

Chapitre VI :

Résultats des essais de torsion

VI. Résultats des essais de torsion

L'essentiel de notre étude concerne le comportement mécanique du tantale en torsion. Nous avons réalisé parallèlement des essais en traction et en compression. Afin de ne pas introduire de confusion entre les résultats en torsion et la compression d'une part et leur analyse d'autre part, nous n'exposons dans ce chapitre que les résultats expérimentaux relatifs à la torsion après une présentation du tantale d'étude. Chaque type d'essai a été doublé, voire triplé lorsque la dispersion était trop importante (supérieure à 10%).

VI.1. Description du tantale d'étude

VI.1.1. Elaboration et composition chimique

Le tantale d'étude provient de la société Cabot Performance Materials. La fusion par bombardement électronique assure à ce tantale une très grande pureté. Sa composition en éléments interstitiels garantie par la société Cabot est la suivante :

Ta > 99,97 %(masse)

C	<	10	ppm
O	=	33	ppm
N	<	10	ppm
H	<	5	ppm

Nb		120	ppm
Ti	<	5	ppm
Fe	<	5	ppm
Mn	<	5	ppm
Si	<	5	ppm
Sn	<	5	ppm
Ni	<	5	ppm
Cr	<	5	ppm
Ca	<	5	ppm

Al	<	5	ppm
Mo	<	5	ppm
Cu	<	5	ppm
Zr	<	5	ppm
Co	<	5	ppm
Mg	<	5	ppm
B	<	5	ppm
W		25	ppm
Na		Pas de traces	

Il est fourni sous forme de lingots de 70 mm de diamètre après avoir subi des opérations de forgeage isostatique. Il résulte de cette mise en œuvre une microstructure homogène à grains fins (cf. § VI.1.3). Ces lingots ont subi un recuit de restauration à 970°C sous vide secondaire pendant une heure pour effacer l'histoire du forgeage d'une part, et éviter les phénomènes d'écroûssage critique d'autre part (cf. § V.4.5). Des mesures effectuées avant et après traitement thermique ont permis de voir que la microdureté décroît de 186 HV avant traitement à 74 HV après traitement sous 10 kg de charge, cette dernière valeur étant caractéristique d'un tantale bien recristallisé [Studt 1979].

VI.1.2. Constantes d'élasticité

Les mesures acoustiques ont été effectuées au centre de Bruyères-le-Châtel [Nadal 1995] sur des pastilles issues des lingots après traitement thermique. A partir de ces résultats et de la connaissance du coefficient de dilatation en fonction de la température, il est possible de déterminer les différents modules d'élasticité. (cf. Annexe).

Les résultats à température ambiante sont les suivants :

Module de Young	$E = 192 \text{ GPa.}$
Module de cisaillement	$G = 72 \text{ GPa.}$
Coefficient de Poisson	$\nu = 0,34.$

Ils sont très voisins des données de la littérature [Fisher 1969] :

Module de Young	$E = 186 \text{ GPa.}$
Module de cisaillement	$G = 69 \text{ GPa.}$
Coefficient de Poisson	$\nu = 0,34.$

Le tantale étudié est très isotrope (cf. Annexe). Lorsque la température s'élève, l'évolution des différentes constantes est la suivante :

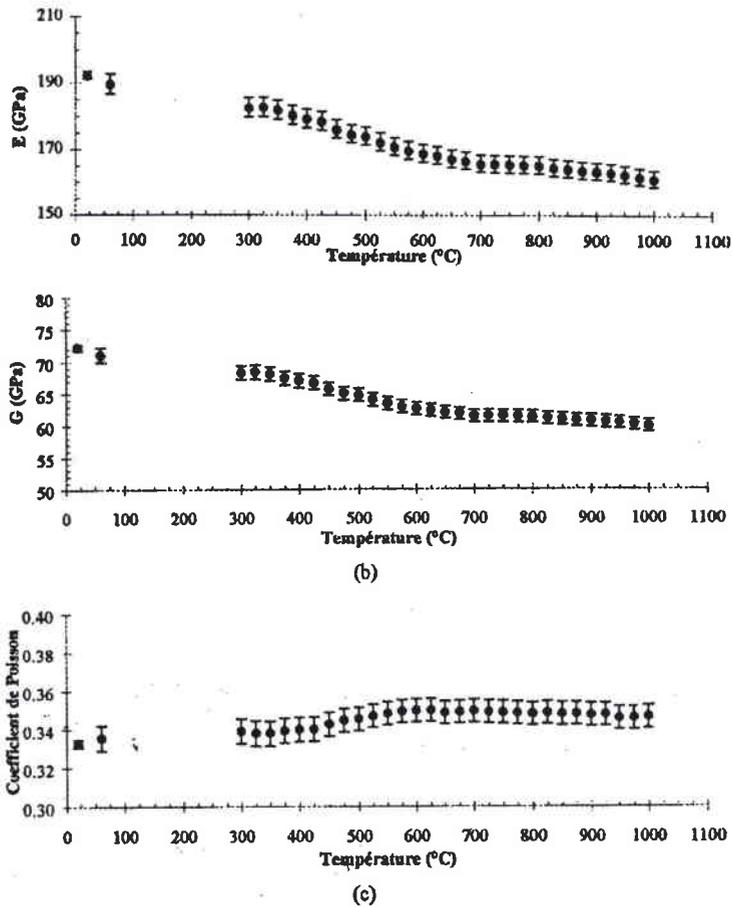


figure VI-1 : évolution des modules de Young et de cisaillement et du coefficient de Poisson en fonction de la température.

VI.1.3. Observations microscopiques

L'examen de la structure du tantale au microscope optique conduit à la mesure de la taille des grains et de leur orientation au cours de la déformation. La détermination de la taille des grains est nécessaire pour valider les résultats expérimentaux ; il faut solliciter au moins une centaine de grains simultanément pour que le comportement d'une éprouvette soit représentatif d'un matériau polycristallin.

Par analyse d'image, nous avons trouvé une taille de grains homogène se situant autour de $60 \mu\text{m}$. Pour une éprouvette de torsion environ 20 000 grains sont sollicités simultanément dans la partie utile (figure VI-2).

Nous avons essayé de mesurer au microscope électronique à transmission (M.E.T.), la densité de dislocations présente dans les échantillons. La préparation des lames minces passe par quatre étapes :

- une découpe des éprouvettes au moyen d'une scie à fil diamanté,
- un polissage mécanique de la couronne jusqu'à une épaisseur de $100\ \mu\text{m}$ environ,
- un poinçonnage en pastilles de diamètre $3\ \text{mm}$ (taille du porte-échantillon du MET),
- un polissage électrolytique à -20°C dans une solution composée à 95% d'éthanol pur et 5% d'acide sulfurique 1 molaire.

En dépit du soin apporté à la préparation des lames minces, les observations effectuées ont été très délicates car le tantale présente deux défauts majeurs pour les observations au M.E.T. Le premier est le "déchaussement" des grains pendant la phase de polissage électrolytique, avec pour conséquence des plages observables très petites. Le second est la multiplication des dislocations dans le tantale au cours de la phase de polissage mécanique. Nous ne pouvons pas avancer une valeur de densité de dislocations à partir des micrographies effectuées. Tout au plus avons-nous pu observer une évolution de la densité de dislocations et l'apparition de sous-joints lorsque l'éprouvette est déformée (*figure VI-3.*).

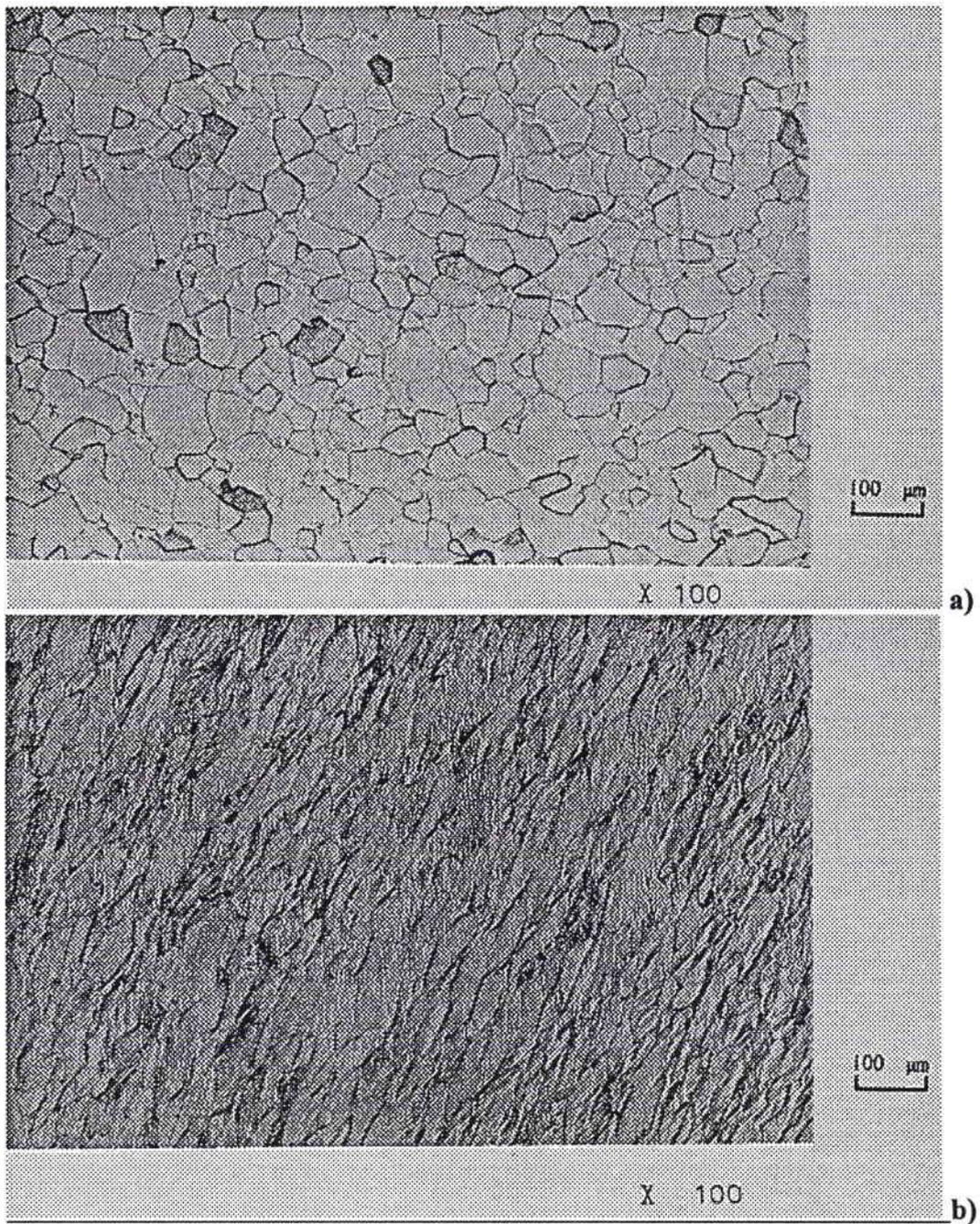


figure VI-2: microstructure d'une éprouvette de tantale (microscopie optique)

a) non déformée

*b) déformée à 70% après un chargement de 0,35 à $\dot{\gamma} = 3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
suivi d'un chargement de 0,35 à $\dot{\gamma} = 300 \text{ s}^{-1}$*

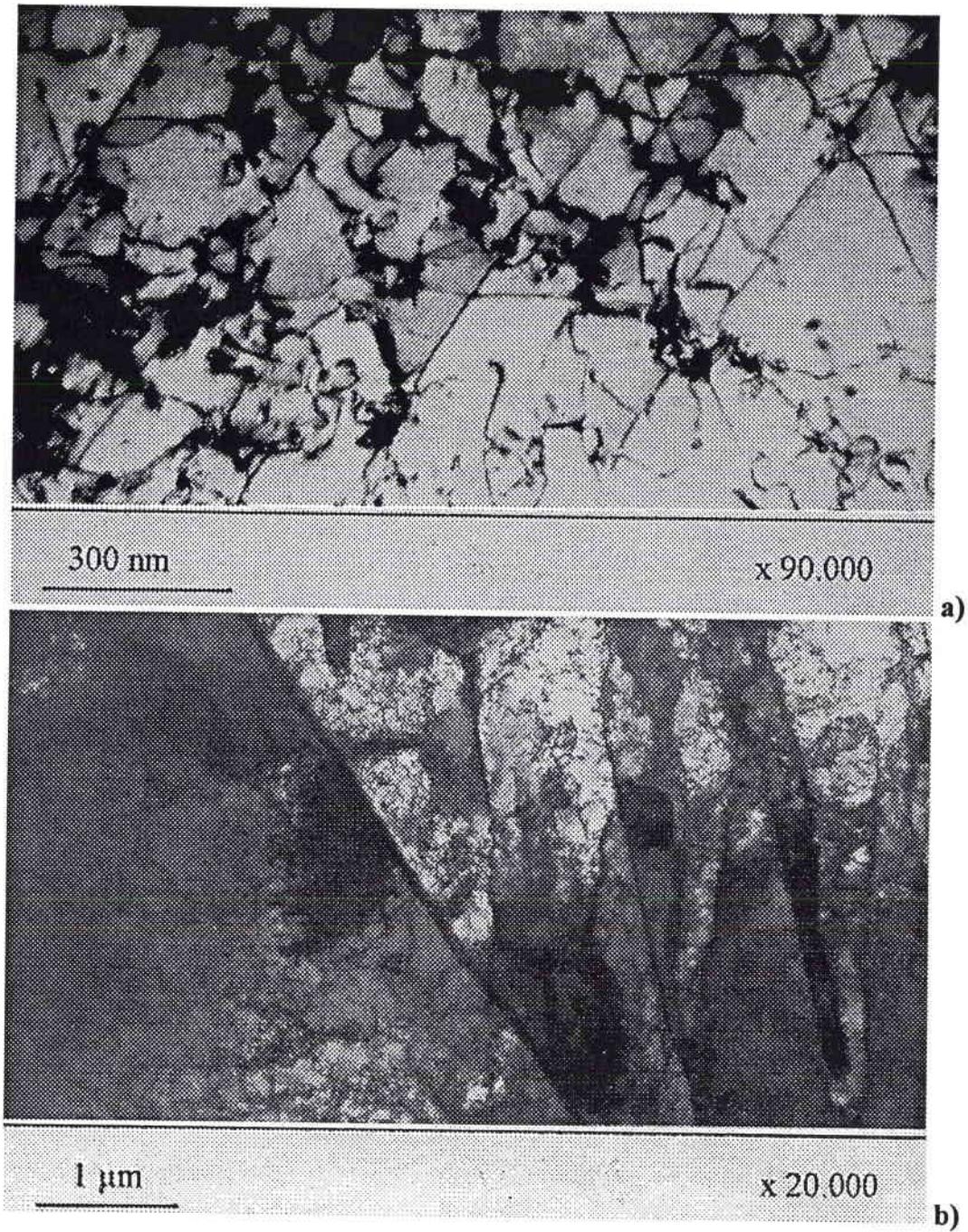


figure VI-3: microstructure d'une éprouvette de tantale (M.E.T.)

a) non déformée

*b) déformée à 70% après un chargement de 0,35 à $\dot{\gamma} = 3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
suivi d'un chargement de 0,35 à $\dot{\gamma} = 300 \text{ s}^{-1}$*

VI.2. Essais quasi statiques.

Les essais de torsion à différentes vitesses de déformation ont été réalisés au laboratoire LPMM de l'Université de Metz sur une machine Zwick de torsion. Cette machine hydraulique asservie en déplacement a une sensibilité minimale de $0,75 \text{ Nm}$ et peut délivrer un couple de 150 Nm pour une rotation maximale de 100° . De plus, elle est munie d'un second vérin hydraulique permettant d'opérer des essais de compression et de traction.

Le schéma de principe est donné sur la figure VI-4.

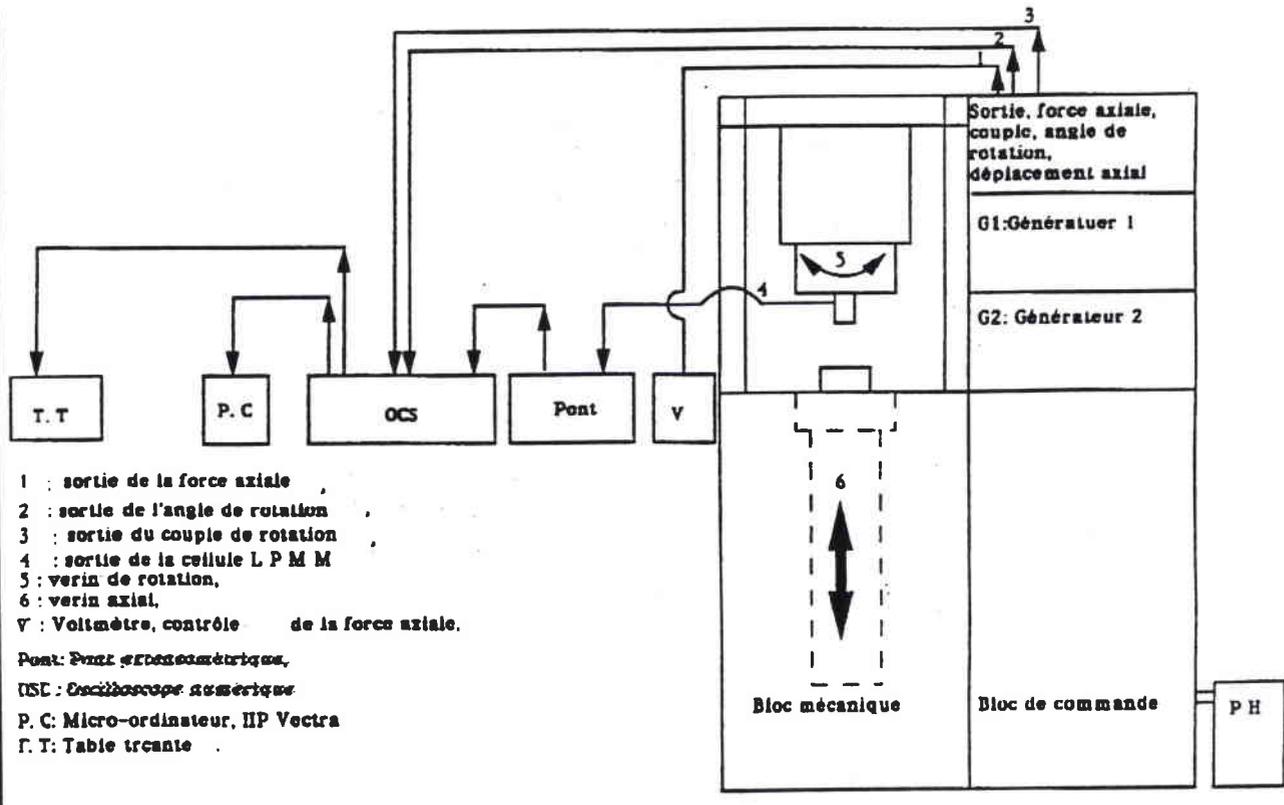


figure VI-4 : dispositif de torsion quasi statique.

Les tensions de sortie correspondant au couple et à l'angle de rotation sont enregistrés sur un numériseur Gould type 1604.

Les essais quasi statiques recouvrent une large plage de vitesses de déformation en cisaillement $\dot{\gamma}$: $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $1,5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $1,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $1,5 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ et $1,5 \text{ s}^{-1}$.

Les courbes obtenues après traitement des signaux (cf. Annexe) sont les suivantes (figure VI-5) :

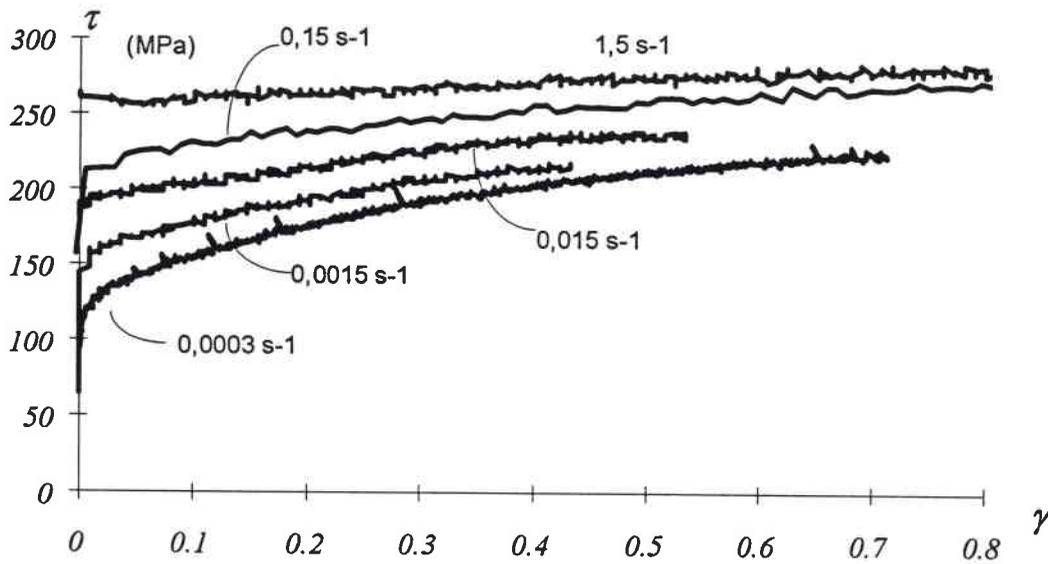


figure VI-5 : courbes de consolidation du tantale en torsion à différentes vitesses de déformation.

VI.3. Essais dynamiques.

Grâce aux barres de Hopkinson utilisées en torsion du CEA/DAM décrites au chapitre IV, nous avons réalisé à température ambiante des essais à une vitesse de cisaillement d'environ 300 s^{-1} . Nous nous sommes limités à cette vitesse de déformation. En effet, lorsqu'on augmente la vitesse de déformation le matériau tend à s'adoucir. Ceci conduit à des hétérogénéités de déformation, ce qui nuit à la validité du traitement des données. Afin de déterminer l'influence du trajet de chargement, nous avons effectué une gamme de sauts de vitesses. Dans un premier temps, nous avons réalisé des sauts "statique/dynamique" de $3 \cdot 10^{-4}$ à 300 s^{-1} et de $1,5 \cdot 10^{-2}$ à 300 s^{-1} à différents stades de déformation ($0,05$; $0,1$; $0,2$; $0,3$ et $0,36$). Dans un second temps nous avons opéré des sauts "dynamique/statique" à des taux de déformation de $0,18$ et $0,36$. Il faut noter que les sauts "statique/dynamique" s'effectuent en continu, le chargement dynamique venant se superposer au chargement statique. En revanche, au cours des expériences "dynamique/statique", l'éprouvette est déchargée à la fin de l'essai dynamique, puis elle est tordue de manière quasi statique après une attente de quelques minutes pour des raisons techniques. Cela permet de ramener la température dans l'échantillon à l'ambiante.

Lors des chargements dynamiques, la déformation n'est pas homogène sur l'ensemble de l'échantillon en début d'essai. On estime généralement qu'une dizaine d'allers et retours des ondes de contraintes dans l'échantillon sont nécessaires pour atteindre un régime quasi équilibré. Dans le cas d'une éprouvette de tantale de longueur $4,5 \text{ mm}$, ce régime est atteint en une quarantaine de microsecondes ce qui correspond à la durée de montée du front d'ondes. Nous considérons ainsi que les résultats sont donc exploitables depuis le début de l'enregistrement.

Les courbes de consolidation des essais réalisés sont synthétisées dans les graphiques suivants : (figures VI-6 à VI-9)

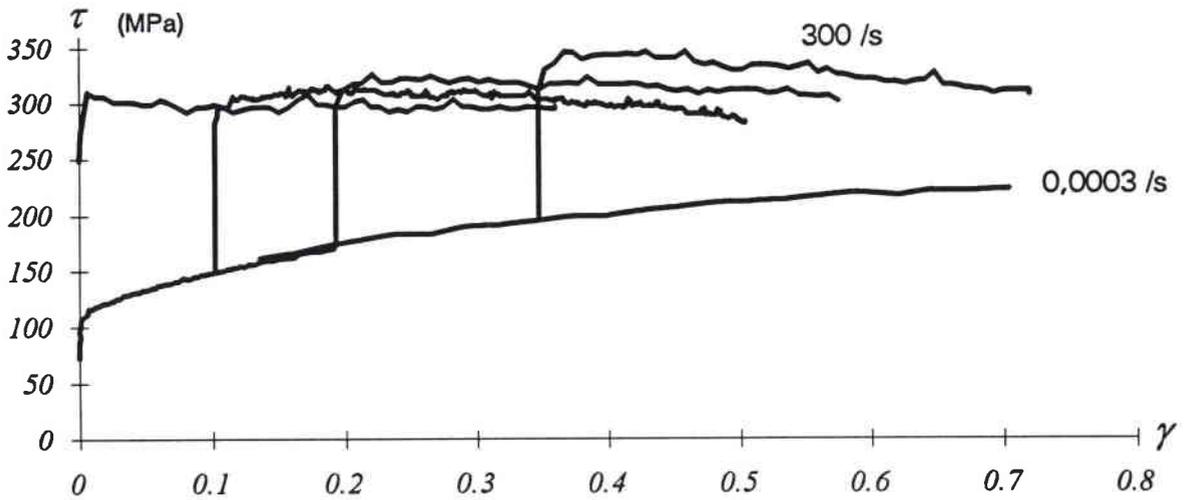


figure VI-6 : courbes de consolidation du tantale en torsion à 300 s^{-1} en chargement simple et après un pré-écrouissage à $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ de 0,1 ; 0,2 ; 0,36.

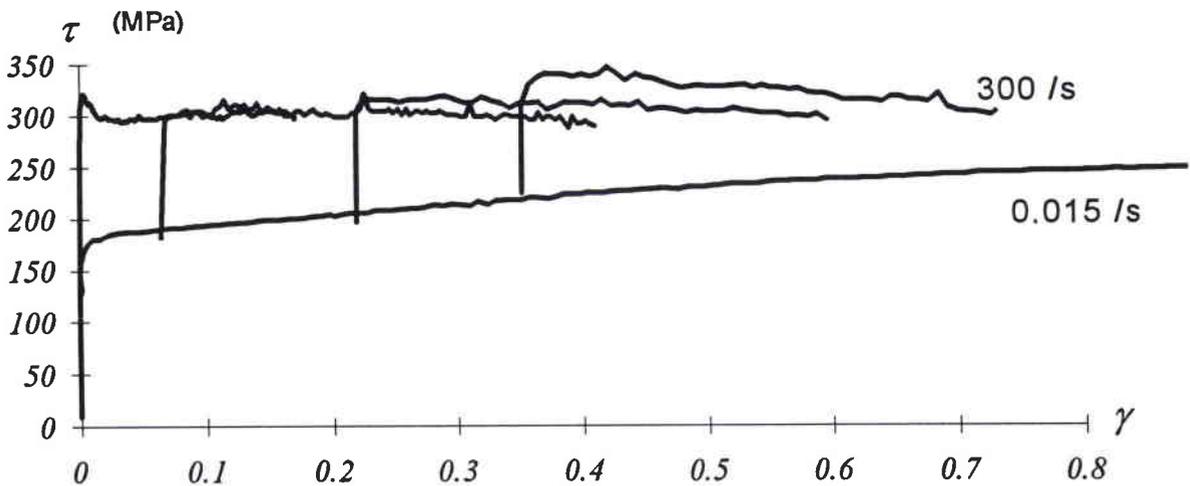


figure VI-7 : courbes de consolidation du tantale en torsion à 300 s^{-1} en chargement simple et après un pré-écrouissage à $1,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ de 0,06 ; 0,21 ; 0,36

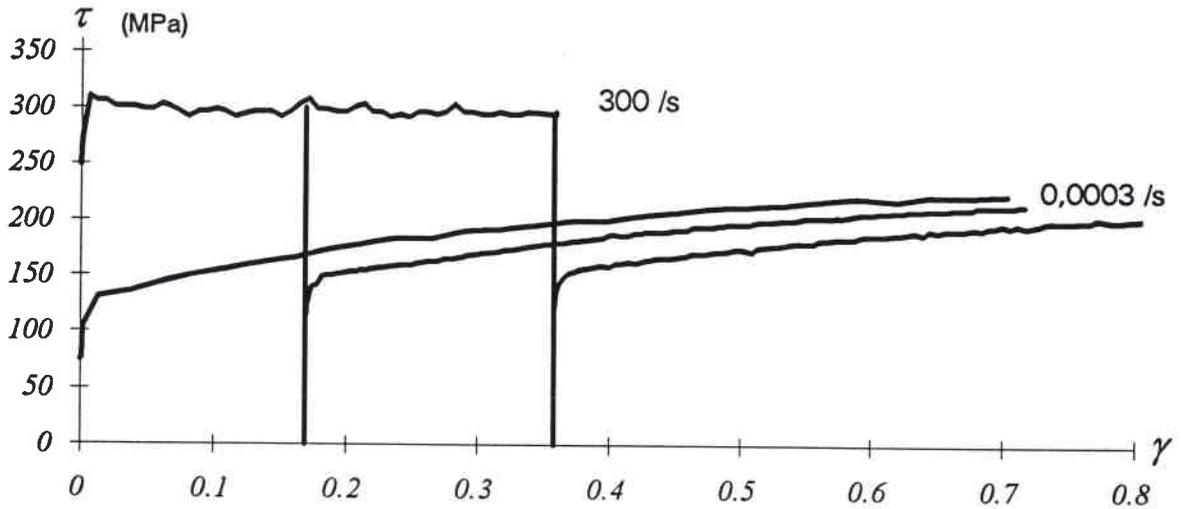


figure VI-8 : courbes de consolidation du tantale en torsion $3.10^{-4} s^{-1}$ après un pré-écrouissage à $300 s^{-1}$ de 0,18 et 0,36.

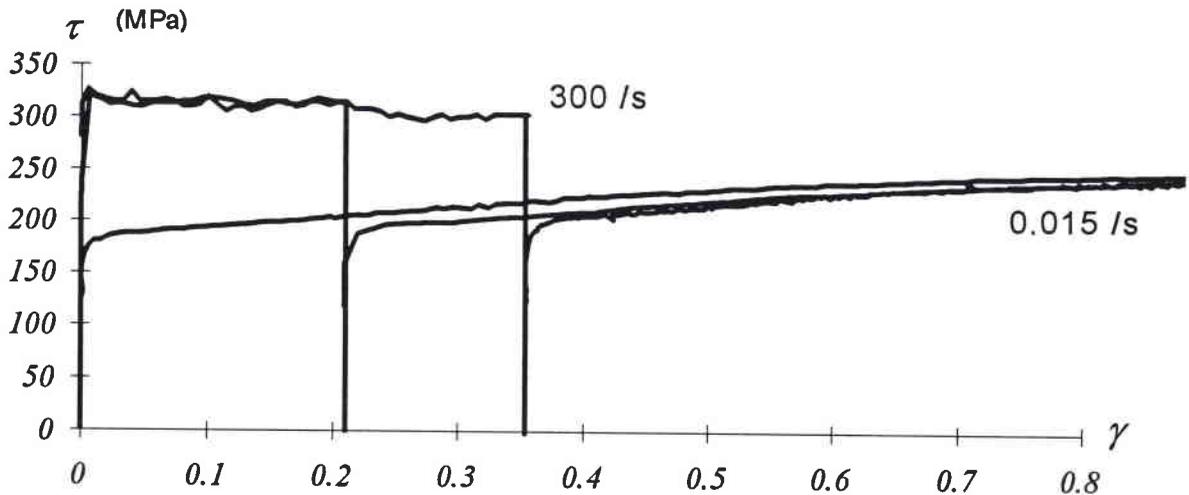


figure VI-9 : courbes de consolidation du tantale en torsion à $1,5.10^{-2} s^{-1}$ après un pré-écrouissage à $300 s^{-1}$ de 0,18 et 0,36.

Les courbes dynamiques sont adiabatiques : le transfert de chaleur n'a pas le temps de s'effectuer au cours de l'essai. Pour évaluer l'adoucissement dû à l'élévation de température, nous avons réalisé une série d'essais dynamiques sur une même éprouvette. Nous obtenons un

adoucissement de 19 MPa pour un taux de déformation de 0,36. En considérant que la majeure partie du travail fourni (environ 95%) pour déformer plastiquement l'échantillon est dissipé en chaleur, nous pouvons calculer l'élévation de température ΔT au sein de l'échantillon à tout niveau de la déformation :

$$\Delta T(\gamma) = \frac{0,95}{\rho_{Ta} c_p} \int_0^\gamma \tau(\psi) d\psi$$

où ρ_{Ta} est la masse volumique du tantale, $\rho_{Ta} = 16000 \text{ kg.m}^{-3}$
 c_p est sa chaleur spécifique. $c_p = 135 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

Pour un taux de déformation de 0,36, l'élévation de température est donc d'environ 40 K.

Nous obtenons une sensibilité à la température $\frac{\partial \tau}{\partial T} \cong \frac{\Delta \tau}{\Delta T} = 0,475 \text{ MPa.K}^{-1}$.

Comme cette élévation de température est faible, on peut supposer que ce coefficient de sensibilité à la température varie peu au cours de l'essai. La contrainte pour une courbe isotherme se déduit alors de celle déterminée pour une courbe adiabatique par la formule :

$$\tau_{isoth}(\gamma) = \tau_{adiab}(\gamma) + \frac{0,95}{\rho_{Ta} c_p} \int_0^\gamma \tau_{adiab}(\psi) d\psi * \frac{\partial \tau}{\partial T}$$

Nous obtenons les courbes adiabatiques corrigées dites "isothermes" (figures VII-10 et VII-11) :

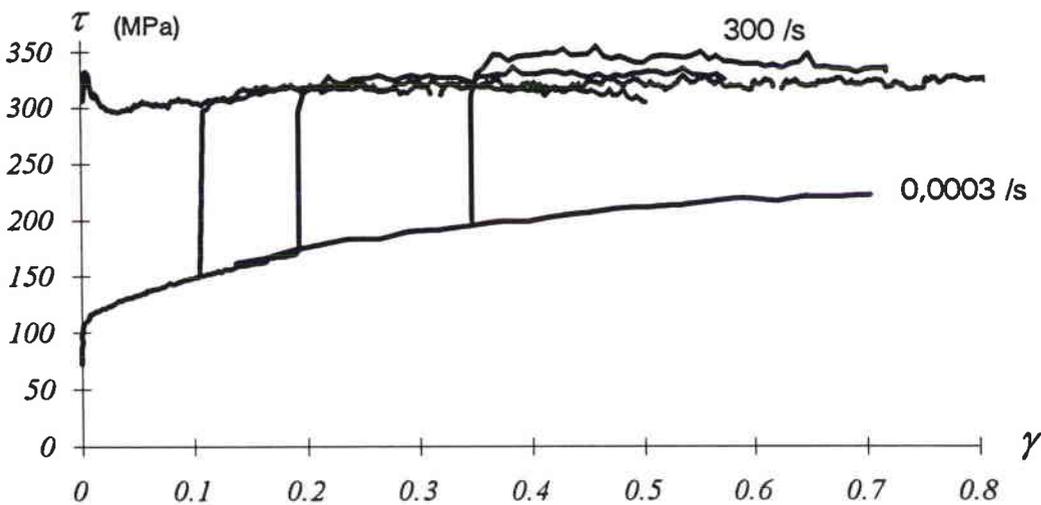


figure VI-10 : courbes "isothermes" de saut de vitesse de $3 \cdot 10^{-4}$ à 300 s^{-1} après un pré-écrouissage de 0,1 ; 0,2 ; 0,36

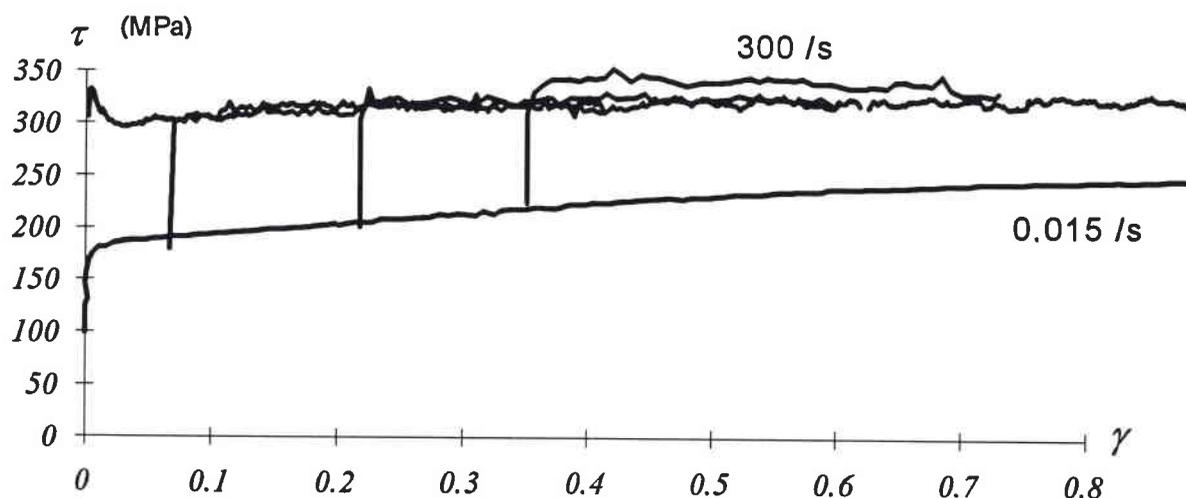


figure VI-11 : courbes "isothermes" de saut de vitesse de $1,5 \cdot 10^{-2}$ à 300 s^{-1} après un pré-écrouissage de 0,1 ; 0,2 ; 0,36

VI.4. Observations préliminaires

Il ressort des essais effectués que la vitesse de déformation a une très grande influence sur le comportement mécanique du tantale. Comme nous l'avons souligné dans le chapitre V, la limite d'élasticité du tantale augmente de façon notable avec la vitesse de déformation. La figure VI-12 obtenue à partir des différents essais présentés dans ce chapitre illustre cette influence.

Nous pouvons souligner les points suivants.

1° La limite d'élasticité inférieure croît presque linéairement en fonction de la vitesse de déformation (*figure VI-12*). La sensibilité instantanée à la vitesse vaut $\lambda = \frac{\partial \tau^*}{\partial \ln(\dot{\gamma})} \approx 13 \text{ MPa}$.

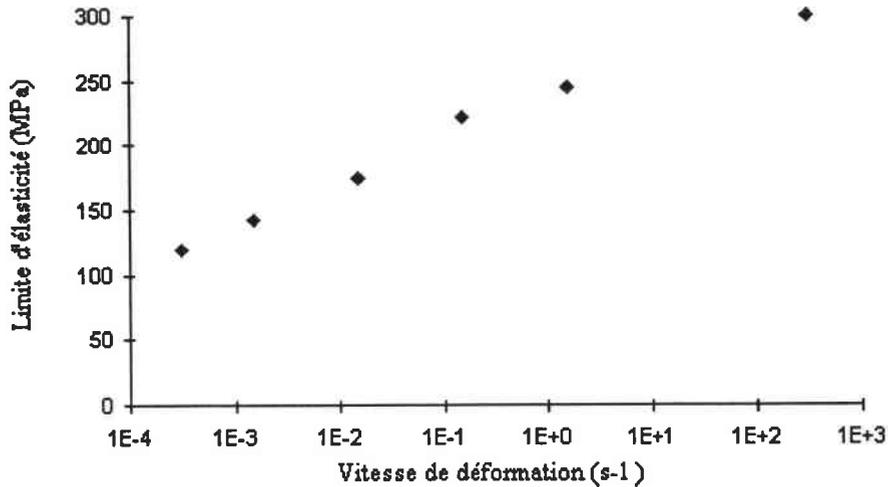


figure VI-12 : évolution de la limite d'élasticité inférieure en fonction de la vitesse de déformation :

2°) L'écroûissage décroît fortement avec la vitesse de déformation ce qui est conforme aux données publiées dans la littérature (*cf. § V*).

3°) Sur les courbes de saut de vitesse, les parties de courbe après saut montrent une évolution vers les courbes obtenues à vitesse constante. Cela semble indiquer que la microstructure tend vers un état de saturation dépendant de la vitesse de déformation.

4°) Après un saut de vitesse "dynamique/statique", la seconde partie de la courbe est située au dessous de la courbe à vitesse quasi statique constante. Vice versa, la contrainte d'écoulement après un saut "statique/dynamique" est supérieure de celle obtenue sur un essai à vitesse dynamique constante. Les états microstructuraux atteints à un même taux de déformation pour deux vitesses de déformation différentes sont donc distincts.

5°) La sensibilité à la vitesse est à peu près constante au cours de la déformation. Nous mesurons une variation de 125 MPa pour les sauts de 0,015 à 300 s⁻¹ et de 185 MPa pour les saut de 0,0003 à 300 s⁻¹

6°) La courbe dynamique montre un pic d'élasticité. Ce pic peut être expliqué par une très forte création de dislocations mobiles qui "relâche" le matériau. En revanche, nous n'observons pas ce pic après un saut "dynamique/statique". L'analyse plus poussée des résultats du chapitre suivant nous donne une explication à ce phénomène.

Chapitre VII :

Analyse des résultats