



**HAL**  
open science

# Texture, microstructure et propriétés d'un alliage Fe-40Al à grains fins obtenus par métallurgie des poudres et extrusion : influence des paramètres du procédé et de traitements thermiques

Sébastien Lenhard

## ► To cite this version:

Sébastien Lenhard. Texture, microstructure et propriétés d'un alliage Fe-40Al à grains fins obtenus par métallurgie des poudres et extrusion : influence des paramètres du procédé et de traitements thermiques. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 2001. Français. NNT : 2001METZ028S . tel-01748960

**HAL Id: tel-01748960**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01748960>**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE  
ET PRODUCTIQUE

# THESE

Présentée à



UNIVERSITE DE METZ

Par

**Sébastien LENHARD**

Pour l'obtention du grade de :

**DOCTEUR de L'UNIVERSITE de METZ**

SPECIALITE : *Sciences de l'Ingénieur*

OPTION : *Sciences des Matériaux*

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	20010835
Cote	S/M7 01/28
Loc	magasin

**TEXTURE, MICROSTRUCTURE ET PROPRIÉTÉS D'UN  
ALLIAGE Fe-40Al À GRAINS FINS OBTENU PAR  
MÉTALLURGIE DES POUDRES ET EXTRUSION : INFLUENCE  
DES PARAMÈTRES DU PROCÉDÉ ET DE TRAITEMENTS  
THERMIQUES**

**Soutenu le 5 octobre 2001 à Metz devant un jury composé de :**

MM. R. SCHWARZER E. GAFFET	Professeur à l'Université de Clausthal (Allemagne) Chargé de recherches au CNRS, UTBM Belfort	Rapporteur Rapporteur
MM J.P. MORNIROLI W. SKROTZKI R. BACCINO A. HAZOTTE	Professeur à l'Université de Lille 1 Professeur à l'Université de Dresde (Allemagne) Ingénieur, CEA/CEREM Grenoble Professeur à l'Université de Metz	Examinateur Examinateur Examinateur Membre invité
MM F. WAGNER T. GROSDIDIER	Professeur à l'Université de Metz Maître de Conférences, UTBM Belfort	Directeur de Thèse Directeur de Thèse

*Laboratoire d'Études des Textures et Applications aux Matériaux – CNRS UMR 7078*

*Ile du Saulcy 57045 METZ Cedex 01*

*A la mémoire de mon grand-père*

*A Cathia*

*A ceux que j'aime*



## Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire d'Etudes des Textures et Application aux Matériaux (LETAM CNRS UMR 7078), qui fait partie de l'Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique de l'université de Metz, en collaboration avec le Centre de Recherche et d'Etudes sur les Matériaux du Commissariat à l'Energie Atomique (CEA/CEREM) de Grenoble.

Je souhaite remercier en premier lieu Messieurs les rapporteurs, E. Gaffet, chargé de recherches au CNRS à l'UTBM de Belfort, et R. Schwarzer, professeur à la TU de Clausthal, pour le temps et l'attention qu'ils ont accordé à la lecture de mon manuscrit et pour les commentaires critiques qu'ils y ont apporté. Je voudrais ensuite remercier les membres du jury Messieurs R. Baccino, responsable d'équipes de recherches au CEA à Grenoble, A. Hazotte, professeur au LETAM, J.P. Mornioli, Professeur à l'université de Lille I et W. Skrotzki, professeur à la TU de Dresde, pour l'intérêt qu'ils ont porté à ma thèse.

Je tiens en particulier à exprimer ma profonde reconnaissance à Monsieur le professeur F. Wagner, directeur du LETAM et directeur de thèse, pour m'avoir accepté sous sa responsabilité, pour son soutien, son expérience et la confiance qu'il m'a accordée.

Toute ma reconnaissance va également à Monsieur T. Grosdidier, maître de conférence à l'UTBM de Belfort et co-directeur de thèse, pour son encadrement, sa grande disponibilité, sa compétence et sa sympathie.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur le professeur M. Humbert pour les discussions intéressantes et fructueuses que nous avons eues.

Je remercie le CEA / CEREM de Grenoble pour son aide technique (extrusion) et en particulier Messieurs S. Revol et C. Labonne pour les caractérisations mécaniques.

Enfin, j'adresse ma reconnaissance et mon amitié à l'ensemble de l'équipe du LETAM, maîtres de conférences, chargé de recherche, personnel technique et bien entendu à tous les thésards pour leur aide, leur soutien, leurs encouragements et leur bonne humeur.

# SOMMAIRE

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Chapitre I : Etat de l'art</b> .....	3
<b>I 1. Les alliages intermétalliques et les aluminures</b> .....	4
<b>I 1.1. Les alliages intermétalliques FeAl</b> .....	5
<b>I 2. Alliages intermétalliques FeAl de structure ordonnée B<sub>2</sub></b> .....	6
<b>I 2.1. Structure cristallographique</b> .....	6
<b>I 2.2. Défauts structuraux</b> .....	7
<i>I 2.2.1. Défauts constitutionnels</i> .....	7
<i>I 2.2.2. Lacunes thermiques</i> .....	8
<i>I 2.2.3. Dislocations dans FeAl</i> .....	9
<b>I 2.3. Propriétés mécaniques particulières</b> .....	10
<i>I 2.3.1. Effet des lacunes thermiques</i> .....	10
<i>I 2.3.2. Systèmes de glissement et anomalie de la limite élastique</i> .....	11
<i>I 2.3.3. Mécanismes de rupture</i> .....	13
<u>I 2.3.3.1 Transition ductile / fragile</u> .....	13
<u>I 2.3.3.2. Origine de la fragilité</u> .....	14
<i>I 2.3.4. Remède à la faible ductilité</i> .....	16
<b>I 3. Les textures obtenues dans FeAl de structure B<sub>2</sub></b> .....	20
<b>I 4. Développement de l'alliage FeAl40Grade 3</b> .....	23
<b>Chapitre II : Approche expérimentale</b> .....	26
<b>II.1 Elaboration de l'alliage FeAl40 Grade 3</b> .....	27

<b>II.2 Outils de caractérisation</b> .....	28
<b>II.2.1 Microscopie optique et électronique à balayage</b> .....	28
<b>II.2.2 Microscopie en transmission</b> .....	28
<b>II.2.3 Analyse quantitative d'image</b> .....	28
<i>II.2.3.1 Détermination de la taille et du facteur de forme</i> .....	28
<b>II.3 Mesure et exploitation de figures de pôles</b> .....	31
<b>II.3.1 Le concept</b> .....	31
<b>II.3.2. Méthodes de mesure</b> .....	33
<i>II.3.2.1. Mesure d'orientations individuelles</i> .....	33
<i>II.3.2.2. Mesure de figures de pôles</i> .....	34
<b>II.3.3. Calcul de la Fonction de Densité des Orientations</b> .....	36
<i>II.3.3.1. Développement en série de la fonction de densité de pôles</i> .....	36
<i>II.3.3.2. Développement de la fonction de densité des orientations sur la base des harmoniques sphériques généralisé</i> .....	36
<b>II.3.4. Représentation de la fonction densité des orientations</b> .....	38
<b>II.3.5. Spécificité des mesures effectuées sur les barreaux de FeAl 40</b> .....	40
<b>II.3.6 Le modèle de TAYLOR</b> .....	43
<b>II.3.7 Estimation du module d'Young à partir de la texture</b> .....	44
<b>II.4 Essais mécaniques</b> .....	48

## **Chapitre III : Influence des paramètres expérimentaux sur la microstructure et les propriétés mécaniques (Matériau FeAl40 Grade 3)**..... 49

<b>III 1. Influence de la température d'extrusion</b> .....	50
<b>III 1.1. Texture – Microstructure</b> .....	50
<i>III 1.1.1. Analyse microstructurale</i> .....	50
<i>III 1.1.2. Analyse expérimentale des textures</i> .....	61
<u>III 1.1.2.1. Analyse globale</u> .....	61
<u>III 1.1.2.2. Analyse locale</u> .....	63
<i>III 1.1.3. Modélisation et analyse théorique des textures</i> .....	64

III 1.2. Propriétés mécaniques.....	67
III 1.2.1. Allure des courbes de traction.....	67
III 1.2.2. Evolution des propriétés mécaniques.....	68
III 1.2.3. Transition élasto-plastique.....	71
III 1.3. Analyse des faciès de rupture.....	73
III 2. Influence du rapport d'extrusion.....	79
III 2.1. Texture – Microstructure.....	79
III 2.1.1. Microstructure.....	79
III 2.1.2. Textures expérimentales.....	81
III 2.1.3. Modélisation (Textures calculées).....	81
III 2.2. Propriétés mécaniques.....	83
III 3. Discussion.....	85
III 3.1. Formation des textures et microstructures dans les barreaux extrudés..	85
III 3.1.1. Microstructures.....	85
III 3.1.2. Textures et propriétés élastiques.....	87
III.3.2.1. Relations texture – propriétés élastiques.....	89
III 3.2. Relation microstructure – propriétés.....	91
Chapitre IV : Influence des traitements thermiques.....	97
IV 1. Introduction.....	98
IV 2. Suivi de la transformation pendant les cycles thermiques.....	98
IV 3. Evolution des microstructures et textures à haute température....	101
IV 3.1. Echantillon cyclé lentement à 1220°C (non recristallisé).....	101
IV 3.1.1. Microstructure.....	101
IV 3.1.2. Textures.....	103
IV 3.2 Echantillon cyclé lentement à 1300°C (entièrement recristallisé).....	104
IV 3.2.1. Microstructure.....	104
IV 3.2.2. Textures.....	106
IV 3.3. Echantillons partiellement recristallisés.....	106
IV 4. Discussion.....	111

<b>Chapitre V : Approche « composite »</b> .....	114
<b>V 1. Texture et microstructure d'un barreau élaboré à partir de         poudre non broyée</b> .....	116
<b>V 2. Texture et microstructure de barreaux élaborés à partir d'une         poudre composite</b> .....	119
<b>V 3. Discussion</b> .....	123
<b>Chapitre VI : Conclusion et perspectives</b> .....	126
<b>Références bibliographiques</b> .....	128
<b>Résumé</b> .....	133
<b>Abstract</b> .....	134
<b>Zusammenfassung</b> .....	135

## Introduction

Les alliages intermétalliques constituent une classe de matériaux dont les propriétés particulières ont suscité un intérêt grandissant de la part des chercheurs au cours des dernières décennies. Parmi eux, les aluminures de fer se distinguent comme des matériaux ayant un important potentiel pour des applications à des températures intermédiaires, spécialement là où leur densité réduite et leur résistance à l'oxydation et à la corrosion leur donne un net avantage par rapport aux aciers inoxydables et aux superalliages.

Les premières études portant sur l'alliage FeAl de structure  $B_2$ , dans les années 1960, avaient pour objectif de permettre l'emploi de ces alliages afin de réaliser des gaines pour combustible nucléaire. Cependant leur fragilité et leur ductilité réduite à température ambiante, commune à de nombreux intermétalliques, ont compromis ce dessein.

Les études dans le but de développer des applications dans le domaine aéronautique ont d'abord été relancées dans les années 1980 par la NASA. Une campagne d'études réalisée par le CEA a permis de trouver dans un premier temps une solution au problème de fragilité des alliages intermétalliques Fe-40%at. Al. En effet, un ajout de quelques ppm at. de bore et de zirconium renforçant les joints de grains, associé à une élaboration incluant une étape de mécanosynthèse permettant de réduire la taille de grains, mène à l'obtention d'un alliage Fe-40%at. Al dont les caractéristiques avoisinent déjà les spécifications requises pour des applications industrielles. Cet alliage, appelé FeAl40 Grade 3, est maintenant disponible sous forme de barres extrudées.

Dans l'ambition de réaliser certaines applications industrielles, il serait nécessaire d'améliorer la rigidité des barreaux extrudés, sans pour autant affecter de manière importante les autres propriétés jugées satisfaisantes. Les propriétés élastiques de la structure cristallographique des alliages FeAl étant très anisotropes, l'amélioration de la rigidité de pièces en FeAl40 Grade 3 passe nécessairement par une prise en compte des textures cristallographiques. Jusqu'à aujourd'hui peu de travaux ont été consacrés à l'analyse des textures et des mécanismes régissant la formation de ces dernières lors de l'élaboration et de la sollicitation des alliages FeAl. Or, la connaissance et la compréhension des paramètres influençant la formation de la microstructure et des textures sont nécessaires pour espérer apporter les modifications nécessaires à l'obtention d'un matériau aux propriétés optimales.

Dans ce contexte, ces travaux représentent la première étude approfondie, portant sur les textures dans des matériaux intermétalliques, réalisée au LETAM. Son objectif est de

mieux comprendre l'effet de paramètres thermiques et mécaniques sur la microstructure, le comportement mécanique et la texture de FeAl 40 Grade 3.

Le but poursuivi ici, en collaboration avec le CEA, est en particulier de modifier certains des paramètres du procédé d'élaboration existant et d'explorer les possibilités d'optimisation offertes par des traitements thermiques simples. Plusieurs voies ont ainsi été expérimentées. Tout d'abord, le rapport et la température d'extrusion, qui sont des paramètres clés de l'étape de densification des alliages, ont été modifiés. Ensuite, différents mélanges de poudres ont été utilisés pour l'élaboration des alliages. Finalement, le potentiel de traitements thermiques simples a été évalué.

Le présent mémoire est donc composé de six parties. Le chapitre I est un chapitre bibliographique qui présente les connaissances déjà acquises concernant les propriétés de FeAl et le développement de l'alliage FeAl40 Grade 3.

Le second chapitre décrit les techniques expérimentales utilisées pour réaliser cette étude. Le rôle de la température et du rapport d'extrusion sur la microstructure et les textures seront examinés au chapitre III. Les propriétés associées seront analysées dans ce même chapitre.

Ensuite, le chapitre IV analyse l'évolution des textures et des microstructures suite à différents traitements thermiques.

Le chapitre V traite des modifications apportées au matériau en termes de texture, de microstructure et de propriétés mécaniques suite à l'extrusion de poudres dont les caractéristiques initiales sont modifiées.

Enfin, le chapitre VI présentera les conclusions de ce travail et les perspectives de poursuite d'études sur le matériau FeAl40 Grade 3.

## I Etat de l’art

*Ce premier chapitre a pour but de familiariser le lecteur avec le sujet de ce travail par l’intermédiaire d’un rapide tour d’horizon sur les connaissances déjà acquises par d’autres chercheurs dans le domaine des intermétalliques, des aluminures et des alliages FeAl en particulier.*

*D’abord, le terme intermétallique sera défini et les origines des propriétés spécifiques de ce type de matériaux seront présentées. Ces propriétés confèrent certains avantages aux intermétalliques et aux aluminures. L’emploi des intermétalliques, comme matériau de remplacement pour des applications industrielles, devient alors envisageable sous certaines conditions. Parmi l’ensemble des intermétalliques, le cas des alliages FeAl sera considéré un peu plus en détail.*

*Après cette première présentation assez générale, le second paragraphe sera uniquement consacré aux caractéristiques des alliages FeAl de structure ordonnée  $B_2$ . Ainsi, la structure cristallographique, les différents types des défauts, les propriétés mécaniques, leurs origines et leurs améliorations possibles seront présentés.*

*Le troisième paragraphe regroupe différents résultats de la littérature concernant les analyses de textures. Ces analyses ont toutes été réalisées sur des alliages FeAl de structure  $B_2$ , cependant les procédés d’élaboration et les traitements thermiques de ces alliages sont assez diversifiés.*

*Le dernier paragraphe présente les motivations ayant poussé au développement de l’alliage FeAl40 Grade 3, un court historique de ce développement ainsi qu’un comparatif de ses caractéristiques mécaniques spécifiques avec celles d’autres alliages.*



# I 1. Les alliages intermétalliques et les aluminures

Un intermétallique est un composé constitué de deux ou plusieurs éléments métalliques possédant une structure cristallographique, généralement ordonnée, différente de celle des éléments qui le composent. Les intermétalliques sont formés grâce à des forces de liaison entre les atomes de nature différentes (A-B) qui sont plus importantes que celles entre atomes similaires (A-A ou B-B). Les atomes ont alors tendance à occuper des sites particuliers aboutissant à la formation de surstructures ou de structures ordonnées à longue distance [LIU 84]. La grande intensité des forces de liaison entre les atomes est à l’origine de la température de fusion élevée des intermétalliques.

Le terme composé intermétallique se rapporte à un alliage de composition stochiométrique, dans les autres cas il y a lieu de parler d’alliage intermétallique. Le domaine d’existence d’un alliage intermétallique peut varier en température et en composition.

L’agencement des atomes et les fortes liaisons qui les lient confèrent aux alliages intermétalliques de nombreuses propriétés spécifiques leur permettant de trouver des applications dans de nombreux domaines. Leur structure ordonnée et stable permet l’utilisation de ces alliages à des températures élevées proches de  $0,7 T_f$  (température de fusion). En effet, la détérioration de leurs propriétés mécaniques est moins rapide que pour d’autres alliages lorsque la température de sollicitation augmente. Les faibles coefficients d’autodiffusion des intermétalliques leur confèrent également une résistance au fluage appréciable.

Depuis les années 1970 de nombreuses recherches sur les alliages intermétalliques ont été effectuées, notamment pour des applications à haute température dans le domaine de l’aéronautique. Il s’agit dans ce dernier cas de remplacer les superalliages à base nickel ou cobalt qui sont d’une part assez lourds (leur densité se situe entre 9 et 10 g.cm<sup>-3</sup>) et d’autre part les métaux utilisés dans ces alliages tels que le nickel, le chrome, le niobium, etc. sont relativement coûteux.

Les aluminures sont l’une des familles d’intermétalliques qui présentent un potentiel élevé pour des applications à haute température. Il s’agit là d’intermétalliques élaborés à partir d’un métal de transition (Fe, Ni, Ti, Co) et d’aluminium. De part cette présence d’aluminium, les aluminures sont des alliages relativement légers. La densité de FeAl est de 5,4g.cm<sup>-3</sup>, celle d’un acier de 7,9 g.cm<sup>-3</sup>. Une comparaison avec des matériaux courants fait apparaître que les grandeurs spécifiques (ramenées par unité de masse) des aluminures sont plus élevées.

Outre le fait que les aluminures ont des températures de fusion élevées, leur bonne résistance à la corrosion permet de les utiliser dans des milieux agressifs tels que les gaz

de combustion des turbines mais aussi de réaliser des échangeurs de chaleur par exemple. La possibilité d’augmenter la température de service des pièces de structure dans les turbines permet des gains de rendement. De plus, l’emploi d’alliages légers entraîne une réduction du poids des structures et ainsi des contraintes supportées par des pièces tournantes.

Cependant de nombreux intermétalliques ont un inconvénient important : leur fragilité à température ambiante, qui a pour conséquence de limiter leur utilisation industrielle. Afin d’autoriser une certaine ductilité à température ambiante, plusieurs procédés peuvent être mis en œuvre notamment :

- la métallurgie des poudres ou la solidification rapide, qui permettent d’obtenir des tailles de grains réduites (inférieures au  $\mu\text{m}$ )
- l’ajout d’éléments, en quantités réduites, tels que le zirconium ou le bore qui ont tendance à renforcer les joints de grains et à modifier le mode de rupture des échantillons.

Ces aspects seront considérés plus en détail au paragraphe I 3.3.4.

### **I 1.1. Les alliages intermétalliques FeAl**

Le système Fe-Al (cf. figure I-1) possède au total six phases intermétalliques, dont quatre ayant un domaine de stabilité plutôt réduit :  $\epsilon$ ,  $\zeta\text{-FeAl}_2$ ,  $\eta\text{-Fe}_2\text{Al}_5$  et  $\theta\text{-FeAl}_3$ . De nombreuses études s’intéressent aux aluminures de fer et en particulier aux deux autres phases intermétalliques du système FeAl, dont le domaine de composition est plus large. Il s’agit de  $\text{Fe}_3\text{Al}$ , de structure  $\text{DO}_3$ , et de FeAl, de structure  $\text{B}_2$  (présenté plus en détail dans le sous paragraphe suivant). Les principaux avantages de ces deux alliages sont :

- une densité peu élevée, comprise entre 5,4 et 6,7  $\text{g.cm}^{-3}$ .
- une résistance à la corrosion et à l’oxydation appréciable.
- un prix de revient des matériaux de base peu important, dû à leur disponibilité en grande quantité, par comparaison avec d’autres alliages destinés à des applications à haute température.

Deux limitations existent néanmoins à leur utilisation massive. La première est due à la chute des caractéristiques mécaniques au delà de  $600^\circ\text{C}$ , ce qui restreint leur emploi à des températures intermédiaires. La seconde résulte de leur faible ductilité à température ambiante, qui a déjà été évoquée plus haut.

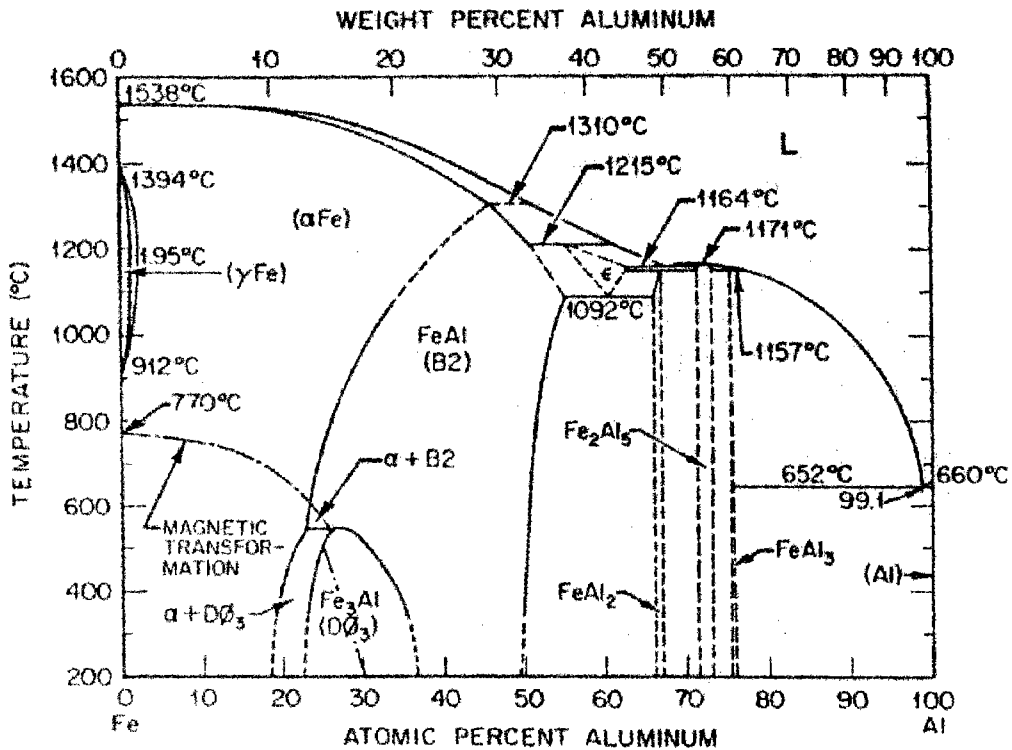


Figure I-1 : Diagramme de phase du système FeAl [STO 96].

## I 2. Alliages intermétalliques FeAl de structure ordonnée B<sub>2</sub>

Après la présentation assez générale du paragraphe I 1., les propriétés métallurgiques des alliages FeAl ayant une structure B<sub>2</sub> seront examinées plus en détail. Avant de s'intéresser à leurs propriétés mécaniques, il est nécessaire d'en présenter les caractéristiques microstructurales. Notamment la connaissance de la structure de la maille, de la structure des dislocations et de la nature des défauts ponctuels rencontrés dans les alliages FeAl s'impose. En effet, ces éléments seront importants pour l'interprétation des résultats expérimentaux et la compréhension des propriétés.

### I 2.1. Structure cristallographique

Le composé intermétallique FeAl possède une structure cristallographique ordonnée de type B<sub>2</sub>, schématisée sur la figure I-2. Ce type de structure cristallographique est identique à celle du composé CsCl, il correspond à un réseau cubique centré, dont les sommets sont occupés par un type d'atomes et le centre par l'autre type d'atomes. Leamy et al. [LEA 67] ont déterminé le paramètre de maille de l'alliage Fe – 40% at. Al comme étant égal à 0,28976 nm.

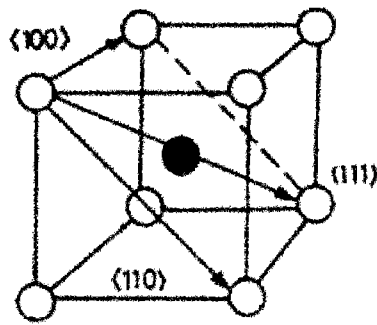


Figure I-2 : Structure cristallographique ordonnée de l'intermétallique FeAl de type  $B_2$ .

La structure ordonnée  $B_2$  existe à température ambiante pour un large intervalle de composition allant de 34 à 52 % at. d'aluminium.

Les alliages contenant plus d'aluminium que le composé stochiométrique sont appelés alliages hyperstochiométriques. De la même manière, les alliages contenant moins d'aluminium que les composés stochiométriques (riches en fer) sont désignés par le terme alliages hypostochiométriques.

Les alliages de structure  $B_2$  ont des constantes élastiques anisotropes. L'ampleur de l'anisotropie peut être mesurée à l'aide du paramètre de Zener  $A$ , défini de la manière suivante :  $A = 2 C_{44} / (C_{11} - C_{12})$ , où  $C_{ij}$  sont les coefficients de la matrice de rigidité. Lorsque  $A$  se rapproche de l'unité, le cristal tend à devenir isotrope.  $A$  décroît lorsque la température augmente [BAK 90].

En injectant les coefficients déterminés par Leamy et al. [LEA 67] pour Fe - 40 % at Al dans l'équation précédente, le paramètre de Zener vaut  $A = 3,77$  à température ambiante. Baker et Munroe [BAK 90] indiquent que le paramètre de Zener pour l'aluminium et le fer est respectivement égal à 1,2 et 2,4. Il apparaît donc clairement que l'anisotropie élastique du composé intermétallique FeAl est relativement plus élevée que celle des métaux qui le composent. Par conséquent, la texture cristallographique sera un paramètre essentiel à prendre en compte lors de l'étude des propriétés élastiques de ce composé.

## I 2.2. Défauts structuraux

### I 2.2.1. Défauts constitutionnels

L'alliage intermétallique FeAl ayant une structure ordonnée  $B_2$  pour l'ensemble de son intervalle de composition de 34 à 52 % at. d'aluminium, la présence de défauts ponctuels constitutionnels est par conséquent inévitable. Les écarts à la stochiométrie dans les alliages ordonnés peuvent être accommodés soit par des défauts d'antisite (par exemple, un atome de fer sur le réseau de l'aluminium ou vice versa) soit par des défauts plus

complexes dont la structure s’étend sur trois sites atomiques (pour un alliage AB dans lequel les atomes A occupent le réseau  $\alpha$  et les atomes B le réseau  $\beta$ , il s’agit de deux lacunes sur le réseau  $\alpha$  et d’un atome A sur le réseau  $\beta$ ). Dans le cas des alliages FeAl hypostoichiométriques riches en fer, Kogachi et Haraguchi [KOG 97 ; KOG 98] ont montré qu’il s’agit de défauts d’antistructure constitués d’un atome fer sur un site vacant du réseau de l’aluminium suivant un modèle proposé par Brandley et Taylor [BRA 37].

### I 2.2.2. Lacunes thermiques

Les alliages FeAl ont la faculté de retenir de grandes quantités de défauts (majoritairement des lacunes) après un traitement thermique à température élevée. La quantité de lacunes présentes augmente continuellement de 500°C jusqu’à 1000°C, température à laquelle l’alliage a toujours encore une structure ordonnée cf. figure I-3 [YAN 98]. A 800°C la concentration en lacunes de FeAl est quarante fois plus élevée que celle de matériaux non ordonnés dont la température de fusion est similaire [RIE 69].

Lors d’une trempe consécutive au traitement thermique les lacunes restent figées dans l’alliage. La vitesse de trempe nécessaire pour piéger les lacunes est peu importante, un refroidissement à l’air suffit pour en retenir une grande quantité [RIE 69]. La concentration en lacunes hors équilibre, c’est à dire suite à une trempe, est également une fonction de la teneur en aluminium. Pike et al. ont montré que pour les alliages hypostoichiométriques, la concentration en lacunes augmente avec la teneur en aluminium de 0,8 % pour 40 % d’aluminium, jusqu’à plus de 2 % pour 50 % d’aluminium dans le cas des échantillons trempés à l’eau à partir de 1000°C [PIK 97].

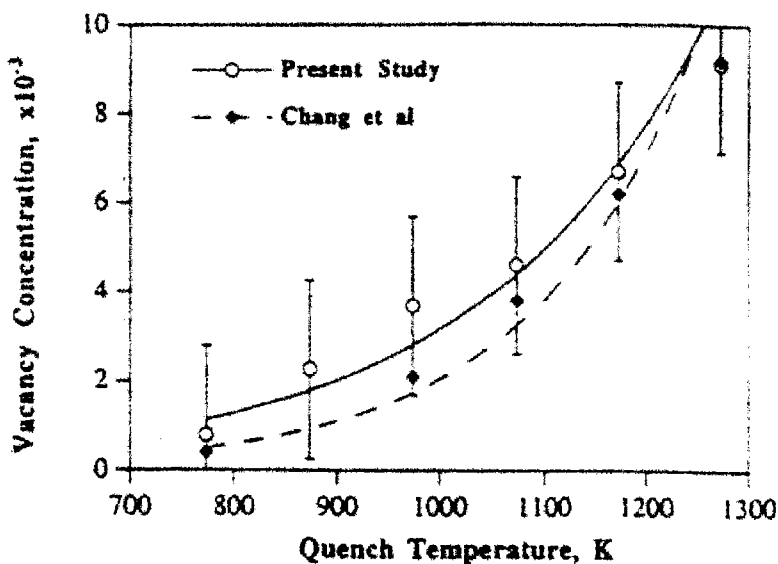


Figure I-3 : Concentration en lacunes déterminée expérimentalement dans un alliage Fe-40 Al en fonction de la température de trempe [YAN 98].

Pour limiter la densité de lacunes où les éliminer, du moins en grande partie, après une trempe, deux routes peuvent être suivies. Soit la vitesse de refroidissement est pilotée (refroidissement dans un four), les lacunes peuvent s'annihiler et un état d'équilibre quasi statique s'instaure. Soit il est possible de réaliser un recuit prolongé à basse température, les paramètres donnant des résultats satisfaisants selon Nagpal et Baker [NAG 90] sont les suivants 1h à 1000°C suivi d'un refroidissement au four jusqu'à 500°C, maintien d'une heure à 500°C, refroidissement au four jusqu'à 400°C, maintien d'une semaine à 400°C et refroidissement au four jusqu'à température ambiante.

### *1 2.2.3. Dislocations dans FeAl*

La déformation des intermétalliques s'opère généralement par mouvement de dislocations comme dans les métaux désordonnés. Dans FeAl comme dans d'autres alliages de structure B<sub>2</sub> des dislocations de vecteur de Burgers  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  ont été observées [MOR 94] [MOR 98]. Les dislocations  $\langle 111 \rangle$  présentes dans la structure ordonnée de FeAl sont des superdislocations. Ces superdislocations apparaissent sous la forme de deux superpartielles  $a/2 \langle 111 \rangle$  (où  $a$  est le vecteur de Burgers), cela nécessite la création d'une paroi d'antiphase les séparant. Le passage de la première superpartielle perturbe l'ordre de la structure et le passage de la seconde, parallèle à la première, le rétablit. La dissociation est énergétiquement favorable car la somme de l'énergie des deux superpartielles est inférieure à celle de la superdislocation  $\langle 111 \rangle$ . La distance de séparation des superpartielles à l'état d'équilibre est fonction du rapport entre les forces de répulsion des deux dislocations et la force due à l'énergie de paroi d'antiphase. L'énergie de paroi d'antiphase influence fortement le glissement des dislocations dans l'alliage. Cette énergie dépend du degré d'ordre à grande distance : l'espacement des superpartielles diminue lorsque l'ordre à grande distance augmente. Pour des énergies de paroi d'antiphase importantes, les superpartielles  $a/2 \langle 111 \rangle$  sont proches et peuvent alors se recombinaison facilement pour permettre le glissement dévié des dislocations.

Les dislocations  $\langle 100 \rangle$  sont des dislocations parfaites, leur passage ne perturbe pas l'ordre de la structure. Leur apparition est favorisée à haute température et pour les alliages dont la composition se rapproche de la stoechiométrie. La figure I-4 représente les domaines dans lesquels les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  et les dislocations parfaites  $\langle 100 \rangle$  sont actives en fonction de la teneur en aluminium [YOS 95]. Dans l'article de Yoshimi et al., l'éventualité d'une décomposition des superdislocations de type  $\langle 111 \rangle$  en dislocations de type  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  a été proposée. Ce phénomène aurait lieu lorsqu'une composante coin est prédominante dans une dislocation  $\langle 111 \rangle$ , la force d'interaction entre une dislocation  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  est alors répulsive et la décomposition a lieu de façon spontanée. Plus récemment D.G. Morris et M.A. Morris [MOR 97], Morris et al. [MOR 99] et Calonne et al. [CAL 00] ont apporté des éléments tendant à confirmer cette hypothèse.

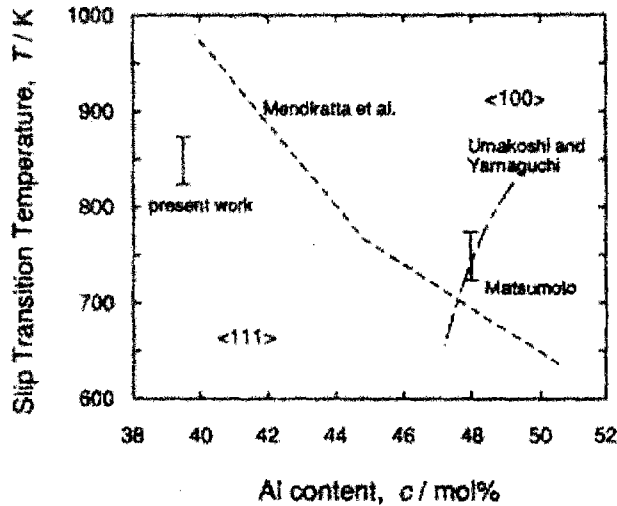


Figure I-4 : Température de transition entre les systèmes de glissement actifs [YOS 95]

### I 2.3. Propriétés mécaniques particulières

#### I 2.3.1. Effet des lacunes thermiques

Lorsque aucun traitement thermique n’est effectué après une opération de trempe ou un refroidissement à l’air, les alliages FeAl sont dans un état hors équilibre où ils contiennent une forte densité de lacunes en excès. Ces lacunes modifient le comportement mécanique des alliages à température ambiante en particulier en provoquant une augmentation importante de la dureté. Nagpal et Baker [NAG 90] ont effectué une étude du durcissement dû aux lacunes en fonction de la teneur en aluminium et des conditions de trempe. La figure I-5 montre les résultats obtenus. Plus la vitesse de trempe est élevée plus la quantité de lacunes retenues est grande et plus la dureté est importante.

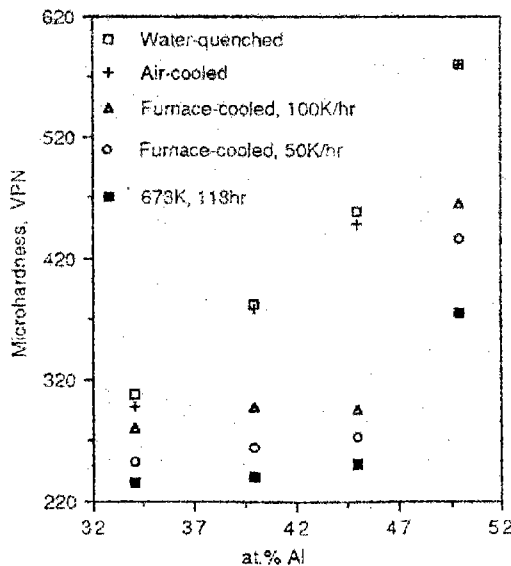


Figure I-5 : Effet du piégeage des lacunes par trempe dans FeAl [NAG 90].

Comme cela a déjà été souligné au paragraphe I 2.1. un traitement thermique à 400°C semble efficace pour éliminer les lacunes thermiques puisque après un tel traitement la dureté mesurée est la plus faible. Selon Pike et al. [PIK 97] l’augmentation de la dureté avec le nombre de lacunes peut être attribuée à un effet de durcissement par solution solide d’insertion, modifiant l’état de contrainte autour des lacunes. Il a également été montré que la présence des lacunes entraîne une augmentation de la limite d’élasticité à température ambiante lorsque la teneur en aluminium s’élève [XIA 95].

### *I 2.3.2. Systèmes de glissement et anomalie de la limite élastique*

Selon les calculs effectués par Mendiratta et al. [MEN 87], les alliages FeAl de structure  $B_2$  se déforment à température ambiante par glissement de superdislocations  $\langle 111 \rangle$ . Le glissement des superdislocations a souvent lieu sur les plans  $\{112\}$  et non pas uniquement sur les plans  $\{110\}$  où l’énergie de paroi d’antiphase est la moins élevée [UMA 93]. Les facteurs influençant le choix du plan de glissement sont : la structure du cœur de la dislocation, l’énergie de paroi d’antiphase, la température, l’énergie liée au degré d’ordre, la composition et les éléments d’alliage. Umagoshi et Yamaguchi [UMA 80] [UMA 81] ont observé pour la première fois la transition de systèmes de glissement entre basses et hautes températures. A haute température, la déformation a lieu par glissement de dislocations parfaites  $\langle 001 \rangle$  principalement sur les plans  $\{110\}$ .

La transition d’un type de glissement à l’autre a lieu de manière progressive. De cette manière il existe un domaine de températures où les deux types de glissement sont simultanément actifs. Plus récemment Calonne et al. [CAL 00] ont aussi observé des dislocations de vecteur de Burgers  $\langle 110 \rangle$  dans ce domaine de transition entre basses et hautes températures. Tout comme la température de fusion, la température de transition augmente avec la teneur en fer de l’alliage.

La figure I-6 issue d’une étude de Yoshimi et al. [YOS 95] montre également que l’orientation du cristal par rapport à la direction de sollicitation, c’est à dire la texture, influe sur la température de transition. En effet, le facteur de Schmid des systèmes de glissement  $\langle 001 \rangle \{110\}$  est très faible lorsque la direction de sollicitation se rapproche de  $\langle 001 \rangle$ . Cela a pour conséquence d’augmenter la température de transition.

Généralement lorsque la température de sollicitation d’un métal augmente sa limite élastique a tendance à baisser. De nombreux alliages intermétalliques dérogent à cette règle : certains ont une limite élastique stable dans un grand domaine de température, pour d’autres elle augmente même. Ce comportement mécanique peu commun est appelé anomalie de la limite d’élasticité. Fleischer et al. [FLE 89] ont réalisé un inventaire des alliages présentant ce type de comportement. Il a d’abord été observé dans  $Ni_3Al$  et dans d’autres alliages de structure  $L1_2$  et dans un second temps dans les alliages  $B_2$  ou  $DO_3$  ( $Fe_3Al$ ). En 1968, Morgand et al. [MOR 68] ont mis en évidence ce genre de comportement dans un alliage FeAl déjà produit par le CEA de Grenoble.



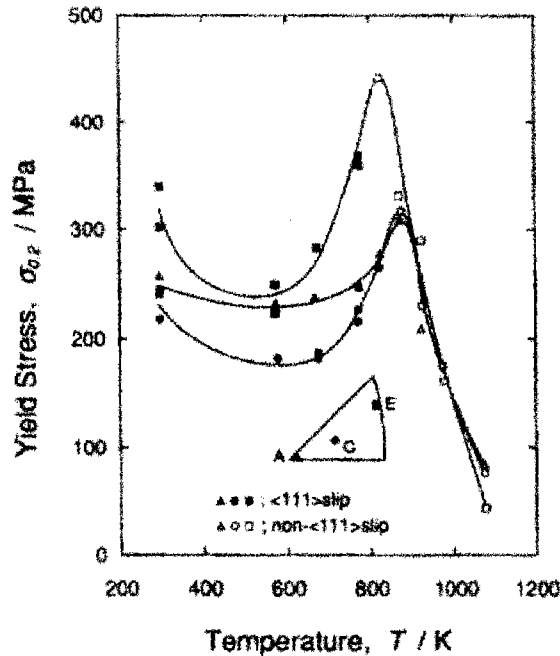


Figure I-6 : Limite élastique en fonction de la température pour différentes orientation de monocristaux Fe-39,5Al [YOS 95].

L’anomalie de la limite élastique dans FeAl est parfaitement visible dans les monocristaux comme le montre la figure I-6 [YOS 95] ainsi que dans les alliages à gros grains, figures I-7 [CHA 90] et I-8 [XIA 93]. Par contre lorsque l’alliage contient des lacunes thermiques en quantité importante, l’effet de ces dernières sur la limite élastique peut masquer l’anomalie élastique comme cela est illustré par la figure I-9. Les matériaux à grains fins représentent un autre cas où l’anomalie élastique peut être cachée. En effet, la contribution des joints de grains à la limite élastique est assez importante dans certains cas. Cette contribution baisse lorsque la température s’élève, cela compense alors l’augmentation de la limite élastique due à l’anomalie et aucun pic n’apparaît [CRI 86].

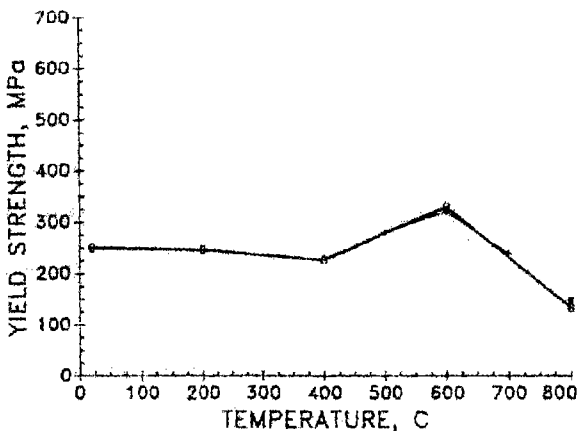


Figure I-7 : Limite élastique pour un alliage Fe40Al obtenu par solidification rapide [CHA 90].

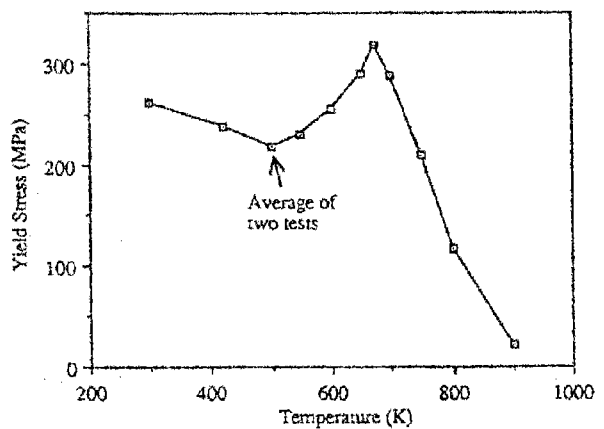


Figure I-8 : Limite élastique dans un alliage Fe40Al étudié par Xiao et Baker [XIA 93]

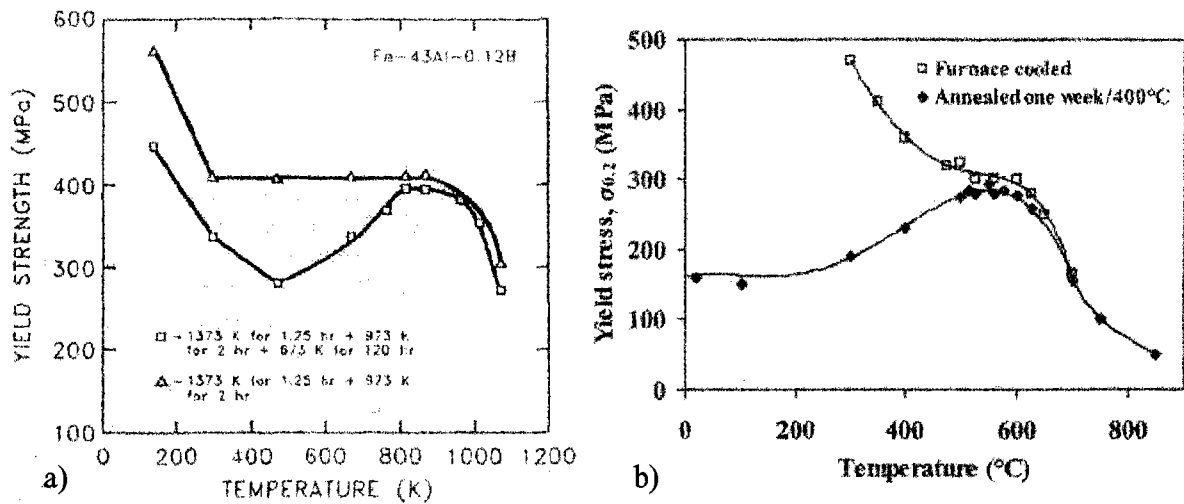


Figure I-9 : Limite élastique en fonction de la température, mise en évidence de l’effet d’un traitement thermique prolongé à 400°C a) Fe43Al [CAR 95], b) Fe40Al [CAL 00].

L’anomalie de la limite élastique a comme origine une compétition entre les systèmes de glissement. En effet, les températures de transition entre les systèmes de glissement à basse et à haute température coïncident à peu près avec celle du pic de l’anomalie élastique. Lorsque la température s’élève, le glissement des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  devrait s’avérer plus facile, car l’énergie de paroi d’antiphase diminue. Cependant à haute température la déformation plastique est accommodée par glissement de dislocations  $\langle 001 \rangle$ . La transition d’un système de glissement à l’autre n’a pas lieu à une température précise mais il existe un domaine où les deux types de systèmes de glissement peuvent tous deux être actifs. La conséquence de ce phénomène est que le glissement des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  semble être entravé par un mécanisme d’ancrage ou de blocage dans un domaine de températures intermédiaires, situées aux alentours de 400 à 600°C. Plusieurs hypothèses ont été émises quant à la cause du blocage des superdislocations  $\langle 111 \rangle$ . Ces hypothèses sont fortement débattues, des mécanismes de montée de dislocations superpartielles, de glissement dévié ou des mécanismes incluant la présence de lacunes ont été proposés. Ces considérations n’étant pas l’objet de cette étude, elles ne seront pas exposées ici.

### I 2.3.3. Mécanismes de rupture

#### I 2.3.3.1 Transition ductile / fragile

Le mode de rupture des alliages FeAl à température ambiante est principalement fragile. La rupture intervient soit de façon intergranulaire, soit intragranulaire par clivage. Ces alliages présentent une transition fragile - ductile pour une température proche de 200°C cf. figure I-10 [CHA 90]. Différents autres facteurs viennent influencer le comportement à la rupture des alliages FeAl. Entre autres, les essais réalisés par Cohron et al. [COH 98]

sous une atmosphère de  $10^{-7}$  Pa, ont montré que la teneur en aluminium joue un rôle important sur la ductilité de ces alliages. En effet, l’alliage le plus proche de la stoechiométrie rompt de manière fragile et intergranulaire, alors que les alliages proches de la limite inférieure du domaine de stabilité de la structure  $B_2$  (35 %at. Al) ont une ductilité plus importante associée à un mode de rupture mixte faisant intervenir une part de rupture intragranulaire. La rupture intragranulaire a lieu par clivage, ceci est d’autant plus prononcé que la composition de l’alliage s’éloigne de la stoechiométrie.

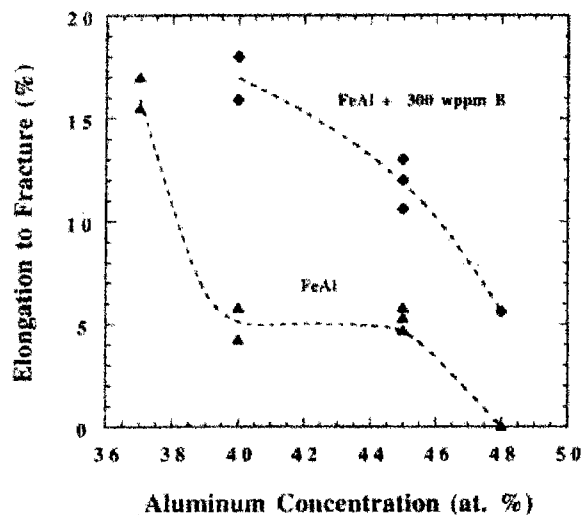


Figure I-10 : Influence de la stoechiométrie et du dopage au bore sur la ductilité d’alliages FeAl sollicités sous une atmosphère de  $10^{-7}$  Pa [COH 98].

Il sera également montré au paragraphe I 3.3.3. que la taille de grains et la présence de bore ont également une influence sur le mode de rupture et sur l’allongement à rupture.

#### I 2.3.3.2. Origine de la fragilité

De nombreux alliages intermétalliques, tout comme FeAl, sont fragiles à température ambiante. Cette fragilité se manifeste sous deux formes, intergranulaire et intragranulaire. L’existence de ces deux formes de rupture fragile a été observée dans de nombreux autres intermétalliques, et les mécanismes généraux proposés pour un type d’alliage sont souvent transposables à d’autres structures.

##### ▪ Fragilité intergranulaire

La fragilité intergranulaire des intermétalliques est due à l’ordonnement de leur structure. Dans une structure ordonnée, les dislocations aux joints de grains ne peuvent interagir que de façon limitée. Le glissement initié dans un grain ne sera que difficilement transmis dans le grain voisin et cela a alors pour conséquence de favoriser une rupture intergranulaire [KIN 85]. En effet, lorsque le matériau est sollicité et qu’une déformation

plastique apparaît, cette dernière est accommodée par un déplacement de dislocations initié dans certains grains. Au cours de la déformation, les dislocations se déplacent jusqu’au joint de grains, où elles viennent s’empiler. S’il est possible d’émettre des dislocations dans les grains voisins, la concentration de contraintes existant à la tête de l’empilement est relaxée. Si cela n’est pas le cas, la relaxation de la concentration de contrainte s’effectue par l’initiation d’une fissure en tête d’empilement. L’étape suivante est alors la propagation de la fissure le long du joint de grain qui conduira à la rupture intergranulaire. Ce mécanisme a été vérifié par des analyses de MET « in situ » dans l’intermétallique Ni<sub>3</sub>Al [LEE 91].

- Fragilité transgranulaire

Un autre facteur jouant un rôle important sur la ductilité des alliages FeAl à température ambiante, est le type d’atmosphère dans laquelle a lieu la sollicitation. Comme cela est illustré sur la figure I-11 [COH 98], la sollicitation d’un alliage FeAl dans une atmosphère d’air ambiant ou sous un vide de 10<sup>-7</sup> MPa, conduit à des résultats très différents. De même, Launois et al. [LAU 96] [LAU 99] ont montré qu’un alliage Fe 40%at. Al, renforcé par des particules d’oxyde d’yttrium et obtenu par extrusion de poudres broyées, avait un allongement relatif quasiment trois fois plus important lors d’une sollicitation dans une atmosphère où l’humidité est réduite, que lors d’une sollicitation effectuée à l’air.

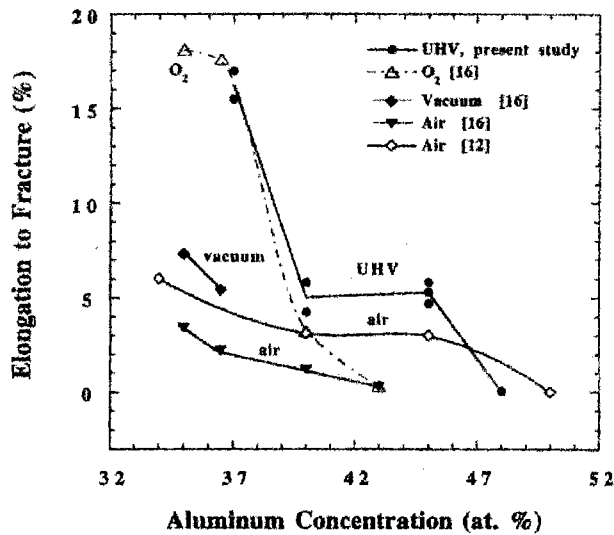
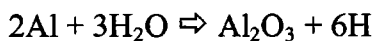


Figure I-11 : Influence de l’environnement sur l’allongement à la rupture d’alliages FeAl [COH 98].

Ce phénomène de fragilisation, dont l’origine est extrinsèque, est généralement appelé effet d’environnement. Selon Liu et al. [LIU 89] il est dû à la présence de vapeur d’eau dans l’atmosphère qui réagit avec la surface libre du matériau de la manière suivante :



L’hydrogène sous forme atomique ainsi produit diffuse dans le matériau. Cela provoque un affaiblissement des liaisons entre atomes Fe et Al par transfert d’électrons du fer vers les atomes d’hydrogène occupant des sites interstitiels, entraînant une réduction de la résistance au clivage des plans {100} [FU 91]. Dans les alliages dont la fragilité intergranulaire n’est pas trop prononcée, l’effet d’environnement se manifeste par l’apparition d’une fragilité intragranulaire.

#### I 2.3.4. Remède à la faible ductilité

L’utilisation industrielle des aluminures est limitée par leur fragilité à température ambiante. Leur ductilité à température ambiante peut cependant être améliorée en utilisant différentes techniques telles que :

- la métallurgie des poudres ou la solidification rapide, permettant de réduire la taille des grains.
- l’ajout de bore en quantités réduites, qui a pour effet de modifier le mode de rupture.

##### ▪ Effet de la taille de grain

Morris et Morris [MOR 96a] ont montré que pour de nombreux intermétalliques dont le facteur critique de concentration de contrainte (K) est de l’ordre de 3 à 5  $\text{Mpa}\cdot\text{m}^{0,5}$ , une réduction de la taille de grain en dessous de 20 à 300  $\mu\text{m}$  permet de rendre ces matériaux ductiles. Dans leur travail les auteurs ont défini la ductilité comme étant caractérisée par le fait qu’un écoulement plastique se produise avant qu’un défaut ne provoque une propagation brutale de fissure, en considérant que pour un matériau consolidé, la taille de défaut critique (c) est égale à la taille de grain (d). K étant défini par :  $K = \sigma_c \sqrt{\pi c}$ , la transition entre domaine ductile et fragile est atteinte lorsque  $\sigma_c$  est égal à la limite élastique et c à la taille de grain.

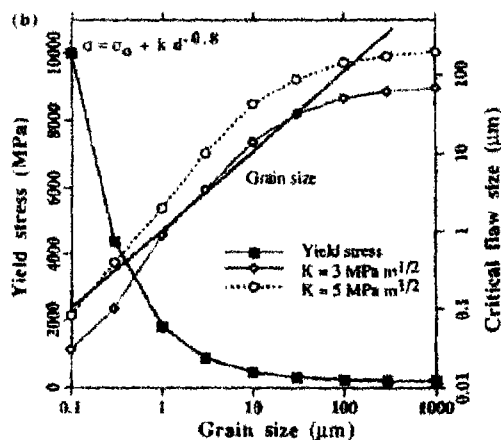


Figure I-12 : Variation de la limite élastique et de la taille de défaut critique en fonction de la taille de grain obtenue à partir de la loi de Hall-Petch, connaissant la variation de la limite élastique avec la taille de grain, et à partir de l’allongement à rupture [MOR 96a].

Des alliages Fe 38%at. Al contenant 0,22 %at. Mo et 0,08 %at. Zr ont été extrudés entre 950 et 1100°C à partir de poudres par Maziasz et al. [MAZ 97]. La taille des grains contenus dans ces échantillons varie entre 2,8  $\mu\text{m}$  (échantillon extrudé à 950°C) et 9  $\mu\text{m}$  (échantillon extrudé à 1100°C). Un allongement à rupture de 29 % dans une atmosphère d’oxygène est obtenu pour l’échantillon extrudé à 950°C contre seulement 11 % pour celui extrudé à 1100°C. Cette importante différence est directement attribuée à la réduction de la taille de grains, qui modifie le type de rupture d’un mode mixte à 1100°C (intergranulaire par clivage et transgranulaire) vers un mode ductile à 950°C.

Gaydosch et al. [GAY 92] se sont intéressés à l’effet de la taille de grains dans des alliages Fe 40%at. Al obtenus à partir de poudres ou d’alliages coulés puis soumis à différents traitements thermiques. Les résultats des essais de traction effectués sur ces alliages à température ambiante et dans une atmosphère d’air sont montrés sur la figure I- 13. Toute réduction de la taille de grains en dessous de 250  $\mu\text{m}$  engendre une augmentation de la ductilité d’autant plus marquée que la taille de grains est inférieure à 100  $\mu\text{m}$ . Les conditions d’extrusion et la nature du matériau d’origine (poudre ou alliage coulé) n’influencent la ductilité que par l’intermédiaire de la taille de grains.

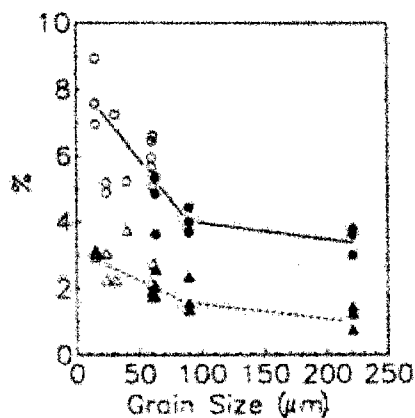


Figure I-13 : Allongement (---) et réduction de surface (—) à la rupture en fonction de la taille de grain pour un alliage Fe40Al (O, Δ poudres extrudées ; ●, ▲ extrusion de lingots) [GAY 92].

Contrairement aux auteurs précédemment cités, Subramanian et Schneibel [SUB 98] ont étudié de manière systématique la corrélation entre le mode de rupture et la taille des ligaments dans un matériau composite FeAl / TiC. Leurs résultats montrent clairement que les ligaments de composition Fe 40%at. Al rompent de manière ductile s’ils sont inférieurs à 1 – 2  $\mu\text{m}$  et de manière fragile par clivage lorsqu’ils sont plus grands. La rupture ductile des ligaments de petite taille est due à la faible longueur possible des empilements de dislocations qui empêche l’apparition de contraintes élevées et ainsi une rupture par clivage.

- Effet du bore

L’addition de bore en faible quantité dans des alliages FeAl, dont la teneur en aluminium se situe entre 40 et 50 % at., permet de faire évoluer le mode de rupture d’intergranulaire à mixte (c’est-à-dire intergranulaire et intragranulaire par clivage). L’observation des faciès de rupture a montré que la proportion de chaque mode de rupture dépend de la teneur en aluminium des échantillons. Crimp et al. [CRI 87] ont réalisé une étude sur deux alliages Fe-40Al et Fe-50Al contenant 0, 0,05, 0,1 et 0,2 % massiques de bore obtenus par extrusion de poudres préallées. Cette étude met en évidence que le changement de mode de rupture dans Fe-40Al suite à l’ajout de bore est accompagné de l’apparition d’une certaine ductilité. Les auteurs ont constaté que la ductilité est la même quelle que soit la teneur en bore (Figure I-14), cela suggère donc que la quantité de bore nécessaire pour modifier le mode de rupture est très réduite. D’autre part, au cours de cette étude aucune influence de la teneur en bore sur la valeur de la limite élastique n’a été relevée.

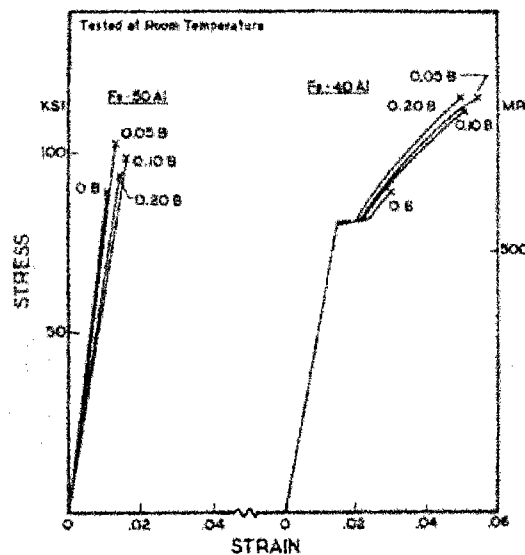


Figure I-14 : Effet d’un ajout de bore sur l’allongement à la rupture dans Fe-40Al et Fe-50Al [CRI 87].

De nombreux autres auteurs ont observé le même phénomène dans Fe-40Al dopé avec différentes quantités de bore ([GAY 89] [LIU 90] et [WEB 93]). En revanche, l’alliage stoechiométrique reste fragile. Malgré l’addition de bore, le mode de rupture demeure intergranulaire. Il semble donc que l’effet bénéfique du bore s’exerce uniquement sur les alliages hypostoechiométriques. Deux explications reposant sur des observations ou des simulations numériques ont été proposées pour rendre compte de cet effet dû au renforcement de la résistance des joints de grain par ségrégation intergranulaire du bore. George et al. [GEO 91] ont effectué une synthèse des différentes hypothèses émises. La première solution serait que la force de cohésion des joints de grains soit augmentée par la présence de bore. Par ailleurs, d’autres auteurs pensent que la transition du glissement à

travers le joint de grains est facilité par la présence de bore. Cela aurait alors pour conséquence de relaxer plus facilement la concentration de contraintes créée au niveau du joint de grains par un empilement de dislocations, et réduirait fortement la probabilité de germination de fissures intergranulaires.

Les effets du bore ne se limitent pas seulement au renforcement des joints de grains. Cadel et al. [CAD 00] ont montré que le bore forme des nuages de Cottrell autour des dislocations. Ces nuages bloquent alors le déplacement des dislocations et une élévation de la limite élastique a été observée dans un monocristal. Dans un alliage à gros grains (500  $\mu\text{m}$ ) obtenu par coulée, Calonne et al. [CAL 00] ont également observé une augmentation de la limite élastique de 175 MPa suite à un ajout de bore. De plus la température du pic de l’anomalie de la limite élastique se déplace d’environ 200°C vers des températures plus élevées (Figure I-15).

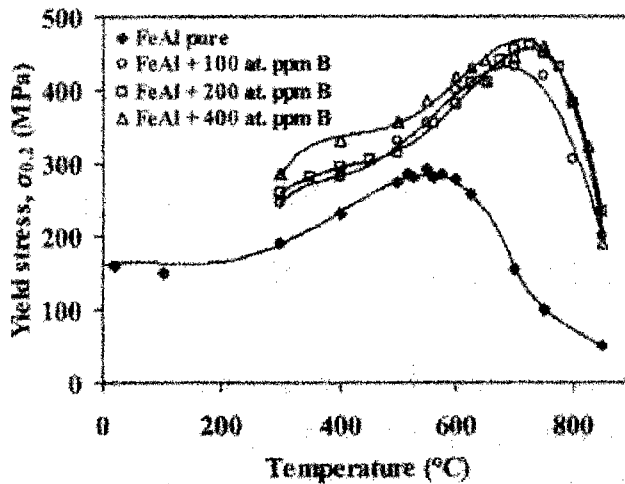


Figure I-15 : Limite élastique en fonction de la température. Essais de compression, alliages Fe40Al traités thermiquement 1 semaine à 400°C [CAL 00].

A nouveau, l’addition de bore semble pouvoir expliquer la réduction de la mobilité des dislocations qui pourrait aussi se traduire par une élévation de la température de recristallisation. D’autres auteurs ont aussi noté des effets sur la matrice de FeAl [CRI 86] [WEB 93]. Entre autres, un durcissement par solution solide lorsque la quantité de bore est élevée, ou encore une réduction de la température de transition ductile – fragile (cf. figure I-16), ont été observés.



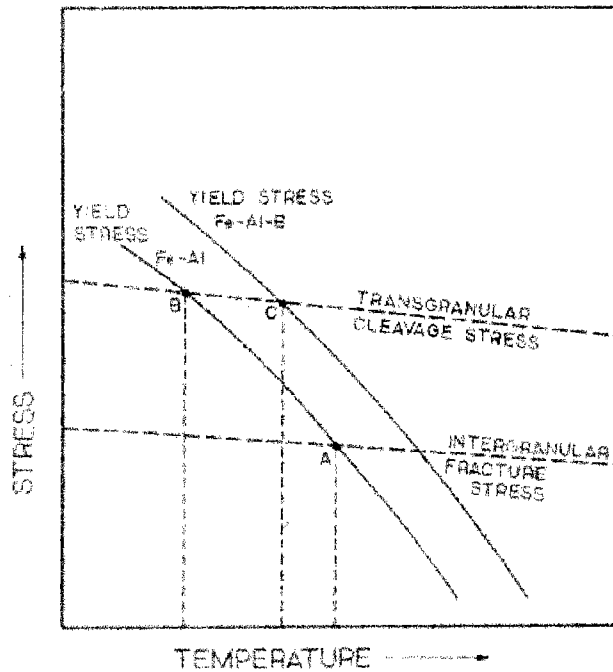


Figure I-16 : Représentation schématique d'une explication du comportement différent des alliages contenant du bore. Point A : température de transition ductile – fragile pour l'alliage Fe-Al, point C : température de transition ductile – fragile pour l'alliage Fe-Al-B [CRI 86].

### I 3. Les textures obtenues dans FeAl de structure $B_2$

Les textures dans les matériaux polycristallins, généralement caractérisées par une distribution non isotrope des orientations cristallines, sont en général générées par la solidification, la déformation plastique ou la recristallisation.

Les travaux s'étant principalement attachés à l'étude des textures des alliages FeAl de structure  $B_2$  ne sont pas très nombreux. La diversité des matériaux examinés de part leur nature (composition chimique, renforcement ou non par des particules, ...) ou leur voie d'élaboration (coulée, extrusion, étape de mécanosynthèse, ...) ainsi que les différents résultats obtenus pour cette famille d'alliages ne permettent pas de tirer des enseignements généraux concernant la formation des textures dans ces alliages.

Les matériaux de structure cubique centrée ont couramment une texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  après extrusion. Un traitement thermique de recristallisation fait apparaître une fibre  $\langle 111 \rangle$  en plus de la fibre  $\langle 110 \rangle$  [HUM 96].

Stout et Crimp font partie des premiers auteurs qui se sont intéressés aux textures dans des alliages de composition Fe-40at.%Al [STO 92]. Ils ont étudié des alliages produits par extrusion de poudres préalliés et d’autres obtenus par extrusion de lingots, certains d’entre eux contenant également de faibles quantités de bore.

Les textures des échantillons obtenus à partir de poudres préalliés ont toujours une composante de fibre  $\langle 111 \rangle$ . Que ces alliages contiennent du bore ou non cela n’a pas d’influence. En revanche, la texture des échantillons résultant de l’extrusion de lingots est sensible à l’addition de bore. En effet, un échantillon ne contenant pas de bore a une texture de fibre  $\langle 111 \rangle$  similaire à celle des échantillons obtenus par extrusion de poudres préalliés alors qu’un échantillon contenant du bore (0,1wt.%) présente, en plus de la fibre  $\langle 111 \rangle$ , une fibre  $\langle 110 \rangle$  assez marquée si bien qu’il est caractérisé par une double fibre  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  [SCH 95]. Des essais de compression ont montré que la valeur de la limite élastique en compression des échantillons, dont la texture est uniquement composée de la fibre  $\langle 111 \rangle$ , peut varier de 25 % suivant la direction de prélèvement des éprouvettes.

Lorsque les échantillons dépourvus de bore sont traités thermiquement leur comportement est différent suivant qu’ils aient été produits par extrusion de lingots ou de poudres préalliés. Au cours d’un maintien de 24h à 1050 ou 1100°C, la croissance de grain dans les échantillons élaborés à partir de poudres préalliés donne lieu à une distribution de taille de grains bimodale [STO 92]. Les grains dont la croissance est la plus rapide sont caractérisés par des orientations éloignées de la texture de fibre  $\langle 111 \rangle$  résultant de l’extrusion cf. figure I-17. L’apparition de cette croissance anormale suggère que lors du traitement thermique les joints de grains de faible désorientation restent ancrés alors que ceux de plus forte désorientation sont libres de se déplacer. La présence d’oxyde sous forme d’inclusion influence vraisemblablement aussi ce type de comportement.

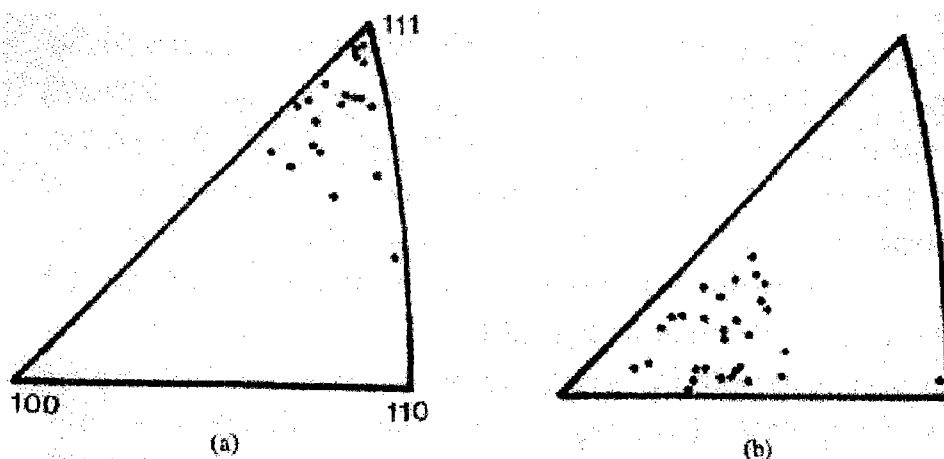


Figure I-17 : Figures de pôles inverses obtenues par EBSP sur un alliage Fe-40%at. Al extrudé et traité thermiquement à 1100°C. a) orientation des grains dans une zone n’ayant pas subi de croissance anormale, b) orientation des grains croissant de manière anormale.

[STO 92].

L'échantillon obtenu par extrusion de lingots ne présente quant à lui pas de trace de croissance anormale de grain après un traitement thermique mais uniquement un déplacement de l'orientation préférentielle de la direction  $\langle 110 \rangle$  (résultant du procédé d'extrusion) vers la direction  $\langle 211 \rangle$ .

Les textures d'un alliage de structure  $B_2$  et de composition Fe-41Al-2Cr (at.%) obtenues par compression uniaxiale dans un domaine de température compris entre 400°C et 1000°C ont été étudiées par Zhao et al. Ces travaux montrent clairement qu'il existe deux types de texture. D'une part, une texture idéale de déformation, une fibre  $\langle 111 \rangle$ , de plus en plus marquée lorsque la température de forgeage s'élève entre 400 et 800°C et qu'il est suivi d'une trempe. D'autre part, une texture idéale de traitement thermique, une fibre  $\langle 100 \rangle$ , observée après recristallisation des grains déformés ou pour des températures de forgeage supérieures à 800°C. Ces résultats, appuyés par des études au MET, montrent qu'il existe un changement du type de système de glissement actif suivant le domaine de température. La déformation à basse température (400 – 800°C) est essentiellement régie par le glissement de superdislocations  $\langle 111 \rangle$  alors qu'à haute température l'accommodation de la déformation par le glissement de dislocations  $\langle 100 \rangle$  devient plus significative [ZHA 99].

Morris et al. ont également obtenu une texture composée majoritairement de deux fibres  $\langle 111 \rangle$  (23% des cristallites) et  $\langle 110 \rangle$  (70% des cristallites) en déformant de 7% un échantillon en compression. Cet échantillon avait été élaboré par mécanosynthèse et extrusion de poudres de composition Fe-40%at. Al renforcées par des particules d'oxydes  $Y_2O_3$  [MOR 00]. Durant un traitement thermique de 1h à 1100°C une recristallisation secondaire a eu lieu n'entraînant que la croissance de la taille de grain, la taille des particules d' $Y_2O_3$  restant inchangée. La texture après recristallisation secondaire est toujours encore composée des fibres  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ , cependant ces fibres ont maintenant exactement la même intensité. En partant du même échantillon initial, mais cette fois ci sans lui imposer de déformation, une texture de fibre  $\langle 111 \rangle$  unique peut être obtenue après un traitement thermique de 1h à 1300°C.

La croissance de grain lors de traitements thermiques simples est liée à des critères d'énergie et de mobilité des joints de grains tels que les forces motrices et la sélection de grains croissant plus rapidement. Dans leurs recherches, Samajdar et al. [SAM 98] ont proposé une explication concernant l'apparition de fibres  $\langle 111 \rangle$  marquées dans les alliages Fe-40%at. Al. Selon leurs résultats, la recristallisation primaire ayant lieu à 1200°C ne modifie pas significativement les textures d'extrusion. Par contre, la croissance anormale de grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  parallèle à la direction d'extrusion intervenant pour des températures plus élevées (1300°C) est influencée par la distribution des caractères des joints de grains (GBCD). En effet, les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  ont la plus faible probabilité de rencontrer des joints de faible désorientation (c'est à dire de faible mobilité) et la plus grande probabilité de posséder des joints de grains de faible

énergie (c’est à dire des joints de grains ayant de faibles CSL) moins sensibles à l’ancrage par les particules.

Cerri et al. [CER 99] ont également effectué un traitement thermique de 1h à 1300°C sur un matériau très similaire à celui étudié par Samajdar et al., tous deux ayant été élaborés par le CEA. Alors que les résultats de ces auteurs concordent bien en terme de microstructure (obtention de gros grains dus à une croissance anormale), il n’en est absolument pas de même pour les textures. En effet, Cerri et al. ont observé une disparition complète de la fibre majoritaire  $\langle 110 \rangle$ , présente à l’état brut d’extrusion, pour laisser place à une texture aléatoire après traitement thermique.

D’après les résultats décrits ci-dessus, il apparaît que les textures et leurs mécanismes de formation restent encore des sujets controversés. Souvent les paramètres expérimentaux utilisés sont très différents d’une étude à l’autre. Il est donc difficile de retirer de ces résultats des enseignements assez généraux, applicables à l’ensemble des alliages FeAl. Une meilleure connaissance des phénomènes liés à la formation des textures dans ces matériaux nécessitera donc des études complémentaires.

## **I 4. Développement de l’alliage FeAl40 Grade 3**

Dès les années 1960 des recherches ont été effectuées afin de trouver un remède à la faible ductilité à température ambiante des alliages FeAl. Les premiers travaux ont montré que la réduction de la teneur en aluminium permettait une légère déformation plastique avant la rupture qui intervient de façon intergranulaire. A partir de ces résultats, d’autres études, portant sur la ductilisation des intermétalliques FeAl sous-stoichiométriques, ont été lancées visant notamment à améliorer la résistance aux joints de grains. L’ajout de zirconium dans la limite de 0,1% en poids s’est avéré favorable à l’amélioration de la ductilité. En effet, le zirconium forme des carbures et prévient ainsi la ségrégation de carbone libre aux joints de grains. De la même façon le bore vient renforcer la résistance des joints de grains, cela se traduit par l’apparition de rupture intragranulaire par clivage. Cependant il faut veiller à ne pas introduire une trop grande quantité de cet élément dans les alliages FeAl car les atomes de bore viennent se placer sur les sites interstitiels et durcissent la matrice qui rompt par clivage avant que la limite d’élasticité ne soit atteinte.

Afin de concevoir un alliage présentant une ductilité satisfaisante, combinée à une résistance au fluage et une résistance mécanique suffisamment élevées pour pouvoir envisager des applications industrielles, un modèle, reposant sur les connaissances déjà acquises à propos de la fragilité des intermétalliques FeAl sous-stoichiométriques, développé par Webb et Lefort [WEB 93a], a été utilisé. Ainsi des additions de bore et de zirconium ont été effectuées pour renforcer la résistance des joints de grains et une

dispersion intragranulaire d’ $Y_2O_3$ , fine et stable, est employée pour remédier aux problèmes de fluage. Cette dispersion permet aussi une plus grande stabilité thermique de la taille de grains, qui a été réduite pour éviter une rupture par clivage. La combinaison de ces trois facteurs ne peut être obtenue que par mécanosynthèse. Cette technique a été développée aux USA à la fin des années 1960 [BEN 76], afin d’élaborer des alliages résistant au fluage. Elle consiste en un broyage énergétique, sous atmosphère contrôlée, de poudres métalliques éventuellement additionnées de poudres céramiques, dans le but d’obtenir une poudre alliée qui est ensuite densifiée à chaud. L’accumulation des chocs durant le broyage génère une grande quantité de défauts structuraux, qui induisent la formation de grains très fins, de l’ordre de quelques dizaines de nanomètres.

Fort de l’ensemble de ces considérations, le CEA a élaboré dans les années 1990 un alliage dénommé FeAl40 Grade 3 obtenu par mécanosynthèse et extrusion à chaud (à  $1100^\circ C$ ) dont la composition massique est la suivante : Fe – 24% Al – 0,11% Zr – 25 ppm B.

Les premières comparaisons de l’alliage FeAl40 Grade 3 avec d’autres matériaux à haute limite élastique (aciers et alliages base nickel), utilisés pour la réalisation de pièces critiques en mouvement au sein de moteurs thermiques ou de turbomachines, ont montré qu’il offrait une alternative sérieuse à ces matériaux, grâce à ses propriétés spécifiques élevées. La figure I-18 présente un comparatif de la résistance spécifique ( $Re/\rho$ ) et de la rigidité spécifique ( $\sqrt{E/\rho}$ ) de différents alliages dans un domaine de température allant de 20 à  $600^\circ C$ .

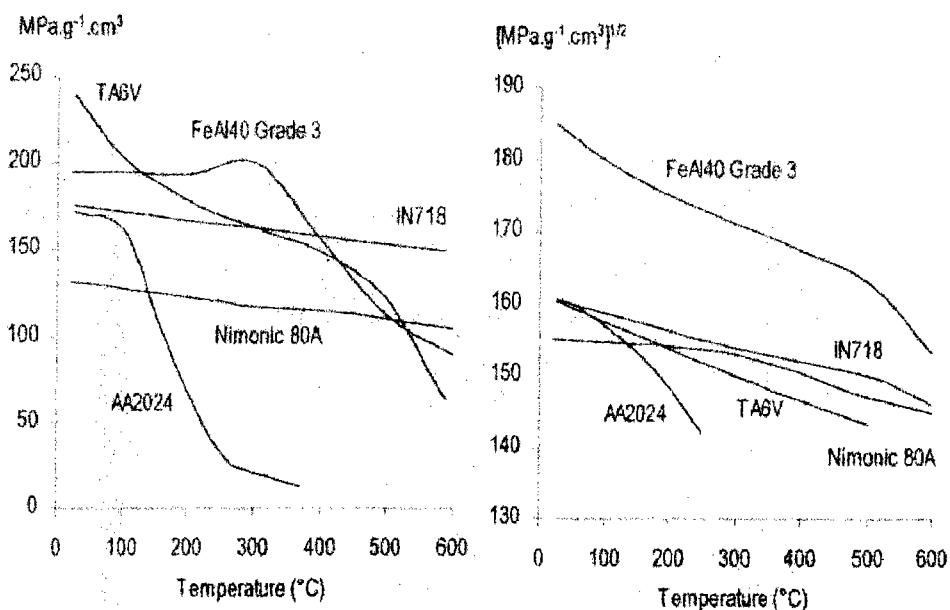


Figure I-18 : Résistance spécifique (à gauche) et rigidité spécifique (à droite) de l’alliage FeAl 40 Grade 3 comparé à d’autres matériaux conventionnels (alliage d’Al AA2024, alliage de Ti TA6V, alliage de Ni Nimonic 80A et superalliage base Ni IN718) [REV 99].

La mise en œuvre d’un matériau à résistance spécifique plus élevée, comme l’alliage FeAl40 Grade 3, permet de réaliser des pièces ayant une masse réduite. Cela amoindrit généralement les problèmes d’inertie, de friction et de vibrations diminuant à nouveau la dissipation d’énergie thermique et les pertes de puissance. Par conséquent, l’emploi de l’alliage FeAl40 Grade 3 pourrait permettre de réduire, par effet boule de neige, le nombre ou la taille de composants annexes tels que systèmes de fixation, roulements, systèmes de refroidissement. D’autre part, la rigidité spécifique de cet alliage s’avère très intéressante dans la mesure où elle autorise, par exemple, des vitesses de rotation critique d’arbres plus élevées sans rencontrer de problèmes de résonance ou bien des flux plus importants dans des buses d’injection sans induire de vibrations.

Au vu de ces premiers résultats encourageants, l’alliage FeAl40 Grade 3 produit par le CEA a été sélectionné comme alliage de référence dans le cadre de l’Action Concertée Européenne sur les Intermétalliques Structuraux (CEASI). A ce titre, il fait l’objet de diverses caractérisations dans différents laboratoires universitaires et industriels.

## II Approche expérimentale

*Ce chapitre s'attachera à présenter les outils théoriques, les méthodes mais aussi les conditions pratiques ayant permis d'obtenir les résultats présentés dans les chapitres suivants.*

*En premier lieu les conditions de préparation des poudres (broyage) et d'élaboration des différents barreaux (extrusion) seront exposées.*

*Un second paragraphe sera consacré aux outils de caractérisation des matériaux tels que les microscopies optique et électronique ainsi qu'aux procédés d'analyse d'images.*

*Le troisième paragraphe développera plus en détail l'ensemble des techniques de mesure des figures de pôles et les calculs menant à l'obtention de la fonction de densité des orientations. Le modèle de Taylor permettant de simuler l'évolution de texture lors d'une déformation et l'estimation du module d'Young à partir des modèles de Reuss, Voigt et Hill seront également présentés.*

*Enfin, les essais mécaniques seront brièvement abordés.*

## II.1 Elaboration de l'alliage FeAl40 Grade 3

L'alliage étudié dans ce travail a été élaboré par le CEA/CEREM à Grenoble, il est désigné sous le nom de FeAl40 Grade 3.

Sa composition, conçue pour obtenir un renforcement maximum des joints de grain, est la suivante :

Fe – 24% Al – 0,11% Zr – 15 ppm B (en pourcentages massiques).

Dans une première étape, des lingots d'alliage mère de la composition indiquée ci-dessus sont coulés à partir des métaux purs. Ce matériau est ensuite atomisé sous argon puis tamisé afin d'obtenir une poudre fine et sphérique. La poudre pré-alliée ainsi obtenue est broyée très énergétiquement dans un broyeur à boulets rotatif de capacité égale à 10 kg de poudre par lot et chargé avec 100 kg de billes d'acier au carbone. Le broyage, réalisé à sec sous atmosphère d'argon, est également utilisé pour introduire une dispersion nanométrique d'oxyde d'yttrium (ajouté au début de l'étape de broyage), en proportion de 1% de poids. Simultanément, les chocs répétés lors du broyage introduisent de très nombreux défauts structuraux induisant la formation de grains très fins de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres [JAC 93].

La poudre broyée est ensuite mise en conteneur, dégazée et extrudée à différentes températures pour produire des barres d'un diamètre d'environ 18 mm. Des barres ont été extrudées aux températures suivantes : 1000, 1100, 1150, 1200 et 1250°C à partir de poudres de granulométrie inférieure à 53 µm. A l'état brut d'extrusion ces barres sont désignées par l'appellation Be 1000, Be 1100, Be 1150, Be 1200 et Be 1250. De plus, deux barres ont été extrudées à 1000 et 1100°C, avec 15 % de poudres non broyées de granulométrie inférieure à 53 µm, et une barre a été extrudée à 1000°C, uniquement à partir de poudres non broyées, de granulométrie comprise entre 53 et 250 µm.

Les barres extrudées à partir de poudres broyées contiennent donc une dispersion très fine d'oxydes d'yttrium très stables. Cette dispersion a deux effets sur le comportement de l'alliage FeAl40 Grade 3. D'une part elle limite la croissance des grains au cours de l'étape de consolidation par filage à chaud qui suit le broyage. D'autre part, elle améliore considérablement la résistance au fluage et la stabilité thermique [SCH 85].

Les opérations de manipulation ont été réalisées dans des conditions très propres pour limiter la contamination par l'atmosphère ou par des inclusions exogènes. Les analyses chimiques avant et après broyage ont montré que cette opération introduisait une quantité d'environ 1000 ppm en poids d'oxygène dans le matériau. Une contamination en carbone d'environ 200 ppm en poids est introduite par l'usure des billes au cours du broyage. [MOR 95a]



## II.2 Outils de caractérisation

### II.2.1 Microscopie optique et électronique à balayage

Les échantillons ont été prélevés en sectionnant les différents barreaux dans les directions perpendiculaires et parallèles à l'axe d'extrusion à l'aide d'une microtrancheuse. Ils ont ensuite été polis au papier abrasif jusqu'à une granulométrie de 2400, puis au spray diamanté de granulométrie 3 et 1  $\mu\text{m}$ . Afin de révéler leur microstructure, les échantillons ont été attaqués durant 20 à 30 secondes avec un réactif dont la composition est la suivante : HF 1 %,  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$  5 %, HCl 10 %,  $\text{HNO}_3$  18 %,  $\text{H}_2\text{O}$  66 %.

Les observations microstructurales en MEB ont été effectuées sous une tension de 25 kV sur un microscope Leica 400. Ce microscope est également équipé d'une caméra EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) Oxford possédant un écran au phosphore et permettant ainsi d'enregistrer des diagrammes de Kikuchi. Ces diagrammes ont ensuite été indexés à l'aide du logiciel Opal d'Oxford afin d'obtenir des cartographies d'orientations.

L'observation des faciès de rupture a en partie été effectuée au Laboratoire de Chimie Minérale de l'université de Nancy sur un microscope Hitachi.

### II.2.2 Microscopie en transmission

Les échantillons ont été observés sous 200 kV à l'aide d'un microscope Philips CM 200. Les lames minces nécessaires aux observations en microscopie à transmission ont été obtenues par amincissement mécanique jusqu'à une épaisseur de 50 à 70  $\mu\text{m}$ , puis par amincissement électrolytique à l'aide d'un appareillage Tenupol du fabricant Struers. La tension utilisée était de 15V et l'intensité de 0,2 A. L'électrolyte composé de 30 % de  $\text{HNO}_3$  et de 70 % de méthanol dénaturé était refroidi par un bain d'azote liquide. Une partie des micrographies a été réalisée à l'aide d'une caméra CCD Gatan.

### II.2.3 Analyse quantitative d'image

#### *II.2.3.1 Détermination de la taille et du facteur de forme*

- Taille

En supposant que la forme des grains est quasi équiaxe, il est possible d'assimiler les grains à des sphères. Lors de l'analyse des résultats il faudra néanmoins garder à l'esprit que ceci n'est qu'une représentation inexacte de la réalité, puisque contrairement à des grains, des sphères ne peuvent remplir entièrement un espace défini. La coupe d'une de

ces sphères a une section circulaire. Connaissant la surface mesurée sur une section de grain, il est aisé de calculer le diamètre de la section circulaire à laquelle elle est assimilée en employant la formule suivante:

$$d = \sqrt{\frac{4S}{\pi}} \quad \text{avec } d \text{ le diamètre du cercle et } S \text{ sa surface.}$$

Le diamètre ainsi calculé n'est pas le diamètre réel de la sphère représentant le grain mais un diamètre apparent qui dépend de la position de coupe de cette sphère. En admettant l'équiprobabilité des positions des plans de coupe, le diamètre réel peut être estimé de la manière suivante d'après [Hazotte]:

$$\bar{d} = \frac{\pi}{4} \cdot D \quad \text{avec } \bar{d} \text{ la moyenne des diamètres apparents et } D \text{ le diamètre caractérisant la taille de grain.}$$

La taille des particules d'oxyde présentes dans les différents échantillons a été déterminée de la même manière que la taille de grains. L'assimilation des particules à des sphères ne pose plus de problème ici, puisque les particules sont quasiment sphériques et englobées dans la matrice. Les particules n'ont donc pas à satisfaire à la condition de remplissage complet de l'espace, les résultats sont par conséquent plus fidèles à la réalité. Contrairement aux grains, les particules ont une taille inférieure à l'épaisseur de la lame, leur image projetée donne donc directement leur diamètre réel et tout facteur de correction est inutile.

- Facteur de forme

Un facteur de forme peut aussi être défini comme suit :

$$F = \frac{4\pi S}{P^2} \quad \text{avec } S \text{ la surface apparente du grain et } P \text{ le périmètre de cette surface.}$$

Il est calculé pour chaque mesure en considérant la taille de grain apparente.

$F$  est égal à 1 pour une section circulaire. Le facteur de forme s'écartera d'autant plus de la valeur 1 que les grains auront une forme allongée.

### *Méthode de détermination et estimation des erreurs*

Le logiciel d'analyse d'image utilisé pour réaliser la détermination de la taille de grain est DigitalMicrograph version 3.3.0 de Gatan. Ce logiciel renvoie une surface de particule ou

de grain définie en pixels carrés. Afin de comparer les résultats obtenus pour des micrographies réalisées à différents grossissements, il est donc nécessaire de convertir cette surface dans une unité du système métrique. Ceci est effectué en mesurant la longueur en pixels de la barre d'échelle de la micrographie (dont la longueur en  $\mu\text{m}$  ou en  $\text{nm}$  est connue).

Le facteur de conversion sera alors défini par :

$$C = \frac{n}{l} \quad \text{avec } n \text{ la longueur de la barre d'échelle en pixels}$$

$$l \text{ la longueur de la barre d'échelle en } \mu\text{m} \text{ ou en nm.}$$

De cette façon la surface dans le système métrique s'écrit :

$$S = \frac{N}{C^2} \quad \text{avec } N \text{ nombre de pixels carré compris dans la surface.}$$

d'où :

$$D = \frac{4}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{4N}{\pi C^2}}$$

$N$  étant une valeur renvoyée par l'analyse d'image, il n'est pas possible d'estimer l'erreur commise sur cette valeur. Elle sera considérée comme exacte. La seule source d'erreur sur la taille de grains provient donc du facteur de conversion et par conséquent :

$$\Delta D = \left| -\frac{4}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{4N}{\pi}} C^{-2} \right| \cdot \Delta C$$

et

$$\frac{\Delta D}{D} = \frac{\Delta C}{C}$$

Comme  $l$  est une longueur calibrée sur le microscope, elle sera considérée comme exacte, ceci entraîne alors :

$$\Delta C = \frac{\Delta n}{l} \quad \text{et} \quad \frac{\Delta C}{C} = \frac{\Delta n}{n}$$

Finalement l'erreur relative commise lors de la détermination de taille de grain est :

$$\frac{\Delta D}{D} = \frac{\Delta n}{n} = 2\% \quad \text{en évaluant } \Delta n = 20 \text{ pour } n = 1000.$$

Les éventuelles erreurs de seuillage qui peuvent supprimer ou ajouter des pixels sur le pourtour des objets n'ont pas été considérées ici. Ce type d'erreur dépend fortement du grandissement, il peut s'avérer important pour des objets de taille réduite. Par conséquent, un fort grandissement a été utilisé pour effectuer les mesures et réduire au maximum les erreurs de seuillage. Les plus petites particules mesurées avaient une surface supérieure à 100 pixels avec une définition de 3 pixels par nanomètre, et les plus petits grains une surface supérieure à 1000 pixels avec une définition proche de 250 pixels par micron.

## II.3 Mesure et exploitation de figures de pôles

### II.3.1 Le concept

Un matériau monophasé cristallin est composé d'un ensemble de grains, séparés par des joints de grains. Chaque cristallite possède une orientation  $g$  qui lui est propre. Dans le cas courant, le nombre de cristallites est si élevé que la recherche d'une description de l'orientation de chaque cristallite dans l'échantillon n'est pas réaliste. Il est plus facile de faire une description statistique à l'aide de la *Fonction de Densité des Orientations* (FDO)  $f(g)$  qui donne la fraction volumique de grains  $dV(g)$  d'orientation comprise entre  $g$  et  $g + dg$  :

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g) dg \quad \text{avec } V \text{ le volume de cristallites considéré.}$$

$f(g)$  caractérise la texture cristallographique du matériau. Cette relation indique la fraction de volume  $V(g)$  possédant l'orientation  $g$  à  $dg$  près. En d'autres termes,  $f(g)$  donne la répartition de l'orientation des grains, indépendamment de leur emplacement dans le matériau.

$f(g)$  est une fonction statistique normée à l'unité :

$$\int f(g) dg = 1$$

Un échantillon dans lequel les grains sont orientés de manière aléatoire, c'est à dire ayant une texture isotrope ou encore sans texture, est caractérisé par :

$$f(g) = 1 \text{ pour tout } g.$$

Pour pouvoir décrire  $g$ , l'orientation des cristallites par rapport à l'échantillon, deux repères sont utilisés et il est d'usage d'affecter (figure II-1) :

- le repère  $K_A$  à l'échantillon.
- le repère  $K_B$  à chaque cristallite.

L'orientation  $g$  qui permet de faire coïncider, par l'esprit, le repère d'échantillon  $K_A$  et le repère  $K_B$  peut être défini de plusieurs manières :

- une matrice d'orientation  $g = [g_{ij}]$ .
- les indices cristallographiques ou notation métallurgique  $(hkl)$   $[uvw]$ .
- les angles d'Euler  $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  (figure II-2).

Pour traiter les analyses quantitatives, les angles d'Euler se sont progressivement imposés.

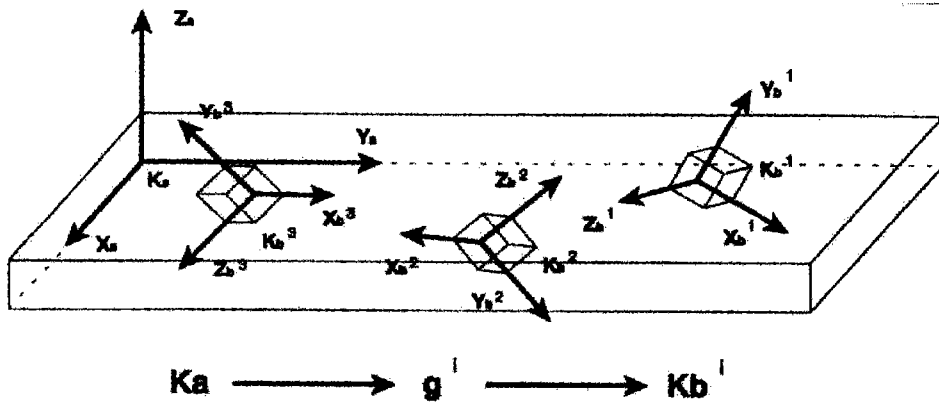


Figure II-1 : Correspondance entre le repère de l'échantillon  $K_A$  et le repère du cristallite  $K_B$ .

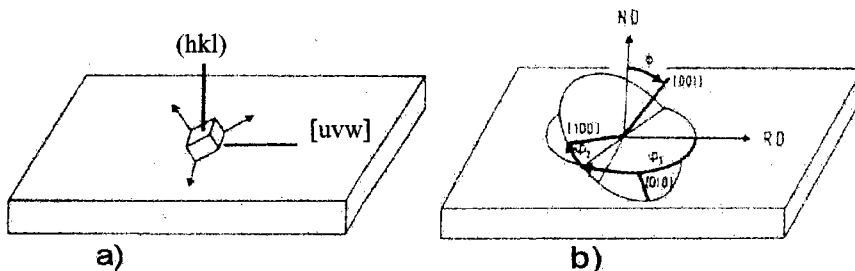


Figure II-2 : Deux descriptions particulières de l'orientation d'un cristal  
 a) par les indices cristallographiques  
 b) par les angles d'Euler.

### Les angles d'Euler

En considérant le repère de l'échantillon  $K_A$  (DL, DT, DN), la description de l'orientation  $g$  caractéristique d'un grain est déterminée en effectuant (figure II-3) :

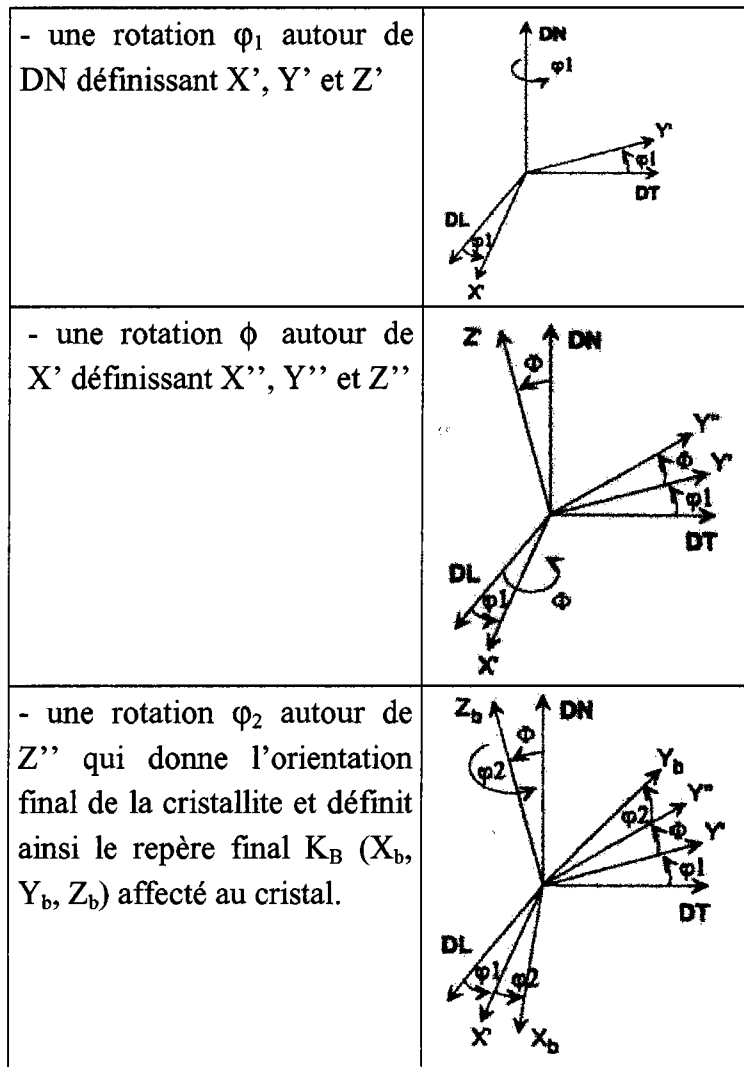


Figure II-3: Définition des trois angles d'Euler ( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) selon Bunge.

### II.3.2. Méthodes de mesure

Pour déterminer la fonction de densité des orientations, il est possible d'utiliser deux voies expérimentales :

#### II.3.2.1. Mesure d'orientations individuelles

Cette méthode est fondée sur la microscopie électronique. Elle consiste à réaliser une cartographie complète de l'échantillon en déterminant directement l'orientation de chaque grain. Cette technique conduit à l'obtention de la microtexture (figure II-4).

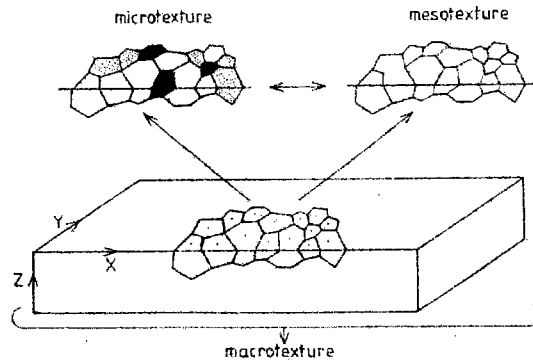


Figure II-4 : Mesures d'orientations individuelles.

### II.3.2.2. Mesure de figures de pôles

C'est la méthode la plus employée. Elle permet de mesurer le volume  $dV$  de grains ayant une orientation donnée suivant deux des trois angles fixés, le troisième pouvant prendre toutes les valeurs possibles. Cette mesure de  $dV$  (avec  $dV = \frac{1}{8\pi^2} \sin \Phi d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2$ ) conduit

au calcul de la fonction de densité des orientations à l'aide de plusieurs figures de pôles. En d'autres termes, un balayage complet de l'espace d'Euler permet de comptabiliser toutes les orientations auxquelles est associée une fraction volumique. Les méthodes expérimentales ne permettent pas de déterminer directement la fonction de texture tridimensionnelle, mais uniquement une projection en 2D nommée figure de pôle.

Une figure de pôle, mesurée à l'aide d'un goniomètre de texture, indique la densité des plans  $\{hkl\}$  ayant leur normale  $h_i$  parallèle à un vecteur  $y$ , fixé dans le repère macroscopique (repère de l'échantillon  $K_A$ ). Le vecteur  $y$  est défini par deux angles  $\alpha$  et  $\beta$  appelés respectivement angle de déclinaison et d'azimut correspondant aux différents mouvements du goniomètre (figure II-5).

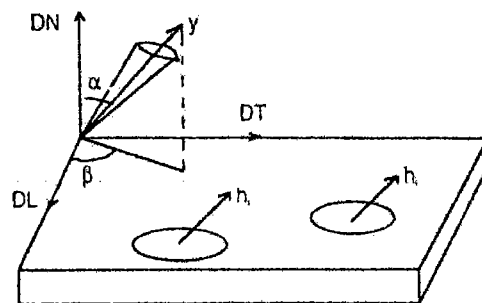


Figure II-5: Définition des angles  $\alpha$ ,  $\beta$ , et du vecteur  $y$ .

Le plan  $(hkl)$  diffracte lorsque la loi de Bragg est vérifiée, c'est à dire lorsque:

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$$

Ainsi, dans un matériau polycristallin, où d’ordinaire les grains sont désorientés, il faut recourir à un appareillage particulier animant l’échantillon de mouvements de rotations destinés à lui faire décrire toutes les positions possibles pour amener les plans cristallographiques de la famille désirée en position de diffraction : c’est le rôle du goniomètre de texture.

La figure de pôle est une projection stéréographique de la sphère des pôles et permet de visualiser le point d’intersection  $P'$  entre la droite reliant  $P$  au pôle sud de la sphère des pôles avec le plan équatorial  $\Pi$  (figure II-6a). Une figure de pôle comporte des lignes de niveaux qui relient les points possédant la même intensité, c’est à dire les orientations suivant lesquelles la densité de plans  $\{hkl\}$  est identique (figure II-6b).

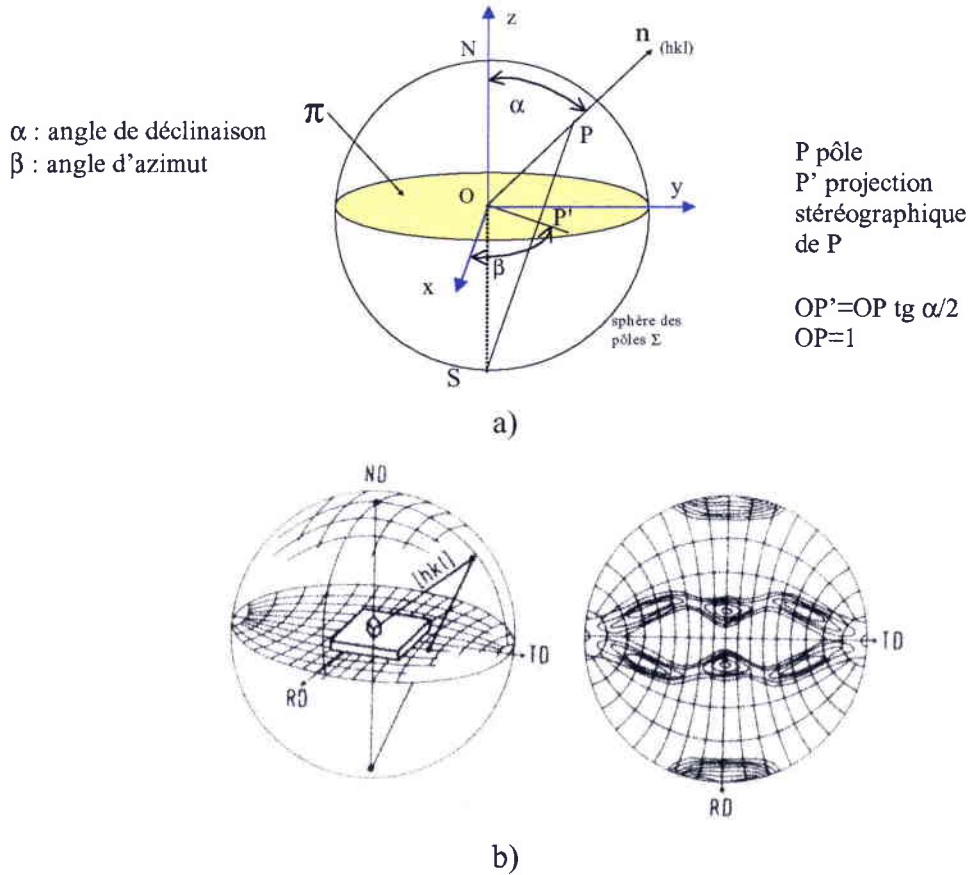


Figure II-6 : a) Projection stéréographique ; b) Représentation d’une figure de pôle  $P_{hkl}(\alpha, \beta)$

L’emploi de techniques d’élaboration spécifiques, telles que l’extrusion de poudres, peut conduire à l’obtention de symétries d’échantillon particulières. Dans le cas de notre étude la symétrie d’échantillon est circulaire et la texture dite « de fibre ». Ce type de texture est caractérisée par l’existence d’une direction cristallographique  $[uvw]$  ayant la même orientation dans le repère  $K_A$  pour chaque grain. Si les grains sont uniformément répartis autour de cette direction, cela se traduit par l’apparition d’une couronne sur la figure de pôles. Seul l’angle de déclinaison  $\alpha$  est fixé, l’angle d’azimut peut prendre toutes les valeurs possibles.



Expérimentalement, la fonction de densité de pôles  $P$  est déterminée en mesurant l'intensité de diffraction  $I_{hi}$  :

$$P_{hi}(y) = I_{hi}(\alpha, \beta) \cdot N_i$$

où  $N_i$  est un facteur de normalisation permettant de satisfaire l'équation suivante :

$$\oint P_{hi}(y) dy = 4\pi$$

Remarque :  $dy = \sin\alpha \, d\alpha \, d\beta$ .

### II.3.3. Calcul de la Fonction de Densité des Orientations.

En se fondant sur la relation fondamentale de l'analyse de texture :

$$P_{hi}(y) = \frac{1}{2\pi} \int_{hi//y} f(g) dg \quad \text{où } dg \text{ représente le domaine angulaire autour de la}$$

direction commune  $hi // y$ , l'enregistrement d'un nombre suffisant de figures de pôles permet de calculer la fonction de densité des orientations. Pour pouvoir calculer la FDO, il est nécessaire de passer par un formalisme mathématique permettant de relier la fonction de densité des pôles (fonction à deux variables  $\alpha$  et  $\beta$ ) à la fonction de densité des orientations (fonction à trois variables  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ). Cette méthode, dite harmonique, fut largement développée par Bunge [BUN 82], [DAH 88].

#### II.3.3.1 Développement en série de la fonction de densité de pôles.

Il est possible de développer les fonctions  $P_{hi}(y)$  en séries d'harmoniques sphériques  $K_l^n$ , la fonction densité de pôles  $P_{hi}(y)$  peut alors s'écrire de la façon suivante :

$$P_{hi}(y) = \sum_{l=0(2)}^{l=l_{\max}} \sum_{n=1}^{n=N(l)} F_l^n(hi) K_l^n(y)$$

Le développement en série est limité à un rang  $l_{\max}$  du fait de la convergence de telles séries. La centro-symétrie qui existe dans les cristallites ou qui est imposée par la diffraction a pour conséquence que seuls existent dans ce développement les termes d'indice  $l$  pair, ce qui explique la progression par pas de deux dans la formule.

#### II.3.3.2 Développement de la fonction de densité des orientations sur la base des harmoniques sphériques généralisés.

De même que les fonctions de densité des pôles peuvent être développées sur la base des séries harmoniques, la fonction de densité des orientations peut être développée sur la base de séries harmoniques :  $T_l^{\mu n}$ . La formule suivante est alors obtenue :

$$f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \sum_{l=0(l)}^{l=l_{\max}} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{n=1}^{n=N(l)} C_l^{\mu n} T_l^{\mu n}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$$

où les coefficients  $C_l^{\mu n}$  sont les coefficients de texture à calculer à partir des figures de pôles et qui permettront d'obtenir  $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ .

La symétrie cristalline joue un rôle important sur la structure des  $C_l^{\mu n}$ .

Dans l'espace d'Euler, il existe  $k$  rotations équivalentes pour une orientation  $g$  donnée. Pour les matériaux cubiques dont le groupe d'espace ponctuel est  $m3m$ , il y existe 48 orientations équivalentes sur la sphère des pôles.

Ceci entraîne deux conséquences :

- il n'est plus nécessaire de travailler sur tout l'espace d'Euler, mais il suffit de travailler dans l'espace tri-fondamental, qui est ici (cas des symétries cubiques)

$$0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$$

$$0 \leq \Phi \leq \pi/2$$

$$0 \leq \varphi_2 \leq \pi/2$$

- les coefficients  $C_l^{\mu n}$  ne sont plus tous indépendants. Il est alors possible d'utiliser des fonctions harmoniques sphériques symétrisées  $\ddot{T}_l^{\mu n}(g)$  pour le développement en série de  $f(g)$ .

En reportant dans l'équation fondamentale les développements en série des  $P_{hi}(y)$  et de  $f(g)$ , le système linéaire d'équations peut être écrit entre les coefficients :

$$F_l^n(hi) = \frac{4\pi}{2l+1} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} C_l^{\mu n} \ddot{K}_l^{\mu}(hi)$$

où  $\ddot{K}_l^{\mu}(hi)$  est une fonction harmonique simple, symétrisée pour la symétrie cristalline.

A couple  $(l,n)$  fixé, une équation du type  $F_l^n(hi)$  contient  $M(l)$  inconnues, les coefficients  $C_l^{\mu n}$ . Il faut donc au moins  $M(l)$  équations pour déterminer ces inconnues, ce pour quoi il faut considérer  $M(l)$   $hi$  distincts, c'est à dire  $M(l)$  figures de pôles complètes. En introduisant la positivité dans les figures de pôles et dans la FDO, un jeu de coefficients  $C_l^{\mu n}$  décrivant la texture étudiée est obtenue.

La figure II-7 indique le nombre de figures de pôles à mesurer pour réaliser une analyse jusqu'au rang  $l_{\max}$ , donné en fonction de la symétrie cristalline.

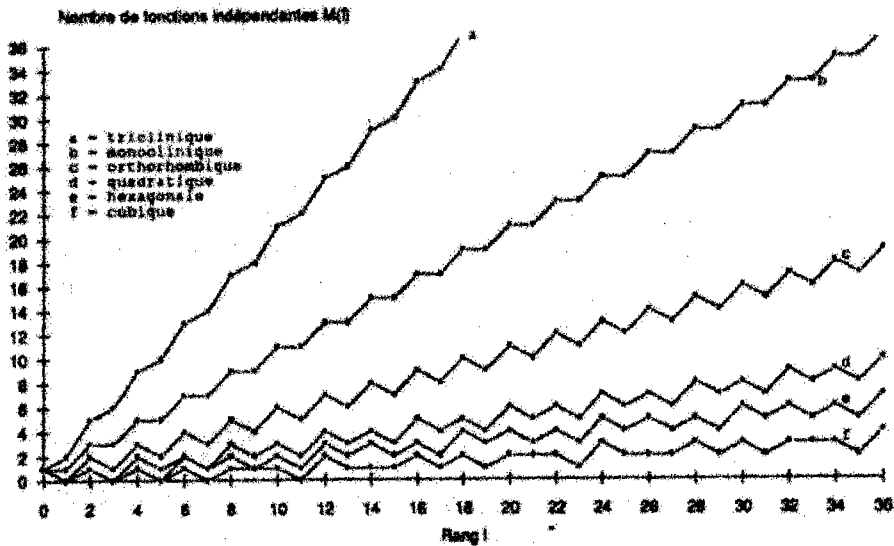


Figure II-7: Nombre de figures de pôles nécessaires  $M(l)$ , en fonction de  $l_{\max}$  et de la symétrie cristalline.

### II.3.4. Représentation de la fonction densité des orientations

Les paramètres d'orientation (angles d'Euler  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ) peuvent être utilisées comme les coordonnées cartésiennes d'un point dans un espace tridimensionnel, qui est alors appelé espace des orientations ou espace d'Euler.

Chaque orientation d'un cristallite dans  $K_B$  par rapport au repère  $K_A$  est représentée par un point dans l'espace d'Euler et vice versa.

La fonction densité des orientations est donc une fonction de distribution (répartition statistique) de densités dans un espace tridimensionnel des orientations. Une fonction densité des orientations dans un espace tridimensionnel peut être représentée par des surfaces d'équidensité dans cet espace tridimensionnel, comme présenté sur les figures II-8 et II-9. Sur cette dernière figure une seule surface d'équidensité est représentée pour chaque cas.

En pratique il est quasiment impossible de dessiner plus d'une telle surface à la fois. Ce mode de représentation n'est dès lors pas adapté à une représentation quantitative d'une fonction de densité des orientations complète. Pour ce faire, les textures sont alors représentées sous la forme de coupes de FDO réalisées à  $\varphi_1$  (ou  $\varphi_2$ ) = constante, leur principe est expliqué sur la figure II-10.

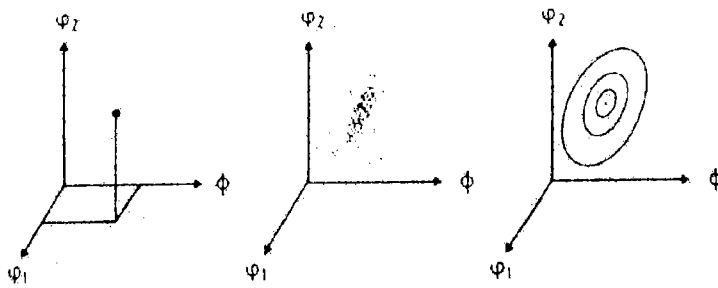


Figure II-8 : Représentation d'une fonction densité des orientations par des surfaces d'équidensité.

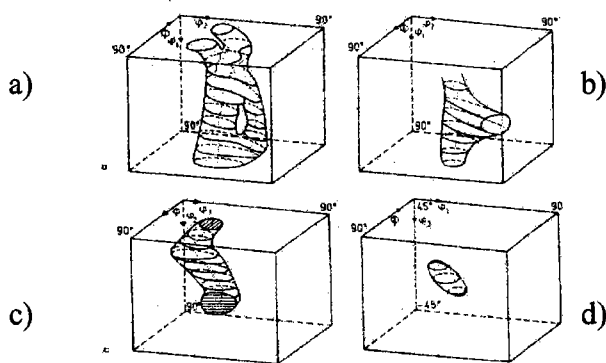


Figure II-9 : Exemples de fonction densité des orientations représentées par des surfaces d'équidensité.

- a) acier recristallisé; b) acier laminé à froid; c) cuivre laminé à froid;
- d) laiton laminé à froid

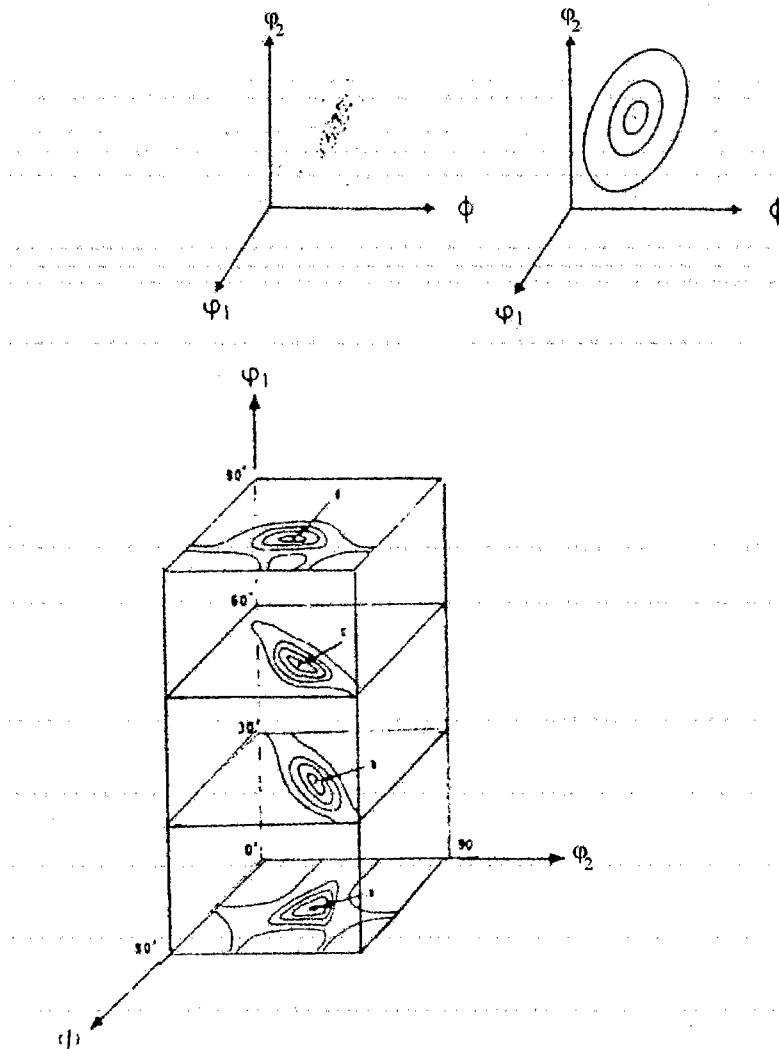


Figure II-10 : Représentation tridimensionnelle d'une fonction densité des orientations.

### II.3.5 Spécificité des mesures effectuées sur les barreaux de FeAl 40

Pour réaliser les mesures de figures de pôles, la gaine en acier qui entourait le matériau suite à son extrusion a été retirée en usinant le barreau au tour. Les échantillons ont ensuite été prélevés à l'aide d'une microtrancheuse en sectionnant le barreau dans le sens perpendiculaire à l'axe d'extrusion. Afin de supprimer d'éventuelles contraintes induites lors de la découpe des échantillons, ces derniers ont été attaqués 20 secondes à l'aide du réactif déjà utilisé pour révéler la microstructure lors des observations au microscope optique.

Les mesures de figures de pôles ont été effectuées sur le goniomètre FSM avec un rayonnement au cobalt. Le pas de déclinaison utilisé était  $\Delta\alpha = 2^\circ$  et le pas d'azimut  $\Delta\beta = 2,5^\circ$ . Le comptage des photons a été effectué par intégration en continu pour un temps de 6 secondes par case.

Afin de calculer la FDO, les figures de pôles (110), (200) et (211) ont été mesurées pour chaque échantillon. Le rang de développement maximal,  $l_{\max}$ , des harmoniques sphériques généralisés était de 34. Dans les chapitres III à V les intensités atteintes par la FDO pour différentes orientations seront souvent discutées. Il s'agit toujours d'intensités rapportées à celle d'une texture isotrope dont l'intensité est égale à 1, puisque la FDO est normée à 1. Ainsi une intensité de 7 indique que, dans l'espace d'Euler, la FDO de l'orientation en question a une intensité 7 fois supérieure à celle d'une texture isotrope. Dans la suite de cette étude ceci ne sera plus expressément précisé.

La symétrie d'échantillon circulaire des barreaux engendre l'apparition d'une texture de fibre de type  $\langle hkl \rangle$  parallèle à DN, la normale à la surface de l'échantillon. L'existence d'une texture de fibre parallèle à DN sur une figure de pôle se traduit par l'apparition de couronnes dont l'intensité, pour un angle de déclinaison  $\alpha$  fixé, est la même quel que soit l'angle d'azimut  $\beta$ .

Cela aura aussi une influence sur la représentation des coupes de la FDO. En effet, le premier angle d'Euler,  $\varphi_1$ , opère une rotation autour de DN. Or comme toutes les intensités sont identiques pour un angle  $\alpha$  donné, c'est à dire quelle que soit la valeur de  $\varphi_1$ , une seule coupe pour un angle  $\varphi_1$  quelconque suffira pour représenter toute la FDO.

La figure II-11 présente une figure de pôle expérimentale d'un échantillon du matériau FeAl40 Grade 3 extrudé à 1100°C et traité thermiquement 1 minute à 1250°C ayant une texture de fibre.

Afin de repérer plus facilement les composantes de texture rencontrées dans les chapitres suivants, une section de la FDO a été découpée en secteurs de 10° de côté. Si une fibre d'indices réduits est présente dans cet intervalle angulaire, les indices de cette fibre sont inscrits dans la section en question. Toutes les sections contenant des orientations équivalentes ont la même couleur. La figure II-12 indique la position des différentes fibres sur une coupe de FDO. Cette représentation n'est valable que dans le cas d'une symétrie cristalline cubique.

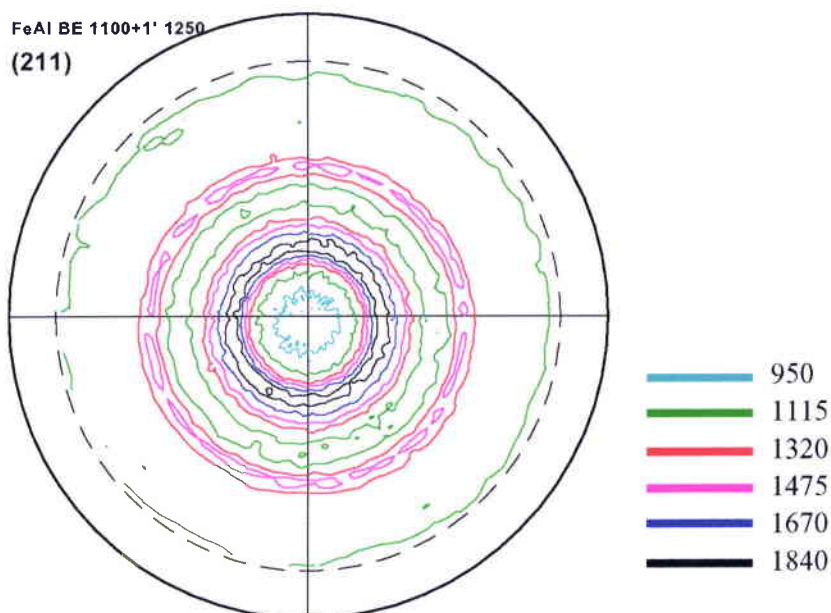


Figure II-11 : Figure de pôle expérimentale (211) d'un échantillon du matériau FeAl40 Grade 3 extrudé à 1100°C et traité thermiquement 1 minute à 1250°C.

**Phi 1 = 0**

**Phi2**

	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90
10	001									
20	013									103
30	012					113				102
40	023					112				203
50	011									101
60	032				233	111	323			302
70	021	131	121			332		211	311	201
80	031									301
90	010	130	201	302	110	320	210	310	100	

Figure II-12 : Cartographie des composantes de texture pour la symétrie cubique

### II.3.6 Le modèle de TAYLOR

Ce modèle s'attache à décrire l'évolution de la texture lors de la déformation plastique connaissant les mécanismes élémentaires intra-cristallins et les interactions entre les grains mis en jeu. Le modèle de Taylor suppose que chaque grain se déforme de la même façon que l'échantillon, c'est-à-dire que les déformations plastiques à l'échelle microscopique et macroscopique sont identiques sauf dans le cas du modèle de Taylor relaxé.

Le comportement du monocristal est supposé satisfaire les hypothèses suivantes:

- la déformation est homogène à l'échelle du grain
- la déformation a lieu par glissement cristallographique (le maclage peut aussi être pris en compte)
- le glissement sur un système suit la loi de Schmid et Boas : il ne peut avoir lieu que si la scission résolue  $\tau$  pour ce système excède la scission critique  $\tau_c$ .

L'angle de rotation d'un grain lors d'une déformation dépend des systèmes de glissement activés. Ainsi, le résultat de la simulation de texture est entièrement conditionné par les familles de systèmes de glissement injectées dans le modèle.

Pour vérifier l'hypothèse d'uniformité des déformations ou de déformation totalement imposée (DTI), cinq systèmes de glissement indépendants sont nécessaires pour accommoder une déformation quelconque en garantissant la compatibilité. Parmi les nombreuses combinaisons possibles de ces cinq systèmes de glissement, celle qui sera activée sera celle nécessitant l'énergie interne de déformation la plus faible.

Lorsque les grains ne sont pas tout à fait équiaxes, certaines composantes de cisaillement peuvent être très différentes de celles imposées à la matrice et l'hypothèse d'uniformité n'est plus respectée. Afin de mettre en œuvre le modèle de Taylor dans un cas plus général, Honeff et Mecking [HON 78] ont modifié cette approche en imposant des contraintes de réactions nulles correspondant à ces composantes de déformation. Cela a pour conséquence de réduire le nombre de systèmes de glissement indépendants nécessaires pour accommoder une déformation donnée. Ce modèle est alors appelé "Taylor relaxé" ou théorie de déformation partiellement imposée (DPI).

Les résultats obtenus à l'aide de cette méthode sont généralement satisfaisants pour des matériaux de structure cubique, particulièrement en conditions de déformations partiellement imposées (DPI).

Une déformation finie est considérée comme une succession de  $n$  petites déformations. La modélisation d'une déformation macroscopique finie nécessite donc de connaître le nombre  $n$  de pas de déformation et le tenseur gradient de déplacement  $dE$ . Dans le cas d'une déformation par extrusion le tenseur de déformation est de la forme suivante:



$$dE = \begin{pmatrix} -0.025 & 0 & 0 \\ 0 & -0.025 & 0 \\ 0 & 0 & 0.05 \end{pmatrix}$$

La déformation équivalente  $d\bar{\epsilon}$  pour ce tenseur vaut donc:

$$d\bar{\epsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} d\epsilon_{ij} d\epsilon_{ij}} = 0.05$$

Le rapport d'extrusion se calcule comme suit:

$$R = \frac{S_o}{S} = \frac{S_o}{\frac{S_o}{(1 + d\bar{\epsilon})^n}} = (1 + d\bar{\epsilon})^n$$

Le choix du rapport d'extrusion fixe par conséquent le nombre n de pas à effectuer pour réaliser la déformation voulue.

Puisque le matériau étudié consiste en une poudre avant son extrusion et que les particules de cette poudre ont une forme assimilable à une sphère, la texture prise en compte lors du premier pas de déformation sera une texture isotrope.

### II.3.7 Estimation du module d'Young à partir de la texture

La loi de l'élasticité, encore appelée loi de Hooke généralisée peut être écrite de la manière suivante :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \epsilon_{kl} \quad \text{avec } \sigma_{ij} \text{ la contrainte dans la direction } j \text{ sur la surface perpendiculaire à la direction } i.$$

ou

$$\epsilon_{ij} = S_{ijkl} \cdot \sigma_{kl} \quad \epsilon_{kl} \text{ la déformation dans la direction } l \text{ sur la surface perpendiculaire à la direction } k.$$

$C_{ijkl}$  le tenseur de rigidité  
 $S_{ijkl}$  le tenseur de compliance

En choisissant une direction ( $\vec{r}$ ) dans un monocristal, les relations d'élasticité locale s'écriront :

$$\sigma(\vec{r}) = C(\vec{r}) \cdot \varepsilon(\vec{r})$$

$$\varepsilon(\vec{r}) = S(\vec{r}) \cdot \sigma(\vec{r})$$

Dans le cas d'un polycristal, l'élasticité répond à une loi analogue, il faut cependant tenir compte de l'influence de chaque cristallite. Une loi globale est alors nécessaire pour décrire le comportement du polycristal, elle s'écrira :

$$\Sigma = C^{\text{Moy}} \cdot E \quad \text{où} \quad \Sigma \text{ est la contrainte macroscopique}$$

$$E = S^{\text{Moy}} \cdot \Sigma \quad \text{E est la déformation macroscopique}$$

$C^{\text{Moy}}$  et  $S^{\text{Moy}}$  étant respectivement la rigidité et la compliance moyenne du polycristal.

Ces valeurs peuvent être obtenues en intégrant les rigidités ou les compliances locales sur l'ensemble du volume du polycristal, en supposant qu'il n'existe pas de contraintes internes, ceci s'écrira de la manière suivante :

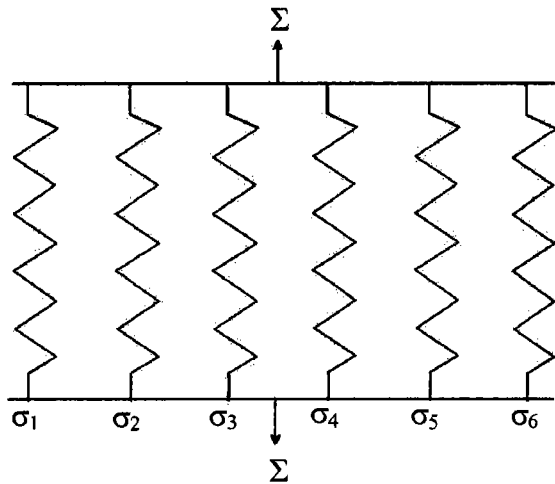
$$\Sigma = \frac{1}{V} \cdot \int_V \sigma(\vec{r}) dV = \frac{1}{V} \cdot \int_V C(\vec{r}) \varepsilon(\vec{r}) dV$$

$$E = \frac{1}{V} \cdot \int_V \varepsilon(\vec{r}) dV = \frac{1}{V} \cdot \int_V S(\vec{r}) \sigma(\vec{r}) dV$$

Afin de pouvoir déterminer les tenseurs de rigidité et de compliance dans la pratique, il est nécessaire de poser des hypothèses supplémentaires. En effet, l'état de contrainte ou de déformation est différent pour chaque cristallite suivant son orientation.

Voigt a proposé un modèle dans lequel tous les grains subissent la même déformation alors que les contraintes peuvent prendre des valeurs différentes. Par analogie, ce modèle revient à considérer des ressorts de raideurs différentes montés en parallèle et soumis au même allongement, cela peut alors s'écrire :

$$\varepsilon(g) = E = \text{constante}$$



La contrainte totale  $\Sigma$  vaut dans ce cas :

$$\begin{aligned} \Sigma &= \int \sigma(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ &= \int C(g) \cdot \varepsilon(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ &= \int C(g) \cdot f(g) \cdot dg \cdot E \end{aligned}$$

$$\Sigma = \langle C \rangle^V \cdot E$$

où  $\langle C \rangle^V$  est la rigidité moyenne selon le modèle de Voigt.

Reuss a lui proposé un modèle dans lequel tous les grains sont soumis à la même contrainte. L'analogie de ce modèle revient donc à considérer des ressorts montés en série, soumis à la même contrainte et dont la déformation peut différer, cela s'écrit alors :

$$\sigma(g) = \Sigma = \text{constante}$$

La déformation totale se calcule de la façon suivante :

$$\begin{aligned} E &= \int \varepsilon(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ &= \int S(g) \cdot \sigma(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ &= \int S(g) \cdot f(g) \cdot dg \cdot \Sigma \end{aligned}$$

$$E = \langle S \rangle^R \cdot \Sigma$$

où  $\langle S \rangle^R$  est la compliance moyenne selon le modèle de Reuss.



Les modèles de Voigt et de Reuss menant à des solutions extrémales pour le comportement élastique, Hill a proposé d'établir une moyenne à partir de la rigidité moyenne selon Voigt et de la compliance moyenne selon Reuss :

$$\langle C \rangle^H = \frac{1}{2} \cdot \left[ \langle C \rangle^V + \left[ \langle S \rangle^R \right]^{-1} \right]$$

Dans de nombreux cas, et comme cela sera également vérifié plus loin pour la présente étude, le modèle de Hill s'avère souvent être celui qui reproduit le mieux les résultats expérimentaux.

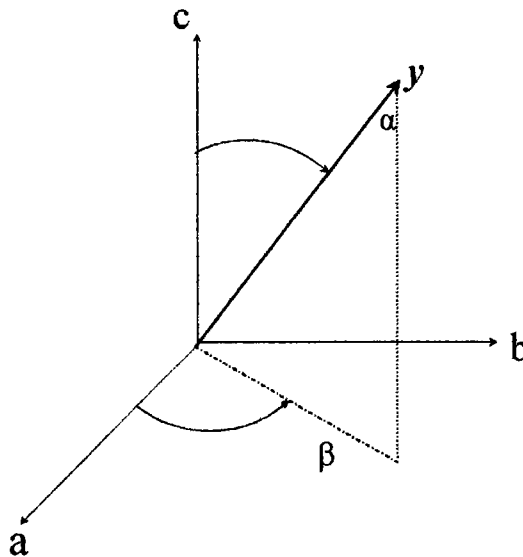
Après avoir déterminé les coefficients de texture et connaissant les propriétés du monocristal de FeAl, les tenseurs de compliance et de rigidité des différents échantillons ont été calculés à l'aide des programmes écrits par M. Michel Humbert, professeur au LETAM.

Une fois les tenseurs de compliance ou de rigidité pour une texture donnée connus, le module d'Young du polycristal dans une direction aléatoire  $y$  peut être calculé à partir de la formule [BUN 82a] suivante où l'indice  $R$  indique que la compliance a été déterminée à l'aide du modèle de Reuss (cet indice peut être remplacé par  $V$  ou  $H$  le cas échéant):

$$\frac{1}{E^R(y)} = y_1^4 S_{1111}^R + y_2^4 S_{2222}^R + y_3^4 S_{3333}^R + 2 y_1^2 y_2^2 (S_{1122}^R + 2 S_{1212}^R) + 2 y_1^2 y_3^2 (S_{1133}^R + 2 S_{1313}^R) + 2 y_2^2 y_3^2 (S_{2233}^R + 2 S_{2323}^R)$$

Dans cette formule  $y_1$ ,  $y_2$  et  $y_3$  représentent les cosinus directeurs de la direction  $y$  dans le repère macroscopique, ils sont définis comme suit :

$$\begin{aligned} y_1 &= \cos \beta \cdot \sin \alpha \\ y_2 &= \sin \beta \cdot \sin \alpha \\ y_3 &= \cos \alpha \end{aligned}$$



La figure II-13 représente la projection stéréographique des valeurs du module d'Young calculées pour un monocristal de Fe 40%at. Al. Pour obtenir ces valeurs, les coefficients  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  du tenseur de rigidité à 300K, déterminés par Leamy et al. [LEA 67], ont été utilisés.

Cette projection met en évidence les orientations pour lesquelles le module d'Young est le plus élevé à savoir les directions  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ .

## MODULE DE YOUNG

FeAl Single cristal Orientation (0,0,0)

NIVEAUX (GPa) :

100 140 180 220 260

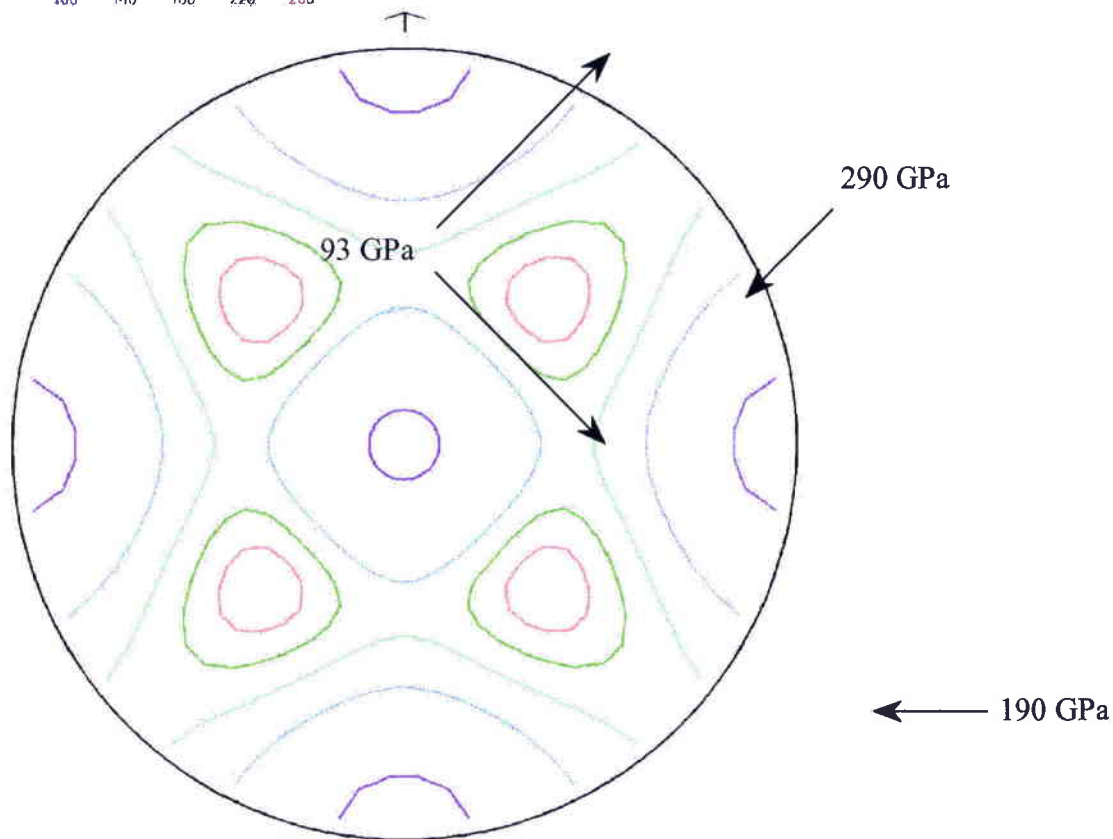


Figure II-13 : Projection stéréographique des valeurs du module d'Young d'un monocristal Fe 40%at. Al.

## II.4 Essais mécaniques

L'ensemble des caractéristiques mécaniques communiquées dans ce travail a été déterminé par essai de dureté ou de traction au sein des laboratoires du CEA/CEREM. Le module d'Young a été mesuré par extensométrie durant la première partie de l'essai de traction. L'allongement à rupture, la limite élastique et la contrainte maximale ont été relevés sur les courbes déterminées à l'aide du déplacement de traverse.

### **III Influence des paramètres expérimentaux sur la microstructure et les propriétés mécaniques (Matériau FeAl40 Grade 3)**

*L'objectif de ce chapitre est d'examiner l'influence des paramètres expérimentaux lors de l'élaboration du matériau et plus particulièrement durant la phase d'extrusion. Dans le cas de l'alliage de composition (Fe - 39,78 Al - 0,054 Zr - 0,01 B - 0.2 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> at.%) obtenu par mécanosynthèse et extrusion, nous allons donc voir l'influence de la température d'extrusion puis du rapport d'extrusion.*

*La première section (III.1) s'attachera à mettre en évidence l'influence de la température d'extrusion. Pour cela cinq barres ont été extrudées à 1000, 1100, 1150, 1200 et 1250°C avec un rapport d'extrusion de 14 :1.*

*Dans la deuxième section (III.2.) deux rapports d'extrusion différents (14 :1 et 28 :1) seront employés afin de produire des barres extrudées à 1100°C*

*Dans ces deux sections, la microstructure des barres sera analysée en détail. Les propriétés mécaniques seront déterminées à partir d'essais de traction. L'observation des faciès de rupture viendra compléter les analyses microstructurales afin d'expliquer les propriétés mécaniques obtenues. La texture des barres sera étudiée et ces mesures permettront d'estimer les modules d'Young selon les modèles de Reuss, Voigt et Hill. L'utilisation du modèle de Taylor permettra de mieux expliquer les textures obtenues.*

*Les résultats seront discutés à l'appui de considérations et d'analyses complémentaires dans une dernière section (III.3).*

## III 1. Influence de la température d'extrusion

Tous les échantillons étudiés dans ce chapitre ont été élaborés avec le même rapport d'extrusion de 14:1 en utilisant un lot de poudre produit par le CEA en 1997 (lot B). Les barreaux ont été extrudés au LETRAM (CEA). Les températures d'extrusion sont les suivantes : 1000, 1100, 1150, 1200 et 1250°C.

L'influence de la température d'extrusion sera étudiée en considérant trois caractéristiques principales. Une première partie traitera de l'évolution de la microstructure (aspect général et analyse quantitative) et de la texture (résultats expérimentaux et simulation). Une deuxième partie s'attachera à décrire les modifications des caractéristiques mécaniques ( $R_m$ ,  $R_e$ , A%, module d'Young) et la dernière partie comparera les différents modes de rupture des échantillons.

### III 1.1. Texture - Microstructure

#### *III 1.1.1. Analyse microstructurale*

- Aspect général de la microstructure

Les Figures III.1-1, III.1-3, III.1-5, III.1-7 et III.1-9 représentent les microstructures des échantillons sur des coupes sectionnées perpendiculairement à la direction d'extrusion. Les Figures III.1-2, III.1-4, III.1-6, III.1-8 et III.1-10 représentent les microstructures des échantillons observés dans le sens parallèle à la direction d'extrusion.

Bien que ce phénomène ne soit pas toujours très visible sur les micrographies MET, il est possible d'observer une structure où les grains sont alignés sous forme de bandes dans la direction d'extrusion. La limite de ces bandes correspond vraisemblablement à la surface externe des anciennes particules de poudre. Les grains contenus dans ces bandes sont légèrement plus allongés dans la direction d'extrusion sans pour autant que cela soit le cas de tous les grains. Pour les températures d'extrusion les plus élevées ce phénomène est atténué. Dans les sections perpendiculaires à la direction d'extrusion (dénommée ici sens travers) les grains apparaissent plus équiaxes.





Figure III.1-1 : Be 1000 sens travers.



Figure III.1-2 : Be 1000 direction d'extrusion.

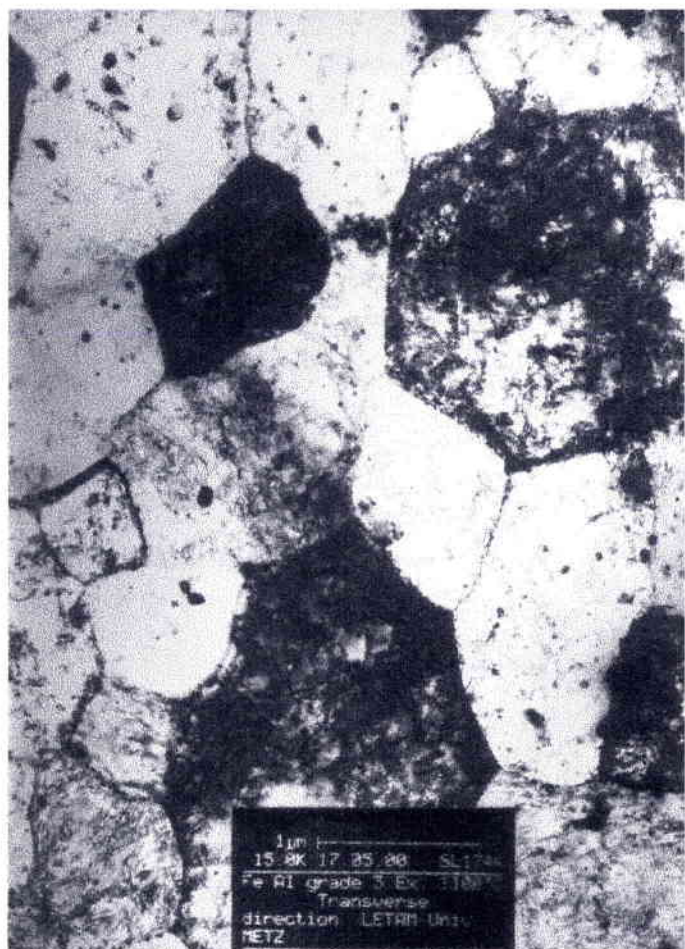


Figure III.1-3 : Be 1100 sens travers



Figure III.1-4: Be 1100 direction d'extrusion.



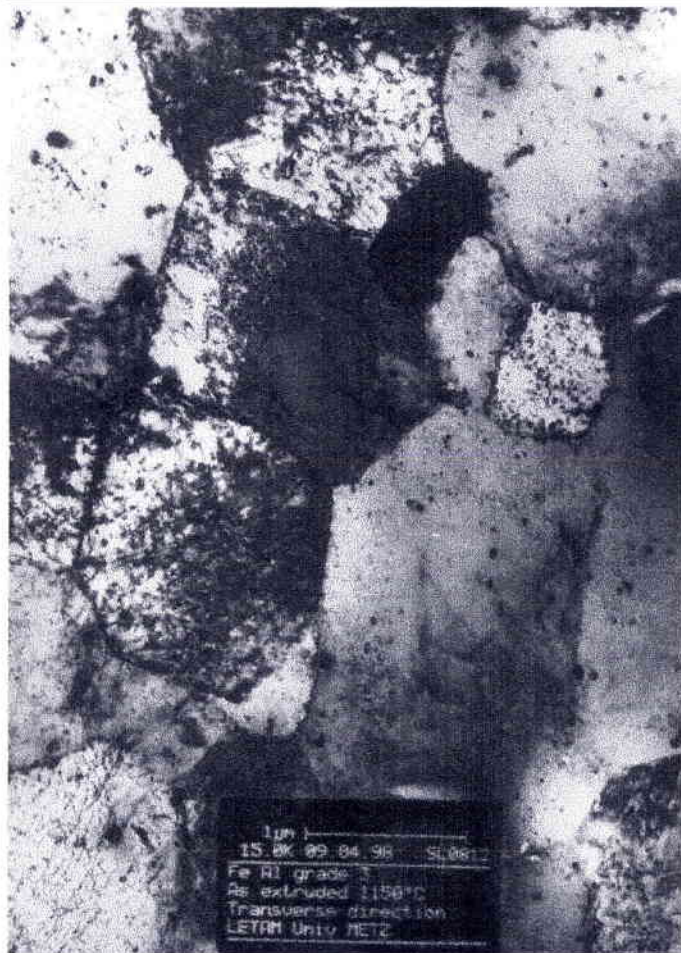


Figure III.1-5 : Be 1150 sens travers.



Figure III.1-6 : Be 1150 direction d'extrusion.

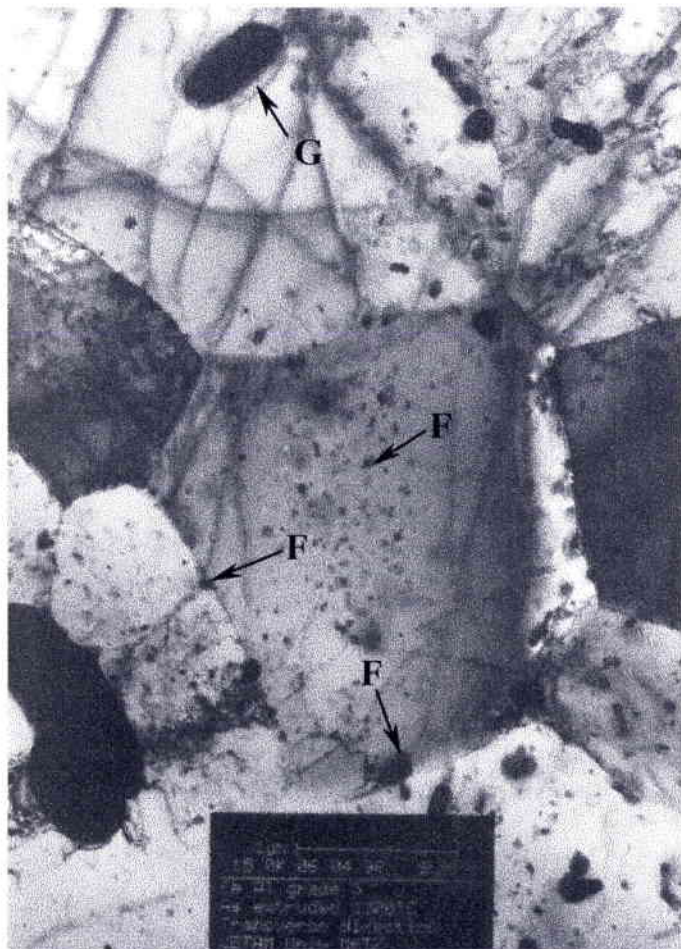


Fig III.1-7 : Be 1200 sens travers.



Figure III.1-8 : Be 1200 direction d'extrusion.



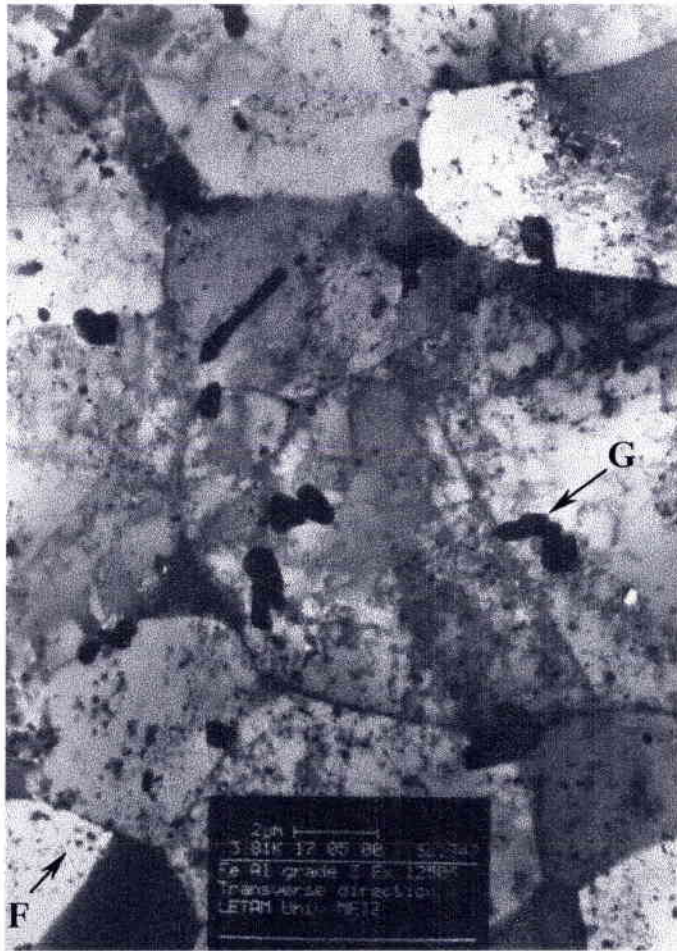


Figure III.1-9 : Be 1250 sens travers.

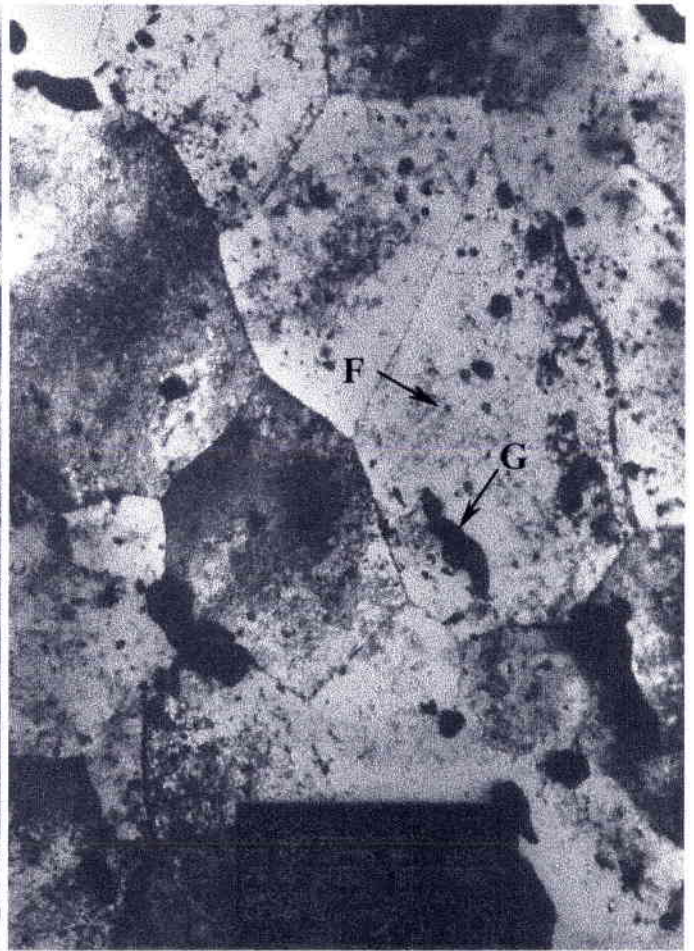


Figure III.1-10 : Be 1250 direction d'extrusion

Pour les températures d'extrusion de 1000, 1100°C et 1150°C, l'observation dans la direction d'extrusion montre souvent la présence de grains présentant des contours sensiblement carrés ou rectangulaires. L'occurrence d'une telle morphologie n'est pas courante en métallurgie et est sans doute due à la présence de particules dans ces alliages. Pendant l'élaboration des poudres et jusqu'au moment de leur extrusion, des oxydes se forment à leur surface. Lors de l'extrusion, les poudres sont déformées dans la direction d'extrusion et prennent une forme allongée. Les particules présentes à leur surface s'alignent donc également dans la direction d'extrusion. Ces particules influent sur la croissance des grains en freinant notamment le déplacement des joints de grains, la force exercée par les particules sur les joints est appelée force de freinage de Zener. La force de freinage de Zener le long du joint de grains en mouvement varie en raison de la répartition alternée des particules [NES 85]. La Figure III.1-11 schématise les stades successifs du déplacement d'un joint de grains dans une telle configuration. La variation de la force de freinage dépend à la fois de la position du joint de grains et de l'endroit précis considéré sur le joint de grains. Si une force agit sur le joint de grains, ce dernier commencera à se déplacer avec des vitesses différentes puisque les forces de freinage varient suivant le point considéré sur le joint de grains. Toutefois, une forme quasi stationnaire est obtenue si chaque point du joint se déplace parallèlement à l'alignement des particules avec la même vitesse  $v_c$  ( $v_c$  dépend de la force motrice, de la courbure et des angles  $\alpha$  et  $\beta$ ). Ce sera le cas tant que  $\beta < \alpha$ , ensuite le joint de grains est ancré par les particules et il en

résulte l'apparition de « marches » aboutissant à la formation de grains de forme rectangulaire.

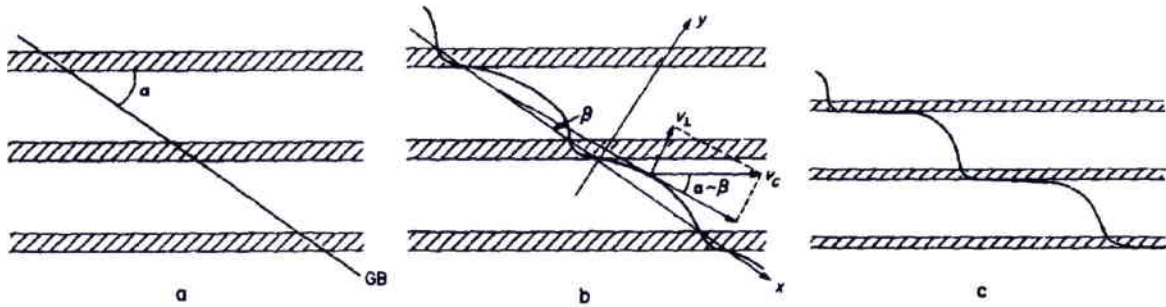


Figure III.1-11 : Formes successives d'un joint de grain en mouvement formant un angle  $\alpha$  avec la direction d'alignement des particules.

A l'intérieur des bandes, certains joints (ou sous-joints) ont une courbure suggérant l'activation d'un mécanisme de restauration lors de l'élaboration des barreaux. La désorientation entre ces sous joints est très faible (quelques degrés). Ceci est illustré par la Figure III.1-12.

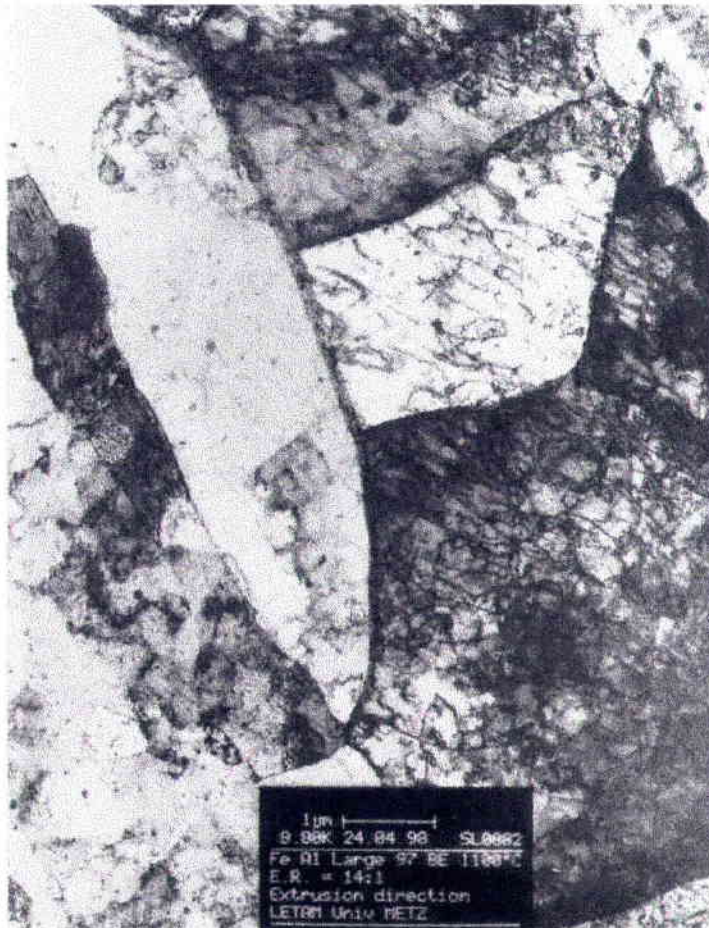


Figure III.1-12 : Be 1100 direction d'extrusion.



Pour les barreaux extrudés à 1100°C et encore plus particulièrement à 1000°C, de nombreux enchevêtrements de dislocations sont observées à l'intérieur des grains (Figure III.1-13a). Ces enchevêtrements sont moins marqués pour les extrusions à plus haute température et simplement quelques boucles de dislocations sont observées à 1250°C (Figure III.1-13b).



Figure III.1-13a : Micrographie en MET de l'échantillon Be 1000 attestant de la présence de très nombreuses dislocations.



Figure III.1-13b : Micrographie en MET de l'échantillon Be 1250.

- Analyse quantitative de la microstructure

Afin de caractériser quantitativement la microstructure des différents échantillons, des lames minces ont été réalisées dans des coupes perpendiculaires à la direction d'extrusion puis observées au MET. Les micrographies réalisées à l'aide de la caméra CCD ont été analysées à l'aide du logiciel DigitalMicrograph de la société Gatan afin de déterminer la surface des grains et des particules observés. Les résultats relatifs à la taille de grains et de particules, obtenus et analysés manuellement, sont respectivement présentés dans les Tableaux III.1-1 et III.1-2. La Figure III.1-14 représente la distribution des diamètres des

grains dans l'échantillon Be 1100, elle montre que cette distribution se rapproche fortement d'une loi log-normale, généralement utilisée pour décrire la répartition des tailles de grains dans un échantillon. Par conséquent, les résultats obtenus devraient permettre de décrire de façon assez fidèle la tendance suivie par la taille de grains.

Le Tableau III.1-1 indique que la taille de grains augmente avec la température. Cette augmentation est d'autant plus marquée que la température s'élève. En effet, aux basses températures le diamètre des grains grandit de 125 % entre 1000 et 1100°C, alors qu'aux hautes températures une croissance de 233 % est observée entre 1200 et 1250°C. Le facteur de correction utilisé pour obtenir la taille de grains moyenne corrigée est égal à  $4/\pi$  (cf. paragraphe II.2.3.1). La Figure III.1-15 représente l'évolution de la taille de grains et de son écart type en fonction de la température d'extrusion. Cette figure illustre clairement la croissance de type exponentielle de la taille de grains avec la température d'extrusion des barreaux.

Température d'extrusion (°C)	Surface de grain moyenne ( $\mu\text{m}^2$ )	Taille de grain moyenne ( $\mu\text{m}$ )	Taille de grain moyenne corrigée ( $\mu\text{m}$ )	Nombre de grains mesurés
1000°C	0,26	0,48	0,61	410
1100°C	1,12	1,08	1,38	442
1150°C	2,15	1,53	1,95	292
1200°C	5,12	2,35	2,99	334
1250°C	27,28	5,48	6,97	84

Tableau III.1-1: Caractéristiques des grains en fonction de la température d'extrusion.

Température d'extrusion (°C)	Surface de particule moyenne ( $\text{nm}^2$ )	Taille de particule moyenne (nm)	Facteur de forme moyen	Nombre de particules mesurées
1000°C	256	14,8	0,76	218
1100°C	288	17,9	0,76	440
1150°C	282	17,7	0,73	334
1200°C	923	27,8	0,65	480
1250°C	9286	75,7	0,67	298

Tableau III.1-2 : Caractéristiques des particules en fonction de la température d'extrusion.



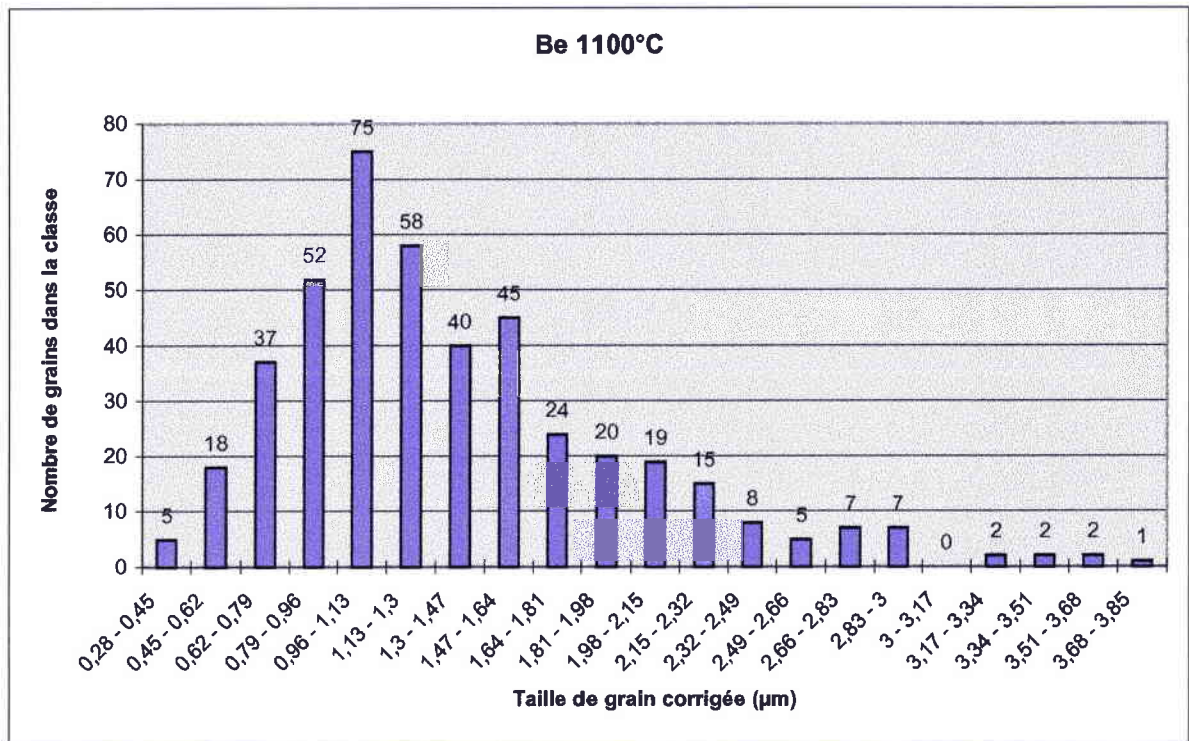


Figure III.1-14 : Distribution de diamètres des grains de l'échantillon Be 1100.

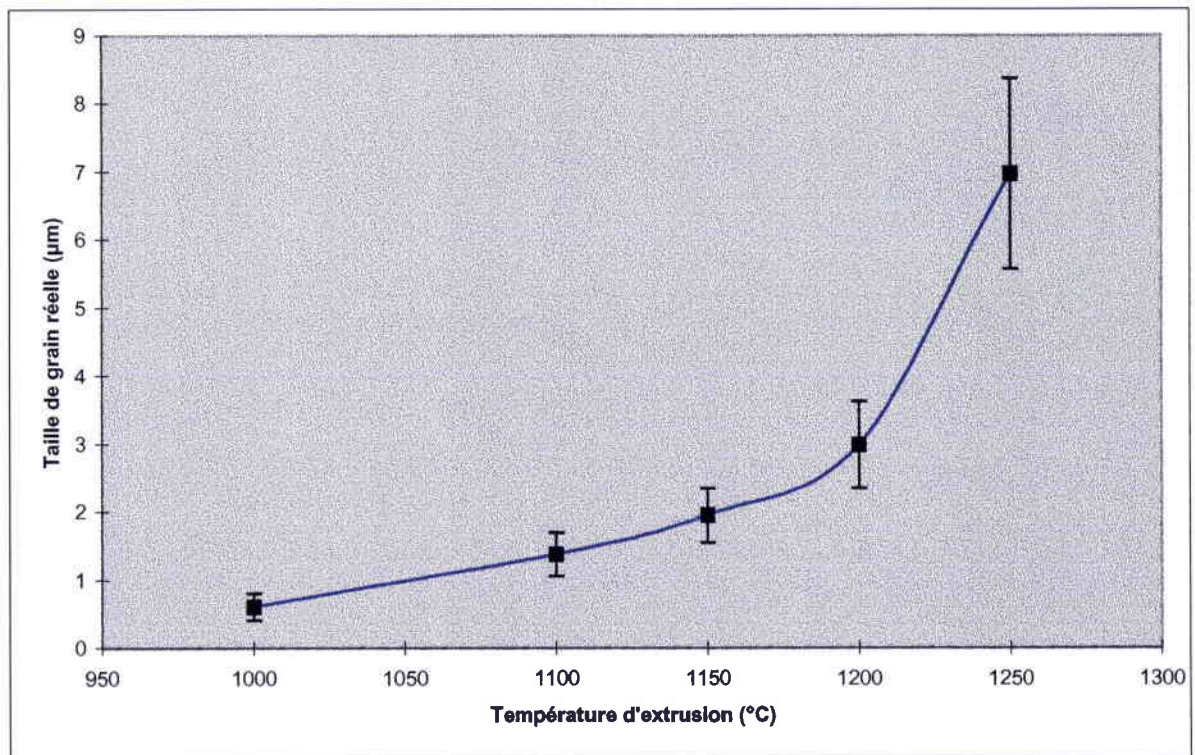


Figure III.1-15 : évolution de la taille de grains en fonction de la température d'extrusion.

Les tailles de particules sont données dans le Tableau III.1-2 et l'évolution de la taille et de l'écart type en fonction de la température d'extrusion est montrée sur la Figure III.1.-16.

Il faut tout d'abord préciser que la taille des particules est distribuée de manière bimodale comme cela est illustré sur les figures de MET III.1-1 à III.1-10. Les flèches insérées sur ces figures désignent les particules fines (F) et les plus grosses (G). Pour les analyses effectuées ici, seules les particules fines ont été prises en compte. En effet, les grosses particules sont bien moins nombreuses (fraction estimée à moins de 1% en nombre) et ont une taille souvent plus de dix fois supérieure à la taille moyenne des fines particules. Elles devraient donc avoir un effet très limité sur les propriétés du matériau. Les fines particules sont les plus efficaces pour piéger les dislocations ou ancrer les joints de grains, ce sont donc elles qui influencent le plus les propriétés mécaniques.

Pour un échantillon donné la distribution de taille des particules suit généralement une loi log-normale. Comme la taille de grains, la taille de particules augmente de manière exponentielle avec la température d'extrusion.

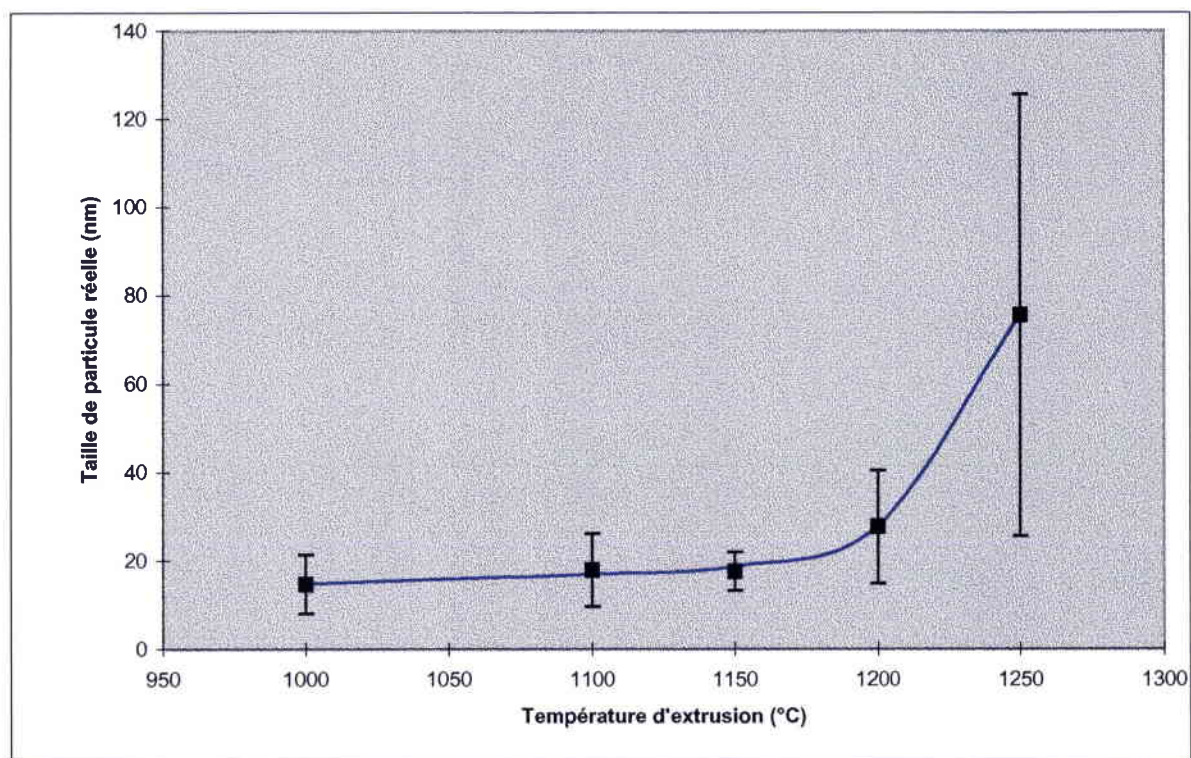


Figure III.1-16 : Evolution de la taille de particule en fonction de la température d'extrusion.

Dans le domaine de température 1000-1150°C, la taille des particules ne varie que très peu. De manière surprenante, elle décroît même légèrement depuis 1100 vers 1150°C. Cette constatation s'explique en analysant la distribution des tailles de particules dans ces deux échantillons (Figures III.1-17 et III.1-18). Sur chacune de ces deux figures deux courbes ont été tracées. L'une représente la fréquence des différentes classes dans



lesquelles ont été réparties les valeurs expérimentales (en bleu). L'autre correspond à la loi log-normale construite à partir de la moyenne et de l'écart type des valeurs expérimentales (en noir). Pour l'échantillon Be 1150, les valeurs expérimentales sont proches de celles de la loi log-normale : les maxima se superposent relativement bien à la fois en termes de taille de particule et de probabilité. En revanche, dans l'échantillon Be 1100, la probabilité relative à la même classe de taille de grain est très différente suivant la répartition considérée : expérimentale ou log-normale. Entre ces deux répartitions les

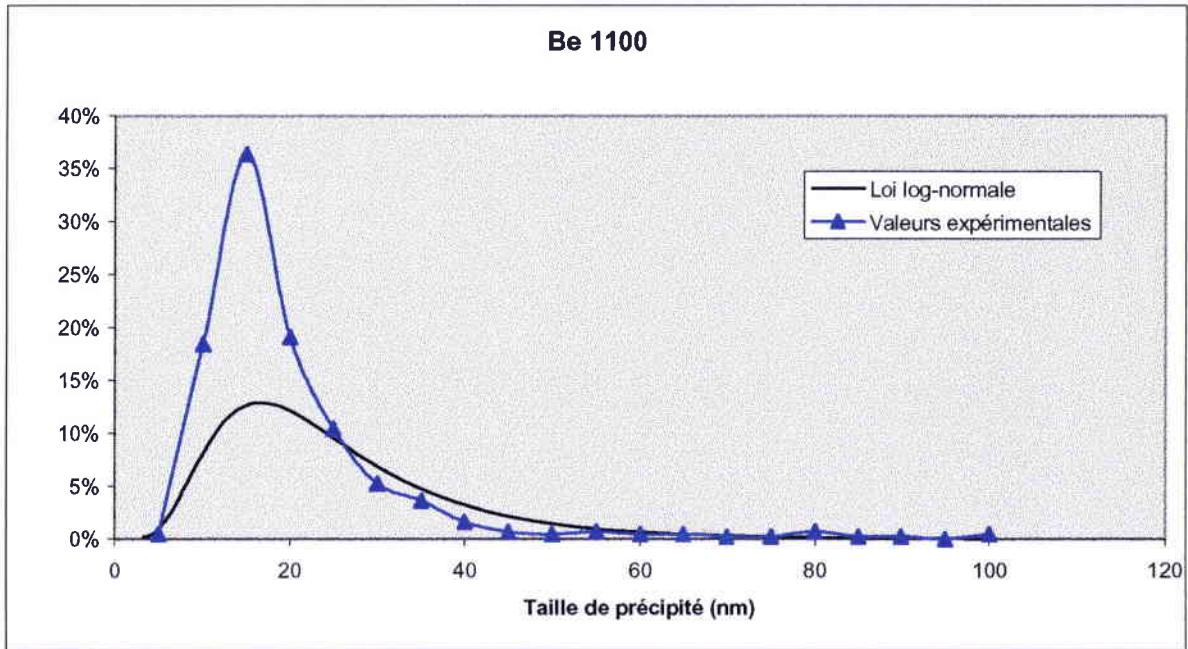


Figure III.1-17 : : Distribution de la taille de précipités dans l'échantillon Be 1100.

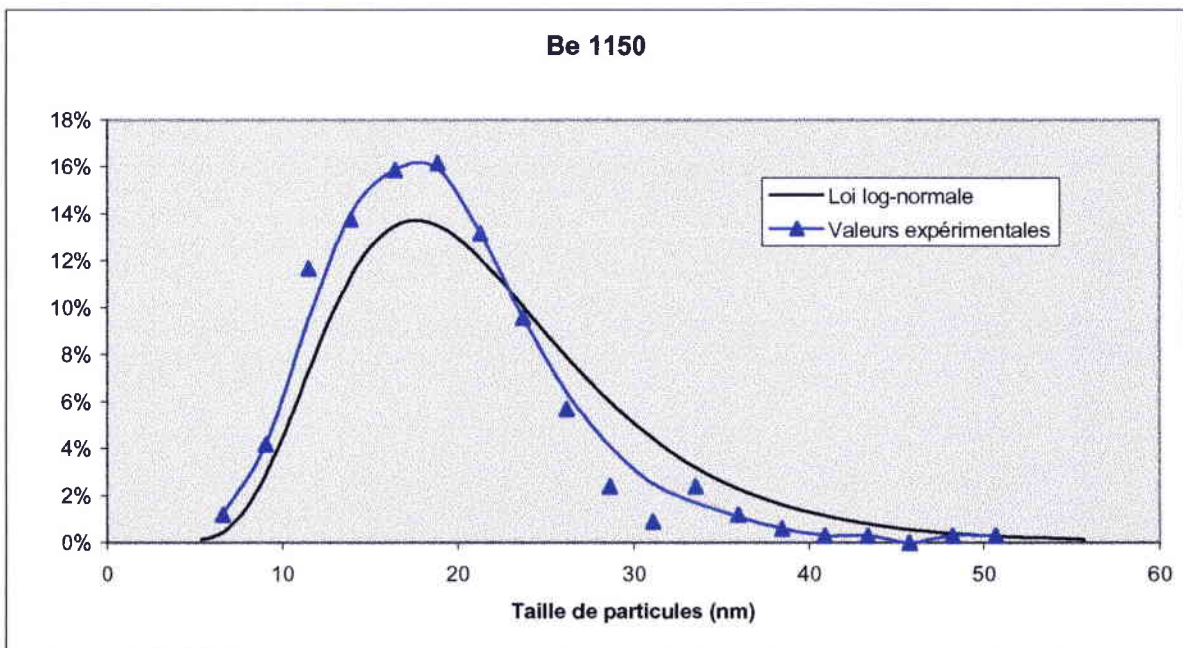


Figure III.1-18 : Distribution de la taille de précipités dans l'échantillon Be 1150.



maxima varient quasiment du simple au triple. De plus, bien que 95 % des particules aient une taille inférieure à 40 nm, des particules dont la taille allait jusqu'à 100 nm ont été observées. Or si la distribution de taille de particules suivait une loi log-normale la probabilité de trouver des particules ayant une taille égale à 80 nm serait quasi nulle (cf. courbe noire). La valeur élevée de l'écart type calculé pour la taille de particules de l'échantillon extrudé à 1100°C témoigne également d'une dispersion importante. Par conséquent, la prise en compte de taille de particules très élevées lors du calcul de la moyenne augmente sensiblement le résultat obtenu. Cela explique pourquoi la taille moyenne de particules pour l'échantillon Be 1100 est très légèrement supérieure à celle de l'échantillon Be 1150.

Ce phénomène illustre la grande sensibilité des mesures locales effectuées en microscopie électronique à transmission, où seule une infime partie du matériau est analysée. Quoiqu'il en soit, et malgré ces imprécisions, la Figure III.1-16 montre clairement une évolution importante de la taille des particules aux températures de 1200 et 1250°C. A ces températures, l'écart type déterminé pour la taille de particule augmente fortement. Cela est dû au fait que les fines particules commencent aussi à avoir une répartition de taille bimodale. En effet, les joints de grains forment des courts-circuits de diffusion permettant la croissance rapide des particules situées dans cette zone, alors que la croissance des particules au centre des grains reste limitée.

Il est intéressant de noter, dans le Tableau III.1-2, l'évolution importante du facteur de forme. Lorsque la température d'extrusion reste inférieure à 1150°C, le facteur de forme des particules varie peu et reste toujours supérieur à 0,72. Ceci traduit une forme légèrement elliptique plutôt qu'équiaxe, puisque dans ce dernier cas le facteur de forme vaut 1. En revanche, pour les échantillons extrudés à 1200°C et plus, le facteur de forme chute aux alentours de 0,65. Cette diminution du facteur de forme caractérise, en effet, la présence de particules plus allongées. Un exemple de ce type de particules est montré sur la micrographie de la Figure III.1-19 illustrant la présence de particules en forme de bâtonnets et d'autres ayant une forme se rapprochant de celle d'un carré. Ce changement de forme des particules n'a pas été clarifié mais pourrait être la marque d'un changement structural. La structure cristallographique de ces précipités n'est pas connue. L'analyse chimique effectuée par Morris [MOR 96] après extrusion à 1100°C montre que les particules ont des compositions chimiques complexes de type  $(Y_{80} Al_{<20} Fe_{<5})O_x$  pour les grandes, provenant de restes de particules d' $Y_2O_3$ , et  $(Y_{45} Al_{35} Fe_{20})O_x$  pour les petites, produites par réaction lors du broyage. La formation de ces particules à des températures supérieures à 1200°C pourrait modifier leur composition chimique et / ou leur structure cristallographique. Des essais complémentaires devront être effectués pour éclaircir ce point. Une technique telle que la microscopie en faisceau convergent devrait permettre d'identifier la structure cristallographique de ces particules et de vérifier si un changement a lieu. Alternativement, l'évolution du facteur de forme pourrait être due au fait qu'à partir

d'une certaine taille, la croissance des particules a lieu suivant certaines directions cristallographiques particulières.

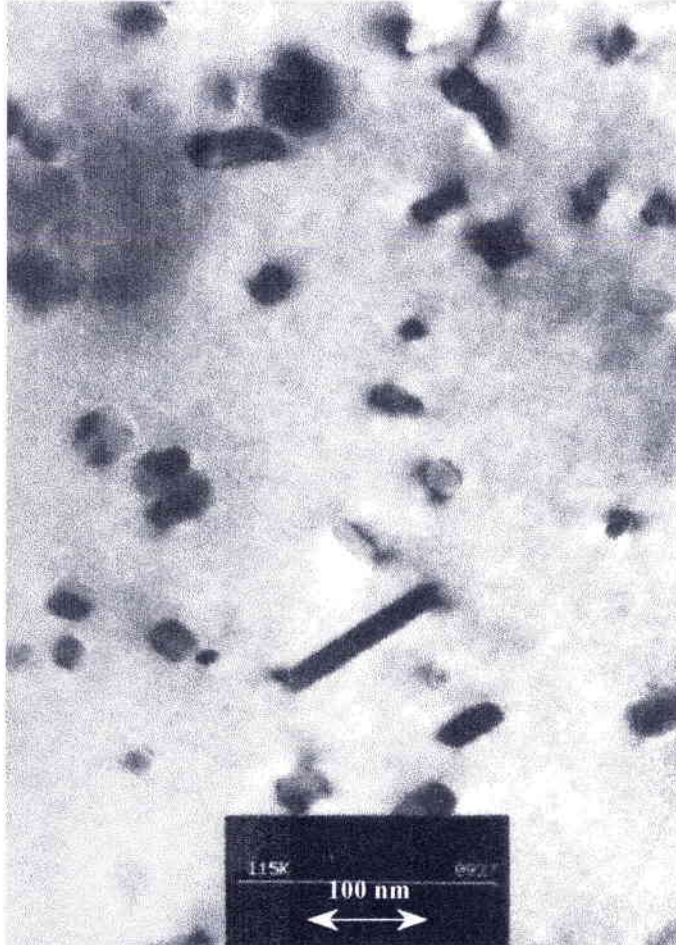


Figure III.1-19 : Micrographie de l'échantillon extrudé à 1200°C.

### *III 1.1.2. Analyse expérimentale des textures*

#### III 1.1.2.1. Analyse globale

Les Figures III.1-20 à III.1-24 reproduisent respectivement les FDO des échantillons extrudés à 1000, 1100, 1150, 1200 et 1250 °C en 1998 à partir d'un même lot de poudres produit en 1997 (lot B).

L'échantillon extrudé à 1000°C contient, en plus de la fibre majoritaire  $\langle 110 \rangle$  d'une intensité maximale de 3,7, une très discrète fibre d'intensité restant inférieure à 1 et d'orientation répartie autour de  $\langle 111 \rangle$ . Les échantillons extrudés à 1100, 1150 et 1200°C ne présentent qu'une unique fibre distribuée sur une vingtaine de degrés autour de l'orientation idéale  $\langle 110 \rangle$ .

Pour les quatre échantillons examinés jusqu'à présent, l'intensité de la fibre <110> croît avec la température d'extrusion. En effet, l'intensité maximale de cette fibre augmente de 3,7 à 1000°C jusqu'à 15,5 à 1200°C. A 1200°C, une légère composante proche de <310> vient s'ajouter sur la FDO.

La FDO de l'échantillon extrudé à 1250°C n'est pas dans la continuité des autres. En effet, bien que la fibre d'orientation <110> reste la plus importante, son intensité baisse et s'établit à 6,2. De plus, deux autres fibres sont apparues, l'une d'une intensité maximale de 2, répartie sur une dizaine de degrés autour de l'orientation <111>, et l'autre encore moins marquée, proche de l'orientation <310>.

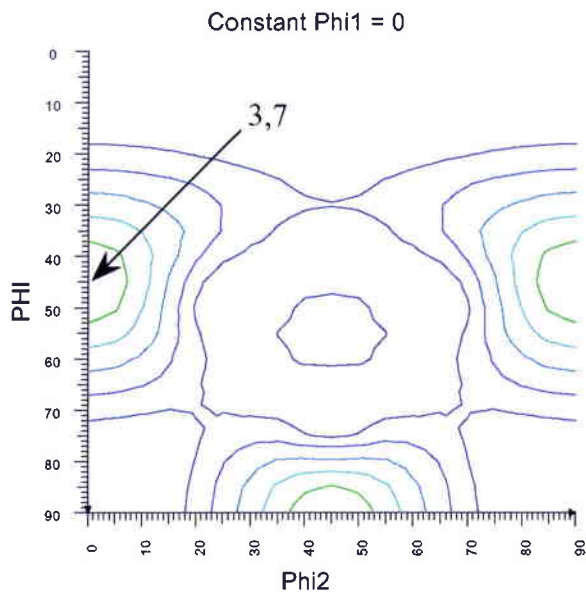


Figure III.1-20 : FDO de l'échantillon Be 1000.

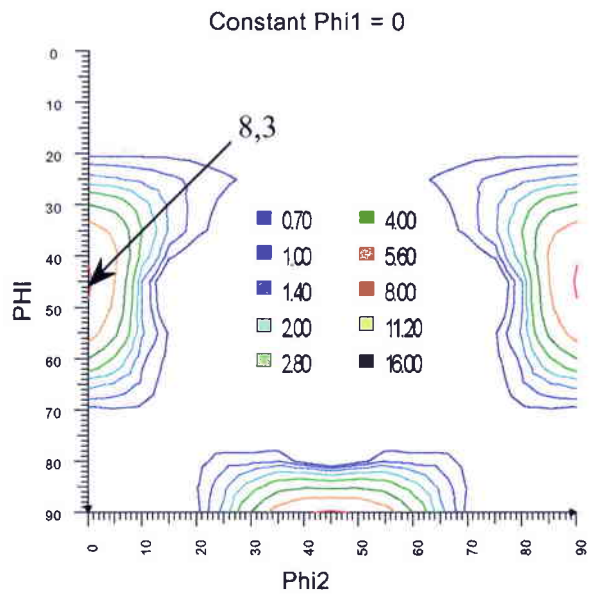


Figure III.1-21 : FDO de l'échantillon Be 1100.

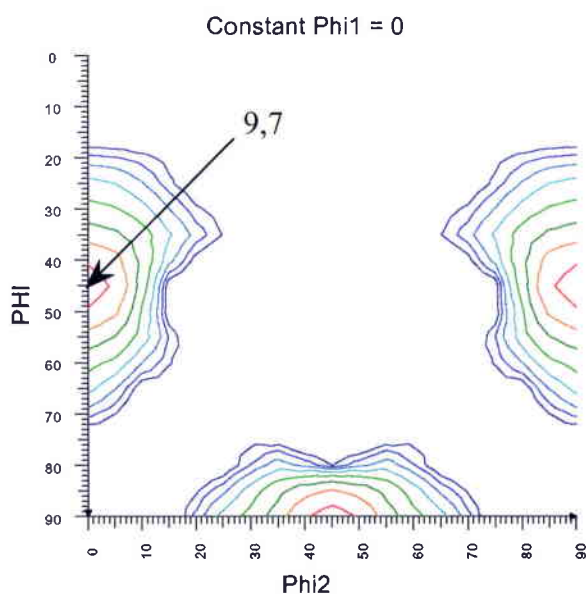


Figure III.1-22 : FDO de l'échantillon Be 1100.

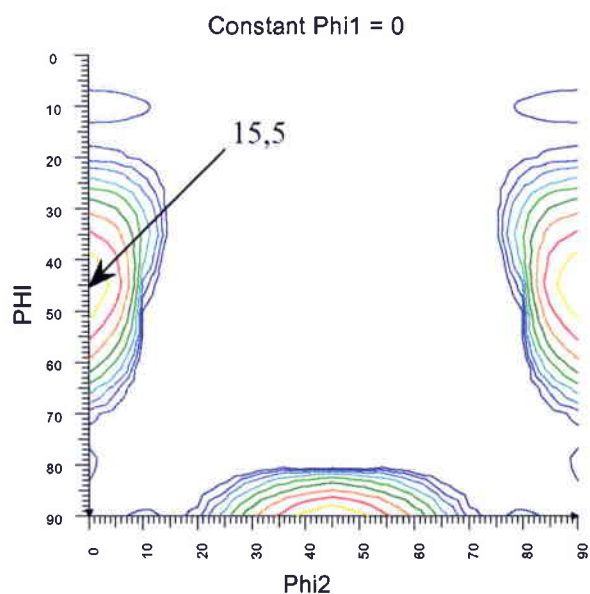


Figure III.1-23 : FDO de l'échantillon Be 1200.



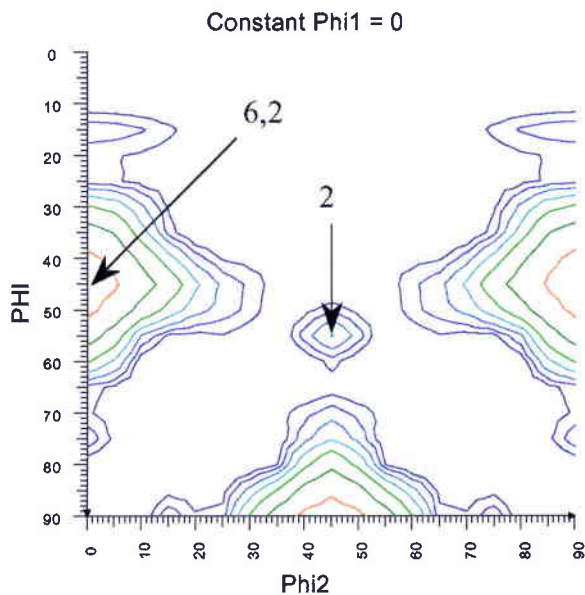


Figure III.1-24 : FDO de l'échantillon Be 1250.

### III 1.1.2.2. Analyse locale

La Figure III.1-25 montre un exemple d'analyse de texture locale effectuée à l'aide de l'EBSP, il s'agit d'une coupe longitudinale du barreau Be 1100. Le pas de mesure utilisé pour effectuer cette cartographie est de 0,28  $\mu\text{m}$ .

Sur cette cartographie les couleurs de ton vert sont largement majoritaires. Comme l'indique le triangle standard, elles correspondent à des orientations proches de  $\langle 110 \rangle$ . Les points noirs, qui ne sont pas présents sur le triangle standard, correspondent aux points dont les diagrammes de Kikuchi étaient de trop faible qualité pour être indexés.

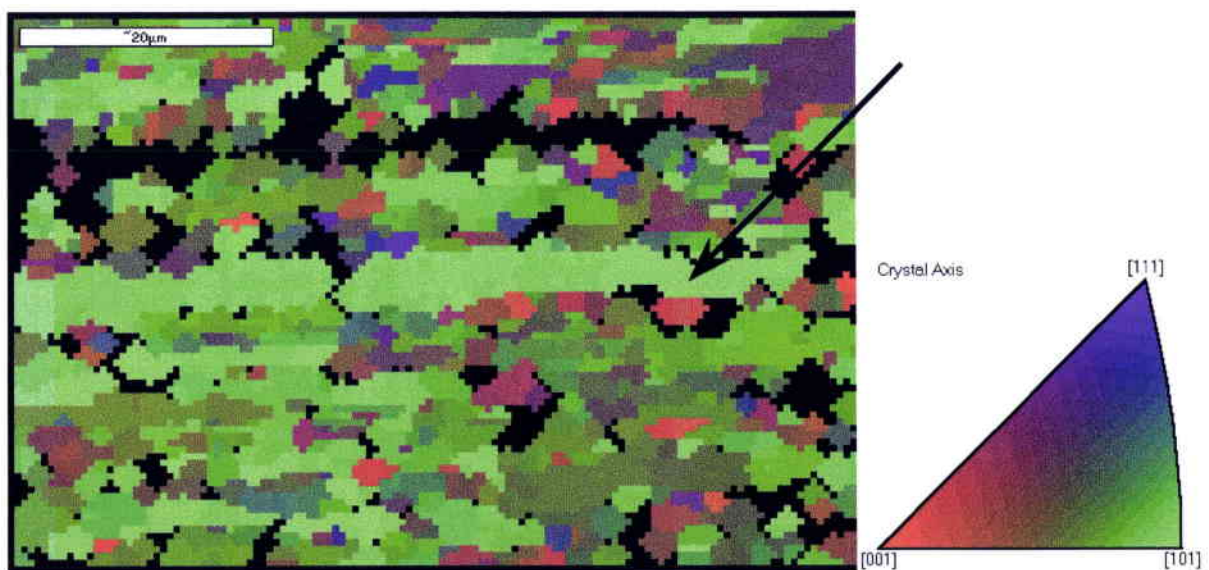


Figure III.1.-25: Echantillon Be 1100, directions cristalllographiques parallèles à l'axe d'extrusion.

Au centre de cette cartographie une bande, marquée par la flèche, contenant des grains de taille plus importante et de couleur verte se distingue. Les grains ou sous-grains de cette bande ont tous une direction très proche de  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion et leurs désorientations relatives sont très faibles.

Ceci semble confirmer l'hypothèse d'une évolution de la microstructure régie essentiellement par restauration dynamique, comme le suggérait l'observation des microstructures en MET.

### *III 1.1.3. Modélisation et analyse théorique des textures*

Les mécanismes de déformation dans l'intermétallique FeAl sont maintenant assez bien connus. L'analyse de la littérature montre notamment que le mécanisme de glissement des dislocations activé à « basse » température est  $(110) \langle 111 \rangle$ , auquel peut s'ajouter  $(112) \langle 111 \rangle$ . A plus haute température (au delà de  $700^\circ\text{C}$ ), une transition d'un glissement le long de  $\langle 111 \rangle$  vers  $\langle 100 \rangle$  s'effectue pour donner naissance au glissement  $(110) \langle 001 \rangle$ . Le but de ce paragraphe est d'utiliser ces différents mécanismes afin de trouver une explication à l'évolution des textures expérimentales.

Les textures obtenues après extrusion ont donc été simulées à l'aide du modèle de Taylor. En admettant que la déformation s'accomplisse essentiellement par glissement à l'aide des systèmes indiqués plus haut, une modélisation de la texture d'extrusion a été réalisée avec les paramètres suivants :

- Utilisation de 56 pas de déformation de 5% chacun, ce qui correspond environ à un rapport d'extrusion de 15 : 1.
- Calculs effectués pour les modèles de déformation totalement imposée (Full Constrain FC) et de déformation partiellement imposée avec un degré de liberté (Relaxed : lath).

L'utilisation du mécanisme de glissement à « basse » température dans les deux modèles (FC et lath) donne des résultats très similaires, avec une fibre d'orientation  $\langle 110 \rangle$  d'intensité maximale proche de 10, cf. Figures III.1-26 et III.1-27.

L'introduction d'un système de glissement supplémentaire de type  $(112) \langle 111 \rangle$  ne modifie pas de manière significative les textures dans le cas du modèle lath, Figure III.1-28. Pour le modèle FC, la fibre  $\langle 110 \rangle$  diminue légèrement en intensité et s'élargit en direction de l'orientation  $\langle 320 \rangle$ , Figure III.1-29.

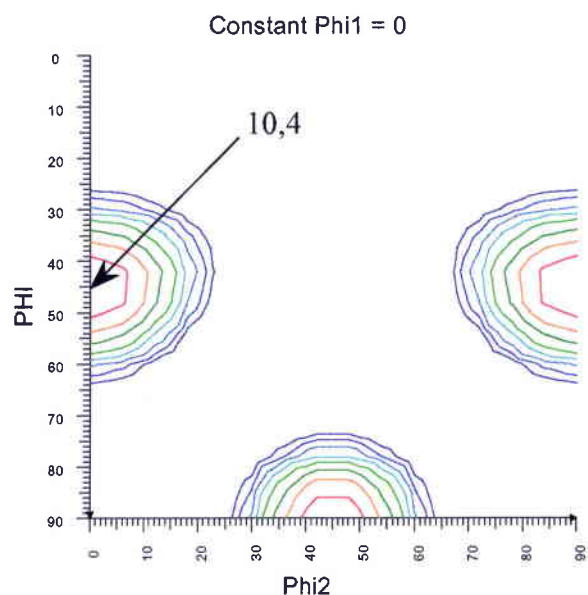


Figure III.1-26 : Modèle FC avec le mécanisme de glissement à « basse » température.

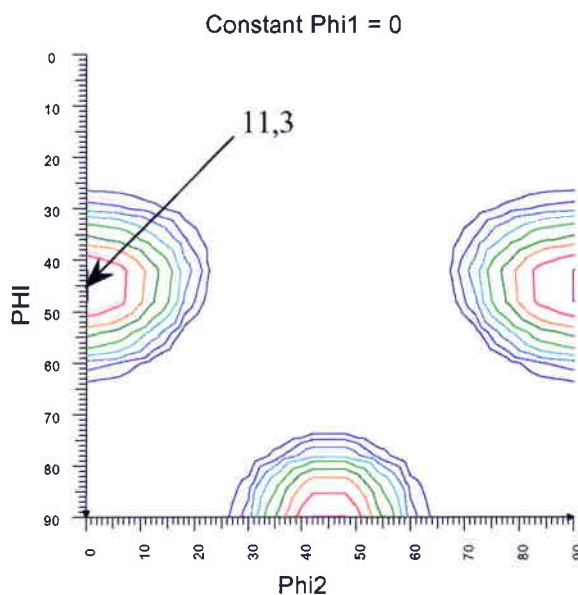


Figure III.1-27 : Modèle lath avec le mécanisme de glissement à « basse » température.

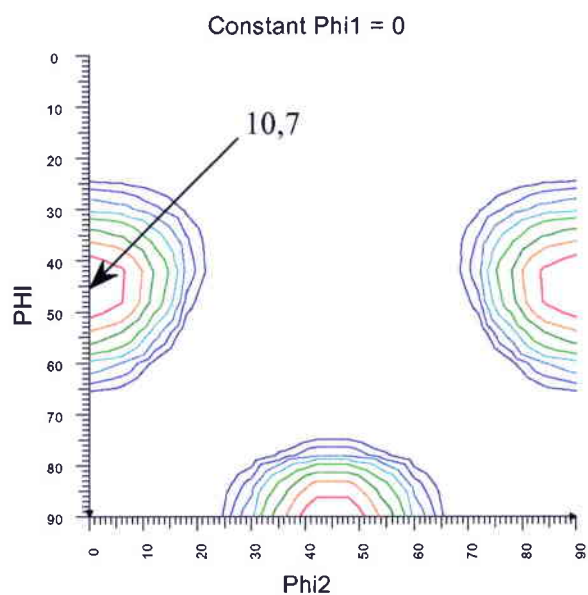


Figure III.1-28 : Modèle lath avec les systèmes de glissement (110) <111> et (112) <111>.

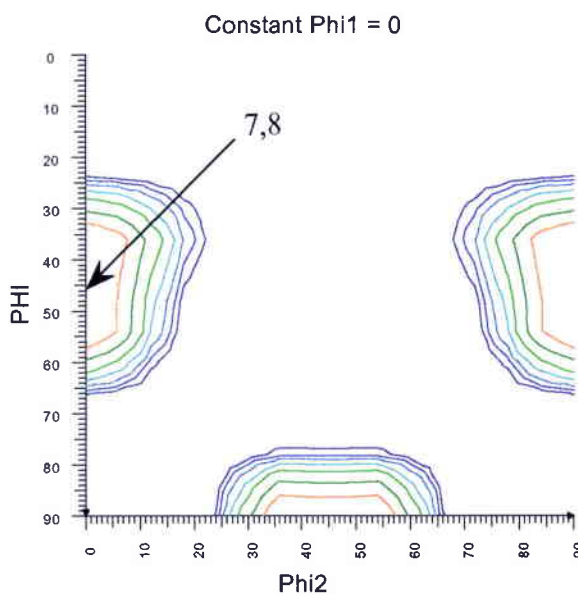


Figure III.1-29 : Modèle FC avec les systèmes de glissement (110) <111> et (112) <111>.

L'activation du mécanisme de glissement « haute » température en plus du système (110) <111> fait apparaître une composante supplémentaire proche de <310> pour les modèles FC et lath. Cette composante supplémentaire est quasiment la même quel que soit le modèle utilisé. Toutefois, les seuils de scission critique à introduire pour modifier les textures et faire apparaître cette nouvelle composante sont très différents selon le modèle utilisé : lath (Figures III.1-30 et III.1-31) ou FC (Figures III.1-32, III.1-33 et III.1-34).

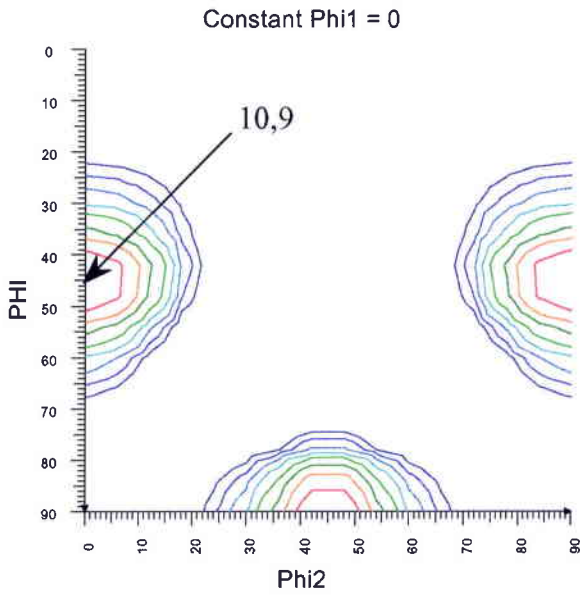


Figure III.1-30 : Modèle lath avec les systèmes de glissement (110) <111> et (110) <001>,  $\tau_c = 1$ .

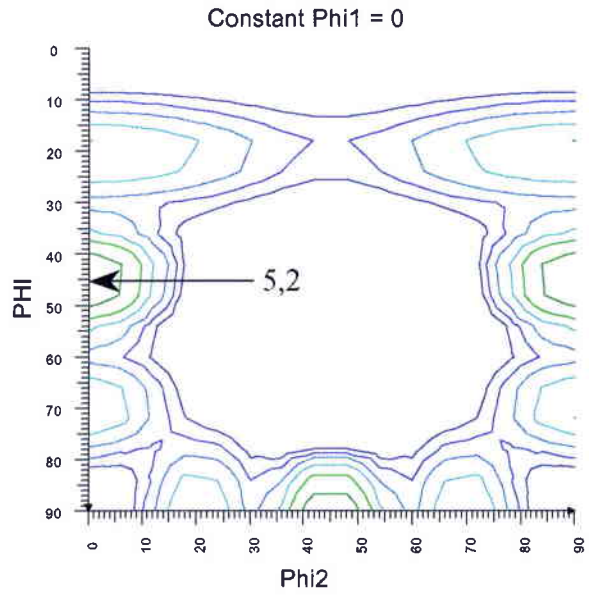


Figure III.1-31 : Modèle lath avec les systèmes de glissement (110) <111> et (110) <001>,  $\tau_c = 1,5$ .

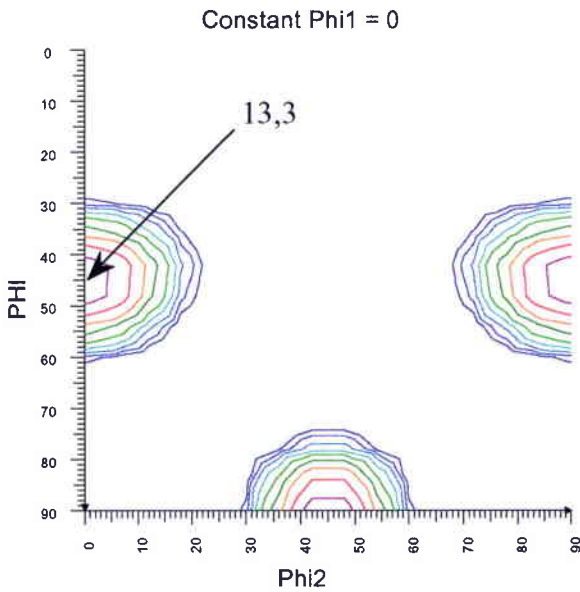


Figure III.1-32 : Modèle FC avec les systèmes de glissement (110) <111> et (110) <001>,  $\tau_c = 1$ .

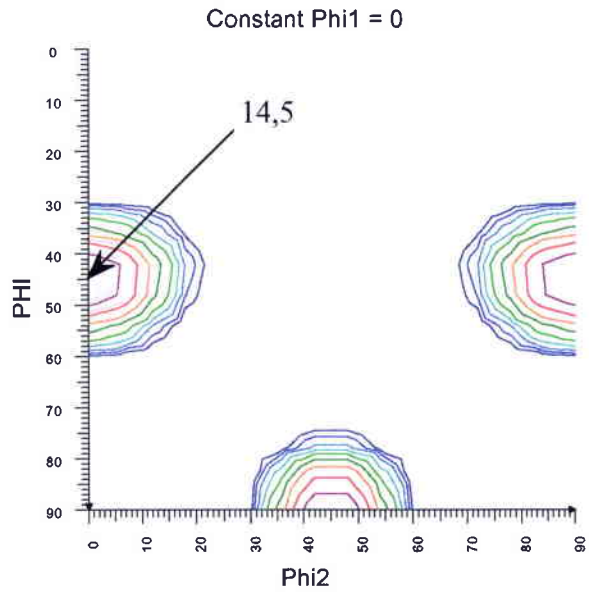


Figure III.1-33 : Modèle FC avec les systèmes de glissement (110) <111> et (110) <001>,  $\tau_c = 100$ .



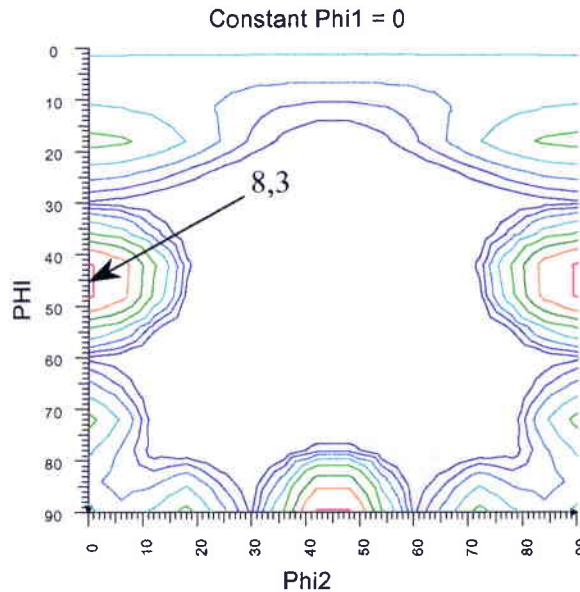


Figure III.1-34 : Modèle FC avec les systèmes de glissement  $(110) \langle 111 \rangle$  et  $(110) \langle 001 \rangle$ ,  $\tau_c = 900$ .

## III 1.2. Propriétés mécaniques

### III 1.2.1. Allure des courbes de traction

Les courbes contrainte – allongement obtenues lors des essais de traction réalisés sur les échantillons extrudés entre 1000 et 1250°C sont représentées sur la Figure III.1-35. Les courbes correspondant aux températures d'extrusion les plus basses présentent un décrochement à la fin de la zone de déformation élastique, suivi d'un palier d'écoulement presque parfaitement plastique. La présence d'un tel décrochement a déjà été remarqué par d'autres auteurs [BAK 91, CRI 87, MOR 96]. Dans ce cas, la limite d'élasticité est déterminée comme étant égale à la contrainte d'écoulement sur le palier quasi plastique. Pour la température d'extrusion de 1250°C il n'y a pas de palier, la limite d'élasticité dans ce cas est  $Re_{0,2}$ .

La déformation plastique est homogène jusqu'à la rupture pour tous les échantillons (pas de striction). L'échantillon extrudé à 1000°C ne s'est pratiquement pas déformé plastiquement. La pente de la partie de déformation plastique avec consolidation est quasi linéaire sur les courbes de traction des échantillons extrudés entre 1100 et 1200°C. Les valeurs des taux de consolidation (pente P) sont indiquées dans le tableau III.1-3, la pente P est donnée en MPa par % d'allongement. Pour l'échantillon Be 1250 une pente moyenne sera déterminée. Cette pente permet de caractériser le comportement plastique des échantillons.



Dans la suite de ce paragraphe, les propriétés mécaniques dites « conventionnelles » ( $R_e$ ,  $R_m$ , A%) seront d'abord détaillées. Puis des propriétés plus « particulières », telles que les décrochements et les plateaux observés au niveau de la transition élasto-plastique, seront examinées.

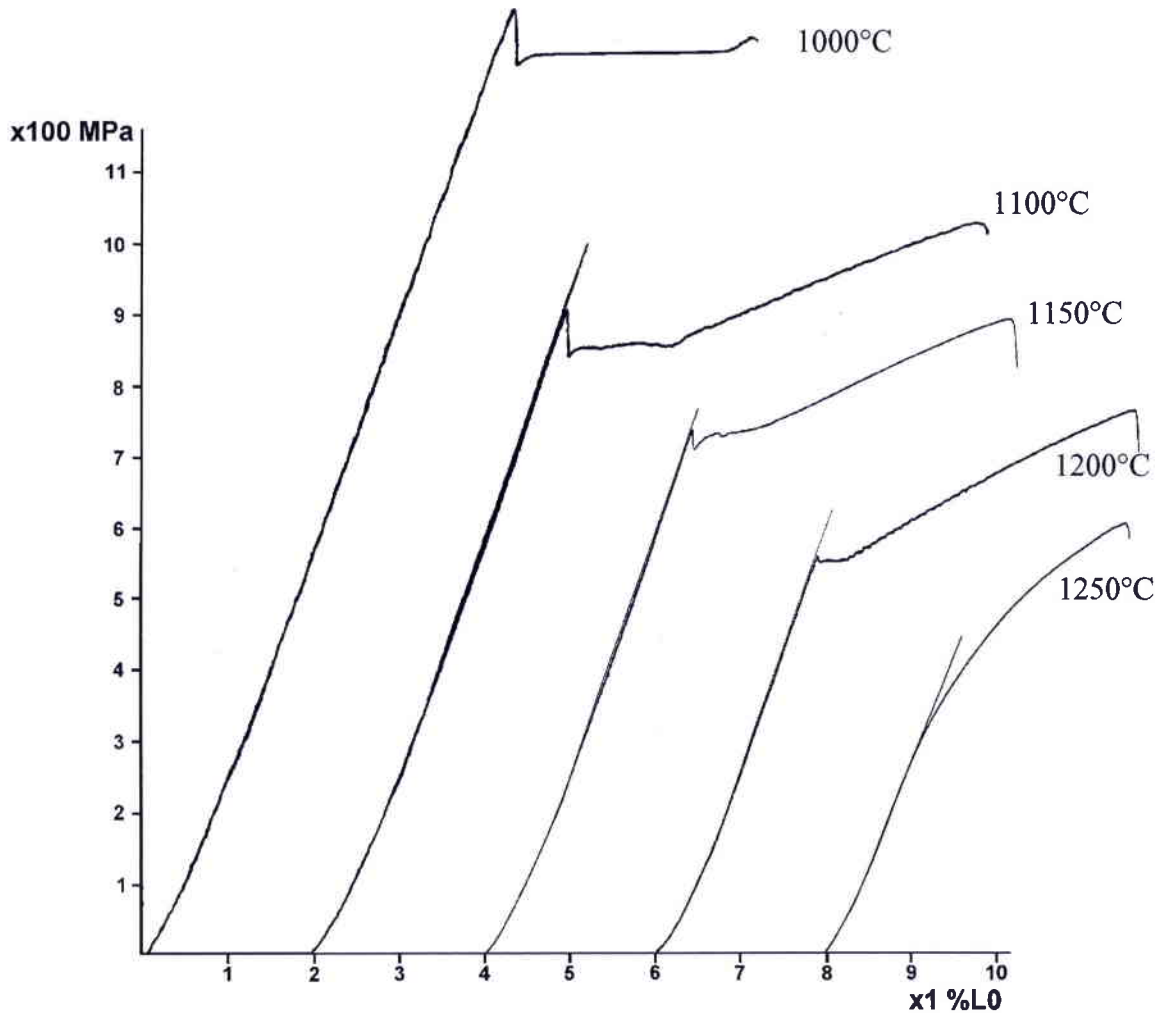


Figure III.1-35 : Courbes contrainte - allongement des échantillons extrudés entre 1000 et 1250°C.

### III 1.2.2. Evolution des propriétés mécaniques

Le Tableau III.1-3 ci-dessous reprend les valeurs des propriétés mécaniques établies à l'aide des essais de traction et de dureté Vickers. Le module d'Young a été déterminé sur certains échantillons par le CEA à l'aide d'un extensomètre lors d'un premier cycle de chargement.

L'analyse des résultats reportés dans le tableau III.1-3, met d'abord en évidence la singularité de l'échantillon extrudé à 1000°C. En effet, cet échantillon se démarque des autres par les valeurs élevées obtenues pour sa limite d'élasticité, sa contrainte maximale

et sa dureté. L'allongement à rupture (3 %) se situe au milieu de l'intervalle des valeurs relevées, c'est à dire entre 1,6 % (Be 1250) et 4,1% (Be 1100). En revanche, le module d'Young de cet échantillon, bien qu'il ne soit pas extrêmement différent de ceux déterminés pour les autres échantillons, est le plus faible mesuré.

Température d'extrusion (°C)	Module d'Young (GPa)	Limite d'élasticité $R_{e,inf}$ (Mpa)	Contrainte maximale $R_m$ (MPa)	P (Mpa)	Allongement à rupture A%	Dureté Hv Sens travers
1000 éch 95	186	1280	1318	-	3	480
1100	199	850	940	48	4.1	389
1150	N. D.	723	845	54	3.9	361
1200	N. D.	552	770	62	3.7	314
1250	199	410	605	108	1.6	299

Tableau III.1-3: Propriétés mécaniques des alliages bruts d'extrusion. (N.D. : Non Déterminé)

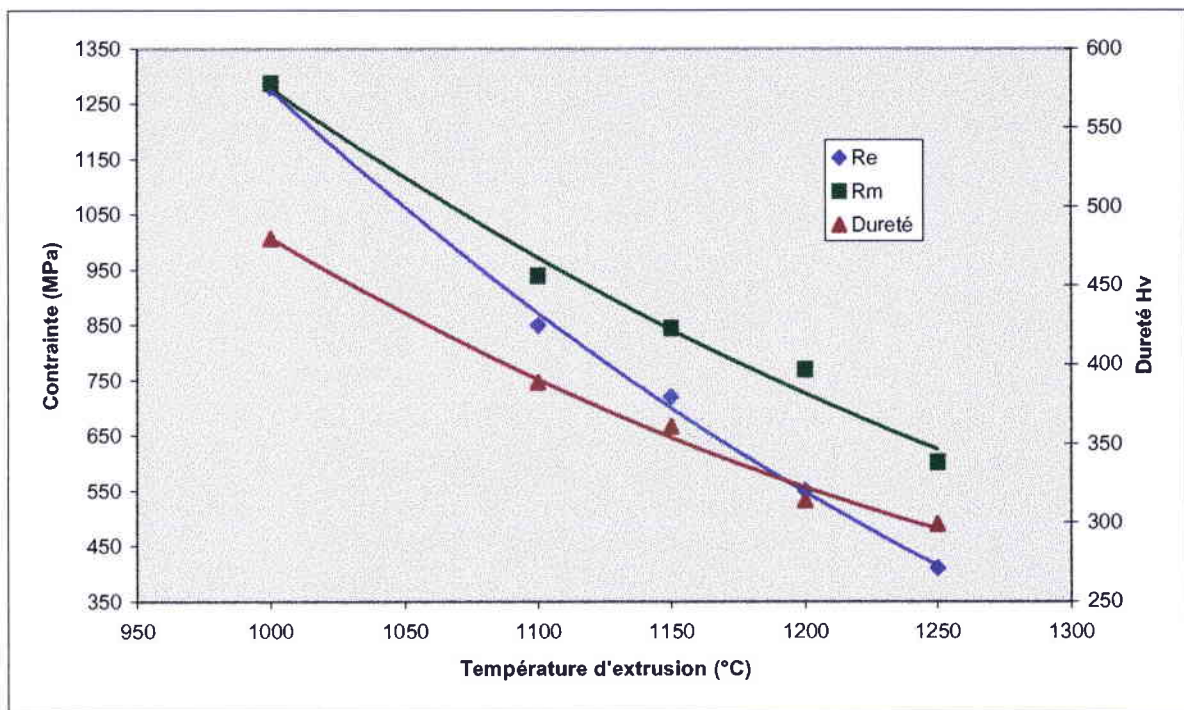


Figure III.1-36 : Limite d'élasticité ( $R_e$ ), contrainte à la rupture ( $R_m$ ) et dureté en fonction de la température d'extrusion.

La Figure III.1-36 montre l'évolution de la limite d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la dureté des barreaux extrudés en fonction de la température d'extrusion.

Les valeurs d'allongement à la rupture sont représentées sur la Figure III.1-37. Les multiples valeurs indiquées pour la température d'extrusion de 1100°C sont issues de

différentes publications, ainsi que de la présente étude portant sur le même type de matériau. Elles témoignent de la sensibilité des résultats vis à vis des conditions expérimentales d'essai (usinage des éprouvettes notamment).

L'élévation de la température d'extrusion conduit à une baisse de la limite d'élasticité, de la contrainte maximale et de la dureté. Entre 1000 et 1250°C ces caractéristiques décroissent respectivement de 1280 à 410 MPa, de 1318 à 605 MPa et de 480 à 299 Hv. Au contraire, l'allongement à rupture ne suit pas une évolution continue en fonction de la température d'extrusion, puisque ce dernier est maximal pour une température de 1100°C. Une forte chute de l'allongement à rupture est même observable à 1250°C.

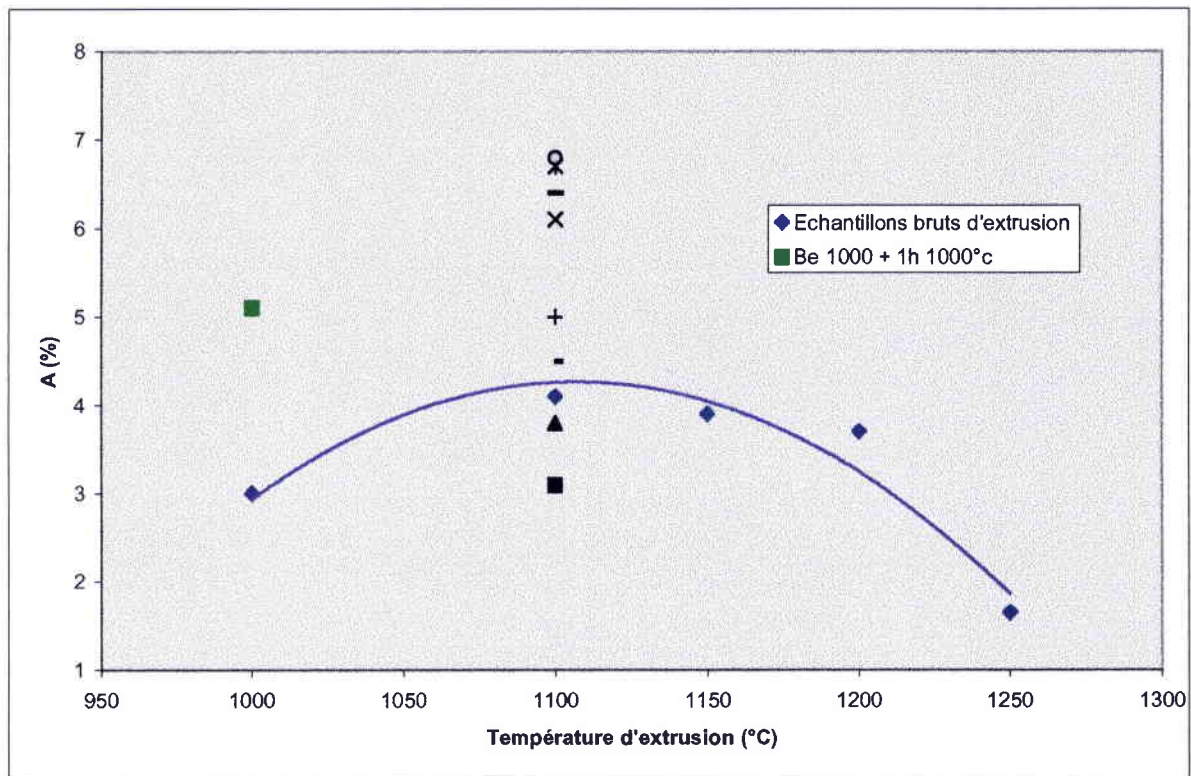


Figure III.1-37 : Allongement à la rupture en fonction de la température d'extrusion.

Pour le module d'Young, les variations sont plutôt faibles et il est assez difficile de déduire une tendance fiable à partir des trois valeurs disponibles. La valeur la plus faible est obtenue à 1000°C et une légère augmentation du module d'Young avec la température d'extrusion serait conforme à ce qui pourrait être attendu au vu du renforcement important de la texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  au dessus de 1000°C.

La Figure III.1-38 montre l'évolution du taux de consolidation moyen (pente P), obtenu lors de l'essai de traction sur les barreaux extrudés, en fonction de la température d'extrusion.



La pente de la partie de déformation plastique de la courbe de traction augmente avec la température d'extrusion. Cette observation est cohérente avec la publication de Y. Yang et I. Baker [YAN 98] qui observent que le coefficient d'écrouissage chute lorsque la limite élastique augmente.

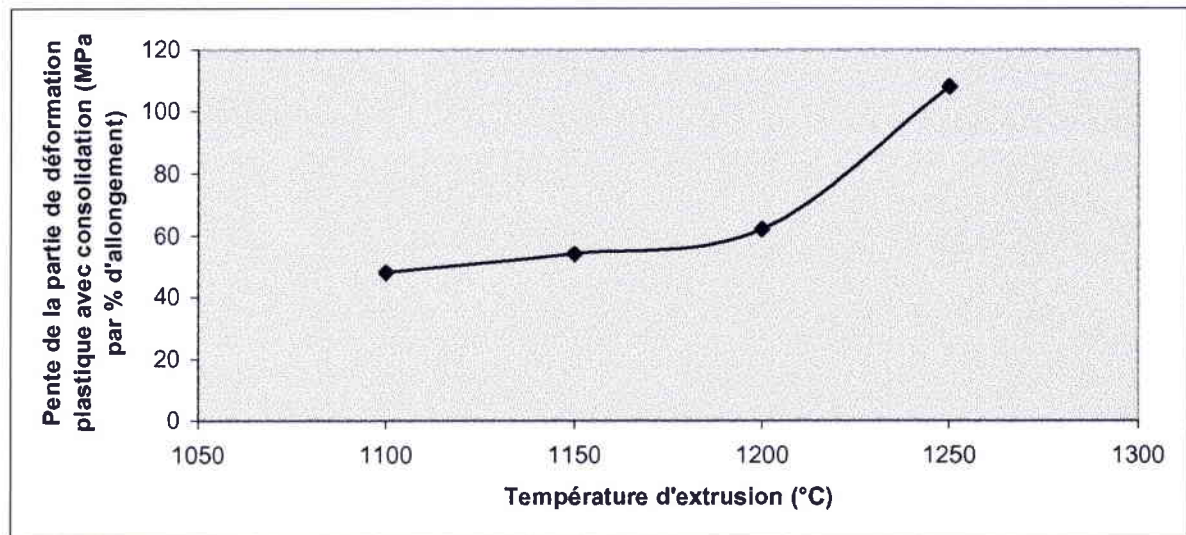


Figure III.1-38 : Taux de consolidation moyen en fonction de la température d'extrusion.

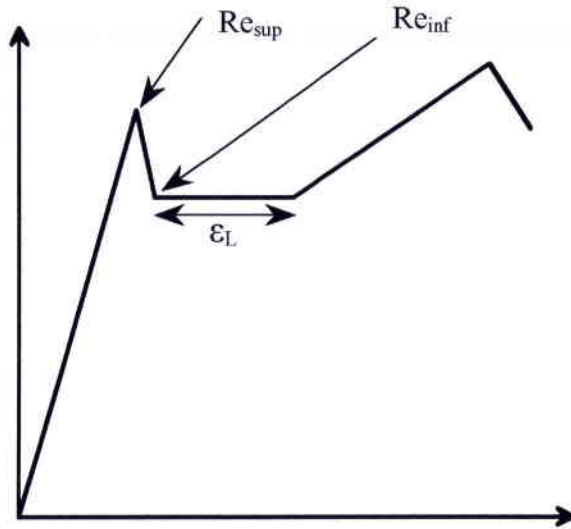
### III 1.2.3. Transition élasto-plastique

Mises à part les valeurs analysées plus haut, d'autres éléments sont également intéressants à examiner, notamment l'allure des courbes contrainte-allongement enregistrées lors des essais de traction (Figure III.1-35) au niveau de la transition élasto-plastique.

Comme cela a été remarqué précédemment, certaines courbes contrainte-allongement montrent la présence d'un décrochement à la fin de la zone de comportement élastique des échantillons. Lorsque la limite élastique supérieure est atteinte, la contrainte chute brutalement jusqu'à la limite élastique inférieure, et il s'en suit une zone d'allongement presque parfaitement plastique. Le tableau III.1-4 indique l'importance de la différence entre limite élastique supérieure et inférieure ainsi que l'étendue du palier quasi plastique.

Lorsque la température d'extrusion des matériaux augmente, le phénomène de décrochement enregistré sur les courbes de traction s'estompe: la chute entre limites élastiques supérieure et inférieure est moins importante et le palier d'allongement quasi plastique se raccourcit. Finalement, la courbe relative à l'échantillon extrudé à 1250°C présente une transition si progressive entre les domaines élastique et plastique, qu'elle devient difficile à déceler.

Schéma type d'une  
courbe de traction



Température d'extrusion (°C)	Différence entre $Re_{sup}$ et $Re_{inf}$ (MPa)	Longueur du palier quasi plastique $\epsilon_L$ (%)
1000	126	3
1100	65	1,15
1150	30	0,75
1200	5	0,35
1250	0	0

Tableau III.1-4 : Différence entre limite élastique supérieure et inférieure et longueur du palier quasi plastique en fonction de la température d'extrusion.

Baker et al. [BAK 91] ont mis en évidence une dépendance entre la longueur du palier quasi plastique et la taille de grains. Pour des échantillons de composition Fe-40Al non renforcés, ils ont établi la relation suivante :  $\epsilon_L \propto d^{-1,4}$ . Dans notre cas, la même relation peut être établie comme le montre la Figure III.1-39. Le coefficient de corrélation élevé ( $R^2 = 0,9895$ ) des valeurs expérimentales confirme l'existence d'une relation entre l'importance de l'allongement quasi plastique et la taille de grain. Cependant en traçant une droite de régression linéaire dont la pente est inversement proportionnelle à la taille de grain, un coefficient de corrélation encore plus élevé peut être obtenu ( $R^2 = 0,9998$ ). En ce qui concerne la différence entre  $Re_{sup}$  et  $Re_{inf}$  aucune relation mathématique particulière avec la taille de grains ou la température d'extrusion n'a été mise en évidence. Toutefois, comme cela est visible dans le tableau III.1-4, cette différence se réduit lorsque température d'extrusion et donc la taille de grain augmente.

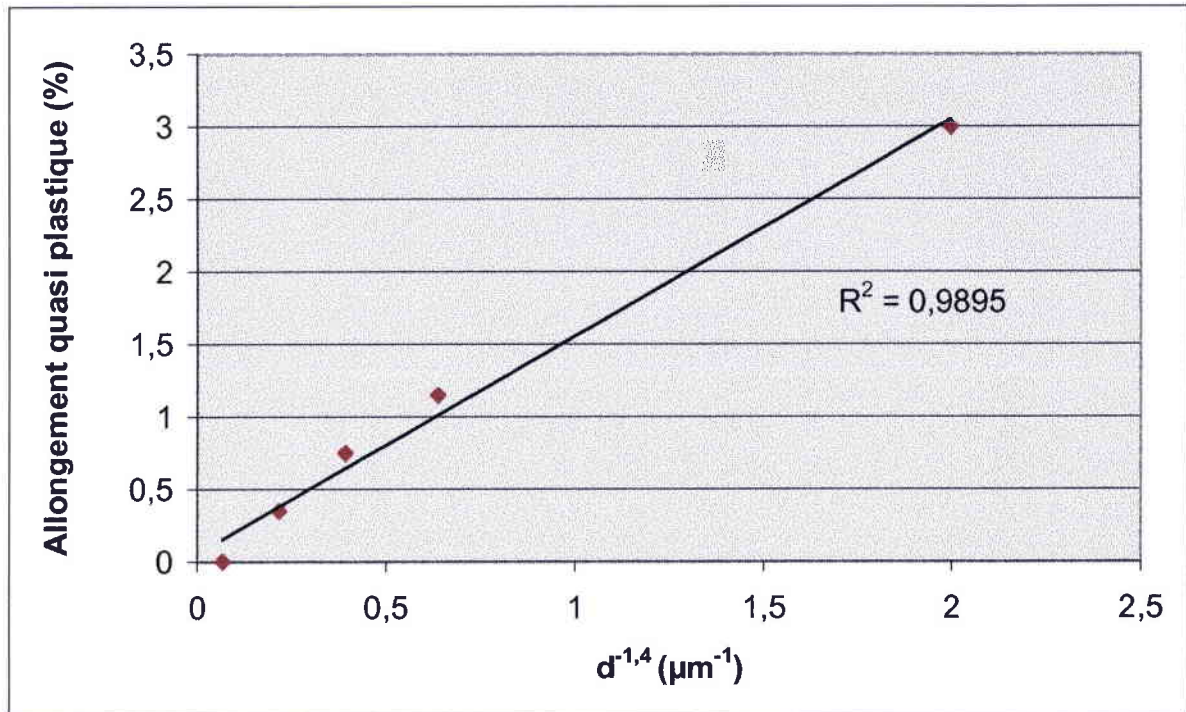


Figure III.1-39 : Longueur du palier quasi plastique en fonction de la taille de grains.

### III 1.3. Analyse des faciès de rupture

L'observation des faciès de rupture des éprouvettes de traction, permet de constater que les ruptures des échantillons bruts d'extrusion étudiés ici sont toutes intervenues de manière transgranulaire. L'existence d'une zone particulière proche de la surface extérieure des éprouvettes (le long du fût) dont la microstructure est plus grossière, est également commune à tous les échantillons.

A grossissement réduit, la vue d'ensemble du faciès de l'échantillon Be 1000 (Figure III.1-40, III.1-41) présente un aspect « rayonnant » caractéristique d'une rupture à caractère fragile. L'allure « rayonnante » des chevrons visibles sur le faciès permet aisément de retrouver le point d'initiation de la rupture (Flèche I sur Figure III.1-40). De nombreuses fissures, dont le plan médian est parallèle à la direction d'extrusion (flèche F), sont également visibles sur le faciès de l'échantillon Be 1000 ; la Figure III.1-42 en montre le détail (x 2500). A grossissement plus élevé (x 2500), le faciès de l'échantillon Be 1000 (Figure III.1-42) présente une structure très fine, ne permettant pas d'identifier la présence de cupules. La surface de rupture de cet échantillon est très inclinée et fait un angle quelque peu supérieur à  $45^\circ$  avec la direction de traction. Elle a un aspect semblable quelle que soit la zone observée.

Les autres échantillons ont globalement un faciès un peu plus plat (cf. figures III.1-43, III.1-44, III.1-45) composé de deux parties, comme l'illustre la figure III.1-44 (Be 1200).



Deux parties peuvent être distinguées. La première partie (A), en général de taille plus restreinte, est quasiment perpendiculaire à la direction de traction. La seconde partie (B) présente une pente douce par rapport au plan perpendiculaire à la direction de traction. Les deux parties sont séparées par une zone de transition qui correspond à un fort décrochement dans la direction axiale de l'éprouvette (marqué T).

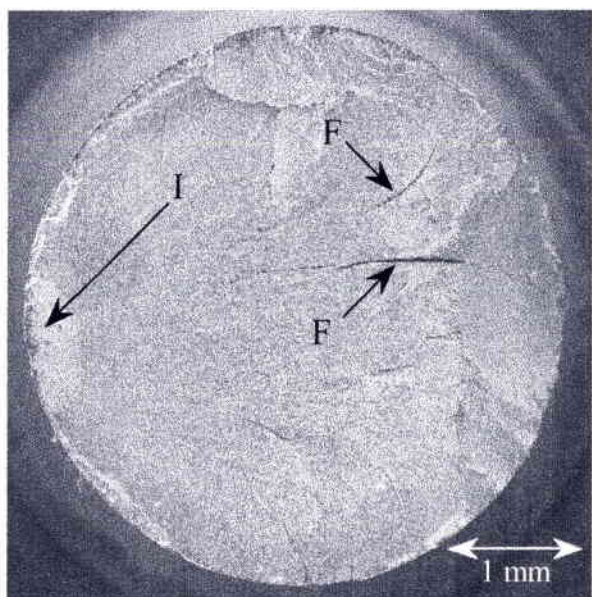


Figure III.1-40 : Faciès de rupture de l'échantillon Be 1000.

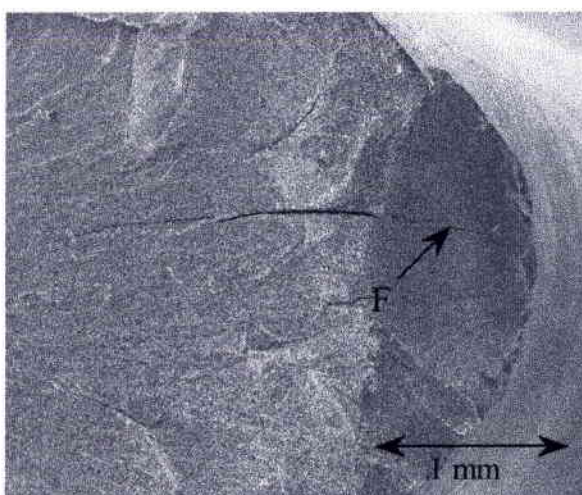


Figure III.1-41 : Détail du faciès de rupture de l'échantillon Be 1000.

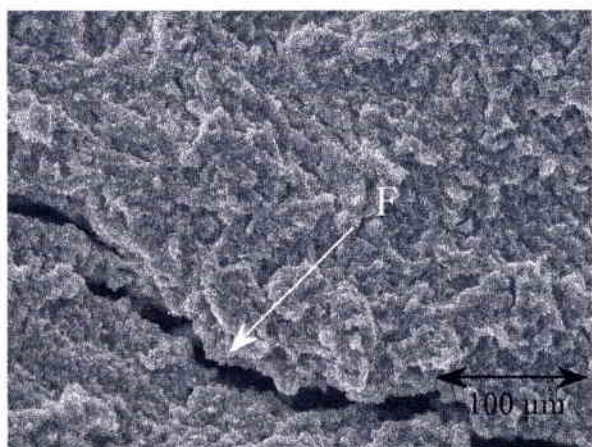


Figure III.1-42 : Détail du faciès de rupture de l'échantillon Be 1000.

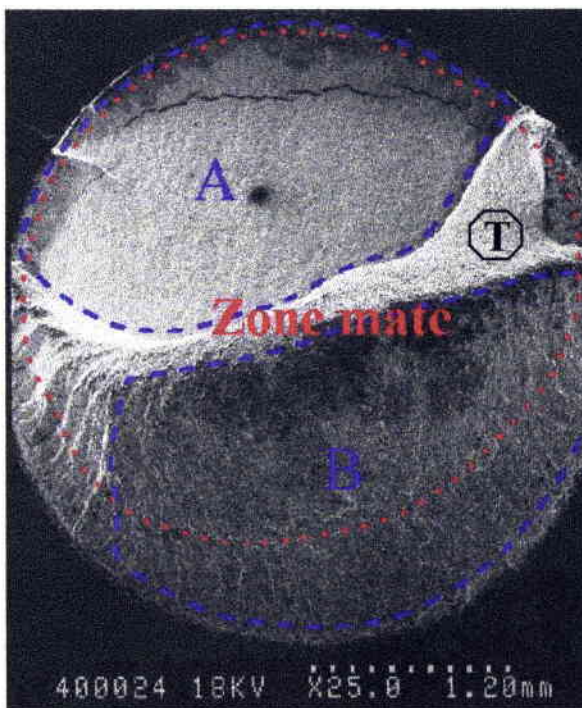


Figure III.1-43 : Faciès de rupture de l'échantillon Be 1150.



Les zones A et B présentent toutes deux des faciès de rupture ayant des aspects brillants et mats. Dans ces deux zones la partie brillante du faciès a une inclinaison importante par rapport à la direction perpendiculaire à la direction de traction. La principale différence entre les zones A et B est que, dans la zone B, la partie brillante a une forme de croissant qui se prolonge sur le pourtour de l'éprouvette par un fin liseré, alors que dans la zone A, seul le fin liseré brillant est visible.

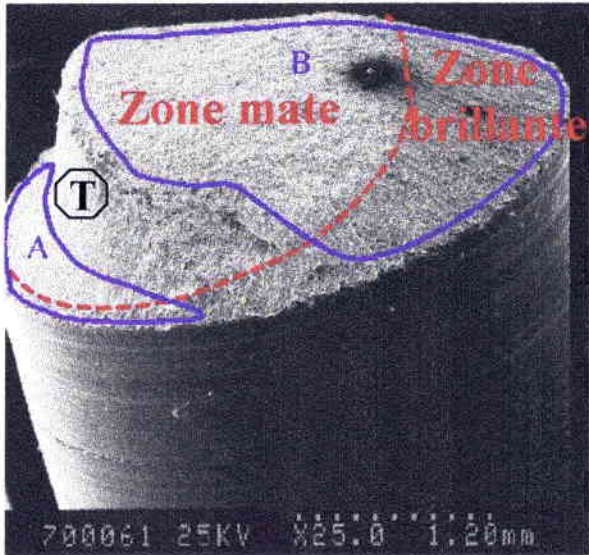


Figure III.1-44 : Faciès de rupture de l'échantillon Be 1200.

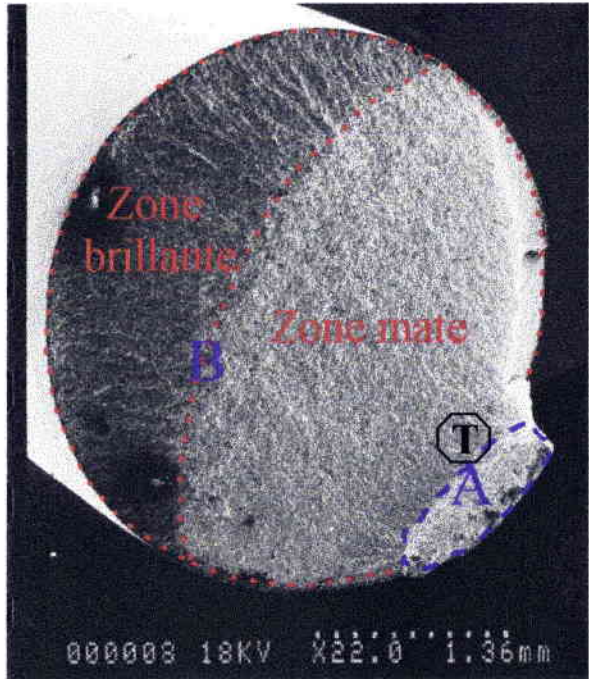


Figure III.1-45 : Faciès de rupture de l'échantillon Be 1250.

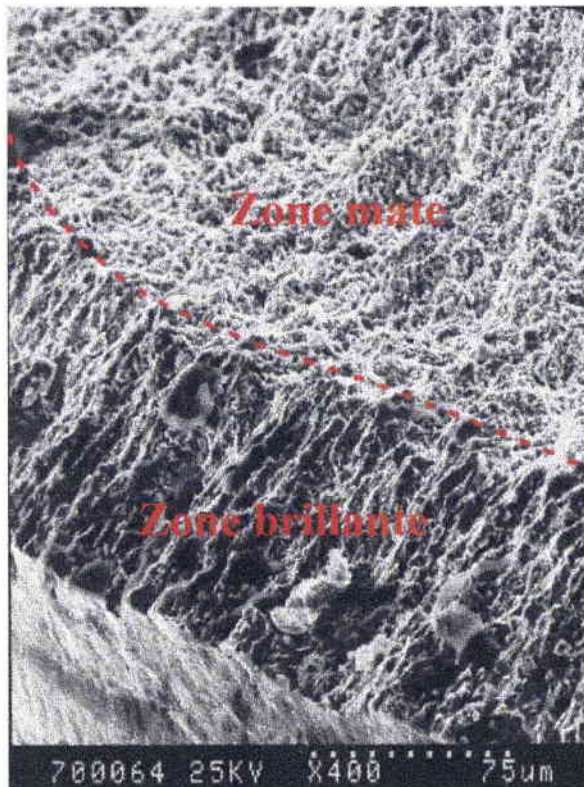


Figure III.1-46 : Zone située près de la surface extérieure de l'échantillon Be 1200.



L'échantillon extrudé à 1250°C présente la différence la plus marquée entre les zones d'aspect mat ayant un faciès ductile avec de nombreuses cupules (Figure III.1-47) et les zones d'aspect brillant ayant un faciès mixte composé de cupules associées à des surfaces clivées de forme irrégulières (Figure III.1-48). Enfin, les fissures parallèles à la direction d'extrusion, observées à 1000°C, sont nettement moins nombreuses sur les échantillons lorsque la température d'extrusion augmente. L'échantillon Be 1150 (Figure III.1-43) ne contient lui qu'une seule fissure de forme légèrement incurvée sur son bord, tandis que l'échantillon extrudé à 1250°C (Figure III.1-45) ne porte pas de trace de fissuration.

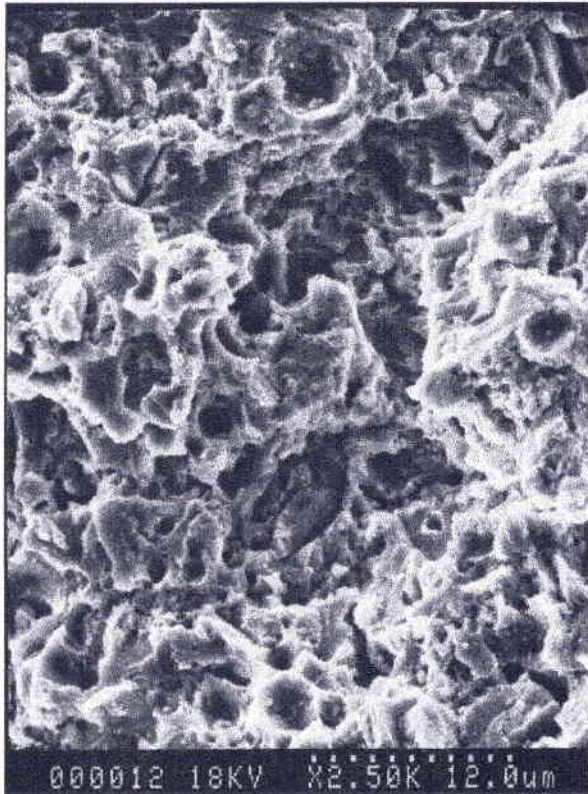


Figure III.1-47 : Détail des cupules sur le faciès de rupture de l'échantillon Be 1250 (zone mate).

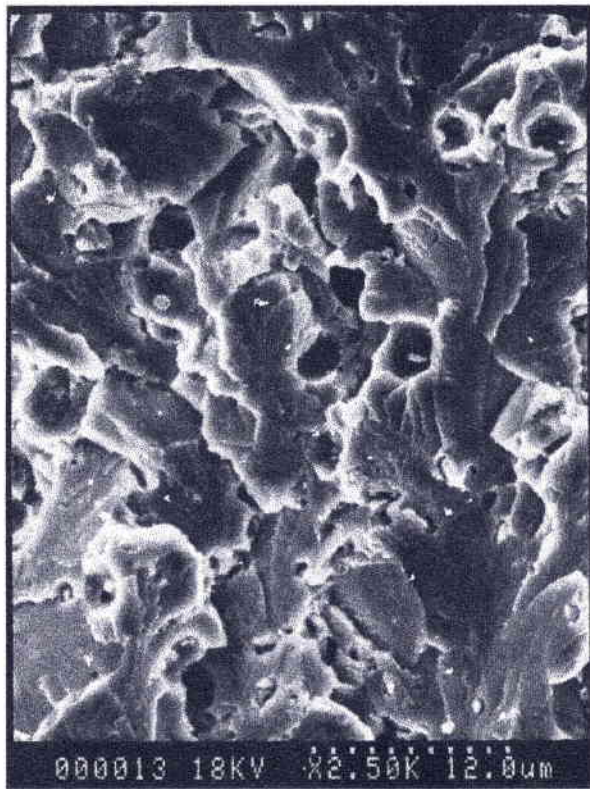


Figure III.1-48 : Détail des zones clivées sur le faciès de l'échantillon Be 1250 (zone brillante).

Il est également intéressant de remarquer la présence de stries sur les éprouvettes de traction. Ces stries, provenant de l'usinage des éprouvettes, agissent comme des microfissures et provoquent une concentration de contraintes à leur voisinage favorisant l'initiation de la rupture à cet endroit comme en témoignent les Figures III.1-49 et 50.

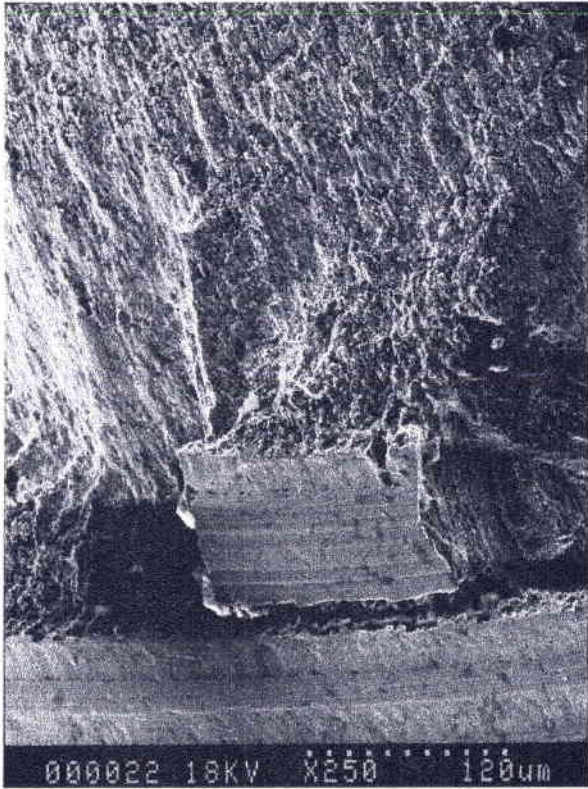


Figure III.1-49 : Initiation de rupture sur Be 1100.

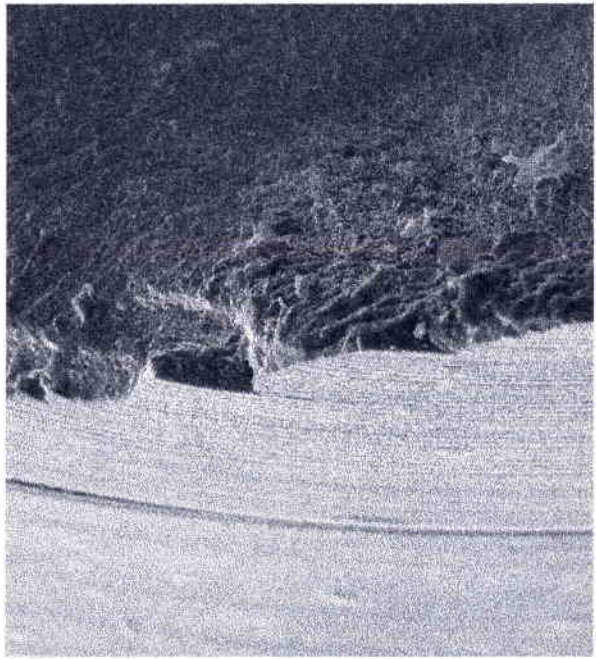


Figure III.1-50 : Stries sur l'échantillon Be 1000.

En résumé, l'éprouvette du barreau extrudé à 1000°C présente un faciès particulier différent de celui des autres éprouvettes. En effet, la rupture a eu lieu sans que des cupules n'apparaissent. L'aspect de ce faciès est fragile, il est dû au clivage de grain fins qui est cependant plus difficile à mettre en évidence.

Les éprouvettes extrudées entre 1100 et 1250°C ont un faciès composé de deux zones (A et B), séparées par un décrochement de hauteur dans le sens d'extrusion des barreaux. Dans chacune de ces deux zones, il est encore possible de distinguer une zone mate et une zone brillante. Lorsque la température d'extrusion des barreaux augmente la zone brillante a tendance à s'agrandir aux dépens de la zone mate. Le mécanisme menant à la rupture de ces éprouvettes pourrait alors s'expliquer à partir du raisonnement et du schéma suivant (Figure III.1-51).



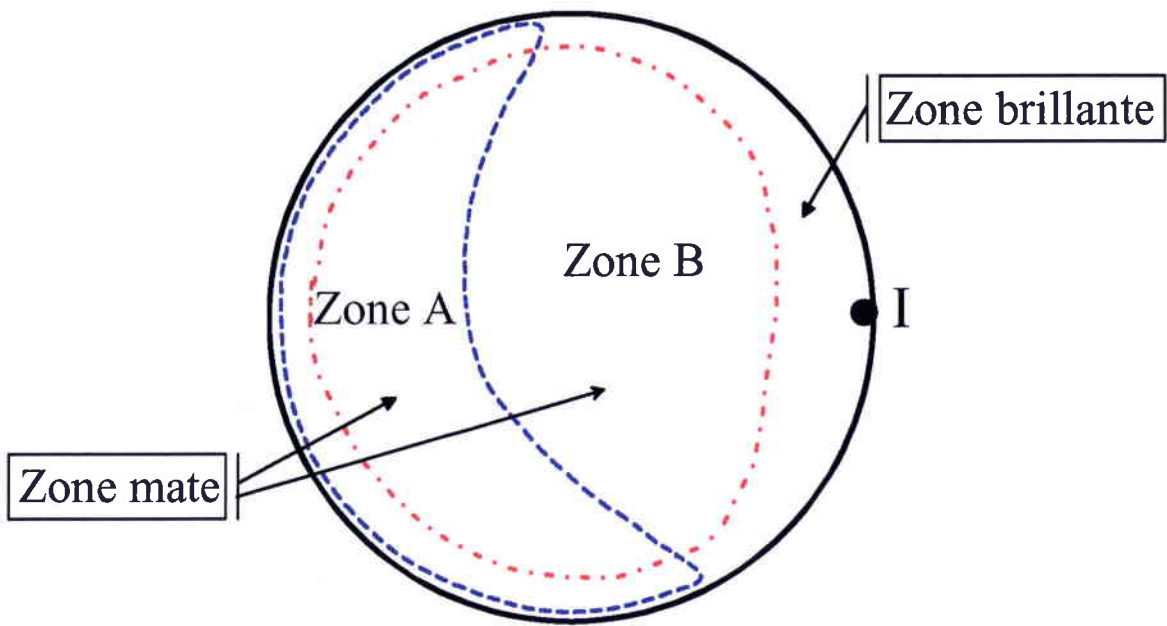


Figure III.1-51: Schéma type d'un faciès de rupture.

La figure III.1-51 schématise les différentes zones typiquement observées sur un faciès de rupture. Lors de l'essai de traction, la fissuration est d'abord initiée à la surface de l'éprouvette, souvent à partir d'un défaut d'usinage (au point I par exemple).

La zone brillante donc est la première zone à rompre. La rupture par clivage y est favorisée par la concentration de contraintes provoquée par le défaut d'usinage et la fragilisation du matériau par l'atmosphère. Cette fragilisation est d'autant plus importante que les grains sont gros (car le nombre de dislocations pouvant d'empiler est plus important dans de gros grains, par conséquent la contrainte en tête d'empilement s'accroît). Cela explique pourquoi la zone brillante du faciès de rupture augmente avec la température d'extrusion et est maximale à 1250°C.

La propagation de fissure initiée dans la zone brillante, résultant de l'effet de l'atmosphère, se poursuit jusqu'à la rupture finale de la zone centrale. Cette rupture survient de manière ductile donnant alors un aspect mat au faciès. Le décrochement observé entre les zones A et B pourrait être dû au fait que la fissuration par clivage se produit de façon asymétrique, l'initiation de cette dernière n'ayant pas lieu à la même hauteur sur tout le pourtour de l'éprouvette.

## III 2. Influence du rapport d'extrusion

L'étude de l'influence du rapport d'extrusion sur les caractéristiques de l'alliage FeAl40 Grade3 a été réalisée à partir de barreaux extrudés à 1100°C. L'extrusion a été effectuée au CEA en 1995 en utilisant le lot de poudres A.

Les rapports d'extrusion choisis pour cette étude sont 14:1 et 28:1. Ils correspondent au rapport de la section d'entrée sur la section de sortie de la filière d'extrusion.

L'échantillon extrudé à 1100°C, qui a été étudié au paragraphe III 1. provient d'un autre lot de poudres extrudé en 1997 (lot B).

### III 2.1. Texture - Microstructure

#### III 2.1.1. Microstructure

Les micrographies des figures III.2-1, III.2-2 et III.2-3 montrent l'aspect de la microstructure. Ces micrographies de MET ont été réalisées sur une coupe parallèle à la direction d'extrusion, indiquée ici par une flèche. Les grains sont très légèrement allongés dans la direction d'extrusion et sont souvent agencés en bandes dans cette direction. Les bandes paraissent un peu mieux définies pour le rapport d'extrusion le plus élevé.



Fig. III.2-1 : Extrusion 1100°C, E.R. = 14 :1.  
(x15000)

Fig. III.2-2 : Extrusion 1100°C, E.R. = 28 :1.  
(x15000)

Le domaine de taille de grains est de l'ordre de 0,8 à 1,5  $\mu\text{m}$ , que le rapport d'extrusion soit de 14 ou de 28 :1. De même, le rapport longueur/largeur des grains reste globalement inchangé, bien que le rapport d'extrusion varie du simple au double.

Pour le rapport d'extrusion 28 :1 les grains ont une forme légèrement plus rectangulaire. Cette forme rectangulaire observée résulte de l'alignement des particules selon la direction d'extrusion durant l'écoulement plastique imposé par l'étape d'extrusion des poudres. Ce comportement a été relevé par d'autres auteurs pour des alliages d'une composition proche [BAK 87] ou égale à Fe-40%at. Al [SAM 98]. La Figure IV.3-6, montrée au Chapitre IV, présentant un échantillon extrudé à 1100°C, puis traité thermiquement 5 min. à 1300°C, apporte la confirmation de l'existence de tels alignements de particules dans les matériaux étudiés ici.

La présence de bandes contenant des grains de taille plus grande a également été observée dans les deux échantillons (Figure III.2-3). Ces bandes proviennent très vraisemblablement d'une inhomogénéité des particules de poudre broyée.

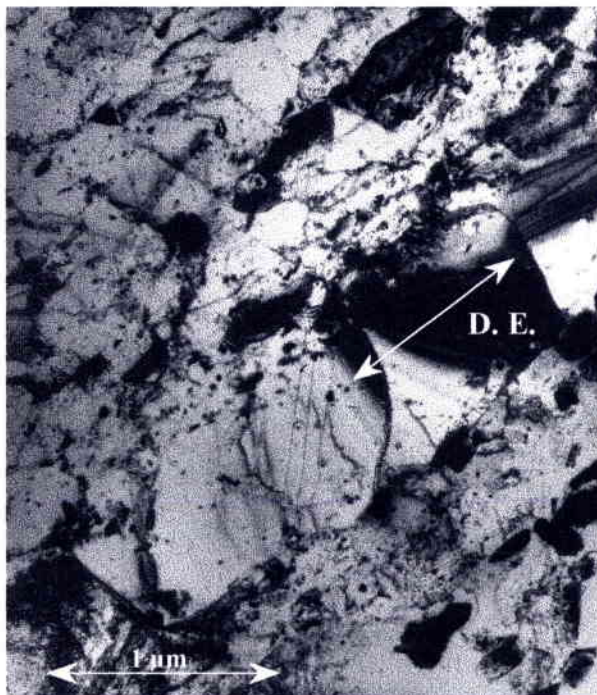


Figure III.2-3 : Extrusion 1100°C, E.R. = 28 :1 (x6610)



### III 2.1.2. Textures expérimentales

Les Figures III.2-4 et III.2-5 représentent les FDO des échantillons élaborés respectivement avec un rapport d'extrusion de 14:1 et de 28:1.

Ces figures montrent l'existence d'une texture composée principalement d'une fibre  $\langle 110 \rangle$  assez marquée, dont l'axe est parallèle à la direction d'extrusion. L'indice de texture pour les deux échantillons est supérieur à 10. Les intensités maximales de la fibre  $\langle 110 \rangle$ , dans les FDO des échantillons élaborés avec les rapports d'extrusion 14:1 et 28:1 sont respectivement 19 et 14 fois supérieures à une répartition aléatoire des orientations. Une légère composante proche de l'orientation  $\langle 310 \rangle$  est également présente. Ces FDO sont du même type que celles observées au paragraphe III.1 mais pour une température de 1200°C.

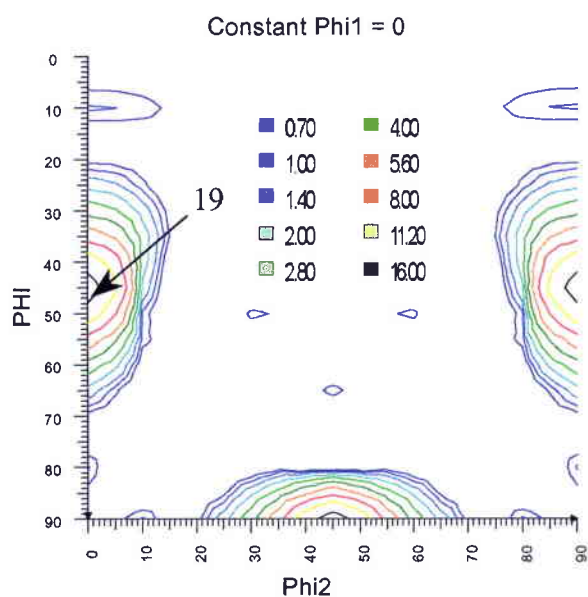


Figure III.2-4 : E.R. = 14:1.

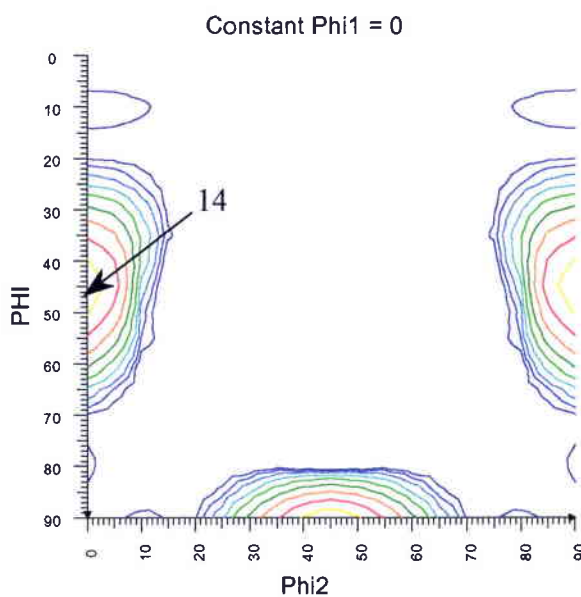


Figure III.2-5 : E.R. = 28 :1.

### III 2.1.3. Modélisation (Textures calculées)

Le but de cette partie de modélisation est de mieux comprendre l'influence du rapport d'extrusion sur le développement de la texture de fibre.

Les textures obtenues après extrusion ont donc été simulées à l'aide du modèle de Taylor.

Pour réaliser la modélisation de la texture d'extrusion, les paramètres suivants ont été pris en compte :

- la déformation s'accomplit essentiellement par glissement.
- les systèmes de glissement activés appartiennent aux familles  $\{110\} \langle 111 \rangle$  et  $\{112\} \langle 111 \rangle$  (cf. Chap. I), leur scission critique est la même.

- la simulation est réalisée en condition de déformations partiellement imposées avec un degré de liberté (lath), afin de prendre en compte la forme très légèrement allongée des grains.

Comme le prouvent les FDO des Figures III.2.-6 et III.2-7 calculées respectivement pour les rapports d'extrusion de 14 :1 et 28 :1, la simulation des textures à l'aide du modèle de Taylor est, d'une manière générale, en bon accord avec les FDO calculées à partir des données expérimentales. Une seule composante de fibre <110> apparaît lors de la simulation d'extrusion des barreaux. L'intensité de cette fibre <110> est plus de dix fois supérieure à une répartition aléatoire des orientations. Deux légères différences existent cependant entre le modèle et l'expérience. La première concerne la fibre proche de l'orientation <310> qui n'apparaît pas sur les textures modélisées. La seconde porte sur l'intensité maximale de la fibre <110> dans les FDO. En effet, le modèle prévoit une intensité maximale pour l'échantillon extrudé avec un rapport de réduction de 28:1 quelque peu plus élevée que celle de l'échantillon extrudé avec un rapport de réduction de 14:1, ceci n'est pas vérifié dans l'expérience.

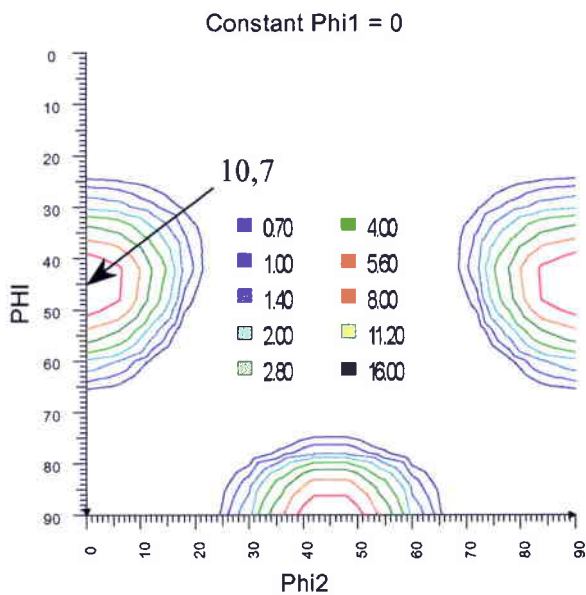


Figure III.2-6. : ODF calculée avec le modèle de Taylor pour l'échantillon extrudé avec un rapport de 14 :1.

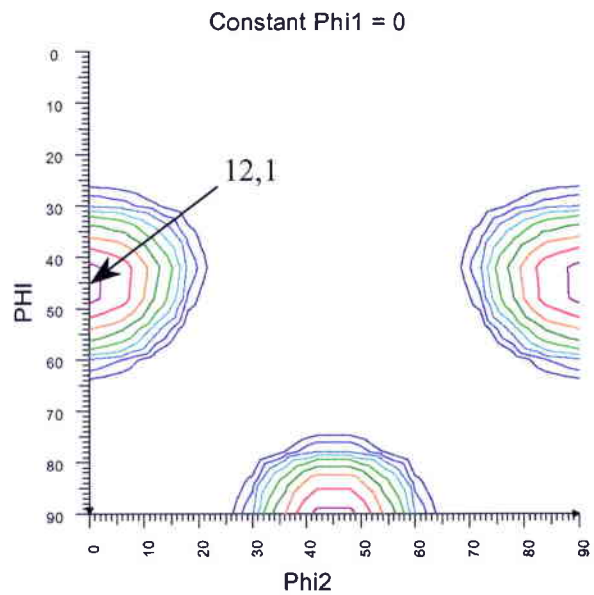


Figure III.2-7. : ODF calculée avec le modèle de Taylor pour l'échantillon extrudé avec un rapport de 28 :1.

La Figure III.2-8 représente l'intensité maximale de cette fibre <110> dans la FDO en fonction du rapport d'extrusion. Alors que l'intensité de la fibre <110> augmente fortement avec le rapport d'extrusion pour des valeurs faibles de ce dernier, cette tendance

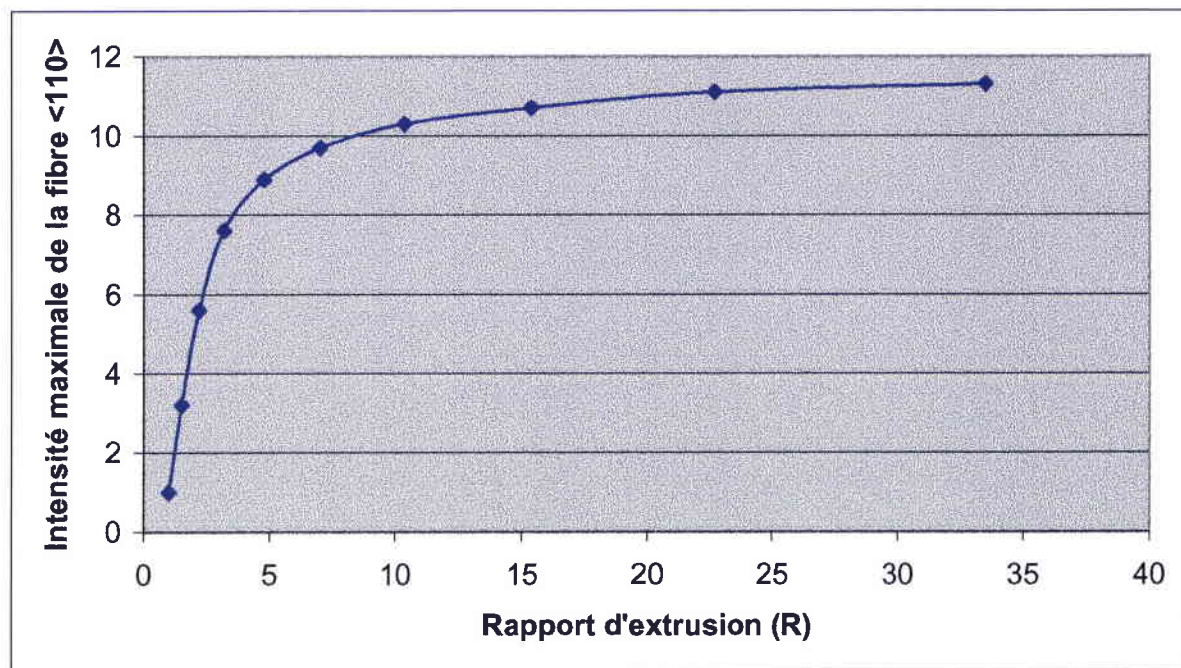


Figure III.2-8 : Evolution de l'intensité maximale de la fibre <110> en fonction du rapport d'extrusion.

s'estompe ensuite rapidement et l'intensité maximale de la fibre <110> se rapproche d'une valeur asymptotique, aux alentours de 11, pour des rapports d'extrusion supérieurs à 10:1. Les mêmes calculs réalisés en conditions de déformations totalement imposées donnent des résultats proches.

Les écarts constatés entre les valeurs expérimentales et les valeurs obtenues peuvent avoir plusieurs causes. Tout d'abord, il ne faut pas oublier que le modèle de Taylor utilise des hypothèses simplificatrices. Ensuite, la nature exacte des poudres n'est pas prise en compte par le modèle. Par exemple, les FDO montrées au paragraphe III.1.1.2., mesurées sur des matériaux issus du lot de poudres B, ayant normalement la même composition chimique que le lot A étudié ici, révèlent des intensités maximales de la fibre <110> plus faibles. Ces intensités sont plus proches des valeurs indiquées sur la figure III.2-8. Ces observations seront discutées plus en détail au paragraphe III.3.1.2.

## III 2.2. Propriétés mécaniques

Afin de déterminer l'influence du rapport d'extrusion sur les propriétés mécaniques des barreaux, il a été procédé à des essais de traction. Les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux III.2-1 et III.2-2 ci-dessous. Les essais mécaniques ont été réalisés au CEA.

Lorsque le rapport d'extrusion passe de 14:1 à 28:1, aucune évolution significative n'est observée quelle que soit la caractéristique mécanique considérée, limite élastique, contrainte maximale, allongement à rupture ou module d'Young.



<b>Echantillon</b>	<b>Limite élastique R<sub>0,2</sub> (MPa)</b>	<b>Contrainte maximale R<sub>m</sub> (MPa)</b>	<b>Elongation A% (%)</b>
E.R. = 14 :1	888	1150	6,8
E.R. = 28 :1	891	1157	6,3

Tableau III.2-1: Propriétés mécaniques des barreaux extrudés à 1100°C.

Les résultats obtenus pour les valeurs de module d'Young calculés à partir des coefficients de la texture expérimentale sont en bonne adéquation avec les valeurs expérimentales déterminées par essai de traction. Parmi les différents modèles d'approximation, celui de Hill apparaît le plus adapté au cas présent. En effet, l'écart entre une valeur calculée à l'aide de ce modèle et la valeur expérimentale correspondante est minime. Cet écart est inférieur à l'intervalle d'erreur de la méthode de détermination du module d'Young par essai de traction.

<b>Echantillon</b>	<b>Module d'Young (GPa) dans la direction d'extrusion</b>			
	<b>Valeurs déterminées par essai de traction</b>	<b>Valeurs calculées à partir des textures expérimentales</b>		
		<b>Reuss</b>	<b>Voigt</b>	<b>Hill</b>
E.R. = 14 :1	201	172	234	198
E.R. = 28 :1	197	167	230	194

Tableau III.2-2: Module d'Young expérimental et calculé des barreaux extrudés à 1100°C.

Les microstructures pour les deux rapports d'extrusion sont très semblables. La taille des particules d'oxydes est identique, et comme la présence de ces particules freine le mouvement des joints de grains, la taille des grains change peu avec le rapport d'extrusion. L'augmentation du rapport d'extrusion de 14:1 à 28:1 n'a donc pas provoqué d'évolution remarquable des caractéristiques des barreaux extrudés. Malgré un rapport d'extrusion plus sévère, il n'a pas été possible de générer de nouvelle composante de texture dans les barreaux. De plus, l'intensité de la fibre <110> varie peu, cela est d'ailleurs bien vérifié par la simulation à l'aide du modèle de Taylor. Le module d'Young étant directement lié à la texture, ce dernier ne subira pas non plus de modification notable.

Il apparaît donc clairement que l'utilisation d'un rapport d'extrusion supérieur à 14:1 n'apporte pas de modification importante ou intéressante aux caractéristiques étudiées ici.

## III 3. Discussion

### III 3.1. Formation des textures et microstructures dans les barreaux extrudés

#### III 3.1.1. Microstructures

Les analyses microstructurales quantitatives, réalisées sur les barreaux extrudés à différentes températures, montrent globalement deux domaines distincts.

Un premier domaine correspondant aux températures comprises entre 1000°C et 1150°C où les tailles de grains et de particules augmentent quasi linéairement avec la température mais de façon peu marquée. Dans le second domaine, situé aux températures plus élevées (1200 – 1250°C), les tailles de grains et de particules augmentent de manière significative avec la température lors de l'extrusion.

L'aspect de la microstructure est également sensiblement différent pour ces deux domaines. Pour les échantillons extrudés en dessous de 1150°C, la taille et la distribution des particules sont souvent assez homogènes. De nombreux défauts (dislocations) sont présents à l'intérieur des grains, surtout à 1000°C.

Inversement, les matériaux extrudés au dessus de 1150°C contiennent peu de dislocations et il est quelque fois possible de noter une taille et une distribution de particules non homogènes dans les grains. Ceci est illustré par exemple sur la figure III.1-7, où une densité plus importante de petites particules est observable au centre du grain, alors que sur le joint de grain les particules sont plus grosses mais bien moins nombreuses. Les phénomènes de diffusion sont exacerbés aux hautes températures et la coalescence des particules y est plus rapide. Ceci est vérifié en particulier le long des joints de grains qui représentent des courts-circuits de diffusion, et le long desquels la taille de particule est plus importante. Dans la zone autour du joint de grains les particules sont quasiment absentes. En effet, les particules de cette zone ont largement contribué à la croissance par diffusion des particules situées sur le joint de grains. Le type de microstructure de la figure III.1-7 est assez « classique » de matériaux ODS, dans lesquels a lieu un processus de croissance normale des grains ou des particules [GRA 97].

Dans les matériaux renforcés, le blocage des joints de grains par les particules régit la taille des grains. La loi de Zener peut donc être employée afin de vérifier que la croissance de grain normale est effectivement pilotée par la coalescence des particules. Pour une distribution de particules caractérisées par leur rayon moyen  $r$ , le ralentissement de Zener (Zener drag) limite la croissance de grain à une taille de grain  $d_z$  donnée approximativement par [ZEN 49] :

$$d_z = \frac{4r}{3f_v} \quad \text{où } f_v \text{ est la fraction volumique des particules.}$$

La figure III.3-1 représente les tailles de grains expérimentales ainsi que la loi de Zener calculée pour  $f_v = 0,01$  (valeur déterminée par Morris [MOR 96] sur un alliage identique à celui étudié ici).

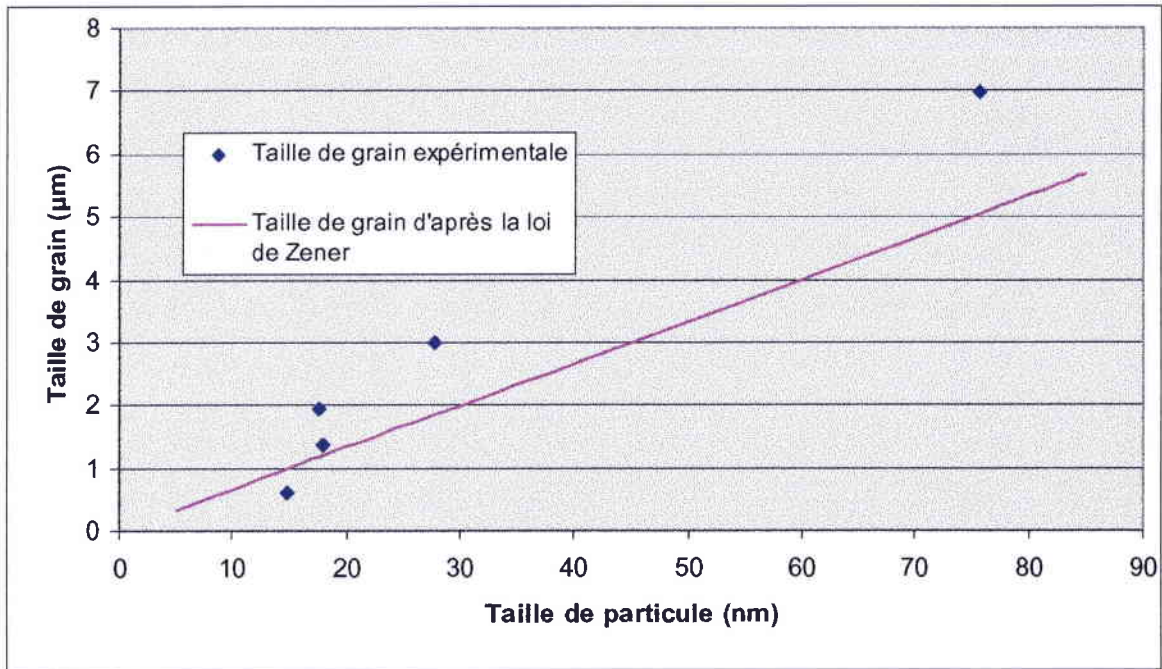


Figure III.3-1 : Vérification de la loi de Zener.

A 1000 et 1100°C les tailles de grains se situent aux abords immédiats de la droite définie par la loi de Zener. Les tailles de grains des barreaux extrudés à 1150, 1200 et 1250°C sont légèrement plus élevées que celles calculées à l'aide de la loi de Zener. Ce léger écart est dû, comme cela vient d'être vu précédemment, au fait que les particules bloquant les joints de grain ont une taille légèrement plus élevée, pour les températures d'extrusion les plus importantes, que la taille moyenne de particule déterminée par l'analyse d'image (cf. figures III.1-7 et III.1-9).

La plus faible densité de dislocation dans les matériaux extrudés aux plus hautes températures est également due à la diffusion plus importante, ayant lieu durant l'extrusion, et permettant une annihilation plus rapide des défauts générés par la déformation.

Enfin, il a été vérifié qu'un doublement du rapport d'extrusion, comparé à celui de 14 : 1 généralement utilisé, n'apportait pas de modification significative des microstructures. Tout au plus, il semble que la morphologie des grains se rapproche plus d'une forme rectangulaire car les précipités sont alignés de manière plus régulière pour le rapport d'extrusion de 28 : 1. Cet alignement plus prononcé peut s'expliquer par l'écoulement plastique plus important qui a eu lieu dans ce dernier barreau. Par contre, la taille de grains,



en accord avec la loi de Zener pour une température d'extrusion de 1100°C, reste identique, car le changement du rapport d'extrusion n'affecte pas de manière significative le processus de coalescence des particules d'oxydes.

### III 3.1.2. Textures et propriétés élastiques

Les analyses expérimentales de texture des barreaux extrudés montrent, pour toutes les températures d'extrusion, la présence prépondérante d'une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction d'extrusion. Les calculs de Taylor montrent clairement qu'une telle texture peut être obtenue en utilisant plusieurs configurations de systèmes de glissement, indiquant ainsi que cette composante  $\langle 110 \rangle$  est une composante de déformation. D'autres composantes minoritaires ont également pu être observées, surtout à 1250°C. La figure III.3-1 donne l'évolution des différentes composantes de la texture de fibre des barreaux en fonction de leur température d'extrusion.

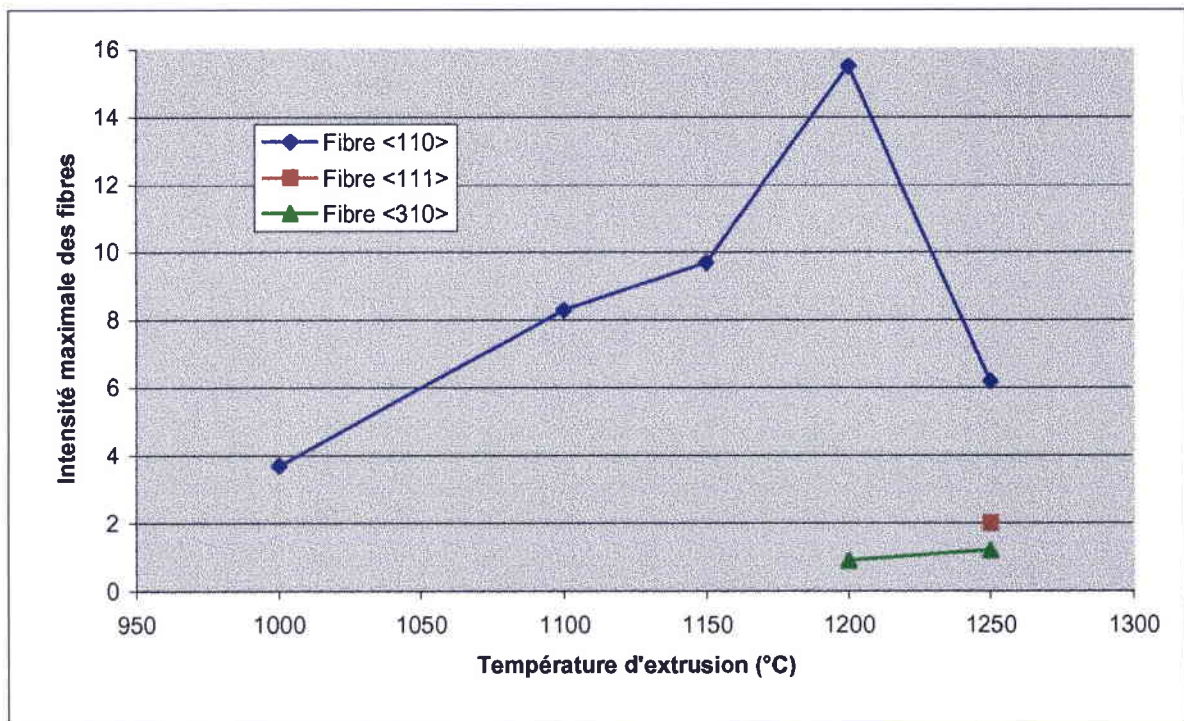


Figure III.3-1 : Evolution des composantes de la texture de fibre en fonction de la température d'extrusion.

Cette figure montre que la composante  $\langle 110 \rangle$ , relativement faible à 1000°C (4 fois supérieure à une texture aléatoire), augmente assez fortement jusqu'à 1200°C (15 fois supérieure à une texture aléatoire) avant de redescendre pour une température d'extrusion de 1250°C. La plus faible intensité relevée à la température d'extrusion de 1000°C peut

avoir plusieurs explications. La modélisation montre tout d'abord que les mécanismes actifs à basse température ( $\{112\} \langle 111 \rangle$  et  $\{110\} \langle 111 \rangle$ ) génèrent des textures moins marquées. En particulier, l'activation des mécanismes de type  $\{112\} \langle 111 \rangle$  seule conduit à l'obtention d'une fibre, dont l'intensité maximale reste inférieure à 5 fois celle d'une texture aléatoire. Cette hypothèse est toutefois basée sur l'activation de mécanismes, qui sont supposés opérer essentiellement en dessous du « pic de durcissement », c'est-à-dire en dessous de 700°C [CAL 00], alors que la température d'extrusion est ici de 1000°C. Une seconde hypothèse peut être émise concernant la plus grande probabilité de l'intervention d'un glissement aux joints de grains dans les barres extrudées à grains fins. Il est connu qu'un tel mécanisme a tendance à diminuer l'intensité des composantes de déformation. Ceci a été vérifié à de nombreuses reprises dans les matériaux à grains fins présentant ainsi une déformation superplastique [MIS 97], [PAD 86].

Aux plus hautes températures une composante de fibre proche de  $\langle 310 \rangle$  apparaît. Cette composante très légère dans un matériau extrudé à 1200°C, devient plus prononcée dans le cas de la barre extrudée à 1250°C. Les calculs de Taylor montrent qu'une telle composante apparaît quand le mécanisme de glissement  $\{110\} \langle 001 \rangle$  devient prépondérant.

Enfin, la barre extrudée à 1250°C présente aussi une composante  $\langle 111 \rangle$  dont l'intensité maximale est de l'ordre de 2. Comme cela sera observé plus tard, l'apparition de cette composante  $\langle 111 \rangle$ , concomitante ici avec la diminution de la composante de déformation  $\langle 110 \rangle$ , est aussi constatée dans le cas de matériaux traités à haute température (cf. chapitre IV) et dans le cas de barres extrudées à partir de poudres atomisées (cf. chapitre V). Dans ces deux cas la présence de cette composante  $\langle 111 \rangle$  est associée à des mécanismes de recristallisation (primaire ou secondaire). Il est donc fort probable qu'à la température d'extrusion de 1250°C un mécanisme de recristallisation dynamique puisse avoir généré l'apparition de cette composante. L'absence de composante de recristallisation dans les barres extrudées entre 1000 et 1200°C, où seules la composante  $\langle 110 \rangle$  et la composante proche de  $\langle 310 \rangle$  (qui peuvent être expliquées par les mécanismes de déformation) sont observées, doit être due à la présence de la fine dispersion d'oxydes, formée lors de l'étape de broyage. La présence de ces particules permet vraisemblablement d'inhiber la recristallisation, en bloquant le mouvement des joints et sous-joints de grains, et donc de ralentir les phénomènes de restauration dynamique nécessaires à la formation de nouveaux germes de recristallisation. Un mécanisme de ce type a aussi été suggéré dans le cas d'alliages NiAl ODS pour expliquer la formation d'une texture  $\langle 110 \rangle$  [DYM 92].

L'étude portant sur l'emploi d'un rapport d'extrusion plus élevé que 14 : 1 a montré que cette modification des paramètres d'élaboration n'entraîne pas de changement fondamental des caractéristiques des barreaux extrudés à 1100°C.

En revanche, il est intéressant de noter ici que l'utilisation d'un lot de poudres différent (lot A extrudé en 1995) de celui utilisé au chapitre III.1 pour mettre en évidence l'influence de la température d'extrusion (lot B extrudé en 1998), ne conduit pas exactement à l'obtention



des mêmes textures dans les deux barreaux extrudés à 1100°C. En effet, la composante de fibre <310> observée dans le barreau extrudé à 1100°C en utilisant les poudres du lot A (Fig. III.2-4), n'est pas visible dans le barreau extrudé à la même température à partir du lot B (Fig. III.1-21). L'apparition de cette composante <310> est aussi visible dans les barreaux obtenus à partir du lot de poudre B mais uniquement lorsque l'extrusion a eu lieu à plus haute température. D'autre part, toujours pour une température d'extrusion de 1100°C, l'intensité de la composante <110> est bien plus marquée dans le barreau extrudé avec le lot de poudre A que dans le barreau extrudé avec le lot de poudre B. De ce fait, la texture du barreau extrudé à 1100°C à partir du lot A ressemble fortement à celle du barreau extrudé à 1200°C à partir du lot B, bien que les microstructures (taille de particule et de grain) soient assez différentes. Il semble donc que le mécanisme de déformation « à hautes températures » devient plus rapidement actif dans le barreau extrudé à partir du lot A. Pour expliquer un tel comportement, plusieurs hypothèses peuvent être posées. La première repose sur l'inhomogénéité des poudres avant l'extrusion, qui entraînerait une modification des mécanismes de déformation dans les bandes de microstructure plus grossière. En effet, les matériaux extrudés à partir du lot A sont moins homogènes. Cependant cette hypothèse a été infirmée par les mesures de texture effectuées sur les barreaux composites (cf. figure V.2-4). Une deuxième hypothèse pouvant être émise concerne la composition chimique des poudres, dont une légère variation pourrait modifier les mécanismes de déformation (cf. chapitre III.1). En effet, Calonne et al. [CAL 00] ont montré que de très faibles variations de concentration de certains éléments tels que le bore ont une influence non négligeable sur le type de systèmes de glissement activé et sur le comportement mécanique de l'intermétallique FeAl40, notamment sur la position du pic d'anomalie de la limite élastique.

### ***III.3.2.1. Relations texture – propriétés élastiques***

La connaissance des textures permet d'estimer les valeurs du module d'Young. Le tableau III.3-1 montre le résultat des estimations obtenues à partir des textures expérimentales mesurées pour les barreaux extrudés. Ces estimations ont été établies à l'aide des modèles de Reuss, Voigt et Hill présentés au Chap. II.2.6. Les valeurs estimées vont pouvoir être comparées à celles obtenues lors des essais de traction.

Température d'extrusion (°C)	Module d'Young expérimental (GPa)	Approximation de Reuss (GPa)	Approximation de Voigt (GPa)	Approximation de Hill (GPa)
1000	186	165	229	192
1100	199	162	225	189
1150	-	165	228	191
1200	-	166	229	192
1250	199	181	242	207

Tableau III.3-1 : Valeurs expérimentales et calculées des modules d'Young des différents échantillons suivant la direction parallèle à la direction d'extrusion.

L'estimation la plus proche des résultats expérimentaux est celle de Hill, représentant la moyenne des estimations de Reuss et Voigt. L'erreur relative la plus grande entre module d'Young expérimental et calculé (pour l'échantillon Be 1100) est de l'ordre de 5%. Les variations des différentes estimations du module d'Young en fonction de la température d'extrusion peuvent être expliquées à l'appui des textures. Au chapitre II.3.7 il a été montré, qu'un barreau dont la texture est exclusivement composée d'une fibre  $\langle 111 \rangle$ , pourrait théoriquement atteindre un module d'Young de 290 GPa. De la même manière, une fibre  $\langle 110 \rangle$  permettrait d'atteindre 190 GPa.

A l'aide de ces données, il est facilement compréhensible que la disparition de la composante proche de  $\langle 111 \rangle$ , entre 1000 et 1100°C, puisse être compensée par le renforcement de la fibre  $\langle 110 \rangle$ , moins rigide mais plus marquée. Ce renforcement, accompagné d'une augmentation du module d'Young, se poursuit jusqu'à 1200°C. Cependant les variations des valeurs obtenues par modélisation, tout comme celles des valeurs expérimentales, ne sont pas très importantes.

A 1250°C, l'apparition d'une composante  $\langle 111 \rangle$  a une influence légèrement plus marquée et positive sur le module d'Young calculé et ceci malgré l'affaiblissement de la fibre  $\langle 110 \rangle$ .

Les mesures et modélisations présentées ici montrent qu'il est très difficile de modifier, de manière significative, la rigidité des barres extrudées en influant sur la température d'extrusion. Tout comme la modification du rapport d'extrusion au delà de 14:1, l'augmentation de la température d'extrusion de 1000 à 1250°C n'est pas efficace pour renforcer le module d'Young.

### III 3.2. Relation microstructure - propriétés

Il existe différentes relations liant les paramètres de la microstructure et les propriétés mécaniques. La loi de Hall-Petch lie notamment la taille de grain et la limite élastique  $\sigma_e$  de la manière suivante:

$$\sigma_e = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}} \quad \text{avec} \quad \sigma_0: \text{limite élastique intrinsèque du monocristal}$$

$$k: \text{constante}$$

La même loi peut être énoncée pour la dureté,  $\sigma_e$  sera alors remplacé par  $H_v$  et  $\sigma_0$  par  $H_{v0}$ . Les figures III.3-2 et III.3-3 montrent respectivement l'évolution de la limite élastique  $\sigma_e$  et de la dureté  $H_v$  dans la direction transverse en fonction de  $d^{-0.5}$  (où  $d$  est la taille de grains moyenne).

En réalisant une régression linéaire à partir des valeurs portées sur les graphes III.3-2 et III.3-3, les équations suivantes sont obtenues pour les échantillons bruts d'extrusion:

$$\sigma_e = 13 + 984 \cdot d^{-0.5} \quad \text{Soit } \sigma_0 = 13 \text{ MPa et } k = 984 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{0.5}$$

$$H_v = 207 + 214 \cdot d^{-0.5} \quad \text{Soit } H_{v0} = 207 \text{ et } k = 214 \mu\text{m}^{0.5}$$

Les coefficients de corrélation des droites de régression calculées pour la limite élastique  $\sigma_e$  et pour la dureté sont respectivement égaux à 0,996 et 0,981. Ces valeurs témoignent à première vue de la bonne adéquation des résultats expérimentaux avec la loi de Hall-Petch. L'accroissement de la limite élastique constaté ici semble confirmer l'effet bénéfique de la réduction de taille de grains par la mécanosynthèse.

Les valeurs de  $\sigma_0$  et de  $k$  trouvées dans la littérature sont très différentes les unes des autres. Dans leur article portant sur Fe45Al, Li et Baker [LI 96] relatent également des résultats obtenus pour Fe40Al. Gaydosh et al. ont déterminé  $\sigma_0 = 342 \text{ MPa}$  et  $k = 462 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{0.5}$  pour des échantillons traités thermiquement pendant 2h à 827°C puis refroidis au four. En revanche, Baker et al. ont trouvé  $\sigma_0 = 199 \text{ MPa}$  et  $k = 720 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{0.5}$  après un traitement de croissance de grain à haute température suivi de 120h à 400°C.

Liu et Pike ont même déterminé une valeur de  $k$  proche de zéro ( $-69 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{0.5}$ ),  $\sigma_0 = 350 \text{ MPa}$  pour des échantillons à gros grains obtenus par croissance à haute température puis maintenus 2h à 700°C et un jour à 300°C. D'autres échantillons traités dans les mêmes conditions, dopés avec du bore cette fois, ont conduit à une valeur similaire de  $\sigma_0$  (354 MPa), mais à une pente bien plus élevée  $k = 534 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{0.5}$ .

Li et Baker [LI 96] ont étudié l'influence du bore sur la loi de Hall-Petch dans Fe45Al pour des tailles de grain allant de 20 à 500  $\mu\text{m}$ . Ils ont trouvé les résultats suivants : la présence de bore n'a pas d'influence sur  $\sigma_0$  ( $= 165 \text{ MPa}$ ) mais uniquement sur  $k$  qui passe de 556 à 1790  $\text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{0.5}$  lorsque 500 ppm de bore sont ajoutés à l'alliage.

La multiplicité des traitements thermiques (engendrant des concentrations en lacunes ou en dislocations différentes selon les cas), les domaines de taille de grains et les conditions d'élaboration très variées ne permettent pas de comparaison directe. Cependant les résultats obtenus dans la présente étude sont du même ordre de grandeur que ceux trouvés dans la littérature.

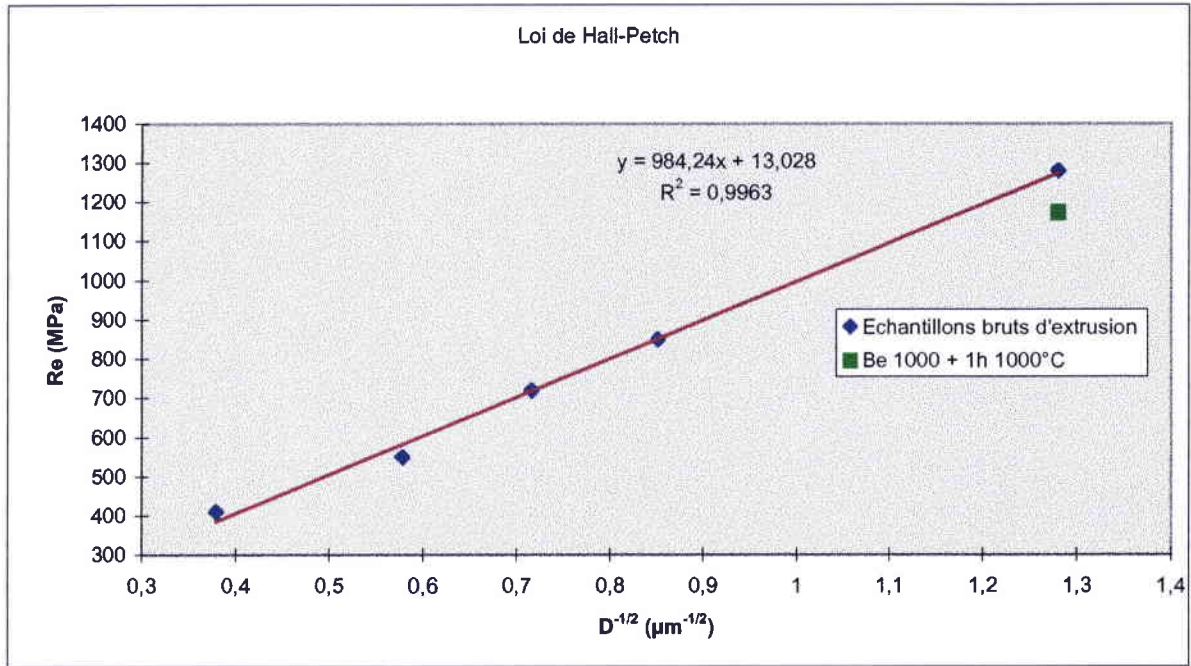


Figure III.3-2 : Limite d'élasticité en fonction de la taille de grain.

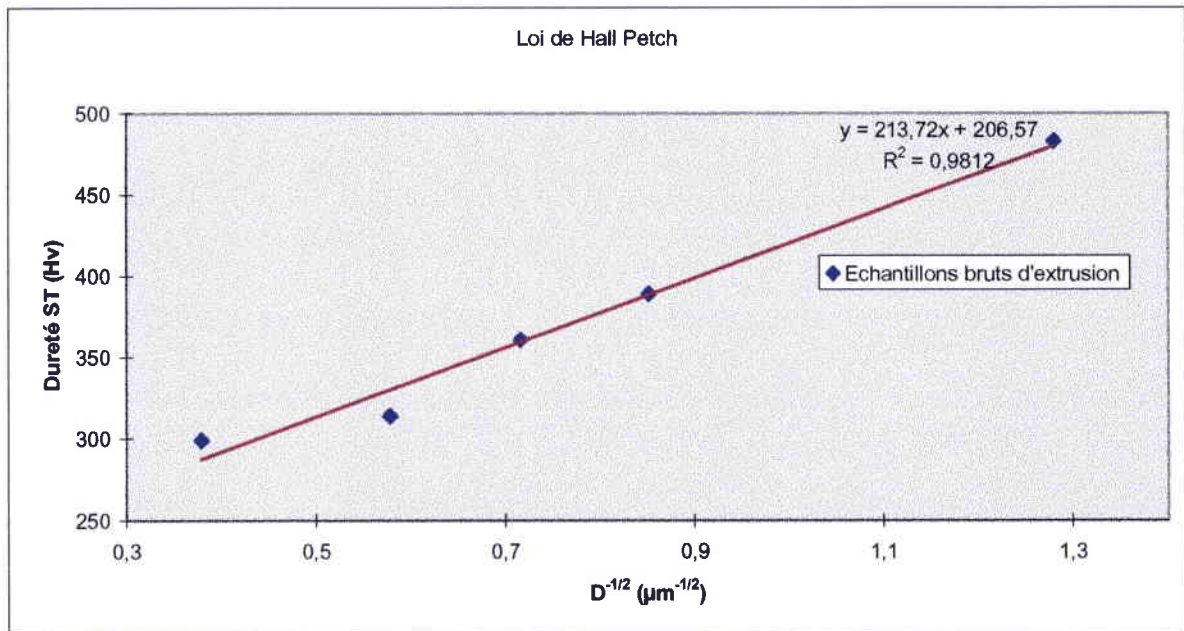


Figure III.3-3 : Dureté en fonction de la taille de grain.

Les matériaux étudiés ici ont cependant deux particularités qui les différencient de ceux de la littérature et qu'il ne faut pas omettre de considérer, à savoir :



- le renforcement opéré par la dispersion de fines particules.
- l'absence de traitement thermique de type "relaxation" après extrusion.

D.G. Morris et M.A. Morris [MOR 88, MOR 89] ont proposé une approche prenant en compte ces deux paramètres. La limite élastique est considérée comme la somme des contributions dues aux joints de grain, aux particules et à la matrice proprement dite. Dans un premier temps la contribution des particules peut être déterminée à partir de leur taille et de leur distribution, en se basant sur le modèle d'Orowan. La contrainte d'Orowan est définie de la manière suivante:

$$\sigma_{OR} = \left\{ \frac{m2\mu b}{1.18 * 4\pi(\lambda - \phi)} \right\} \ln(\phi / 2b)$$

avec m le facteur de Taylor,  $\mu$  le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et  $\phi$  et  $\lambda$  le diamètre et l'intervalle des particules dans le plan de glissement.

Dans notre cas  $m = 2,5$  et  $b = 0,5 \langle 111 \rangle a$  [MOR 99]. Le paramètre de maille et les coefficients d'élasticité  $C_{ij}$  du monocristal servant au calcul de  $\mu$  sont issus du travail de Leamy et al. [LEA 67].  $\mu$  est déterminé comme la moyenne des estimations de Hashin et Shtrickman  $\mu_1^*$  et  $\mu_2^*$  [HAS 62, HAS 62a]:

$$\mu_1^* = \mu_1 + 3 \left( \frac{5}{\mu_2 - \mu_1} - 4\beta_1 \right)^{-1} \quad \mu_2^* = \mu_2 + 2 \left( \frac{5}{\mu_1 - \mu_2} - 6\beta_2 \right)^{-1}$$

$$\beta_1 = -\frac{3(K + 2\mu_1)}{5\mu_1(3K + 4\mu_1)} \quad \beta_2 = -\frac{3(K + 2\mu_2)}{5\mu_2(3K + 4\mu_2)}$$

$$\mu_1 = \frac{1}{2}(C_{11} - C_{12}) \quad \mu_2 = C_{44} \quad K = \frac{1}{3}(C_{11} + 2C_{12})$$

Les valeurs de  $\phi$  sont relevées dans le tableau III.2-2.  $\lambda$  est déduit de la taille de particules et de la fraction volumique de particules  $f_v$  de la manière suivante:

$$\lambda = \phi (\pi/6 f_v)^{-0,5} \text{ avec } f_v = 1\% \text{ [MOR 96].}$$

La contribution de la taille de grains  $\sigma_{Hall-Petch}$  est définie par la relation:

$$\sigma_{Hall-Petch} = 260 \text{ MPa} \cdot \mu m^{0,5} \cdot d^{-0,5}$$

où  $260 \text{ MPa} \cdot \mu m^{0,5}$  est la pente déterminée par D.G. Morris et S. Gunter, pour un matériau de composition identique à ceux étudiés ici, contenant du bore et du zirconium. Le



matériau utilisé pour le calcul de cette pente avait subi auparavant un traitement thermique afin d'éliminer les lacunes excédentaires et les sous-structures de déformation dues au procédé d'extrusion (2h à 900°C + 8h à 500°C + 72h à 400°C puis refroidissement au four) [MOR 96]. La valeur de cette pente est très différente des 984 MPa.µm<sup>0,5</sup> obtenus sur la figure III.3-2. car dans cette approche (« classique ») la taille de grains n'est pas le seul paramètre influençant la limite élastique. Dans ce cas, il est aisément concevable que la pente de la courbe de Hall-Petch, et donc la contribution de la taille de grains, soit sensiblement plus réduite.

Les résultats obtenus sont représentés figure III.3-4. Ce graphe fait apparaître que les différentes composantes ne contribuent pas de la même façon à la limite élastique.

La contrainte de Hall-Petch, qui dépend de la taille de grains, diminue quasi linéairement lorsque la température d'extrusion augmente. En effet, bien que la taille de grains évolue de manière exponentielle avec la température, le fait qu'elle soit élevée à la puissance  $^{-1/2}$  dans le calcul de  $\sigma_{\text{Hall-Petch}}$  tend à linéariser l'évolution de cette valeur en fonction de la température.

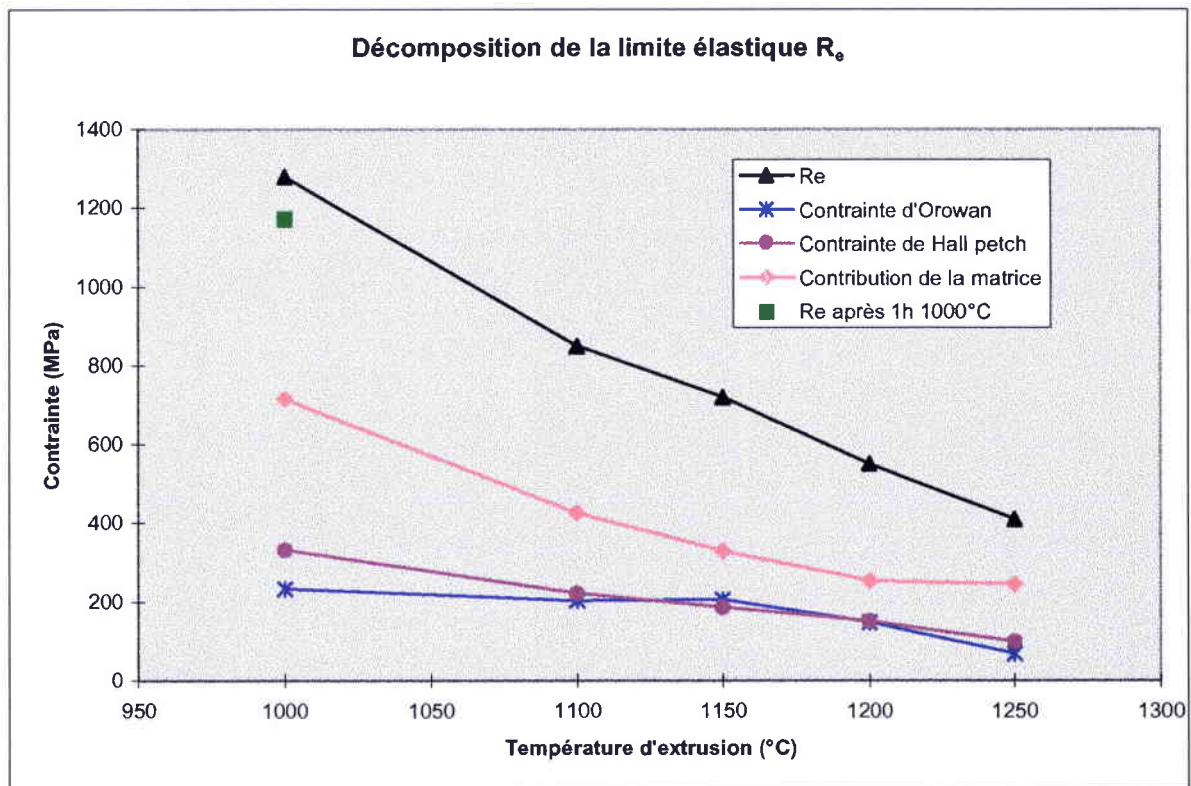


Figure : III.3-4 : Contributions à la formation de la limite élastique.

Concernant la contrainte d'Orowan, elle baisse peu dans un premier temps ; la taille de particules étant relativement stable jusque vers 1150°C. Aux températures plus élevées, l'accroissement de la taille des particules et la diminution de leur nombre a pour

conséquence de réduire plus largement l'apport de la contrainte d'Orowan à la limite élastique.

Pour une fraction volumique de particules  $f_v = 0,01$ , la matrice amène la contribution la plus substantielle. Elle semble assez significative aux températures de 1000 et 1100°C, puis elle tend à se stabiliser au delà de 1200°C. La forte contribution de la matrice à 1000°C, outre le renforcement apporté par le bore et le zirconium mis en évidence par Morris [MOR 96] par comparaison à des alliages dépourvus de ces éléments, est probablement due à la présence des dislocations générées lors de l'extrusion des éprouvettes. En effet, la déformation imposée au cours de l'extrusion nécessite la création et le déplacement de nombreuses dislocations. Lorsque la déformation a lieu à haute température, une importante partie de ces dislocations peut se recombinaison et s'annihiler par restauration dynamique. Par contre, à plus basse température la mobilité des dislocations est réduite et elles sont piégées lors du refroidissement. Ces dislocations, présentes sous forme de forêts ou d'empilements, seront autant d'obstacles à franchir avant de pouvoir déformer plastiquement le barreau lors de l'essai de traction à température ambiante.

Le point vert sur la figure III.3-5 correspond à la valeur de  $R_e$  obtenue sur un barreau traité thermiquement 1h à 1000°C par le CEA. Comme le montrera le chapitre IV, la taille de grain et de précipité n'est pas affectée lors d'un tel traitement thermique. Cela permet donc de maintenir les contributions de type Hall-Petch et Orowan inchangées,  $\sigma_e$  vaut 1173 MPa. La contrainte maximale mesurée pour cet échantillon est égale à 1300 MPa et son allongement dépasse 4,5%. Par rapport à l'échantillon extrudé à 1000°C et n'ayant pas subi de traitement thermique la contrainte maximale et la différence entre la limite élastique supérieure et inférieure sont du même ordre de grandeur alors que l'allongement à rupture a augmenté. A partir des valeurs des limites élastiques des quatre échantillons extrudés entre 1100 et 1250°C, pour lesquels une restauration dynamique plus ou moins importante a eu lieu durant l'extrusion, une droite de régression peut être tracée (Figure III.3-5). En reportant le point représentatif de la limite élastique de l'échantillon traité thermiquement pendant une heure à 1000°C sur le même graphe, ce dernier vient se placer au proche voisinage de la droite de régression. L'élimination partielle des dislocations par traitement thermique conduit donc à l'obtention d'une limite élastique plus en adéquation avec la tendance décrite par les autres échantillons. Par conséquent, il paraît établi que la forte augmentation de la contribution de la matrice à la température de 1000°C est principalement due à la présence de dislocations n'ayant pas subi de restauration dynamique.

De même, l'adoucissement associé à l'élimination d'une partie des dislocations lors du traitement thermique de l'échantillon extrudé à 1000°C permet d'obtenir un allongement à la rupture plus élevé cf. figure III.1-37.

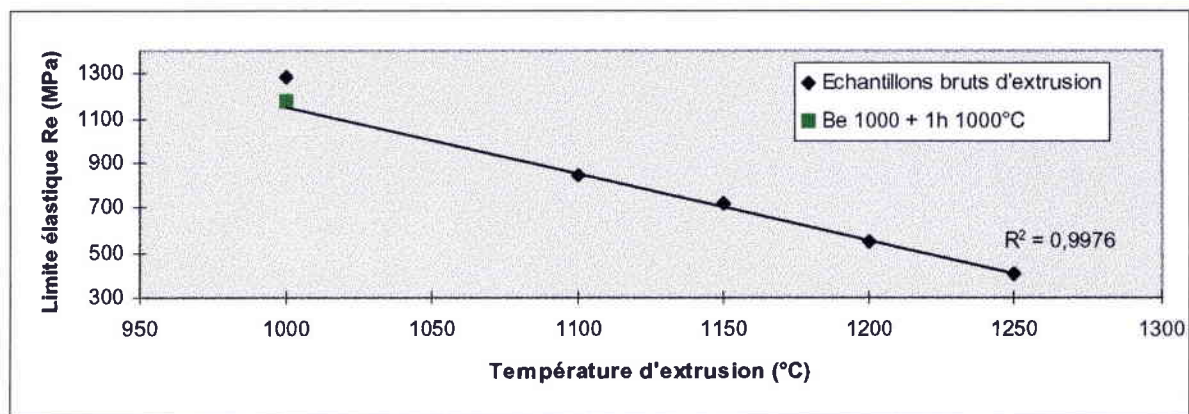


Figure III.3-5 : Limite élastique en fonction de la température d'extrusion.

## IV Influence des traitements thermiques

*L'utilisation de traitements thermiques donne la possibilité de modifier la texture et la microstructure, dont dépendent les propriétés mécaniques du matériau.*

*De nombreux auteurs ont étudié l'effet de traitements thermiques à des températures basses ou intermédiaires ( $\approx 0,5 T_f$ ). Ceci permet de créer ou d'éliminer des lacunes, et d'influencer ainsi les propriétés du matériau. Dans ce chapitre des domaines de températures plus élevées ont été explorés ( $\geq 0,9 T_f$ ) dans le but d'induire une évolution marquée en termes de texture et de microstructure. Les traitements thermiques, dont ce chapitre est l'objet, ont essentiellement été effectués dans un domaine de températures comprises entre 1200 et 1300°C, où une évolution considérable de la taille de grain peut être observée.*

*Les matériaux de départ utilisés pour cette étude sont les échantillons extrudés à 1100 et 1150°C.*

*Ce chapitre s'articulera en quatre parties. Une brève introduction, au paragraphe IV 1., permettra de mieux situer la problématique. La section IV 2. traitera des techniques de suivi de transformation de phase et de la détermination du point de transformation. L'analyse de la texture et de la microstructure de différents échantillons sera effectuée en détail dans la section IV 3. . Enfin, les potentialités des traitements thermiques sur la modification des propriétés du matériau seront discutées dans une dernière partie.*

## IV 1. Introduction

Au cours de cette étude plusieurs traitements thermiques ont été effectués. Jusqu'à 1200°C aucun changement notable au niveau de l'aspect de la microstructure ou de la texture n'a été constaté. En revanche, certains échantillons traités thermiquement à des températures supérieures à 1200°C peuvent présenter une évolution considérable.

A température élevée, les traitements thermiques se font dans un domaine, où la transformation de phase  $B_2 \Rightarrow A_2$  de type ordre / désordre est susceptible d'être franchie. Dans ces domaines, la détermination de la température devient très délicate et est souvent imprécise. Il était donc important de réaliser des traitements thermiques, au cours desquels le suivi d'une propriété thermophysique permet de vérifier le passage du point de transformation.

Plusieurs techniques, permettant de vérifier le franchissement ou non d'une transformation de phase, ont été mises en œuvre : la dilatométrie, l'Analyse Thermique Différentielle (ATD) et la mesure de la diffusivité thermique. Les mesures d'ATD et de diffusivité ont été réalisées en collaboration avec Alain Hazotte et Pierre Archambault du LSG2M (Nancy).

Les résultats obtenus ont montré que la dilatométrie ne s'avère pas assez sensible pour détecter précisément la transformation ordre / désordre sur cet alliage. L'analyse thermique différentielle permet de détecter la transformation, mais renvoie un signal d'intensité relativement faible. Enfin, la mesure de diffusivité semble la mieux adaptée pour atteindre l'objectif fixé ici.

Avant de discuter des évolutions de texture et microstructure à hautes températures (Paragraphe IV 3.), la réponse du matériau par ATD et diffusivité sera détaillée dans un premier temps, et le point de transformation de phases sera ensuite précisé.

## IV 2. Suivi de la transformation pendant les cycles thermiques

Le barreau Be 1150 fourni par le CEA/CEREM a été utilisé afin de caractériser les transformations de phases à température élevée.

Une première expérience a été menée en utilisant l'ATD. La Figure IV.2-1 représente la différence de température enregistrée entre l'échantillon Be 1150 et un échantillon témoin en alumine, ayant une masse identique. Lors du cycle thermique allant jusqu'à 1330°C, la vitesse de chauffage et de refroidissement était de 10°C par minute.



La Figure IV.2-1 montre clairement un signal endothermique au chauffage, puis exothermique au refroidissement, dans le domaine de températures situé entre 1230 et 1270°C. Cependant le signal enregistré lors de la manipulation ne permet pas distinguer précisément le début de la réaction endothermique au chauffage, qui matérialise le point de début de transformation ordre / désordre. Au refroidissement, le début de réaction exothermique se situe à 1280°C. Il correspond au début de la transformation désordre / ordre. La réaction exothermique diminue ensuite, mais se poursuit sur une vingtaine de degrés. Dans ces conditions, la température de transformation est difficile à déterminer avec précision.

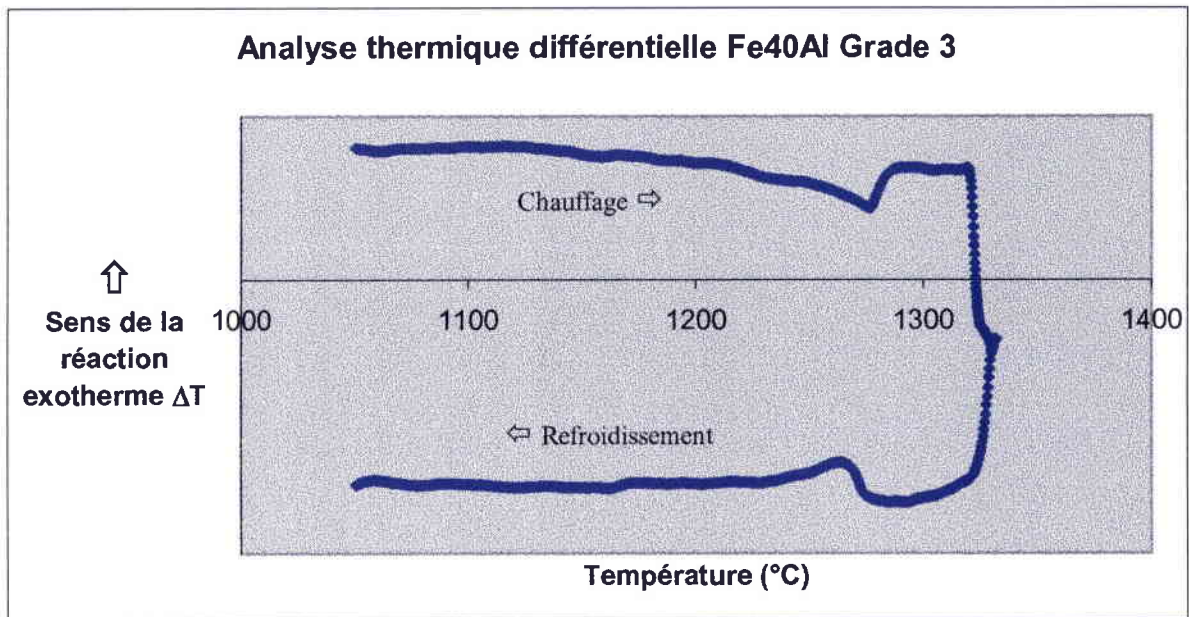


Figure IV.2-1 : Cycle d'ATD réalisé sur le matériau Fe40Al Grade 3.

Des expériences de mesure de diffusivité thermique ont été entreprises. La diffusivité thermique d'un matériau est définie de la manière suivante :

$$\alpha = \lambda / \rho \cdot C_p \quad \text{avec } \lambda, \rho \text{ et } C_p \text{ respectivement la conductivité thermique, la densité et la chaleur spécifique.}$$

Elle est généralement considérée comme caractérisant le comportement thermo-physique des matériaux. La méthode la plus courante pour mesurer la diffusivité thermique est appelée « méthode flash ». Elle consiste à appliquer une impulsion énergétique (flash laser durant environ 500 ms dont l'énergie varie entre 5 et 30 J) sur l'une des faces d'un échantillon plat, et de suivre l'évolution thermique de la face opposée. La précision des mesures est < 5 % sur l'ensemble du domaine de températures.

La vitesse de chauffe était cette fois ci voisine de 3,5°C par minute, le refroidissement a été effectué en arrêtant l'alimentation du four. Les points obtenus lors d'un cycle allant jusqu'à une température maximale de 1340°C ont été reportés sur la Figure IV.2-2. La séquence de chauffage est symbolisée par des carrés, celle de refroidissement par des triangles.

Lors du chauffage la diffusivité augmente régulièrement jusque vers 1000°C, puis commence à chuter de plus en plus rapidement jusqu'au point de transformation  $B_2 \Leftrightarrow A_2$  situé aux alentours de 1270°C. Pendant la transformation  $B_2 \Leftrightarrow A_2$  la diffusivité augmente brutalement. Dans le domaine désordonné, elle baisse à nouveau avec l'augmentation de température.

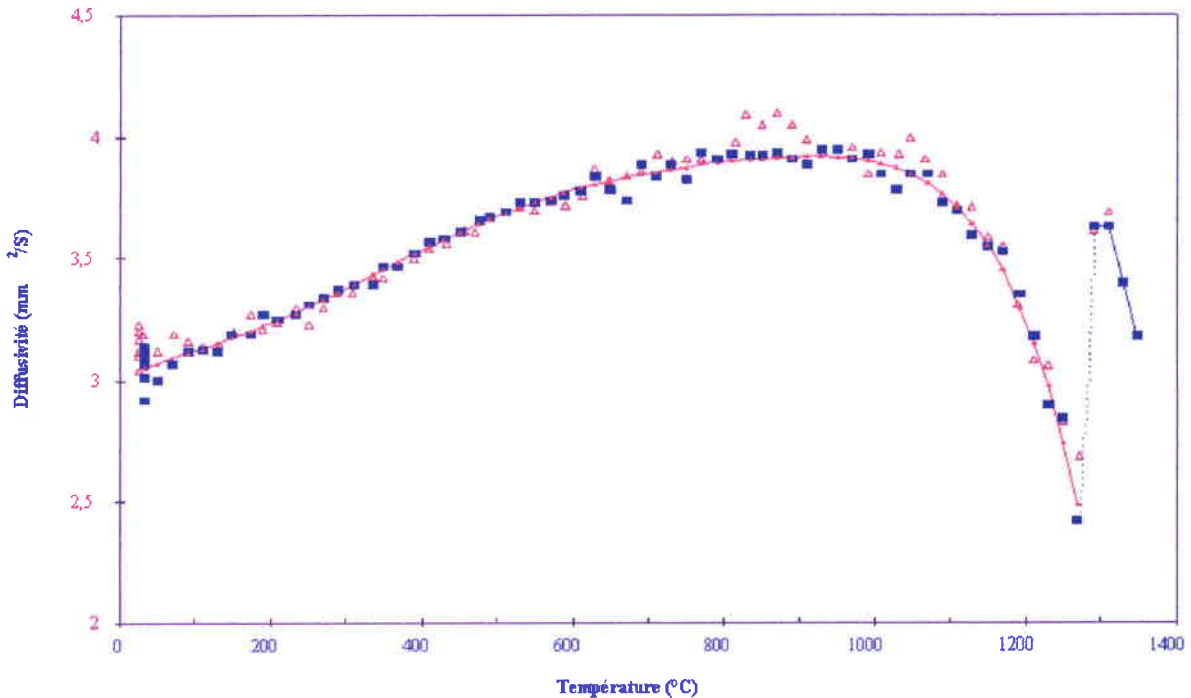


Figure IV.2-2 : Enregistrement de la variation de la diffusivité lors d'un cycle thermique jusqu'à 1340°C.

Il est intéressant de noter que la courbe de diffusivité enregistrée lors du refroidissement décrit un comportement très similaire (les deux petits pics présents aux environs de 900°C ne sont pas d'intensité suffisante pour être significatifs). Ceci démontre que la variation de diffusivité correspond bien à un phénomène de transformation réversible (transition ordre / désordre), et non pas à un phénomène de recristallisation ou de croissance de grain. En effet, dans ce dernier cas, la variation importante de diffusivité serait uniquement visible lors du chauffage de l'échantillon.

La diffusivité thermique étant fonction de la densité, de la conductivité et de la chaleur spécifique, il est intéressant d'identifier le paramètre responsable des variations observées. Des expériences de dilatométrie n'ont pas montré de variation de densité vers 1270°C. Les conductivités thermique et électrique d'alliages métalliques augmentent généralement de manière linéaire avec la température. L'anomalie de la courbe de diffusivité pourrait alors être liée à la variation de la chaleur spécifique du matériau [ARC 93]. Bien que l'évolution de la diffusivité thermique, en fonction de la température, puisse avoir des allures différentes en fonction du type d'intermétalliques et ne soit pas encore expliquée, il

est intéressant de noter qu'un comportement similaire est obtenu pour d'autres alliages intermétalliques, tels que TiAl et Ni<sub>3</sub>Al [HAZ 93].

La méthode d'analyse de transformation de phase par mesure de diffusivité paraissant plus sensible que l'ATD, cette dernière a donc été retenue pour la réalisation de traitements thermiques. Cette méthode a également pour avantage de ne pas nécessiter une taille d'échantillon trop petite, de telle sorte qu'il est possible d'effectuer des analyses de texture après le traitement thermique.

### **IV 3. Evolution des microstructures et textures à haute température**

Dans ce paragraphe nous allons d'abord présenter des résultats obtenus sur des échantillons ayant subi des cycles thermiques lents. Afin de vérifier si le point de transformation de phase B<sub>2</sub> ⇌ A<sub>2</sub> a été franchi ou non, des mesures de diffusivité ont été effectuées au cours des cycles thermiques. Les analyses de texture ont été réalisées après deux traitements thermiques différents :

- un traitement à 1220°C (environ 50°C en dessous du point de transformation).
- un traitement à 1300°C (environ 30°C au dessus du point de transformation).

Il apparaîtra que ces échantillons ne sont pas du tout ou entièrement recristallisés. D'autres échantillons partiellement recristallisés ont aussi été analysés. Afin de conserver une structure partiellement recristallisée des cycles thermiques plus rapides et terminés par une trempe ont été nécessaires. Ces traitements ont été effectués dans un dilatomètre, et le refroidissement rapide a été réalisé par soufflage d'hélium.

#### **IV 3.1. Echantillon cyclé lentement à 1220°C (non recristallisé)**

##### ***IV 3.1.1. Microstructure***

La micrographie IV.3-1 relative à l'échantillon traité thermiquement à 1220°C a été réalisée sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion. La microstructure de cet échantillon reste homogène après le cycle thermique. La taille de grains demeure réduite, proche de 2 µm. Elle est du même ordre de grandeur que la taille de grains observée après extrusion et avant traitement thermique.

Les points noirs visibles sur cette micrographie optique ne sont pas des particules de taille importante, mais des piqûres dues à l'attaque chimique.





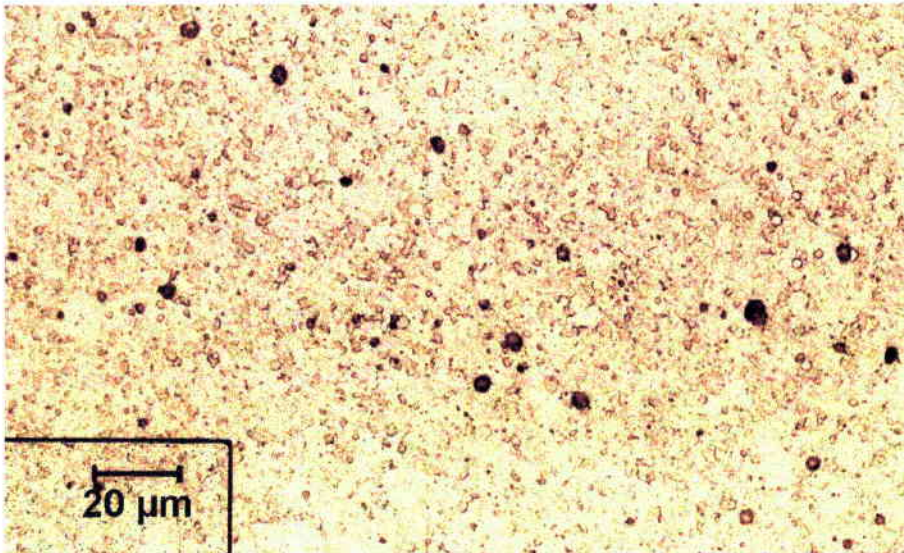


Figure IV.3-1 : Micrographie de l'échantillon ayant subi un traitement thermique jusqu'à 1220°C (x 500).

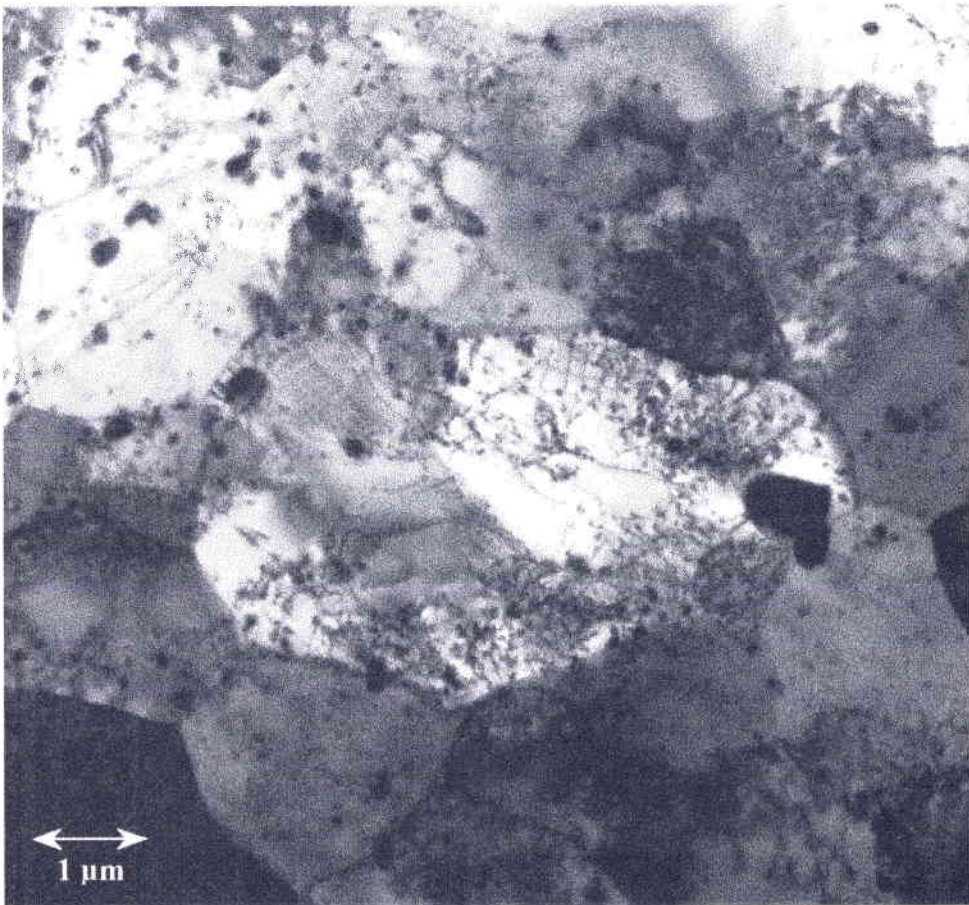


Figure IV.3-2 : Micrographie de l'échantillon ayant subi un traitement thermique jusqu'à 1220°C (x13500).

La Figure IV.3-2 réalisée au MET sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion confirme que la taille de grains n'évolue pas de façon visible après un cycle jusqu'à 1220°C.

La Figure IV.3-3 représente plus en détail le grain de taille légèrement plus importante situé au centre de la Figure IV.3-2.

Il est intéressant de remarquer que ce grain contient des sous-grains formés pendant le cycle thermique. Cela prouve qu'un phénomène de restauration statique des dislocations a lieu durant le traitement thermique. Toutefois les réseaux de dislocations (fléchés) délimitant les sous-grains, sont peu denses et la désorientation entre les sous-grains est peu marquée. Il est à noter qu'aucun réseau de dislocations de ce type n'avait été observé à l'état brut d'extrusion.

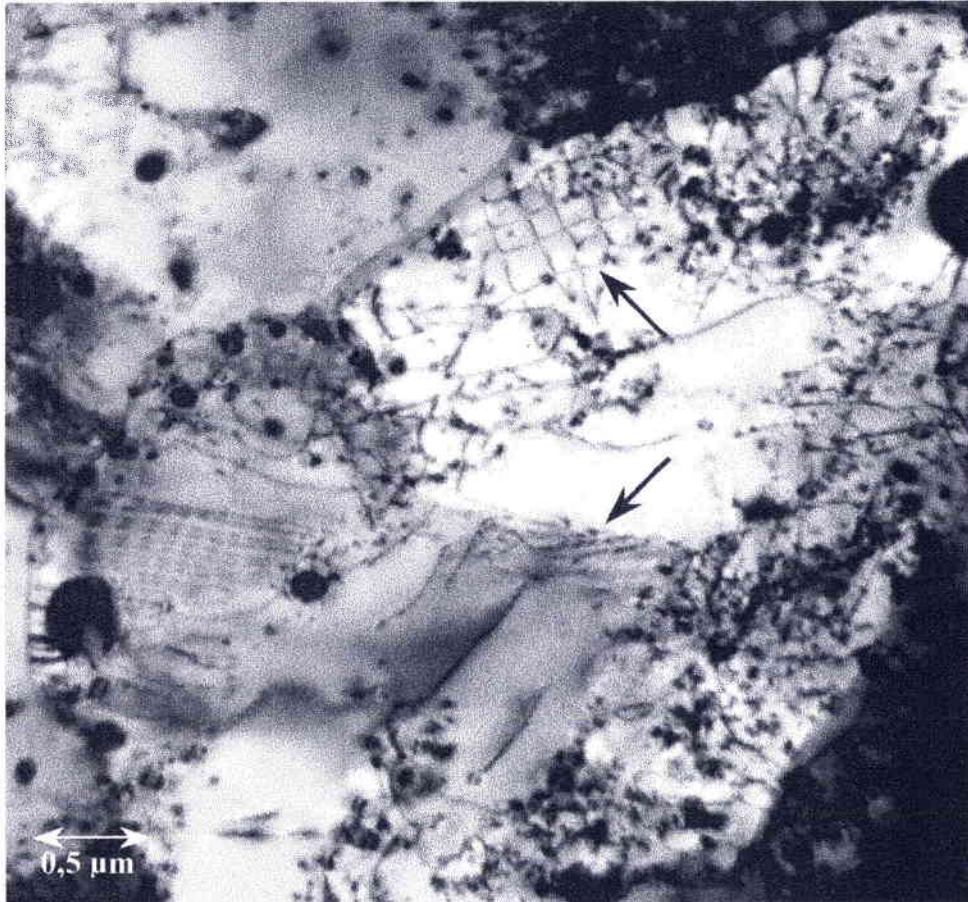


Figure IV.3-3 : Micrographie de l'échantillon ayant subi un traitement thermique jusqu'à 1220°C (x24500).

#### *IV 3.1.2. Textures*

L'analyse de texture effectuée sur l'échantillon extrudé à 1150°C, puis traité thermiquement jusqu'à 1220°C, est représentée sur la Figure IV.3-4.

La texture de cet échantillon peut être décrite à l'aide de la seule composante de fibre  $\langle 110 \rangle$ , dont l'intensité maximale atteint 9,4. La FDO de la Figure IV.3-4 est directement



comparable à celle de la Figure III.1-22. La grande similitude de ces deux FDO montre que le cycle thermique subi par l'échantillon influence peu la texture.

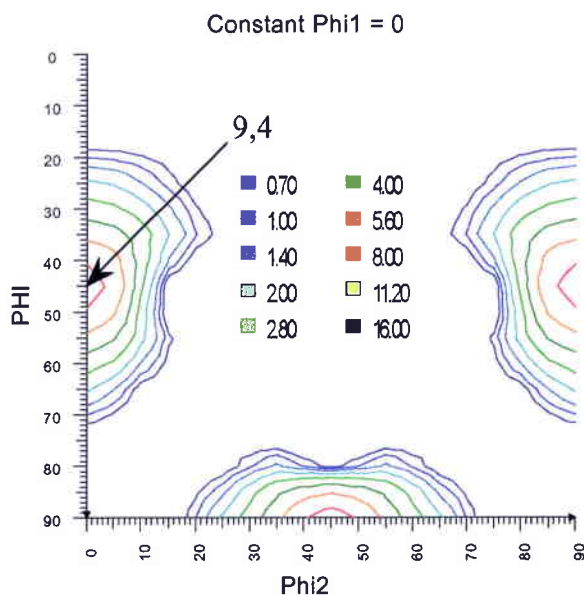


Figure IV.3-4 : FDO de l'échantillon Be 1150 après traitement thermique à 1220°C.

Comme l'ont montré les images de MET, l'évolution de la microstructure pendant le cycle thermique conduit à la formation de sous-grains faiblement désorientés. Cette configuration, ainsi que le niveau d'énergie élastique stockée n'est pas suffisamment favorable à l'apparition de germes de nouveaux grains. Par conséquent cette étape de restauration n'est pas suivie de recristallisation et la texture ne change pas.

## IV 3.2 Echantillon cyclé lentement à 1300°C (entièrement recristallisé)

### IV 3.2.1. Microstructure

La micrographie IV.3-5 a été réalisée sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion de l'échantillon traité thermiquement à 1300°C. La photographie a été prise à cet endroit afin de mettre en évidence le joint de grains qui la traverse du coin inférieur gauche au coin supérieur droit. Seule une partie des grains est visible ici, car leur taille est de l'ordre de plusieurs millimètres. La section totale de l'échantillon (11mm de diamètre) ne comporte pas plus de quatre gros grains. Il est aussi intéressant de remarquer la présence de quelques grains plus petits, au nombre d'une dizaine. La micrographie IV.3-5 en présente deux, l'un au centre et l'autre légèrement plus bas sur la droite (fléchés).

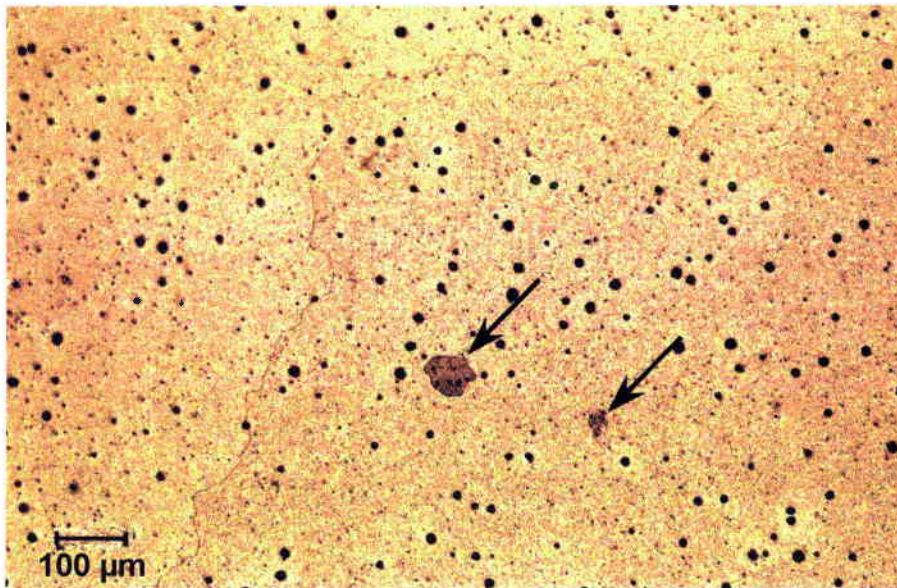


Figure IV.3-5 : Micrographie de l'échantillon ayant subi un traitement thermique jusqu'à 1300°C (x100).

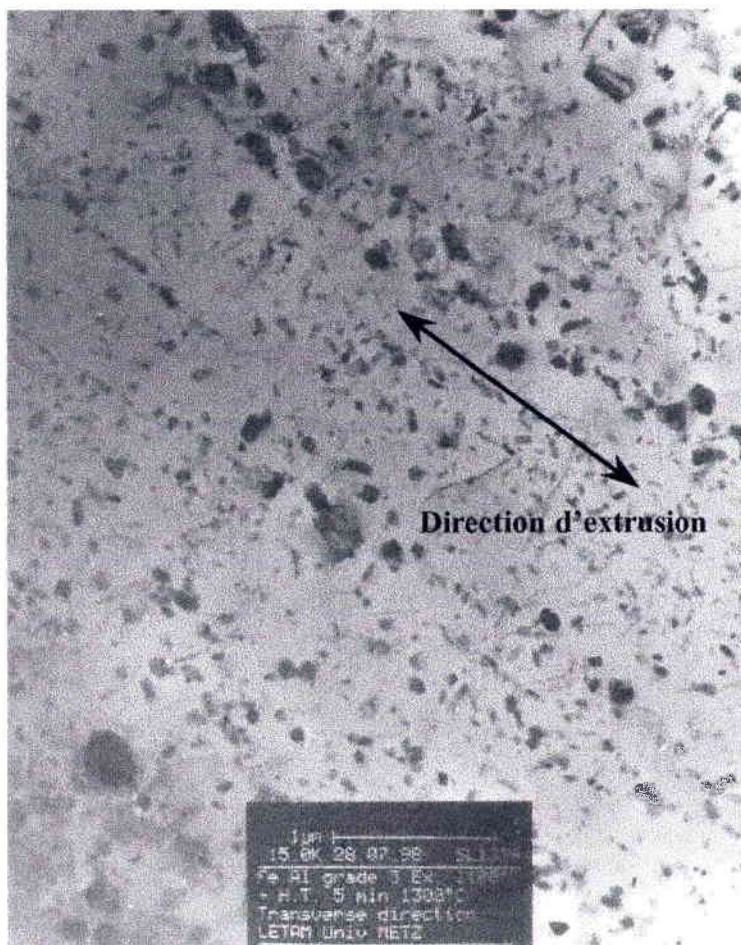


Figure IV.3-6 : Micrographie réalisée en MET sur un échantillon recristallisé (x15000).

La micrographie IV.3-6 est une photo de MET montrant le détail de la microstructure à l'intérieur de ces grains. Elle met en évidence l'alignement des particules dans une

direction préférentielle. Suite à l'extrusion ces alignements étaient plus difficilement visibles du fait de leur superposition avec les joints de grains. Après recristallisation l'alignement des particules est plus aisément observable. Il explique la formation des bandes relevées au paragraphe III 1.1.1..

#### IV 3.2.2. Textures

Vu le nombre très réduit de grains contenus dans l'échantillon traité thermiquement jusqu'à 1300°C, il n'est pas réaliste de vouloir analyser la texture de manière statistique en calculant la FDO relative à cet échantillon. C'est pourquoi il ne sera présenté ici que la figure de pôles (200) réalisée sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion, figure IV.3-7. Il est fort probable qu'uniquement deux à trois gros grains aient été mesurés puisque la taille du faisceau incident est de l'ordre de celle des gros grains. Les pôles visibles sur cette figure sont situés sur une couronne. L'angle entre le pôle central et cette couronne a une valeur proche de 55°, cela veut dire que la direction  $\langle 111 \rangle$  de ces grains est parallèle à la direction d'extrusion.

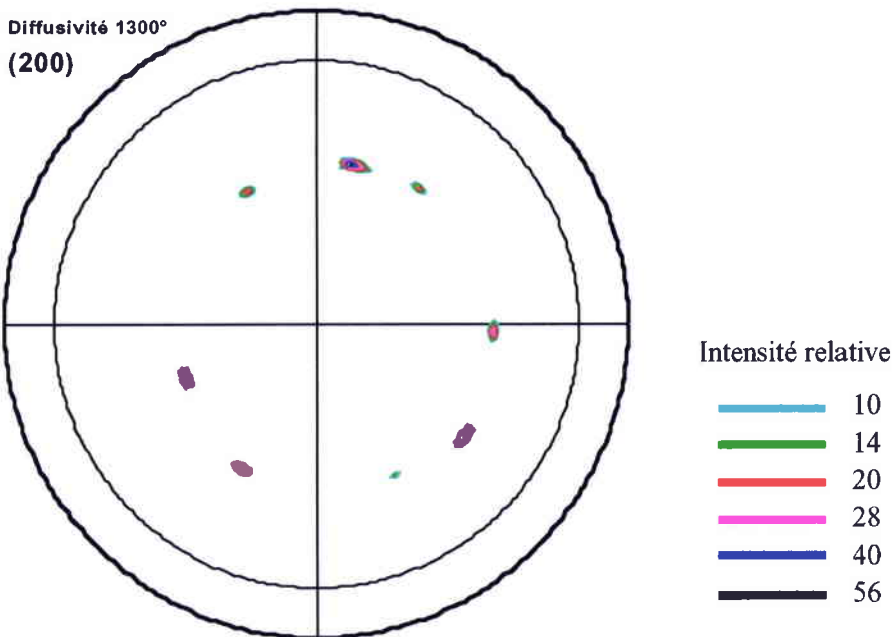


Figure IV.3-7 : Figure de pôles (200) pseudo normalisée de l'échantillon ayant subi un traitement à 1300°C suivi par mesure de diffusivité.

#### IV 3.3. Echantillons partiellement recristallisés

Afin de mieux connaître l'évolution des textures lors de la recristallisation, des échantillons partiellement recristallisés ont été caractérisés.

Pour obtenir de tels échantillons partiellement recristallisés, un traitement thermique à 1300°C plus court (5 minutes) a été pratiqué sur la barre initialement extrudée à 1100°C. Cette barre ne devrait pas, a priori, avoir un comportement singulièrement différent vis à



vis d'un traitement thermique de celle extrudée à 1150°C, étudiée dans les deux paragraphes précédents. Après extrusion, un échantillon de 8 mm de diamètre a été usiné dans le centre de la barre extrudée à 1100°C. Il a ensuite été placé dans un dilatomètre Adamel Lhomargy DT 1000, utilisant un thermocouple chromel-alumel soudé de part et d'autre de l'échantillon. L'échantillon a été chauffé jusqu'à 1000°C à la vitesse de 10°C.s<sup>-1</sup>, puis jusqu'à 1300°C à la vitesse de 1°C.s<sup>-1</sup>. Après un maintien de 5 minutes à 1300°C, l'échantillon a été refroidi jusqu'à l'ambiante à la vitesse de 100°C.s<sup>-1</sup> par soufflage d'hélium.

La Figure IV.3-8 montre une micrographie de cet échantillon dans le sens perpendiculaire à l'axe d'extrusion. Trois à quatre gros grains apparaissent clairement. Le long du joint de grains séparant ces derniers, des grains bien plus petits, de taille comprise entre 3 et 10 µm, sont visibles (fléchés).

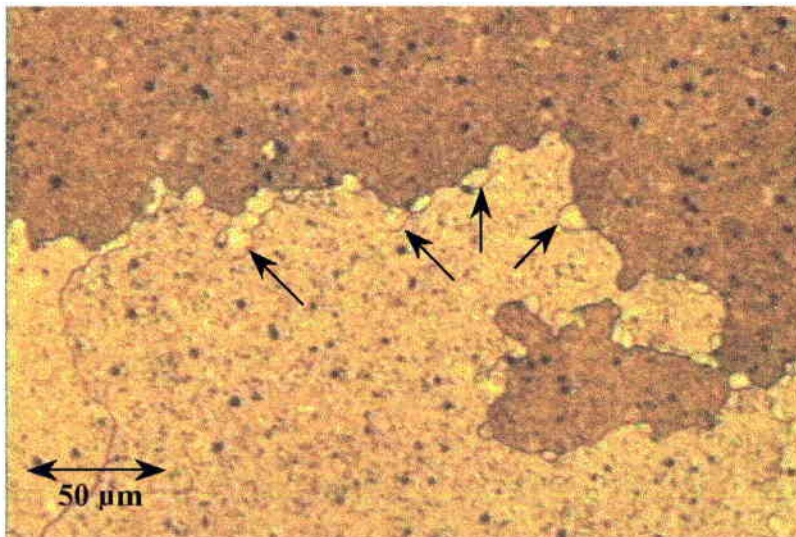


Figure IV.3-8 : Echantillon extrudé à 1100°C puis traité à 1300°C durant 5 minutes (x200).

La figure IV.3-9 présente la micrographie d'un échantillon partiellement recristallisé, observé cette fois-ci dans le sens parallèle à la direction d'extrusion.

Sur cette figure IV.3-9 il est possible de remarquer des bandes plus claires et très fines, marquées ici par des flèches. Ces bandes ont une épaisseur de 5 à 10 µm et une longueur de 100 à 300 µm. Elles sont souvent situées au niveau des joints des gros grains et correspondent sans aucun doute aux petits grains observés sur la Figure IV.3-8.

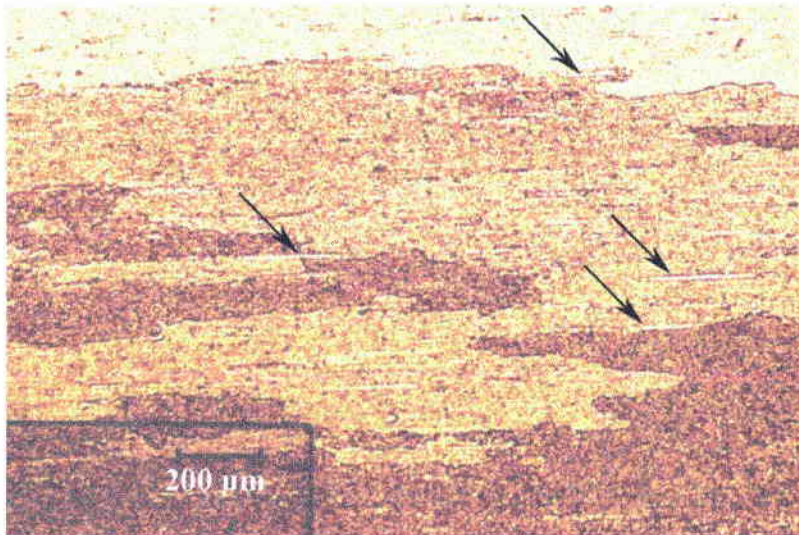


Figure IV.3-9 : Micrographie d'un échantillon partiellement recristallisé (x50).

Pour déterminer plus précisément la nature de ces bandes, des textures locales ont été mesurées sur l'échantillon prélevé dans le sens parallèle à l'axe d'extrusion, à l'aide de la technique EBSP. La figure IV.3-10 montre la cartographie d'orientations obtenue pour un pas de mesure de 1 μm. Cette cartographie doit être comparée à celle de la figure III.1-25 provenant du même échantillon avant traitement thermique. Deux types de grains sont identifiables sur la cartographie de la figure IV.3-10. D'une part, de gros grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  parallèle à la direction d'extrusion (en bleu), qui sont très faiblement désorientés les uns par rapport aux autres. D'autre part, de plus petits grains d'orientation  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction d'extrusion (en vert), qui sont agencés sous forme de bandes localisées près des joints de grain des plus gros grains. Au sein des bandes les petits grains semblent légèrement désorientés les uns par rapport aux autres.

Les points noirs présents sur la cartographie IV.3-10 correspondent à des zones dont l'orientation n'a pas pu être déterminée.

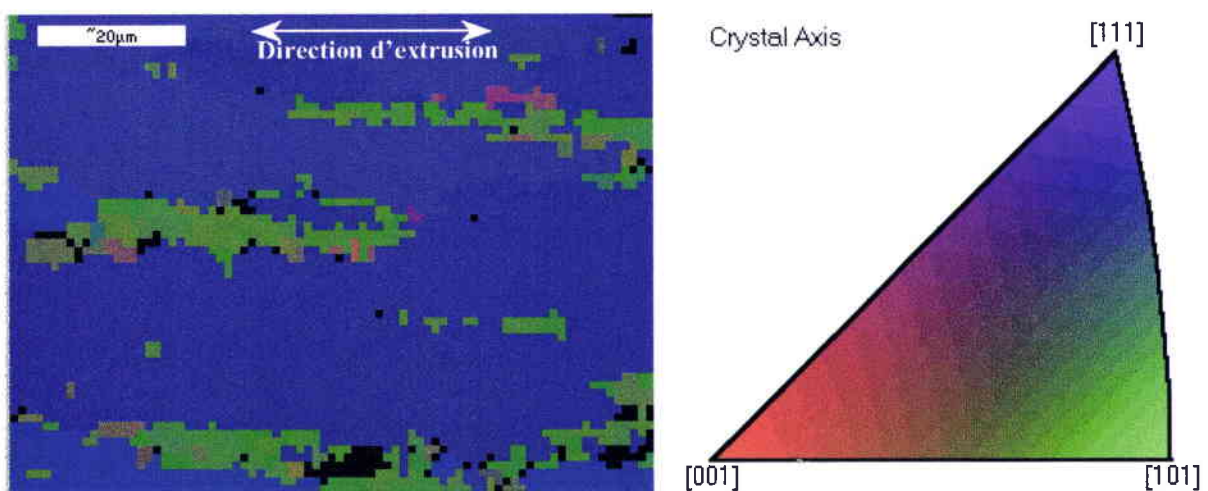


Figure IV.3-10 : Cartographie EBSP d'un échantillon partiellement recristallisé.



Les figures de pôles inverses IV.3-11 et IV.3-12 permettent de comparer les résultats d'EBSP obtenus respectivement pour un échantillon brut d'extrusion Be 1100 (Figure III.1-25) et un échantillon partiellement recristallisé (Figure IV.3-10). Elles indiquent quelles sont les directions cristallographiques parallèles à la direction d'extrusion.

Material : FeAl  
 Measurements : 10414  
 Date : 24-Feb-99 17:38

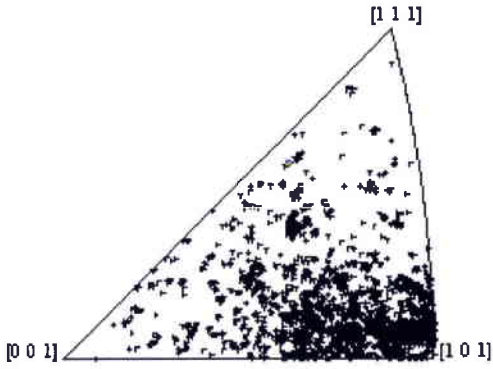


Figure IV.3-11 : Figure de pôles inverse de l'échantillon brut d'extrusion à 1100°C.

Material : FeAl  
 Measurements : 5265  
 Date : 24-Feb-99 17:12

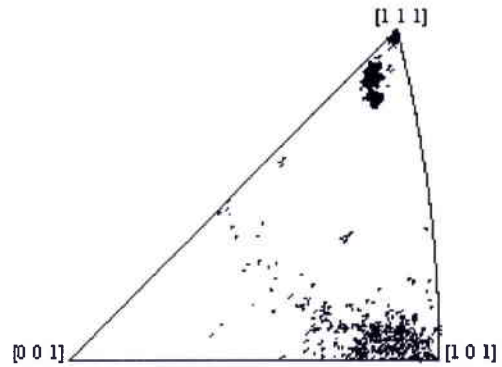


Figure IV.3-12 : Figure de pôles inverse de l'échantillon partiellement recristallisé.

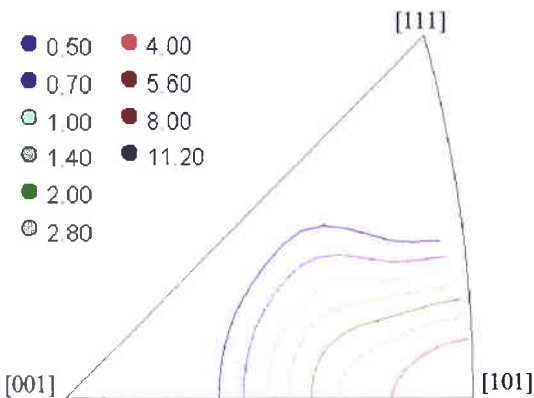


Figure IV.3-11a : Figure de pôle inverse de l'échantillon brut d'extrusion à 1100°C.

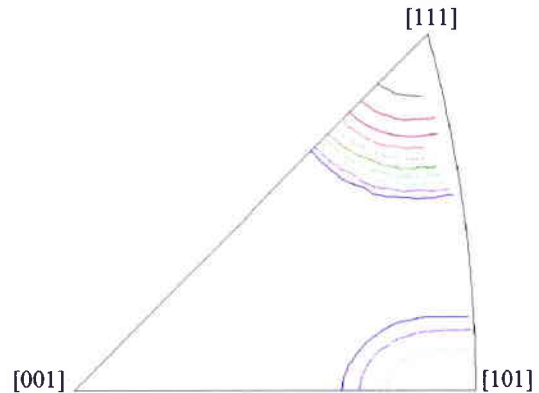


Figure IV.3-12a : Figure de pôles inverse de l'échantillon partiellement recristallisé.

Sur la figure de pôles inverse IV.3-11, il n'est pas possible de distinguer individuellement chaque point de mesure pour les orientations proches de  $\langle 110 \rangle$ , car la superposition de nombreuses mesures dans un domaine angulaire réduit a mené à l'apparition de zones entièrement noircies. Les orientations distantes de plus de  $15^\circ$  de  $\langle 110 \rangle$  sur la Figure IV.3-11 ne représentent donc pas une fraction très importante des 10414 orientations mesurées au total. Les orientations présentes sur la figure de pôles inverse IV.3-11 ont été représentées à l'aide de lignes de niveau sur la figure IV.3-11a. Les figures IV.3-11 et IV.3-11a confirment que les résultats obtenus sont en bon accord avec la FDO calculée pour le même échantillon au Chap. III.1.1.2.1., montrant une fibre  $\langle 110 \rangle$  importante sur

le matériau brut d'extrusion. Dans le cas du matériau partiellement recristallisé, dont les mesures sont représentées sur les figures IV.3-12 et IV.3-12a, la majorité des résultats est localisé dans les trois zones noires proches de l'orientation  $\langle 111 \rangle$ . Ces trois orientations correspondent à trois gros grains. Dans un rayon de  $25$  à  $30^\circ$  autour de  $\langle 111 \rangle$  aucun grain d'orientation différente n'est visible, tous semblent avoir été absorbés lors de la croissance exagérée des grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$ . La cartographie IV.3-10 montre qu'il subsiste des bandes d'orientation proche de  $\langle 110 \rangle$ , l'existence de telles orientations est confirmée sur la figure IV.3.-12. Durant la recristallisation secondaire, les grains offrant le plus de résistance sont ceux organisés en bandes avec une orientation proche de  $\langle 110 \rangle$ . Ce phénomène est vraisemblablement dû à l'absence d'orientation proche de  $\langle 111 \rangle$ , susceptible de croître rapidement dans ces bandes.

## IV 4. Discussion

Les résultats exposés dans ce chapitre montrent que des variations importantes et rapides de microstructure peuvent être engendrées par des traitements thermiques à hautes températures. Ceci confirme les résultats obtenus précédemment par Morris et al. [MOR 97] sur le même alliage. Lorsque ces variations microstructurales importantes et rapides sont décelées, elles sont toujours accompagnées de modifications marquées de la texture.

Les différents traitements thermiques réalisés au cours de cette thèse ont montré une forte sensibilité de l'évolution structurale à de faibles écarts de température.

En fait, les traitements thermiques ont été couplés avec des mesures d'ATD ou de diffusivité et ont montré l'existence de deux domaines, où le comportement du matériau est assez différent. Ils seront désignés ici comme domaines de « basses » et « hautes » températures.

La frontière entre les domaines de « basses » et « hautes » températures se situe aux environs de 1270°C et est matérialisée par une « anomalie » de comportement, détectable par ATD et diffusivité thermique. Il s'agit très vraisemblablement de la transformation ordre ( $B_2$ )  $\Leftrightarrow$  désordre ( $A_2$ ) qui a lieu dans ce matériau en-dessous du point de fusion.

Pour les traitements thermiques réalisés dans le domaine des « basses températures », les évolutions microstructurales sont très faibles.

La taille de grain varie peu et seule une polygonisation des dislocations est observée. La texture ne varie pas non plus. La fibre initiale  $\langle 110 \rangle$  est conservée. Aucun mécanisme de recristallisation n'a eu lieu.

Dans le domaine des « hautes » températures, les traitements thermiques provoquent la croissance de très gros grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$ . Le phénomène observé ici est de la recristallisation secondaire, c'est-à-dire de la croissance exagérée de certains grains déjà présents. Une étude réalisée par Grahle et Arzt [GRA 97] sur un alliage NiAl de type  $B_2$ , obtenu par mécanosynthèse et compression isostatique à chaud, avait également montré un tel comportement après des traitements thermiques de 0,25h. En-dessous de 1781 K seule une faible croissance normale de grain était observée. Au-dessus de 1821 K, une fraction volumique égale à 95% de l'échantillon analysé était occupée par des grains ayant subi une recristallisation secondaire avec une vitesse de croissance élevée.

Morris note également une croissance importante et très rapide des grains au-delà de 1300°C, pour un alliage FeAl obtenu par mécanosynthèse [MOR 97], similaire à celui étudié dans le cas présent. Pour cet auteur l'apparition de la recristallisation secondaire s'explique par un changement de phase des particules d' $Y_2O_3$ , en une phase plus complexe, qui ne pourrait plus ancrer les joints de grains de manière suffisante.

Contrairement aux résultats donnés par Cerri et al. [CER 99], qui observent une texture aléatoire suite à la recristallisation secondaire ayant lieu dans le domaine des « hautes » températures (traitement thermique de 1h à 1300°C), la texture obtenue dans les barreaux étudiés ici est une fibre de type  $\langle 111 \rangle$ . D'autre part, l'effet déclenchant la recristallisation secondaire ne paraît pas uniquement être la croissance des particules, comme décrit par Cerri et al., mais il semble que la transformation de phase ait également une influence importante sur la cinétique élevée et l'initiation du processus de recristallisation secondaire. Un autre paramètre semblant pouvoir influencer la mobilité des joints de grain, et donc la croissance de grain exagérée, est la transition de phase  $B_2 \Rightarrow A_2$  ayant lieu vers 1270°C.

Humphreys et Hatherly [HUM 96] ont mesuré la vitesse de croissance des grains dans un alliage FeCo, contenant de faibles concentrations en V et Cr. Dans cet alliage, également de structure  $B_2$ , le passage de la transition de phase de type ordre / désordre provoque une augmentation brutale de la vitesse de croissance de grains d'un facteur proche de 20. Par ailleurs, la disparition de l'ordre accélère entre autres la migration des atomes, dont le coefficient de diffusion augmente. De même, le déplacement des dislocations est plus facile, car il n'a plus à satisfaire la condition liée au respect de l'ordre suite à leur passage.

Dans l'intermétallique NiAl la structure  $B_2$  persiste jusqu'à la fusion de l'alliage. Bien que la recristallisation secondaire intervienne aussi à très haute température [GRA 97], l'augmentation de la taille de la microstructure  $y$  est considérablement moins rapide que dans les barreaux FeAl40. En effet, dans les échantillons NiAl la taille de grain croît de 1 à 100  $\mu\text{m}$  en 15 minutes, alors que dans le barreau FeAl la taille de grain passe de 2  $\mu\text{m}$  à quelques mm en 5 minutes. La taille de particule  $a$ , elle aussi, une évolution très différente dans les deux matériaux. Alors qu'elle reste plutôt homogène dans FeAl, la taille de grain a une distribution bimodale assez marquée dans NiAl.

L'apparition des gros grains orientés  $\langle 111 \rangle$  se fait très vraisemblablement par croissance exagérée de quelques grains préexistants.

La fin de la recristallisation secondaire correspond à la disparition de zones du matériau, ayant un aspect de bandes, exclusivement constituées de grains faiblement désorientés par rapport à l'orientation  $\langle 110 \rangle$ . Ces zones ne contiennent donc pas d'orientation susceptible de croître rapidement.

Une étude, sur un alliage FeAl40 similaire à celui-ci, réalisée par Samajdar et al. [SAM 98] a montré que les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  ont la plus faible probabilité de rencontrer des joints de grains de faible désorientation et donc de faible mobilité. D'autre part, les grains idéalement orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$  ont la plus grande probabilité de posséder des joints de grain ayant de faibles CSL ( $\Sigma 3 - \Sigma 9$ ). Dans un matériau tel que l'alliage  $B_2$  FeAl40, où l'ancrage dû aux particules est particulièrement important, les

joints de grains de faible énergie (faibles CSL) ont plus de chances d'échapper à l'ancrage. Tweed et al. [TWE 83, TWE 84] ont étudié les joints de grains d'une matrice d'aluminium de texture aléatoire, renforcée par des particules d'alumine. Leurs travaux ont montré que tous les joints de grains de faible désorientation étaient ancrés par des particules, alors que parmi les joints de forte désorientation, seulement la moitié était ancrée. Ces deux observations tendent donc à confirmer que la croissance des grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  est favorisée lors de traitements thermiques.

Les études microstructurales, effectuées après des traitements thermiques, montrent clairement qu'aucun mécanisme de recristallisation primaire (incluant la germination et la croissance de nouveaux grains) n'est mis en jeu, aussi bien dans les domaines situés au-dessus qu'en-dessous du point de transformation ordre – désordre. Ceci est essentiellement dû au fait que la déformation critique nécessaire à la germination de nouveaux grains n'ait pas été atteinte. L'énergie stockée dans la matrice n'était donc pas suffisante pour entraîner une recristallisation primaire. En effet, nous avons pu vérifier qu'un certain niveau de déformation plastique à froid permettait d'induire une recristallisation primaire, associée à une modification marquée de texture lors d'un traitement thermique. Cet aspect concernant l'évolution des textures du matériau FeAl40 Grade 3 lors de traitements thermomécaniques sera traité dans le cadre de la thèse d'Eric Suzon.

Le seul phénomène mis en jeu ici, et permettant une évolution notable des textures lors de traitements uniquement thermiques, est le mécanisme de croissance exagérée de grains. L'apparition de ce type de mécanisme limite fortement l'optimisation des propriétés mécaniques. Par conséquent, un compromis entre la ductilité, la résistance mécanique et la rigidité ne peut pas être obtenu par l'intermédiaire d'un traitement thermique seul. En effet, ce dernier ne permet pas d'obtenir des grains étant à la fois fins et orientés de sorte à maximiser la limite élastique.



## V Approche « composite »

*Les matériaux dénommés ci-après par le terme « composites » ne sont pas, à proprement parler, des composites. En effet, ils ne sont pas formés d'une matrice et d'un renfort de nature différente, mais uniquement d'un mélange de poudres atomisées et préallées, dont 85% ont été broyées par mécanosynthèse, et 15 % n'ont subi aucun traitement mais sont à l'état atomisé.*

*L'objectif recherché en réalisant ce mélange est d'introduire une composante de texture supplémentaire, plus favorable à l'obtention d'une grande rigidité du matériau. L'analyse de la littérature semble indiquer la formation d'une texture très différente selon que la poudre ait été broyée ou non avant l'extrusion. Dans le Chapitre III 1., les barreaux extrudés entre 1000 et 1200°C à partir de poudre broyée possèdent tous une texture de déformation caractérisée par une fibre <110> marquée. L'extrusion de poudres atomisées [STO 92], ou celle de rubans obtenus par melt-spinning [BAK 87], conduit quand à elle à une texture <111> marquée. Les mêmes modifications de texture, suivant que les poudres aient été broyées ou non, ont été observées pour des matériaux de composition NiAl dont la structure est également de type  $B_2$  [DYM 92].*

*Une texture de fibre <111>, obtenue par extrusion de poudre non broyée, serait bénéfique pour augmenter le module d'Young. Cependant si la poudre n'est pas broyée les autres caractéristiques mécaniques, et notamment la ductilité, sont moins satisfaisantes du fait de la présence de gros grains. Afin d'obtenir une valeur d'allongement à rupture acceptable, la taille de grain doit être limitée à quelques microns [GAY 92]. L'établissement d'un compromis entre la ductilité et la rigidité a alors été recherché en mélangeant les deux types de poudres. La présence d'une fraction volumique limitée de poudre atomisée dans les barres extrudées serait susceptible de modifier favorablement les textures, en introduisant une composante <111> tout en conservant une taille de grain suffisamment faible pour ne pas*

*dégrader la ductilité. De plus, la coexistence de deux fibres (<110> et <111>) aurait sans doute une influence sur le mécanisme de recristallisation.*

*Une première partie de ce chapitre est consacrée à la vérification des propriétés d'un barreau élaboré uniquement à partir de poudres atomisées.*

*Dans une seconde partie, l'analyse des résultats obtenus dans le cadre de cette approche « composite » sera détaillées. Le barreau étudié dans cette partie a été extrudé à 1100°C à partir de 85 % de poudre broyée et 15 % de poudre non broyée de la taille égale ou supérieure à 53 µm. Les résultats obtenus pour un barreau extrudé à 1000°C, en utilisant également 15 % de poudre non broyée, mais de taille égale ou inférieure à 53 µm, sont très similaires et ne seront pas systématiquement montrés.*

## V 1. Texture et microstructure d'un barreau élaboré à partir de poudre non broyée

Un barreau a été extrudé à 1000°C uniquement à partir de poudre non broyée, d'une taille comprise entre 53 et 250  $\mu\text{m}$ . La figure V.1-1 représente la microstructure de cet échantillon sur une coupe parallèle à la direction d'extrusion. Contrairement aux autres échantillons bruts d'extrusion, étudiés au paragraphe III.1, les grains de l'échantillon élaboré à partir de poudres non broyées sont équiaxes. Ce type de microstructure est caractéristique d'un matériau ayant recristallisé. Les grains ont donc vraisemblablement subi une recristallisation dynamique durant l'extrusion du barreau, leur taille est comprise entre 15 et 50  $\mu\text{m}$ .

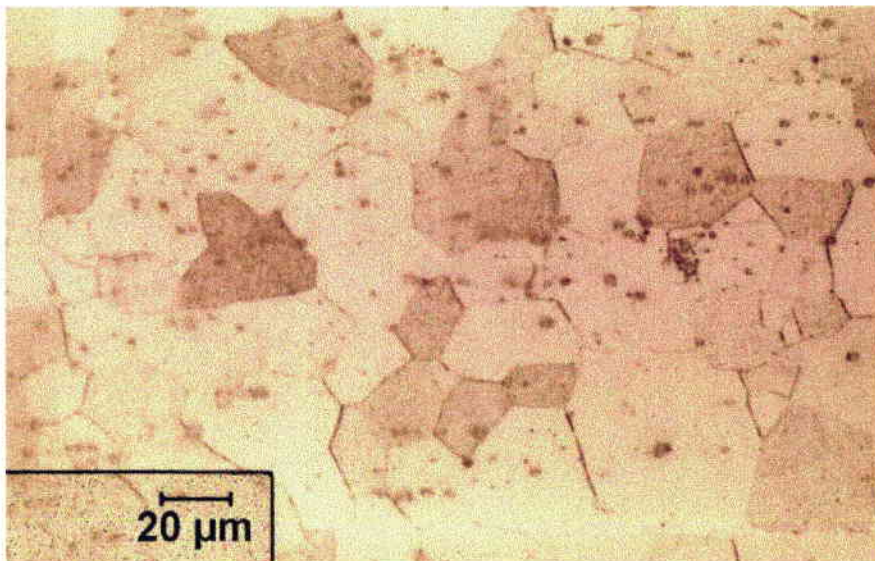


Figure V.1-1 : Micrographie optique de l'échantillon extrudé à 1000°C à partir de poudre non broyée.

Les résultats de l'analyse de texture effectuée sur le barreau élaboré par extrusion de poudres non broyées sont représentés sur la figure V.1-2. La texture de cet échantillon peut être décrite à l'aide de deux composantes de fibre. En effet, une fibre majoritaire d'orientation  $\langle 111 \rangle$ , ayant un maximum de 10,8, et une fibre secondaire d'orientation  $\langle 110 \rangle$  et d'intensité maximale 2,5 sont identifiables sur la FDO de la figure V.1-2. Les calculs effectués avec le modèle de Taylor au Chapitre III ont montré que la fibre  $\langle 110 \rangle$  est caractéristique d'une texture de déformation. L'existence d'une fibre d'orientation  $\langle 111 \rangle$  plus importante, et la morphologie des grains observés sur la figure V.1-1, montrent la prépondérance d'un phénomène de recristallisation, régissant l'évolution structurale lors de l'extrusion de la poudre non broyée à 1000°C. L'occurrence de la recristallisation est rendue possible à cette température par l'absence de fine particules d' $\text{Y}_2\text{O}_3$  pouvant les joints de grains.

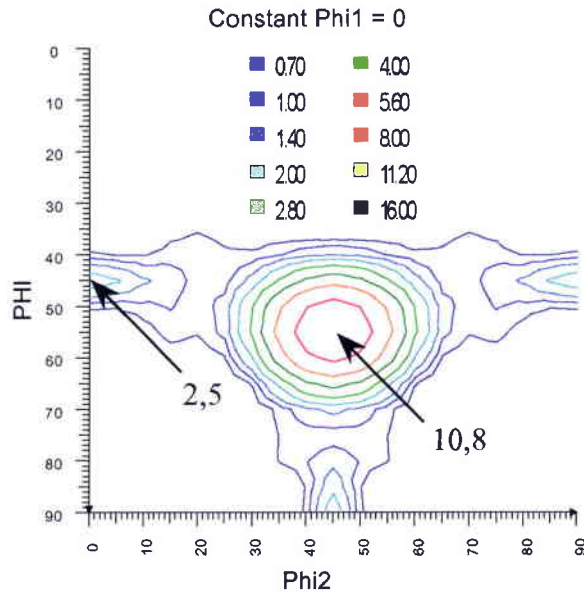


Figure V.1-2 : FDO de l'échantillon extrudé à 1000°C à partir de poudres non broyées.

Les résultats de la simulation du module d'Young à l'aide des modèles de Reuss, Voigt et Hill correspondent respectivement aux valeurs suivantes : 227, 269 et 246 GPa. Ces valeurs sont plus élevées d'environ 40 GPa que celles déterminées au Chapitre III, pour les matériaux conventionnels extrudés entre 1000 et 1250°C. Cette différence notable est due à l'importance de la fibre d'orientation  $\langle 111 \rangle$  présente dans le barreau élaboré avec les poudres non broyées. En effet, comme l'illustre la figure II.-13, l'orientation  $\langle 111 \rangle$  est la plus favorable à l'obtention d'une rigidité maximale.

La Figure V.1-3 montre une courbe de traction obtenue pour l'échantillon élaboré avec les poudres non broyées. Cette courbe a été tracée à l'aide du déplacement de traverse, par conséquent il n'est pas possible d'analyser les résultats dans le domaine élastique. La limite d'élasticité de l'échantillon élaboré avec les poudres non broyées, de l'ordre de 450 MPa, est peu élevée. En effet, les trois facteurs influençant la limite d'élasticité sont fortement réduits. La taille de grains importante limite la contribution de Hall-Petch (environ 50 MPa pour  $d_{\text{moy}} = 30\mu\text{m}$ ). L'absence d'une fine dispersion de particules durcissantes, formées lors du broyage en présence d' $\text{Y}_2\text{O}_3$ , ne permet pas de renforcement de type Orowan. Enfin, la recristallisation fait disparaître une bonne partie des dislocations qui contribuaient au renforcement de la matrice.

L'allongement à rupture est également faible, il dépasse à peine 1%. La figure V.1-4 présente le faciès de rupture de l'échantillon composé de poudres non broyées. La rupture est de type intergranulaire. Elle intervient sans qu'il y ait eu déformation plastique marquée, c'est-à-dire de manière relativement fragile. De nombreuses fissures sont visibles, leur propagation est certainement à l'origine de l'allure en dents de scie observée sur la partie plastique de la courbe contrainte – déformation de la figure V.1-3.



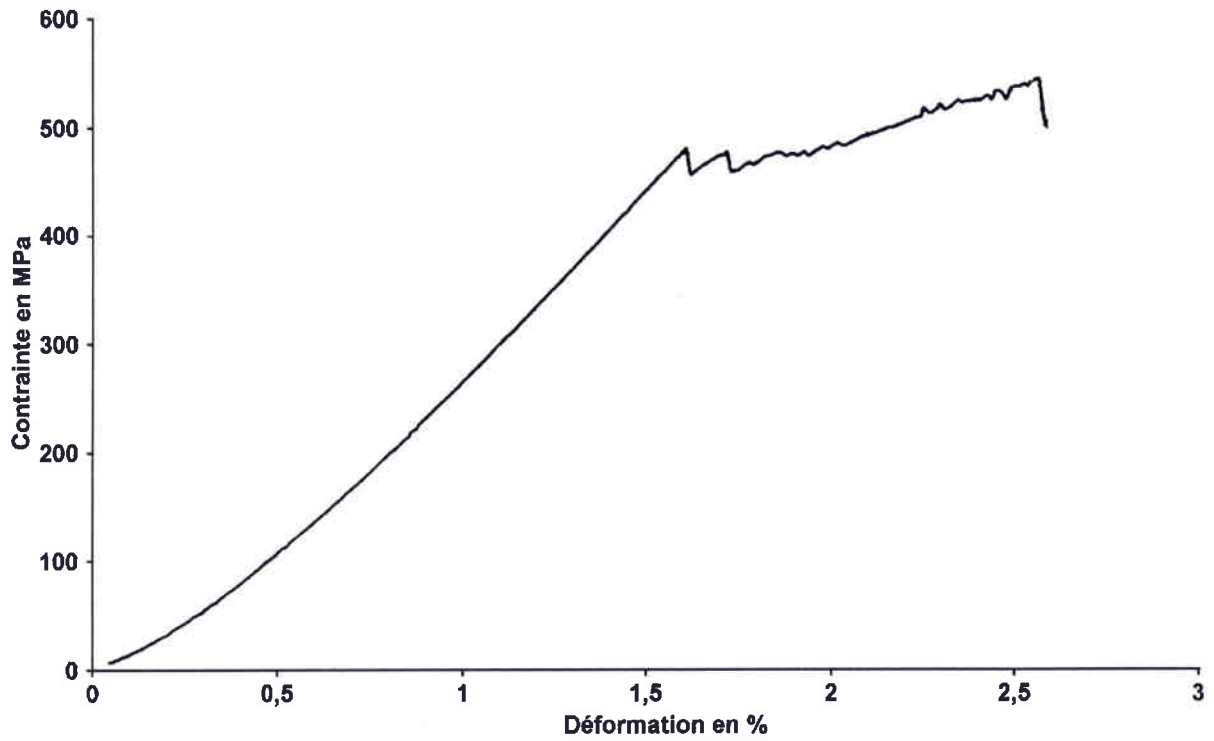


Figure V.1-3 : Courbe contrainte - déformation enregistrée pour l'échantillon élaboré avec des poudres non broyées (sans extensomètre).

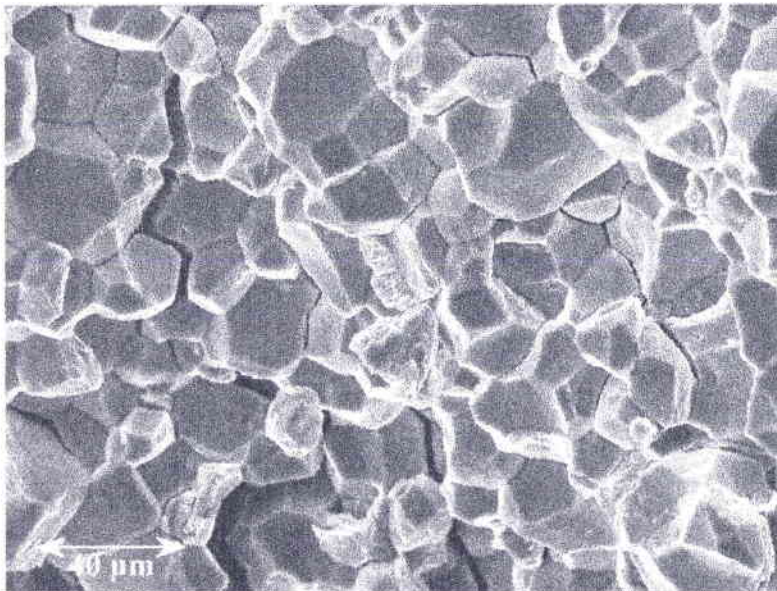


Figure V.1-4 : Faciès de rupture de l'échantillon composé de poudres non broyées.



## V 2. Texture et microstructure de barreaux élaborés à partir d'une poudre composite

Pour illustrer l'influence qui pourrait résulter de l'approche composite, en admettant qu'une loi des mélanges puisse être appliquée, la figure V.2-1 présente une FDO simulée obtenue par addition de 85% de la FDO de l'échantillon Be 1100, et de 15% de la FDO de l'échantillon élaboré par extrusion de poudres non broyées. Cette FDO contient donc la fibre d'orientation  $\langle 110 \rangle$  de l'échantillon Be 1100, dont l'intensité vaut 7,4, et la fibre d'orientation  $\langle 111 \rangle$  de l'échantillon obtenu par extrusion de poudres non broyées, dont l'intensité vaut 1,7. Les valeurs du module d'Young, calculées à l'aide des modèles de Reuss, Voigt et Hill, et correspondant à la FDO simulée de la figure V.2-1 sont respectivement les suivantes : 172, 235 et 199 GPa. Ces valeurs plus élevées (de 10 GPa) que celles résultant de la FDO expérimentale obtenue pour l'extrusion à 1100°C de poudre totalement broyée, sont dues à la présence de la fibre d'orientation  $\langle 111 \rangle$  sur la FDO simulée ; cette composante de fibre est bénéfique pour l'obtention d'une plus grande rigidité.

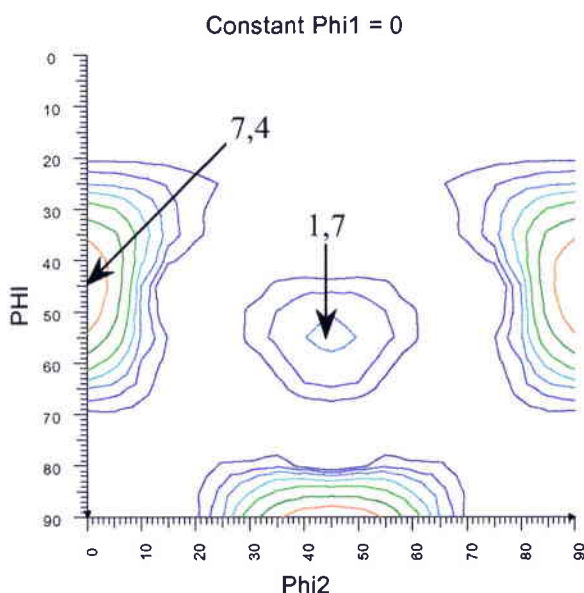
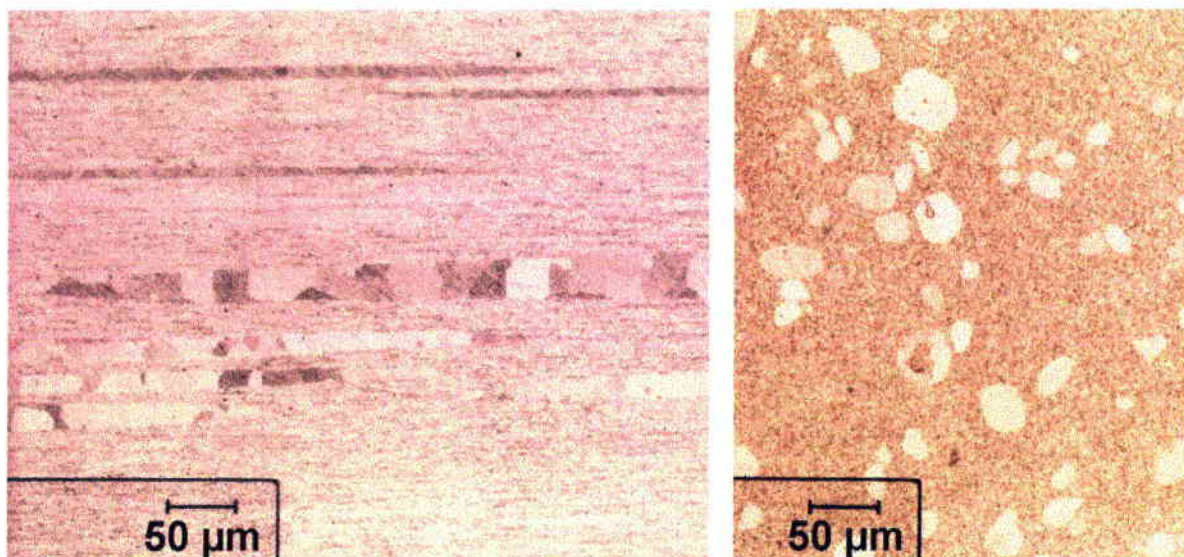


Figure V.2-1: FDO simulée pour un barreau composite.

Les figures V.2-2 et V.2-3 montrent la microstructure de l'échantillon composite. Les poudres non broyées sont facilement identifiables sur ces figures, leur microstructure est beaucoup plus grossière que les grains adjacents issus de poudres broyées. Suivant la section observée, les poudres non broyées forment soit des bandes, dont la longueur dépasse couramment 1 mm, soit des ellipses réparties de façon aléatoire sur la section de l'éprouvette.



Figures V.2-2 et V.2-3 : Micrographies optiques réalisées respectivement selon les directions longitudinales et transversales du barreau composite extrudé.

La FDO de l'échantillon composite est présentée sur la figure V.2-4. Cette FDO est très proche de celle observée au chapitre III 1. pour l'échantillon « classique » Be 1100. La texture est composée d'une unique fibre, d'intensité 8,2, distribuée sur une vingtaine de degrés autour de l'orientation  $\langle 110 \rangle$ . La simulation du module d'Young, correspondant à cette FDO, effectuée en utilisant les modèles de Reuss, Voigt et Hill, donne respectivement les résultats suivants : 165, 228 et 192 GPa. Puisque les FDO de l'échantillon Be 1100 et celle de l'échantillon composite diffèrent peu, il était prévisible que la texture de l'échantillon composite ne mènerait pas à une amélioration significative des valeurs de modules d'Young simulés.

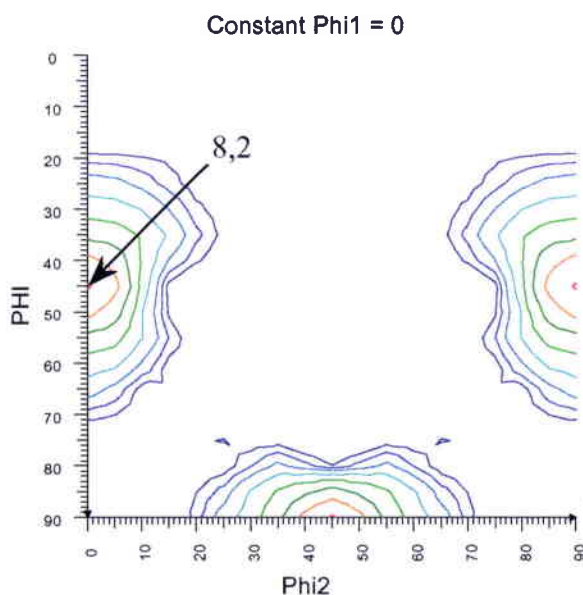


Figure V.2-4 : FDO expérimentale de l'échantillon composite extrudé à 1100°C.

La figure V.2-5 représente une courbe contrainte – déformation relative à l'échantillon composite extrudé à 1100°C. La limite élastique de cet échantillon vaut 850 MPa et la contrainte maximale 915 MPa. L'allongement à rupture est proche de 3%, la dureté est égale à 400 Hv. L'adjonction de poudres non broyées dans une proportion de 15 % n'a donc pas de conséquences néfastes sur les propriétés mécaniques du barreau composite, qui conserve des propriétés proches de celles du barreau Be 1100 (cf. Chap III 1.).

Le module d'Young n'a pas été déterminé pour le barreau composite correspondant à la courbe de la Figure V.2-5. Cependant un barreau composite similaire extrudé à 1000°C, à partir de poudres plus fines ( $<53 \mu\text{m}$ ), a été sollicité en traction par le CEA. Un module d'Young de 236 GPa a été obtenu lors de cet essai. Sous réserve des erreurs expérimentales, comparé au barreau Be 1000, l'approche composite aurait donc permis une augmentation du module d'Young de 50 GPa. Une telle augmentation de la rigidité ne peut être expliquée par un effet de texture. Le résultat illustre sans doute plus la difficulté de mesurer, avec précision, des modules d'Young lors d'un essai de traction, qu'une modification réelle des propriétés élastiques des barreaux étudiés ici.

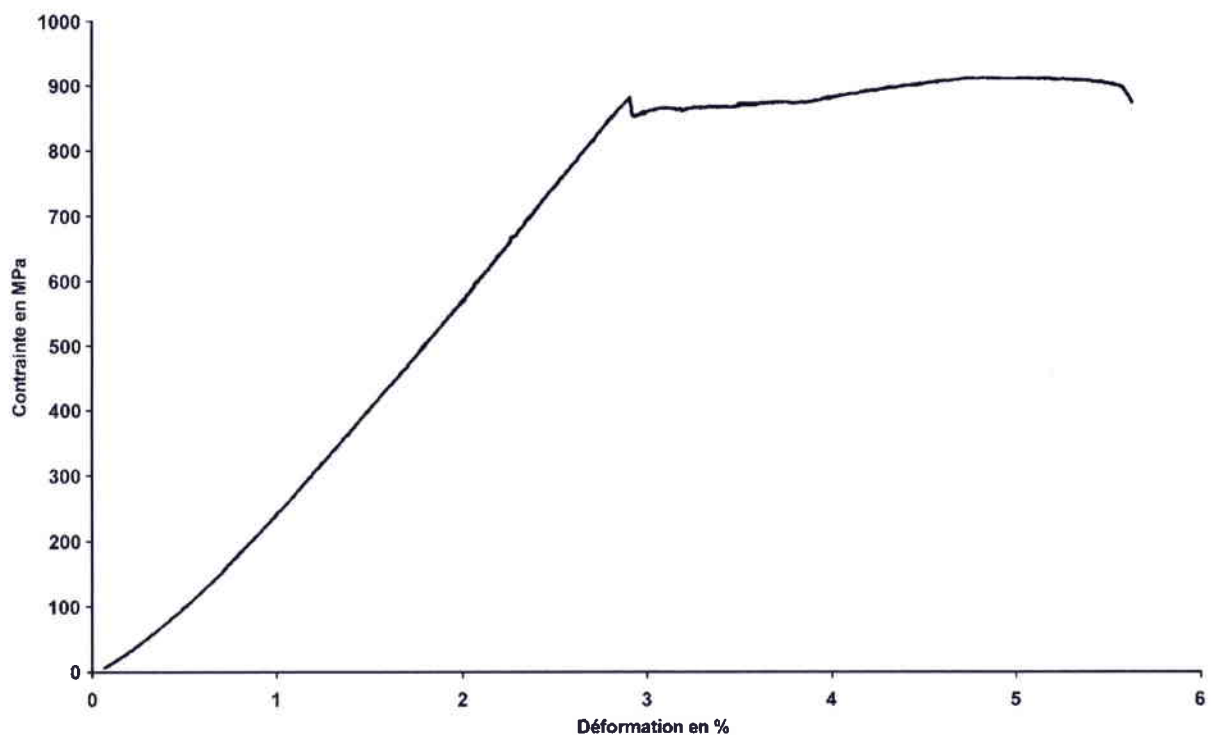


Figure V.2-5 : Courbe contrainte – déformation enregistrée lors de la traction de l'échantillon composite extrudé à 1100°C.



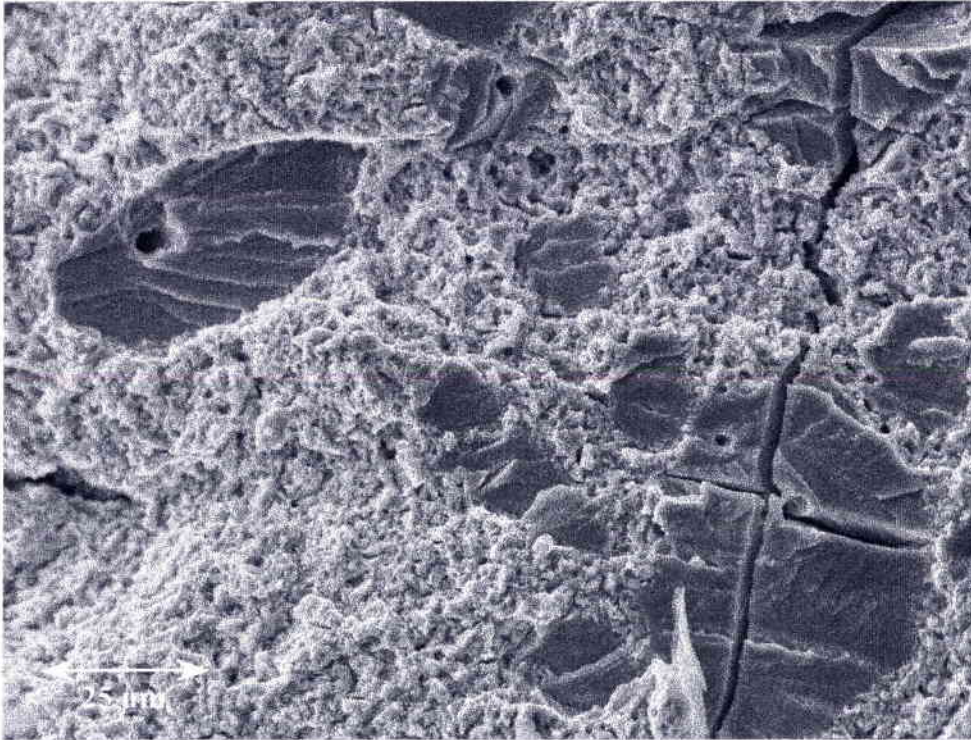


Figure V.2-6 : Faciès de rupture de l'échantillon composite extrudé à 1100°C.

La grande profondeur de champ pouvant être atteinte en microscopie électronique à balayage a été mise à profit sur la figure V.2-6 pour examiner le faciès de rupture de l'échantillon composite extrudé à 1100°C, qui est incliné de 45° par rapport à l'axe de traction. Les petits grains forment une microstructure fine qui se déforme de manière ductile. En revanche, les grosses poudres portent la trace de rivières signifiant que la rupture a eu lieu par clivage. Il est intéressant de remarquer la perpendicularité des fissures traversant les grosses particules de poudres non broyées. Cela doit s'expliquer par le fait que les plans de clivage sont du type  $\{001\}$  pour un matériau de composition Fe-40%at. Al et de structure  $B_2$ . Des faciès présentant des fissures orthogonales ont d'ailleurs déjà été observés sur des monocristaux de même nature [GAY 92]. Malgré la différence de comportement mécanique des deux types de poudres, constatée sur la figure V.2-6, aucune décohésion entre les fines poudres broyées et les grosses poudres atomisées n'a été relevée. Il semble que des fissures aient été initiées au sein des zones plus grossières, et que certaines aient pu se propager à travers les zones fines. Ceci n'a toutefois pas affecté de manière très importante la valeur d'allongement à la rupture. En effet, comme dans le cas des matériaux étudiés au Chapitre III, la fissure ayant causé la ruine du matériau a été initiée ici à partir de défauts de surface dus à l'usinage.

### V 3. Discussion

L'extrusion d'un barreau à partir de poudres non broyées confirme que son comportement est conforme à ce qui pouvait être attendu au vu de la littérature. En effet, il présente une microstructure recristallisée, avec une forte texture de fibre d'orientation  $\langle 111 \rangle$ , et lors d'un essai de traction sa rupture intervient de manière intergranulaire après une déformation plastique très réduite.

La comparaison des FDO expérimentales et simulées (figures V.2-3 et V.2-4) de l'échantillon composite, fait apparaître que l'ajout de 15% de poudre atomisée à la poudre broyée n'a pas permis de générer une composante de texture supplémentaire d'orientation  $\langle 111 \rangle$ . Les poudres atomisées n'auraient donc pas recristallisé lors de l'extrusion du barreau composite, comme cela se produit lorsqu'elles ne sont pas mélangées à d'autres poudres. Afin de vérifier cette hypothèse, des observations en MET et des mesures de texture locale ont été effectuées. La figure V.3-1 représente les résultats de 148 mesures d'orientations locales, réalisées sur une dizaine de particules de poudre non broyée contenues dans deux lames minces. Les résultats obtenus montrent une répartition des orientations sur l'ensemble de la figure de pôle inverse. Par conséquent, il semble acquis que les poudres non broyées n'ont en aucun cas une orientation préférentielle de type  $\langle 111 \rangle$ . Les figures de pôle inverses V.3-2a, b et c présentent en particulier les orientations individuelles de 30 gros grains, appartenant à 2 particules de poudres non broyées. Ces 30 grains sont numérotés sur la micrographie de l'échantillon composite de la Figure V.3-3. Ces grains, majoritairement répartis sur deux orientations, ont une direction  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion. Cependant il ne s'agit pas ici de grains ayant seulement une direction commune parallèle à l'axe d'extrusion, comme ce serait le cas pour une texture de fibre. En effet, l'examen des trois figures de pôle inverses V.3-2a, b et c montre clairement que ces grains ont des orientations individuelles très proches puisque quelle que soit la figure de pôle inverse considérée ces grains ont une faible désorientation les uns par rapport aux autres.

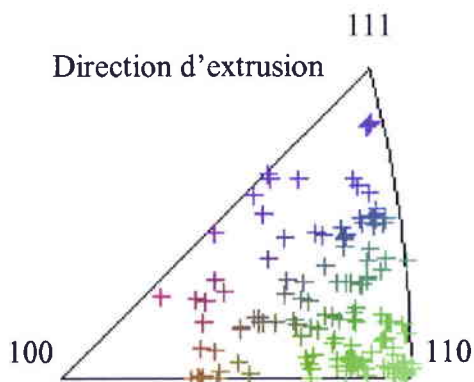


Figure V.3-1 : Figure de pôle inverse résultant de 148 mesures d'orientations locales effectuées sur des gros grains.

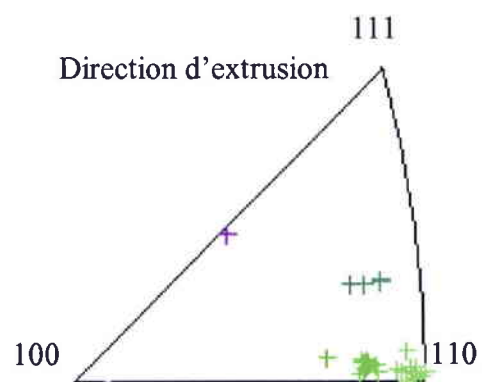


Figure V.3-2a : Figure de pôle inverse (direction d'extrusion) correspondant aux grains numérotés sur la Figure V.3-3.



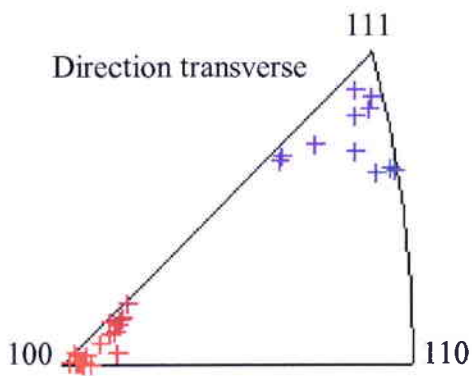


Figure V.3-2b : Figure de pôle inverse (direction transverse) correspondant aux grains numérotés sur la Figure V.3-3.

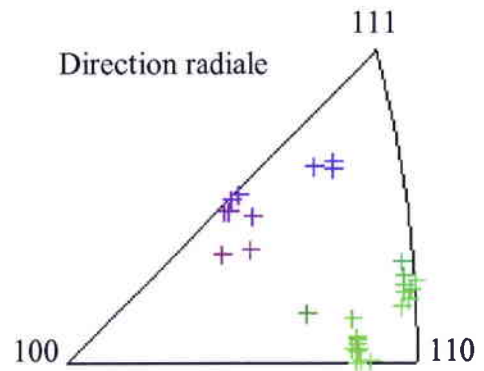


Figure V.3-2c : Figure de pôle inverse (direction radiale) correspondant aux grains numérotés sur la Figure V.3-3.

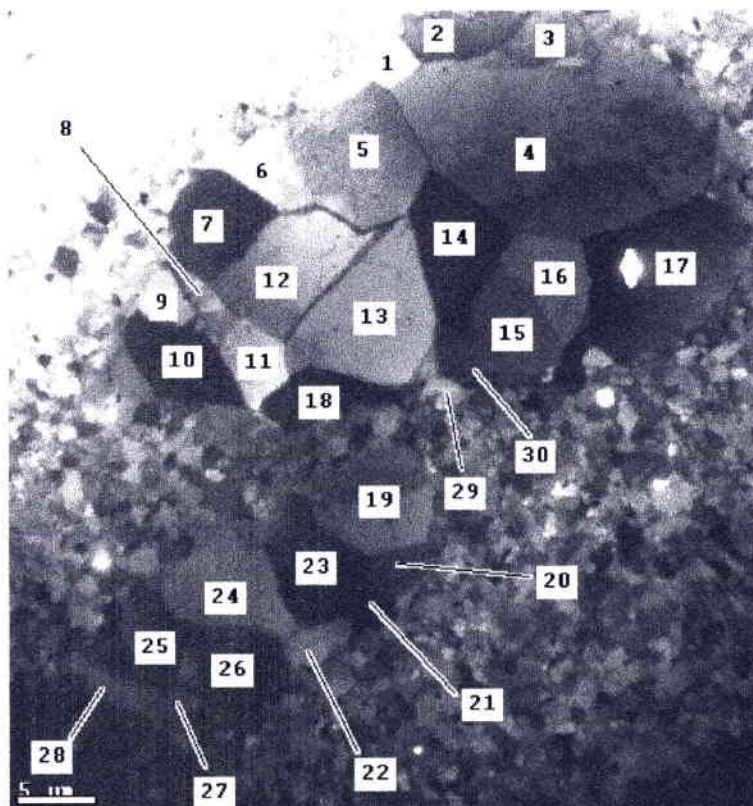


Figure V.3-3 : Micrographie de l'échantillon composite réalisée en MET.

La figure V.3-4 est une micrographie en MET du barreau composite. La présence d'un sous joint de faible désorientation au sein du gros grain observé sur cette dernière figure, semble indiquer qu'il a subi une restauration dynamique. Les gros grains élimineraient ainsi déjà une partie de l'énergie qui leur a été apportée lors de leur déformation. La faible désorientation entre les grains des poudres non broyées (figures V.3-2), et le fait qu'ils aient subi une restauration dynamique limitant le niveau d'énergie stockée, inhibent l'activation d'un mécanisme de germination-croissance. Ainsi cela ne donne pas lieu au développement de grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$ , comme dans le cas du barreau extrudé exclusivement à partir de poudres non broyées.

En termes de propriétés mécaniques, les échantillons composites extrudés à 1100°C ne présentent pas d'évolution importante par rapport à l'échantillon Be 1100. La dureté, la contrainte maximale et la limite élastique diffèrent peu, seul l'allongement à rupture est légèrement plus réduit.



Figure V.3-4 : Sous grain de faible désorientation, suggérant l'activation d'un mécanisme de restauration dans un gros grain de l'échantillon composite.

## VI Conclusion et perspectives

Cette étude avait pour but de mieux comprendre l'effet de paramètres thermiques et mécaniques sur différentes caractéristiques de l'alliage FeAl40 Grade 3, telles que la microstructure, le comportement mécanique ou la texture. Pour atteindre l'objectif fixé, des modifications au niveau des paramètres d'extrusion, ainsi que différents traitements thermiques ont été effectués. D'autre part, un concept de matériau "composite", reposant sur un mélange de poudres broyées et non broyées, a été développé.

L'influence des paramètres d'extrusion a été examinée en observant l'influence du rapport et de la température d'extrusion. Lorsque l'extrusion est effectuée à 1100°C, un rapport d'extrusion de 14 : 1 permet d'obtenir un matériau dense ayant une taille de grain de l'ordre de 1 à 1,5  $\mu\text{m}$ . Sa structure cristallographique est une texture de fibre  $\langle 110 \rangle$ , d'intensité 8,3 fois plus importante que celle d'une répartition aléatoire des orientations. Le choix d'un rapport d'extrusion supérieur n'a pas d'influence marquée sur la texture ou la microstructure et donc sur les propriétés.

L'importance de la température d'extrusion a été mise en évidence en observant la microstructure dans un premier temps. La taille de particule augmente de manière exponentielle avec la température. L'efficacité de l'ancrage des joints de grain par ces particules est alors réduite pour les températures les plus élevées. Cela permet une croissance de la taille de grain et affecte fortement, par conséquent, les propriétés mécaniques. Lorsque la température d'extrusion dépasse 1100 à 1150°C, l'allongement à rupture et la limite élastique diminuent, les propriétés mécaniques ne sont donc plus acceptables.

La température d'extrusion influence également les textures. Lorsque le matériau est extrudé à une température n'excédant pas 1200°C, la texture a toujours une composante principale de type fibre  $\langle 110 \rangle$ . L'ensemble des essais effectués, ainsi que les simulations réalisées à l'aide du modèle de Taylor, ont permis de montrer que les matériaux, déformés à haute température, conservent une texture dite "texture de déformation,.. Ceci est dû au renforcement par la fine dispersion d'oxydes obtenus grâce à l'étape de mécanosynthèse. Les observations réalisées au MET montrent que l'hypothèse d'une évolution de la microstructure est alors régie essentiellement par de la restauration dynamique. Ceci explique donc l'absence d'une modification notable des composantes de texture (absence d'une composante de recristallisation).

A 1250°C seulement, une modification marquée de la texture a lieu, puisque la composante  $\langle 111 \rangle$  apparaît clairement. Toutefois, du point de vue de la rigidité, les modifications apportées à la texture se compensent plus ou moins mutuellement. La rigidité du matériau ne varie donc que faiblement en fonction de la température d'extrusion.

Le présent travail montre donc que l'ajustement des paramètres (température et rapport d'extrusion) du procédé d'élaboration ne permet pas d'améliorer le compromis rigidité / propriétés mécaniques des barreaux extrudés.

La voie d'optimisation du matériau consistant à utiliser une approche dite "composite", n'a pas non plus permis d'améliorer le compromis rigidité / propriétés. En effet, même si les propriétés d'allongement et de résistance mécaniques sont toujours intéressantes, les textures n'ont pas été significativement modifiées. Ceci est dû, là aussi, à l'absence du déclenchement d'un mécanisme de recristallisation générant la fibre  $\langle 111 \rangle$ , la plus favorable à l'obtention d'une grande rigidité.

Malgré les limitations citées ci-dessus en terme d'ajustement des paramètres existants, les recherches réalisées dans le cadre de cette étude ont permis de mieux appréhender certains aspects plus fondamentaux concernant les textures, la microstructure et les propriétés de l'alliage FeAl40 Grade 3.

En particulier, ces travaux montrent que la texture de fibre  $\langle 111 \rangle$ , permettant d'atteindre une rigidité élevée, peut être obtenue par recristallisation. Elle peut être produite soit par croissance exagérée (recristallisation secondaire), rapide lors de traitements thermiques réalisés au-dessus du point de transformation ordre/désordre, soit par recristallisation dynamique à très haute température (1250°C).

Il sera donc judicieux d'étudier la recristallisation primaire de l'alliage FeAl40 Grade 3. Concernant la recristallisation dynamique, d'autres procédés de déformation pourront être envisagés pour modifier de manière plus "drastique", les textures. Cette approche pourrait être fructueuse en particulier pour des procédés de déformation générant des vitesses de sollicitation beaucoup plus élevées (martelage par exemple).

Des travaux dans ce sens sont maintenant en cours dans le cadre d'un contrat européen. Ils feront l'objet du travail de thèse d'Eric Suzon.

## Références bibliographiques

- [ARC 93] P. Archambault and A. Hazotte, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **28**, 1993, pp. 423 - 428.
- [BAK 87] I. Baker and D.J. Gaydosch, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc./ Material Research Society*, **81**, 1987, pp. 315 - 320.
- [BAK 90] I. Baker and P.R. Munroe, *Properties of B<sub>2</sub> compounds, in High Temperature Aluminides and Intermetallics*, Eds. S.H. Whang et al., The Minerals, Met. and Mat. Society, 1990, pp. 425 - 451.
- [BAK 91] I. Baker, P. Nagpal, F. Liu and P.R. Munroe, *Acta Metall. Mater.*, **39**, 7, 1991, pp. 1637 - 1644.
- [BEN 76] Benjamin J.S., *Sci. Am.*, **234**, 1976, pp. 40.
- [BRA 37] A. J. Bradley and A. Taylor, *Proc. R. Soc. London*, **A159**, 1937, pp. 56.
- [BRI 97] C. Briguet and D.G. Morris, *Acta Mater.*, **45**, 12, 1997, pp. 4939 - 4951.
- [BUN 82] H.J. Bunge, *Texture Analysis in Material Science*, Butterworths London eds., 1982.
- [BUN 82a] H.J. Bunge and C. Esling, *Quantitative Texture Analysis*, Gesellschaft für Metallkunde, 1982, pp. 388.
- [CAD 00] E. Cadel, S. Launois, A. Fraczkiwicz and D. Blavette, *Phil. Mag. Letters*, **80**, 11, 2000, pp. 725 - 736.
- [CAL 00] O. Calonne, A. Fraczkiwicz and F. Louchet, *Scripta Materialia*, **43**, 1, 2000, pp. 69 - 75.
- [CAR 95] R. Carleton, E.P. George and R.H. Zee, *Intermetallics*, **3**, 1995, pp. 433.
- [CER 99] E. Cerri, L. Francesconi, R. Montanari, *Materials letters*, **41**, 1999, pp. 283 - 288.
- [CHA 90] K.M. Chang, *Metall. Trans. A*, **21A**, 1990, pp. 3027.
- [CHE 99] T. Chen, J.M. Hampikian and N.N. Thadhani, *Acta Mater.*, **47**, 8, 1999, pp. 2567 - 2579.
- [COH 98] J.W. Cohron, Y. Lin, R.H. Zee and E.P. George, *Acta Mater.*, **46**, 17, 1998, pp. 6245 - 6256.
- [CRI 86] M.A. Crimp and K. Vedula, *Mat. Sci. Eng.*, **78**, 1986, pp. 193 - 200.
- [CRI 87] M.A. Crimp, K.M. Vedula and D.J. Gaydosch, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc./ Material Research Society*, **81**, 1987, pp. 499 - 504.



- [DAH 88] M. Dahms and H.J. Bunge, *Textures and microstructures*, **10**, 1988, pp. 21 - 35.
- [DYM 92] S Dymek, S.J. Hwang, M. Dollar, J.S. Kallend and P. Nash, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **27**, 1992, pp. 161 - 166.
- [FAR 96] K. Farrell and P. R. Munroe, *Scripta Materialia*, **35**, 5, 1996, pp. 615 - 621.
- [FLE 89] R.L. Fleischer, D.M. Dimiduk, H.A. Lipsitt, *Ann. Rev. Mater. Sci.*, **19**, 1989, pp. 231 - 263.
- [FU 91] C.L. Fu, G.S. Painter, *J. Mater. Res.*, **6**, 4, 1991, pp. 719 - 723.
- [GAY 89] D.J. Gaydosch, S.L. Draper and M.V. Nathal, *Metall. Trans. A*, **20A**, 1989, pp. 1701 - 1714.
- [GAY 92] D.J. Gaydosch, S.L. Draper, R.D. Noebe and M.V. Nathal, *Materials Science and Engineering A*, **150**, 1992, pp. 7 - 20.
- [GAY 98] A.S. Gay-Brun, thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, 1998.
- [GEO 91] E.P. George, C.L. White, J.A. Horton, *Scripta Metall.*, **25**, 1991, pp. 1259 - 1264.
- [GRA 97] P. Grahle and E. Artz, *Acta Mater.*, **45**, 1, 1997, pp. 201 - 211.
- [HAS 62] Z. Hashin and S. Shtrickman, *J. Mech. and Phys. Solids*, **10**, 1962, pp. 335 - 342.
- [HAS 62a] Z. Hashin and S. Shtrickman, *J. Mech. and Phys. Solids*, **10**, 1962, pp. 343 - 352.
- [HAZ 93] A. Hazotte, B. Perrot and P. Archambault, *Journal de physique IV*, Colloque C7, **3**, novembre 1993, pp. 351 - 354.
- [HON 78] Honeff et Mecking, *Textures of Materials*, G. Gottstein and K. Lücke eds., 1978, pp. 265.
- [HUM 96] Humphreys and Hatherly, *Recrystallization*, Pergamon, 1996.
- [JAC 93] V. Jacob, R. Baccino, F. Moret, C. Suryanarayana, F.H. Froes, J. Mishurda, *Proc. 2<sup>nd</sup> International Conference on Mechanical Alloying for Structural Applications*, Vancouver, 1993, pp. 33.
- [KIN 85] X.X. King, M.H. Yoo, *High Temp. Ordered Interm. Alloys*, Ed Koch, Liu Stoloff, 1985, pp. 99.
- [KOG 97] M. Kogachi and T. Haraguchi, *Materials Science and Engineering A*, **230**, 1997, pp. 124 - 131.
- [KOG 98] M. Kogachi and T. Haraguchi, *Scripta Materialia*, **39**, 2, 1998, pp. 159 - 165.

- [LAU 96] S Launois et A. Fraczkiewicz, *Journal de physique IV*, **6**, C2, 1996, pp. 223 - 228.
- [LAU 99] S. Launois, A. Fraczkiewicz, Th Magnin, *Ann. Chim. Sci. Mat.*, **24**, 1999, pp. 329 - 336.
- [LEA 67] H.J. Leamy, E.D. Gibson and F.X. Kayser, *Acta metallurgica*, **15**, 1967, pp. 1827 - 1838.
- [LEE 91] T.C. Lee, R. Subramaniam, I.M. Robertson, H.K. Birnbaum, *Scripta Metall.*, **25**, 1991, pp. 1265 - 1270.
- [LI 96] X. Li and I. Baker, *Scripta Materialia*, **34**, 8, 1996, pp. 1219 - 1223.
- [LIU 84] C.T. Liu and J.O. Stiegler, *Science*, **22**, 1984, pp. 636 - 642.
- [LIU 89] C.T. Liu, E.H. Lee, C.G. Mc Kamey, *Scripta Metall.*, **23**, 6, 1989, pp. 875 - 880.
- [LIU 90] C.T. Liu and E.P. George, *Scripta Metall.*, **24**, 1990, pp. 1285 - 1290.
- [MAZ 97] P.J. Maziasz, D.J. Alexander and J.L. Wright, *Intermetallics*, **5**, 1997, pp. 547 - 562.
- [MEN 87] M. G. Mendiratta, C. C. Law, *Journal of materials science*, **22**, 1987, pp. 607-611.
- [MOR 68] P. Morgand, P. Mouturat et G. Sainfort, *Acta Metallurgica*, **16**, June 1968, pp. 867 - 875.
- [MOR 88] D.G. Morris and M.A. Morris, *Materials sciences and engineering A*, **104**, 1988, pp. 201 - 213.
- [MOR 89] M.A. Morris and D.G. Morris, *Materials Science and Engineering A*, **111**, 1989, pp. 115 - 127.
- [MOR 94] D.G. Morris, J.C. Joyce and M. Leboeuf, *Philosophical Magazine A*, **69**, 5, 1994, pp. 961 - 980.
- [MOR 95] D.G. Morris and M.A. Morris, *Intermetallics*, **5**, 1997, pp. 245.
- [MOR 95a] F. Moret, R. Baccino, P. Martel et L. Guetaz, *Actes du colloque FeAl*, CEA Grenoble, 1995.
- [MOR 96] D.G. Morris and S. Gunther, *Materials Science and Engineering A*, **208**, 1996, pp. 7 - 19.
- [MOR 96a] D. G. Morris and M. A. Morris, *Scripta Materialia*, **34**, 1, 1996, pp. 45-51.
- [MOR 97] D.G. Morris, S. Gunther and C. Briguet, *Scripta Materialia*, **37**, 1, 1997, pp. 71 - 77.
- [MOR 98] M.A. Morris, S. Gunther and D.G. Morris, *Materials Science Forum*, **269 - 272**, 1998, pp. 631 - 636.

- [MOR 99] D.G. Morris, C.T. Liu and E.P. George, *Intermetallics*, **7**, 1999, pp. 1059 - 1068.
- [MOR 00] D.G. Morris, M.A. Morris-Muñoz, *Intermetallics*, **8**, 2000, pp. 997 - 1003.
- [NAG 90] P. Nagpal and I. Baker, *Met. Trans. A*, **21**, 1990, pp. 2281.
- [NES 85] E. Nes, N. Ryum and O. Hunderi, *Acta Metall.*, **33**, 1, 1985, pp. 11 - 22.
- [PIK 97] L.M. Pike, Y.A. Chang and C.T. Liu, *Acta Mater.*, **45**, 9, 1997, pp. 3709 - 3719.
- [REV 99] S. Revol, R. Baccino and F. Moret, *Euromat 99 - Vol. 10, Intermetallics and Superalloys*, D.G. Morris, S. Naka, P. Caron Editors, pp. 307 - 311.
- [RIE 69] J. Rieu et C. Goux, *Mem. Sci. Rev. Metall.*, LXVI, 1969, pp. 869 - 880.
- [SAM 98] I. Samajdar, P. Ratchev, B. Verlinden and D. Schryvers, *Intermetallics*, **6**, 1998, pp. 419 - 425.
- [SCH 85] J.H. Schröder, E. Artz, *Scripta Metall. Mater*, **19**, 1985, pp. 1129.
- [SCH 95] S.A. Scheff, J.J. Stout and M.A. Crimp, *Scripta Metallurgica et Materialia*, **32**, 7, 1995, pp. 975 - 980.
- [STO 92] J.J. Stout and M.A. Crimp, *Material Science and Engineering A*, **152**, 1992, pp. 336-340.
- [STO 96] *Physical Metallurgy and processing of intermetallic compounds*, ed. par N.S. Stoloff et V.K. Sikka, Chapman & Hall, 1996.
- [SUB 98] R. Subramanian and J. H. Schneibel, *Acta Mater.*, **46**, 13, 1998, pp. 4733 - 4741.
- [TWE 83] C.J. Tweed, N. Hansen and B. Ralph, *Metall. Trans. A*, **14**, 1983, pp. 2235.
- [TWE 83] C.J. Tweed, B. Ralph and N; Hansen, *Acta Metall.*, **32**, 1984, pp. 1407.
- [UMA 80] Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, *Phil. Mag. A.*, **41**, 1980, pp. 573.
- [UMA 81] Y. Umakoshi and M. Yamaguchi, *Phil. Mag. A.*, **44**, 1981, pp. 711.
- [WEB 93] G. Webb, P. Juliet and A. Lefort, *Scripta Metall.*, **28**, 1993, pp. 769 - 772.
- [WEB 93a] G. Webb, A. Lefort, *Proc. ASM Materials week*, Pittsburgh, October 19-20, 1993.
- [XIA 93] H. Xiao and I. Baker, *Scripta Metall.*, **28**, 1993, pp. 1411 - 1416.
- [XIA 95] H. Xiao and I. Baker, *Acta Metall. Mater.*, **43**, 1995, pp. 391 - 396.
- [YAN 98] Y. Yang and I. Baker, *Intermetallics*, **6**, 1998, pp. 167 - 175.
- [YOS 95] K. Yoshimi, S. Hanada and M.H. Yoo, *Acta Metall. Mater.*, **43**, 11, 1995, pp. 4141 - 4151.

- [ZEN 49] C. Zener cité par C. S. Smith, *Trans. AIME* 175, 15, 1949.
- [ZHA 99] P. Zhao, D.G. Morris and M.A. Morris-Munoz, *J. Mater. Res.*, 14, 3, 1999, pp. 715 – 728.

## Résumé

Les intermétalliques Fe 40 %at. Al, de structure  $B_2$ , ont suscité un intérêt accru au cours de la dernière décennie. Leur élaboration par mécanosynthèse, permettant le renforcement par une dispersion fine d'oxyde d'yttrium, et extrusion a ouvert une voie pour remédier aux problèmes liés à leur fragilité et à leur faible ductilité. L'étude présentée dans ce document s'attache tout d'abord à caractériser l'influence de certains paramètres du procédé d'élaboration sur l'évolution des microstructures, des textures et des propriétés mécaniques de barres extrudées. Pour cela, la température d'extrusion (1000 à 1250°C) et le rapport d'extrusion ont été modifiés. Des poudres de natures différentes, contenant 15 % de poudres non broyées, ont été employées. L'effet de traitements thermiques simples sur l'évolution microstructurale du matériau extrudé a aussi été caractérisée.

La microstructure a été caractérisée en MET, les textures ont été mesurées par diffraction des rayons X, EBSP en MEB et par mesures d'orientations individuelles en MET. Des essais de traction ont été effectués pour déterminer les propriétés mécaniques. L'analyse de la formation des textures a été complétée par des simulations à l'aide du modèle de Taylor et l'anisotropie des propriétés élastiques a été caractérisée en utilisant les modèles de Reuss, Voigt et Hill.

Une augmentation de la température d'extrusion renforcé dans un premier temps la texture de déformation caractérisée essentiellement par une fibre  $\langle 110 \rangle$  d'orientation parallèle à l'axe d'extrusion. En revanche, à 1250°C, la texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  est partiellement remplacée par une légère fibre  $\langle 111 \rangle$  associée à l'apparition de la recristallisation. La conservation de la texture de déformation jusqu'à 1200°C est due à la présence de la fine dispersion d'oxyde qui inhibe la recristallisation. Le fait d'introduire 15% de poudre non broyée ne permet pas de modifier les mécanismes d'évolution structurale, et le matériau ainsi extrudé conserve sa texture de fibre  $\langle 110 \rangle$ .

En terme de rigidité, l'apparition de la composante de fibre  $\langle 111 \rangle$ , pour laquelle le module d'Young est maximal, est compensée, par le fort affaiblissement de la composante  $\langle 110 \rangle$ . Cette évolution de texture n'a donc que peu d'influence sur la rigidité dans le sens d'extrusion des barreaux. L'influence de la microstructure sur la limite d'élasticité des barreaux extrudés a pu être rationalisée en prenant en compte les durcissements associés à la taille de grain, la taille des particules d'oxyde ainsi que le durcissement associé à la présence de défauts dans la matrice. Le meilleur compromis entre résistance et ductilité est obtenu pour une extrusion effectuée à 1100°C. L'emploi d'un rapport d'extrusion supérieur à 14:1, n'apporte pas de changement notable au niveau des caractéristiques du matériau.

Les traitements thermiques ont montré qu'au delà d'une température critique, identifiée comme étant la température de transition de phase  $B_2 \Rightarrow A_2$  (vers 1270°C), une croissance anormale de grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  intervient sans qu'une recristallisation primaire n'ait eu lieu. En dessous de cette température critique la microstructure est très stable.

**Mots clés :** Alliages Fe 40 % at. Al  
Texture  
Propriétés mécaniques

Matériaux à grains fins  
Microstructure  
Recristallisation



## Abstract

$B_2$  structured Fe 40 %at. Al intermetallics have attracted considerable attention during the last decade. Their elaboration by mechanical alloying, allowing a dispersion of fine reinforcing yttrium oxides, and consecutive extrusion have blast a way to overcome the problems due to their brittleness and poor ductility. The present study deals mainly with the characterization of the influence of some parameters of the elaboration process on the evolution of the microstructures, the textures and the mechanical properties of extruded bars. In order to analyses these evolutions, the extrusion ratio and the extrusion temperature (going from 1000 to 1250°C) were modified. Powders of different natures, containing 15 % of not milled powders, were also used. The effect of simple heat treatments on the microstructural evolution of the extruded material were investigated as well.

The microstructure have been characterized by TEM, the textures have been measured by X ray diffraction, by EBSD using a SEM and by measuring individual orientation in the TEM. Tensile tests were carried out to determine the mechanical properties. The analysis of the formation of the textures have been completed by simulations with the help of the Taylor model and the anisotropy have been characterized by using the models of Reuss, Voigt and Hill.

The increase of the extrusion temperature reinforces in a first time the deformation texture characterized essentially by a  $\langle 110 \rangle$  fibre texture whose orientation is parallel to the extrusion axis. At 1250°C, the  $\langle 110 \rangle$  fibre texture is partly replaced by a little  $\langle 111 \rangle$  fibre related with the activation of recrystallization. The fact that deformation texture is retained up to 1200°C is due to the fine oxide dispersion which inhibits the recrystallization process. The addition of 15 % of atomised powder to the milled powder does not allow to modify the mechanisms of the structural evolution during consolidation. The so-extruded material keeps a  $\langle 110 \rangle$  fibre texture.

In terms of stiffness, the appearance of the  $\langle 111 \rangle$  fibre component, for which the Youngs modulus is maximum, is counterbalanced by the important weakening of the  $\langle 110 \rangle$  component. Therefore this texture evolution has only a very limited influence on the stiffness in the extrusion direction of the bars. The influence of the microstructure of the yield strength could be rationalized by taking in account the hardening due to the grain size, the size of the oxide particles as well as the hardening associated to the presence of matrix defects. The best compromise between strength and ductility is obtained for an extrusion carried out at 1100°C. The use of an extrusion ratio higher than 14:1 does not lead to a drastic change of the characteristics of the material.

The heat treatments showed that above a critical temperature, identified to be the  $B_2 \rightleftharpoons A_2$  phase transition temperature (approximately at 1270°C), abnormal growth of  $\langle 111 \rangle$  oriented grains takes place without primary recrystallization. Below this critical temperature the microstructure remains very stable.

**Keywords:** Fe 40 % at. Al alloys  
Texture  
Mechanical properties

Fine grained materials  
Microstructure  
Recrystallization

## Zusammenfassung

B<sub>2</sub>-strukturierte Fe 40 %at. Al intermetallische Legierungen haben in dem letzten Jahrzehnt ein immer größer werdendes Interesse hervorgerufen. Ihre Erzeugung mittels mechanischen Legierens, das ein Verstärken durch eine feine Streuung von Yttrium-Oxiden ermöglicht, und mittels Extrusion hat einen neuen Weg aufgezeigt, um die mit ihrer Sprödigkeit und niedrigen Duktilität verbundenen Probleme zu überwinden. Die in diesem Dokument beschriebene Untersuchung befasst sich vor allem mit der Charakterisierung des Einflusses von Parametern des Erzeugungsprozesses auf die Entwicklung der Mikrostrukturen, der Texturen und der mechanischen Eigenschaften von extrudierten Stäben. In diesem Sinn wurden das Extrusionsverhältnis und die Extrusionstemperatur (von 1000 bis 1250°C) modifiziert. Zwei Pulver unterschiedlicher Natur, davon eines 15 % nicht gemahlenen Pulver enthielt, wurden verwendet. Der Effekt von einfachen Wärmebehandlungen auf die mikrostrukturelle Entwicklung des Materials wurde ebenfalls charakterisiert.

Die Mikrostruktur wurde mittels TEM charakterisiert, die Texturen wurden durch Röntgenstrahlenbeugung, EBSP am REM, und individuelle Orientierungsmessungen am TEM bestimmt. Zugversuche wurden durchgeführt, um die mechanischen Eigenschaften zu ermitteln. Die Analyse der Entwicklung der Texturen wurde durch Simulationen mit Hilfe des Taylor-Modells ergänzt, und die Anisotropie der elastischen Eigenschaften wurde durch die Anwendung der Modelle von Reuss, Voigt und Hill charakterisiert.

Die Erhöhung der Extrusionstemperatur verstärkt zuerst die Verformungstextur, die hauptsächlich durch eine <110>-Faser, deren Orientierung parallel zur Extrusionsachse liegt, gekennzeichnet ist. Dagegen wird die <110>-Faser bei 1250°C teilweise durch eine <111>-Faser ersetzt, die mit dem Erscheinen der Rekristallisation verknüpft ist. Die Erhaltung der Verformungstextur bis 1200°C ist auf die Gegenwart der feinen Oxidstreuung, die die Rekristallisation hemmt, zurückzuführen. Durch Zugabe von 15 % nicht gemahlenem Pulver wird keine Modifikation der Mechanismen der strukturelle Entwicklung erreicht, so dass das damit extrudierte Material seine <110>-Fasertextur beibehält.

Hinsichtlich der Steifigkeit, wird das Erscheinen der <111>-Faserkomponente, wofür der Elastizitätsmodul maximal ist, durch die starke Abschwächung der <110>-Komponente ausgeglichen. Die Texturentwicklung hat also nur einen geringen Einfluss auf die Steifigkeit in der Extrusionsrichtung der Stäbe. Der Einfluss der Mikrostruktur auf die Streckgrenze der extrudierten Stäbe konnte auf drei Einflussgrößen zurückgeführt werden, indem die mit der Korngröße verbundene Härtung, die Oxidpartikelgröße sowie die, mit den in der Matrix vorkommenden Defekten verbundene Härtung in Ansatz gebracht wurden. Der beste Kompromiss zwischen Festigkeit und Duktilität wurde für eine bei 1100°C ausgeführte Extrusion erhalten. Die Verwendung eines höheren Extrusionsverhältnisses wie 14:1 führt zu keiner merkwürdigen Änderung der Materialeigenschaften.

Wärmebehandlungen oberhalb einer kritischen Temperatur, die als die B<sub>2</sub>⇌A<sub>2</sub>-Phasenumwandlungstemperatur (in der Nähe von 1270°C) identifiziert wurde, haben gezeigt, dass dort ein anomales Wachstum der <111>-orientierten Körner stattfindet, ohne dass primäre Rekristallisation eingetreten ist. Unterhalb der kritischen Temperatur ist die Mikrostruktur sehr stabil.

**Schlüsselwörter:** Fe 40 % at. Al Legierungen                      Feinkörnige Materialien  
Textur    Mikrostruktur  
Mechanische Eigenschaften                                      Rekristallisation