## Cours 19 : Durcissement et renforcement des matériaux

#### **Introduction**

Dans ce cours, nous abordons l'ingénierie des matériaux sous l'angle des propriétés mécaniques. Une illustration sera par ailleurs donnée dans le TD 20. Nous nous intéressons ici successivement à deux propriétés : la rigidité (raideur) et la résistance mécanique qui jouent un rôle prépondérant dans le dimensionnement des pièces de structure.

## 1. Rigidité : exemple des fibres pour renforts de composites

La rigidité d'un matériau est sa résistance à une déformation élastique. Elle est souvent représentée par le module d'Young, lui-même souvent mesuré comme la pente de la partie linéaire de la courbe de traction. Dans cette section on s'intéressera à un moyen important d'élever la rigidité d'un matériau, qui est l'introduction de fibres (à la base, depuis un siècle, de l'industrie du pneumatique). A travers ces fibres, nous verrons comment on tire de mieux en mieux parti de la rigidité des liaisons atomiques. Pour obtenir les fibres les plus rigides possible, il s'agit de solliciter, d'une manière optimale, les liaisons atomiques les plus fortes possible. Ce sont donc les matériaux comportant des liaisons covalentes ou iono-covalentes, à savoir les polymères et les céramiques, qui ont été choisis pour ces applications.

Les composites à fibres sont cependant des matériaux hétérogènes et parfois anisotropes (selon les propriétés des fibres et la répartition de celles-ci dans la matrice). L'interface entre les fibres et la matrice doit être particulièrement soignée, généralement grâce à un traitement de la surface de la fibre (revêtement ou activation chimique) en fonction du type de matrice utilisé.

## 1.1. Fibres polymères organiques

Les matériaux fibreux naturels tels que le bois, le coton ou la laine, se présentent comme un enchevêtrement de fibres courtes, qui tiennent les unes aux autres sous l'effet des forces de frottement. Il n'en est pas de même de la soie, qui est une fibre naturelle quasiment continue dont on a cherché à reproduire les propriétés. C'est le comte Hilaire de Chardonnet qui a déposé en 1885 le premier brevet sur la fabrication de fibres de cellulose dite « régénérée » : c'est la rayonne, qui est obtenue par dissolution puis extrusion de la cellulose naturelle à travers une filière à trous fins. Il faudra cependant attendre les années 1930 pour voir apparaître deux fibres qui jouent toujours un rôle majeur : le polyamide 6.6 (nylon 6.6, Du Pont de Nemours) et le polyester (ICI). Fondées sur des molécules à chaîne longue obtenues par polycondensation, ces fibres sont actuellement les plus utilisées (25% du marché des fibres synthétiques pour le polyamide et 50% pour le polyester). Elles sont produites par fusion, puis filage à l'état fondu (à une vitesse de plusieurs kilomètres par minute) et étirage à 70°C pour aligner les structures moléculaires parallèlement à l'axe de la fibre. La structure de la molécule (Tableau 1) est cependant encore souple car elle comporte beaucoup de flexion, à cause des liaisons covalentes entre les atomes de carbone, qui ne peuvent être alignées. Le PET est plus rigide, grâce à son cycle aromatique qui lui confère également une résistance à l'hydrolyse bien meilleure que celle des autres polyesters. Ces fibres sont elles-mêmes composées de micro-fibrilles (Figure 1), dans lesquelles les molécules sont orientées autour de l'axe de la fibre Les fibres de PA et de PET sont largement utilisées pour le renforcement des élastomères pour pneumatiques, tapis roulants etc., qui forment à eux seuls 50% en volume du marché des matériaux composites.

Le développement des fibres à haut module a consisté à rigidifier la molécule elle-même et à aligner les structures moléculaires selon l'axe de la fibre. Les premières fibres de ce type sont les aramides ou *aromatic polyamides*, avec une molécule comportant un cycle aromatique d'abord en position méta (MPD-I, fibre commercialisée par Du Pont sous le nom de Nomex) puis para (PPTA, fibre commercialisée par Du Pont en 1972 sous le nom de Kevlar, Figure 1). Le saut de module d'Young est considérable (Tableau 2). Ces fibres ne peuvent pas être mises en forme à l'état fondu. Elles sont obtenues par formation de cristaux liquides après dissolution dans de l'acide sulfurique concentré puis alignement des molécules lors de l'écoulement à travers une filière. Un traitement thermique sous traction confère à la fibre ses propriétés finales. Ce procédé est évidemment beaucoup plus cher et réserve cette fibre pour des applications haute performance.

Une rigidification supplémentaire a été obtenue par l'addition d'azote, qui conduit à des molécules droites. Ce sont les fibres de PBO (ou Zylon) et de PIPD. Ces molécules sont très stables thermiquement (jusqu'à 550°C pour le PPTA du Kevlar). Les fibres sont souvent anisotropes car les liaisons transversales sont faibles : Van der Waals pour le PBO, hydrogène –plus forte mais sensible à l'action de l'eau- pour les aramides.

Une autre voie possible est un très bon alignement de la chaîne carbonée de molécules linéaires. Certaines fibres de polyéthylène, également obtenues par alignement de cristaux liquides, possèdent un haut module (110 GPa) qui se rapproche de la rigidité axiale théorique de la molécule (autour de 240 GPa).

Type de fibre	Unité de base de la macromolécule	Module d'Young max. (GPa)	Température de fusion ou de décomposition °C
Polyamide 6 [Nylon 6] ( <i>I.G.Farben</i> ) Polyamide 6/6 [Nylon 6.6] (Du Pont)	- NH-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -CO- $-$ n	4	230
	$ \left[$ $nn-cn'-cn'-cn'-cn'-cn'-cn'-cn'-cn'-cn'-c$	5	260
Polyethylene terephthalate [Polyester] <i>(ICI)</i>		18	260
Poly(m- phenylenediamine- isophthalamide) Nomex (Du Pont)	$-\begin{bmatrix} -N - O \\ H \\ NH - CO \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ NH - CO \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ O \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ O \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ O \\ O \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ H \\ O \\ O \\ O \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ O \end{bmatrix} - \begin{bmatrix} -N - C \\ O \\$	17	360
Poly(p-phenylene terephthalamide) [Kevlar] (Du Pont)		135	550
Poly(p-phenylene benzobisoxqazole) PBO [Zylon] (Toyobo)		280	650
Poly{2,6-dimidazo [4.5-b:4'.5-e] pyridinylene-1,4 (2,5-dihydroxy) phenylene} (PIPD) M5 (AKZO)	H $NH$ $NH$ $NH$ $NH$ $NH$ $OH$ $OH$ $OH$	330	650

#### Tableau 1 : Structure moléculaire de quelques fibres organiques (source : A.R. Bunsell)

Type de fibre	diamètre	E (GPa)	σ <sub>max</sub> (MPa)	ε <sub>R</sub>	T <sub>max</sub> (°C)	densité	prix (euro/kg)
	(µm)			(%)			
PA66 (nylon)	20	≤ 5	1000	20	375-500	1,2	
PET (polyester)	15	≤ 18	800	15		1,38	
PPTA (Kevlar)	12	135	3450	3	300	1,45	40
PBO(Zylon)	12	220 (T)	5800	3	< 650	1,55	
verre E	15	73	3400	4		2,5	2
verre S	15	86	4500	5,3		2,49	20-37
carbone (préc. PAN)	5-7	250-590	3000-5900	0,7-2	400 (sous air)	1,9	10-13 grosses mèches
carbone (préc. brai)	10	390-830	3800	0,2-1	3000 (à l'abri	2	20-45 (module bas ou
					de l'air)		intermédiaire)
							70 (haut module)
SiC (âme W)	100-140	400-430	3800	0,8	800	3,4-2,7	5000
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -4SiO <sub>2</sub> (Saffil)	3	300	2000	0,7	350 sous $\sigma$	3,2	45
					$\geq$ 1500 sinon		
$Al_2O_3 \alpha$	20	414	1200	0,3	1000	3,9	450
Coton	20	6-10	300-600	6-8		1,5	

# Tableau 2 : Quelques propriétés (valeurs typiques) de fibres pour renforcement de composite (sources et détails disponibles sur demande)

# 1.2. Fibres de verre

Parmi les composites à grande diffusion on trouve des matériaux constitués d'une matrice organique (ou résine) renforcée par des fibres de verre. Ces fibres sont à base de silice SiO2 (55 à 75% selon les propriétés visées : mécaniques, électriques...) avec un module d'Young de 70 à 90 GPa. Elles sont obtenues par extrusion à travers des trous millimétriques, étirage et refroidissement très rapide (passage de 1200 à 200°C en quelques dixièmes de seconde). Leur structure est vitreuse et isotrope. Leur bas coût et la facilité de mise en œuvre dans des composites justifie leur grande diffusion, malgré une résistance mécanique relativement médiocre, surtout rapportée à leur masse.

## **1.3.** Autres fibres non organiques

Avec les fibres de carbone, on cherche encore à utiliser la forte liaison covalente carbone-carbone. Les fibres sont produites par pyrolyse d'un précurseur carboné, lui-même sous forme de fibre (polyacrylonitrile PAN (acrylique) à 49% de carbone ou résidu de raffinage ou de cokerie (pitch) à 90% de carbone). La rigidité de la fibre est liée à sa structure, composée de petites unités, elles-mêmes constituées d'empilements plus ou moins parfaits de plans d'atomes C en réseau hexagonal (plans turbostratiques, Figure 1). Plus la température de traitement de la fibre est élevée, plus l'empilement tend vers la perfection de la structure graphite et plus la taille des unités augmente. De ce fait, la rigidité augmente et la déformation à rupture diminue (Tableau 2). La structure tend à s'ordonner dans le plan normal à l'axe de la fibre : on parvient à privilégier un alignement circonférentiel des plans turbostratiques. Les fibres de carbone sont cependant chères et réservées aux applications à hautes performances mécaniques et/ou à haute température.

Citons encore les fibres de bore, particulièrement chères (module 400 GPa), historiquement fabriquées les premières et les fibres de carbure de silicium (SiC), obtenues par dépôt chimique en phase vapeur sur une âme de carbone ou de tungstène, ainsi que les fibres d'alumine plus ou moins riches en silice, produites par voie sol-gel et pyrolyse, destinées au renfort des alliages légers (exemples : composites à matrice d'aluminium).

# 2. Dureté et résistance

La plupart des matériaux de structure sont utilisés à une fraction de leur limite d'élasticité. Il est donc avantageux, pour de nombreuses applications, d'augmenter celle-ci afin d'utiliser moins de matière ou d'augmenter les sollicitations mécaniques, voire thermiques. Dans cette section, on passe en revue les différents modes de durcissement avant d'aborder, sur un exemple, la mise en œuvre de ces principes pour le développement de pièces de structure pour l'automobile.

On s'intéresse ici principalement aux matériaux métalliques car la dureté n'est pas le point fort des polymères massifs et les matériaux faisant largement usage des liaisons ioniques, covalentes ou ionocovalentes (céramiques, fibres organiques) sont fragiles ; leur résistance repose généralement sur la probabilité de trouver un défaut dans le matériau ; le lecteur est invité ici à se reporter au chapitre sur la rupture qui aborde ces aspects statistiques.

Durcir (ou renforcer) un matériau métallique consiste à gêner le mouvement des dislocations, responsables de la plupart des mécanismes de déformation non élastique. Ces obstacles sont des « défauts » que l'on introduit volontairement dans le matériau. Plus un matériau est dur, plus il résiste à la déformation plastique et généralement aussi aux sollicitations cycliques. Une estimation non destructive de la dureté d'un matériau (liée à sa limite d'élasticité) et de sa résistance (liée à sa résistance maximale en traction, par exemple) peut être obtenue par l'essai d'indentation (ou de dureté). On indente le matériau à l'aide d'une pointe dure (carbure, diamant) normalisée, sous une charge donnée et on mesure ensuite la taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la surface. Cette taille peut varier de quelques dizaines de nanomètres (essai de nanodureté sur telle ou telle phase ou grain) à plusieurs centaines de micromètres (essai de macrodureté qui teste un volume de matière important).

## 2.1. Mécanismes de durcissement des métaux et alliages métalliques

#### 2.1.1. Durcissement de la solution solide

Dans un réseau parfait, composés d'atomes d'un seul élément, le mouvement des dislocations se fait par rupture et reconstitutions de liaisons atomiques (voir cours 13). Ce phénomène implique le passage par une configuration instable entre deux configurations stables et nécessite donc un apport d'énergie. La contrainte correspondante  $\tau_{PN}$ , appelée force de Peierls, dépend de la température. Elle vaut typiquement  $10^{-4} \mu$  (métaux de structure compacte) à  $10^{-2} \mu$  (liaisons covalentes),  $\mu$  étant le module de cisaillement du matériau.

Un moyen courant de durcissement est l'introduction, dans la solution solide, d'atomes soit en insertion (C, N, O) soit en substitution des atomes de l'alliage. Citons le cas du manganèse dans les aciers (Figure 2), de Si, Mg dans les alliages d'aluminium, de Cr, Mo, W dans les alliages base nickel et de l'oxygène dans les alliages de zirconium. Plusieurs effets se conjuguent pour freiner le mouvement des dislocations dans le cristal :

1. Un effet de taille : autour du cœur d'une dislocation, règnent des distorsions élastiques du réseau qui conduisent localement à des champs de contrainte de traction ou de compression. Afin d'abaisser l'énergie potentielle du système, les gros atomes et les interstitiels ont tendance à occuper les zones en tension tandis que les petits atomes en substitution occupent les zones de compression. On parle de ségrégation sur la dislocation ; seules les dislocations coin sont concernées ici (effet Cottrell). Par ailleurs, les interstitiels ont tendance à distordre le réseau cristallin et à interagir avec les dislocations vis (effet Snoek). Tout (petit) mouvement de la dislocation hors de cette zone ségrégée augmentera l'énergie du système. A basse température (diffusion négligeable), il faut donc un travail supplémentaire, donc une contrainte plus élevée pour arracher la dislocation à cette atmosphère qui reste moins mobile qu'elle. La dislocation peut ensuite se déplacer beaucoup plus facilement dans le cristal. C'est l'origine du « crochet de traction » observé sur de nombreux alliages contenant des atomes interstitiels (Figure 2).

- 2. Un effet de **valence**, si le soluté et le solvant sont de valences différentes : cet effet représente environ un septième à un cinquième de l'effet de taille, il est donc généralement négligé.
- 3. Un effet **chimique** (Suzuki, 1957) par modification de l'énergie locale de faute d'empilement. Dans une faute d'empilement, la structure cristalline est localement modifiée ; une structure CFC, par exemple, devient localement hexagonale compacte. Les éléments qui favorisent cette nouvelle structure vont donc ségréger sur la faute d'empilement et faciliter la dissociation des dislocations. Ceci conduit à une augmentation de la limite d'élasticité. Cet effet joue essentiellement pour les alliages de structure CFC et les solutions solides concentrées (par exemple Ni-Cr où Cr > 20% : ordre à courte distance entre les éléments Ni et Cr) et les composés ordonnés (Ni<sub>3</sub>Al des superalliages, intermétalliques Ti-Al...).

#### 2.1.2. Effet de taille de grains (loi de Hall et Petch)

Dans un matériau contenant relativement peu de dislocations, la déformation plastique se déclenche d'abord dans les grains les mieux orientés pour se déformer. Dans ces grains, les dislocations émises dans un plan vont s'empiler devant les interfaces difficiles à franchir, telles que les joints entre grains d'orientations différentes. La distance entre dislocations, à l'équilibre avec la contrainte appliquée, croît lorsque l'on va de l'obstacle vers la source. La force en retour sur la source finit par empêcher celle-ci d'émettre de nouvelles dislocations. En tête d'empilement, au voisinage de l'obstacle, les dislocations exercent une force locale, proportionnelle à leur nombre, qui finit par déclencher le glissement dans le deuxième grain, au-delà d'une valeur critique. Plus la taille de grains est petite, plus la taille de l'empilement est faible et plus la contrainte exercée en tête d'empilement est faible. Il faut donc une contrainte extérieure d'autant plus élevée pour déclencher la déformation plastique dans les grains adjacents. Expérimentalement comme par le calcul on trouve la loi suivante, dite de Hall et Petch :

$$\tau_y = \tau_i + \frac{k_y}{\sqrt{d}}$$

Ici,  $\tau_y$  est la limite d'élasticité (en cisaillement) ;  $\tau_i$  est la contrainte de cisaillement nécessaire au mouvement des dislocations dans le réseau parfait ; d est la taille de grains et k<sub>y</sub> est une constante qui dépend du matériau. Cette loi est bien respectée pour la plupart des alliages métalliques (Figure 3), du moins lorsque le grain est suffisamment gros pour qu'on puisse parler d'empilement de dislocations. Pour les matériaux à grains très fins (typiquement 10 nm), on ne peut plus parler d'empilement de dislocations et d'autres lois pourraient intervenir.

#### 2.1.3. Effet de la densité de dislocations (écrouissage)

Pour décrire l'interaction entre une dislocation mobile et une autre dislocation, on distingue généralement deux cas, selon que les deux dislocations sont dans le même plan de glissement ou non. Dans le premier cas, on calcule l'énergie d'interaction entre les deux dislocations et on la dérive par rapport au déplacement de la dislocation mobile. On trouve les valeurs de contrainte suivantes :

$$\tau = \frac{\mu b}{2\pi} \sqrt{\rho_D}$$
 pour les dislocations vis et  $\tau = \frac{\mu b}{8\pi(1-\nu)} \sqrt{\rho_D}$  pour les dislocations coin.

Dans le deuxième cas, on considère la dislocation mobile dans son plan de glissement, traversé par les autres dislocations (effet de forêt). La dislocation mobile interagit donc avec les « arbres » de la forêt. Selon le signe du produit scalaire de leurs vecteurs de Bürgers respectifs  $b_1.b_2$ , le vecteur de Bürgers  $b_1 + b_2$  de la jonction aura une norme supérieure ou inférieure à la somme des normes de  $b_1$  et  $b_2$ . Comme l'énergie par unité de longueur d'une dislocation, de vecteur de Bürgers b, est proportionnelle à  $\mu b^2$ , la jonction sera attractive (produit négatif) ou répulsive (produit positif). La jonction attractive étant plus stable que les deux dislocations isolées, la dislocation mobile franchit un peu plus facilement les jonctions répulsives que les jonctions attractives, qui assurent donc la plus grande part (estimée à plus de 80%) de l'effet de forêt. Le calcul donne les valeurs suivantes :

 $\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho_D}$  avec  $\alpha \approx 1/4$  à 1/3

Les interactions entre dislocations augmentent avec la multiplication des dislocations au cours de la déformation plastique. Cet effet, appelé écrouissage, est notamment responsable du fort durcissement des alliages de structure cubique à faces centrées tels que les aciers inoxydables austénitiques et les alliages de cuivre. On le voit lorsque l'on tente de redresser le manche d'une petite cuiller en acier inoxydable austénitique après l'avoir tordue : la déformation se localise ailleurs qu'à l'endroit déjà déformé, qui a durci du fait de l'écrouissage, et la cuiller prend une forme de Z au lieu de redevenir droite.

#### 2.1.4. Durcissement et renforcement par des secondes phases

Jusqu'ici nous avons considéré des dislocations se déplaçant dans le réseau d'un seul cristal. Que se passe-t-il lorsque celles-ci rencontrent une phase différente, qui possède d'autres vecteurs de Bürgers et d'autres plans de glissement ? Le cas où les phases sont dans des proportions comparables relève des techniques d'homogénéisation qui ne sont pas abordées ici. On s'intéresse dans ce paragraphe au cas, le plus fréquent, où une phase dure est dispersée en faible proportion dans une matrice plus molle. Les phases durcissantes peuvent être introduites par mélange ou encore être créées in situ par précipitation après un traitement thermique approprié (voir TD 20), voire dans des conditions chimiques appropriées (cas des alliages renforcés par dispersion d'oxydes et utilisés à haute température).

On considère tout d'abord que les obstacles sont éloignés les uns des autres et exercent chacun une force F sur la dislocation. Celle-ci, sous les effets conjoints de cette force, de la contrainte appliquée et son énergie propre par unité de longueur appelée tension de ligne (une dislocation reste un défaut du réseau qui « coûte » une certaine énergie par unité de longueur !), va se courber jusqu'à finalement se décrocher de l'obstacle lorsque la force motrice devient supérieure à une valeur critique  $F_c$  (Figure 4).

On écrit d'abord l'équilibre entre la force exercée par l'obstacle et la tension de ligne  $\Gamma$  de la dislocation :

 $F_c = 2I \cos \Phi_c$  où on estime généralement  $\Gamma$  par  $\Gamma = 0.5 \ \mu b^2$ 

Au décrochement de la dislocation, la force  $F_c$  est égale à la force exercée sur la dislocation par le champ de contrainte appliquée :

$$F_c = \mathbf{\tau}_c \ b \ L$$

On en déduit la contrainte de cisaillement critique :  $\tau_c = \frac{\mu b \cdot \cos \Phi_c}{\Lambda}$ 

Un obstacle faible est caractérisé par  $\Phi_c \approx 90^\circ$  tandis qu'un obstacle fort est caractérisé par  $\Phi_c < 90^\circ$ .

Il existe deux mécanismes principaux de franchissement d'une seconde phase par une dislocation qui glisse : le cisaillement (la dislocation traverse et cisaille la seconde phase) et le contournement. Nous évaluons ici les contraintes nécessaires dans chacun de ces cas. Au préalable on évalue la distance moyenne entre obstacles en fonction de leur fraction volumique et de leur rayon, en supposant qu'ils sont répartis d'une manière homogène dans le matériau. On considère pour cela une tranche de matière, d'épaisseur 2R (où R est le rayon de la seconde phase) et de côté X. (Figure 4). On compte les N secondes phases présentes dans cette boîte et on en déduit la fraction volumique  $f_v$  :

$$f_{\nu} = \frac{\frac{4}{3} \cdot \pi \cdot R^3}{2 \cdot R \cdot X^2} N \text{ d'où pour } N = 1 : X = \sqrt{\frac{2\pi}{3}} \cdot \frac{R}{\sqrt{f_{\nu}}} \approx \Lambda, \text{ espacement moyen entre particules.}$$

Contournement (mécanisme d'Orowan, Figure 5)

On suppose ici que la dislocation contourne complètement l'obstacle sans jamais y pénétrer. Chaque seconde phase individuelle constitue un obstacle fort et l'angle  $\Phi_c$  vaut zéro. On obtient :

$$\tau_c = \frac{\mu b}{\Lambda} \approx 0.7 \cdot \mu b \cdot \frac{\sqrt{f_v}}{R}$$
 qui dépend essentiellement de l'espacement entre secondes phases. A

fraction volumique donnée, plus les phases sont fines, plus  $\Lambda$  est faible et plus l'effet durcissant est élevé.

## Cisaillement (Figure 6)

Si la dislocation cisaille la seconde phase, son vecteur de Bürgers doit appartenir au réseau de chacune des deux phases. Ceci implique en particulier une certaine cohérence cristallographique entre la matrice et la seconde phase. La force résistante F a plusieurs origines possibles : glissement plus difficile dans la seconde phase (liaisons fortes, phases ordonnées...), interaction entre la dislocation et l'interface entre les phases, interactions élastiques entre la matrice et la seconde phase, etc. Pour plus d'informations le lecteur pourra se référer au livre de D. François, A. Pineau et A. Zaoui (1991) tiré de Kocks et coll. (1975). Pour mener les calculs, on suppose généralement que la force F est proportionnelle au vecteur de Bürgers de la dislocation et au rayon R de la seconde phase :  $F_c = k \cdot \mu \cdot b \cdot R$ 

Pour tenir compte de la courbure de la dislocation (ou de l'angle  $\Phi_c$ ), on utilise une longueur effective  $L_{eff}$  telle que  $2 \cdot \Gamma \cdot L^2 = b \cdot \tau_c \cdot L^3_{dff}$  et on en déduit, en utilisant la formule déjà donnée pour *L* en fonction de  $f_v$ :

$$\tau_c \cdot b \cdot L_{eff} = k \cdot \mu \cdot b \cdot R \text{ d'où il vient} : \tau_c = \sqrt{\frac{3 \cdot k^3}{2 \cdot \pi}} \cdot \mu \cdot \sqrt{\frac{f_v \cdot R}{b}}.$$

A fraction volumique de seconde phase constante, l'effet durcissant croît avec le rayon R des obstacles.

Pour un même type de précipité cohérent, le franchissement par les dislocations pourra se faire soit par cisaillement (si le précipité est petit) soit par contournement (si le précipité est gros). Il existe donc une taille optimale de précipité, pour laquelle aucun des deux mécanismes ne prédomine et le durcissement est maximal (Figure 7).

#### 2.1.5. Durcir, mais...

L'ensemble des contributions des différents mécanismes de durcissement est généralement modélisé par une simple addition des contributions de chacun de ces mécanismes. On écrit ainsi :

$$\tau_{y} = \tau_{i} + \frac{k_{y}}{\sqrt{d}} + \alpha \cdot \mu b \sqrt{\rho_{D} + \rho_{G}} \text{ où } \tau_{i} = \max (\tau_{PN}, \tau_{c}, \tau_{R}).$$

L'optimisation de la microstructure, notamment l'introduction de secondes phases et le contrôle de la taille de grains, requiert une bonne maîtrise des conditions d'élaboration et de traitement thermique (voir TD 20), ce qui en retour joue sur la marge de manœuvre en production (robustesse du procédé) et sur le coût du matériau. Signalons par exemple que la température du four lors de la remise en solution des alliages d'aluminium (voire TD 20) doit être contrôlée à quelques degrés près, sur toute la surface des tôles à traiter (plusieurs mètres carrés). Un refroidissement rapide suivi d'un nouveau séjour en four (trempe et revenu, voir TD 20) a un impact important sur le coût de production et nombre d'efforts portent sur l'obtention de la microstructure adéquate à la sortie des opérations de mise en forme (laminage), sans revenu supplémentaire (exemples des aciers à haute résistance pour pipelines et construction off-shore, des superalliages pour disques de turbine).

L'augmentation de la limite d'élasticité, voire de la résistance mécanique d'un alliage métallique va généralement de pair avec une diminution de son aptitude à la déformation plastique, soit parce qu'on a épuisé la réserve de ductilité (Figure 8 : cas du cuivre), soit parce qu'on favorise, en modifiant la microstructure, une localisation de la déformation (voire une rupture de certaines phases dures mais fragiles) pouvant conduire à une rupture prématurée. Ce dernier cas se rencontre surtout avec les alliages qui s'écrouissent peu, en particulier les alliages d'aluminium (Figure 8) et les aciers à haute résistance nouvellement développés pour les conduites de gaz et de pétrole. Il faut donc garder à l'esprit qu'on ne peut généralement pas optimiser à la fois dureté et ductilité d'un alliage métallique. Les alliages les plus durs sont également souvent sensibles à des phénomènes d'endommagement localisés tels que la fissuration par corrosion (exemple : les alliages d'aluminium pour ailes d'avion doivent être plaqués d'aluminium pur pour résister à la corrosion par les embruns). Il faut enfin vérifier que ces microstructures optimisées ne s'altèrent pas en service, en particulier lorsque la température d'utilisation est élevée.

## 2.2. Résistance des matériaux fragiles

Comme c'est déjà le cas pour la rigidité, les matériaux les plus durs tirent parti des liaisons les plus fortes : ce sont les céramiques et les fibres organiques à hautes performances. La contrepartie est que le mouvement des dislocations (d'ailleurs peu nombreuses) est extrêmement limité, généralement restreint aux joints de grains et à haute température. La résistance de tels matériaux est donc liée non pas à leur résistance à la déformation plastique mais à leur capacité à retarder la rupture fragile. Une manière de retarder cette rupture est d'introduire des contraintes résiduelles de compression, qui vont se superposer à la contrainte appliquée et retarder d'autant la rupture. Ceci est couramment pratiqué sur les verres, par traitement thermique ou chimique (substitution en surface des cations du réseau par de « plus gros » cations tels que Na, Li, K...). C'est aussi le principe du béton précontraint.

#### **3.** Conclusions

Grâce aux combinaisons entre liaisons atomiques, microstructure et gamme d'élaboration et de traitement des matériaux, la gamme de propriétés mécaniques possibles est extrêmement large. A titre d'illustration complémentaire, nous invitons le lecteur à se reporter aux graphes du **TD 29**. Si les lois simples exposées ci-dessus sont souvent suffisantes pour un premier dimensionnement, l'estimation précise des propriétés demande souvent une campagne d'essais importante et/ou l'utilisation de modèles plus prédictifs, reposant sur ces bases physiques et intégrant les effets de structure. La modélisation « micro-macro », intégrant un ou plusieurs changements d'échelle, est une science en plein développement et un des enjeux majeurs de la simulation numérique appliquée aux matériaux (**cf. cours 28**).

#### Références et lectures complémentaires

- 1. R. Bunsell (ENSMP, Centre des Matériaux), *Fundamentals of Fibre Reinforced Composite Materials*, chapitre « Fibre reinforcements », IoP Publishing, Bristol, à paraître en 2004.
- 2. Pineau, D. François, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux*, Hermès, Paris, 1991, pp. 210-272.
- 3. G.E. Dieter, Jr, Mechanical Metallurgy, Mc Graw-Hill, New York, 1961, pp. 118-149
- 4. U.F. Kocks, A.S. Argon, M.F. Ashby, Thermodynamics and kinetics of slip, Progress in Materials Science, vol.19 (1975), Pergamon Press, 303 p.



Figure 1 : Structure de quelques fibres : (a) polyéthylène et polyamide ; (b) aramide (PPTA) ; (c) carbone obtenu à partir de polyacrylonitrile (PAN). Sources : (a) D.C.Prevorsek, *Polymer Science Symposium*, 32, 1971, p. 343 ; (b) M.G. Dobbs, D.J.Johnson & B.P. Saville, *Phil. Trans R. Soc. London*, A249, p. 483 ; (c) A.Oberlin, M.Guigon, chap. 4, 'The structure of carbon fibres', *Fibre Reinforcements for Composite Materials* édité par A.R.Bunsell, 1988, Elsevier, Amsterdam.



Figure 2 : (a) Durcissement en solution solide des alliages de fer cubique centrés et (b) crochet de traction résultant de l'interaction entre interstitiels et dislocations dans un acier ferritique. Source : (a) M. Grumbach, *Techniques de l'Ingénieur*, volume MB, fiche M307 (1991) ; (b) G. Murry, *Techniques de l'Ingénieur*, volume MB, fiche M300 (1993).



Figure 3 : Durcissement par la taille de grains : (a) empilement de dislocations près d'un joint de grains, créant des contraintes dans le grain d'à côté ; (b) loi de Hall et Petch sur un acier doux. Sources : (a) cliché CEA SRMA, in D. François, A. Pineau, A. Zaoui, *Comportement mécanique des matériaux*, vol. 1, Hermès, 1991, p. 235. (b) R.W.K. Honeycombe, *Steels – Microstructure and Properties*, London, Edward Arnold, 1981.



Figure 4 : Force opposée au déplacement des dislocations par des obstacles localisés (a) et comptage des obstacles (b)



Figure 5 : Contournement des précipités par les dislocations : (a) mécanisme d'Orowan ; (b) observation, par microscopie électronique en transmission, de boucles de dislocations autour des précipités dans un alliage d'aluminium (source : www.enseeg.inpg.fr)





(a)

(b)

Figure 6 : Cisaillement des précipités par les dislocations : (a) mécanisme ; (b) observation au microscope électronique en transmission (A. Pineau, M. Clavel, *Materials Science and Engineering*, 55 (1982), pp.157-171)



Figure 7 : Compétition cisaillement /contournement : (a) Données expérimentales sur du cuivre contenant des particules de cobalt, à fraction volumique constante ; (b) modélisation par les équations de Friedel et d'Orowan (lignes continues) et par simulation numérique (points) sur un superalliage base nickel (Nimonic PE 16), avec b le vecteur de Bürgers des dislocations,  $\tau_p$  la contrainte critique de cisaillement et  $\gamma = 0.0155\mu b$  ( $\mu$  module de cisaillement). D'après V. Mohles, D. Rönnpagel, E. Nembach, *Computational Materials Science* 16 (1999), pp. 145 et 148.



Figure 8 : (a) Durcissement par écrouissage d'un alliage Cu-4% O ; (b) rupture localisée, en biseau, dans un alliage d'aluminium (F désigne la force de traction appliquée pendant l'essai). Sources : (a) *ASM Handbook* vol. 2, p. 272 ; (b) F. Bron, J. Besson, A. Pineau, J.C. Ehrström, *ECF 14, Fracture Beyond 2000*, ed. A Neimitz, I.V. Rokach, D Kocanda, K Golos, EMAS, Sheffield, UK, 2002, p. 372.