au coté opposé du sous-grain où elles sont soit annihilées soit bloquées formant alors de nouvelles parois [29, 32]. La diminution de la vitesse de déformation s'explique alors par la transformation des dislocations mobiles en dislocations immobiles lors de l'établissement des parois secondaires en cours de déformation [58].

Nous ne pouvons donc considérer que la sous-structure de notre matériau soit stable durant la déformation car elle évolue et cette évolution se caractérise par une diminution de la vitesse de déformation tout au long du fluage. Par conséquent, bien que cette loi (D.I.8.) avec un exposant de contrainte de 8 semble traduire correctement le comportement en fluage de notre alliage de CuCrZr, elle ne peut s'appliquer pour exprimer la dépendance en contrainte de sa vitesse de déformation car elle nécessite une structure constante.

Ainsi chacun des exposants de contrainte n. 4, 5 ou 8, utilisé dans la loi de vitesse de déformation, $\dot{\epsilon} = K (\sigma_{\text{eff}})^n$ où K est un paramètre microstructural, nous traduit correctement le comportement en fluage de notre alliage de cuivre et aboutit à l'existence d'une même contrainte seuil. Le fait que n soit indifféremment égal à 4, 5 ou 8 provient en fait de l'existence dans l'équation de la vitesse de déformation du terme microstructural K. Celui-ci, dont on néglige souvent l'importance, peut effectivement influencer la valeur de l'exposant de contrainte. Ainsi, lorsque la sous-structure de déformation est invariante, suivant la contrainte appliquée, K est indépendante de la contrainte appliquée, et l'exposant de contrainte comme nous venons de le voir est généralement obtenu égal à 8. Par contre lorsque ce paramètre microstructural est une fonction de la contrainte appliquée, alors la dépendance explicite de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte se réduit. Dans notre cas, nous avons constaté que nous ne pouvions utiliser un exposant de contrainte de 8 dans l'équation de la vitesse de déformation en fluage car la sous-structure évoluait en cours de déformation. De plus, lorsque les contraintes appliquées sur l'éprouvette de CuCrZr sont différentes, les vitesses de déformation changent, la sous-structure doit, par conséquent, également évoluer suivant la contrainte appliquée. Un exposant de contrainte inférieur à 8 doit être alors considéré. En utilisant les valeurs de sensibilité à la contrainte du cuivre pur, 4 et 5, toute variation de la sous-structure de déformation pour le

CuCrZr est déjà pris en compte dans le terme microstructural K. Il faut néanmoins pour que cette relation soit valable que les sous-structures des deux matériaux soient semblables sous la même contrainte effective. La résistance engendrée par les sous-joints est alors considérée dans la résistance engendrée par la matrice de cuivre pur.

1.3.2/ Comparaison de la sous-structure de déformation obtenue dans le CuCrZr avec celle généralement observée dans le cuivre pur lors de la déformation

Le type de sous-structure que nous avons observé pour le CuCrZr aux températures intermédiaires a déjà été remarqué dans le cuivre pur pour 496°C, lors d'observations effectuées entre 8 et 9% de déformation. La contrainte appliquée de 10 MPa produisait une vitesse de déformation du matériau de l'ordre de $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-7} \text{s}^{-1}$. Lorsque les vitesses qui ont été obtenues étaient 10 à 1000 fois plus élevées, donc du même ordre de grandeur que celles que nous avons obtenue lors du fluage du CuCrZr (tableau C.II.1., C.II.2.), c'est-à-dire entre 10^{-6} et 10^{-4}s^{-1} , pour des températures de 460 ou 500°C [23, 63] sous 48 MPa, aucune indication de polygonisation n'avait été remarquée. La sous-structure du cuivre pur se composait de cellules dont les parois étaient constituées d'écheveaux de dislocations. Ce changement dans la sous-structure de déformation était non pas attribué aux variations de températures mais plutôt aux changements de contraintes appliquées, donc de vitesses de déformation, effectués d'une température à l'autre [63].

Dans la plupart des études effectuées sur le cuivre pur, l'arrangement en sous-grains a généralement été constaté, pour des températures au moins supérieures à $0.6 T_f$ (avec T_f la température de fusion), et des contraintes appliquées normalisées beaucoup plus faibles que celles que nous avons appliquées. Ainsi, à 550°C Gupta et Strutt [40] ont constaté dès les premières étapes de la déformation que les dislocations formaient tout d'abord des parois de cellules qui jusqu'au stade secondaire de la déformation évoluaient en sous-grains, avec à l'intérieur, une répartition homogène de dislocations. La vitesse de déformation produite devait alors être inférieure à $\dot{\epsilon}/D = 3 \times 10^8 \text{m}^{-2}$ (D , le coefficient de diffusion) afin que les sous-joints aient le temps de s'établir. Ce qui correspond à des vitesses de déformation de l'ordre de 10^{-12} à 10^{-10}s^{-1} entre 400 et 500°C. En effet, l'énergie de défaut d'empilement du cuivre est relativement faible 40mJ m^{-2} , les processus de montée et de glissement dévié qui interviennent pour l'établissement des sous-joints se déroulent, par conséquent, lentement. Ainsi, dans la mesure, où nous considérons que la matrice de l'alliage se compose essentiellement de cuivre, et que la loi additive est respectée, nous devrions observer, aux températures et aux contraintes auxquelles nous avons déformé le CuCrZr, une sous-structure cellulaire plutôt qu'en sous-joint. Toutefois, il a déjà été constaté, d'une part, que pour des alliages dont l'énergie de faute d'empilement est plus faible que celle du cuivre pur, la polygonisation pouvait se produire à une

vitesse mille fois plus élevée que dans celui-ci [29] ; les sous-joints que nous avons observé dans la CuCrZr ont effectivement été obtenus très rapidement, puisqu'ils sont déjà présents à 3% de déformation, malgré les vitesses élevées qui ont résulté de l'association de la température et de la charge appliquées durant l'essai de fluage, respectivement 450°C et 110 MPa. D'autre part, pour des contraintes effectives et des températures intermédiaires identiques à celles que nous avons employées, il a été constaté que le cuivre pur possédait une sous-structure de déformation similaire à celle du chlorure de sodium [29-32], c'est-à-dire de larges sous-grains que subdivisent des sous-joints secondaires et des parois de cellules, dont la proportion varie suivant l'existence d'un stade secondaire. Cette sous-structure est alors tout à fait semblable à celle que nous avons eu l'occasion d'observer pour le CuCrZr possédant une fine distribution de particules de chrome de 25 nm.

Ainsi, il semblerait que dans le cas de notre alliage, la distribution de particules de chrome, de 25 nm de diamètre, n'influencerait pas le type d'arrangement de dislocations produite en cours de déformation. Ce n'est pas le cas pour l'alliage de CuCrZr possédant des particules de chrome plus petites. En fait, la microstructure présente dans la matrice de cuivre de l'alliage de CuCrZr dépend du mécanisme de dépassement de la particule. En effet, si celui-ci est thermiquement activé, une partie de l'énergie thermique totale doit être utilisée pour les surmonter. L'énergie thermique résultante n'est alors plus forcément suffisante pour l'établissement d'une sous-structure de dislocations plus stable, aucun sous-joint n'est alors observé [88]. Dans notre cas les particules sont dépassées sans l'aide de la température, l'intégralité de l'énergie thermique fournie est utilisée dans l'établissement des sous-joints, ceux-ci ont été observés dès les premiers stades de la déformation. Par conséquent, si la contrainte effective sous laquelle se déforme l'alliage est suffisante et du même ordre de grandeur que la contrainte effective sous laquelle se déforme le cuivre pur, alors la sous-structure de dislocations engendrée lors de la déformation est semblable pour les deux matériaux.

La résistance au fluage du CuCrZr peut donc être, effectivement, interprétée comme la somme des résistances engendrées par, la matrice de cuivre, et les particules de chrome.

II Interprétation des fortes valeurs de l'énergie d'activation

La variation du module élastique en fonction de la température a souvent été négligée dans les équations de fluage utilisées pour exprimer la vitesse de déformation. En effet, en introduisant cette dépendance, l'énergie d'activation mesurée lors des essais de fluage a généralement pu être réduite jusqu'à l'énergie de diffusion en volume du principal élément constitutif de la matrice. Les mécanismes qui avaient été jusqu'à présents considérés pour les métaux purs pouvaient donc

désormais être étendus aux matériaux durcis par précipitation [111]. Les modules d'élasticité varient généralement, assez faiblement avec la température, surtout lorsque la gamme de températures d'étude est aussi étroite que celle que nous considérons. Néanmoins, pour montrer effectivement que nous pouvons négliger cette variation, nous allons suivre la même approche que celle proposée par Lund et Nix [111] qui a consisté à introduire dans l'expression de la vitesse de déformation, explicitement le module de Young E :

$$\dot{\epsilon}_s = A' \left(\frac{\sigma_a - \sigma_p}{E} \right)^n \exp \left(-\frac{Q_c}{kT} \right) \quad (\text{D.II.1.})$$

Par l'introduction du module élastique E, l'expression de l'énergie d'activation du fluage devient :

$$Q_c = Q_{app} + nR \frac{T^2}{(\sigma_a - \sigma_p)} \frac{d\sigma_p}{dT} + nR \frac{T^2}{E} \frac{dE}{dT} \quad (\text{D.II.2.})$$

Dans notre cas, nous pouvons éliminer le second terme de cette relation dans la mesure où la contrainte σ_p , due à la résistance des particules, est une contrainte seuil athermique. Par conséquent, sa variation avec la température est nul, $\frac{d\sigma_p}{dT} = 0$. La relation devient alors :

$$Q_c = Q_{app} + nR \frac{T^2}{E} \frac{dE}{dT} \quad (\text{D.II.3.})$$

Le premier terme Q_{app} est l'énergie d'activation apparente qui a été déterminée lors de nos essais de fluage. Le second, correspond au terme correctif qui tient compte de la dépendance du module de Young avec la température. Ce rapport de variation $\frac{dE}{dT}$ étant négatif, lorsque qu'il est inclu dans la définition de l'énergie d'activation du fluage, celle-ci diminue. On remarque que la correction apportée est d'autant plus importante que les exposants de contrainte, n, sont élevés. Dans la mesure où ceux-ci s'avèrent être des valeurs relativement importantes, 13, 24, et 27 pour nos trois températures 400, 450 et 500°C (fig. C.II.4.), nous allons déterminer la correction qu'ils impliquent.

Tab. D.II.1. Détermination de la correction à effectuer sur l'énergie d'activation en fluage par l'introduction de la dépendance en température du module de Young.

n	T (°C)	$\frac{nRT^2}{E} \frac{dE}{dT}$ (kJmol ⁻¹)
13	400	-23
23	450	-18
27	500	-66

D'après le tableau (D.II.1), la variation du module élastique avec la température, dans un intervalle de 100°C est trop faible et confondue avec les imprécisions de mesure de l'énergie d'activation. Il ne peut donc être à l'origine des différences obtenues entre nos énergies d'activation du fluage et l'énergie d'activation de l'autodiffusion du cuivre. Nous pouvons donc la négliger.

II.1 / Glissement thermiquement activé des dislocations

Le fait que les valeurs d'énergies d'activation demeurent élevées malgré l'introduction de la contrainte seuil et de la variation du module de Young, montre, que d'une part, la diffusion, dans le volume ou par le coeur des dislocations, n'est pas forcément le processus qui contrôle la vitesse de déformation. En effet, aux températures auxquelles nous effectuons le fluage du CuCrZr, la diffusion ne se produirait pas suffisamment rapidement pour permettre, dans les domaines de contraintes et de températures dans lesquels nous travaillons, le franchissement de l'obstacle sans l'aide de la contrainte. Aussi, le modèle, du glissement thermiquement activé des dislocations, qui prévoit une contribution mécanique à l'énergie thermique nécessaire au dépassement de l'obstacle, a-t-il été utilisé pour comprendre nos énergies d'activation du fluage. Celles-ci deviennent alors des énergies d'activation apparentes qui peuvent varier suivant les conditions de déformation appliquées à l'échantillon.

La définition de l'énergie d'activation apparente, inclue un terme de concentration de contrainte qui fournit l'énergie mécanique suffisante au mouvement de la dislocation. Lorsque celle-ci glisse, elle est confrontée à divers obstacles présents sur son plan de glissement. Deux cas de figures peuvent se présenter. Le premier, le temps d'attente à l'obstacle par rapport au temps passé à glisser est grand, l'énergie mécanique contribue alors au désancrage de la dislocation momentanément immobilisée à l'obstacle, qui peut, par la suite, rapidement glisser jusqu'au suivant. La déformation est alors contrôlée par le passage thermiquement activé des obstacles qui freinent le mouvement de la dislocation, lorsque l'obstacle est dépassé, le suivant est alors immédiatement présent [14, 16]. Le second cas de figure correspond à un temps d'attente à l'obstacle négligeable devant le temps pris, par la dislocation, pour glisser. L'énergie mécanique associée à l'énergie thermique permet alors le glissement de la dislocation entre chaque obstacle. Ce n'est plus le dépassement de ce dernier qui contrôle la déformation mais le glissement de la dislocation.

L'énergie d'activation associée au glissement thermiquement activé des dislocations est exprimée suivant la relation :

$$Q_{app} = Q_0 - A b \sigma_{loc} \quad (D.II.4.)$$

Q_0 , dans l'expression (D.II.4.), correspond à l'énergie totale nécessaire à fournir pour que le fluage se produise sans l'aide de la contrainte. Elle caractérise donc le mécanisme thermiquement activé qui contrôle la vitesse de déformation de l'alliage. Le terme Ab est positif, on lui attribue l'appellation dimensionnelle, par multiplication de b , de volume d'activation, V^* . Il prend, cependant, une signification plus claire lorsqu'il est simplement exprimé comme l'aire, A , sur laquelle se produit l'événement thermiquement activé. Q_0 correspond donc à la partie thermique de l'énergie à fournir, et $Ab\sigma_{loc}$ à la partie mécanique, fournie par la concentration de contrainte à l'obstacle. Les énergies d'activation du fluage Q_C peuvent donc aussi bien être différentes, de celle de l'autodiffusion en volume du cuivre 210 kJmol^{-1} , que semblables à cette dernière, tout dépend du signe de la contrainte athermique, σ_{loc} .

L'utilisation de cette équation nécessite donc de connaître σ_{loc} . Celle-ci est une valeur microscopique que l'on ne peut déterminer qu'à partir de mesures de rayon de courbure de dislocations [109, 112]. Des mesures de contraintes locales σ_{loc} ont montré que celles-ci pouvaient être soit positive soit négative, mais également nettement supérieures à la contrainte appliquée. La moyenne de toutes ces contributions, en se compensant, nous permet finalement d'aboutir à des énergies d'activation moyennées sur l'ensemble de l'échantillon, qui peuvent être supérieures ou inférieures à l'énergie d'autodiffusion en volume du cuivre qui serait la valeur maximale que peut atteindre Q_0 . Dans notre cas, elles tendent en moyenne à être légèrement plus élevées (fig. C.IV.4.).

Cette formulation (D.II.4.) n'implique, par conséquent, pas forcément une variation de l'énergie d'activation apparente avec la contrainte appliquée, qui est une valeur macroscopique. Toutefois, dans la mesure où elle prévoit que l'énergie d'activation est une fonction de la contrainte et qu'elle peut être fortement dépendante de la température, elle nous permet de comprendre les variations qui pourrait être obtenues de cette énergie d'activation du fluage. C'est-à-dire des valeurs plus élevées lorsque la contrainte appliquée est faible, par conséquent, la contribution thermique élevée ; Q_C est égale à 280 kJmol^{-1} à 110 MPa entre 10 et 14% de déformation ; mais qui semble diminuer lorsque la contribution mécanique augmente, au détriment de la contribution thermique ; Q_C est de l'ordre de 250 kJmol^{-1} sous 130 MPa , pour le même intervalle de déformation. S'il existe une légère augmentation des énergies d'activation apparentes, elle peut être attribuée à l'utilisation de contraintes plus faibles lorsque les températures deviennent plus élevées [14], mais également aux imprécisions des valeurs obtenues.

II.2 / Nature des obstacles qui contrôlent la vitesse de déformation

Deux catégories d'obstacles contrôlent la vitesse de déformation. La première concerne les obstacles dont le franchissement ne se produit que sous la totalité de la contrainte appliquée, sans l'aide de la température. Ce sont les obstacles dits athermiques que sont, le champ de contrainte à longue distance exercé par l'ensemble des dislocations et les particules présentes en matrice. Nous avons effectivement constaté que la contrainte appliquée à l'échantillon était suffisante pour que ces dernières soient dépassées, rapidement, sans la contribution de la température, par le mécanisme de contournement d'Orowan. La seconde catégorie d'obstacles concerne ceux dont le franchissement se produit grâce à l'aide de la température, par l'intermédiaire des vibrations du réseau. Ce sont les obstacles dits thermiquement activés qui sont présents dans la matrice de l'alliage. Ils sont constitués par d'autres dislocations qui entrent dans l'élaboration des sous-joints ou de la forêt de dislocations.

La nature des obstacles qui gouvernent le fluage du CuCrZr aux températures intermédiaires peut-être confirmée grâce aux mesures de volumes d'activation.

II.3 / Confirmation suivant le volume d'activation

Les valeurs de volume d'activation, de l'ordre de $V^* = (1200 \pm 300)b^3$, semblent, malgré leur grande imprécision, constantes sur l'intervalle de déformation compris entre 8 et 15 % de déformation. Si l'on considère l'expression du volume d'activation, $V^* = b l \Delta R$, $\Delta R = x_2 - x_1$ est la distance sur laquelle la dislocation avance pour se débloquer de l'obstacle, elle peut être estimée à l ou $2b$. On déduit alors la distance l qui sépare les obstacles sur la ligne de dislocation. Celle-ci qui varie, suivant la valeur de ΔR employée, peut être estimée entre 160 et 300 nm. On constate qu'elle correspond à l'espacement moyen des petites particules de chrome de 25 nm de diamètre. Or celles-ci, nous l'avons vu sont contournées par le mécanisme athermique d'Orowan. Elles ne peuvent pas être, par conséquent, l'obstacle thermiquement activé qui contrôle la vitesse de déformation.

Dans la mesure où la loi additive $\sigma_a = \sigma_p + \sigma_{eff}$ est vérifiée pour notre alliage, les mécanismes thermiquement activés qui contrôlent la vitesse de déformation dans le cuivre et dans le CuCrZr devraient être semblables. Raj [36] a déterminé les volumes d'activation dans le cuivre pur en mesurant les vitesses de déformation en fluage avant et après un saut de contrainte de $0.05\sigma_a$ pour différentes températures intermédiaires. Il a ainsi remarqué deux tendances. La première, se produisant aux faibles températures et aux fortes contraintes, qui se caractérise par une décroissance du volume d'activation en fonction de la déformation. Celui-ci diminue effectivement d'une valeur supérieure à $2000b^3$ pour 650°C , jusqu'à $100b^3$ pour 400°C , aux environs de 4%. La seconde, aux hautes températures, vers 700°C et faibles contraintes, qui se

caractérise par une valeur constante du volume d'activation, de l'ordre de $1600b^3$ - $1700b^3$ (fig. A.1.3.)[29].

Comme on le voit sur la figure (fig. A.I.3.), pour les mêmes températures que celles auxquelles nous avons travaillé, 400, 450, et 500°C, les valeurs du volume d'activation décroissent d'une valeur supérieure à $1700b^3$ pour 500°C jusqu'à des valeurs, de $600b^3$, pour 450°C, qui sont stables dès 4% de déformation, ou pour 400°C, qui décroissent jusqu'à $100b^3$.

La variation du volume d'activation dès les premières quantités de déformation serait donc influencée par l'évolution de la sous-structure de dislocations. Sa constance, quelles que soient les quantités de déformation auxquelles il a été mesuré, pour les fortes températures donc les faibles contraintes, ou sa stabilisation pour 450°C dès 4% de déformation, proviendrait de la faible variation de la sous-structure, qui serait dans ces conditions relativement bien établie.

La variation du volume d'activation avec la déformation qui a été observée à faibles températures et hautes contraintes correspondrait donc, soit à une variation de l'espacement l entre obstacles soit à un changement de largeur de l'obstacle ΔR . Dans la mesure où la distance sur laquelle avance la dislocation pour surmonter l'obstacle est constante, la décroissance de V^* peut être attribuée à la diminution de l'espacement entre chaque obstacle le long de la ligne de dislocation. Par conséquent, lorsque la déformation se poursuit, la diminution de V^* suggère une augmentation de la densité des obstacles. Ceux-ci sont donc les dislocations créées en cours de déformation. La vitesse de déformation du fluage dans ces conditions de faibles températures et fortes contraintes est alors déterminée par la vitesse d'intersection de dislocations dont le volume d'activation peut varier entre 100 et $10^4 b^3$ [19].

Raj [36] propose que le mécanisme thermiquement activé dominant le fluage du cuivre pur, aux faibles températures, est le glissement thermiquement activé des dislocations contrôlé par obstacles. Par contre, aux températures plus élevées, la constance du volume d'activation caractériserait l'importance que prend la montée. Cependant les valeurs qu'il a obtenu sont beaucoup trop élevées, 100 à $1700b^3$, pour être simplement la montée d'une dislocation coin pour laquelle la valeur de $1b^3$ est attendue. Il propose dans ces conditions de fluage un processus de montée qui serait impliqué lors du mouvement non conservatif des crans sur une dislocation vis [19, 36]. Ces valeurs sont également de l'ordre de 100 à $10^4 b^3$. L'espacement entre crans sur la dislocation vis caractériserait alors la distance entre obstacles.

Les valeurs de volume d'activation sont obtenues dans une gamme de déformations beaucoup trop élevées, de 6 à 15%, par rapport celle considérée par Raj, inférieure à 6%. La sous-structure est, en effet, établie et aucune variation notable du volume d'activation, si elle existe, ne peut

être perçue. Il nous est, par conséquent, difficile de savoir lequel des deux mécanismes proposés par Raj pour le cuivre pur est celui qui contrôlerait la vitesse de déformation lors du fluage du CuCrZr.

Pour identifier le mécanisme thermiquement activé qui contrôle la vitesse de déformation, il est donc nécessaire de procéder à des mesures de volumes d'activation dès les premières quantités de déformation, qui puissent nous permettre de confirmer s'il est constant ou non au cours du fluage. L'étude de Morris et Joye [88] effectuée sur le même alliage ayant subi un traitement thermique identique à celui que nous avons effectué, et déformé à vitesse constante aux températures intermédiaires 400 et 500°C, nous a permis d'atteindre ces valeurs de volumes d'activation pour les plus faibles quantités de déformation. Les volumes d'activation ont été déduits en mesurant les changements de contrainte produits lors de sauts de vitesses de déformation durant les essais de traction réalisés à vitesse constante. Nous pouvons nous permettre d'utiliser leurs résultats, car bien que les vitesses de déformation, imposées à leur échantillon, soient plus élevées que celles déterminées lors de nos essais de fluage, le même comportement en déformation de l'échantillon a été constaté : la même équation de vitesses de déformation en fonction de la contrainte appliquée a été effectivement obtenue. Les volumes d'activation qu'ils ont mesuré, dès 0.2% de déformation, diminuent rapidement jusqu'aux environs 5% de déformation, de $2500b^3$ à $1200b^3$, pour ensuite varier beaucoup plus lentement, de 1200 à $1000b^3$ jusqu'à 15 % de déformation, pour une température d'essai de 400°C. La même variation peut être constatée pour une température d'essai supérieure, 500°C, bien que pour celle-ci, la décroissance, qui se produit dès les premiers pourcentages de déformation, soit beaucoup plus rapide, et que la stabilisation du volume d'activation se produise pour de plus faibles quantités de déformation.

Ces valeurs s'accordent bien avec celles que nous avons déterminées au cours de nos essais de fluage. Bien qu'elles soient plus élevées que celles qui avaient été obtenues dans le cuivre pur, elles évoluent de la même manière, nous confirmant ainsi la similitude des mécanismes de déformation qui se produisent dans le cuivre pur et dans la CuCrZr (fig. A.II.1.).

Ces valeurs nous permettent également de montrer que nous avons bien affaire à une énergie d'activation apparente et non à une énergie d'autodiffusion en volume dans le cuivre. En effet, si la diffusion avait contrôlé la vitesse de déformation en fluage, un volume d'activation proche de l'unité, correspondant au volume d'une lacune, aurait été obtenu.

Or, cette décroissance du volume d'activation observée, pour le CuCrZr, dès les premières quantités de déformation a été attribuée au mécanisme d'intersection d'une dislocation avec la forêt de dislocations [88]. A partir de cette aire d'activation déterminée à $V^*/b = 2500b^2$, la distance entre les dislocations de la forêt qui a pu être déduite nous a renseigné sur la densité de

dislocations mobiles, par l'intermédiaire de la relation $L = 1/\sqrt{\rho}$ présentes dans le sous-grain. Si l'on estime que la distance que peut parcourir la dislocation durant un événement thermiquement activé est de l'ordre de 2 à $2.5b$, la densité de dislocations obtenue est de 10^{12} à 10^{13} m^{-2} , c'est-à-dire du même ordre de grandeur que celle qui est généralement obtenue dans le cuivre pur [88].

Après 8% la sous-structure en sous-grains est bien établie et le volume d'activation nous l'avons vu ne change pas beaucoup et correspond à une distance entre les dislocations de 440 à 500b, c'est-à-dire 120 à 100 nm. Cette distance est beaucoup trop grande pour être attribuée à l'espacement des dislocations présentes dans le sous-joint, la taille de maille peut être estimée aux environs de 20 à 30 nm (fig. C.III.11., C.III.12.). Par conséquent, cette faible variation du volume d'activation ne peut être attribuée qu'à un faible changement de la densité de dislocations à l'intérieur du sous-grain. Celle-ci se stabilise en effet par le biais de la création de nouveaux sous-joints qui, subdivisent les sous-grains primaires formés dès le début du fluage, et cause la réduction de dislocations mobiles responsables de la déformation. Ceci explique le ralentissement de la vitesse de déformation produite, jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Finalement, la décroissance de V^* dès les premières quantités de déformation a effectivement montré que les particules n'influençaient pas la formation des sous-joints. Ceux-ci seraient présents, indépendamment de l'existence des précipités, dans la limite d'une contrainte et d'une température appliquées suffisantes. Ainsi, dès les premières quantités de déformation, la contrainte appliquée étant supérieure à la contrainte athermique nécessaire au contournement de la particule de chrome, de 25 nm de diamètre, celle-ci est dépassée instantanément sans l'aide de l'énergie thermique. La dislocation peut alors glisser entre ces obstacles athermiques sous l'action de la contrainte effective et produisent, entre elles, des interactions dont elles se libèrent grâce à l'énergie thermique. Puisque les volumes d'activation correspondent également à la distance entre particules de chrome, celles-ci doivent déterminer la distance initiale entre les arbres de la forêt. Par la suite, la diminution de V^* à une valeur correspondante à 1/3 de la distance entre particules, montrent qu'il s'est produit au cours de la déformation une augmentation du nombre de dislocations à l'intérieur des sous-grains. Cette stabilisation du volume d'activation tirerait son origine de l'évolution lente de la sous-structure de dislocations entre 8 et 15 % de déformation [88].

Ainsi les mécanismes thermiquement activés qui contrôlent la vitesse de déformation en fluage du CuCrZr correspondent bien à ce qui avait été préalablement obtenu par Raj dans le cuivre pur aux températures intermédiaires [29-32]. La déformation est pour les deux matériaux contrôlée par le glissement thermiquement activé des dislocations aux obstacles. Ceux-ci sont constitués par les arbres de la forêt de dislocations.

CONCLUSION

E / CONCLUSION

Le comportement en fluage du CuCrZr aux températures intermédiaires, peut être expliqué en supposant que la loi puissance est celle qui décrit le comportement en fluage de notre alliage. Les fortes valeurs d'exposant de contrainte obtenues, de 13 ± 2 à 27 ± 2 lorsque la température de l'essai passe de 400°C à 500°C est caractéristique de matériaux comportant une seconde phase dispersée.

Nous avons rationalisé ces fortes valeurs de sensibilité à la contrainte, c'est-à-dire que nous avons tenté de les réduire à des valeurs communément obtenues pour des matériaux purs ou monophasés, grâce à l'utilisation du concept de la contrainte effective. Un terme microstructural supplémentaire a donc été introduit dans l'équation qui exprime la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée :

$$\dot{\epsilon} = A' (\sigma_a - \sigma_p)^{n_0}$$

Les nouvelles valeurs de n_0 ont été égalisées avec succès à celles généralement obtenues pour le cuivre pur, c'est-à-dire 4 et 5. Et la contrainte σ_p a été identifiée comme étant égale à la contrainte athermique d'Orowan associée au processus de contournement des petites particules de chrome de 25 nm, stables.

La résistance en fluage du CuCrZr correspond donc à la somme des contributions de la matrice de cuivre et des particules. Puisqu'elles sont contournées de manière athermique, ces dernières ne contribuent pas au processus thermiquement activé qui contrôle la vitesse de déformation en fluage. Celui-ci se produit alors dans la matrice.

Les valeurs d'énergie d'activation qui caractérisent le fluage, de l'ordre de 250 à 280 kJmol^{-1} sont proches de l'énergie d'autodiffusion en volume du cuivre pur, 210 kJmol^{-1} , mais ne lui sont pas égales. En effet, les volumes d'activation mesurés sont élevés, environs $(1200 \pm 200)b^3$, et varient avec la déformation. Ce ne peut donc être le processus de diffusion qui intervient. L'énergie d'activation du fluage du CuCrZr est donc une énergie d'activation apparente qui caractérise le glissement thermiquement activé contrôlé par obstacles, dans laquelle intervient à la fois une contribution thermique et une contribution mécanique.

Des sous-grains ont été formés en cours de déformation. Cette sous-structure évolue en cours de fluage puisque des sous-joints en phase d'établissement en plus des interactions dislocations-

particules et dislocations-dislocations, ont été perçues. Ceci est semblable à ce qui a déjà pu être observé dans le cuivre pur.

Puisque la loi de comportement en fluage de notre alliage soumis à une contrainte effective est semblable à celle du cuivre pur soumis à la contrainte appliquée, et que les sous-structures de déformation observées sont également similaires dans les deux cas. Le mécanisme thermiquement activé qui contrôle la vitesse de déformation se produit donc dans la matrice de l'alliage, et est semblable à celui qui se produit dans le cuivre pur. Les valeurs de volumes d'activation ainsi que leur évolution avec la déformation ont confirmé que c'était effectivement les dislocations mobiles intérieures aux sous-grains qui constituaient les obstacles contrôlant la déformation. Le processus de déformation thermiquement activé a donc été déterminé comme étant l'intersection des dislocations avec les arbres de la forêt.

BIBLIOGRAPHIE

F / BIBLIOGRAPHIE

- [1] **J.R. Groza** and **J.C. Gibeling**, *Mat. Sci. Eng., A* 171, pp. 115-125, 1993
- [2] **J. Groza**, *J. Mat. Sci. and Eng.*, Vol. 1, pp. 113-121, 1992
- [3] **E. Batawi**, **D.G. Morris** and **M.A. Morris**, *Mater. Sci. and Techn.*, Vol. 6, pp. 892-899, 1990
- [4] **D.G. Morris**, **M.A. Morris** and **J.C. Joye**, *Mater. Sci. and Eng.*, Vol. 1, 58, pp. 111-117, 1992
- [5] **E. Batawi**, Thesis, Institute of Structural Metallurgy, Neuchâtel, 1991
- [6] **R.S. Schewfelt** and **L.M. Brown**, *Phil. Mag.*, Vol. 30, pp. 1135-1145, 1974
- [7] **S. Takeuchi** and **A.S. Argon**, *J. Mat. Sci.*, Vol. 11, pp. 1542-1566, 1976
- [8] **W.D. Nix** and **B. Ilchner**, *Strenght of Metals and Alloys*, ed. P. Haasen, V. Gerold and G. Korstorz, Vol. 3, pp. 1503-1529, 1979
- [9] **M.M. Myshlyaev**, *Ann. Rev. Sci.*, Vol. 11, pp. 31-50, 1981
- [10] **A.H. Clauer**, **B.A. Wilcox** and **J.P. Hirth**, *Acta Met.*, Vol. 18, pp. 381-397, 1970
- [11] **R. Lagneborg**, *Inter. Metall. Rev.*, Vol. 17, pp. 130-146, 1972
- [12] **R.W.K. Honeycombe**, *The Plastic Deformation of Metals*, E. Arnold, 1984
- [13] **D.L. Holt**, *J. Applied Physics*, Vol. 41, pp. 3197-3201, 1970
- [14] **J.P. Poirier**, *Plasticité à Haute Température des Solides Cristallins*, Eyrolles, 1976
- [15] **D. Callard** and **J.L. Martin**, *Revue de Physique Appliquée*, Vol. 22, pp. 169-183, 1987
- [16] **M. Cagnon**, *Dislocations et Déformations Plastiques*, ed. P.Groh, L.P. Kubin, J.L. Martin, Les Editions de Physique, pp. 53-65, 1979
- [17] **Z.S. Basinski**, *Phil. Mag.*, Vol. 4, pp. 393-432, 1959
- [18] **H. Conrad**, *J. Metals*, pp. 582-588, 1964
- [19] **A.G. Evans** and **R.D. Rawlings**, *Phys. Stat. Sol.*, Vol. 34, pp. 9-39, 1969

- [20] **F.A. Nichols**, *Mater. Sci. Eng.*, Vol. 8, pp. 108-120, 1971
- [21] **N. Balasubramanian** and **J.C.M. Li**, *J. Mat. Sci.*, Vol. 5, pp. 434-444, 1970
- [22] **T.E. Tietz** and **J.E. Dorn**, *Journal of Metals*, pp. 156-162, 1956
- [23] **P. Feltham** and **J.D. Meakin**, *Acta Met.*, Vol. 7, pp. 614-627, 1959
- [24] **P. Feltham** and **R.A. Sinclair**, *J. Inst. Metals*, Vol. 91, pp. 235-239, 1962, 1963
- [25] **C.R. Barrett** and **O.D. Sherby**, *Trans AIME*, Vol. 233, pp. 1115-1119, 1965
- [26] **E.R. Gilbert** and **D.E. Munson**, *Trans. AIME*, Vol. 233, pp. 429-434, 1965
- [27] **M. Pahutová** and **J. Čadek** and **P. Ryš**, *Phil. Mag.*, Vol. 23, pp.509-517, 1971
- [28] **P.N. Okrainets** and **V.K. Pishchak**, *Phys. Met. Metall.*, Vol. 46, pp. 123-127, 1977
- [29] **S.V. Raj**, *Doctoral Thesis University of Southern California*, 1984
- [30] **S.V. Raj** and **T.G. Langdon**, *Acta Met.*, Vol. 37, pp. 843-852, 1989
- [31] **S.V. Raj** and **T.G. Langdon**, *Acta Met.*, Vol. 39, pp. 1817-1822, 1991
- [32] **S.V. Raj** and **T.G. Langdon**, *Acta Met.*, Vol. 39, pp. 1823-1832, 1991
- [33] **F. Retima** et **M. Cornet**, *Acta Met.*, Vol. 34, pp. 753-760, 1986
- [34] **P.R. Landon**, **J.L. Lytton**, **L.A. Shepard** and **J.E. Dorn**, *Trans. Am. Soc. Metal*, Vol. 51, pp. 900-910, 1958
- [35] **J.P. Poirier**, *Acta Met.*, Vol. 26, pp. 629-637, 1978
- [36] **S.V. Raj**, *J. Mat. Sci.*, Vol. 24, pp. 3196-3204, 1989
- [37] **B.L. Jones** and **C.M. Sellars**, *Metal Sci. J.*, Vol. 4, p. 96, 1970
- [38] **M.R. Staker** and **D.L. Holt**, *Acta Met.*, Vol. 20, p. 569, 1972
- [39] **P. Feltham** and **R.A. Sinclair**, *Acta Met.*, Vol. 20, pp. 1095-1099, 1972
- [40] **V.P. Gupta** and **P.R. Strutt**, *Canadian J. Physics*, Vol. 45, pp. 1213-1219, 1967
- [41] **A. Orlova** and **J. Čadek**, *Phil. Mag.*, Vol. 21, pp. 509, 1970

- [42] **T. Hasegawa, S. Karashima, and R. Hasegawa**, *Metall. Trans.*, Vol. 2, pp. 1449-1455, 1971
- [43] **G.Y. Kozyrskiy, P.N. Okrainets and V.K. Pishchak**, *Phys. Metals Metallog.*, Vol.33, 173, 1972
- [44] **G.Y. Kozyrskiy, P.N. Okrainets and V.K. Pishchak**, *Phys. Metals*
- [45] **S.V. Raj and G.M. Pharr**, *Mat. Sci. Eng.*, pp. 233-242, 1989
- [46] **S.V. Raj, G.M. Pharr and J.D. Whlittenberger**, *Mat. Sci. Eng.*, pp. 161- 175, 1989
- [47] **L.M. Brown and K. Ham**, *Strengthening Methods in Crystals*, ed. A. Kelly and R.B. Nicholson, Elsevier, Amsterdam, 1971
- [48] **M.F. Ashby**, *Strengthening Methods in Crystals*, ed. A. Kelly and R.B. Nicholson, Elsevier, Amsterdam, pp. 165, 1971
- [49] **J.L. Strudel**, *Physical Metallurgy*, ed. R.W. Cahn and P. Haasen, Part I, pp. 1411-1485, 1983
- [50] **W. Gerold**, *Dislocations in Solids*, Ed. by F.R.N. Nabarro, pp. 221-259, 1978
- [51] **F.J. Humphreys**, *Dislocations and Properties of Reals Materials*, 1984
- [52] **D.J. Chakrabartti and D.E. Laughlin**, *Bull. Alloy Phase Diagrams*, Vol. 5, p. 59, 1984
- [53] **R.O. Williams**, *Trans. of the ASM*, Vol. 52, pp. 530-544, 1959
- [54] **Z. Rdzawski and J. Stobrawa**, *Scripta Met.*, Vol. 20, pp. 341-344, 1986
- [55] **T.B. Masalski**, *Binary Alloy Phase Diagrams*, ed. in chief, T.B.Masalski, ASM, Metals Park, Ohio, 1986
- [56] **E. Batawi, C. Biselli. S. Gunther, M.A. Morris and D.G. Morrlls**, *Scripta Met.*, Vol. 9, pp. 765-769, 1993
- [57] **W.F. Shilling and U.J. Grant**, *Met.Trans.*, Vol. 3, p. 2205, 1970
- [58] **W. Blum and B. Reppich**, *Creep Behavior of Crystalline Solids*, B. Wilshire, P.W. Evans, Vol. 3, pp. 83-135, 1985
- [59] **V. C. Nardone, and J.K. Tlen**, *Scripta Met.*, Vol. 20, pp. 797-802, 1986.
- [60] **B. Reppich, H Bügler, R. Leistner and M. Schütze**, *Creep Strenght and Fracture of Eng. Mat. and Stucture*, Wilshire B., Evans P.W., pp. 279-297, 1990

- [61] **J.C. Gibeling and W.D. Nix**, *Metal Sci.*, pp. 453-457, 1977
- [62] **W.J. Evans and G.F. Harisson**, *Metal Sci.*, pp. 307-313, 1976
- [63] **C.R. Barrett**, *Acta Met.*, Vol. 13, pp. 1088-1091, 1965
- [64] **P.W. Davies and B. Wilshire**, *Scripta Met.*, Vol. 5, pp. 475-478, 1971
- [65] **P.W. Davies, G. Nelmes, K.R. Williams and B. Wilshire**, *Metal Sci. J.*, Vol. 7, pp. 87-92, 1973
- [66] **O. Ajaja**, *Scripta Met.*, Vol. 25, pp. 511-516, 1991
- [67] **P.L. Threadgill and B. Wilshire**, *Creep Strenght of Stells and High Temperature Alloys*, Iron Steel Institute, pp. 8-14, 1972
- [68] **K.R. Williams and B. Wilshre**, *Metal Sci. J.*, Vol. 7, pp. 176-179, 1973
- [69] **P.L. Threadgill and B. Wilshire**, *Metal Sci.*, Vol. 8, pp. 117-123, 1974
- [70] **J.D. Parker and B. Wilshire**, *Metal Sci.*, Vol. 9, pp. 248-252, 1975
- [71] **J.D. Parker, B. Wilshire**, *Phil. Mag.*, Vol. 34, pp. 485-489, 1976
- [72] **K.R. Williams**, *Metal Sci.*, pp. 332-333, 1976
- [73] **J.C. Gibeling and W.D. Nix**, *Mat. Sci. Eng.*, Vol. 45, pp. 123-135, 1980
- [74] **J. Čadek**, *Mat. Sci. Eng.*, Vol. 94, pp. 79-92, 1987
- [75] **C.K.L. Davies, A.G. Older and R.N. Stevens**, *Creep Strength and Fracture og Eng. Mat. and Structure*, B. Wilshire, P.W. Evans, p. 97, 1990
- [76] **J.H. Gittus**, *Proc. R. Soc. Lond.*, Vol A342, pp. 279-287, 1975
- [77] **R.W. Lund and W.D Nix**, *Acta Met.*, Vol. 24, pp. 469-481, 1976
- [78] **E.Arzt and M.F. Ashby**, *Scripta Met.*, Vol. 10, pp. 1285-1290, 1982
- [79] **J. Peterseim and G. Sauthoff**, *Deformation of Multiphase and Particule Containing Materials*, J. Bilde-Sørensen, N. Hansen, A. Horsewell, H. Lilhold, Ed. Resø Natl. Lab., pp. 479-484, 1983
- [80] **S.V. An, H. Wolf, S. Vogler and W. Blum**, *Creep Strenght and Fracture of Eng. Mat. and Stucture*, B. Wilshire, P.W. Evans, pp.81-95, 1990

- [81] **T.E. Howson and O.A. Mervyn, J.K. Tien**, Metall. Trans. A, Vol. 11A, pp. 1609-1615, 1980
- [82] **K. Maruyama**, Creep Strength and Fracture of Eng. Mat. and Structure, B. Wilshire, P.W. Evans, pp. 109-118, 1990
- [83] **M.A. Morris and D.G. Morris**, Acta Met., Vol. 38, pp. 551-559, 1990
- [84] **R. Lagneborg and B. Bergman**, Metal Sci., Vol. 20, 1976
- [85] **J.H. Hausselt and W.D. Nix**, Acta Met., Vol. 25, pp. 595-607, 1977
- [86] **L.H. Hausselt and W.D. Nix**, Acta Met., Vol. 25, pp. 1491-1502, 1977
- [87] **J.B. Bilde-Sørensen**, Deformation of Multiphase and Particulate Containing Materials, Ed. by J.B. Bilde-Sørensen, pp. 1-14, 1983
- [88] **M.A. Morris and J.C. Joye**, Acta Met., Vol. 43, p. 69, 1995
- [89] **C. Dubois and M.A. Morris**, Scripta Met., Vol. 30, pp. 827-832, 1994
- [90] **G.M. Pharr and W.D. Nix**, Scripta Met., Vol. 10, pp. 1007-1010, 1976
- [91] **D. Caillard, J.L. Martin**, Strength of Metals and Alloys, Vol. 2, ed. P. Haasen, V. Gerold, G. Kostorz, Pergamon Press, p.1323, 1979
- [92] **R. Lagneborg**, Scripta Met., Vol. 7, pp. 605-614, 1973
- [93] **D.J. Srolovitz, M.J. Luton, R. Petkovic-Luton, D.M. Barnett and W.D. Nix**, Acta Met., Vol. 32, pp. 1079-1088, 1984
- [94] **V. C. Nardone, D.E. Matejczyk and J.K. Tien**, Acta Met., Vol. 32, pp. 1509-1517, 1984
- [95] **J. Rösler and E. Arzt**, Acta Met., Vol. 38, pp. 671-683, 1990
- [96] **E. Arzt, M.F. Ashby and R.A. Verrall**, Acta Met., Vol. ?, pp. 1977-1989, 1993
- [97] **E. Arzt**, J. de Physique, Colloque C4, suppl. au n°4, Tome 46, pp. C4-627-C4-632, 1985
- [98] **J.H. Schröder and E. Arzt**, Scripta Met., Vol. 19, pp. 1129-1134, 1985
- [99] **A.H. Clauer and N. Hansen**, Acta Met., Vol. 32, pp. 269-277, 1984
- [100] **E. Arzt and J. Rösler**, Acta Met., Vol. 36, pp. 1053-1060, 1988

- [101] **J. Rösler and E. Arzt**, *Acta Met.*, Vol. 36, pp. 1043-1051, 1988
- [102] **E. Arzt and J. Rösler**, *Dispersion Strengthened Aluminium Alloys*, Ed. Y.W. Kim and W.M. Griffith, *The Minerals, Metals & Society*, 1988
- [103] **J. Rösler, R. Joos and E. Arzt**, *Metall. Trans.*, Vol. 23A, pp. 1521-1539, 1992
- [104] **M. Liu and J. Cowley**, *Scripta Met.*, Vol. 28, pp.307-312, 1993
- [105] **K.T. Park, E.J. Lavernia and F.A. Mohamed**, *Acta Met.*, Vol. 42, pp. 667-678, 1993
- [106] **J.P. Dennison, P.D. Holmes and B. Wilshire**, *Mat. Sci. Eng.*, Vol. 33, pp. 35-47, 1978
- [107] **J. Lin and O.D. Sherby**, *Res. Mech.*, Vol. 2, pp. 251-293, 1981
- [108] **D.G. Morris, C. Biselli and P. Isler**, 2nd Japon Intern. SAMPE Symp, dec. 11-14, 1991, Tokyo, Japan
- [109] **M.A. Morris** thèse, EPFL Lausanne, 1984
- [110] **L. Angers, M.E. Fine and J.R. Weertman**, *Metall. Trans. A*, Vol. 18A, pp. 555-562, 1987
- [111] **R.W. Lund and W.D. Nix**, *Metall. Trans. A.*, Vol 6A, pp. 1329-1333, 1975
- [112] **M.A. Morris and J.L. Martin**, *Acta Met.*, Vol. 32, pp. 549-561, 1984

Remerciements

Ce travail a été effectué à l'Institut de Métallurgie Structurale de l'Université de Neuchâtel, dirigé par M. le Professeur David Morris que je remercie de m'avoir admise en tant qu'assistante doctorante.

J'aimerais également remercier Mme le Professeur Maria Morris qui a assuré la responsabilité de cette thèse et en a permis la conclusion.

Je tiens enfin à exprimer toute ma reconnaissance à mes collègues M. Philippe Hermann, M. Pierre-Alain Girard, M. Claude Biselli et M. Thanos Lipe dont j'ai apprécié la compétence professionnelle, la serviabilité et le soutien durant les années passées à l'Institut.