

UNIVERSITE DE NEUCHÂTEL  
FACULTE DES SCIENCES

---

ETUDE EXPERIMENTALE  
DE LA  
FISSURATION DES ALLIAGES  
CuNiZn  
DURANT LE CHAUFFAGE AU REVENU

THESE

présentée à la Faculté des sciences de l'Université de Neuchâtel  
pour obtenir le grade de docteur ès sciences

par

PETER ISLER

Ingénieur-métallurgiste diplômé de l'EPF, Zurich

1970  
Lang Druck SA, Liebefeld/Berne

UNIVERSITE DE NEUCHÂTEL  
FACULTE DES SCIENCES

---

La Faculté des sciences de l'Université de Neuchâtel, sur le rapport de Messieurs les Professeurs W. FORM, W. EPPRECHT et C. JACCARD, autorise l'impression de la présente thèse sans exprimer d'opinion sur les propositions qui y sont contenues.

Neuchâtel, le 28 janvier 1969

Le Doyen: J. Rossel

## TABLE DES MATIERES

1.	Introduction .....	9
2.	Travaux effectués .....	11
2.1.	Matériaux .....	11
2.2.	Influence de la composition chimique .....	11
2.3.	Paramètres influant sur la susceptibilité d'un alliage de composition donnée .....	13
2.3.1.	L'influence de l'écroissage et de la vitesse de chauffage .....	13
2.3.2.	L'influence de la grosseur de grain .....	15
2.3.3.	Etude des joints de grain par microscopie électronique ..	17
2.3.4.	L'influence de l'état de la coulée .....	17
2.3.4.1.	L'effet de la porosité sur la fissuration durant le chauffage .....	17
2.3.4.2.	Les causes de la porosité de la coulée .....	19
2.4.	Essais spécifiques pour déterminer le mécanisme de la formation des fissures de chauffage .....	20
2.4.1.	L'effet du plomb .....	21
2.4.1.1.	La température de fissuration .....	22
2.4.1.2.	Propriétés mécaniques à température élevée ..	24
2.4.1.3.	Etude des fissures à l'aide de la microsonde ..	25
2.4.1.4.	La déformation plastique le long d'une fissure de chauffage .....	26
2.4.1.5.	L'influence de la teneur en plomb .....	26
2.4.1.6.	Résumé .....	27
2.4.2.	La relaxation des contraintes résiduelles macroscopiques durant le chauffage à la température de fissuration ..	28
2.4.3.	Le phénomène de la désensibilisation .....	29
2.4.4.	L'influence du temps de stockage après l'étirage .....	33
2.4.4.1.	L'influence d'une fissuration à température ambiante sur la fissuration durant le chauffage ..	33
2.4.4.2.	Le mécanisme de la fissuration à température ambiante .....	33
3.	Le mécanisme de la fissuration durant le chauffage .....	36
3.1.	L'initiation et la propagation des fissures de chauffage .....	36
3.2.	L'état de contrainte conduisant à une fissuration durant le chauffage .....	37
3.3.	Caractéristiques d'un alliage sujet à la fissuration durant le chauffage .....	38
4.	Résumé .....	39
5.	Bibliographie .....	40
	Figures .....	41

*A mes parents*

Le présent travail a été effectué durant les années 1966, 1967 et 1968 à l'Institut de Métallurgie structurale de l'Université de Neuchâtel, sous la direction de Monsieur le Professeur W. FORM et grâce à une bourse de la Maison Boillat SA, Reconvilier.

J'exprime à Monsieur le Professeur FORM ma profonde gratitude pour l'inlassable soutien qu'il a apporté à la direction de ce travail.

Mes remerciements vont aussi à mes collaborateurs Messieurs Beglinger et Barbezat, à qui je dois de précieux conseils.

## 1. Introduction

Certains alliages cuivreux sont sujets à une fissuration s'ils sont chauffés à la température de recristallisation après une déformation à froid. Il s'agit d'une rupture macroscopique survenant de façon explosive qui conduit à la destruction de la pièce (fig. 1). Ces fissures sont toujours intercrystallines. La tendance à une telle fissuration est particulièrement prononcée dans les alliages Cu-Ni-Zn, c'est-à-dire dans les maillechorts. Ce phénomène est connu depuis de nombreuses années sous le nom de "*fire-cracking*" et pose des problèmes sérieux à l'industrie de transformation des alliages cuivreux.

Une revue des travaux effectués sur ce sujet est donnée par BAILEY (1): en général, on estime que la cause de la fissuration doit être cherchée dans les contraintes résiduelles introduites par une déformation à froid non-uniforme et amplifiées par des tensions thermiques. Il semble que la présence d'impuretés, surtout de plomb, soit favorable à la fissuration. Il existe peu d'études détaillées et un modèle exact n'a pas été proposé.

Dans la pratique, on essaie d'éviter une fissuration durant le chauffage en diminuant le taux d'impureté, c'est-à-dire en partant de matière première pure, ou en exécutant un traitement de détente avant la recristallisation (2), (3). Il est aussi recommandé de chauffer lentement et de veiller que la déformation à froid soit aussi uniforme que possible (1). Des traitements mécaniques spéciaux déplaçant les contraintes de compression vers la surface, ont aussi été proposés (1). Néanmoins, ces traitements ne sont pas toujours efficaces et on maîtrise mal la formation de fissures, c'est-à-dire que le même alliage, sous des conditions apparemment identiques, n'est pas toujours le siège du "*fire-cracking*".

Une autre difficulté découle du fait que plusieurs processus de rupture, semblables en apparence, ne peuvent souvent pas être distingués les uns des autres, bien qu'ils se fondent sur des mécanismes différents. Nous soulignons que le phénomène traité dans notre travail est caractérisé par une *formation explosive* de fissures macroscopiques, à l'encontre de l'"intergranular parting", d'abord traité par WILSON et PALMER (4). Dans celui-ci, il s'agit de la formation d'un grand nombre de fissures intergranulaires et microscopiques durant un recuit, conduisant à une fragilité du matériau. Lors d'une déformation à froid suivant le recuit, ces fissures peuvent être ouvertes et elles ressemblent alors aux fissures du "*fire-cracking*". SATO (5), qui ne distingue pas entre "*fire-cracking*" et "intergranular parting", propose comme cause de cette fragilisation durant le recuit la formation de cavités intercrystallines sous l'effort des contraintes résiduelles, d'après le mécanisme connu de la

cavitation au fluage. Il est évident qu'un tel mécanisme ne peut pas expliquer une rupture explosive durant le chauffage, sujet de la présente étude.

Un autre phénomène de fragilisation des alliages cuivreux est étudié par KOCH et TROIANO (6). Il s'agit de la fragilisation par vieillissement ("strain-ageing-embrittlement"), observée dans le laiton 70/30 à une température de 250° C environ. Les résultats de cette étude suggèrent que les solutés responsables de la fragilisation sont les atomes de zinc, et non pas des impuretés. Une rupture différée ("delayed failure") a été observée dans la même plage de température (7). Il semble qu'il s'agisse là d'un phénomène analogue à la rupture différée des aciers causée par l'hydrogène, mais avec le zinc qui diffuse vers les zones de concentration des contraintes. Ce vieillissement, ainsi que la rupture différée, est régi par la diffusion, ce qui ne permet pas d'expliquer la formation explosive des fissures de chauffage par un tel mécanisme.

Nous avons entrepris cette étude pour essayer de remédier au caractère incomplet des modèles proposés pour la fissuration spontanée des alliages cuivreux durant le chauffage, ainsi qu'à l'ignorance des facteurs influents qui empêche de maîtriser le phénomène lors de la fabrication.

Notre étude tente de répondre aux questions suivantes:

- Quels sont les alliages sujets au "fire-cracking" et quelles en sont les causes?
- Quelles sont les causes de l'apparition irrégulière du phénomène dans des conditions apparemment identiques?
- Quel est le mécanisme de la fissuration durant le chauffage?

## 2. Travaux effectués

### 2.1. Matériaux

Tous nos essais ont été faits avec des barres préparées de la façon suivante: les barreaux coulés d'un diamètre de 140 mm ont été coupés en billettes de 300 mm de longueur et pressés à chaud à un diamètre de 18,5 ou 16 mm. Les déformations à froid, comprises entre 10 et 60% de réduction en section, ont été produites par étirage en une ou plusieurs passes, les filières ayant un demi-angle de  $7^{\circ}$ . La composition chimique des alliages étudiés est donnée au chapitre suivant. Il s'agit de matière commercialement pure.

### 2.2. Influence de la composition chimique

Une étude de la littérature ne révèle pas clairement quels alliages cuivreux sont sujets au "fire-cracking". Plusieurs auteurs (1), (2), (8), indiquent que les maillechorts- $\alpha$  sont les plus sensibles. Selon ZUERRER (3) par contre, le phénomène est observé le plus souvent dans les maillechorts  $\alpha/\beta$ . Toutefois, il se produit aussi dans les laitons- $\alpha$  (1) et dans le cuivre (9). Une grande importance est attribuée à la présence d'impuretés; le plus souvent on suggère que le plomb est favorable à une fissuration. Afin de vérifier ces observations en partie contradictoires, nous avons étudié sept alliages différents. Pour pouvoir comparer ces matériaux quant à leur sensibilité au "fire-cracking", nous avons d'abord déterminé les conditions dans lesquelles un alliage, que l'on sait être sensible à la fissuration durant le chauffage, montre un maximum de sa sensibilité. Ces essais préliminaires ont été faits avec l'alliage A (voir tableau 1): après un étirage de 35 % en quatre passes et en chauffant à  $10^{\circ}$  C/sec, tous les échantillons de 40 mm de longueur et 14,5 mm de diamètre se sont cassés. Les autres alliages (voir tableau 1) ont été examinés dans ces mêmes conditions, ces essais étant répétés plusieurs fois avec différents lots.

*Tableau 1* Composition chimique, structure et sensibilité à la fissuration des alliages examinés

Code	Composition chimique en %				Structure	Sensible à la fissuration par chauffage
	Cu	Zn	Ni	Pb		
A*	62	19	18	1	<i>a</i>	oui
B	62	20	18	—	<i>a</i>	non
C	62	24	13	1	<i>a</i>	oui
D	53	38	8	1	<i>a</i>	oui
E	47	41	10	2	<i>a/β</i>	non
F	51	42	6	1	<i>a/β</i>	non
G	71	28	—	1	<i>a</i>	non

\* Alliage étudié principalement

### Résultats

Comme il est indiqué dans le tableau 1, tous les *maillechorts-a* contenant du plomb sont sujets à une fissuration, s'ils sont chauffés dans l'état déformé à froid.

La présence de la phase  $\beta$  semble empêcher la fissuration. Entre 8 et 18 %, le nickel n'affecte pas la sensibilité des alliages-*a*, mais sans nickel (alliage G), le phénomène n'apparaît plus.

A l'exception de l'alliage A les résultats sont reproductibles. Le comportement variable de l'alliage A sera traité en détail au paragraphe 2.3.

### Discussion

Les renseignements les plus importants fournis par ces premiers essais sont les suivants:

- Le plomb semble être indispensable à la formation de fissures de chauffage.
- Seuls les *maillechorts-a* subissent le "fire-cracking".

L'incertitude qui règne dans la littérature sur les alliages sujets au "fire-cracking" est très vraisemblablement due au fait que toutes sortes de fissures, survenant lors de la fabrication des alliages cuivreux, sont classées et rapportées comme "fire-cracks", sans tenir compte de leur origine. Ainsi, par

exemple, des alliages sans plomb ou des alliages  $\alpha/\beta$  pourraient montrer des criques formées suivant le mécanisme de la cavitation intercrystalline (voir p. 9).

Dans nos essais nous avons toujours observé les échantillons durant le chauffage, afin de nous assurer que la fissuration est vraiment explosive, c'est-à-dire qu'elle obéit au mécanisme étudié ici.

### *2.3. Paramètres influant sur la susceptibilité d'un alliage de composition donnée*

Pour étudier à fond le phénomène et pour déceler les facteurs influents autres que la composition chimique, nous avons choisi l'alliage A (CuNi18Zn19Pb). Les essais décrits dans ce paragraphe se réfèrent tous à cet alliage.

Des nombreux essais préliminaires ont montré que cet alliage peut exister soit dans un état sensible, soit dans un état non-sensible à la fissuration, dans les mêmes conditions concernant l'érouissage et le chauffage; ceci indique que des facteurs encore inconnus influencent fortement le phénomène.

#### *2.3.1. L'influence de l'érouissage et de la vitesse de chauffage*

Tous les auteurs décrivant le "fire-cracking" attribuent une grande importance à la présence de contraintes résiduelles (1), (2), (3), (8), (9), (10), provenant de la déformation à froid, ainsi qu'aux tensions thermiques, qui se développent lors d'un chauffage rapide.

Nous avons effectué de nombreux étirages avec le matériau pressé brut de 16 mm de diamètre de l'alliage A. Les échantillons de 40 mm de longueur, coupés dans les barres étirées, ont été chauffés à différentes vitesses dans un four à induction à haute fréquence.

#### *Résultats*

- a) Des fissures de chauffage peuvent être observées d'une façon reproductible, si un étirage de 30 à 45 % est effectué en plusieurs passes, dont la dernière ne dépasse pas les 20 %. Des conditions beaucoup moins sévères peuvent donner lieu à une fissuration, si la surface présente des défauts. Ceux-ci proviennent de l'extrusion, particulièrement difficile avec cet alliage.

- b) Les conditions mentionnées sous a) conduisent seulement à une fissuration si le diamètre des barres dépasse 11 mm avant l'étirage.
- c) Entre 0,2 et 30° C/sec, nous n'avons constaté aucune influence de la vitesse de chauffage. A des vitesses de chauffage très lentes (au-dessous de 0,02° C/sec) la fissuration peut être évitée.
- d) Il ne survient plus de fissuration après un traitement thermique de détente à 250°–300° C pendant 1 h.
- e) Une relaxation mécanique, c'est-à-dire une déformation uniforme au delà de la limite d'élasticité ( $\sigma_{0,2}$ ) a le même effet qu'une détente thermique.

### *Discussion*

La déformation non-uniforme à froid qu'est l'étirage conduit à des contraintes résiduelles. Elles sont appelées macroscopiques si elles sont dues à des distorsions de régions macroscopiques de l'échantillon. Ceci conduit à une déformation de ce dernier si l'équilibre entre les contraintes de traction et celles de compression est perturbé par une coupe. Ainsi, une barre présentant des contraintes longitudinales de traction à l'extérieur (ce qui est normalement le cas après un étirage dépassant les 5%) s'allonge si une couche superficielle est enlevée par usinage (10).

Par contre, les contraintes résiduelles microscopiques proviennent de distorsions de régions microscopiques, par exemple des distorsions limitées à un seul grain. Les champs de tension créés par les défauts structuraux (défauts ponctuelles ou dislocations) peuvent être classés comme contraintes résiduelles microscopiques.

Ce qui nous intéresse, ce sont les relations entre les contraintes résiduelles macroscopiques et microscopiques et la tendance du matériau à une fissuration durant le chauffage.

Les résultats de nos essais d'étirage indiquent qu'un niveau élevé de contraintes macroscopiques est indispensable à la formation de fissures durant le chauffage. Ceci ressort des relations entre étirage et contraintes macroscopiques, traitées par BALDWIN (10, p. 31): le niveau maximal des contraintes macroscopiques est donné par la limite d'élasticité du matériau. Des contraintes plus élevées se relaxent par déformation plastique. Les contraintes macroscopiques effectivement atteintes sont d'autant plus élevées que la déformation est non-uniforme. En augmentant le taux d'étirage, la limite d'élasticité augmente, mais la déformation devient plus uniforme. Ces deux tendances opposées expliquent le fait qu'on observe les contraintes absolues les plus élevées à des réductions moyennes (20 à 30% environ). Si, au lieu

d'étirer une seule fois, la réduction est effectuée en plusieurs passes, la situation change. C'est maintenant la dernière passe qui détermine essentiellement le niveau des contraintes produites. Pour une réduction donnée, l'étirage en plusieurs passes conduit donc à des contraintes plus élevées qu'un étirage en une seule passe.

L'influence du diamètre des barres confirme que la fissuration se fait seulement si les contraintes macroscopiques sont élevées: le phénomène n'apparaît plus si à des faibles diamètres la déformation devient plus uniforme, en conséquence de sa pénétration plus marquée (10, p. 28).

Une indication supplémentaire sur l'importance des contraintes macroscopiques est fournie par l'efficacité de la relaxation mécanique. Un tel traitement abaisse fortement les contraintes macroscopiques, tandis que la densité des dislocations, et par conséquent les contraintes microscopiques, sont plutôt augmentées. On peut donc en déduire que la seule présence de fortes contraintes microscopiques ne suffit pas à causer une fissuration durant le chauffage.

L'indépendance du phénomène de la vitesse de chauffage entre 0,2 et 30° C/sec révèle l'importance minimale des tensions thermiques. Si on chauffe très lentement, la fissuration n'est pas évitée par suite de la faible valeur des tensions thermiques, mais plutôt parce que les contraintes résiduelles peuvent être relaxées avant que la température de fissuration soit atteinte. C'est-à-dire, un chauffage très lent a le même effet qu'un traitement thermique de détente entre 250° et 300° C (à 0,02° C/sec l'échantillon se trouve pendant 40 minutes environ entre 250 et 300° C).

### *2.3.2. L'influence de la grosseur de grain*

Le caractère inter cristallin de la fissuration durant le chauffage suggère une influence de la grosseur de grain, comme elle a été observée dans de nombreux phénomènes de fragilisation ou de rupture inter cristalline. Ainsi, une fragilité due à la présence d'impuretés dans les joints est plus prononcée si le grain est grossier. Un grossissement de grain diminue la surface des joints de grain, ce qui conduit à une concentration des impuretés sur cette interface (11), (12).

D'autres exemples de susceptibilité plus prononcée du matériau à grain grossier sont fournis par la fragilisation par un métal liquide (13) et par la corrosion sous contrainte (14). Pour le "fire-cracking", JONES et al. (2) prétendent avoir vu une influence de la grosseur de grain, mais leur argumentation est peu concluante. Nous avons donc essayé de vérifier ce point nous-mêmes.

## Résultats

Dans le tableau 2 nous avons réuni les traitements effectués avec le matériau pressé brut de l'alliage A, les grosseurs de grain qui en résultent et la sensibilité à la fissuration par chauffage.

Tableau 2 Influence de la grosseur de grain sur la fissuration durant le chauffage

Traitement du matériau pressé brut ( $\psi$ 16 mm)	Grosseur de grain (diamètre moyen)	Fissuration durant le chauffage après étirage de 35 % en quatre passes
40 % de réduction détente à 300° C recuit à 620° C	15 $\mu$ m	non
40 % de réduction détente à 300° C recuit à 700° C	40 $\mu$ m	oui
40 % de réduction détente à 300° C recuit à 750° C	60 $\mu$ m	oui

## Discussion

Les résultats indiquent qu'un grain grossier favorise la fissuration, pour une grosseur de grain supérieure à un seuil situé entre 15 et 40  $\mu$ m. Cette valeur n'est toutefois pas absolue. En augmentant le diamètre des barres, par exemple, la grosseur de grain critique est plus petite, parce que les contraintes résiduelles macroscopiques sont plus élevées pour un étirage identique (voir 2.3.1.). De plus, il faut souligner que les conditions d'étirage conduisant à une fissuration, comme elles sont données sous 2.3.1., sont seulement valables pour une seule grosseur de grain, celle du matériau pressé brut, située entre 40 et 50  $\mu$ m.

Avec un grand nombre d'essais, il serait cependant possible de déceler pour chaque niveau de contraintes macroscopiques (déterminé par la manière d'étirage et le diamètre des barres) la valeur critique de la grosseur de grain. Mais pour proposer un mécanisme expliquant le phénomène étudié, il nous suffit de connaître en principe l'effet d'un grossissement de grain, soit une sensibilisation du matériau à la fissuration durant le chauffage.

Les connaissances acquises jusqu'à présent ne permettent pas de donner une explication bien fondée de l'influence de la grosseur de grain, telle qu'elle a été observée. Nous y reviendrons au paragraphe 2.4.3.

### *2.3.3. Etude des joints de grain par microscopie électronique*

Nous avons démontré que l'état de contraintes macroscopiques et la grosseur de grain sont des paramètres influant sur la fissuration durant le chauffage.

En maîtrisant ces deux facteurs importants, nous ne sommes cependant pas arrivés à dominer le phénomène. Nous avons trouvé des lots de notre alliage A qui ne se fissuraient pas du tout durant le chauffage; ainsi, l'alliage A peut exister soit dans un état sensible soit dans un état insensible à la fissuration.

Puisque nous n'avons pas trouvé de différence entre ces deux types de matériau par microscopie optique (agrandissement jusqu'à 1000 x), une étude avec le microscope électronique a été entreprise, en appliquant la technique des empreintes de surface (répliques). L'influence de la grosseur de grain observée dans le matériau sensible a suggéré d'examiner surtout les joints de grain: des impuretés présentes dans ces joints ou des différences dans la répartition du plomb pourraient expliquer le comportement variable de l'alliage A.

Les observations faites à l'aide du microscope électronique n'ont toutefois pas révélé de différence entre les lots de différente sensibilité. Les joints de grain se distinguent par une propreté remarquable, même à des agrandissements de 40 000 x. La figure 2 en donne un exemple. La répartition du plomb ne diffère pas non plus dans les deux matériaux. Il est présent sous forme de globules, et ne s'étale pas le long des joints.

### *2.3.4. L'influence de l'état de la coulée*

#### *2.3.4.1. L'effet de la porosité sur la fissuration durant le chauffage*

Une différence significative entre les lots sensibles et insensibles à la fissuration par chauffage a été trouvée dans certaines des propriétés mécaniques à température ambiante, déterminées par un essai de traction: dans l'état pressé brut les barres insensibles montrent une striction (diminution de la section à la rupture) de 60-65 %, tandis que cette valeur tombe à 40-45 % pour les barres sensibles, avec des valeurs semblables dans les deux lots pour l'allongement, la limite d'élasticité et la résistance à la rupture. Les conditions de presse étant identiques dans les deux cas, nous avons passé à l'étude des propriétés de la coulée.

Nous avons fait les observations suivantes: la porosité de la coulée est d'une importance primordiale. Une coulée poreuse donne toujours des barres

sensibles à la fissuration, tandis qu'il n'est jamais possible de fissurer une barre provenant d'une coulée saine. Avec 15 coulées différentes nous n'avons pas observé une seule exception à cette règle. Comme on le voit dans la figure 3, il s'agit d'une macroporosité et la différence est très nette. L'étude micrographique ne révèle pas de microporosité (figure 4).

La ductilité inférieure des barres sensibles, c'est-à-dire provenant d'une coulée poreuse, indique que les pores ne sont pas fermés par l'extrusion. Les travaux d'EDELSON (15) montrent que la présence de pores n'affecte pas forcément la résistance ou l'allongement, mais toujours la striction. On comprend bien cet effet si on considère le mécanisme de la rupture ductile dans un essai de traction (voir par exemple réf. 16, p. 224): la première étape d'une telle rupture est caractérisée par la formation de cavités, par concentration de déformations dans la zone de la striction, suivie du développement d'une fissure perpendiculaire à l'axe de traction. La propagation de cette fissure sous un angle de  $45^{\circ}$  conduit enfin à une rupture du type cône et cratère. Il est évident que, dans un matériau poreux, une fissure capable de se propager est formée sous une striction moins prononcée. Au cas où deux structures ne se distinguent que par la porosité, la mesure de la striction est donc une méthode sûre de détection de cette porosité.

La présence de pores dans le matériau pressé à chaud est révélée par la figure 5. On n'y retrouve pas la forme sphérique, observée avant l'extrusion. Les pores sont beaucoup plus petits et allongés dans la direction de la déformation, ou bien ils apparaissent en groupes alignés dans cette direction. Ils sont tous situés dans les joints de grain. Dans le matériau insensible à la fissuration, de telles cavités n'ont jamais été observées.

On peut expliquer le fait que cette différence n'ait pas été découverte plus tôt: avec le microscope optique, le plomb et les trous apparaissent comme des taches noires; par conséquent les cavités échappent facilement à l'observateur. Mais avec la microsonde électronique (ARL) on a trouvé un moyen sûr pour distinguer le plomb des trous: là où il y a des trous, l'image par électrons absorbés montre des taches blanches, tandis que le plomb apparaît noir (les éléments lourds reflètent la majorité des électrons), (voir figure 6).

### *Discussion*

La découverte de la porosité de la coulée, caractéristique du matériau sensible, nous a permis de maîtriser complètement la fissuration durant le chauffage. Dès lors il a été alors possible de préparer des lots à volonté sensibles ou insensibles.

On comprend bien pourquoi une séparation des joints de grain est facilitée par la présence de cavités dans ces joints: d'une part, celles-ci diminuent la cohésion, et d'autre part elles concentrent les contraintes, réparties ainsi sur le parcours de la fissure.

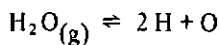
#### 2.3.4.2. Les causes de la porosité de la coulée

La porosité, observée dans les coulées donnant un matériau sensible à la fissuration, est due à un dégagement de vapeur d'eau durant la solidification, comme il ressort des trois observations suivantes:

- La forme sphérique des pores (figures 3 et 4) indique qu'il s'agit d'une porosité gazeuse.
- Il n'y a pas de porosité si le bain est oxydé.
- La teneur en hydrogène des coulées poreuses n'est pas supérieure à celle des coulées saines (3 à 4 cm<sup>3</sup> H<sub>2</sub> par 100g d'alliage dans les deux cas).

Les problèmes qui se posent lors de la fusion des alliages cuivreux ont été étudiés en détail par WALLACE et KISSLING (17) et par MORILLO et al. (18). Ces travaux montrent que la présence d'hydrogène est presque toujours liée à une porosité. La solubilité de cet élément fait une chute prononcée au passage de l'état liquide à l'état solide. Si l'hydrogène est présent en excès de sa solubilité dans l'état solide, des quantités plus ou moins grandes de ce gaz sont rejetées dans le bain lors de la solidification. Une partie en est retenue sous forme de bulles dans le métal solide, y créant ainsi une porosité.

Puisque dans nos coulées poreuses la teneur en hydrogène ne se distingue pas de celle des coulées saines, ce processus ne peut pas être invoqué dans notre cas. Nous avons un deuxième mécanisme, compatible avec nos observations: si de l'hydrogène et de l'oxygène sont simultanément présents dans la phase liquide, un équilibre s'établit entre ces deux éléments et la vapeur d'eau dans l'atmosphère en contact avec le liquide:



Les taux dissous de l'hydrogène et de l'oxygène sont déterminés par la constante d'équilibre K de cette réaction:

$$K = \frac{(\text{H})^2 \cdot (\text{O})}{P_{(\text{H}_2\text{O})}}$$

(H) et (O) sont les concentrations de ces éléments dans le liquide et  $P(H_2O)$  est la pression partielle de la vapeur d'eau dans l'atmosphère. Cette relation est schématiquement représentée pour différentes températures dans la figure 7.

Toute baisse de température entraîne un dégagement de vapeur d'eau, qui est insoluble dans le métal fondu.

A la solidification, les quantités d'hydrogène et d'oxygène présentes en excès de leur solubilité passent du solide au liquide pour y former de la vapeur d'eau, afin de maintenir l'équilibre H-O-H<sub>2</sub>O. Une partie de ce gaz reste emprisonnée dans la masse solide, y créant ainsi une porosité.

La figure 7 indique que la teneur en hydrogène peut être abaissée par une oxydation du bain. Si la concentration (H) est plus petite que la solubilité de cet élément dans l'état solide, seul l'oxygène est rejeté dans le liquide durant la solidification, donc sans formation de vapeur d'eau et sans porosité, puisque l'oxygène forme des oxydes avec le métal.

#### *2.4. Essais spécifiques pour déterminer le mécanisme de la formation des fissures de chauffage*

Résumant les connaissances acquises jusqu'ici nous pouvons dire

- que les maillechorts- $\alpha$ , contenant du plomb, sont le siège du phénomène discuté;
- que les fissures sont toujours intercrystallines;
- que le phénomène ne se manifeste qu'au-dessus d'un niveau critique des contraintes résiduelles macroscopiques;
- qu'une forte densité de dislocations, due à une déformation à froid et conduisant à des contraintes microscopiques, ne suffit pas à elle seule à faire apparaître le phénomène;
- qu'un grain grossier favorise la fissuration;
- que la porosité de la coulée n'est pas éliminée par l'extrusion et qu'elle est indispensable à l'apparition du phénomène;
- que ce dernier ne peut pas être lié à la présence d'impuretés dans les joints de grain.

Bien que ces connaissances nous aient permis de maîtriser la fissuration des maillechorts durant le chauffage, elles ne sont pas suffisantes pour proposer un mécanisme bien fondé. Pour y arriver, il faut répondre à de nombreuses questions, dont voici les plus importantes:

- Pourquoi le plomb rend-il le matériau sensible à la fissuration?
- Pourquoi celle-ci ne survient-elle que dans les maillechorts- $\alpha$ ?
- Pourquoi un grain grossier la favorise-t-il?

Les essais décrits dans ce paragraphe sont consacrés à l'éclaircissement de ces points.

#### 2.4.1. L'effet du plomb

Nous avons vu au paragraphe 2.2. que la présence du plomb est indispensable à une fissuration durant le chauffage. Pour expliquer cela, trois effets de cet élément doivent être pris en considération :

- a) Le plomb, deuxième phase non continue, modifie les propriétés mécaniques de l'alliage. Les travaux d'EDELSON (15) montrent clairement que des particules ou des trous (voir aussi 2.3.4.1.) abaissent toujours la ductilité, caractérisée par la striction à la rupture dans un essai de traction. Il est intéressant de constater que la perte de ductilité n'est fonction que de la fraction volumétrique de la deuxième phase, quelle que soit sa nature. Ainsi les effets de différentes particules présentes dans la matrice sont additifs, ce qui est aussi valable pour des cavités.  
Cette fragilisation de notre alliage par le plomb pourrait aider à une fissuration durant le chauffage. Du plomb se trouvant de préférence dans les joints de grain expliquerait le parcours inter cristallin de la fissure.
- b) A 327<sup>0</sup> C, le plomb fond avec une augmentation de volume de 3%, ce qui développe dans la matrice des tensions pouvant favoriser la fissuration.
- c) Il est connu qu'un métal, normalement ductile, peut se rompre d'une façon fragile, s'il se trouve au sein d'un métal liquide (13). Le laiton- $\alpha$ , par exemple, est fortement fragilisé par la présence de mercure. Les caractéristiques de cette fragilisation par un métal liquide peuvent être résumées comme suit (19):
  - Le métal liquide doit être en contact direct avec le solide, sans contamination de la surface (par exemple par des films d'oxyde).
  - Seuls certains métaux liquides fragilisent certains métaux solides; il existe donc des couples de fragilisation (par exemple mercure liquide – laiton solide).
  - Dans un essai de traction (ou de torsion), un métal liquide "actif" abaisse la contrainte et la déformation à la rupture, mais jamais la limite d'élasticité. Une (faible) déformation plastique doit toujours précéder la rupture.

- Une pénétration intergranulaire ou une diffusion du liquide dans le solide n'est pas nécessaire. On a observé, par exemple, que des échantillons suffisamment chargés cassent immédiatement s'ils sont mouillés par un métal liquide "actif".
- Bien que des polycristaux cassent presque toujours d'une façon intercrystalline, la présence de joints de grain n'est pas nécessaire. On a aussi observé cette fragilisation dans des monocristaux.
- Le front de la fissure doit être en contact permanent avec le métal liquide, et la fissure ne se propage plus si l'approvisionnement en liquide est coupé.

L'effet fragilisant d'un métal liquide a donné lieu à beaucoup d'explications. La revue de ce sujet a été faite par ROSTOCKER et al. (13) et WESTWOOD (19).

Une des explications les plus claires nous semble être celle de STOLOFF et al. (20): selon ces auteurs, la cohésion des liens atomiques constituant le front d'une fissure est abaissée par l'adsorption des atomes du métal liquide. La contrainte normale nécessaire pour rompre ces liens est donc moins grande, et, par conséquent, le taux de déformation accompagnant la propagation de la fissure est abaissé. Puisque c'est la déformation plastique qui consomme le plus d'énergie lors de la rupture d'un métal, l'effet prononcé d'un métal liquide "actif" est expliqué.

Dans notre cas, le plomb pourrait agir de cette façon au-dessus de son point de fusion.

Pour pouvoir juger l'importance relative de ces trois effets du plomb, nous avons entrepris les essais suivants.

#### *2.4.1.1. La température de fissuration*

Sa connaissance peut fournir des indices importants. Des échantillons de nos alliages A et D (voir tableau 1) ont été chauffés au moyen d'un four à induction à haute fréquence, dans des conditions qui permettent une observation directe de la fissuration. Le dispositif de mesure de la température comprenait un thermocouple soudé à l'échantillon, une référence de température et un enregistreur. Lors de chaque essai nous avons étalonné le dispositif, en immergeant l'échantillon dans du plomb et de l'étain pur fondus, et en enregistrant la courbe de refroidissement, caractérisée par un palier au point de fusion de ces deux éléments.

## Résultats

Indépendamment de la vitesse de chauffage, qui a été variée entre 2 et 20° C/sec, nous avons obtenu pour les deux alliages A et D une température de fissuration de 318° C  $\pm$  3° C.

## Discussion

On constate que la température de fissuration est située nettement au-dessous du point de fusion du plomb, qui est à 327° C, ce qui suggère deux interprétations:

- La fissuration par chauffage n'est pas liée à la fusion ou à l'état liquide du plomb.
- Les particules de plomb contiennent certains éléments de la matrice qui abaissent le point de fusion.

Par une étude avec la microsonde électronique ARL, nous avons essayé de vérifier la deuxième hypothèse. La difficulté d'une telle analyse quantitative est liée à la petite taille des particules à analyser (5 à 10  $\mu$ m de diamètre). Puisque les éléments analysés (Cu, Zn, Ni) sont aussi présents dans la matrice qui entoure les particules, et ceci à des taux beaucoup plus élevés, un résultat systématiquement faussé est très probable. Pour éviter ce risque, nous avons d'abord soumis les échantillons à un traitement thermique à 800° C pendant 18 h, ce qui augmente le diamètre des particules de plomb jusqu'à 50  $\mu$ m. Les analyses exécutées sur de telles particules, en travaillant avec une tension relativement faible de 20 kV - ce qui conduit à une pénétration utile des électrons de 1  $\mu$ m seulement - peuvent être considérées comme sûres. Nous avons mesuré de taux entre 0,5 et 1% pour chacun des trois éléments de la matrice, soit cuivre, zinc et nickel.

Nous concluons donc que les particules de plomb dans notre alliage ont un point de fusion inférieur à celui du plomb pur, en nous référant aux travaux de BAUER et HANSEN (21); ces auteurs ont montré que le plomb forme un eutectique avec 0,5 % de zinc, ayant un point de fusion à 318° C. D'ailleurs, ces auteurs ont déjà émis l'hypothèse que, dans les laitons au plomb, les particules de plomb contiennent du zinc.

Ces résultats et considérations nous permettent de conclure que la température de fissuration coïncide avec le point de fusion des particules de plomb. Nous soulignons qu'elle est indépendante de la composition chimique

de la matrice, ce qui fait ressortir encore le rôle important de la fusion des particules de plomb.

#### *2.4.1.2. Propriétés mécaniques à température élevée*

Comme la température de fissuration coïncide avec le point de fusion des particules de plomb, un mécanisme de fragilisation par un métal liquide est possible pour la formation de fissures de chauffage. Mais il faut démontrer que le maillechort- $\alpha$  et le plomb liquide forment un couple de fragilisation, comme il est expliqué à la page 21.

Dans ce but nous avons effectué des essais de traction à des températures élevées avec les alliages- $\alpha$  A (1 % de plomb) et B (sans plomb) et avec l'alliage- $\alpha/\beta$  F (1 % de plomb), (voir tableau I). Nous avons utilisé une machine de traction INSTRON avec une vitesse de 0,2 cm/min, la température étant mesurée par un thermocouple fixé à l'échantillon (6 mm de diamètre et 60 mm de longueur). Un effet fragilisant du plomb liquide doit se manifester dans une chute de la ductilité (striction) au-dessus du point de fusion du plomb.

Aux faibles vitesses de déformation caractéristiques d'un essai de traction, d'autres phénomènes de fragilisation connus dans les alliages cuivreux pourraient masquer un effet du plomb liquide: la formation de cavités intercrystallines à 300°C environ et le vieillissement après écrouissage, discutés à la page 9. C'est pourquoi nous avons choisi encore un autre essai mécanique, celui de résilience, dans lequel la grande vitesse de déformation empêche l'apparition de ces deux phénomènes. Une perte de ductilité au-dessus de 320°C, caractérisée dans ce cas par l'énergie absorbée par la rupture, ne serait donc due qu'à la présence du plomb liquide. Les essais de résilience ont été effectués avec un mouton-pendule WOLPERT, en cassant des éprouvettes du type Charpy (VSM 10925) avec 30 kpm.

#### *Résultats*

Voir figures 8 et 9.

#### *Discussion*

- a) Les figures 8 et 9 indiquent que l'alliage A est fragilisé par le plomb liquide, ce qui se manifeste dans la chute marquée de la ductilité (striction

et énergie absorbée) au-dessus de 320<sup>0</sup> C. Cet effet ne se manifeste pas dans l'alliage B, identique à A mais sans plomb. Nous en concluons que le plomb liquide forme un couple de fragilisation avec le maillechort- $\alpha$ . Ceci n'est évidemment pas le cas pour le maillechort- $\alpha/\beta$  (alliage F): la fusion du plomb n'a aucune influence sur la ductilité de cet alliage (voir figure 8). La connaissance actuelle des couples de fragilisation ne permet pas d'expliquer cette particularité.

- b) Déjà au-dessous du point de fusion du plomb, l'alliage A manifeste une ductilité inférieure à celle de l'alliage B. On s'attend à cet effet du plomb en considérant les travaux d'EDELSON (15) discutés à la page 21.
- c) A côté de la baisse de ductilité de l'alliage A due à la fusion du plomb, les alliages- $\alpha$  A et B ainsi que l'alliage- $\alpha/\beta$  F passent par un minimum de ductilité à 300<sup>0</sup> C environ (figure 8). Pour les deux alliages- $\alpha$  cette fragilité à 300<sup>0</sup> C est due au phénomène du vieillissement après écrouissage ("spontaneous strain-ageing-embrittlement") étudié par KOCH et al. (6) et discuté à la page 10. Ceci nous est suggéré par la forme discontinue des courbes de traction ("serrations"), caractéristiques de ce phénomène. La figure 10 a) montre ces courbes de traction pour l'alliage B. Comme prévu, ce phénomène régi par la diffusion n'apparaît pas dans l'essai de résilience (figure 9), c'est-à-dire à de grandes vitesses de déformation.

Le minimum de ductilité de l'alliage- $\alpha/\beta$  F, par contre, est dû à la formation de cavités intercrystallines, comme il a été proposé par SATO (5). Les courbes de traction sont lisses (figure 10 b), et une étude microscopique révèle des cavités caractéristiques (figure 11), qui n'ont pas été observées dans les alliages A et B.

#### 2.4.1.3. Etude des fissures à l'aide de la microsonde

Nous avons vu au commencement du paragraphe 2.4.1. qu'une rupture fragile, due à la présence d'un métal liquide "actif", ne peut se faire qu'avec un approvisionnement continu du front de la fissure avec le liquide, ce qui implique que le métal liquide, le plomb dans notre cas, suit le front et se concentre dans les fissures.

Nous avons examiné les fissures formées durant le chauffage à l'aide de la microsonde électronique ARL. La figure 12 révèle en effet une concentration de plomb dans les fissures résultant du mécanisme ci-dessus. Ceci représente une indication de plus qu'une fragilisation par un métal liquide est très probable dans notre cas.

#### 2.4.1.4. La déformation plastique le long d'une fissure de chauffage

Une rupture en présence d'un métal liquide "actif" est fragile, c'est-à-dire sa formation est accompagnée d'une faible déformation plastique.

Afin d'observer directement le taux de déformation le long de nos fissures de chauffage, nous avons poli la surface de quelques échantillons avant de les fissurer par chauffage. Une déformation plastique se manifeste dans ces conditions par l'apparition de lignes de glissement.

Le résultat de ces essais est visible dans la figure 13: la déformation plastique est très faible et localisée. Les fissures formées durant le chauffage sont donc fragiles.

#### 2.4.1.5. L'influence de la teneur en plomb

Afin de trouver des indications supplémentaires sur l'importance relative des trois effets du plomb (voir p. 21), nous avons passé à l'étude de l'influence de sa concentration.

En plus de l'alliage A standard, contenant 1 % de plomb, nous avons coulé deux alliages identiques à A mais avec 0,2 et 2,5 % de plomb. Il va de soi que les coulées étaient poreuses.

#### Résultats

- L'alliage à 0,2 % de plomb, reste sensible à la fissuration. Une très faible réduction de cette sensibilité a été constatée; elle se manifeste, par exemple, par une légère élévation du seuil critique des contraintes résiduelles macroscopiques.
- Nous n'avons constaté aucune différence de sensibilité entre les alliages contenant 1,0 et 2,5 % de plomb.
- La ductilité du matériau pressé brut, caractérisée par la striction dans un essai de traction, est fortement affectée par un changement de la teneur en plomb:

teneur en plomb	striction
0,2 %	67 %
1,0 %	44 %
2,5 %	29 %
(1,0 % mais sans cavités	65 % voir p. 17)

## Discussion

L'effet fragilisant du plomb solide, qui constitue une deuxième phase produisant des concentrations de contraintes, est peu important pour la fissuration durant le chauffage. La ductilité ne peut pas servir d'indice de sensibilité: puisque l'effet des pores et du plomb sur la ductilité est additif (voir p. 21), nous constatons la même striction pour l'alliage non-poreux à 1% de plomb que pour celui à 0,2% de plomb contenant en plus des cavités, tandis que seul ce dernier peut être fissuré par chauffage. Cela implique aussi que le rôle joué par les cavités (décrit au paragraphe 2.3.4.1.), n'est pas seulement lié à une concentration des contraintes. Nous y reviendrons au chapitre 3, lors de la discussion de l'initiation et de la propagation des fissures.

La faible influence de la teneur en plomb sur la fissuration suggère de plus que les tensions dues à la fusion des particules de plomb sont moins importantes. Cette conclusion s'appuie sur les considérations suivantes: les particules de plomb dans l'alliage à 2,5% de plomb sont beaucoup plus grandes que dans l'alliage à 0,2% de plomb. Les tensions se développant dans la matrice à la suite de la dilatation des particules lors de leur fusion sont proportionnelles à  $r^3$ ,  $r$  étant le rayon d'une particule sphérique (réf. 22, p. 192). Si ces tensions étaient importantes, on devrait observer une influence plus forte de la teneur en plomb que ce n'est le cas ici.

### 2.4.1.6. Résumé

Lors de la fissuration des maillechorts- $\alpha$  au plomb durant le chauffage nous avons observé toutes les caractéristiques de la fragilisation d'un métal solide par un métal liquide:

- La température de fissuration coïncide avec le point de fusion des particules de plomb. C'est-à-dire le matériau sous contrainte (interne) se fissure au moment où le métal liquide est disponible.
- Le maillechort- $\alpha$  et le plomb liquide forment un couple de fragilisation.
- Le plomb est concentré dans les fissures, c'est-à-dire un approvisionnement continu du front de la fissure est possible durant la propagation de celle-ci.
- Les fissures sont fragiles.

Les autres effets du plomb, soit la fragilisation du matériau par sa présence comme deuxième phase et la production de tensions lors de sa fusion, sont d'une importance moindre. Ceci est mis en évidence par la très faible influence de la teneur en plomb entre 0,2 et 2,5%.

### 2.4.2. La relaxation des contraintes résiduelles macroscopiques durant le chauffage à la température de fissuration

Nous avons démontré au chapitre 2.3.1. que pour l'alliage A les contraintes résiduelles macroscopiques dues à l'étirage doivent atteindre un seuil critique pour que le matériau se fissure durant le chauffage. Si ces contraintes sont vraiment importantes il faut encore montrer que, dans un matériau sensible, elles ne sont que faiblement relaxées durant le chauffage à la température de fissuration, soit à 320° C.

Dans ce but, les essais suivants ont été effectués:

Une fente longitudinale (50 mm de longueur, 2 mm de largeur) a été fraisée dans des échantillons de 125 mm de longueur et de 15,5 mm de diamètre, étirés de 30 % en deux passes. L'écartement résultant de cette coupe a été pris comme valeur relative des contraintes résiduelles macroscopiques, d'une part dans des barres étirées, d'autre part dans des barres étirées et chauffées à 300° C.

Ces essais ont été effectués avec les alliages  $\alpha$  A et D et avec l'alliage  $\alpha/\beta$  F.

#### Résultats

Le tableau 3 donne les écartements mesurés sans et avec chauffage à 300° C. Chaque valeur représente la moyenne de trois essais. On remarque que l'alliage A ne relaxe que faiblement les contraintes résiduelles. Dans l'alliage D les contraintes après l'écroutissage sont plus élevées, mais leur relaxation durant le chauffage est plus facile, ce qui explique une valeur à 300° C semblable à celle de l'alliage A. Dans l'alliage  $\alpha/\beta$  F, par contre, les contraintes encore présentes à 300° C sont minimes, résultant de la relaxation très rapide.

Tableau 3 Effet d'un chauffage à 300° C sur les contraintes résiduelles macroscopiques

Alliage	Ecartement (mm)		
	sans chauffage	avec chauffage	différence
A ( $\alpha$ )	16,93	16,86	0,07
D ( $\alpha$ )	17,16	16,68	0,48
F ( $\alpha/\beta$ )	17,35	16,03	1,32

## Discussion

Nous constatons ainsi que dans les alliages sensibles à la fissuration (A et D) les contraintes résiduelles macroscopiques ne sont que faiblement relaxées durant le chauffage à la température de fissuration. Ceci n'est pas le cas pour l'alliage  $\alpha/\beta$  F, insensible à la fissuration. Une des conditions de notre phénomène est donc un niveau élevé des contraintes à 320° C. Pour un étirage donné, ce niveau est fortement influencé par la composition chimique. Celle-ci n'affecte pas seulement le taux des contraintes après la déformation à froid mais plus fortement encore la vitesse de relaxation.

Nos résultats suggèrent que la présence de la phase  $\beta$  accélère la relaxation. Le nickel, par contre, semble ralentir ce processus: l'alliage D (8% de Ni) a une relaxation nettement plus rapide que l'alliage A (18 % de Ni).

Ces observations permettent d'expliquer la sensibilité des maillechorts- $\alpha$  par rapport aux maillechorts- $\alpha/\beta$  et aux laitons- $\alpha$ .

### 2.4.3. Le phénomène de la désensibilisation

Au chapitre 2.3.4.1. nous avons précisé que l'alliage A peut exister dans deux états, soit sensible, soit insensible à la fissuration durant le chauffage. Nous avons démontré que la différence provient de la porosité caractérisant les lots sensibles. Les essais décrits dans ce paragraphe montrent qu'un troisième état doit être considéré: *l'état désensibilisé*. Par cette expression nous aimerions tenir compte du fait que le matériau désensibilisé était d'abord sensible à la fissuration, mais qu'il a perdu sa sensibilité par un traitement approprié. Phénoménologiquement ce matériau ne se distingue pas du matériau insensible: il est impossible de le fissurer par chauffage. Mais les causes de cette insensibilité doivent être différentes: puisque le matériau désensibilisé provient d'un lot originalement sensible, il est poreux, ce qui n'est pas le cas pour le matériau insensible.

## Résultats

Notre alliage A peut être désensibilisé par un traitement thermique du matériau pressé brut. Nous soulignons que ces traitements sont effectués *avant* l'étirage, et qu'il faut les distinguer d'une détente thermique *après* la déformation à froid (voir paragraphe 2.3.1).

Dans le tableau 4 nous avons réuni les différents traitements et leurs effets sur la sensibilité à la fissuration, ainsi que les changements de la structure, observés par microscopie optique.

*Tableau 4* Effet de différents traitements thermiques sur la structure et la fissuration par chauffage

Traitement du matériau pressé brut	Changement de la structure	Fissuration après étirage de 35 % en 4 passes
2h/550° C	[ pas de changement observé par rapport à l'état non traité	non
2h/600° C		non
2h/650° C		non
2h/700° C	[ grossissement de grain	oui
2h/750° C		oui
2h/550° C → étirage 40 % → 2h/700° C	recristallisé	oui

Nous constatons:

- Le processus de désensibilisation n'est pas détectable par microscopie optique.
- Un grossissement de grain empêche la formation de l'état désensibilisé.
- L'état désensibilisé est détruit par une recristallisation.

### *Discussion*

Au paragraphe 2.3.2. nous avons démontré que la fissuration durant le chauffage ne se produit pas pour un grain fin. Ceci pourrait être expliqué par le fait qu'un affinage du grain augmente l'interface des joints de grain et diminue par conséquent la concentration du plomb sur cette interface. Mais nous avons observé qu'une forte augmentation de la teneur en plomb (de 0,2 à 2,5 %) n'affecte guère la sensibilité à la fissuration (voir 2.4.1.5). Cette explication n'est donc pas valable.

Pendant, l'effet d'un grain fin ainsi que la désensibilisation du matériau par un traitement avant l'étirage, peuvent être expliqués comme suit: lors

d'une déformation plastique, des dislocations sont empilées sur les joints de grain, qui représentent des obstacles à leur mouvement. Un groupe empilé produit au voisinage de l'obstacle un champ de tensions normales qui a été analysé par STROH (23); selon cet auteur la contrainte normale est maximale pour des plans qui sont inclinés de  $70^{\circ}$  par rapport au plan de glissement des dislocations empilées. De plus il a montré que cette contrainte normale est proportionnelle à  $L^{1/2}$ ,  $L$  étant la longueur du groupe empilé. Puisque  $L$  dépend de la grosseur de grain, cette contrainte normale à travers des joints de grain convenablement orientés devient plus importante si le grain est grossier. Pour ce qui est de la fissuration durant le chauffage, sur laquelle nous avons observé une influence de la grosseur de grain, ces considérations nous permettent de conclure à l'importance des contraintes microscopiques dues aux empilements de dislocations sur les joints de grain. C'est-à-dire, la fissuration des joints durant le chauffage ne peut se faire que si les contraintes microscopiques sur les joints atteignent une valeur critique.

Ces considérations ont déjà permis à ROBERTSON et TETELMAN (24) d'expliquer l'influence de la grosseur de grain observée sur la corrosion sous tension.

Au lieu de diminuer le grain, ces contraintes microscopiques peuvent aussi être diminuées en raccourcissant les groupes empilés par l'introduction d'obstacles à l'intérieur du grain. Nous proposons que c'est ce processus qui conditionne la désensibilisation par un traitement thermique du matériau pressé brut.

Les considérations suivantes nous mènent à cette hypothèse: le matériau pressé à chaud qui se trouve dans un état faiblement déformé, peut réduire l'énergie stockée lors d'un traitement thermique par la formation d'une structure cellulaire, c'est-à-dire par un réarrangement des dislocations en formant des sous-joints. Ce procédé est favorisé par rapport à une recristallisation si la densité des dislocations est faible (réf. 16, p. 278).

Surtout s'ils se composent d'un grand nombre de dislocations, les sous-joints peuvent constituer des obstacles efficaces (réf. 16, p. 76), (25). Lors d'une déformation plastique, les dislocations s'empilent sur ces sous-joints et les groupes empilés sur les joints grand-angulaires sont raccourcis. La présence de sous-joints stables empêche donc l'apparition de hautes contraintes normales à travers les joints de grain. Pour la fissuration durant le chauffage, un tel matériau se comporte donc de la même façon qu'un matériau à grain fin.

En admettant que l'état désensibilisé est caractérisé par une structure cellulaire, on peut aussi expliquer pourquoi un grossissement de grain conduit de nouveau à un matériau sensible: un joint de grain qui se déplace à travers

un grain contenant des sous-joints, détruit cette structure et laisse une structure plus parfaite, quasi recristallisée. Lors d'une déformation à froid subséquente, cette structure permet de nouveau des contraintes plus fortes à travers les joints grand-angulaires, parce que les groupes empilés sont plus longs.

Nous avons essayé de mettre en évidence la structure cellulaire dans les matériaux désensibilisés, en utilisant la méthode des rayons X de Laue. Ces essais ont été effectués avec un appareil SIEMENS KRISTALLOFLEX 2 en utilisant un tube Cu à 35 kV et 28 mA. La distance entre l'échantillon et le film était de 30 mm et le diamètre du faisceau de rayons X de 1,5 mm.

Les résultats ne sont pas concluants: en comparant les clichés pris sur un matériau sensible non-traité et un matériau désensibilisé à 600<sup>o</sup> C, nous ne trouvons pas de différence significative. Dans les deux cas nous observons des groupes de points serrés (voir figure 14), indiquant qu'une structure cellulaire pourrait être présente dans les deux matériaux. Ainsi, le traitement thermique à 600<sup>o</sup> C semble développer les sous-joints déjà présents, un processus qui augmente leur stabilité, et ils constituent alors des obstacles plus efficaces. Un tel changement de la structure des dislocations ne peut pas être détecté par la méthode des rayons X appliquée.

### *Résumé*

Comme il ressort de nos observations, de fortes contraintes microscopiques à travers des joints de grain sont nécessaires à la formation explosive d'une fissure durant le chauffage. Ces contraintes microscopiques sont dues aux dislocations empilées sur les joints de grain lors d'un étirage, et leur niveau dépend de la longueur des groupes empilés.

Chaque processus qui raccourcit les groupes empilés diminue la sensibilité du matériau à la fissuration durant le chauffage. Ceci peut être obtenu par un affinage du grain ou par un traitement thermique entre 550 et 650<sup>o</sup> C avant l'étirage, qui conduit à la formation de sous-joints stables.

Cette explication de l'influence de la grosseur de grain et de la désensibilisation par un traitement thermique, est compatible avec nos observations, mais elle reste une hypothèse: Une étude de la structure des dislocations à l'aide de la microscopie électronique par transmission pourrait fournir des informations supplémentaires à ce sujet.

#### 2.4.4. 1. Influence du temps de stockage après l'étirage

Dans la pratique on observe souvent que la tendance au "fire-cracking" s'accroît si les barres de maillechort sont stockées dans l'état étiré. Au cours de nos recherches nous avons aussi observé ce phénomène et une étude a été entreprise pour en chercher les causes.

##### 2.4.4.1. L'influence d'une fissuration à température ambiante sur la fissuration durant le chauffage

Nous avons trouvé que cette sensibilisation en fonction du temps est due à la formation d'une fissure à température ambiante. Il s'agit d'une fissure longitudinale qui se propage lentement le long de la barre (< 1 cm/jour) durant le stockage. Très fine et difficile à détecter au début, elle devient visible à l'oeil nu après plusieurs semaines et peut donner enfin des barres complètement fendues, comme on le voit à la figure 15.

Des barres de l'alliage A, provenant d'une coulée poreuse mais insuffisamment étirées pour qu'une fissuration durant le chauffage puisse avoir lieu, sont sujettes au "fire-cracking" si elles contiennent de telles fissures fines, formées à température ambiante. Dans ces conditions la rupture à 320° C se restreint alors à la propagation des fissures déjà présentes.

Avec l'alliage A insensible au "fire-cracking" c'est-à-dire provenant d'une coulée saine, nous n'avons pas observé des fissures formées à température ambiante. Puisque le comportement du matériau insensible durant le chauffage et en présence d'une telle fissure fine peut fournir des indications importantes, nous avons pré-fissuré une barre d'une façon artificielle: avec une scie nous avons entaillé longitudinalement une barre du matériau pressé brut. Durant l'étirage cette entaille se ferme, produisant une fissure tout à fait semblable à une fissure spontanée. Des barres ainsi préparées sont sujettes au "fire-cracking". Une interprétation de cet fait sera donnée au chapitre 3.1. lors de la discussion de l'initiation et de la propagation des fissures de chauffage.

##### 2.4.4.2. Le mécanisme de la fissuration à température ambiante

Nous suggérons que la fissuration à température ambiante est due à la présence de l'hydrogène qui provoque une rupture différée. Ce phénomène a été largement étudié dans les aciers et une revue en est donnée par exemple

par TETELMAN (26) ou ADENIS et al. (11). Les connaissances actuelles sur ce sujet peuvent être résumées comme suit: les atomes d'hydrogène en solution dans le métal sous contrainte, ont tendance à diffuser vers les endroits de concentration des contraintes, comme elles sont dues à la présence de microfissures. Sous l'action de l'hydrogène ces microfissures peuvent se propager. Trois théories expliquent cet effet de l'hydrogène:

- 1) L'hydrogène se précipite dans la cavité pour se recombinaer à l'état moléculaire. Il développe donc une pression gazeuse créant des contraintes qui s'ajoutent aux contraintes appliquées.
- 2) L'hydrogène est adsorbé par les lèvres de la fissure et il abaisse l'énergie de surface, ce qui facilite la propagation.
- 3) La propagation est due à l'hydrogène en solution en avant de la pointe de la fissure, où il abaisse la cohésion du réseau.

Dans les trois cas, chaque stade de propagation est précédé d'une période de diffusion de l'hydrogène, ce qui conduit à une propagation discontinue.

La fissuration à température ambiante observée dans nos maillechorts montre les caractéristiques d'une telle rupture différée, provoquée par l'hydrogène:

- Une observation directe d'une fissure à l'aide du microscope optique révèle la discontinuité de la propagation.
- Des amorces de rupture, indispensables à ce type, sont présentes sous forme de cavités, dues à la porosité de la coulée. Puisque ces cavités sont situées dans les joints de grain, la fissuration est intercrystalline.
- Par un traitement thermique avant l'étirage, qui abaisse suffisamment le taux d'hydrogène, la fissuration à température ambiante peut être empêchée. Ceci ressort du tableau 5.

*Tableau 5.* Influence des traitements thermiques sur la teneur en hydrogène et sur la sensibilité à la fissuration à température ambiante

Traitement avant l'étirage	Teneur en hydrogène (cm <sup>3</sup> / 100g alliage)	Fissuration à température ambiante après étirage
—	3,5 à 4,0	oui
2h/550° C	2,1	oui
2h/750° C	0,34	non

Il est intéressant de constater que le traitement à 750<sup>o</sup> C qui abaisse le taux d'hydrogène au-dessous du niveau dangereux, conduit à un matériau sensible à la fissuration par chauffage (voir tableau 4, p. 30). Pour éviter les deux phénomènes, il faudrait donc choisir une température de 550<sup>o</sup> C ou 600<sup>o</sup> C en augmentant la durée du traitement, ce qui devrait aussi ramener le taux d'hydrogène au-dessous du seuil critique.

### 3. Le mécanisme de la fissuration durant le chauffage

#### 3.1. L'initiation et la propagation des fissures de chauffage

La rupture d'un métal se fait en deux étapes principales, l'initiation et la propagation. L'initiation comprend la germination de microfissures et leur croissance jusqu'à une dimension permettant une propagation rapide. Les conditions de propagation ont été d'abord calculées par GRIFFITH (27) et modifiées pour les métaux par OROWAN (28). La contrainte  $\sigma_p$  nécessaire à la propagation est liée à la longueur  $c$  de la fissure par la relation suivante:

$$\sigma_p = \left[ \frac{E \cdot p}{\pi \cdot c} \right]^{1/2}$$

$E$  est le module de Young,  $p$  un terme d'énergie qui inclut l'énergie de surface et celle associée à la déformation plastique produite par la rupture.

Considérant que nos barres de maillechort se trouvent sous une contrainte  $\sigma$ , déterminée par le niveau des contraintes résiduelles, deux événements peuvent propager une fissure de longueur donnée:

- l'apparition de tensions qui se superposent à  $\sigma$  pour élever le niveau total au-dessus de  $\sigma_p$ ;
- une réduction de  $p$  qui abaisse  $\sigma_p$  au-dessous de  $\sigma$ .

Nous n'avons pas de preuves de la première hypothèse: les tensions thermiques, ainsi que les tensions dues à la fusion du plomb, ne sont pas décisives, ce qui ressort de la faible influence de la vitesse de chauffage et d'un changement de la teneur en plomb (voir 2.3.1., et 2.4.1.5.).

Au chapitre 2.4.1. nous avons démontré que la fissuration durant le chauffage possède toutes les caractéristiques d'une fragilisation d'un métal solide par un métal liquide. Puisque cet effet d'un métal liquide est dû à la réduction de l'énergie dissipée par la déformation plastique accompagnant la rupture (voir p. 22), c'est donc la réduction du terme  $p$  dans l'équation d'Orowan qui provoque la propagation de la fissure dans notre cas. La réduction de  $p$  a lieu quand le métal liquide est disponible, c'est-à-dire la rupture doit coïncider avec le point de fusion du plomb, ce que nous avons observé en effet (voir 2.4.1.1.).

Une telle explication de la fissuration ne tient pas compte de l'initiation d'une fissure capable de se propager. L'initiation d'une rupture, c'est-à-dire la formation d'une microfissure, se fait seulement si une déformation plastique

apparaît (29), ce qui n'est pas le cas durant le chauffage. Ceci suggère que l'apparition d'une rupture implique la présence de microfissures dans le matériau, et que le procédé de la fissuration se réduit à la propagation. Nos observations soutiennent cette conclusion:

- La fissuration ne s'observe que dans les barres contenant des cavités (voir 2.3.4.1.) qui agissent comme amorces de rupture. Si ce matériau contient des fissures formées à température ambiante (voir.2.4.4.1.) plus longues que les cavités, la contrainte critique est abaissée. (Une augmentation de  $c$  dans le critère d'Orowan entraîne une réduction de  $\sigma_p$ .)
- Une barre sans cavités, appelée insensible, se casse durant le chauffage si une fissure très fine et profonde est introduite, comme on l'a vu au chapitre 2.4.4.1.

En résumé, nous prétendons que la fissuration durant le chauffage est due à la réduction subite de la contrainte nécessaire à la propagation d'une fissure. Ceci survient quand le plomb se liquéfie. La rupture observée est réduite à une propagation seule, ce qui implique la présence de cavités dans un matériau sujet au "fire-cracking".

### *3.2. L'état de contrainte conduisant à une fissuration durant le chauffage*

Le chapitre précédent montre que la contrainte  $\sigma_p$  nécessaire à la propagation d'une fissure est déterminée par la valeur du terme  $p$  en présence du plomb liquide et par la grandeur  $c$  des cavités de nos matériaux sensibles.

Pour qu'une rupture survienne, la contrainte normale à travers le plan de séparation — les joints de grain — doit donc être supérieure à  $\sigma_p$ . Dans notre cas ce sont les contraintes résiduelles provenant de l'écroutissage qui doivent atteindre cette valeur. Nos observations montrent que les contraintes macroscopiques seules ne peuvent pas dépasser  $\sigma_p$ ; il faut en plus une superposition de contraintes microscopiques (voir 2.4.4.). Ces dernières sont présentes sous forme d'empilements de dislocations sur les joints de grain, empilements formés durant l'étirage. Puisque le niveau des tensions ainsi produites dépend de la longueur des groupes empilés, un matériau à grain fin est moins sensible à la fissuration. Ceci est aussi atteint par l'introduction d'obstacles efficaces au mouvement des dislocations à l'intérieur des grains. Un traitement thermique créant des sous-joints stables a cet effet.

### 3.3. Caractéristiques d'un alliage sujet à la fissuration durant le chauffage

Connaissant le mécanisme suggéré dans les deux chapitres précédents, il est facile de les définir. Réunies dans le maillechort- $\alpha$  au plomb, elles sont les suivantes:

- Une deuxième phase se liquéfiant au cours du chauffage et formant un couple de fragilisation avec l'alliage.
- Le point de fusion de cette deuxième phase situé à une température à laquelle les contraintes résiduelles ne sont que faiblement relaxées.
- La présence de cavités vu l'impossibilité d'une initiation de la rupture durant le chauffage.

Deux de ces conditions ne sont pas remplies pour le maillechort- $\alpha/\beta$ : il n'est pas fragilisé par le plomb liquide (voir 2.4.1.2.) et en chauffant il relaxe très rapidement les contraintes résiduelles (2.4.2.). A cause de l'absence de nickel, le laiton- $\alpha$  relaxe les contraintes trop rapidement pour qu'une rupture puisse encore survenir lors de la fusion du plomb (voir 2.4.2.).

#### 4. Résumé

Nous avons analysé le phénomène de la fissuration des maillechorts durant le chauffage à l'état déformé à froid. Nous avons constaté que la présence de plomb est indispensable et que cet élément affecte le matériau suivant le mécanisme de la fragilisation d'un métal solide par un métal liquide. La fissuration survient donc au point de fusion des particules de plomb.

Le chauffage ne produisant pas de déformation plastique, une rupture ne peut pas être amorcée. L'apparition d'une rupture est donc liée à la présence de cavités dues à la porosité de la coulée.

Les contraintes résiduelles macroscopiques provenant de la déformation à froid (étirage) doivent être élevées, mais elles ne suffisent pas à elles seules à provoquer la rupture. Des contraintes microscopiques, réparties le long du chemin potentiel de la fissure, sont indispensables. Ces dernières résultent des empilements de dislocations sur les joints de grain. En diminuant la longueur des groupes empilés, les tensions normales à travers les joints de grain sont réduites et la somme des contraintes peut ainsi être abaissée au-dessous du seuil critique. On y arrive par un affinage du grain ou par l'introduction de sous-joints stables.

La sensibilité prononcée des maillechorts- $\alpha$  est due à leur faible capacité de relaxer les contraintes résiduelles durant le chauffage.

## 5. Bibliographie

- (1) A.R. BAILEY, *Met.Rev.* 6 (1961), p. 101
- (2) E.O. JONES, E. WHITEHEAD, *Trans.AIMME* 73 (1926), p. 834
- (3) Th. ZUERRER, *Pro Metal* 74 (1960), p. 307
- (4) F.H. WILSON, E.W. PALMER, *Trans.AIMME* 185 (1949), p. 995
- (5) S. SATO, *Sumitomo Light Metal Tech. Rep.* 7 (1966), No. 1, 3, 5, 10 et 8 (1967), No. 1
- (6) C.C. KOCH, A.R. TROIANO, *ASM Trans.Quart.* 57 (1964), p. 519
- (7) C.C. KOCH, A.R. TROIANO, *ASM Trans.Quart.* 57 (1964), p. 949
- (8) D.D. STEAD, *Australasian Eng.* 45 (1953), p. 48
- (9) W.E. ALKINS, *J.Inst.Metals* 30 (1923), p. 189
- (10) W.M. BALDWIN, *Proc.ASTM* 49 (1949), p. 1
- (11) D. ADENIS, P. BLANCHARD, "Fragilité et Fragilisation des Métaux et Alliages", Dunod, Paris 1963
- (12) M.C. IMMAN, H.R. TIPLER, *Met.Rev.* 8 (1963), p. 157
- (13) W. ROSTOKER, J.M. McCaughey, H. MARKUS, "Embrittlement by liquid Metals", Reinhold, New York 1960
- (14) T.N. RHODIN (Editor), "Physical Metallurgy of Stress-Corrosion Fracture", Interscience, New York 1959
- (15) B.I. EDELSON, *Trans.ASM* 55 (1962), p. 230
- (16) D. McLEAN, "Mechanical Properties of Metals", John Wiley, London 1962
- (17) J.F. WALLACE, R.J. KISSLING, *Foundry* 90 (1962) No. 12, p. 36 et 91 (1963) No. 1, p. 64
- (18) A. MORILLO, J. MOISAN, F. SANTINI, J. HERENGUEL, *Rev. Mét.* 65 (1968), p. 145
- (19) A.R.C. WESTWOOD, dans "Fracture of Solids", Interscience, New York 1963, p. 577
- (20) N.S. STOLOFF, T.L. JOHNSTON, *Acta Met.* 11 (1963), p. 251
- (21) O. BAUER, M. HANSEN, *Z.Metallkde.* 21 (1929), p. 148
- (22) J.W. CHRISTIAN, "The Theorie of Transformations in Metals and Alloys", Pergamon, Oxford 1965
- (23) A.N. STROH, *Proc.Roy.Soc.* 223 (1954), p. 404
- (24) W.D. ROBERTSON, A.S. TETELMAN, dans "Strengthening Mechanisms in Solids", ASM, Ohio 1962, p. 217
- (25) F. HULTGREN, *Trans.Met.Soc.AIME* 230 (1964), p. 898
- (26) A.S. TETELMAN, dans "Fracture of Solids", Interscience, New York 1963, p. 671

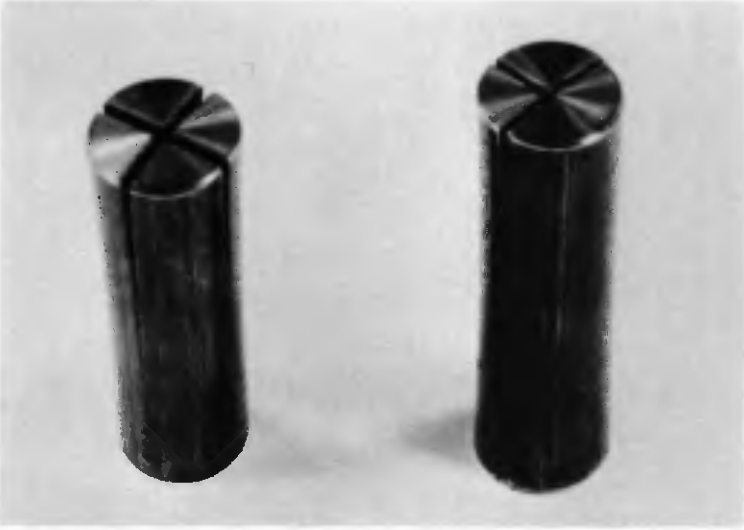
- (27) A. A. GRIFFITH, Phil.Trans.Roy.Soc.London A. 221 (1920), p. 163  
(28) E. OROWAN, Repts.Progr.Phys. 12 (1948/49), p. 185  
(29) J.R. LOW, Progr.Mat.Sc. 12 (1963) No. 1, p. 91

## Figures

- 1 Aspect des fissures de chauffage
- 2 Apparence des joints de grain sous le microscope électronique
- 3 Aspect macroscopique de la porosité des coulées
- 4 Aspect microscopique de la porosité des coulées
- 5 Cavités dans le matériau pressé brut
- 6 Etude des cavités à l'aide de la microsonde
- 7 L'équilibre entre H et O dissous dans le bain
- 8 Essais de traction à températures élevées
- 9 Essais de résilience à températures élevées
- 10 La forme des courbes de traction à températures élevées
- 11 Cavités dans l'alliage F après un essai de traction à 300° C
- 12 Etude des fissures à l'aide de la microsonde
- 13 Déformation plastique le long des fissures
- 14 Clichés de Laue
- 15 Barre cassée spontanément à température ambiante

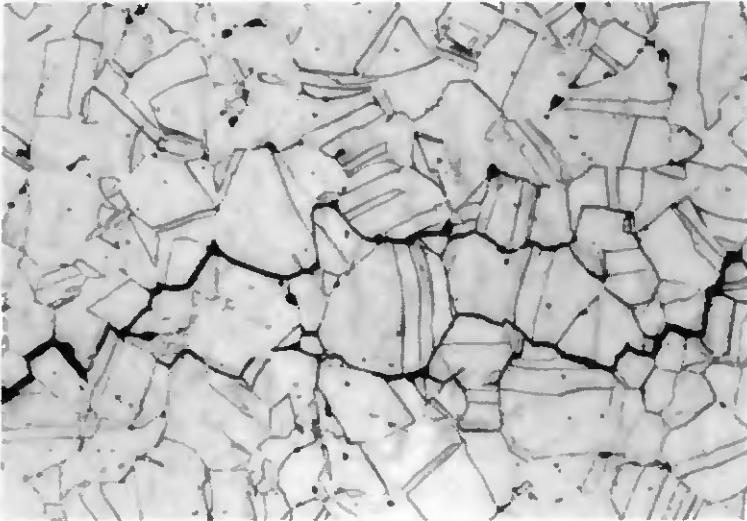
## Figure 1

Aspect des fissures de chauffage



a) Echantillons fissurés par chauffage

b) La micrographie révèle la course intercrystalline de la fissure, 250 x.





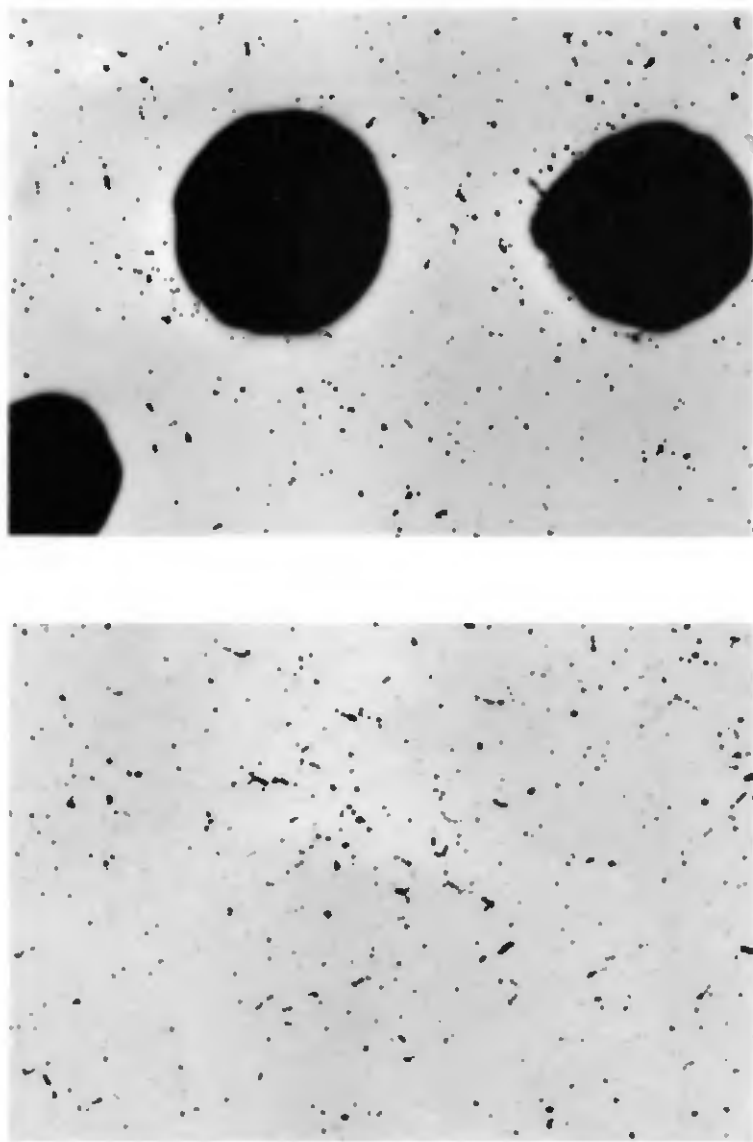
**Figure 2**

Joint de grain ne montrant aucune impureté,  
réplique microscope électronique, 20 000 x.



**Figure 3**

Coulées de différente porosité, 0,4 x.

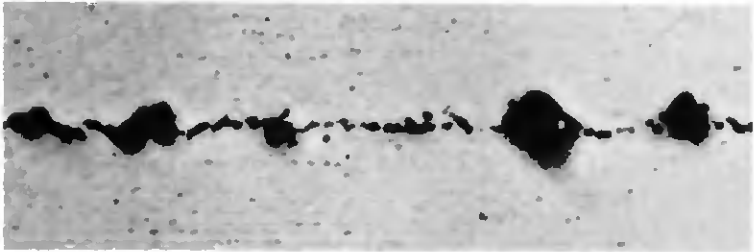


**Figure 4**

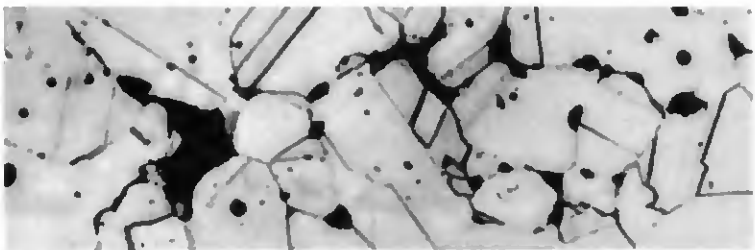
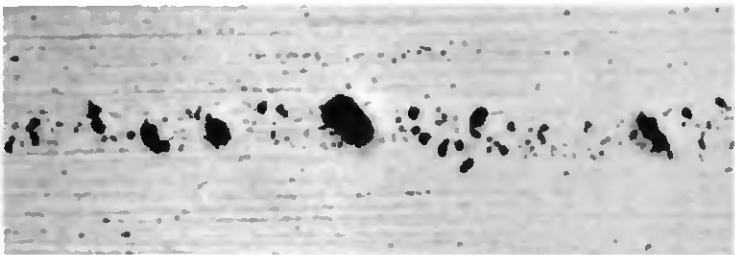
Aspect microscopique des coulées de différente porosité, 75 x.

**Figure 5**

Apparence des pores dans les barres pressées à chaud



a) et b) non attaqué, 150 x



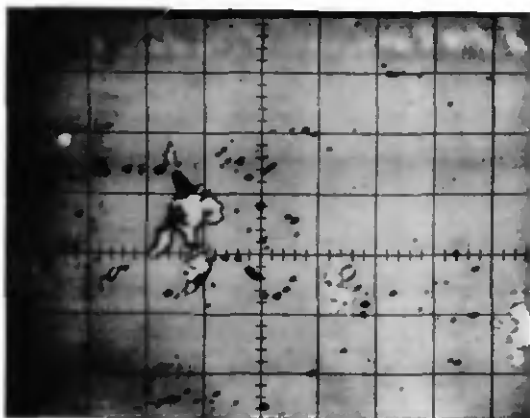
c) attaqué; les cavités sont situées dans les joints de grain, 350 x.

**Figure 6**

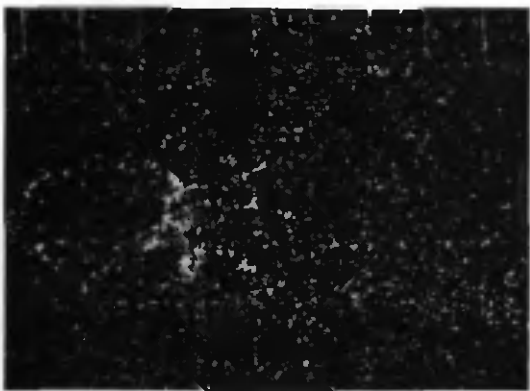
**Cavités et particules de plomb comme elles se présentent**



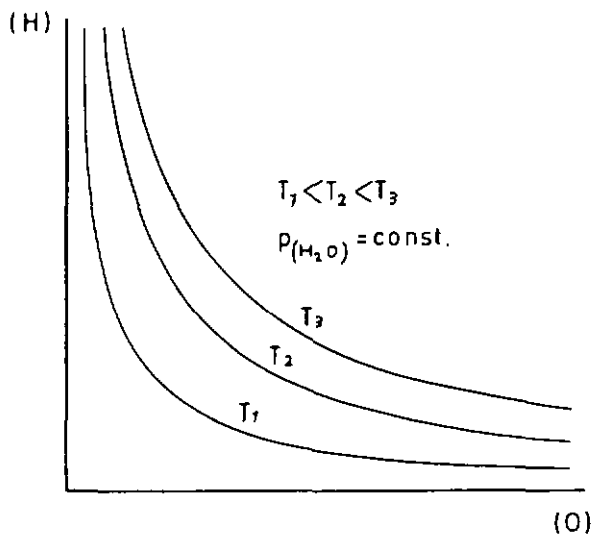
a) sous le microscope optique,  
500 x



b) sur l'image des électrons  
absorbés (microsonde),  
500 x.



c) sur l'image aux rayons-X  
(Pb  $L_{\alpha}$ , microsonde) 500 x.



**Figure 7**  
Schéma de l'équilibre entre H et O dissous dans le métal fondu, à différentes températures.

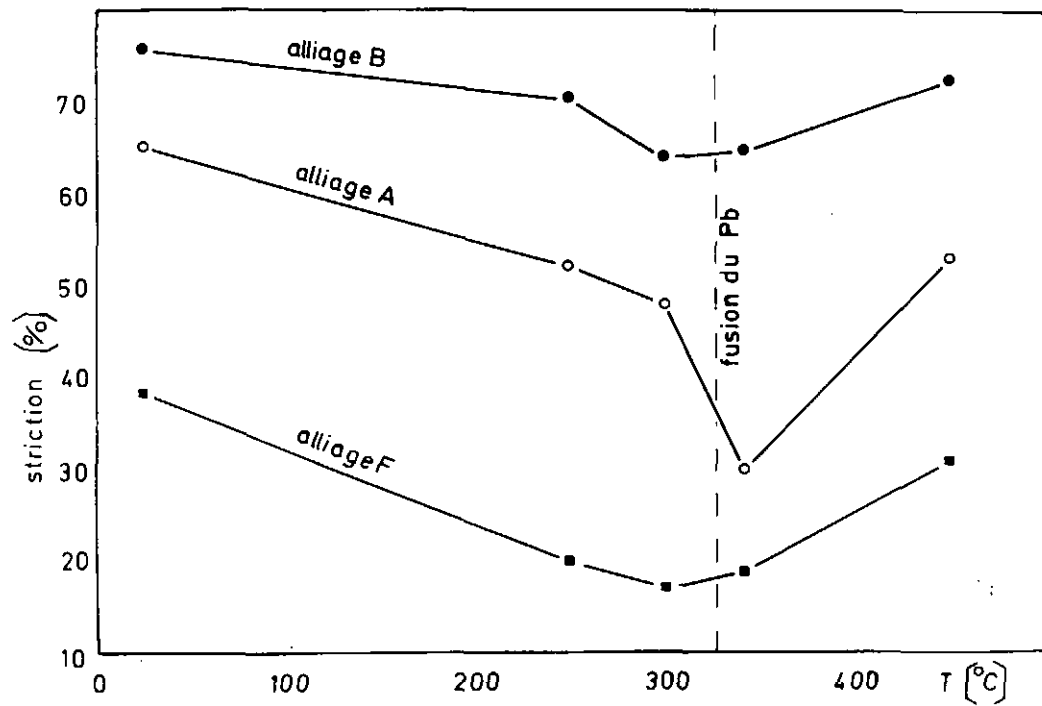


Figure 8

Essais de traction. La striction en fonction de la température pour les alliages A ( $\alpha$  avec Pb), B ( $\alpha$  sans Pb) et F ( $\alpha/\beta$  avec Pb).

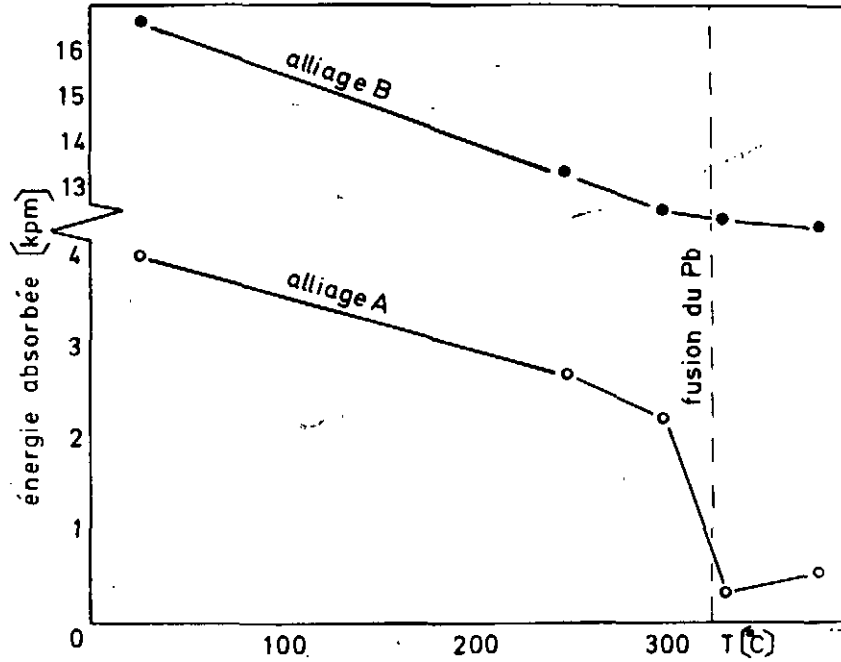
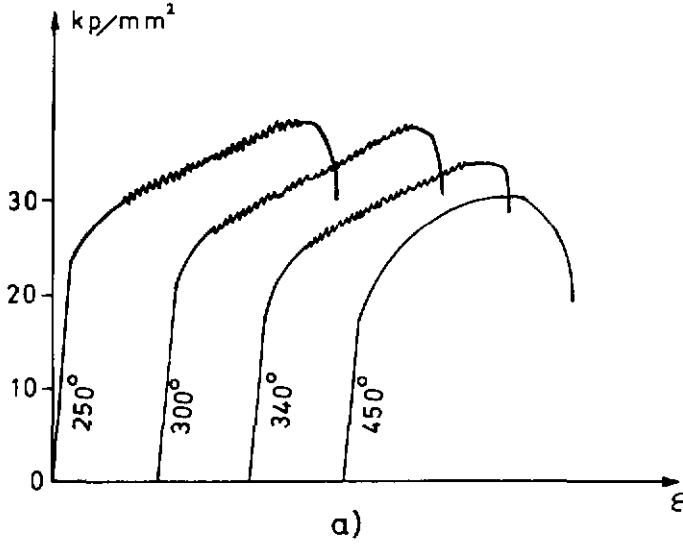


Figure 9

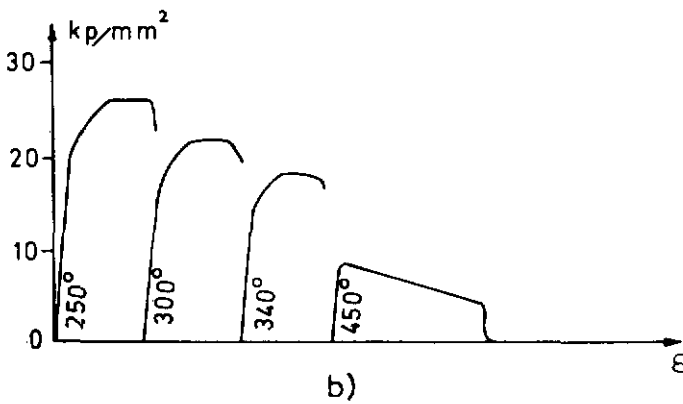
Essais de résilience. L'énergie absorbée par la rupture en fonction de la température pour les alliages A (a avec Pb) et B (a sans Pb).

Figure 10

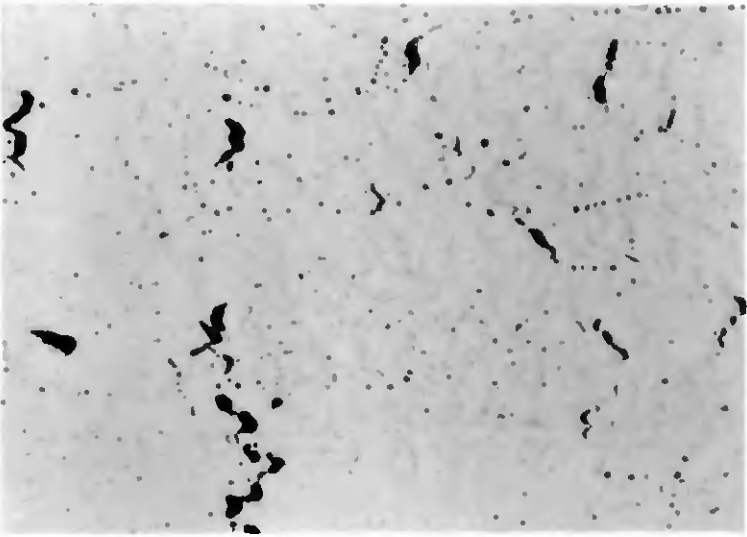
La forme des courbes de traction  $\sigma=f(\epsilon)$  à températures élevées



a) l'alliage- $\alpha$  B



b) l'alliage- $\alpha/\beta$  F.

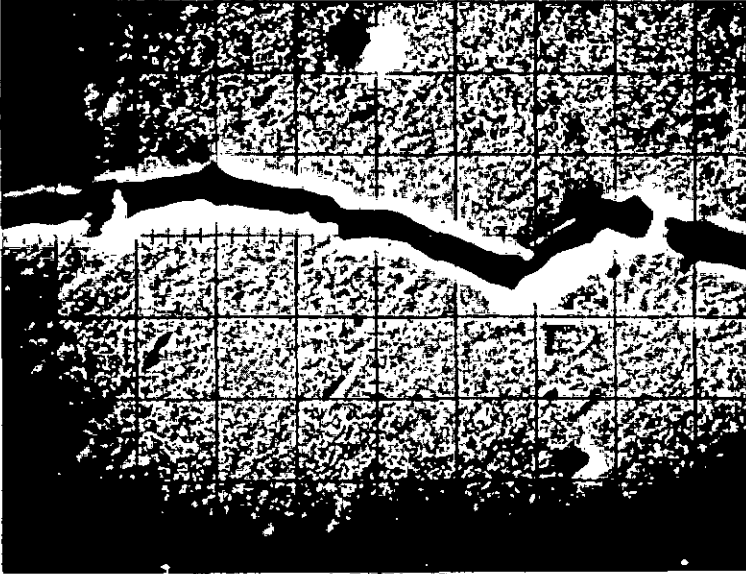


**Figure 11**

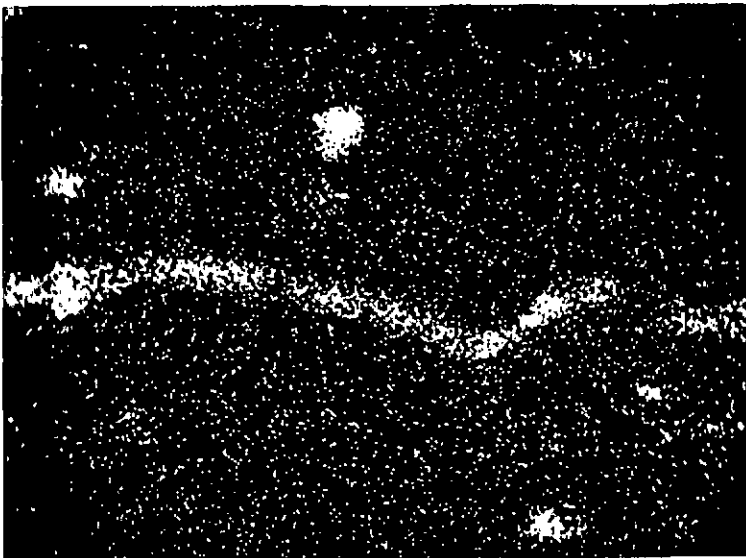
L'alliage- $\alpha/\beta$  F montre des cavités après l'essai de traction à 300° C, qui sont responsables pour le minimum de ductilité observé dans ce domaine, 250 x.

Figure 12

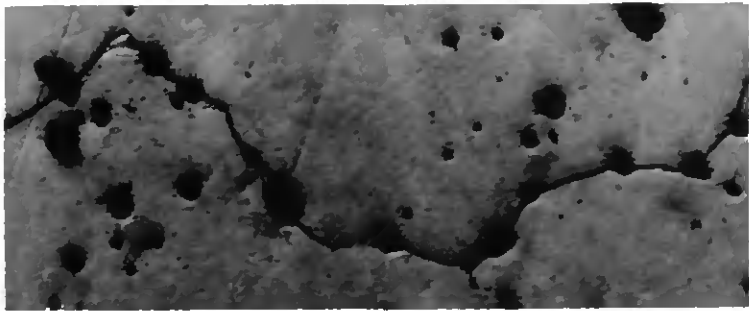
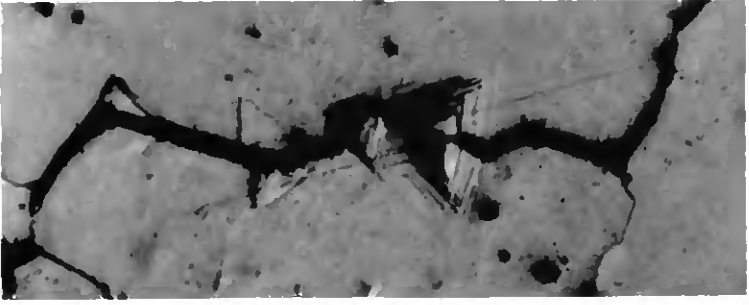
Une étude à l'aide de la microsonde révèle une concentration de plomb dans les fissures de chauffage



a) image aux électrons absorbés, 800 x

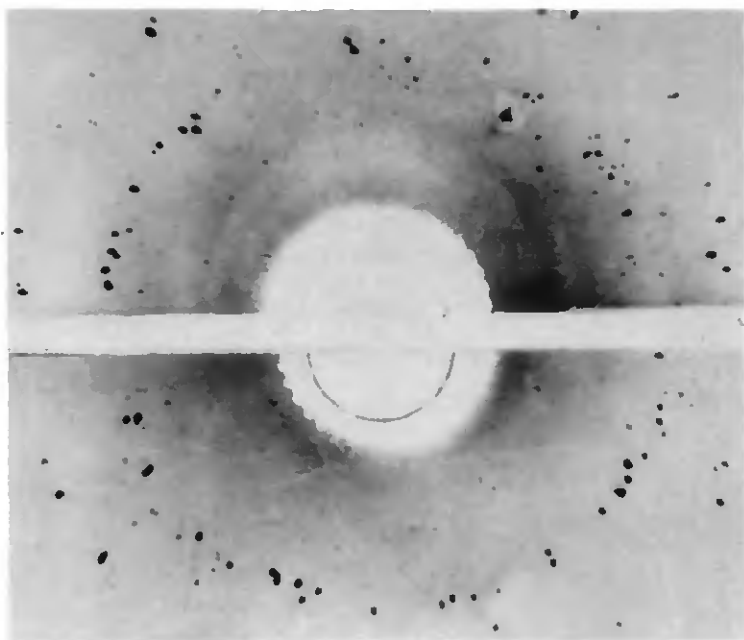


b) image aux rayons X (Pb La), 800 x.



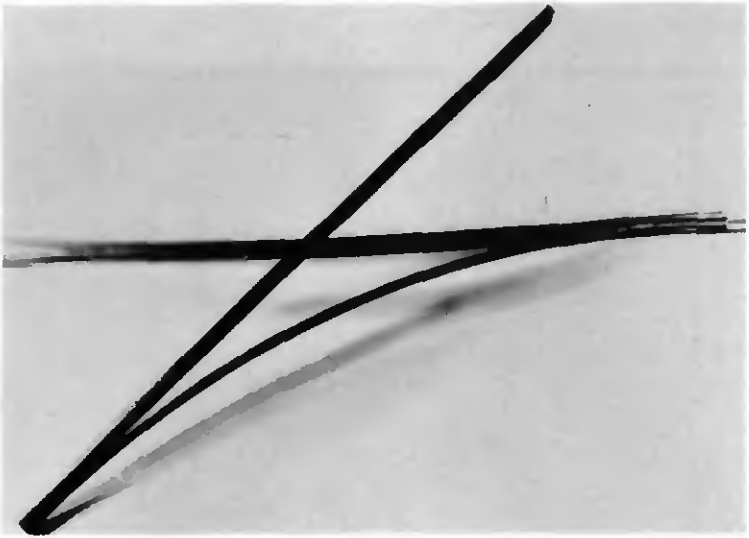
**Figures 13**

Trois exemples montrant la faible déformation plastique le long des fissures de chauffage. Les échantillons ont été polis avant la fissuration, 600 x



**Figure 14**

Clichés de Laue pris sur le matériau pressé brut (a) et après un traitement de 2 h à 600° C (b). La différence entre ces deux états n'est pas révélée par cette méthode.



**Figure 15**

Une barre de l'alliage A, fissurée spontanément à température ambiante. Etat après plusieurs mois, 0,3 x.