



**HAL**  
open science

# Influence de traitements thermomécaniques sur les textures, microstructures et propriétés élastiques d'un alliage Fe-40at.%Al à grains fins : procédés d'élaboration & traitements de recristallisation statique

Eric Suzon

## ► To cite this version:

Eric Suzon. Influence de traitements thermomécaniques sur les textures, microstructures et propriétés élastiques d'un alliage Fe-40at.%Al à grains fins : procédés d'élaboration & traitements de recristallisation statique. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2004. Français. NNT : 2004METZ018S . tel-01750170

**HAL Id: tel-01750170**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750170v1>**

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

Ecole Doctorale Energie Mécanique Matériaux

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	20040539
Cote	S/M <sub>3</sub> 04/18
PRODUCTIQUE	

# THESE

Présentée à



L'UNIVERSITE DE METZ

Par

**Eric SUZON**

Pour l'obtention du grade de :

**Docteur de l'Université de Metz**

*Spécialité : Sciences de l'Ingénieur*

*Option : Sciences des Matériaux*

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE DE METZ



031 536050 5

**INFLUENCE DE TRAITEMENTS THERMOMECHANIQUES SUR  
LES TEXTURES, MICROSTRUCTURES ET PROPRIÉTÉS  
ÉLASTIQUES D'UN ALLIAGE Fe-40at.%Al À GRAINS FINS :**

*Procédés d'élaboration & traitements de recristallisation statique*

**Soutenue le 26 janvier 2004 à Metz devant le jury composé de :**

M <sup>r</sup> J. LACAZE	Directeur de Recherche au CNRS-CIRIMAT de Toulouse	Président
M <sup>r</sup> W. SKROTZKI	Professeur à l'Université de Dresden (Allemagne)	Rapporteur
M <sup>r</sup> Y. CHAMPION	Chargé de Recherche (HDR) au CNRS-CECM de Vitry-sur-Seine	Rapporteur
M <sup>r</sup> R. BACCINO	Responsable de Recherche au CEA de Grenoble	Examineur
M <sup>r</sup> T. GROSDIDIER	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse
M <sup>r</sup> F. WAGNER	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de Thèse

*À Mes Parents*



*“Tout homme, un jour, peut manquer d'idées nouvelles ...  
c'est moins grave que de n'en avoir plus que des mauvaises”*

**Jacques BREL**  
(8 avril 1929 - 9 octobre 1978)

## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire d'Etudes des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM - UMR CNRS 7078) de l'Université de Metz.

Je tiens à exprimer tout d'abord ma sincère gratitude à M<sup>f</sup> F. WAGNER, Professeur à l'Université de Metz et Directeur du LETAM, pour m'avoir accueilli au laboratoire en septembre 2000 et donné tous les moyens nécessaires pour mener à bien ce travail. Qu'il me soit permis de lui faire part de ma profonde reconnaissance, pour sa participation active, ses conseils scientifiques et les encouragements qu'il m'a apportés dans un esprit toujours ô combien amical, tout au long de ce travail en tant que co-directeur de thèse.

Je tiens à remercier tout particulièrement M<sup>f</sup> W. SKROTZKI, Professeur à l'Université de Dresden (Allemagne), et M<sup>f</sup> Y. CHAMPION, Chargé de Recherche (HDR) au CNRS-CECM de Vitry-sur-Seine, qui ont bien voulu examiner en détail ce travail et en être les rapporteurs.

Je remercie également M<sup>f</sup> J. LACAZE, Directeur de Recherche au CNRS-CIRIMAT de Toulouse, et M<sup>f</sup> R. BACCINO, Responsable de Recherche au CEA de Grenoble, d'avoir accepté d'être membres de mon jury de thèse.

Je remercie chaleureusement M<sup>f</sup> T. GROSDIDIER, Professeur à l'Université de Metz et co-directeur de thèse, pour m'avoir proposé ce travail et fait confiance pour sa bonne réalisation. L'efficacité et la rigueur scientifique avec lesquelles il a suivi mon travail ont été primordiales au bon déroulement de ma thèse, ainsi qu'à l'analyse approfondie, ponctuée de critiques avisées, de mes résultats expérimentaux.

Je désire remercier avec sincérité toutes celles et ceux du laboratoire qui m'ont fait bénéficier de leurs compétences scientifiques et techniques au cours de cette étude, et plus particulièrement :

- M<sup>me</sup> N. GEY et M<sup>lle</sup> N. BOZZOLO qui ont su m'initier avec patience à la technique EBSD et me transmettre beaucoup de leur précieux savoir-faire,
- M<sup>f</sup> J.J. FUNDENBERGER pour l'usinage des barres extrudées afin d'y prélever les éprouvettes destinées aux essais de compression,
- M<sup>f</sup> A. THIL pour son aide en diffraction des rayons X avec une constante disponibilité pour "les mesures du week-end" demandées le vendredi soir à la dernière minute mais réalisées toujours dans la bonne humeur,
- M<sup>f</sup> C. LARUELLE, "mon complice râleur" ;-), lui aussi toujours disponible et opérationnel pour me venir en aide lors de "crashes" informatiques ...

Enfin, je tiens à remercier, mais je ne sais comment, toutes celles et ceux, thésards, ami(e)s ... qui ont toujours été là pour partager les meilleurs moments, comme les plus difficiles, que j'ai connus au cours de ces trois années dans cette ville de Metz si agréable et attachante ... À ce titre, un Grand Merci à mon Copain Nathan, les "International Night", les repas du dimanche midi au Flunch ;-), sa gentillesse, son ouverture d'esprit et encore bien d'autres choses resteront pour moi des souvenirs inoubliables de moments formidablement agréables ... Je lui souhaite Bonne Chance pour la suite en l'assurant de ma fidèle amitié.

# SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	1
<b>CHAPITRE I - APPROCHE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	2
<b>I.1-Introduction</b>	2
<b>I.2-Alliages intermétalliques, aluminures et alliages FeAl</b>	2
I.2.1-Les alliages intermétalliques	2
I.2.2-Les aluminures	3
I.2.3-Les alliages intermétalliques FeAl	4
<b>I.3-L'alliage intermétallique FeAl ordonné B<sub>2</sub></b>	4
I.3.1-La structure cristallographique ordonnée B <sub>2</sub>	4
I.3.2-Intérêts	5
I.3.3-Limites d'utilisation	5
I.3.4-Amélioration de la ductilité	6
I.3.5-L'origine de cette ductilité limitée : la sensibilité à l'environnement	6
I.3.6-Dislocations et systèmes de glissement	7
<b>I.4-Développement des intermétalliques renforcés</b>	8
I.4.1-Le renforcement par dispersion	8
I.4.2-La mécanosynthèse	8
I.4.3-Les premiers intermétalliques FeAl renforcés	9
I.4.4-Développement de l'alliage FeAl40 Grade 3	10
- Fabrication	10
- Propriétés	11
<b>I.5-Concepts généraux de la recristallisation</b>	13
I.5.1-La recristallisation statique	13
- La restauration	14
- La recristallisation primaire	14
- La croissance des grains	14
- Continuité ou discontinuité des mécanismes	15
- Croissance des grains en présence de particules	16
I.5.2-La recristallisation dynamique	19
- La restauration dynamique	19
- La recristallisation dynamique discontinue	19
- La recristallisation dynamique continue	20
<b>I.6-Recristallisation statique des intermétalliques FeAl ordonnés</b>	21
I.6.1-Généralités	21
I.6.2-Influence de l'écrouissage sur la structure ordonnée	21

<b>I.7-Recristallisation des matériaux ODS</b>	22
I.7.1-Recristallisation de l'alliage ODS Fe-40at.%Al	22
- Stabilité de la microstructure jusqu'à 1200°C	22
- Effets d'un traitement thermique à 1300°C	22
- Influence d'un traitement de recristallisation statique	23
I.7.2-Recristallisation d'un autre alliage ODS ordonné B <sub>2</sub> : NiAl	24
- Alliages ODS NiAl renforcés par Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24
- Alliages ODS NiAl renforcés par Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	25
I.7.3-Recristallisation des aciers et des superalliages ODS	26
- Généralités	26
- Recristallisation après une déformation hétérogène	27
- Recristallisation après des pré-traitements thermiques	28
- Recristallisation après une déformation à froid	29
<b>I.8-Contexte, objectifs et organisation de l'étude</b>	31
I.8.1-Contexte	31
I.8.2-Objectifs	32
- Effet du procédé d'élaboration	32
- Approfondir la compréhension de la recristallisation statique	32
I.8.3-Organisation	33
<b>Références</b>	34
<b>CHAPITRE II - APPROCHE EXPERIMENTALE</b>	39
<b>II.1-Microscopie</b>	39
II.1.1-Microscopie optique	39
II.1.2-Microscopie électronique en transmission	39
<b>II.2-Texture et fonction de densité des orientations</b>	40
II.2.1-Le concept	40
II.2.2-Méthode de mesure des figures de pôles	42
II.2.3-Calcul de la fonction de densité des orientations (ODF)	43
- Développement en série de la fonction de densité de pôles	44
- Développement de la fonction de densité des orientations sur la base des harmoniques sphériques généralisées	44
- Détermination de la fonction de densité des orientations	44
II.2.4-Représentation de la fonction de densité des orientations	45
II.2.5-Spécificités des mesures effectuées sur les alliages Fe-40at.%Al	46
<b>II.3-Mesures d'orientations individuelles par EBSD</b>	48
II.3.1-Méthode de la mesure	49
- Obtention des diagrammes de Kikuchi	49
- Paramètres de l'indexation	49
II.3.2-Système d'acquisition des cartographies d'orientations	50

II.3.3-Traitement des données des cartographies d'orientations	51
- Caractérisation de la morphologie de la microstructure	51
- Analyses quantitatives de la microstructure en fonction de l'orientation	52
- Calcul de la fonction de texture à partir des données EBSD	53
<b>II.4-Outils de simulation</b>	54
II.4.1-Le modèle de Taylor	54
- Le concept	54
- Simulation de l'extrusion	54
- Simulation de la compression	55
II.4.2-Calcul du module d'Young à partir de la texture	55
- Le concept	56
- Cas de l'alliage Fe-40at.%Al	58
<b>II.5-Essais mécaniques</b>	59
II.5.1-Essais de compression	59
II.5.2-Micodureté	60
<b>II.6-Traitements thermiques</b>	60
<b>Références</b>	62
<b>CHAPITRE III - INFLUENCE DU PROCEDE D'ELABORATION</b>	64
<b>III.1-Introduction</b>	64
<b>III.2-Les matériaux "Produits Longs"</b>	64
<b>III.3-Caractérisations microstructurales</b>	67
III.3.1-Caractérisation des textures	67
- Brut d'extrusion	67
- Brut d'extrusion + compression axiale	69
- Effet du martelage rotatif	70
III.3.2-Caractérisation des microstructures	72
- Brut d'extrusion	74
- Brut d'extrusion + compression axiale	77
- Effet du martelage rotatif	84
<b>III.4-Evolution du module d'Young</b>	94
<b>III.5-Simulation des textures cristallographiques</b>	96
III.5.1-Simulation de la texture d'extrusion	96
III.5.2-Simulation des textures d'extrusion + compression axiale	98
III.5.3-Simulation de la texture d'extrusion + martelage rotatif	101

<b>III.6-Discussion</b>	102
III.6.1-Formation et évolution des microstructures et textures	102
- Insuffisance de la simulation pour expliquer les textures	102
- Cas de la compression axiale à chaud	103
- Évolution de la désorientation entre les grains	105
- Cas du martelage rotatif	109
III.6.2-Texture et anisotropie du module d'Young	110
<b>III.7-Synthèse</b>	112
<b>Références</b>	113
<b>CHAPITRE IV - INFLUENCE D'UN TRAITEMENT DE RECRISTALLISATION STATIQUE</b>	115
<b>IV.1-Introduction</b>	115
<b>IV.2-Choix et caractérisation d'un état de référence</b>	116
IV.2.1-L'alliage FeAl40 Grade 3	116
IV.2.2-Caractérisations microstructurales de l'état initial (brut d'extrusion)	116
- Texture	116
- Microstructure	117
<b>IV.3-Etats déformés</b>	118
IV.3.1-Les échantillons comprimés	118
IV.3.2-Caractérisations microstructurales des états déformés	119
- Texture	119
- Microstructure	120
IV.3.3-Discussion	121
- Comparaison avec la déformation à chaud	121
- Comparaison avec la simulation	122
<b>IV.4-Effet d'un traitement thermique d'une heure à 1000°C</b>	125
IV.4.1-Les échantillons recuits	125
IV.4.2-Détermination de l'écrouissage critique	125
IV.4.3-Morphologie des grains recristallisés	130
IV.4.4-Texture	131
IV.4.5-Discussion	132
- Recristallisation primaire	132
- Microstructure et microdureté	134
- Formation et évolution des textures de recristallisation	136

<b>IV.5-Etude de cinétique de recristallisation</b>	138
IV.5.1-Les traitements thermiques anisochrones utilisés	138
IV.5.2-Evolution des microstructures et cinétique de grossissement des grains	139
- Evolution des microstructures	139
- Anisotropie morphologique des grains	141
- Cinétique de grossissement des grains	144
IV.5.3-Evolution des textures	147
- Textures globales	147
- Textures locales	149
IV.5.4-Analyses quantitatives des grains recristallisés en fonction de leurs orientations	149
- Matériaux recristallisés après 10% de déformation	150
- Matériaux recristallisés après 16% de déformation	154
IV.5.5-Discussion	156
- Effet des particules sur l'anisotropie des microstructures recristallisées	156
- Anisotropie des microstructures et recristallisation primaire	158
- Grossissement des grains et croissance anormale	159
- Sensibilité de l'alliage à de faibles variations de contraintes	162
<b>IV.6- Intérêts potentiels du traitement de recristallisation statique sur les propriétés mécaniques</b>	175
<b>IV.7-Synthèse</b>	178
<b>Références</b>	180
<b>CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES</b>	183
- Influence du procédé d'élaboration	183
- Influence des différentes étapes d'un traitement de recristallisation statique	184
- Perspectives	185
<b>ANNEXES</b>	186
<i>Précautions à prendre pour comparer des textures obtenues par diffraction des rayons X et par EBSD en présence d'une microstructure anisotrope</i>	
- Profondeur de pénétration des rayons X	188
- Profondeur de pénétration des électrons rétrodiffusés	190
<b>Références</b>	192
<b>RESUME</b>	193
<b>ABSTRACT</b>	194

## INTRODUCTION GENERALE

Depuis près de quarante ans, les intermétalliques du type aluminures de fer ont suscité de nombreux travaux de recherche en raison de leur faible densité par rapport aux aciers inoxydables et aux superalliages et leur excellente résistance à l'oxydation et à la corrosion. Les premières études portant sur l'alliage FeAl avaient pour objectif de permettre l'emploi de ces alliages afin de réaliser des gaines pour combustible nucléaire. Malheureusement, la ductilité à température ambiante et la résistance au fluage de ces alliages, commune à de nombreux intermétalliques, demeurent faibles et ont limité leur développement.

Afin d'améliorer ces propriétés mécaniques, des intermétalliques Fe-40%at.Al de structure cristallographique ordonnée  $B_2$ , ont été récemment développés par métallurgie des poudres. Dans un premier temps, une solution au problème de fragilité des alliages intermétalliques Fe-40%at.Al a été trouvée. 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 au cours de laquelle une fine dispersion d'oxydes d'yttrium est ajoutée, mène à l'obtention d'un alliage Fe-40%at.Al à grains fins dont les caractéristiques avoisinent déjà les spécifications requises pour des applications potentielles dans l'aéronautique ou l'automobile. Cet alliage, appelé FeAl40 Grade 3, est maintenant disponible sous forme de barres extrudées.

Le meilleur compromis entre résistance et ductilité est obtenu lorsque la poudre est consolidée par extrusion à 1100°C avec un rapport de 14:1. Ce procédé génère une texture  $\langle 110 \rangle$  et une microstructure fine. Pour 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 intermétalliques FeAl- $B_2$  étant très anisotropes, l'amélioration de la rigidité de pièces élaborées à partir de l'alliage FeAl40 Grade 3 passe nécessairement par une prise en compte des textures cristallographiques. Ainsi, la rigidité pourrait davantage être améliorée avec une texture  $\langle 111 \rangle$ . La recherche de cette texture pourrait être effectuée par le biais de traitements thermomécaniques qui permettent de modifier la microstructure et la texture d'un alliage métallique.

Dans le cadre d'un projet Européen, l'objectif de cette thèse est d'étudier les effets de traitements thermomécaniques sur les textures, les microstructures et les propriétés élastiques d'un alliage Fe-40%at.Al à grains fins renforcé par dispersion d'oxydes dont la composition est identique à celle de l'alliage FeAl40 Grade 3. Au sein de ce projet fédéré par le *CEA de Grenoble*, plusieurs industriels, notamment *PLANSEE*, *EADS*, *EUROCOPTER*, *ANSALDO* et *FIAT*, ont associé leurs efforts pour développer un alliage aux propriétés mécaniques optimisées et définir ses applications potentielles dans les industries aéronautique, énergétique et automobile.

Après une approche bibliographique faisant l'objet du Chapitre I, puis la présentation des divers outils expérimentaux ou de simulation au Chapitre II, l'influence des traitements thermomécaniques sera étudiée en deux temps. Dans un premier temps, au Chapitre III, à partir d'une approche en relation directe avec le contrat Européen, la première partie de ce travail concerne l'étude de l'influence du procédé d'élaboration de l'alliage. Ainsi, plusieurs étapes mixtes de consolidation de la poudre à 1100°C sont étudiées telles que l'extrusion, la compression axiale et le martelage rotatif. Dans un second temps, au Chapitre IV, à partir d'une approche plus fondamentale, l'influence d'un traitement de recristallisation statique sur l'alliage FeAl40 Grade 3 est étudiée. Pour tous ces traitements thermomécaniques, il s'agira de déterminer les textures cristallographiques, d'identifier et de comprendre les mécanismes régissant leurs formation et évolution ainsi que celles des microstructures, et de déterminer ceux qui conduisent à une amélioration significative du module d'Young.



# I-APPROCHE BIBLIOGRAPHIQUE

## I.1-Introduction

L'objectif de ce premier chapitre est de dresser l'état de l'art des principales connaissances acquises par la communauté scientifique dans le domaine des intermétalliques, des aluminures et des alliages FeAl en particulier.

Dans un premier temps, le paragraphe I.2 s'attachera à définir les termes alliages intermétalliques, aluminures et alliages intermétalliques FeAl. Les origines des propriétés spécifiques de ce type de matériaux seront présentées.

Ensuite, le cas de l'alliage intermétallique FeAl ordonné  $B_2$  sera considéré un peu plus en détail au paragraphe I.3 en présentant ses principaux avantages et ses inconvénients majeurs, à savoir notamment sa faible ductilité et sa faible résistance au fluage. Les premiers travaux effectués afin de palier à ses inconvénients seront présentés.

Le paragraphe I.4 présentera le procédé d'élaboration qui a abouti au développement de l'alliage FeAl renforcé par dispersion d'oxydes appelé FeAl40 Grade 3.

Le paragraphe I.5 concernera la présentation du mécanisme général régissant la formation et l'évolution des microstructures et des textures le plus couramment observé lorsqu'un matériau subit un traitement thermomécanique. Ce mécanisme général est la recristallisation et peut être statique ou dynamique selon le traitement thermomécanique utilisé.

Le paragraphe I.6 présentera quelques travaux concernant la recristallisation statique d'alliages intermétalliques FeAl ordonnés non renforcés.

Le paragraphe I.7 dressera un état de l'art détaillé des principaux résultats concernant la formation et l'évolution des microstructures et des textures des matériaux renforcés par dispersion d'oxydes (FeAl, NiAl, aciers et superalliages) après un traitement thermomécanique de recristallisation. Il y sera montré que l'effet de la dispersion d'oxydes dans le matériau est fondamental.

Enfin, après le bilan de ces connaissances, le paragraphe I.8 présentera le contexte dans lequel cette thèse s'est effectuée, ses objectifs et son organisation.

## I.2-Alliages intermétalliques, aluminures et alliages FeAl

### I.2.1-Les alliages intermétalliques

Un intermétallique est un composé constitué de deux ou plusieurs éléments métalliques possédant une structure cristallographique, ordonnée à l'état stable, 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. 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 stœchiométrique, dans les autres cas il y a lieu d'employer l'expression alliage intermétallique. Le domaine d'existence d'un alliage intermétallique peut varier en fonction de la température et de la 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  $0.7 T_f$  ( $T_f$  étant la température de fusion en Kelvin). 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 environ 30 ans, de nombreuses recherches sur les alliages intermétalliques ordonnés sont effectuées en vue d'améliorer continuellement leurs propriétés mécaniques [LIU 95, LIU 97]. Ces travaux sont généralement menés pour atteindre des performances autorisant des applications à haute température dans le domaine de l'aéronautique. Il s'agit alors de remplacer les superalliages à base nickel ou cobalt qui sont d'une part assez lourds (leur densité se situe entre 9 et 10  $\text{g.cm}^{-3}$ ) et d'autre part les métaux utilisés dans ces alliages tels que le nickel, le chrome, le niobium, etc ... sont relativement coûteux.

### **1.2.2-Les aluminures**

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. Par exemple, la densité de FeAl est de 5.4  $\text{g.cm}^{-3}$  contre 7.9  $\text{g.cm}^{-3}$  pour celle d'un acier. 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, ce 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 :

- (i) La métallurgie des poudres (mécanosynthèse) ou la solidification rapide, qui permettent d'obtenir des tailles de grains réduites (inférieures au  $\mu\text{m}$ ).
- (ii) 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 du matériau.

Ces deux aspects seront davantage développés aux paragraphes I.3 et I.4.

### I.2.3-Les alliages intermétalliques FeAl

Le système Fe-Al, dont le diagramme de phases est présenté à la Figure I.1, possède au total six phases intermétalliques, dont quatre ayant un domaine de stabilité plutôt réduit :  $\epsilon$ ,  $\zeta$ -FeAl<sub>2</sub>,  $\eta$ -Fe<sub>2</sub>Al<sub>5</sub> et  $\theta$ -FeAl<sub>3</sub>.

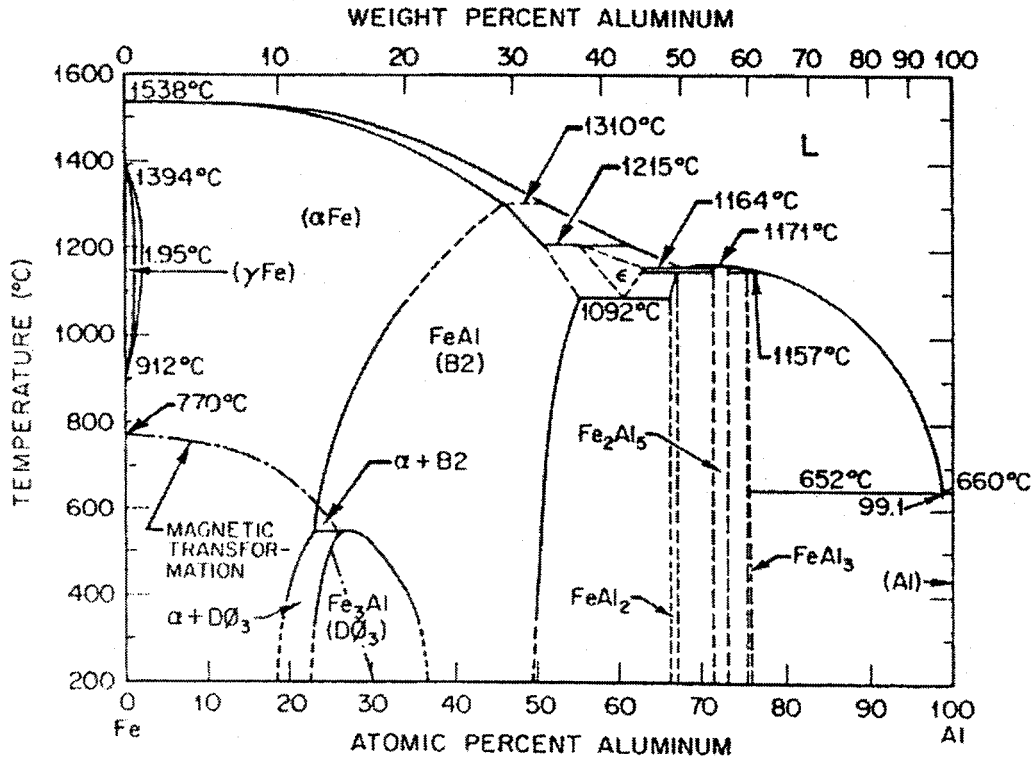


Figure I.1 : Diagramme de phases du système FeAl, d'après [STOLOFF 96].

De nombreuses études se sont plus particulièrement intéressées 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 Fe<sub>3</sub>Al, de structure D<sub>03</sub>, et de FeAl, de structure B<sub>2</sub> [MENDIRATTA 87, LIU 98, STOLOFF 98]. Ces deux alliages intermétalliques ont une structure cristallographique cubique centrée. Ils se distinguent par un ordre atomique de la maille élémentaire différent.

## I.3-L'alliage intermétallique FeAl ordonné B<sub>2</sub>

### I.3.1-La structure cristallographique ordonnée B<sub>2</sub>

La structure cristallographique ordonnée de type B<sub>2</sub> est 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.

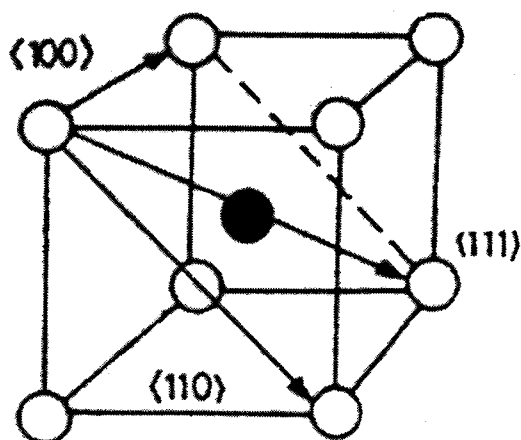


Figure I.2 : Structure cristallographique ordonnée de l'intermétallique FeAl de type  $B_2$ .

Leamy et al. ont déterminé le paramètre de maille de l'alliage Fe-40at.%Al comme étant égal à 0.28976 nm [LEAMY 67]. La structure ordonnée  $B_2$  existe à température ambiante pour un large intervalle de composition allant de 34 à 52at.% d'aluminium.

Les alliages de structure  $B_2$  ont des constantes élastiques anisotropes. D'après les coefficients de rigidité élastique  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  d'un monocristal Fe-40at.%Al non renforcé déterminés par Leamy et al. [LEAMY 67], il apparaît que l'anisotropie élastique du composé intermétallique FeAl est relativement élevée. Par conséquent, la texture cristallographique sera un paramètre essentiel à prendre en compte lors de l'étude des propriétés élastiques de ce composé. Cette anisotropie élastique sera présentée en détail au paragraphe II.4.2 du Chapitre II.

### 1.3.2-Intérêts

Trois principaux avantages justifient l'intérêt porté sur le développement de l'alliage intermétallique FeAl.

- (i) Une densité peu élevée de  $5.4 \text{ g.cm}^{-3}$ .
- (ii) Une très bonne résistance à la corrosion à l'oxydation. En effet, par exemple concernant la résistance à l'oxydation à haute température, les alliages intermétalliques à haute teneur en aluminium sont reconnus pour leur très bonne résistance grâce à une modification chimique de leur surface par la formation d'une fine couche d'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Deux phases d'alumine sont généralement formées : la phase stable  $\alpha$  et la phase métastable  $\theta$  [GRABKE 99].
- (iii) 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.

### 1.3.3-Limites d'utilisation

Malheureusement, deux inconvénients majeurs limitent l'utilisation de l'alliage intermétalliques FeAl et concernent ses propriétés mécaniques [BAKER 95, BAKER 97].

- (i) Leur faible ductilité à température ambiante.
- (ii) Leur faible résistance au fluage avec une chute des propriétés mécaniques au-delà de  $600^\circ\text{C}$  ce qui restreint leur emploi à des températures intermédiaires.

Ces deux inconvénients ont suscité de très nombreux travaux par l'ensemble de la communauté scientifique. Ce qui suit présente les principaux travaux concernant l'amélioration de la ductilité. L'amélioration de la résistance au fluage, par le renforcement avec une dispersion d'oxydes, sera présentée au paragraphe I.4. Cette dispersion a également un impact sur l'amélioration de la ductilité puisque la taille des grains de l'alliage est considérablement réduite.

### **I.3.4-Amélioration de la ductilité**

L'amélioration de la ductilité de l'alliage intermétallique FeAl a débuté par une modification de la composition de l'alliage.

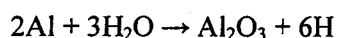
Ainsi, Crimp et al. ont identifié trois facteurs influençant la ductilité et la limite élastique d'alliages FeAl élaborés par extrusion à 1000°C à partir d'une poudre préalliée [CRIMP 87]. *(i)* Tout d'abord, la ductilité et la limite élastique sont affectées par la stœchiométrie de l'alliage et sont améliorées pour une teneur de 40at.% d'aluminium. *(ii)* Une addition de 0.05 wt.% de bore dans l'alliage fondu avant l'atomisation de la poudre permet d'améliorer la ductilité de 6% de l'alliage Fe-40at.%Al sans modifier la limite élastique. L'addition de bore change le mode de rupture à température ambiante en passant du mode intergranulaire à transgranulaire [CRIMP 86]. *(iii)* La vitesse de refroidissement après un traitement thermique, qui influe sur la densité de lacunes thermiques, est également un facteur important. La rupture est fragile si la vitesse est élevée mais la ductilité est améliorée avec un refroidissement contrôlé (50°C/30 mn jusqu'à 500°C puis refroidissement dans le four jusqu'à la température ambiante) après un traitement thermique de 24 heures à 1000°C. La limite élastique est en revanche abaissée.

L'effet positif du bore sur la ductilité est dû à un renforcement des joints de grains par ségrégation intergranulaire. Gay et al. précisent que le changement de mode de rupture par l'addition de bore se fait du mode intergranulaire à mixte (transgranulaire par clivage et intergranulaire) [GAY 96, GAY 98].

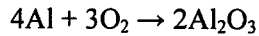
### **I.3.5-L'origine de cette ductilité limitée : la sensibilité à l'environnement**

Liu et George ont également étudié l'effet positif du bore par l'addition de 0.3wt.% de bore sur un alliage Fe-40at.%Al fondu, coulé, laminé à 1000°C puis traité thermiquement 1 heure à 900°C (recristallisation) et 2 heures à 700°C [LIU 90]. Testé dans l'air, la ductilité de l'alliage passe de 1.2% sans bore à 4.3% lorsqu'il est dopé en bore. Ces auteurs ont mis en évidence que la ductilité était nettement améliorée selon l'atmosphère des essais. Ainsi, sous oxygène pur, la ductilité de l'alliage dopé en bore est de 16.8%, la rupture se fait principalement par clivage (rupture transgranulaire). La présence de vapeur d'eau dans l'atmosphère est la cause extrinsèque de cette fragilité transgranulaire. En effet, un dégagement d'hydrogène a lieu et pénètre en fond de fissure ce qui accélère la propagation de la fissure par clivage. Le matériau est alors fragilisé et se rompt prématurément.

Ce dégagement d'hydrogène résulte de la formation d'alumine par la réaction de la vapeur d'eau de l'atmosphère avec les atomes d'aluminium mis à nu [LIU 89, LIU 90]. Cet "effet d'environnement" se traduit par la réaction :



Sous oxygène pur, l'aluminium ne réagit qu'avec l'oxygène selon la réaction :



Gaydosch et Nathal confirment cette sensibilité à l'environnement [GAYDOSCH 90]. Ils ont élaboré un alliage Fe-40Al-0.5B (at.%) par extrusion à 977°C avec un rapport de 16:1 à partir d'une poudre préalliée. L'alliage est traité thermiquement 2 heures à 827°C sous argon puis refroidi dans le four (0.15°C/sec.). Ces auteurs ont mesuré un allongement de 9% lorsque l'essai est effectué sous vide, alors qu'il est de 3% pour le même matériau testé sous air et non traité thermiquement. La rupture est transgranulaire dans les deux cas.

La sensibilité à l'environnement est donc indépendante du procédé d'élaboration de l'alliage. À l'heure actuelle, elle est encore l'objet de nombreuses investigations [COHRON 98, BYSTRZYCKI 99, BALASUBRAMANIAM 02].

### 1.3.6-Dislocations et systèmes de glissement

L'identification des différents systèmes de glissement actifs lors de la déformation de l'alliage FeAl ordonné  $B_2$  a fait l'objet de nombreuses études. Pour cette structure cubique centré et ordonnée, une distinction est effectuée entre les systèmes actifs à "basse" température de ceux actifs à "haute" température.

Imayev et al. ont étudié les microstructures d'un alliage Fe-40at.%Al, renforcé par des particules intermétalliques du type  $\text{Fe}_6\text{Al}_6\text{Zr}$ , déformé par compression à chaud [IMAYEV 95]. Ces auteurs ont observé par MET deux types de dislocations glissant sur des plans cristallographiques, sans préciser ces derniers. Lorsque la déformation a lieu à une température  $T \leq 700^\circ\text{C}$ , il s'agit de dislocations de direction de glissement  $\langle 111 \rangle$ . Les dislocations  $\langle 111 \rangle$  présentes dans la structure ordonnée de FeAl sont des superdislocations. Elles apparaissent sous la forme de deux superpartielles de vecteur de Burgers  $a/2-\langle 111 \rangle$ . Lorsque la déformation a lieu à une température  $T \geq 750^\circ\text{C}$ , il s'agit de dislocations de direction de glissement  $\langle 100 \rangle$ . Les dislocations  $a-\langle 100 \rangle$  sont des dislocations parfaites.

À "basse" température, les plans de glissement généralement cités dans la littérature pour les matériaux cubiques centrés sont les plans  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  et  $\{123\}$  ce qui mène à considérer trois familles de systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111 \rangle$ ,  $\{112\}\langle 111 \rangle$  et  $\{123\}\langle 111 \rangle$  [HUMPHREYS 96].

Pour un alliage Fe-28at.%Al renforcé par des additions de Cr, Zr, Mo et C, laminé de 20% entre 557 et 587°C, Raabe et al. indiquent que le glissement des dislocations  $\langle 111 \rangle$  sur les plans  $\{123\}$  résulte en fait d'une combinaison des glissements de ces mêmes dislocations sur les plans  $\{110\}$  et  $\{112\}$  [RAABE 97]. Il est rappeler qu'un alliage  $\text{Fe}_3\text{Al}$  a une structure ordonnée  $\text{DO}_3$  à température ambiante qui se transforme en  $B_2$  aux environs de 550°C.

Concernant les systèmes de glissement actifs à "haute" température lors de la déformation d'alliages FeAl, les dislocations  $\langle 100 \rangle$  glissent sur les plans  $\{110\}$  et  $\{100\}$ , ce qui amène à considérer les deux systèmes  $\{110\}\langle 100 \rangle$  et  $\{100\}\langle 100 \rangle$ . Cependant, l'activation de ces systèmes n'a pas été toujours observée. Kad et al. ont simulé puis comparé aux mesures expérimentales les textures d'un alliage Fe-28Al-5Cr (at.%) renforcé par des additions de Zr et de C déformé par forgeage, laminage et extrusion entre les températures de 630°C à 1050°C [KAD 97]. Dans le cas de l'extrusion à 1050°C, la texture expérimentale, une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion, est similaire à la texture simulée à partir des systèmes de glissement dits "basse" température  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$ . Les systèmes de glissement dits "haute" température  $\{110\}\langle 100 \rangle$  et  $\{100\}\langle 100 \rangle$  ne sont pas actifs, et ce, selon ces auteurs, suite à des réorganisations des

dislocations de direction de glissement  $\langle 111 \rangle$  au cours de la déformation à chaud. Kad et al. ajoutent également que les vitesses de déformation et surtout les taux de déformation, ces derniers étant très différents entre une étude fine réalisée en MET et une étude par comparaison entre des textures expérimentales et simulées, sont des causes de confusion pour déterminer avec certitude les systèmes réellement actifs à "haute" température [KAD 97].

En revanche, pour Zhao et al., qui ont étudié les systèmes de glissement régissant la déformation d'un alliage non renforcé Fe-41Al-2Cr (at.%) de structure  $B_2$  par compression axiale à chaud, les analyses des textures expérimentales et des structures de dislocations au MET sont en accord. Initialement, l'alliage est fondu, coulé puis forgé sous formes de pastilles de 10 cm de diamètre et d'épaisseur 2 cm. Sa texture est mixte, avec par ordre décroissant de fraction relative des plans diffractant indiquée entre parenthèses les plans  $\{110\}$  (0.39),  $\{200\}$  (0.27),  $\{111\}$  (0.25) et  $\{211\}$  (0.09). Les analyses montrent qu'à "basse" température, la majorité des dislocations  $\langle 111 \rangle$  glissent sur les plans  $\{110\}$  et une proportion plus faible sur les plans  $\{112\}$ . À des températures proches de 800°C, la majorité des dislocations  $\langle 100 \rangle$  glissent sur les plans  $\{110\}$  et une proportion plus faible sur les plans  $\{100\}$  [ZHAO 99].

En conclusion, d'après les résultats des travaux les plus pertinents, les familles de systèmes de glissement considérées à "basse" température seront donc les familles  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  et à "haute" température la famille  $\{110\}\langle 100 \rangle$ .

## **I.4-Développement des intermétalliques renforcés**

### **I.4.1-Le renforcement par dispersion**

Réduire la taille des grains d'un matériau constitue une des voies principales pour en améliorer les propriétés mécaniques. Le renforcement des intermétalliques FeAl par une dispersion, généralement d'oxydes, permet ainsi d'obtenir une microstructure très fine et d'améliorer la ductilité.

En plus de diminuer la taille des grains, l'objectif principal du renforcement d'intermétalliques tels que FeAl ou NiAl est d'améliorer leur résistance au fluage car la dispersion d'oxydes va jouer le rôle d'obstacles efficaces au glissement des dislocations lors de déformations à hautes températures [ARZT 97].

Les matériaux renforcés sont généralement élaborés en deux étapes : *(i)* la préparation d'une poudre puis *(ii)* la consolidation de cette poudre selon divers procédés (compactage sous hautes pression et température, extrusion, laminage ... ). La préparation de la poudre est également constituée de deux étapes : *(i)* l'élaboration de la poudre préalliée et *(ii)* le renforcement de la poudre par la dispersion au cours d'une étape de mécanosynthèse.

### **I.4.2-La mécanosynthèse**

La mécanosynthèse consiste à broyer la poudre préalliée. Elle peut être effectuée dans un broyeur à boulets, c'est-à-dire un tambour contenant des billes en acier dans lequel la poudre préalliée est disposée. La Figure I.3 représente ce type de broyeur.

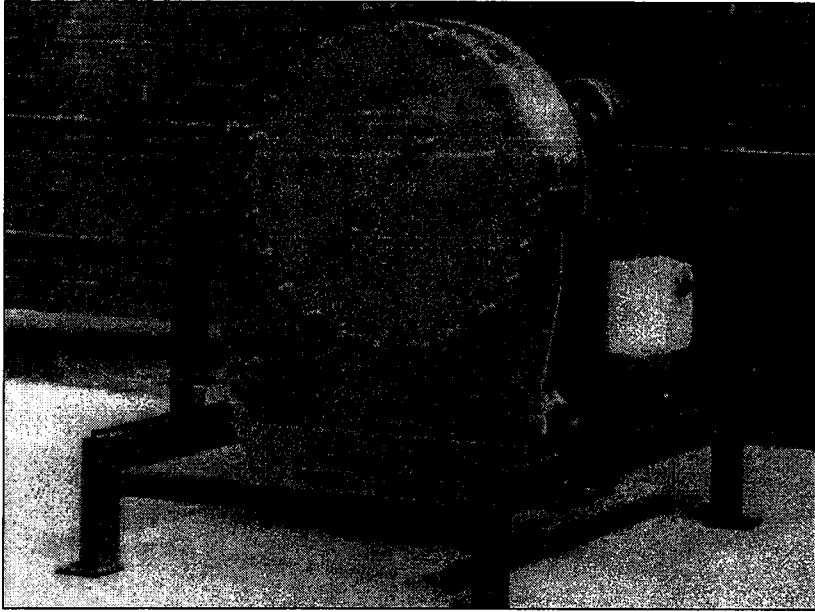


Figure I.3 : Broyeur à boulets développé par le CEA de Grenoble.

Au cours de l'étape de mécanosynthèse, la structure et la microstructure de la poudre préalliée sont fortement modifiées. En effet, lorsque le tambour est entraîné en rotation, les particules de poudres vont successivement s'entrechoquer, se souder, se fracturer, se ressouder ... La mécanosynthèse va ainsi introduire un mélange très intime des constituants de l'alliage et conduire à "l'hyperdéformation" de la poudre dont la structure contient de nombreux défauts et des domaines très fins.

De plus, ce mélange s'effectuant à l'état solide, il est possible de s'affranchir des contraintes d'équilibre de phases pour des alliages difficiles à produire par solidification conventionnelle à partir de l'état liquide [KOCH 96]. Ce procédé fut initialement développé pour renforcer des aciers (base Fe) ou des superalliages (base Ni) destinés à des applications dans les industries aéronautique et aérospatiale [SURYANARAYANA 01].

#### 1.4.3-Les premiers intermétalliques FeAl renforcés

Morris et Morris ont étudié le renforcement d'un alliage Fe-35at.%Al par une dispersion de carbone (sous forme graphite) ajoutée au cours de l'étape de mécanosynthèse [MORRIS 90]. La poudre broyée n'est pas préalliée, elle est obtenue à partir du mélange de poudres pures de fer et d'aluminium correspondant à la composition atomique de l'alliage.

Après compactage sous hautes pression et température, il est apparu que l'alliage obtenu était en fait renforcé par une dispersion d'oxydes  $Al_2O_3$  et de carbures (du type  $Fe_3AlC_{0,5}$  ou  $Al_4C_3$ ). La résistance à la rupture est élevée (650-850 MPa) mais malgré une microstructure fine (2-10  $\mu m$ ), la ductilité demeure faible, de l'ordre de 2%, par rapport à des alliages non renforcés. La fragilisation de l'alliage résulte du passage en solution du carbone [MORRIS 90].

À partir d'une poudre préalliée Fe-40at.%Al préparée par atomisation, Schneibel et al. ont élaboré un alliage renforcé par une dispersion d'oxydes d'yttrium à teneur de 2% en volume [SCHNEIBEL 92]. La poudre est consolidée par compactage sous 200 MPa à 1370 K pendant 2 heures. La principale propriété améliorée de cet alliage est sa résistance au fluage : 20 MPa à 1200 K avec un taux de déformation de  $10^{-7} s^{-1}$  contre 5 MPa pour un alliage Fe-40at.%Al non renforcé testé dans les mêmes conditions [SCHNEIBEL 92].



### 1.4.4-Développement de l'alliage FeAl40 Grade 3

#### Fabrication

À partir de ses connaissances sur les alliages intermétalliques FeAl acquises depuis les années 70 (voir par exemple [MORGAND 68]), le département matériaux du CEA de Grenoble a développé un alliage Fe-40at.%Al renforcé appelé FeAl40 Grade 3. L'alliage est produit par la consolidation d'une poudre préalliée extrudée à 1100°C avec un rapport de 14:1.

La Figure I.4 schématise le procédé d'élaboration de la poudre FeAl40 Grade 3.

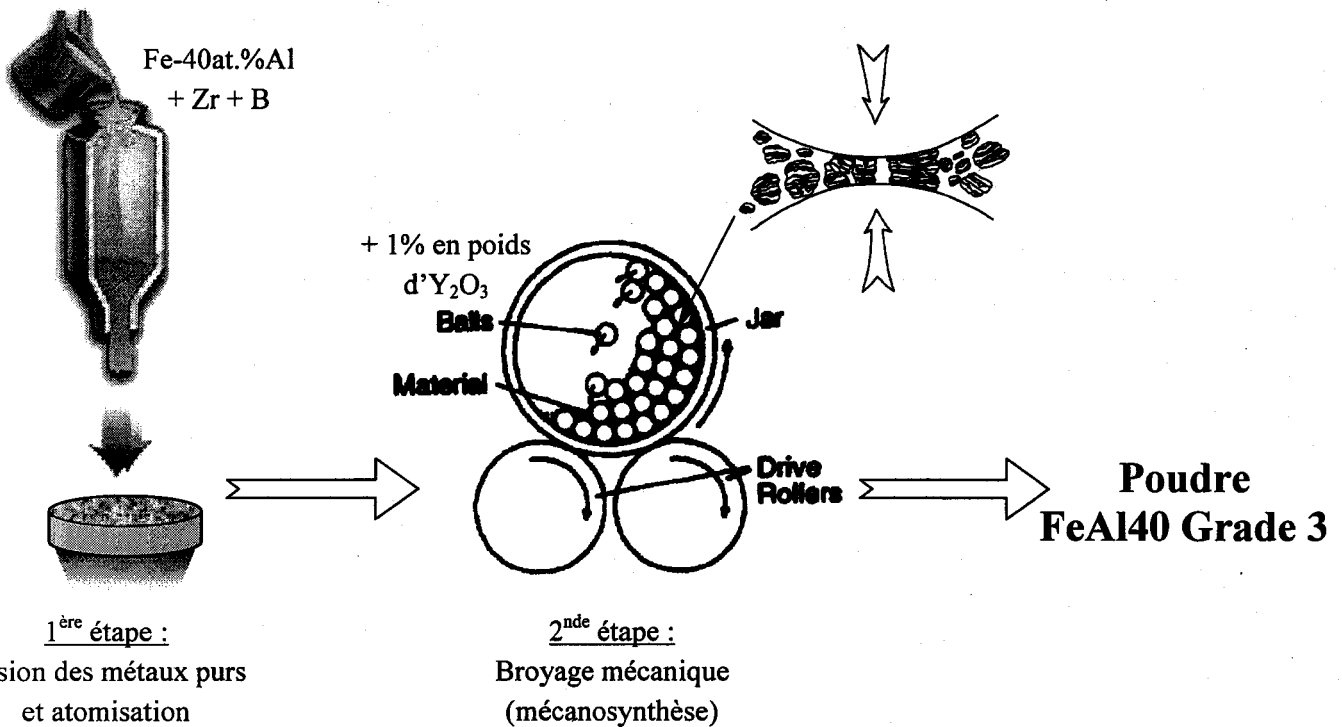


Figure I.4 : Principe d'élaboration de la poudre FeAl40 Grade 3.

La poudre préalliée est obtenue par atomisation sous argon d'un mélange liquide de métaux purs : en grande proportion Fe et Al et en beaucoup plus faible proportion Zr et B. Cette poudre est ensuite disposée dans un broyeur à boulets. Le broyage est réalisé à sec sous atmosphère d'argon afin d'éviter au maximum l'oxydation des particules d'aluminium pendant plusieurs heures. Une fine dispersion d'oxyde d'yttrium, en proportion de 1% en poids, est rajoutée à la poudre préalliée au début de la mécanosynthèse.

La Figure I.5 présente la morphologie et la structure de la poudre à la fin de la mécanosynthèse. Sur le cliché MEB (à gauche), la morphologie de la poudre est cohérente avec l'opération de broyage comprenant de manière répétitive le soudage, la fracture, le ressoudage ... des particules de poudre. Le cliché MET (à droite) montre la structure de la poudre broyée. Les grains ne sont pas clairement définis et la microstructure apparaît fortement déformée. D'après des mesures de clichés de diffraction, Gang et al. ont observé que la mécanosynthèse a conduit à la formation de la phase FeAl désordonnée (b.c.c.) [GANG 03].

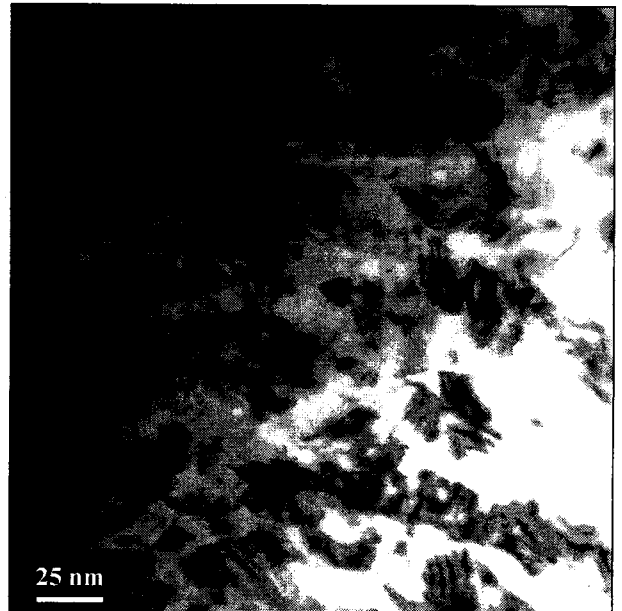
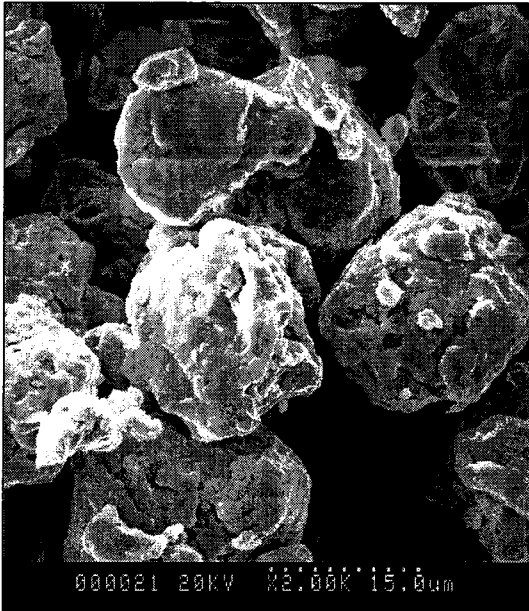


Figure I.5 : Morphologie (à gauche) et structure (à droite) de la poudre FeAl40 Grade 3, d'après [GANG 03].

Le Tableau I.1 ci-dessous reprend la composition chimique exacte de la poudre FeAl40 Grade 3.

Eléments	Fe	Al	Zr	B	O	C	N	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S	Si	H <sub>2</sub> O
Poudre FeAl40 Grade 3	Bal.	23.7	900	25	-	300	-	1	-	-	-

Tableau I.1 : Composition chimique de la poudre FeAl40 Grade 3 produite par le CEA (en ppm du poids total, excepté pour Al et Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en % du poids total).

La dispersion intragranulaire d'oxydes, fine et stable, est ajoutée pour, dans un premier temps, inhiber la recristallisation au cours de l'étape d'extrusion à 1100°C qui suit l'étape de mécanosynthèse puis dans un second temps, améliorer la résistance au fluage et la stabilité thermique [BACCINO 97].

La dispersion permet ainsi de conserver une microstructure fine, qui associée à la résistance des joints de grains accrue par les additions optimisées de B et de Zr, permet de "ductiliser" l'alliage (car la fine taille de grains va contribuer à améliorer la résistance au clivage).

La formabilité de cet alliage renforcé est alors améliorée par rapport à un alliage FeAl "classique" (non ODS) [MORET 96]. Ce dernier serait beaucoup trop fragile pour qu'il puisse être déformé plastiquement au-delà du seuil d'écroutissage critique en vue d'y introduire suffisamment de défauts pour un traitement de recristallisation statique qui sera étudié au Chapitre IV.

### Propriétés

Tout d'abord, il est à signaler que l'ajout de la dispersion d'oxydes d'yttrium n'altère en rien la résistance à l'oxydation de l'alliage renforcé [MONTEALEGRE 00]. Au contraire, elle semble favoriser la formation de la couche protectrice d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-α à basse température, que ce soit au tout début d'un traitement thermique à 900°C ou après 100 heures [MONTEALEGRE 03]. De plus, sur cet alliage, l'épaisseur et l'interface de la couche d'alumine sont parfaitement uniformes.

L'alliage FeAl40 Grade 3 à grains fins présente une ductilité maximale en température et atmosphère ambiantes, associée à une résistance mécanique et une tenue en fluage améliorées pour justifier des applications industrielles [MORET 96, BACCINO 97, REVOL 01]. La limite élastique de l'alliage est alors de 894 MPa, la limite à rupture de 1147 MPa et l'allongement de 6.4% [MORET 96].

La microstructure de l'alliage est très fine ( $\approx 1 \mu\text{m}$ ) et sa texture consiste en une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion [MORET 96]. Ces propriétés microstructurales seront rappelées au paragraphe IV.2.2 du Chapitre IV.

Sa densité est de  $5.9 \text{ g.cm}^{-3}$ . Ainsi, en raison de cette faible densité et de ses propriétés mécaniques élevées, les principaux points forts de l'alliage intermétallique FeAl40 Grade 3 élaboré par mécanosynthèse concernent ses propriétés spécifiques, c'est-à-dire rapportées à la densité.

Sur la Figure I.6 (d'après [BACCINO 97]), la résistance mécanique spécifique ( $R_e/\rho$ ) et la rigidité spécifique ( $\sqrt{E}/\rho$ ) sont comparées à celles de trois alliages industriels largement utilisés, en particulier en aéronautique (alliage d'aluminium AA 2024, alliage de titane TA6V et superalliage base nickel IN 718). Dans la gamme de température 200-400°C, la résistance spécifique de l'alliage FeAl40 Grade 3 est supérieure à celle des autres alliages considérés. À toute température, sa rigidité spécifique est supérieure de plus de 20% à celle des trois autres alliages.

L'alliage FeAl40 Grade 3 présente donc un très bon compromis entre la tenue à haute température et la ductilité à basse température (allongement  $> 6\%$ ). La mécanosynthèse permet d'apporter une solution aux deux défauts classiques de ces matériaux à savoir leur fragilité à température ambiante et leur résistance mécanique insuffisante à chaud. La réduction de la taille de grains obtenue grâce au broyage augmente la ductilité à froid ainsi que la limite d'élasticité (loi de Hall-Petch). La faible taille des grains réduit la sensibilité du matériau vis-à-vis de l'environnement mais cette dernière demeure toujours [LAUNOIS 96, LAUNOIS 99]. À haute température, les propriétés mécaniques (en particulier, la résistance au fluage) sont nettement améliorées par la présence de la dispersion d'oxydes jusqu'à environ 700°C.

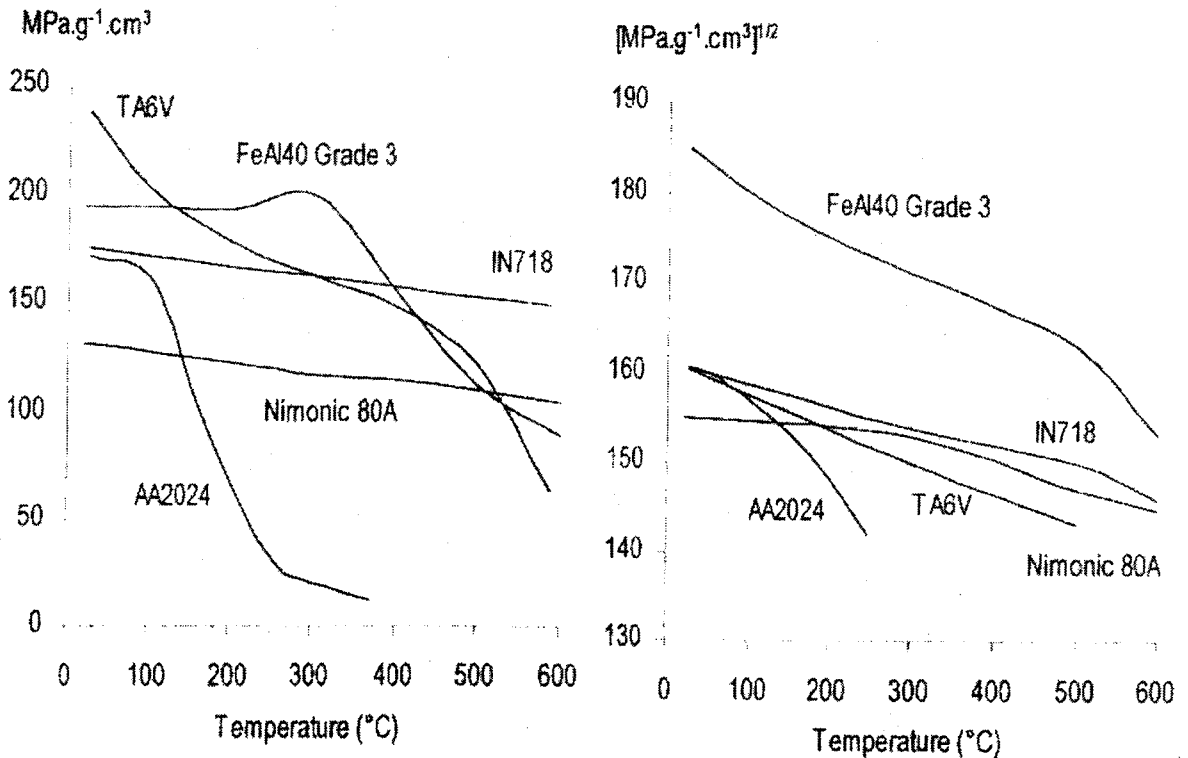


Figure I.6 : Résistance mécanique spécifique (graphique de gauche) et rigidité spécifique (graphique de droite) de l'alliage FeAl40 Grade 3. Comparaison avec plusieurs alliages commerciaux, d'après [BACCINO 97].

## I.5-Concepts généraux de la recristallisation

L'objectif de ce paragraphe est de rappeler les mécanismes généraux régissant la formation et l'évolution des microstructures et des textures d'un matériau métallique après un traitement thermomécanique au cours duquel la recristallisation joue un rôle important. Le terme "recristallisation" est très général et regroupe plusieurs mécanismes plus précis en fonction du traitement thermomécanique appliqué.

Deux types de traitements thermomécaniques sont à distinguer : (i) la déformation à chaud seule au cours de laquelle peut se produire la recristallisation dynamique (influence du procédé d'élaboration étudiée au Chapitre III), (ii) la déformation à froid suivie d'un traitement thermique au cours duquel peut se produire la recristallisation statique (influence d'un traitement de recristallisation statique faisant l'objet du Chapitre IV).

### I.5.1-La recristallisation statique

Un métal déformé plastiquement va contenir de très nombreux défauts réticulaires, des lacunes et des interstitiels isolés ou en amas ainsi que des dislocations et des défauts d'empilement. Il est ainsi très éloigné de l'équilibre thermodynamique [ADDA 86].

Dans le cas de la recristallisation statique, le retour à l'équilibre thermodynamique se fait au moyen de trois stades successifs, décrits ci-dessous, en fonction de la température [ADDA 86, HUMPHREYS 96].

**(i) La restauration**

Tout d'abord, lorsque le métal écroui est maintenu à une température inférieure à la température de recristallisation, généralement de l'ordre de  $0.4 T_f$  ( $T_f$  étant la température de fusion en K), a lieu le phénomène de restauration. Ce phénomène consiste en un réarrangement et une diminution des défauts engendrés par l'écrouissage. D'un point de vue thermodynamique, il est observé la diminution de l'enthalpie libre par la faible diminution (réarrangement) des défauts.

Plus précisément, la restauration complète du matériau s'effectue en trois étapes successives :

- (i)* Sous l'effet de la température, des dislocations s'annihilent tandis que d'autres plus mobiles glissent.
- (ii)* La "montée" des dislocations conduit à leur enchevêtrement.
- (iii)* Cet enchevêtrement va aboutir à la formation de configurations plus stables, appelées parois de dislocations. Cette réorganisation en réseaux forme des cellules polygonales, il s'agit du phénomène de polygénisation.

**(ii) La recristallisation primaire**

Pour les plus hautes températures, au bout d'un temps d'autant plus bref que la température est élevée, apparaît un nouveau phénomène : la recristallisation primaire. Dans le métal préalablement écroui et légèrement restauré, les cellules polygonales se transforment en sous-grains ou en grains. Par rapport à la restauration, la diminution de l'enthalpie libre au cours de la recristallisation primaire est plus importante par l'annihilation des défauts.

La recristallisation primaire est un mécanisme de germination de nouveaux grains qui vont grossir pour envahir progressivement l'ensemble du métal. La densité de "germes" est fonction du taux d'écrouissage de la structure. En effet, le nombre de germes augmente avec le taux d'écrouissage initial.

À la fin de la recristallisation primaire, les dislocations ont presque totalement disparu et la texture est généralement modifiée à la différence de la restauration qui conserve pratiquement l'orientation locale d'écrouissage. Il est à signaler que la recristallisation primaire ne se produit qu'après un écrouissage minimal du matériau initial appelé "écrouissage critique". Plus cet écrouissage est faible, plus il faut élever la température pour observer les nouveaux grains en un temps de maintien donné. Inversement, plus la température de recuit est élevée, plus vite apparaît la recristallisation. La taille finale du grain est plus petite si l'écrouissage préalable a été plus important. L'énergie nécessaire à la recristallisation est fournie par les nombreuses dislocations que contient le métal restauré.

**(iii) La croissance des grains**

Lorsque le métal est entièrement recristallisé, un grossissement des grains a lieu si le recuit est prolongé. Certains d'entre eux consomment leurs voisins par mouvement des joints.

Si la taille du grain reste homogène dans l'ensemble de l'échantillon, la croissance est dite normale. La force motrice pour cette absorption d'un grain "faible" par un autre grain plus "fort" provient de la réduction de l'aire totale des joints de grains, cette force est beaucoup plus faible que la force motrice pour le déplacement d'un joint dans la recristallisation primaire. Au fur et à mesure que la taille moyenne des grains s'élève, la force motrice a tendance à diminuer et la croissance à ralentir. Au cours de la croissance des grains, la diminution de l'enthalpie libre est plus modérée par la diminution de l'énergie d'interface (joints de grains).

La texture de croissance des grains peut être différente de celle obtenue à la fin de la recristallisation primaire comme cela a été observé, par exemple dans le cas du titane faiblement allié T40, par Wagner et al. [WAGNER 02].

Dans ce processus de croissance des grains est également incluse la croissance exagérée au cours de laquelle certains grains grossissent plus par rapport au reste de la microstructure recristallisée. Cette croissance anormale est également appelée “recristallisation secondaire”.

### Continuité ou discontinuité des mécanismes

La recristallisation primaire est la formation d’une nouvelle microstructure qui résulte schématiquement, de la succession d’une étape de germination de nouveaux grains puis d’une étape de croissance de ces nouveaux grains en consommant toute la matrice écrouie.

Dans une revue détaillant les principaux mécanismes de recristallisation, Doherty et al. établissent clairement les distinctions qui existent entre deux types de transformations résultant de la germination et de la croissance de nouveaux grains selon une terminologie définie à partir de considérations thermodynamiques [DOHERTY 97].

Lorsque des matériaux déformés plastiquement sont traités thermiquement, la restauration (l’annihilation et la migration des dislocations qui se regroupent en cellules) qui a lieu avant et qui continue pendant la recristallisation en élargissant le grain et aussi la croissance normale des grains sont des transformations du type Gibbs II. Il s’agit de phénomènes “continus” ou homogènes à travers tout l’échantillon.

À ce concept s’opposent les transformations du type Gibbs I correspondant à une localisation des phénomènes telle qu’elle peut être rencontrée lors de la recristallisation primaire et la croissance anormale des grains. Il s’agit alors de phénomènes “discontinus”. L’utilisation des termes habituels de “germination et croissance” faisant référence à la transformation du type Gibbs I est basée sur les deux étapes distinctes du mécanisme : la naissance de nouveaux grains et leur croissance.

La Figure I.7 schématise les concepts associés à la différenciation des phénomènes continus et discontinus.

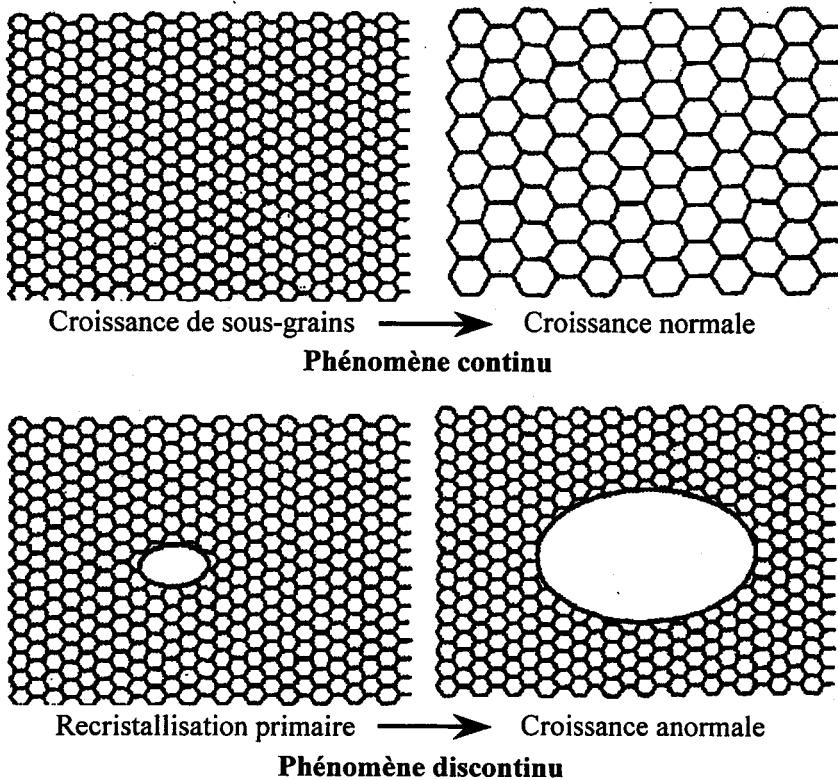


Figure I.7 : Illustrations des phénomènes continus ou discontinus de l'évolution d'une microstructure chauffée, d'après [HUMPHREYS 97a].

### Croissance des grains en présence de particules

La croissance des grains est en théorie limitée par les particules d'oxydes qui freinent la mobilité des joints de grains. Cette force de freinage dépend fortement de la taille, de la fraction volumique et de la distribution des particules dans le matériau. Zener a défini la valeur de cette force de freinage sur un joint de grain plan (2D) dans le cas d'une distribution aléatoire des particules sphériques par [HUMPHREYS 96] :

$$P_z = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_v \cdot \gamma}{r} \quad (\text{Eq. 1})$$

avec  $P_z$  la pression de Zener exercée par les particules sur une unité d'aire de joint de grain [ $\text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ ],  
 $F_v$  la fraction volumique de la distribution aléatoire des particules,  
 $\gamma$  l'énergie spécifique du joint de grain [ $\text{J} \cdot \text{m}^{-2}$ ] (identique pour tous),  
 $r$  le rayon des particules sphériques [m].

La croissance des grains va cesser quand  $P = P_z$ ,  $P$  étant la pression sous laquelle le joint de grain est mobile, d'où la relation :

$$\frac{\alpha \cdot \gamma}{R} = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_v \cdot \gamma}{r} \quad (\text{Eq. 2})$$

avec  $\alpha$  une constante.

Si le rayon moyen des grains est pris égal au rayon moyen de courbure  $R$  des joints (les grains sont assimilés à des sphères), la taille limite des grains est alors :

$$D_z = \frac{4}{3} \cdot \frac{\alpha \cdot r}{F_v} \quad (\text{Eq. 3})$$

(i) **Diamètre de Zener.** Le choix de la constante  $\alpha$  égale à 1 donne la taille limite des grains de Zener,  $D_{Zener}$ , avec laquelle la croissance des grains va cesser sous l'influence du freinage des particules :

$$D_{Zener} = \frac{4}{3} \cdot \frac{r}{F_v} \quad (\text{Eq. 4})$$

Pour le matériau extrudé à 1100°C avec un rapport de 14:1 à partir de la poudre FeAl40 Grade 3, le rayon moyen des particules vaut 0.009  $\mu\text{m}$  (d'après [LENHARD 01]), et  $F_v$  approximativement 0.01 puisque les particules d'oxydes représentent 1% en poids de l'alliage et la masse volumique de l'oxyde  $\text{Y}_2\text{O}_3$  vaut 5.01  $\text{g}/\text{cm}^3$  ce qui n'est pas trop éloigné de celle de l'alliage FeAl40 Grade 3 valant 5.9  $\text{g}/\text{cm}^3$ . D'où en remplaçant ces données dans l'équation 3, la taille des grains limite de Zener  $D_{Zener}$  vaut 1.2  $\mu\text{m}$ . Cette valeur, très proche de la taille des grains moyenne mesurée expérimentalement (soit 1.1  $\mu\text{m}$ , voir le paragraphe IV.2.2 du Chapitre IV), laisse prévoir la stabilité de la microstructure lors de traitements thermiques, la dispersion d'oxydes est efficace pour freiner la mobilité des joints de grains.

(ii) **Nombre de Zener.** L'apparition de la croissance normale ou de la croissance anormale des grains peut être prédite par la valeur du nombre adimensionné de Zener défini par [HUMPHREYS 97b] :

$$Z = \frac{3 \cdot F_v \cdot R}{d} \quad (\text{Eq. 5})$$

avec  $R$  le rayon moyen des grains assimilés à des sphères [ $\mu\text{m}$ ],  
 $d$  le diamètre des particules [ $\mu\text{m}$ ].

Selon la valeur de ce nombre, plusieurs régimes de croissance peuvent être prédits [HUMPHREYS 97b] :

$Z = 0$	Croissance normale des grains
$0 < Z < 0.1$	Elargissement de la distribution de la taille des grains
$0.1 < Z < 0.25$	Croissance anormale et croissance normale des grains
$0.25 < Z < 1$	Croissance anormale uniquement
$Z > 1$	Aucune croissance, la microstructure reste stable

Ces régimes sont représentés sur le graphique de la Figure I.8 où la taille moyenne des grains est tracée en fonction du niveau de dispersion des particules. Lorsque  $Z$  vaut 0.6, la condition pour qu'un grain dont le diamètre est 2.5 fois supérieur à la taille moyenne de la microstructure croisse anormalement est satisfaite. Pour le matériau extrudé à 1100°C avec un rapport de 14:1 à partir de la poudre FeAl40 Grade 3,  $Z$  vaut 0.91 ce qui signifie que s'il doit y avoir une croissance des grains au cours d'un traitement thermique, il s'agira exclusivement de croissance anormale. Ceci a été vérifié par de nombreux auteurs lorsque le matériau est traité thermiquement à de très hautes températures ( $\approx 1300^\circ\text{C}$ ) [MORRIS 97, PIROT 97, CERRI 99, SAMAJDAR 98, MORRIS 00, LENHARD 01]. La croissance anormale de l'alliage FeAl40 Grade 3 sera traitée plus en détail dans la seconde partie du paragraphe I.7.1 du présent chapitre.



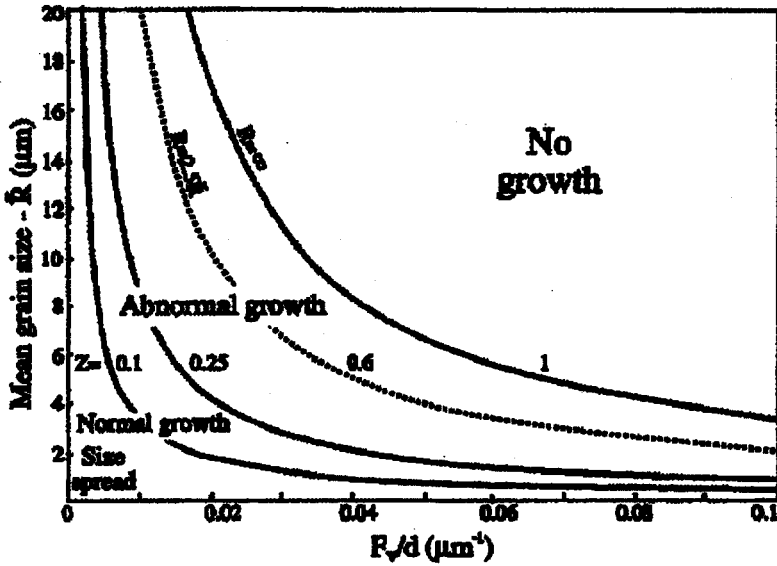


Figure I.8 : Les différents régimes de croissance représentés par la taille moyenne des grains en fonction du niveau de la dispersion des particules. (...) correspond à  $Z = 0.6$ , qui est la condition pour la croissance anormale d'un grain de diamètre 2.5 fois le diamètre moyen de toute la microstructure, d'après [HUMPHREYS 97b].

Lorsque la distribution des particules n'est pas uniforme, et plus précisément que les particules sont alignées, la pression de Zener peut être corrigée en tenant compte de l'espacement entre l'alignement des particules et de la largeur de cet alignement schématisés sur la Figure I.9. La portion de joint de grain AB évoluant parallèlement à l'alignement subit une pression de freinage des particules telle que [HUMPHREYS 96] :

$$P_{Pz} = \frac{P_z \cdot L}{t} \tag{Eq. 6}$$

avec  $L$  l'espacement entre l'alignement des particules [ $\mu\text{m}$ ],  
 $t$  l'épaisseur de cet alignement [ $\mu\text{m}$ ].

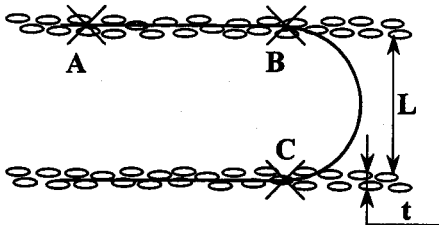


Figure I.9 : Joint de grain évoluant entre des alignements de précipités, d'après [HUMPHREYS 96].

## 1.5.2-La recristallisation dynamique

Lorsque un métal est déformé sous de hautes températures, les mécanismes de déformation, de restauration et de recristallisation sont simultanés. À la différence de la recristallisation statique, le retour à l'équilibre thermodynamique n'a pas lieu au cours d'un traitement thermique postérieur à la déformation mais en même temps que la déformation. La restauration et la recristallisation sont alors qualifiées de "dynamique".

### La restauration dynamique

Les modifications microstructurales induites par la restauration dynamique sont globalement similaires à celles de la restauration statique. Lorsque la densité de dislocations augmente au cours de la déformation, certaines d'entre elles s'annihilent du fait de la haute température de déformation, d'autres plus mobiles glissent et s'enchevêtrent. Si la déformation augmente, et par conséquent la densité de dislocations, une microstructure contenant de nombreux sous-grains faiblement désorientés se développe [HUMPHREYS 96].

La texture n'est pas modifiée au cours de la restauration dynamique, il s'agit toujours de la texture de déformation.

### La recristallisation dynamique discontinue

Le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue peut se décrire ainsi. De nouveaux grains germent le long d'anciens joints de grains. Mais, en même temps que le matériau continue de se déformer à haute température, la densité de dislocations au sein des nouveaux grains augmente, ce qui réduit leur croissance. De ce fait, les nouveaux grains recristallisés cessent de croître et restent petits. Un autre facteur peut limiter la croissance des nouveaux grains, il s'agit de la germination d'autres nouveaux grains le long des précédents joints de grains mobiles [HUMPHREYS 96].

La recristallisation dynamique discontinue n'est pas instantanée dès que le matériau est déformé à chaud, il faut dépasser un certain seuil de déformation, le seuil de déformation critique.

Imayev et al. ont étudié la déformation à chaud d'un alliage Fe-40Al-0.1Zr-0.02B-0.001C (at.%) renforcé par des particules intermétalliques  $Fe_6Al_6Zr$ . La taille des grains initiale de l'alliage était de 100  $\mu m$ . La déformation à chaud est effectuée par des essais de compression de 10, 30, 50 et 75% réalisés entre 600 et 900°C. Lors de la compression de 75% à 900°C, de nouveaux petits grains sont clairement observés dans la microstructure, ils se sont développés par recristallisation dynamique discontinue. Pour ces auteurs, l'apparition de la recristallisation dynamique est régie par les systèmes de déformation. Dans la gamme de températures comprises entre 600 et 700°C, la déformation s'effectue le long de superdislocations  $a\text{-}\langle 111 \rangle$ . À partir de 750°C, le mécanisme de restauration dynamique est observé et la déformation commence à s'effectuer le long de dislocations parfaites  $a\text{-}\langle 100 \rangle$ . Entre 750 et 900°C et lorsque la compression est supérieure ou égale à 30%, la recristallisation dynamique est activée. Les auteurs expliquent ces observations par le fait que les dislocations  $a\text{-}\langle 111 \rangle$  ne sont pas aptes à migrer pour se regrouper en cellules et donner naissance à des germes de nouveaux grains. D'après Imayev et al., le changement de direction de glissement des dislocations de  $\langle 111 \rangle$  vers  $\langle 100 \rangle$  favorise le développement de la recristallisation dynamique, même si aux plus hautes températures de déformation, la densité de dislocations diminue [IMAYEV 95].

La recristallisation dynamique continue

La recristallisation dynamique continue se distingue de la recristallisation dynamique discontinue par le fait qu'il n'y a pas germination de nouveaux grains [HUMPHREYS 96]. Par exemple, lors de la compression à chaud d'un métal polycristallin, des sous-grains se développent à l'intérieur des grains et les joints de grains fortement désorientés prennent une forme ondulée sous l'effet de la compression. Plus la déformation augmente et plus la densité de dislocations augmente, leur migration à travers les sous-grains aux sous-joints augmente la désorientations des sous-joints. Dans le cas de très fortes déformations, les joints de grains fortement désorientés sont amenés à se rencontrer les uns et les autres et du fait que la taille des sous-grains reste approximativement constante pendant la déformation, les joints de grains les plus fortement désorientés se retrouvent alors séparés par quelques sous-grains. Ce mécanisme peut se poursuivre éventuellement jusqu'à ce que la distance qui sépare les joints de grains les plus fortement désorientés soit égale à la taille des sous-grains. Une microstructure de petits grains est alors observée.

Ce procédé, également appelé recristallisation dynamique géométrique (GDRX), est schématisé à la Figure I.10. Les joints de grains sont représentés en traits épais et les sous-joints en traits plus fins.

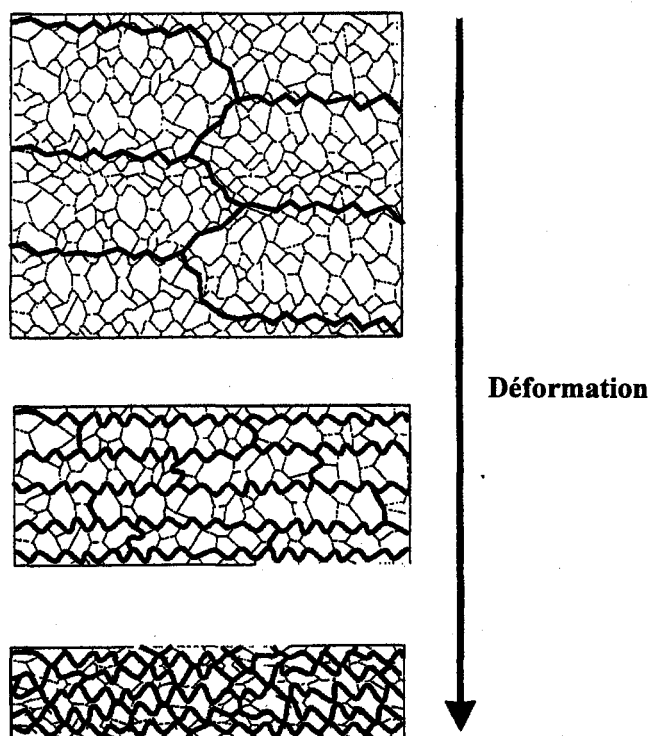


Figure I.10 : Schématisation de la recristallisation dynamique géométrique, d'après [HUMPHREYS 01a].

La recristallisation dynamique géométrique a été abondamment observée dans des alliages d'aluminium pouvant être déformés à des taux très importants. De plus, il a été observé qu'une fine dispersion de particules peut inhiber ce mécanisme en empêchant la facile mobilité des joints de grains qui est nécessaire pour que ce mécanisme de recristallisation dynamique géométrique ait lieu [HUMPHREYS 01a]. Il est également nécessaire que la taille des grains du matériau avant la déformation soit importante. La recristallisation dynamique continue a déjà été observée pour des intermétalliques fer-aluminium non renforcés. Lin et Liu ont effectué des déformations superplastiques par elongation (jusqu'à 290%) à 1000°C sur des alliages Fe-36.5Al-2Ti (at.%) dont la taille des grains initiale était de 350  $\mu\text{m}$ . Après déformation, elle était comprise entre 20 et 30  $\mu\text{m}$ . La super déformation induit un glissement des dislocations, puis leur multiplication et leur enchevêtrement sont accommodés par le glissement des joints des sous-grains

développés au cours de la déformation. La migration et la rotation de ces sous-grains sont en accord avec le modèle de recristallisation dynamique continue développé par Lin et Liu [LIN 02].

À la différence de la restauration dynamique, les recristallisations dynamiques continue et discontinue peuvent générer des modifications des textures.

## **1.6-Recristallisation statique des intermétalliques FeAl ordonnés**

### **1.6.1-Généralités**

Les mécanismes de restauration, recristallisation et croissance des grains d'un alliage intermétallique ordonné sont similaires à ceux d'un métal ou d'un alliage "classique".

Toutefois, pour un alliage intermétallique ordonné, les cinétiques de ces mécanismes sont beaucoup plus lentes en-dessous de la température critique d'ordre/désordre [HUMPHREYS 96, BAKER 00].

Ces spécificités ont été observées pour l'intermétallique FeAl. En effet, Yang et Baker ont effectué une étude de recristallisation en utilisant des indentations pour déformer une première série d'alliages FeAl fondus à 40, 43, 45, 48 et 50at.%Al et une seconde série d'alliages fondus à 40, 45 et 50at.%Al dopés à 0.12at.%B puis extrudés [YANG 96]. Ces auteurs ont observé que les cinétiques de recristallisation de ces matériaux sont corrélées au degré d'ordre et en augmentant le degré d'ordre, la température de recristallisation augmente et la vitesse de croissance des grains diminue. De plus, l'effet du bore retarde la recristallisation et contribue également à ralentir la croissance des grains [YANG 96].

### **1.6.2-Influence de l'écroutissage sur la structure ordonnée**

Si l'écroutissage du matériau est très important, par des déformations très élevées, l'alliage initialement ordonné devient peu à peu désordonné pour recristalliser à la même cinétique qu'un alliage initialement non ordonné [BAKER 00].

Quelques travaux ont concerné l'étude de l'influence de l'ordre sur les mécanismes de recristallisation des intermétalliques.

Ainsi, Morris et Gunther ont étudié l'influence de l'ordre sur la restauration et la recristallisation d'un alliage Fe<sub>3</sub>Al [MORRIS 95]. En fonction des traitements thermiques (température + refroidissement), des matériaux ordonnés B<sub>2</sub> ou DO<sub>3</sub> ont été déformés de 33% par laminage à froid puis chauffés afin de les recristalliser. Les travaux de Morris et Gunther montrent que l'ordre de l'état initial (B<sub>2</sub> ou DO<sub>3</sub> avant la recristallisation) n'influence pas les mécanismes et les cinétiques de restauration et de recristallisation puisque les fortes déformations à froid induisent la destruction de l'ordre DO<sub>3</sub> et perturbent significativement l'ordre B<sub>2</sub> [MORRIS 95].

Huang et Froyen ont étudié la restauration, la recristallisation et la croissance des grains dans un alliage Fe<sub>3</sub>Al laminé à chaud de 70% dans le domaine B<sub>2</sub> [HUANG 02]. De la même façon qu'un métal conventionnel, les traitements thermiques postérieurs à la déformation induisent le réarrangement des dislocations, la formation de sous-grains, la recristallisation et la croissance des grains. L'ordre partiellement détruit lors de la déformation est retrouvé au cours des traitements thermiques. Ces auteurs ont également observé une augmentation de la dureté du matériau avec le temps de chauffage, ils imputent cette augmentation au retour de l'ordre [HUANG 02].

## 1.7-Recristallisation des matériaux ODS

Concernant plus particulièrement l'alliage renforcé FeAl40 Grade 3, un autre facteur va affecter l'apparition de la recristallisation. Il s'agit de la dispersion d'oxydes qui peut retarder d'une part, la restauration en réduisant la mobilité des dislocations et d'autre part la recristallisation en diminuant la mobilité des joints de grains.

Ce paragraphe présente de nombreux travaux concernant la recristallisation de matériaux renforcés par une dispersion d'oxydes suite à des traitements thermomécaniques : (i) l'alliage FeAl40 Grade 3, (ii) l'alliage intermétallique ODS NiAl ordonné  $B_2$  (comme l'alliage FeAl) et (iii) des aciers et des superalliages ODS. L'intérêt fondamental porté à ces derniers matériaux se justifie par les nombreux résultats disponibles dans la littérature dus à leur présence très répandue dans les industries aéronautique, aérospatiale et nucléaire. Ces résultats serviront à discuter les résultats du Chapitre IV concernant la recristallisation statique de l'alliage FeAl40 Grade 3. En effet, comme pour les aciers et les superalliages ODS, la phénoménologie de la recristallisation de l'alliage FeAl40 Grade 3 est très influencée par la dispersion d'oxydes dans le matériau.

### 1.7.1-Recristallisation de l'alliage ODS Fe-40at.%Al

#### Stabilité de la microstructure jusqu'à 1200°C

La microstructure de l'alliage ODS Fe-40at.%Al reste relativement stable lors de traitements thermiques d'une heure à 1200°C. En effet, sur un alliage de composition très proche à celle de l'alliage FeAl40 Grade 3 qui sera étudié au Chapitre III, Garcia Oca et al. n'ont observé qu'un léger grossissement des grains et des particules d'oxydes, respectivement entre l'état brut d'extrusion et après le traitement thermique de 0.5  $\mu\text{m}$  à 2  $\mu\text{m}$  pour la taille des grains et de 12 nm à 30 nm pour celle des particules [GARCIA OCA 03].

Dans ces conditions de traitement thermique, l'énergie stockée d'activation nécessaire pour initier la recristallisation et permettre aux joints de grains de migrer au travers des particules n'est pas suffisante.

Quant à la texture, elle n'évolue pas par rapport à la texture du matériau brut d'extrusion consistant toujours ainsi en une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion, aucune autre composante minoritaire n'est détectée [LENHARD 99].

#### Effets d'un traitement thermique à 1300°C

Suite à des traitements thermiques à plus haute température, à savoir 1300°C (soit 0.95  $T_f$ ,  $T_f$  étant de 1380°C) et sans écrouissage préalable, il a été observé que le matériau recristallise par un mécanisme de recristallisation secondaire.

Les microstructures qui en résultent sont toujours grossières avec de larges grains très allongés dans l'axe d'extrusion. Ainsi, plusieurs auteurs ont mesuré des tailles des grains comprises entre 50 et 300  $\mu\text{m}$  sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion et ces grains sont allongés de plusieurs millimètres sur une coupe parallèle à l'axe d'extrusion [MORRIS 97, PIROT 97, CERRI 99, SAMAJDAR 98, MORRIS 00, LENHARD 01]. Cette modification microstructurale résulte d'un mécanisme de croissance exagérée (ou croissance anormale). La température à laquelle elle a lieu se situe bien au-dessus de la température de transition de la structure ordonnée  $B_2$  à la structure désordonnée  $A_2$  du matériau estimée par calorimétrie différentielle à  $1230^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$  [PIROT 97, SAMAJDAR 98].

À la température de 1300°C, cette croissance exagérée est très rapide, elle est déjà observée pour de courts traitements thermiques, par exemple après 5 minutes [LENHARD 01] et elle est indépendante de la vitesse de montée en température, par exemple 20°C/min. ou 600°C/min. [SAMAJDAR 98]. L'action des particules d'oxydes pour inhiber la recristallisation est alors inefficace. Lors de ces traitements thermiques, à la croissance exagérée des grains s'ajoute également la croissance des particules, croissance qui est associée à leur coalescence (leur taille peut atteindre 150 nm). À la température de traitement thermique de 1300°C, la mobilité des joints de grains est telle que l'action des particules devient insuffisante [MORRIS 97, MORRIS 00]. Ces derniers auteurs indiquent également que la nature des particules d'oxydes a changé après traitement thermique à 1300°C, elles se sont transformées en un oxyde complexe suite à une réaction entre les particules d' $Y_2O_3$  initialement dispersées et la matrice FeAl.

La modification drastique de la microstructure s'accompagne également d'une modification complète de la texture. Les nouveaux gros grains sont principalement orientés dans la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  parallèle à la direction d'extrusion. Cette texture est la conséquence de la croissance exagérée de quelques petits grains orientés  $\langle 111 \rangle$  contenus dans la texture initiale du matériau brut d'extrusion qui ont consommé les autres [PIROT 97, SAMAJDAR 98, LENHARD 01]. Morris et al. effectuent également les mêmes observations [MORRIS 97, MORRIS 00]. En revanche, un auteur se démarque de ces observations. Ainsi, Cerri et al. ont mesuré une texture composée d'une composante majoritaire  $\langle 211 \rangle$  et d'une autre minoritaire  $\langle 320 \rangle$  [CERRI 99]. Cette différence pourrait être due à l'utilisation de la technique de diffraction des rayons X pour mesurer ces textures, ces mesures étant ensuite traitées pour représenter les textures sous forme de fonction de densité des orientations (ODF). Cette représentation est adaptée pour des textures globales avec des microstructures fines mais inadéquate en présence d'une microstructure si grossière (problème de statistique).

### Influence d'un traitement de recristallisation statique

Concernant l'étude de l'influence d'un traitement de recristallisation statique sur les microstructures et les textures de l'alliage FeAl40 Grade 3, très peu de travaux ont été réalisés.

Comme l'indique la Figure I.11, la taille des grains varie fortement avec la déformation à froid préalable et la température de traitement thermique pendant 1 heure [MORRIS 97].

Ainsi, pour un échantillon déformé à froid par compression de 10% puis traité thermiquement 1 heure à 1100°C, Morris et al. ont observé une microstructure moins grossière que lors d'un traitement thermique à 1300°C sans écrouissage préalable avec une taille des grains de 40  $\mu m$  [MORRIS 97]. La taille des particules évolue plus modérément en passant de 18 nm pour le matériau brut d'extrusion à 23 nm après le traitement thermomécanique.

Pour de faibles déformations, de l'ordre de 5%, suivies du même traitement thermique, les grains sont beaucoup plus larges, environ 500  $\mu m$  sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion, et très allongés de plusieurs millimètres dans l'axe de la barre.

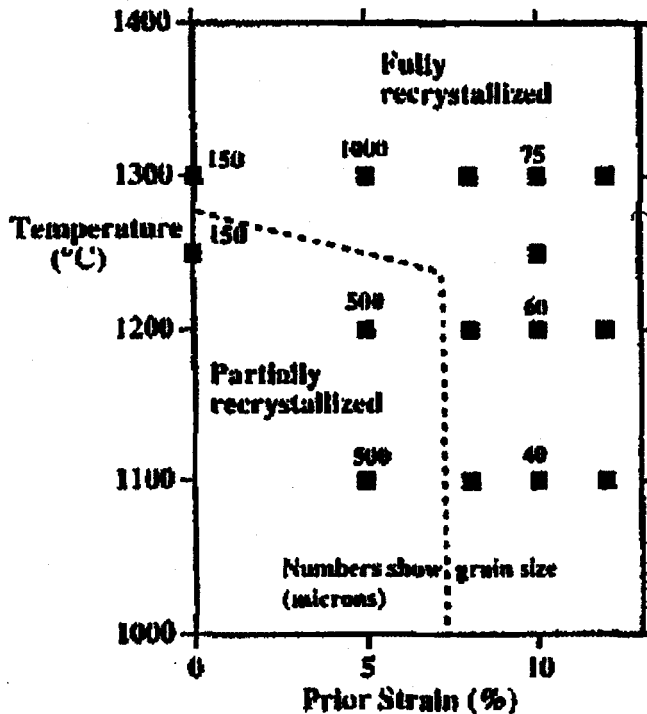


Figure I.11 : Recrystallisation de l'alliage FeAl40 Grade 3 en fonction de la température de traitement thermique pendant 1 heure et de la compression à froid préalable, d'après [MORRIS 97].  
Les tailles de grains dans les zones recrystallisées sont également indiquées.

Concernant la texture de l'échantillon déformé de 10% traité thermiquement 1 heure à 1100°C, elle est peu différente de la texture du matériau brut d'extrusion consistant en une fibre majoritaire  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion [MORRIS 97]. Lors d'une seconde étude, après le même traitement thermomécanique, Morris et Morris ont mesuré une texture mixte, comprenant une fibre  $\langle 110 \rangle$  et une fibre  $\langle 111 \rangle$  d'intensités équivalentes, une autre composante,  $\langle 211 \rangle$ , d'intensité très faible, est également détectée [MORRIS 00].

Les mécanismes aboutissant à de telles modifications de la microstructure et de la texture ne sont pas clairement identifiés.

### 1.7.2-Recrystallisation d'un autre alliage ODS ordonné $B_2$ : NiAl

Quelques travaux ont concerné l'étude de la recrystallisation secondaire d'alliages ODS NiAl. Ces travaux ont tous en commun le fait que la recrystallisation secondaire du matériau est très influencée par une déformation plus ou moins importante de l'alliage avant le traitement thermique de recrystallisation. Peu d'informations sont disponibles concernant les textures de recrystallisation mais davantage sur les microstructures.

#### Alliages ODS NiAl renforcés par $Al_2O_3$

Ur et al. ont étudié l'effet de traitements thermomécaniques sur la microstructure et la texture d'un alliage NiAl élaboré par mécanosynthèse et consolidé selon deux procédés : l'extrusion à 1127°C avec un rapport d'extrusion de 16:1 et le compactage sous hautes pression et température, à savoir 58 MPa et 1150°C [UR 96]. Le renforcement par dispersion d'oxydes est réalisé par une dispersion d' $Al_2O_3$  produite pendant l'étape de la mécanosynthèse.

La texture du matériau extrudé est une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion et celle du matériau compacté est isotrope.

La déformation plastique du matériau est réalisée dans un premier temps par des indentations Rockwell. Après des traitements thermiques d'une heure à des températures comprises entre 1100°C et 1450°C, la recristallisation secondaire n'est pas observée autour de l'indentation réalisée sur le matériau compacté alors qu'elle a été clairement activée autour de l'indentation réalisée sur le matériau extrudé pour des traitements thermiques supérieurs à 1120°C. Afin d'obtenir une microstructure entièrement recristallisée, Ur et al. ont réalisé divers essais de compression axiale à température ambiante ou à chaud suivis d'un traitement thermique d'une heure à 1350°C [UR 96]. Pour une déformation inférieure à 2%, aucun phénomène de recristallisation n'est observée. Pour les échantillons déformés entre 2 et 6% à une température inférieure à 527°C, puis traités thermiquement 1 heure à 1350°C, la recristallisation secondaire complète du matériau a lieu. Pour des déformations supérieures, les auteurs indiquent l'activation du mécanisme de recristallisation primaire. Les grains issus de la recristallisation secondaire sont très larges et très allongés (plusieurs millimètres) dans l'axe d'extrusion. Cette morphologie résulte de l'alignement de la dispersion d'oxydes dans l'axe d'extrusion. À partir de la comparaison des intensités des pics de diffraction, Ur et al indiquent que la texture de ces gros grains est très proche de celle d'extrusion [UR 96]. Ces travaux montrent également que l'apparition de la recristallisation secondaire est dépendante de la texture initiale du matériau avant tout traitement thermomécanique.

Dans une seconde étude, Ur et Nash se sont intéressés plus en détail à la croissance des grains après la recristallisation primaire du même type d'alliage ODS NiAl que précédemment (renforcement par  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et extrusion à 1127°C + rapport d'extrusion de 16:1) [UR 02].

La microstructure du matériau brut d'extrusion est équiaxe avec une taille des grains d'environ 1  $\mu\text{m}$ . La taille des particules est comprise entre 10 et 100 nm.

Après un traitement thermique d'une heure à 1400°C, la croissance normale des grains a lieu, leur taille est de 20  $\mu\text{m}$ , le grossissement des particules d'oxydes est également observé.

Lorsque le matériau est préalablement déformé de 5% par compression axiale à température ambiante, puis traité thermiquement 30 minutes à 1300°C, la recristallisation secondaire a lieu mais le grossissement des particules d'oxydes est beaucoup moins important que dans le cas de la recristallisation par croissance normale des grains. Cette microstructure de gros grains allongés dans l'axe de la barre, associée à la taille des particules d'oxydes qui demeurent fines et qui vont ainsi pouvoir agir efficacement sur la montée des dislocations, confèrent au matériau une excellente résistance au fluage mesurée lors d'essais de compression à 800, 850 et 900°C [UR 02].

### Alliages ODS NiAl renforcés par $\text{Y}_2\text{O}_3$

Grahle et Arzt ont étudié le développement des microstructures issues de la recristallisation secondaire d'un alliage ODS NiAl produit par mécanosynthèse [GRAHLE 97]. Le renforcement de l'alliage est réalisé par une dispersion d'oxydes d'yttrium rajoutée pendant l'étape de mécanosynthèse. La poudre est consolidée par compactage sous 200 MPa à 1100°C pendant 3 heures.

La taille des grains est de 0.9  $\mu\text{m}$ . Celle des particules d'oxydes est bimodale : 16 nm aux joint de grains et environ 2 nm à l'intérieur des grains.

Après un traitement thermique d'une heure à 1327°C, la microstructure reste stable.

Après 1 heure à 1508°C, une fraction volumique de 5% de la microstructure a grossi jusqu'à 70  $\mu\text{m}$  par croissance anormale (ou recristallisation secondaire). Le reste de la microstructure a également grossi, mais plus modérément, par croissance normale (3  $\mu\text{m}$ ).

Après 15 minutes à 1548°C, 94% de la microstructure a recristallisé par recristallisation secondaire (taille des grains de 84  $\mu\text{m}$  et celle des particules de 59 nm), les 6% restant par croissance normale (2.7  $\mu\text{m}$ ).



Ici aussi, une déformation avant le traitement thermique a une influence importante sur la recristallisation secondaire. La déformation est effectuée à chaud par des essais de compression à 1027°C, de 15 à 30%, suivis de traitements thermiques de 15 minutes à 1548°C. Tous ces traitements thermomécaniques conduisent à la recristallisation complète du matériau par recristallisation secondaire. La taille des grains est d'environ 110 µm pour les matériaux préalablement déformés à chaud de 15% et de 170 µm pour ceux préalablement déformés à chaud de 30%. Quant à la taille des particules, elle est de 48 nm (contre 59 nm pour le matériau recristallisé sans déformation).

Le matériau déformé de 15% puis recristallisé présente une excellente résistance au fluage jusqu'à des températures proches de 1450°C par rapport à un alliage NiAl non renforcé recristallisé avec une microstructure grossière et par rapport à l'alliage ODS NiAl initial [ARZT 98]. La taille des grains et la taille des particules d'oxydes apparaissent donc comme des facteurs prépondérants dans la résistance au fluage de l'alliage ODS NiAl.

### 1.7.3-Recristallisation des aciers et des superalliages ODS

#### Généralités

Bhadeshia résume les principales observations effectuées au cours de la recristallisation de ces alliages et en rappelle les principaux mécanismes [BHADESHIA 97]. Les principaux alliages ODS étudiés sont des aciers, dont les désignations et les compositions sont rappelées dans le Tableau I.2 ci-dessous, ou alors des superalliages à base Ni. La phénoménologie de la recristallisation des superalliages ODS à base Ni, par exemple MA 6000 [MURAKAMI 93] et MA 760 [SHA 97], est la même que celle des aciers ODS. La recristallisation de ces superalliages n'est pas corrélée avec la mise en solution des précipités  $\gamma'$ , elle a lieu à une température supérieure à celle de la dissolution des précipités, par exemple pour le superalliage MA 6000, à 1210°C alors que la température de dissolution des précipités est de 1150°C [MURAKAMI 93].

Désignation	C	Cr	Al	Mo	Ti	W	N	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe	Ni
MA 956	0.01	20	4.5	-	0.5	-	0.045	0.5	Bal.	-
MA 957	0.01	14	-	0.3	1	-	0.012	0.27	Bal.	-
PM 2000	< 0.04	20	5.5	-	0.5	-	-	0.5	Bal.	-
MA 760	0.06	19.5	6	-	-	3.4	0.3	1	1.2	Bal.
MA 6000	0.06	15	4.5	-	2.3	3.9	0.2	1.1	1.5	Bal.
PM 1000	-	20	0.5	-	0.3	-	-	0.6	-	Bal.

Tableau I.2 : Composition chimique des principaux aciers (base Fe) et superalliages (base Ni) ODS (en % du poids total).

Ces aciers et superalliages ODS sont fabriqués selon le même procédé que l'alliage FeAl40 Grade 3, c'est-à-dire par une étape de mécanosynthèse de poudres préallliées au cours de laquelle une dispersion d'oxydes d'yttrium est ajoutée suivie d'une étape de consolidation à chaud, généralement de l'extrusion. Comme pour l'alliage FeAl40 Grade 3, ils ont également une microstructure très stable en-dessous de leur température de recristallisation  $T_R$ , cette dernière ayant la particularité d'être très élevée, de l'ordre de 0.9  $T_f$  en dépit de l'importante énergie stockée au cours de l'élaboration.

La principale caractéristique originale des aciers ODS est qu'ils ont tendance à recristalliser sous la forme de très gros grains très allongés dans l'axe de la barre.

Deux raisons sont avancées pour expliquer cette très forte anisotropie de la microstructure recristallisée [BHADESHIA 97]. (i) Il y a tout d'abord l'influence de la zone chauffée sur la barre, qui comme dans le cas d'une solidification directionnelle, peut favoriser la croissance des grains le long du mouvement du gradient de température appliqué. (ii) La dispersion d'oxydes qui inhibe la recristallisation facilite en revanche la structure colonnaire des grains recristallisés car dans le cas d'une barre extrudée, il est clairement établi que les particules d'oxydes tendent à s'aligner le long de la direction d'extrusion. Cette distribution des particules non uniforme génère une anisotropie morphologique des grains.

Le contrôle de la microstructure des aciers ODS lors de leurs recristallisations a suscité de nombreux travaux. Ce contrôle a souvent pour objectif de favoriser une microstructure de gros grains colonnaires dans la direction de la barre, ce qui présente un intérêt important pour des applications industrielles spécifiant une résistance au fluage élevée mais selon les conditions de déformation et de recuit, deux types de microstructures, larges et allongées ou équiaxes, sont observées.

### Recristallisation après une déformation hétérogène

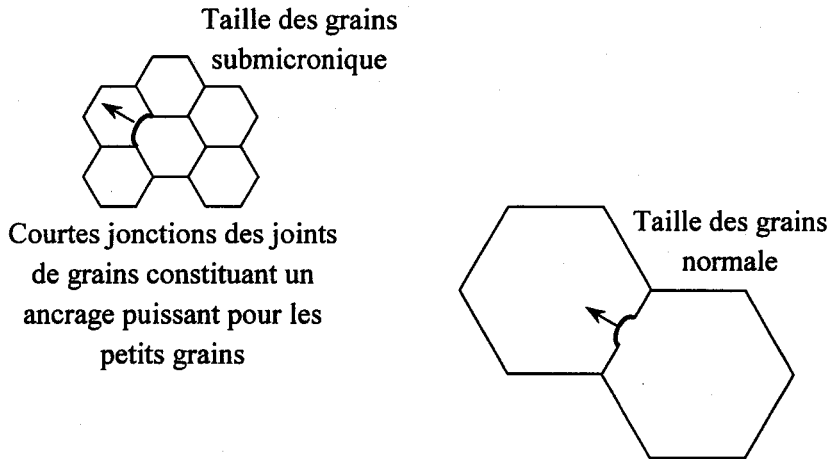
Capdevilla et al. ont étudié la recristallisation d'un acier ODS, l'alliage PM 2000, déformé à froid après l'extrusion [CAPDEVILA 01a, CAPDEVILLA 01b]. Il s'agit d'étudier l'influence d'une déformation hétérogène sur les géométries des microstructures recristallisées.

Le matériau est obtenu par mécanosynthèse de la poudre préalliée au cours de laquelle la dispersion d'oxydes d'yttrium est ajoutée. La poudre est ensuite compactée sous hautes pression et température pour obtenir la préforme d'un tube. Cette préforme est ensuite extrudée à la température de 1000°C. Le diamètre externe du tube est de 53 mm et le diamètre interne de 49 mm. La microstructure du tube brut d'extrusion consiste en des grains équiaxes de ferrite de 0.5  $\mu\text{m}$ . Le tube est ensuite déformé à froid selon la procédure suivante. Il est maintenu par un mandrin placé à l'intérieur puis il subit une contrainte de compression par l'action de trois galets, espacés de 120°, en appuis sur sa périphérie externe. Ce procédé est différent du martelage rotatif qui sera présenté au Chapitre III car les galets ne frappent pas le tube. Lorsque ces trois galets tournent en pressant le tube, ils l'allongent mais le mandrin intérieur étant fixe, la déformation totale du tube est une combinaison de torsion et d'extrusion. La déformation est plus importante sur la périphérie externe du tube par l'action des trois galets que sur la périphérie interne immobilisée par le mandrin stationnaire. Les particules d'oxydes sont alignées dans l'axe du tube après l'extrusion. La combinaison de la torsion et de l'extrusion va tourner cet alignement selon un arrangement hélicoïdal dans l'espoir que le matériau recristallise avec des gros grains allongés et hélicoïdaux par rapport à l'axe du tube afin d'améliorer la résistance au fluage.

Deux déformations combinées sont étudiées, l'une diminuant l'épaisseur du tube de 72%, tube "T1" (épaisseur de 4 mm à 1.4 mm), et l'autre de 90%, tube "T2" (épaisseur de 4 mm à 0.6 mm). Après 1 heure de traitement thermique, la température de recristallisation  $T_R$  du tube "T1" est de 1190°C sur la périphérie interne du tube et de 835°C sur la périphérie externe, elle est donc plus faible dans la zone la plus déformée. Celle du tube "T2" est de 1200°C sur la périphérie interne et de 1175°C sur la périphérie externe, ce tube est déformé à un taux plus élevé, la déformation est donc mieux répartie ce qui explique une température  $T_R$  plus homogène que celle du tube moins déformé.

La recristallisation des deux tubes est totalement différente. Alors qu'elle est initiée près de la périphérie externe du tube "T1", elle est initiée au centre du tube "T2". Mais surtout, les grains recristallisés sont beaucoup plus fins et équiaxes dans le tube "T1", tandis qu'ils sont plus larges et plus allongés dans le tube "T2" [CAPDEVILA 01a]. Or, le tube "T1" est le moins déformé par rapport au tube "T2".

Le mécanisme de recristallisation de ces deux tubes proposé par les auteurs est le suivant. La recristallisation va être initiée par la courbure des joints de grains qui vont par la suite être mobiles sous l'effet de la température. La taille des grains des aciers ODS, brut de déformation, est submicronique. De ce fait, les très courts joints de grains agissent également comme un frein sévère, au même titre que les particules d'oxydes, à leur courbure. Dans des alliages conventionnels, comme le montre la Figure I.12, la courbure des joints de grains peut avoir lieu normalement puisque la taille de la courbure du joint de grain est très petite comparée à la taille du grain. Dans les alliages ODS, l'énergie nécessaire pour initier la recristallisation doit alors être très importante ce qui explique principalement les températures de recristallisation exceptionnellement élevées de ces alliages [BHADESHIA 97, BHADESHIA 00].



*Figure I.12 : La recristallisation est initiée par la courbure d'un joint de grain. Cette courbure est facilitée lorsque les jonctions sont espacées à des distances bien supérieures à la taille critique de la courbure. Avec les grains submicroniques des aciers ODS, les jonctions des grains constituent elles-mêmes des freins efficaces à la recristallisation car la formation de courbures suffisamment larges est très difficile, d'après [BHADESHIA 97].*

La recristallisation peut devenir plus facile et être initiée à plus basse température, si quelques grains non recristallisés ont déjà une taille légèrement plus grosse par rapport au reste de la microstructure, ce qui est possible si les grains n'ont pas une taille uniforme dues à des hétérogénéités de déformation qui vont affecter la germination. Une déformation hétérogène comme l'extrusion combinée avec la torsion favorise la germination de grains recristallisés plus fins et réduit la température  $T_R$ , comme cela est observé pour le tube "T1". Le même raisonnement explique pourquoi  $T_R$  est plus élevée pour "T2", tube dont la déformation est plus homogène et pourquoi les grains sont beaucoup plus gros et allongés en dépit du taux de déformation plus élevé.

### Recristallisation après des pré-traitements thermiques

Chou et Bhadeshia ont étudié l'effet de "pré-traitements" thermiques à une température inférieure à  $T_R$  sur la recristallisation de l'acier ODS MA 957 [CHOU 93].

L'intérêt de ce type de traitement est de modifier l'état d'énergie stockée du matériau après sa consolidation à chaud. Le matériau est ainsi traité à une température trop faible pour initier la recristallisation mais suffisamment élevée pour induire des changements significatifs dans l'énergie stockée.

Le matériau est toujours obtenu par mécanosynthèse de la poudre préalliée au cours de laquelle la dispersion d'oxydes d'yttrium est ajoutée. La consolidation est effectuée par extrusion pour obtenir une barre de 54 mm puis par filage pour diminuer encore le diamètre de la barre à 9.5 mm.

Bien que l'extrusion et le filage aient lieu à 1000°C, la microstructure est celle d'un matériau déformé contenant de nombreuses dislocations. Les grains ont une taille submicronique et sont allongés dans l'axe de la barre. Un traitement thermique à 1150°C permet de restaurer le matériau car l'annihilation des dislocations est fortement activée, et de modifier ainsi le niveau d'énergie stockée. La température de recristallisation  $T_R$  est de 1350°C.

En fonction de la durée du "pré-traitement" thermique, la microstructure recristallisée, obtenue après un traitement de recristallisation proprement dit effectué à 1350°C, est très large et très allongée dans l'axe de la barre pour une durée courte puis équiaxe pour une durée plus longue. Dans le cas de "pré-traitements" thermiques très longs à une température inférieure à  $T_R$ , par exemple 160 heures à 1150°C, la microstructure est équiaxe et bimodale.

Une tentative d'explication concernant la formation d'une microstructure recristallisée équiaxe dans l'acier ODS MA 957 suite à de longs traitements thermiques préalables à une température inférieure à  $T_R$  a été proposée sur la base des travaux de modélisations de la recristallisation dans le superalliage ODS MA 760 de Sha et Bhadeshia [SHA 97]. Toujours avec le principe que la recristallisation est initiée par la courbure des joints de grains, et que la taille des grains dans les alliages ODS est très petite par rapport à celle d'alliages classiques, les très courts joints de grains constituent un frein puissant à leur courbure puis leur migration, puisque le rayon maximal de la courbure est limité par la courte distance entre les jonctions du joint de grain. Or, si la taille des grains est légèrement augmentée par des traitements thermiques en-dessous de  $T_R$ , le modèle de recristallisation prédit que la force de freinage de la courte jonction des joints de grain est réduite, ce qui va conduire à la possibilité de former plus de germes de recristallisation et par conséquent, étant plus nombreux, la taille des nouveaux grains diminue et la microstructure finale est équiaxe. Ce modèle prédit également que lorsque la taille des grains non recristallisés augmente de trop, la recristallisation va devenir plus difficile car la force motrice pour l'initier (l'énergie stockée) est significativement réduite [SHA 97]. Ce modèle de recristallisation repose sur la notion que chaque grain individuel ne peut pas être considéré comme topologiquement indépendant quand la taille des grains est suffisamment petite. Et dans ce cas, la force de freinage constituée par la jonction des joints de grains représente une force encore plus importante pour inhiber la recristallisation que la force de freinage de Zener due à la présence de la dispersion d'oxydes.

### Recristallisation après une déformation à froid

Réglé et al. ont étudié la recristallisation des aciers ODS MA 956 et MA 957 à partir de barres déformées à froid après l'extrusion [RÉGLÉ 93, RÉGLÉ 94].

Deux procédés sont utilisés pour la déformation à froid : le martelage rotatif et le filage à des taux de 10 à 60%. Les fortes déformations conduisent logiquement à une réduction de la température de recristallisation  $T_R$ . Par exemple, pour le matériau MA 957, la réduction maximale de  $T_R$  est de 200°C en passant de 1450 à 1250°C et pour le matériau MA 956, toujours déformé par filage à froid, elle est beaucoup plus élevée en chutant de 1350 à 750°C.

La recristallisation est différente et dépend du procédé de déformation, du taux de déformation et donc par conséquent également de la texture de déformation. Malgré des déformations élevées, l'énergie stockée dans les matériaux brut de déformation diminue par rapport aux matériaux brut d'extrusion et il est proposé que c'est la texture de déformation qui réduit l'énergie stockée et en même temps la température  $T_R$

[BHADESHIA 97]. En effet, la texture pourrait par exemple favoriser le regroupement de plusieurs grains adjacents ayant la même orientation en un seul grain ce qui conduirait à une augmentation de la taille des grains initiaux et ainsi favoriserait la croissance de certains grains. Le mécanisme de recristallisation est de la recristallisation secondaire.

De plus, ces auteurs ont également étudié l'influence de la déformation sur la recristallisation à partir d'un matériau déformé de manière hétérogène avec un gradient de déformation (essai de traction) [RÉGLÉ 93]. Il a été observé que la microstructure fortement anisotrope dans les zones les moins déformées avait tendance à s'affiner mais toujours avec une anisotropie lorsque la déformation était plus élevée (zone centrale de l'éprouvette étirée). Une déformation élevée favorise le taux de germination de nouveaux grains et donc par conséquent la densité des grains recristallisés.

Béchade et al. ont étudié la recristallisation statique de l'acier ODS MA 957 [BÉCHADE 02]. La barre extrudée est écrouie par martelage rotatif selon deux taux : 30 et 60%. Au taux de 60%, la microstructure déformée est fortement anisotrope, les grains sont très allongés dans l'axe de la barre avec un facteur de forme de 10:1, leur taille moyenne selon une coupe perpendiculaire est de 500 nm. Pour les deux taux, la texture de déformation est une fibre  $\langle 110 \rangle$ .

Comme le montre la Figure I.13, la microstructure obtenue après écrouissage de 30% suivi d'un recuit de deux heures à 1470°C est très hétérogène avec des gros grains (de 200 à 500  $\mu\text{m}$ ) très allongés dans l'axe de la barre au cœur et en périphérie de celle-ci alors que la microstructure de la zone intermédiaire, également recristallisée, reste relativement fine (10  $\mu\text{m}$ ). Pour l'écrouissage plus élevé de 60%, et après le même recuit, les gros grains se situent exclusivement en périphérie de la barre, le reste de la microstructure étant également fine.

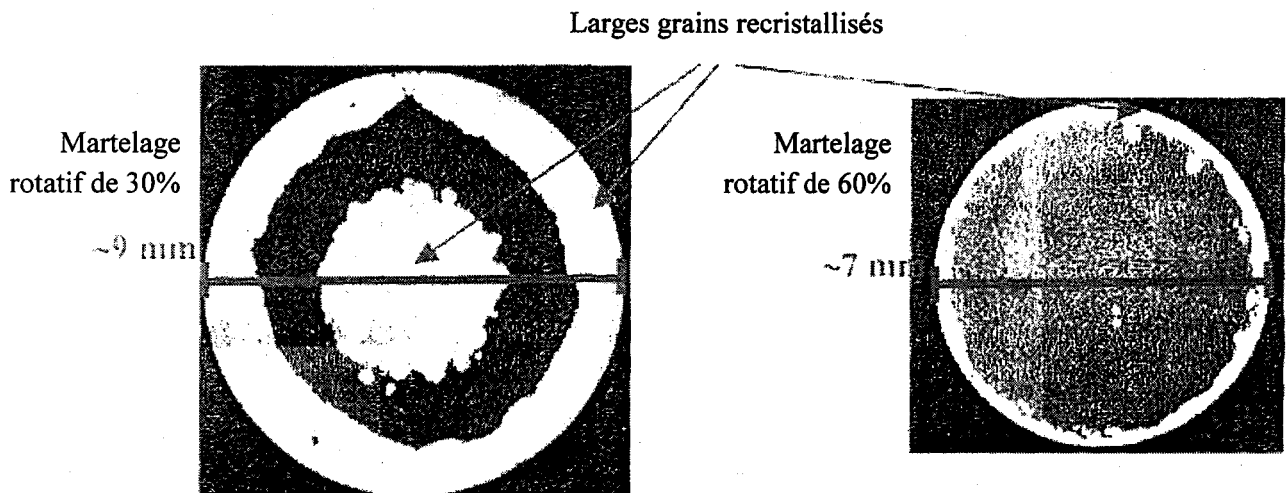


Figure I.13 : Microstructures après recristallisation (2 heures à 1470°C) de l'acier ODS MA 957 extrudé puis écroui par martelage rotatif à froid aux taux de 30 et 60%, d'après [BÉCHADE 02].

Après recristallisation, les gros grains recristallisés sont orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$ .

Ces auteurs corrélaient également la phénoménologie de la recristallisation de l'alliage à sa taille des grains initiale après la déformation, de l'ordre de 500 nm, taille du même ordre de grandeur des cellules de dislocations dans le fer qui vont donner naissance à des germes de nouveaux grains. De ce fait, la recristallisation statique ne peut pas procéder par la germination classique et la croissance dans la matrice déformée, mais seulement par la croissance de ces germes existant. Les textures de déformation sont très

intenses, ce qui induit la présence de nombreux sous-joints dans la microstructure. Le développement des très gros grains résulte de la croissance anormale des sous-grains les plus désorientés. Etant très désorientés par rapport à ceux de la matrice écrouie, la texture de recristallisation qui en résulte est alors très différente.

Concernant le développement des grains dans la zone intermédiaire, ils résulteraient de la croissance normale des grains déformés. Cette croissance normale peut avoir lieu dans les zones où la texture est très intense (il y a peu de grains fortement désorientés qui croissent anormalement) ou pour un échantillon donné, à haute température, lorsque la mobilité des joints de grains de tous les grains devient équivalente. La texture de recristallisation serait alors similaire à la texture de déformation, bien que tous les grains aient grossi par croissance normale.

Les différentes zones de recristallisation sur les sections des barres déformées de 30 et de 60% sont dues principalement à un état de contrainte différent entre la périphérie et le cœur de la barre cœur résultant du martelage rotatif [BÉCHADE 02].

## **I.8-Contexte, objectifs et organisation de l'étude**

### **I.8.1-Contexte**

Cette thèse s'est déroulée dans le cadre d'un contrat financé par l'Union Européenne entre différents partenaires industriels et académiques de l'Union [REVOL 01]. Ce contrat est intitulé : "*Light weight FeAl Intermetallic Alloy for high efficiency Components in transportation and power generation industries*", référencé sous l'appellation projet FIAC N° G5RD-CT-99-00070.

Les activités de recherche et d'industrialisation concernant les produits dont ce contrat fait l'objet ont été fédérées par le CEA de Grenoble qui possède une expérience reconnue en ce qui concerne l'élaboration et la caractérisation des intermétalliques fer-aluminium [MORGAND 68, MORET 96, BACCINO 97]. Ainsi, différents partenaires, industriels ou académiques, ont été sélectionnés pour leur compétence concernant la production ou la caractérisation des matériaux en vue d'applications spécifiques dans les industries aéronautique (EADS-France, EUROCOPTER-Allemagne), automobile (FIAT-Italie) et énergétique (ANSALDO-Italie).

Jusqu'au début de ce contrat, l'alliage FeAl40 Grade 3 était produit essentiellement à l'échelle du laboratoire par le CEA de Grenoble. Les matériaux présentés et étudiés au Chapitre III ont été produits, dans le cadre du contrat, à l'échelle industrielle par PLANSEE-Autriche.

Au sein du contrat, le LETAM de l'Université de Metz intervenait principalement dans deux tâches : (i) la caractérisation microstructurale des matériaux par la mesure et l'analyse de leurs textures cristallographiques et (ii) l'étude des propriétés mécaniques par la détermination du module d'Young à partir de ces mêmes analyses de texture. Une autre tâche consistait à caractériser des éprouvettes de traction de l'alliage ODS Fe-40at.%Al brut d'extrusion ayant subi différents traitements de surface et interpréter les résultats obtenus concernant la ductilité. En effet, selon ces traitements, la ductilité peut être améliorée en limitant l'effet d'environnement. Ce travail n'est pas inclus dans ce mémoire.

Le travail de thèse dont ce mémoire fait l'objet s'étend au-delà de ce que le contrat exigeait dans le but d'interpréter les résultats obtenus en identifiant les mécanismes qui régissent la formation et l'évolution des textures cristallographiques et des microstructures.

## **I.8.2-Objectifs**

L'objectif général de ce mémoire est d'expliquer la formation et l'évolution des microstructures et des textures de l'alliage ODS Fe-40at.%Al en fonction de différents traitements thermomécaniques.

Il va s'agir d'identifier les mécanismes qui régissent ces transformations et d'établir des relations avec les propriétés élastiques. En effet, les propriétés élastiques de l'alliage sont fortement dépendantes de sa texture [LEAMY 67] et une des applications définies dans le cadre du contrat nécessitait une rigidité élevée du matériau (rotor d'hélicoptère).

Deux voies d'investigations sont considérées.

### **(i) Effet du procédé d'élaboration**

À partir de la même poudre ODS Fe-40at.%Al élaborée par mécanosynthèse, plusieurs matériaux ont été élaborés selon différentes voies de consolidation à chaud.

Après avoir déterminé ceux qui présentent les modules d'Young les plus élevés, il est apparu indispensable de comprendre les mécanismes régissant la formation et l'évolution des textures cristallographiques résultant d'une déformation à chaud. Comprendre l'obtention de ces textures passe également par la compréhension de l'obtention des microstructures.

Ces travaux ont montré que la recristallisation dynamique avait un rôle important au cours des traitements thermomécaniques, c'est-à-dire au cours des différentes voies de consolidation à chaud. La compréhension de la recristallisation dynamique n'est pas si évidente car dans le cas d'une déformation à chaud, déformation et traitement thermique sont simultanés. Dissocier déformation et traitement thermique nécessitait alors d'engager une étude de la recristallisation statique de l'alliage renforcé.

### **(ii) Approfondir la compréhension de la recristallisation statique**

D'après l'étude de la bibliographie, il est montré que les intermétalliques renforcés perdent le caractère fragile des intermétalliques "classiques". La certaine ductilité des intermétalliques renforcés permet de les déformer suffisamment à froid pour ensuite les recristalliser. De plus, il est montré qu'un traitement de recristallisation statique sur l'alliage ODS Fe-40at.%Al, comprenant une déformation à froid suivie d'un traitement thermique, permet d'obtenir diverses microstructures de recristallisation auxquelles sont associées diverses textures de recristallisation. Par conséquent, les modules d'Young simulés à partir de ces textures sont également différents.

Deux motivations justifient l'étude de l'influence d'un tel traitement sur les textures et les microstructures.

*(i)* Tout d'abord, très peu de travaux concernent l'étude de la recristallisation statique de l'alliage ODS Fe-40at.%Al. Les mécanismes régissant la formation et l'évolution des textures ne sont pas toujours clairement définis et semblent beaucoup varier en fonction de la déformation et de la température de recristallisation.

*(ii)* Ensuite, la compréhension des mécanismes régissant les transformations des microstructures et des textures résultant d'une déformation à froid suivie d'un traitement thermique pourrait aider à la compréhension des mécanismes régissant les transformations des microstructures et des textures résultant d'une déformation à chaud.

### **I.8.3-Organisation**

En prenant en compte ce premier chapitre, le mémoire est divisé en quatre chapitres.

Le Chapitre II est dédié à la présentation des divers outils expérimentaux ou de simulation utilisés pour mener à bien ce travail.

Le Chapitre III concernera l'étude de l'influence de différents procédés de consolidation à chaud de la poudre Fe-40at.%Al renforcée sur la formation et l'évolution des microstructures et des textures, et par conséquent, sur le module d'Young.

Le Chapitre IV est hors contrat et plus académique. À partir de l'alliage ODS FeAl40 Grade 3 brut d'extrusion, ce chapitre s'attachera à comprendre l'influence d'un traitement de recristallisation statique sur la formation et l'évolution des microstructures et des textures, et sur les propriétés mécaniques (modules d'Young simulés à partir des textures et propriétés "espérées" concernant la résistance au fluage à partir des résultats obtenus sur d'autres matériaux ODS).



## Références

- [ADDA 86] Adda Y., Dupouy J.M., Philibert J., Quere Y. : *"Déformation plastique"*, Éléments de Métallurgie Physique - Tome V, La Documentation Française, 1986.
- [ARZT 97] Arzt E., Behr R., Göhring E., Grahle P., Mason R.P. : *"Dispersion strengthening of intermetallics"*, Materials Science and Engineering, Vol. A234-236, pp. 22-29, 1997.
- [ARZT 98] Arzt E., Grahle P. : *"High temperature creep behavior of oxide dispersion strengthened NiAl intermetallics"*, Acta Materialia, Vol. 46, N°8, pp. 2717-2727, 1998.
- [BACCINO 97] Baccino R., Wolski K., Thévenot F., Le Coze J., Moret F. : *"Propriétés mécaniques d'alliages ODS à base fer élaborés par mécanosynthèse et consolidation à chaud"*, Annales de Chimie et de Sciences des Matériaux, Vol. 22, pp. 423-433, 1997.
- [BAKER 95] Baker I. : *"A review of the mechanical properties of B<sub>2</sub> compounds"*, Materials Science and Engineering, Vol. A192-193, pp. 1-13, 1995.
- [BAKER 97] Baker I., Munroe P.R. : *"Mechanical properties of FeAl"*, International Materials Reviews, Vol. 42, N°5, pp. 181-205, 1997.
- [BAKER 00] Baker I. : *"Recovery, recrystallization and grain growth in ordered alloys"*, Intermetallics, Vol. 8, pp. 1183-1196, 2000.
- [BALASUBRAMANIAM 02] Balasubramaniam R. : *"Hydrogen in iron aluminides"*, Journal of Alloys and Compounds, Vol. 330-332, pp. 506-510, 2002.
- [BÉCHADE 02] Béchade J.L., Mathon M.H., Branger V., Réglé H., Alamo A. : *"Texture analysis of oxide dispersion strengthened (ODS) Fe alloys by X-ray and neutron diffraction"*, Journal de Physique IV, Vol. 97, pp. 155-163, 2002.
- [BHADESHIA 97] Bhadeshia H.K.D.H. : *"Recrystallization of practical mechanically alloyed iron-base and nickel-base superalloys"*, Materials Science and Engineering, Vol. A223, pp. 64-77, 1997.
- [BHADESHIA 00] Bhadeshia H.K.D.H. : *"Mechanically alloyed metals"*, Materials Science and Technology, Vol. 16, pp. 1404-1411, 2000.
- [BYSTRZYCKI 99] Bystrzycki J., Varin R.A. : *"Environmental sensitivity and mechanical behavior of boron-doped Fe-45at.%Al intermetallic in the temperature range from 77 to 1000 K"*, Materials Science and Engineering, Vol. A270, pp. 151-161, 1999.
- [CAPDEVILLA 01a] Capdevilla C., Chen Y.L., Lassen N.C.K., Jones A.R., Bhadeshia H.K.D.H. : *"Heterogeneous deformation and recrystallization of iron base oxide dispersion strengthened PM 2000 alloy"*, Materials Science and Technology, Vol. 17, pp. 693-699, 2001.
- [CAPDEVILLA 01b] Capdevilla C., Miller U., Jelenak H., Bhadeshia H.K.D.H. : *"Strain heterogeneity and the production of coarse grains in mechanically alloyed iron-based PM 2000 alloy"*, Materials Science and Engineering, Vol. A316, pp. 161-165, 2001.
- [CERRI 99] Cerri E., Francesconi L., Montanari R. : *"Effect of treatment temperature on the texture of mechanically alloyed Fe-40at.%Al+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> intermetallic"*, Materials Letters, Vol. 41, pp. 283-288, 1999.
- [CHOU 93] Chou T.S., Bhadeshia H.K.D.H. : *"Grain control in mechanically alloyed oxide dispersion strengthened MA957 steel"*, Materials Science and Technology, Vol. 9, pp. 890-897, 1993.
- [COHRON 98] Cohron J.W., Lin Y., Zee R.H., George E.P. : *"Room-temperature mechanical behavior of FeAl : effects of stoichiometry, environment and boron addition"*, Acta Materialia, Vol. 46, N°17, pp. 6245-6256, 1998.

- [CRIMP 86] Crimp M.A., Vedula K.M. : *"Effect of boron on the tensile properties of B<sub>2</sub> FeAl"*, Materials Science and Engineering, Vol. A58, pp. 193-200, 1986.
- [CRIMP 87] Crimp M.A., Vedula K.M., Gaydos D.J. : *"Room temperature tensile ductility in powder processed B<sub>2</sub> FeAl alloys"*, Proceedings of the Materials Research Society, Vol. 81, pp. 499-504, 1987.
- [DOHERTY 97] Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Jensen Juul D., Kassner M.E., King W.E., McNelley T.R., McQueen H.J., Rollett A.D. : *"Current issues in recrystallization : a review"*, Materials Science and Engineering, Vol. A238, pp. 219-274, 1997.
- [GANG 03] Gang J., Morniroli J.P., Grosdidier T. : *"Nanostructures in thermal spray coatings"*, Scripta Materialia, Vol. 48, pp. 1599-1604, 2003.
- [GARCIA OCA 03] Garcia Oca C., Muñoz-Morris M.A., Morris D.G. : *"High temperature coarsening of an ODS FeAl intermetallic"*, Intermetallics, Vol. 11, pp. 1-10, 2003.
- [GAY 96] Gay A.S., Fraczkiewicz A., Biscondi M. : *"Ségrégation intergranulaire du bore dans Fe-40at.%Al de structure B<sub>2</sub> : influence d'une interaction entre lacunes thermiques et atomes de bore"*, Journal de Physique IV, Colloque 2, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, pp. 153-158, 1996.
- [GAY 98] Gay A.S. : *"Étude de l'effet du bore sur les alliages FeAl ordonnés de structure B<sub>2</sub>"*, Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble et de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 1998.
- [GAYDOSH 90] Gaydos D.J., Nathal M.V. : *"Influence of testing environment on the room temperature ductility of FeAl alloys"*, Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 24, pp. 1281-1284, 1990.
- [GRABKE 99] Grabke H.J. : *"Oxidation of NiAl and FeAl"*, Intermetallics, Vol. 7, pp. 1153-1158, 1999.
- [GRAHLE 97] Grahle P., Arzt E. : *"Microstructural development in dispersion strengthened NiAl produced by mechanical alloying and secondary recrystallization"*, Acta Materialia, Vol. 45, N°1, pp. 201-211, 1997.
- [HUANG 02] Huang Y.D., Froyen L. : *"Recovery, recrystallization and grain growth in Fe<sub>3</sub>Al-based alloys"*, Intermetallics, Vol. 10, pp. 473-484, 2002.
- [HUMPHREYS 96] Humphreys F.J., Hatherly M. : *"Recrystallization and related annealing phenomena"*, Pergamon press, Oxford, 1996.
- [HUMPHREYS 97a] Humphreys F.J. : *"A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - I. The basic model"*, Acta Metallurgica, Vol. 45, N°10, pp. 4231-4240, 1997.
- [HUMPHREYS 97b] Humphreys F.J. : *"A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - II. The effect of second phase particles"*, Acta Metallurgica, Vol. 45, N°12, pp. 5031-5039, 1997.
- [HUMPHREYS 01a] Humphreys F.J., Prangnell P.B., Priestner R. : *"Fine-grained alloys by thermomechanical processing"*, Current Opinion in Solid State and Materials Science, Vol. 5, pp. 15-21, 2001.
- [IMAYEV 95] Imayev R., Evangelista E., Tassa O., Stobrawa J. : *"Relationship between mechanism of deformation and development of dynamic recrystallization in FeAl intermetallic"*, Materials Science and Engineering, Vol. A202, pp. 128-133, 1995.
- [KAD 97] Kad B.K., Schoenfeld S.E., Asaro R.J., McKamey C.G., Sikka V.K. : *"Deformation textures in Fe<sub>3</sub>Al alloys : an assessment of dominant slip system activity in the 900-1325 K temperature range of hot working"*, Acta Materialia, Vol. 45, N°4, pp. 1333-1350, 1997.

- [KOCH 96] Koch C.C., Whittenberger J.D. : "*Mechanical milling/alloying of intermetallics : a review*", Intermetallics, Vol. 4, pp. 339-355, 1996.
- [LAUNOIS 96] Launois S., Fraczkiewicz A. : "*Effet de l'environnement sur le comportement mécanique d'un alliage FeAl (40at.%Al) renforcé*", Journal de Physique IV, Colloque 2, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, pp. 223-228.
- [LAUNOIS 99] Launois S., Fraczkiewicz A., Magnin T. : "*Fragilisation induite par la vapeur d'eau dans un alliage FeAl renforcé*", Annales de Chimie et de Sciences des Matériaux, Vol. 24, pp. 329-336, 1999.
- [LEAMY 67] Leamy H.J., Gibson E.D., Kayser F.X. : "*The elastic stiffness coefficients of iron-aluminium alloys - I. Experimental results and thermodynamic analysis*", Acta Metallurgica, Vol. 15, pp. 1827-1838, 1967.
- [LENHARD 99] Lenhard S., Wagner F., Grosdidier T., Revol S., Baccino R. : "*Texture, microstructure and properties in mechanically alloyed and extruded FeAl*", Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 12), édité par J.A. Szpunar, Vol. 1, pp. 683-688, Ottawa, 1999.
- [LENHARD 01] Lenhard S. : "*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*", Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, 2001.
- [LIN 02] Lin D., Liu Y. : "*An electron back-scattered diffraction study on the microstructural evolution in large-grained iron aluminides during superplastic deformation*", Materials Science and Engineering, Vol. A329-331, pp. 863-871, 2002.
- [LIU 89] Liu C.T., Lee E.H., McKamey C.G. : "*An environmental effect as the major cause for room-temperature embrittlement in FeAl*", Scripta Metallurgica, Vol. 23, N°6, pp. 875-880, 1989.
- [LIU 90] Liu C.T., George E.P. : "*Environmental embrittlement in boron-free and boron-doped FeAl (40at.%Al) alloys*", Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 24, pp. 1285-1290, 1990.
- [LIU 95] Liu C.T. : "*Review - Recent advances in ordered intermetallics*", Materials Chemistry and Physics, Vol. 42, pp. 77-86, 1995.
- [LIU 97] Liu C.T., Stringer J., Mundy J.N., Horton L.L., Angelini P. : "*Overview - Ordered intermetallic alloys : an assessment*", Intermetallics, Vol. 5, pp. 579-596, 1997.
- [LIU 98] Liu C.T., George E.P., Maziasz P.J., Schneibel J.H. : "*Recent advances in B<sub>2</sub> iron aluminide alloys : deformation, fracture and alloy design*", Materials Science and Engineering, Vol. A258, pp. 84-98, 1998.
- [MENDIRATTA 87] Mendiratta M.G., Ehlers S.K., Dimiduk D.M., Kerr W.R., Mazdidasni S., Lipsitt H.A. : "*A review of recent developments in iron aluminides*", Proceedings of the Materials Research Society, Vol. 81, pp. 393-404, 1987.
- [MONTEALEGRE 00] Montealegre M.A., González-Carrasco J.L., Morris-Muñoz M.A., Chao J., Morris D.G. : "*The high temperature oxidation behaviour of an ODS FeAl alloy*", Intermetallics, Vol. 8, pp. 439-446, 2000.
- [MONTEALEGRE 03] Montealegre M.A., González-Carrasco J.L. : "*Influence of the yttria content on the oxidation behaviour of the intermetallic Fe<sub>40</sub>Al alloy*", Intermetallics, Vol. 11, pp. 169-175, 2003.
- [MORET 96] Moret F., Baccino R., Martel P., Guetaz L. : "*Propriétés et applications des alliages intermétalliques B<sub>2</sub>-FeAl*", Journal de Physique IV, Colloque 2, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, pp. 281-289, 1996.

- [MORGAND 68] Morgand P., Mouturat P., Sainfort G. : "*Structure et propriétés mécaniques des alliages fer-aluminium*", Acta Metallurgica, Vol. 16, pp. 867-875, 1968.
- [MORRIS 90] Morris D.G., Morris M.A. : "*Mechanical alloying of Fe-Al with oxide and carbide dispersoids*", Materials Science and Engineering, Vol. A125, pp. 97-106, 1990.
- [MORRIS 95] Morris D.G., Gunther S. : "*The influence of order on the recovery and recrystallization of a Fe<sub>3</sub>Al alloy*", Intermetallics, Vol. 3, pp. 483-491, 1995.
- [MORRIS 97] Morris D.G., Gunther S., Briguet C. : "*Thermomechanical processing of mechanically alloyed Fe-40Al and the influence on mechanical properties*", Scripta Materialia, Vol. 37, N°1, pp. 71-77, 1997.
- [MORRIS 00] Morris D.G., Muñoz-Morris M.A. : "*The importance of textures for determining the mechanical behaviour of intermetallics*", Intermetallics, Vol. 8, pp. 997-1003, 2000.
- [MURAKAMI 93] Murakami K., Mino K., Harada H., Bhadeshia H.K.D.H. : "*Nonuniform recrystallization in a mechanically alloyed nickel-base superalloy*", Metallurgical Transactions A, Vol. 24A, pp. 1049-1055, 1993.
- [PIROT 97] Pirot V. : "*Control of recrystallization in a B<sub>2</sub> iron aluminide alloy*", Thèse de Doctorat de l'Université Catholique de Louvain, 1997.
- [RAABE 97] Raabe D., Keichel J., Gottstein G. : "*Investigation of crystallographic slip in polycrystalline Fe<sub>3</sub>Al using slip trace measurement and microtexture determination*", Acta Materialia, Vol. 45, N°7, pp. 2839-2849, 1997.
- [RÉGLÉ 93] Réglé H., Alamo A. : "*Secondary recrystallization of oxide dispersion strengthened ferritic alloys*", Journal de Physique IV, Vol. 3, N°7, pp. 727-730, 1993.
- [RÉGLÉ 94] Réglé H. : "*Alliages ferritiques 14/20% de chrome renforcés par dispersion d'oxydes - Effets des procédés de mise en forme sur les textures de déformation, la recristallisation et les propriétés de traction*", Thèse de Doctorat de l'Université de Paris-Sud Orsay, 1994.
- [REVOL 01] Revol S., Launois S., Baccino R., Sire P., Girard Y., Mao C., Korthaus B., Sereni S., Barnerßoi H., Pfannenmuller T., Lemoisson F., Schwaiger, A. : "*Industrial applications of FeAl40 Grade 3 : A high specific properties iron aluminide*", Proceedings of the European Congress on Powder Metallurgy (EURO PM 2001), 2001.
- [SAMAJDAR 98] Samajdar I., Ratchev P., Verlinden B., Schryvers D. : "*Recrystallization and grain growth in a B<sub>2</sub> iron aluminide alloy*", Intermetallics, Vol. 6, pp. 419-425, 1998.
- [SCHNEIBEL 92] Schneibel J.H., Grahle P., Rösler J. : "*Mechanical alloying of FeAl with Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*", Materials Science and Engineering, Vol. A153, pp. 684-690, 1992.
- [SHA 97] Sha W., Bhadeshia H.K.D.H. : "*Modelling of recrystallization in mechanically alloyed materials*", Materials Science and Engineering, Vol. A223, pp. 91-98, 1997.
- [STOLOFF 96] Stoloff N.S., Sikka V.K. : "*Physical metallurgy and processing of intermetallic compounds*", Chapman & Hall, 1996.
- [STOLOFF 98] Stoloff N.S. : "*Iron aluminides : present status and future prospects*", Materials Science and Engineering, Vol. A258, pp. 1-14, 1998.
- [SURYANARAYANA 01] Suryanarayana C. : "*Mechanical alloying and milling*", Progress in Materials Science, Vol. 46, pp. 1-184, 2001.

- [UR 96] Ur S.C., Nash P., Higgins G.T. : "*Grain growth and secondary recrystallization in mechanically alloyed NiAl*", Scripta Materialia, Vol. 34, N°1, pp. 53-59, 1996.
- [UR 02] Ur S.C., Nash P. : "*Secondary recrystallization and high temperature compressive properties of ODS MA NiAl*", Scripta Materialia, Vol. 47, pp. 405-409, 2002.
- [WAGNER 02] Wagner F., Bozzolo N., Van Landuyt O., Grosdidier T. : "*Evolution of recrystallization texture and microstructure in low alloyed titanium sheets*", Acta Materialia, Vol. 50, pp. 1245-1259, 2002.
- [YANG 96] Yang Y., Baker I. : "*Recrystallization of FeAl and Ni<sub>3</sub>Al with and without boron*", Scripta Materialia, Vol. 34, N°5, pp. 803-807, 1996.
- [ZHAO 99] Zhao P., Morris D.G., Morris-Muñoz M.A. : "*Forging, textures and deformation systems in a B<sub>2</sub> FeAl alloy*", Journal of Materials Research, Vol. 14, N°3, pp. 715-728, 1999.

## II-APPROCHE EXPÉRIMENTALE

L'objectif de ce chapitre est de présenter les outils de caractérisation et les outils de simulation, en précisant leurs méthodes d'utilisation et les conditions pratiques, qui ont permis d'obtenir les résultats présentés dans les chapitres suivants.

En premier lieu, le paragraphe II.1 expose les outils de caractérisation tels que les microscopies optique et électronique.

Les paragraphes II.2 et II.3 sont consacrés respectivement aux techniques de mesure de textures globales (par diffraction des rayons X) et locales (par EBSD).

Les outils de simulation sont présentés au paragraphe II.4 avec dans un premier temps le modèle de Taylor permettant de simuler l'évolution de la texture lors d'une déformation plastique puis avec le calcul du module d'Young à partir du modèle de Hill.

Le paragraphe II.5 concerne les essais mécaniques en termes d'essais de compression et de mesures de microdureté.

Enfin, les traitements thermiques sont brièvement abordés au paragraphe II.6.

### II.1-Microscopie

#### II.1.1-Microscopie optique

Les échantillons ont été prélevés à l'aide d'une microtrancheuse de laboratoire à partir de lopins, qui eux-mêmes ont été débités à partir des matériaux brut de réception à l'aide d'une tronçonneuse.

Un pré-polissage est effectué au papier abrasif SiC jusqu'à l'indice de granulométrie 4000 (5  $\mu\text{m}$ ).

Le polissage de finition est effectué au spray diamanté de granulométries 3, 1 et  $\frac{1}{4}$  de  $\mu\text{m}$ .

Les échantillons ont été ensuite attaqués durant une dizaine de secondes avec un réactif dont la composition volumique est la suivante : 1% acide fluorhydrique HF + 5% acide acétique  $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$  + 10% acide chlorhydrique HCl + 18% acide nitrique  $\text{HNO}_3$  + 66% eau distillée  $\text{H}_2\text{O}$ .

Les microstructures ont été observées à l'aide d'un microscope optique ZEISS AXIOPHOT.

#### II.1.2-Microscopie électronique en transmission

Pour plus de détails des microstructures, les échantillons ont été observés à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET) PHILIPS CM 200 sous une tension de 200 kV.

Les lames minces nécessaires aux observations en microscopie à transmission ont été obtenues par amincissement mécanique (polissage abrasif) jusqu'à une épaisseur comprise entre 50 et 70  $\mu\text{m}$ , puis par amincissement électrolytique à l'aide d'un appareillage TENUPOLE STRUERS. La tension utilisée était de 15 V et l'intensité de 0.2 A. L'électrolyte, composé en volume de 30% d'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  et de 70% de méthanol  $\text{CH}_3\text{OH}$  dénaturé, était refroidi par un bain d'azote liquide à une température comprise entre -15 et -20°C.

Une partie des micrographies a été réalisée à l'aide d'une caméra CCD GATAN.

## II.2-Texture et fonction de densité des orientations

### II.2.1-Le concept

Un matériau monophasé cristallin est composé d'un ensemble de grains séparés par des joints de grains. Chaque cristal possède une orientation  $g$  qui lui est propre. Dans le cas courant, le nombre de cristaux est si élevé que la recherche d'une description de l'orientation de chaque cristal dans l'échantillon n'est pas réaliste. Il est alors plus facile de faire une description statistique à l'aide de la fonction de densité des orientations, désignée par l'acronyme "ODF" en anglais, notée  $f(g)$ , qui donne la fraction volumique de grains  $dV(g)$  dont l'orientation est comprise entre  $g$  et  $g + dg$  :

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g)dg$$

avec  $V$  le volume de cristaux 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 de telle sorte que  $\int f(g)dg = 1$ .

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  $f(g) = 1$  pour tout  $g$ .

Afin de pouvoir décrire  $g$ , l'orientation des cristaux par rapport à l'échantillon, deux repères sont utilisés :

- le repère  $K_A$  lié à l'échantillon,
- le repère  $K_B$  de chaque cristal.

Ces deux repères sont représentés sur la Figure II.1.

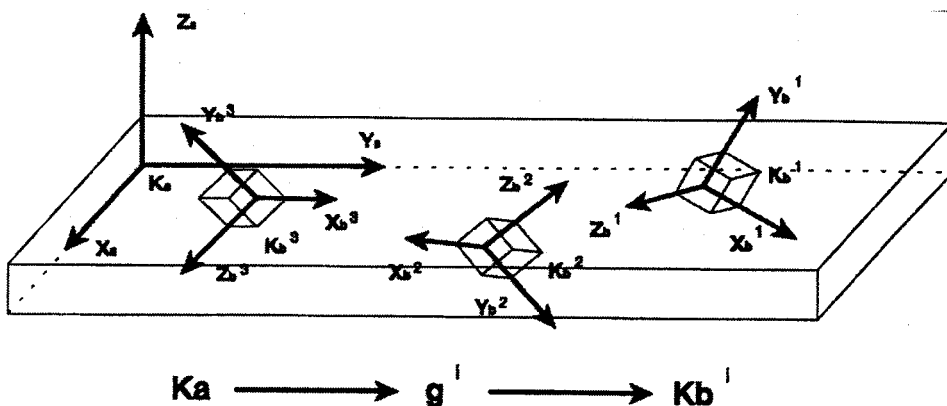


Figure II.1 : Correspondance entre le repère de l'échantillon  $K_A$  et le repère du cristal  $K_B$ .

L'orientation  $g$  qui permet de faire coïncider, au moins par l'esprit, le repère de l'échantillon  $K_A$  et le repère du cristal  $K_B$  peut être défini de plusieurs façons :

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

Ces deux dernières représentations sont montrées sur la Figure II.2.

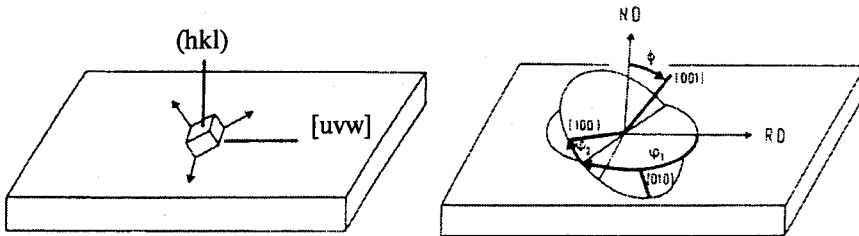


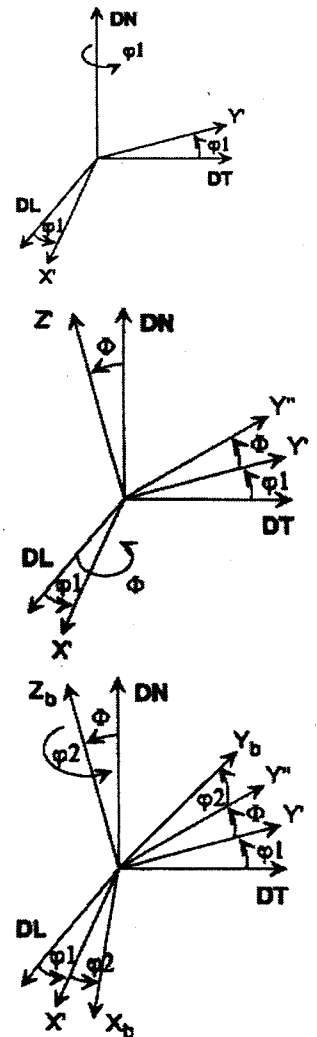
Figure II.2 : Deux descriptions particulières de l'orientation d'un cristal par les indices cristallographiques (schéma de gauche) ou par les angles d'Euler (schéma de droite).

En considérant le repère de l'échantillon  $K_A$  (DL,DT,DN), la description de l'orientation  $g$  caractéristique d'un grain par les angles d'Euler est déterminée en effectuant :

(1) une rotation  $\varphi_1$  autour de DN définissant  $X'$ ,  $Y'$  et  $Z'$ ,

(2) une rotation  $\phi$  autour de  $X'$  définissant  $X''$ ,  $Y''$  et  $Z''$ ,

(3) une rotation  $\varphi_2$  autour de  $Z''$  qui donne l'orientation final du cristal et définit ainsi le repère final  $K_B$  ( $X_b$ ,  $Y_b$ ,  $Z_b$ ) affecté au cristal.





## II.2.2-Méthode de mesure des figures de pôles

La mesure de plusieurs figures de pôles est une technique expérimentale basée sur la diffraction qui permet de mesurer la fraction volumique de grains ayant une orientation donnée suivant deux des trois angles fixés, le troisième pouvant prendre toutes les valeurs possibles. Ces mesures conduisent au calcul de la fonction de densité des orientations.

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 deux dimensions nommée figure de pôles.

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 (le repère de l'échantillon  $K_A$ ). La Figure II.3 représente le vecteur  $y$  défini par deux angles  $\alpha$  et  $\beta$  appelés respectivement angle de déclinaison et d'azimut correspondant aux différents mouvements du goniomètre.

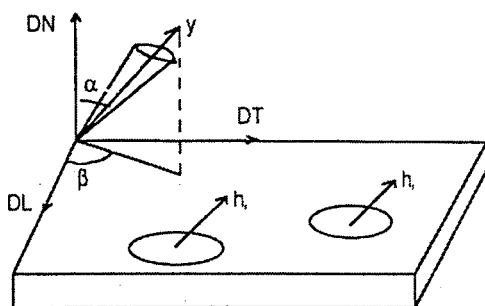


Figure II.3 : Définition des angles  $\alpha$ ,  $\beta$  et du vecteur  $y$ .

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

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

avec  $\lambda$  la longueur d'onde du rayonnement diffracté,  
 $d_{hkl}$  la distance interréticulaire séparant deux plans de mêmes indices de Miller  $(h,k,l)$ ,  
 $\theta$  l'angle d'incidence des rayons X avec la surface.

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 pôles 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  $\pi$ . Une figure de pôles 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. Ces informations sont illustrées par la Figure II.4.

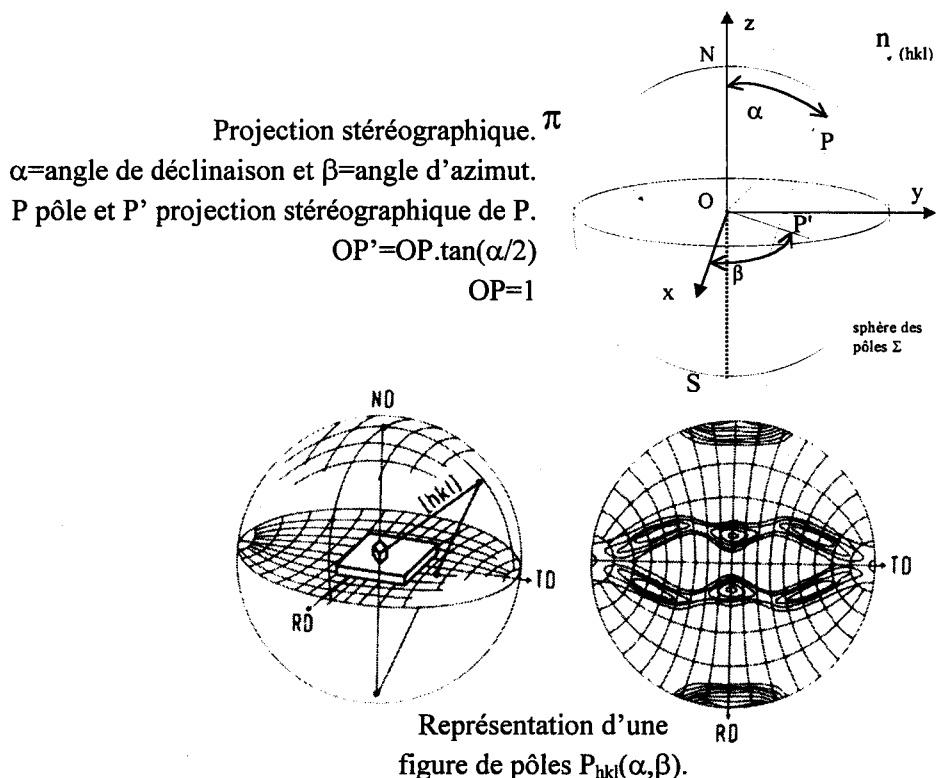


Figure II.4 : Projection stéréographique et représentation d'une figure de pôles.

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

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

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

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

avec  $dy = \sin\alpha \cdot d\alpha \cdot d\beta$ .

### II.2.3-Calcul de la fonction de densité des orientations (ODF)

La relation fondamentale de l'analyse de la texture qui relie la figure de pôles (ou plus précisément la densité de pôles  $P_{hi}(y)$ ) à la fonction de densité des orientations  $f(g)$  s'écrit :

$$P_{hi}(y) = \int_{hi//y} f(g) dg$$

Le symbole  $hi//y$  indique que la somme porte sur toutes les orientations telles qu'une direction cristalline  $h_i$  soit parallèle à une direction de l'espace  $y$ .

Pour pouvoir calculer l'ODF, il est nécessaire de passer par un formalisme mathématique permettant de relier la fonction de densité de pôles (fonction à deux variables  $\alpha$  et  $\beta$ ) à la fonction de densité des orientations  $f(g)$  à trois variables ( $\varphi_1, \varphi, \varphi_2$ ). Cette méthode, dite harmonique, fut largement développée par Bunge [BUNGE 82].

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  $k_l^n(y)$ . La fonction de densités de pôles  $P_{hi}(y)$  peut alors s'écrire de la façon suivante :

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

Le développement en série est limité à un rang  $l_{\max}$  du fait de la convergence de telles séries. La centrosymétrie qui existe dans les cristaux 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.

Développement de la fonction de densité des orientations sur la base des harmoniques sphériques généralisées

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

$$f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \sum_{l=0(2)}^{l=\max} \sum_{\mu=1}^{\mu=M(l)} \sum_{n=-1}^{n=+1} C_l^{\mu n} T_l^{\mu n}(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$$

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

Détermination de la fonction de densité des orientations

La symétrie cristalline détermine la valeur de  $M(l)$ . Dans l'espace d'Euler, il existe  $k$  rotations équivalentes pour une orientation  $g$  donnée. Pour les matériaux cubiques dont le groupe de symétrie ponctuelle est  $m\bar{3}m$ , il existe 24 rotations équivalentes.

Ceci entraîne deux conséquences.

(i) 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) :

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

$$0 \leq \phi \leq \pi/2$$

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

(ii) Les coefficients  $C_l^{\mu n}$  ne sont plus tous indépendants. Il est alors possible d'utiliser des fonctions harmoniques sphériques symétrisées  $\tilde{T}_l^{\mu n}(g)$  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 :

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

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

À couple  $(l,n)$  fixé, une équation du type  $F_l^n(h_i)$  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  $M(l)$   $h_i$  distincts, c'est-à-dire  $M(l)$  figures de pôles complètes.

La Figure II.5 indique le nombre de figures de pôles à mesurer pour réaliser une analyse jusqu'au rang  $l_{max}$  en fonction de la symétrie cristalline.

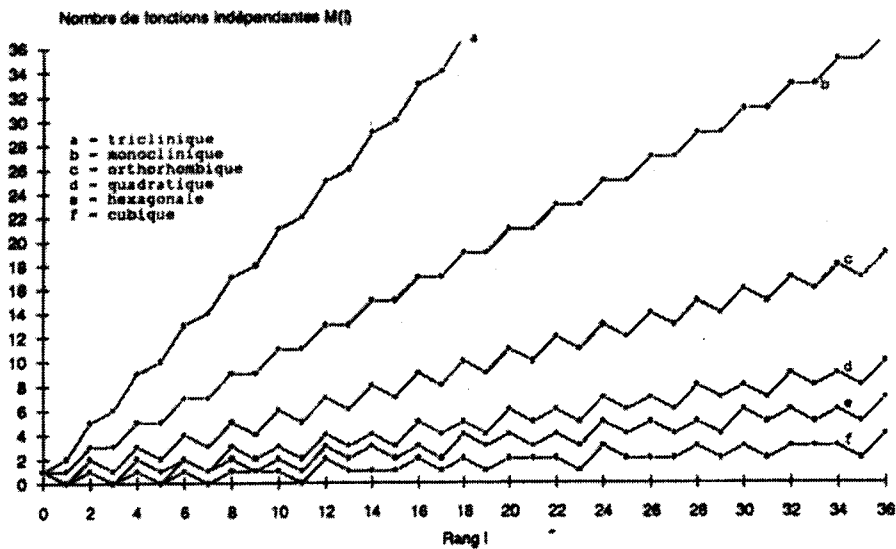


Figure II.5 : Nombre de figures de pôles nécessaires  $M(l)$  en fonction de  $l_{max}$  et de la symétrie cristalline.

Les techniques de positivité permettent d'améliorer une solution initiale et d'augmenter le rang du développement [WAGNER 96].

## II.2.4- Représentation de la fonction de densité des orientations

Les paramètres d'orientation, les angles d'Euler  $(\phi_1, \phi, \phi_2)$ , peuvent être utilisés 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 cristal dans  $K_B$  par rapport au repère  $K_A$  est représentée par un point dans l'espace d'Euler et vice versa.

La fonction des orientations est donc une fonction de trois variables. Elle peut être représentée par des surfaces d'équidensité dans cet espace tridimensionnel, comme le présente la Figure II.6. Sur cette 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 représentées sous la forme de coupes réalisées avec

l'un des trois angles d'Euler constants et des lignes d'isodensité. La Figure II.7 explique ce principe de représentation.

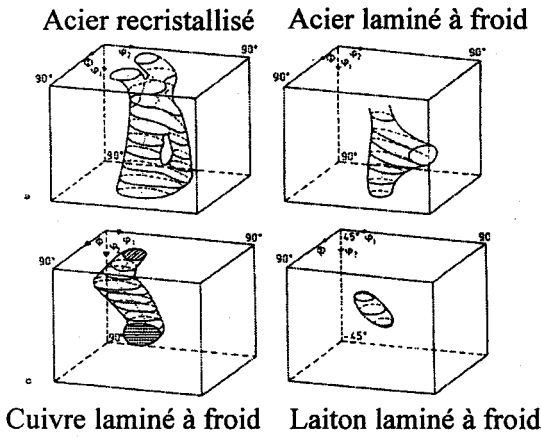


Figure II.6 : Exemples de fonction densité des orientations représentées par des surfaces d'équidensité.

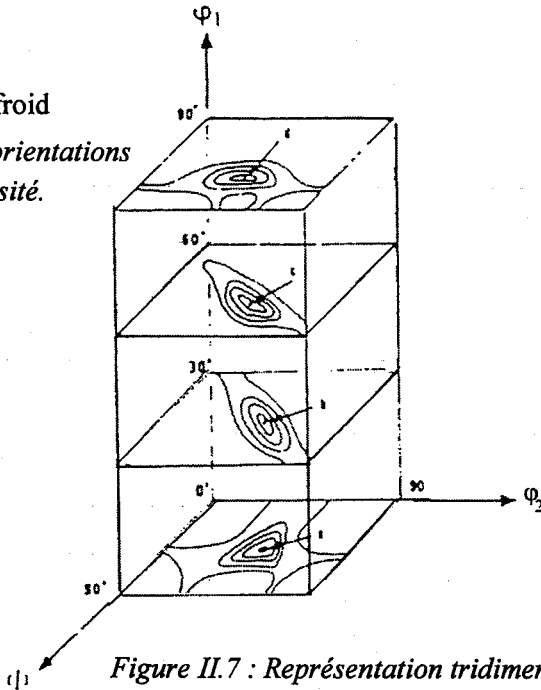
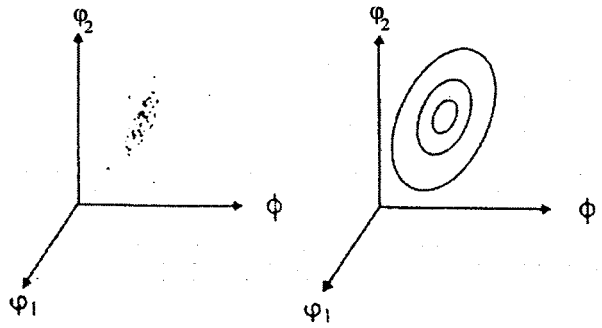


Figure II.7 : Représentation tridimensionnelle d'une fonction densité des orientations.

### II.2.5-Spécificités des mesures effectuées sur les alliages Fe-40at.%Al

Pour réaliser les mesures des figures de pôles qui seront exploitées pour le calcul de la fonction  $f(g)$ , les échantillons ont été prélevés à l'aide d'une microtronceuse de telle sorte que les surfaces analysées soient perpendiculaires à l'axe du matériau. Afin de supprimer les éventuelles contraintes induites en surface lors de la découpe des échantillons, ces derniers ont été soigneusement polis puis attaqués à l'aide du réactif utilisé pour révéler la microstructure lors des observations au microscope optique.

Les mesures des figures de pôles ont été effectuées sur un goniomètre 4 cercles conçu au laboratoire en utilisant comme source de rayons X la raie d'émission  $K\alpha$  du cobalt ( $\lambda=1.789 \text{ \AA}$ ). Cette raie est sélectionnée grâce un filtre de fer disposé devant le détecteur de photons. Le pas de déclinaison utilisé était  $\Delta\alpha=2^\circ$  et le pas d'azimut  $\Delta\beta=3^\circ$ . Le temps de comptage des photons par intégration en continu était de 6 secondes par case.

Afin de calculer l'ODF, les figures de pôles  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{211\}$  ont été mesurées pour chaque échantillon. Ces figures de pôles ont été choisies car elles correspondent aux plans (hkl) qui diffractent le

plus sur un diffractogramme  $\theta$ - $2\theta$  (fiche JCPDS 33-20 relative à FeAl). Chaque figure de pôles est corrigée du bruit de fond. La mesure du bruit de fond se fait de part et d'autre du pic de diffraction et l'intensité mesurée est corrigée en soustrayant une valeur de bruit de fond par couronne de la figure de pôles. Les figures de pôles sont également corrigées de la défocalisation. Le problème de la défocalisation se traduit par une atténuation de signal lorsque l'échantillon atteint une déclinaison critique. La défocalisation est corrigée à partir d'un fichier comportant les coefficients de défocalisation d'un échantillon isotrope (poudre de Fe-40at.%Al) en fonction de la déclinaison.

Le rang de développement maximal,  $I_{\max}$ , des harmoniques sphériques généralisées est de 34. Les coefficients d'erreur tolérés sur les figures de pôles recalculées sont inférieurs à 10%.

Dans les Chapitres III et IV, les intensités atteintes par l'ODF 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 l'ODF est normée à 1. Par exemple, une intensité de 5 indique que, dans l'espace d'Euler, l'ODF de l'orientation en question a une intensité de 5 fois supérieure à celle d'une texture isotrope. Dans la suite de l'étude, cette précision ne sera plus explicitement indiquée.

Les différents matériaux étudiés présentent tous, du fait de la symétrie du procédé d'élaboration, une symétrie d'échantillon circulaire, ce qui engendre l'apparition d'une texture de fibre de type  $\langle hkl \rangle$  parallèle à DN, direction 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  $\alpha$  donné, est la même quel que soit l'angle d'azimut  $\beta$ . En pratique, dans les figures de pôles, de petites variations d'intensité sur une couronne donnée sont constatées du fait des erreurs expérimentales. Une symétrisation est alors effectuée en affectant à chaque case d'une couronne la valeur moyenne obtenue pour cette couronne. Cette symétrie a également une influence sur la représentation des ODF. 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 l'ODF.

Afin de repérer plus facilement les composantes de texture rencontrées dans les chapitres suivants, une section de l'ODF a été découpée en secteurs de  $10^\circ$  de côté. La position de quelques fibres  $\langle hkl \rangle$  parallèles à DN est représentée. Si une fibre d'indices  $\langle hkl \rangle$  définis est présente dans cet intervalle angulaire, un symbole relatif à cette fibre est inscrit dans la section en question. Toutes les cases contenant des orientations équivalentes ont le même symbole. La Figure II.8 indique la position des différentes fibres sur une coupe d'ODF. Cette représentation n'est valable que dans le cas d'une symétrie cristalline cubique.

La détermination des textures à l'aide de la diffraction des rayons X permet d'obtenir des informations statistiques globales sur l'orientation des grains dans le matériau. Dans certains cas, il est également intéressant de connaître l'orientation d'un ensemble de grains voisins en même temps que leur localisation et leur morphologie. Ceci peut être réalisé par les mesures d'orientations individuelles ou de cartographies d'orientations par EBSD.

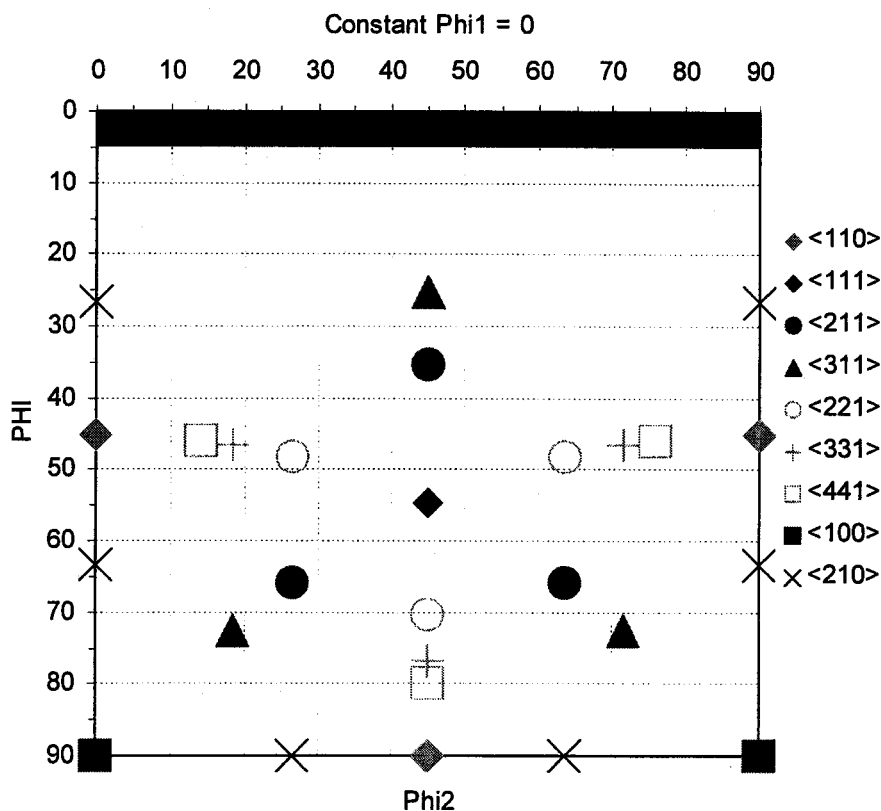


Figure II.8 : Cartographie des composantes de texture pour la symétrie cubique.

### II.3-Mesures d'orientations individuelles par EBSD

La méthode de mesures d'orientations individuelles par EBSD ("Electron BackScattered Diffraction") repose sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi, obtenus par diffraction d'un faisceau d'électrons sur un grain à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB).

Deux types de MEB ont été utilisés pour ces analyses : un MEB conventionnel LEICA S440 (filament à émission thermique) et un MEB JEOL JSM 6500-F à canon à effet de champ (souvent désigné par l'acronyme FEG pour "Field Emission Gun"). La résolution du MEB FEG permet d'analyser quantitativement une microstructure dont la taille des grains est d'environ  $0.2 \mu\text{m}$ . Ce MEB a donc été utilisé pour étudier les matériaux dont la microstructure est très fine et le MEB conventionnel les matériaux recristallisés dont la microstructure est plus grossière.

Dans un premier temps, la méthode d'obtention et d'indexation des diagrammes de Kikuchi va être décrite. Ensuite, le principe de détermination des cartographies d'orientations individuelles puis les principales données utiles à la caractérisation des microstructures et des textures des matériaux issues des mesures EBSD seront présentés.

Les points les plus importants de la technique de mesure d'orientations individuelles par EBSD sont abordés. Les références [HJELEN 93], [HUMPHREYS 99], [HUMPHREYS 01b], [JUUL JENSEN 93], [KUNZE 93] et [SCHWARZER 93] complètent ces informations en apportant davantage de détails précis sur la spécificité de la technique EBSD (fonctionnement, performances, limites, applications et progrès récents).

### II.3.1-Méthode de la mesure

#### Obtention des diagrammes de Kikuchi

Le principe de la méthode consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont l'orientation nécessite d'être déterminée. Au contact de l'échantillon, les électrons du faisceau monochromatique sont rétrodiffusés et forment une source monochromatique divergente. Les électrons rétrodiffusés se trouvant dans les conditions de Bragg par rapport aux plans cristallographiques, vont diffracter selon deux cônes de diffraction d'angle au sommet  $\pi-2\theta$ , appelés cônes de Kossel représentés sur la Figure II.9.

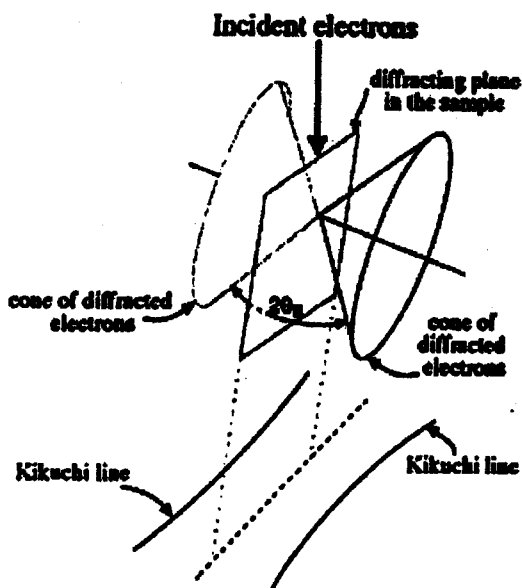


Figure II.9 : Schéma représentant les cônes de Kossel et les lignes de Kikuchi, d'après [SCHWARZER 93].

Les intensités des cônes de Kossel dépendent des indices du plan de diffraction, les cônes intenses correspondant aux indices de Miller faibles. Les électrons étant très énergétiques, l'angle au sommet des cônes est faible. De ce fait, l'intersection des deux cônes de Kossel avec le dispositif de détection apparaît comme deux lignes parallèles, l'une sombre, correspondant au cône déficitaire en électrons, et l'autre claire correspondant au cône excédentaire en électrons. L'ensemble des lignes obtenues forme un diagramme, appelé diagramme de Kikuchi, dont l'indexation permet de déterminer l'orientation du cristal par rapport à un repère lié à l'échantillon.

L'indexation des diagrammes de Kikuchi prend en compte la disposition des lignes du diagramme, notamment l'angle de diffraction  $\theta$  de la relation de Bragg. L'allure du diagramme dépend des paramètres de maille et de la symétrie cristalline du cristal ayant diffracté.

#### Paramètres de l'indexation

(i) **Nombre de bandes détectées.** L'indexation des diagrammes de Kikuchi s'effectue à partir de la détection automatique par analyse d'image d'un nombre minimal de lignes de Kikuchi. Ce nombre est défini par l'utilisateur. Plus le nombre de bandes détectées est grand, plus le résultat de l'indexation est précis. Lorsque la qualité du diagramme ne permet pas la détection d'un nombre suffisant de bandes, celui-ci n'est pas indexé. Chaque cliché a été indexé pour un nombre de bandes compris entre 6 et 8 (valeurs incluses).



(ii) **Le paramètre MAD.** À partir des lignes détectées, une orientation potentielle du cristal est déterminée, puis un diagramme théorique est construit. Les diagrammes théoriques et expérimentaux sont comparés, et l'écart est exprimé sous la forme d'un paramètre de désaccord appelé MAD ("Mean Angle Deviation"), prenant en compte les écarts angulaires entre les lignes expérimentales et les lignes théoriques. C'est l'opérateur qui doit alors choisir une valeur seuil de ce paramètre en-dessous duquel la solution trouvée est considérée comme correcte et est prise en compte. Ce critère permet d'éliminer d'éventuelles indexations erronées, concernant en particulier les points de mesure situés à un joint de grain où deux diagrammes peuvent se superposer. Les diagrammes pour lesquels le MAD est supérieur à 0.8 ne sont pas retenus. La Figure II.10 présente un diagramme de Kikuchi non indexé à gauche puis indexé à droite.

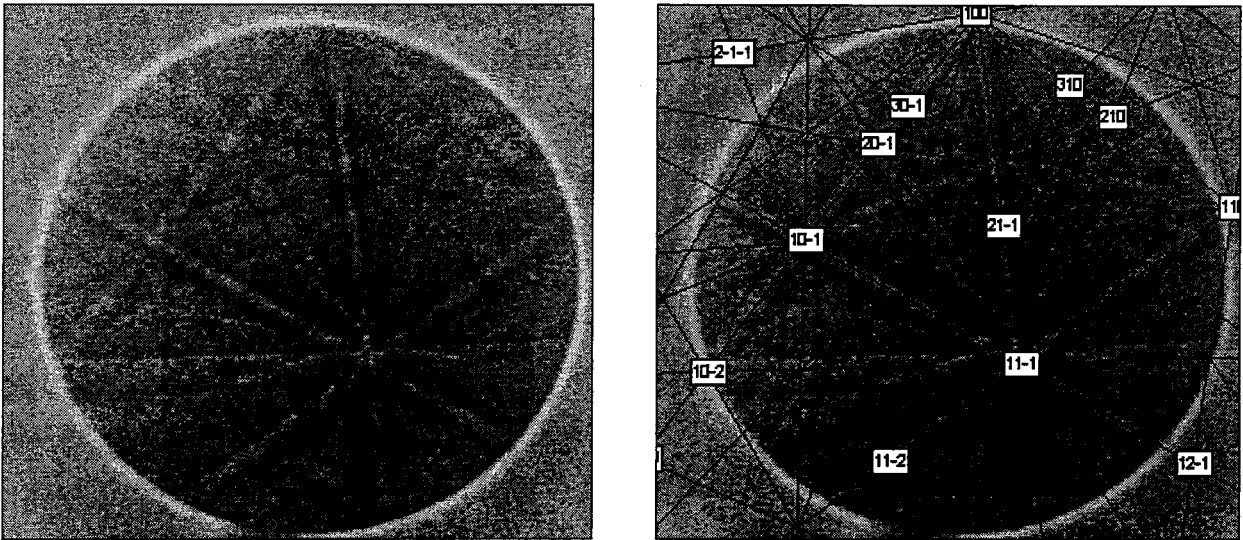


Figure II.10 : Diagrammes de Kikuchi obtenu sur l'écran (à gauche) et indexé (à droite).  
Les lignes bleues correspondent à la solution proposée par le logiciel pour obtenir l'orientation d'un cristal de l'alliage FeAl40 Grade 3 recristallisé.

### II.3.2-Système d'acquisition des cartographies d'orientations

Le système EBSD permet de réaliser des cartographies d'orientations, c'est-à-dire de déterminer systématiquement les orientations en différents points d'échantillonnage correspondant aux nœuds d'une grille rectangulaire, de dimension et de pas fixés par l'utilisateur. Ces mesures permettent d'obtenir des informations complémentaires à celles obtenues par la mesure de texture par diffraction des rayons X. Par la mesure de cartographies d'orientations, il est possible de connaître la localisation et l'orientation d'un ensemble de grains du matériau. Ces informations permettent alors de calculer les désorientations entre grains voisins, ce qui fournit des indications supplémentaires à celles apportées par la fonction de texture. Par ailleurs, lorsque la détermination de cartographies s'effectue avec des pas d'échantillonnage suffisamment fins, un nombre important de mesures peut être obtenu à l'intérieur de chaque grain. Il est alors possible d'évaluer la dispersion des mesures dans un grain ou de détecter des sous-structures de faible désorientation, comme des sous-joints de grains par exemple.

L'obtention de diagrammes de Kikuchi nécessite un polissage très soigné - la surface doit être parfaitement plane - et une attaque chimique de la surface de l'échantillon du même type que celle utilisée pour la microscopie optique. L'attaque doit être très légère, de durée quelques secondes, afin d'éviter de créer un relief trop important. Le faisceau électronique est focalisé sur l'échantillon, incliné à  $70^\circ$  par rapport au faisceau incident. Les diagrammes sont détectés par l'intermédiaire d'une caméra et transmis à un ordinateur pour effectuer l'indexation. Le faisceau d'électrons est alors piloté par le système d'acquisition et les diagrammes de Kikuchi sont indexés automatiquement en temps réel. Pour ces raisons, l'opérateur doit fixer

au préalable des critères permettant de juger de la qualité du diagramme et de l'indexation afin de ne retenir que les mesures les plus fiables.

### II.3.3-Traitement des données des cartographies d'orientations

Les données fournies par les mesures EBSD sont exploitées avec le logiciel CHANNEL 5.0 de la société HKL. Ce logiciel permet d'effectuer des corrections sur les données brutes. Il est possible d'éliminer des points de mesures aberrants ou d'attribuer des orientations aux points de mesure non indexés par une méthode de filtrage. Par ailleurs, le logiciel a été utilisé pour les représentations graphiques des cartographies d'orientation. Les figures de pôles inverses correspondantes à ces cartographies seront indiquées.

Lorsque les données EBSD sont corrigées, elles peuvent être exploitées en vue de caractériser la morphologie de la microstructure. Dans ce cas, autant de cartographies que nécessaire sont réalisées afin d'obtenir un nombre minimum de 2000 grains. Les différents traitements des données qui seront effectués sont décrits ci-dessous. Il est à signaler que tout grain incomplet ("coupé" par la cartographie) est exclu des analyses.

#### Caractérisation de la morphologie de la microstructure

La notion de grain repose sur un ensemble de pixels voisins dont la différence d'orientation n'excède pas  $2^\circ$ . Cette valeur est fixée par l'utilisateur. À partir de ce concept, la morphologie des microstructures étudiées peut être caractérisée par deux facteurs concernant la taille et la forme des grains.

(i) *Facteurs de taille.* À partir de l'ensemble de pixels représentant un grain, la taille du grain peut être caractérisée à partir de sa surface  $S$  déterminée par :

$$S = N_p \cdot \text{pas}^2$$

avec  $N_p$  le nombre de pixels contenus dans le grain,  
et pas le pas d'indexation de la cartographie d'orientations.

Le paramètre le plus utilisé pour caractériser la taille d'un grain de surface  $S$  est le diamètre équivalent  $D_{\text{eq}}$ , ce diamètre représente en fait le diamètre d'un cercle ayant la même surface que le grain considéré.

Le diamètre équivalent est obtenu par le calcul :

$$D_{\text{eq}} = \sqrt{\frac{4 \cdot S}{\pi}}$$

(ii) *Facteur de forme.* Le facteur de forme est un paramètre permettant de caractériser la géométrie des grains ce qui va rendre par exemple plus évident une microstructure anisotrope avec des grains allongés. Il est obtenu par le logiciel d'exploitation des données EBSD selon la procédure suivante. Tout d'abord les grains sont assimilés à des ellipsoïdes. Puis, la plus grande et la plus petite distance à l'intérieur des grains sont mesurées (en fait, il s'agit du grand et du petit axe de l'ellipse). Ces distances sont représentées par les doubles flèches indiquées sur la Figure II.11. Le facteur de forme résulte finalement du rapport entre cette plus grande et cette plus petite valeur.

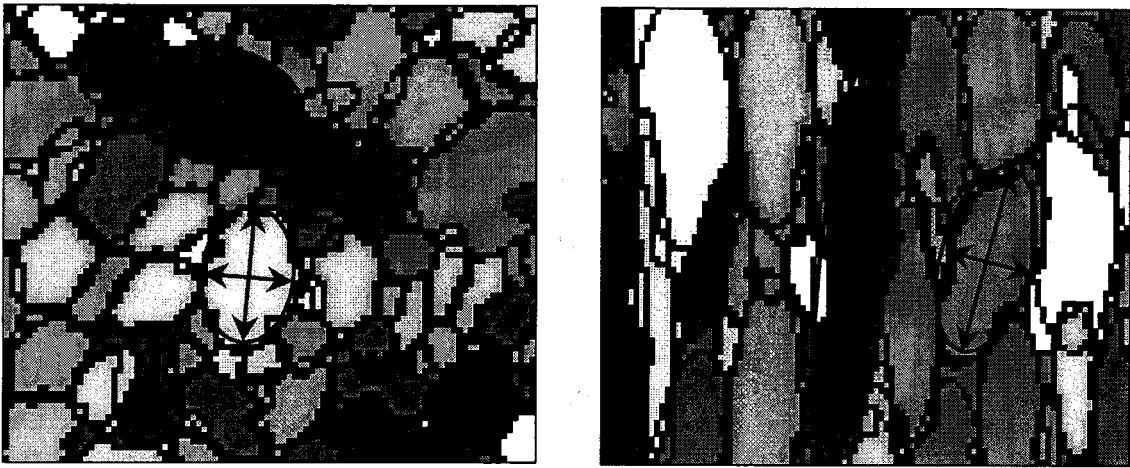


Figure II.11 : Exemples de plus grandes et de plus petites distances (matérialisées par les flèches rouges) mesurées à l'intérieur de grains assimilés à des ellipsoïdes.

Par exemple, avec le type de morphologie observée sur la cartographie d'orientations de gauche de la Figure II.11, avec des grains "presque" équiaxes, le facteur de forme est proche de l'unité (mais pas exactement car les grains ne peuvent pas être interceptés par des cercles parfaits). En revanche, sur la cartographie d'orientations de droite, avec des grains allongés, le facteur de forme est cette fois nettement supérieur à l'unité.

#### Analyses quantitatives de la microstructure en fonction de l'orientation

Il est parfois intéressant d'analyser quantitativement des microstructures en fonction des orientations, dans le but par exemple, d'analyser la taille des grains possédant une orientation donnée.

Malheureusement, même à partir d'un nombre élevé de grains, très peu d'entre eux sont orientés exactement dans des directions idéales (par exemple,  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  ... ). Par conséquent, l'analyse des caractéristiques des grains sera effectuée pour une désorientation de  $7^\circ$  par rapport à une direction donnée. Pour une condition de traitement thermique, plusieurs cartographies seront effectuées afin d'obtenir un minimum de 50 grains dans la classe la moins représentée.

Les composantes de texture  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 221 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  désorientées de  $7^\circ$  par rapport aux composantes idéales sont représentées sur la figure de pôles inverse de la Figure II.12. Par exemple, le demi-cercle centré sur la composante  $\langle 221 \rangle$  correspond à toutes les orientations désorientées de  $7^\circ$  par rapport à la composante idéale  $\langle 221 \rangle$ .

En plus des composantes  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , les composantes  $\langle 221 \rangle$  ou bien  $\langle 331 \rangle$  ont été choisies en fonction du traitement thermomécanique et donc de la position des orientations de déformation. La valeur de la désorientation de  $7^\circ$  choisie est telle que les orientations correspondant à une direction ne se chevauchent pas avec celles d'une autre direction voisine.

Les désorientations de  $7^\circ$  par rapport aux composantes idéales sont sélectionnées par l'utilisateur manuellement sur la figure de pôles inverse, le logiciel d'exploitation du système EBSD fournit ensuite directement les moyennes des différentes caractéristiques des grains demandées (nombre, surface, diamètre équivalent, facteur de forme).

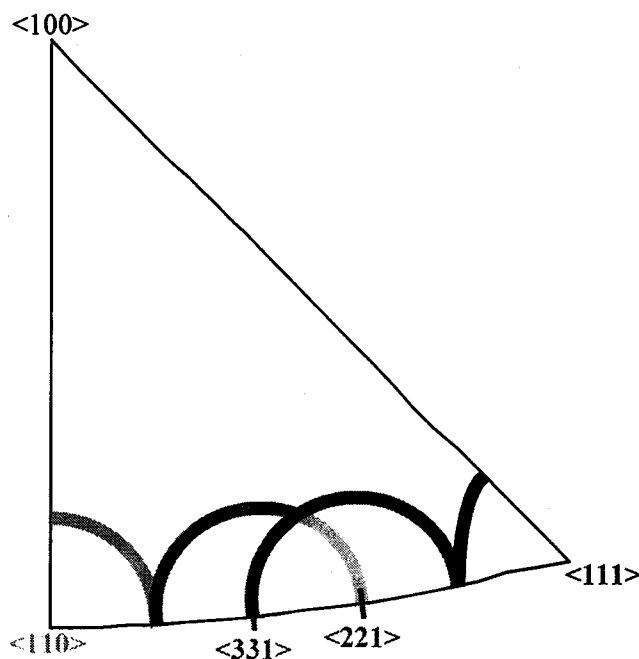


Figure II.12 : Représentation sur une figure de pôles inverse des désorientations de  $7^\circ$  des directions cristallographiques  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 221 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ .

Pour estimer la fraction surfacique d'une cartographie orientée dans la direction  $\langle 111 \rangle$ , la surface de tous les grains  $\langle 111 \rangle$  est obtenue en multipliant la surface moyenne des grains  $\langle 111 \rangle$  par le nombre de grains  $\langle 111 \rangle$ . Ensuite, cette surface est divisée par la surface de la cartographie et le résultat est multiplié par 100. La surface de la cartographie est obtenue en multipliant le nombre total de tous les grains, toutes orientations confondues, inclus dans la cartographie (mais en excluant les grains "coupés") par la surface moyenne des grains. Ainsi calculée, la surface de la cartographie est légèrement inférieure, mais plus juste, que celle obtenue directement par le produit des dimensions de la cartographie (longueur x pas d'indexation x largeur x pas d'indexation).

#### Calcul de la fonction de texture à partir des données EBSD

Lorsque la composante de texture n'est pas clairement localisée sur des orientations idéales, il est pratique de déterminer la fonction de texture  $f(g)$  pour représenter la texture sous la forme d'une ODF. En effet, l'ODF recalculée à partir des données EBSD va permettre une meilleure lisibilité des différentes composantes de texture. L'ODF recalculée est obtenue à partir d'un programme qui va attribuer trois angles d'Euler moyens à chacun des 2000 grains à partir des angles d'Euler de chaque pixel contenu dans chaque grain. Les ODF sont calculées dans les mêmes conditions que celles mesurées par diffraction des rayons X avec notamment la symétrie de fibre imposée et le développement des rangs  $C_l^{mn}$  au rang pair 34 et au rang impair 33.

## II.4-Outils de simulation

### II.4.1-Le modèle de Taylor

#### Le concept

Le modèle de Taylor 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 [HONEFF 78, VAN HOUTTE 88]. Les simulations des textures seront effectuées avec le modèle de Taylor en mode déformation totalement imposée (ou "Full Constrained") [TAYLOR 38].

Le comportement du monocristal est supposé satisfaire les hypothèses suivantes :

- (i) la déformation est homogène à l'échelle du grain,
- (ii) la déformation a lieu par glissements cristallographiques (le maclage peut aussi être pris en compte mais il n'est pas observé pour les alliages FeAl),
- (iii) le glissement sur un système suit la loi de Schmid et Boas, c'est-à-dire qu'il ne peut avoir lieu que si la cission résolue  $\tau$  pour ce système excède la cission 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. D'après l'étude bibliographique du précédent chapitre, les familles de systèmes de glissement considérées à "basse" température seront les familles  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  et à "haute" température la famille  $\{110\}\langle 100 \rangle$ . 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.

Outre la connaissance de la liste de tous les systèmes de glissement possibles ainsi que leur contrainte relative de cission critique  $\tau_c$ , le modèle a besoin d'autres paramètres d'entrée, à savoir la texture initiale et le tenseur gradient de déplacement imposé. Deux cas sont alors à considérer selon la déformation qui est simulée.

#### Simulation de l'extrusion

L'extrusion est un procédé de consolidation à chaud d'une poudre dont les particules forment une texture isotrope. De ce fait, la texture prise en compte lors du premier pas de déformation est une texture isotrope discrétisée en 5832 orientations individuelles de poids identique. La poudre étant extrudée dans une gaine en acier, une approximation sur la déformation est effectuée en l'assimilant à une extension uniaxiale sans cisaillement. La prise en compte du cisaillement, dont la valeur dépend notamment de la géométrie de la filière d'extrusion, serait possible en utilisant d'autres modèles plus développés mettant en œuvre une méthode de calculs par éléments finis combinée au modèle de Taylor [AUKRUST 97].

Une déformation finie est considérée comme une succession de  $n$  petite 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.

Le tenseur gradient de déplacement utilisé pour l'extension est de la forme :

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

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

$$\bar{d\varepsilon} = \sqrt{\frac{2}{3} d\varepsilon_{ij} d\varepsilon_{ij}} = 0.05$$

L'extension uniaxiale de 5% est appliquée n fois jusqu'à atteindre le rapport d'extrusion R qui se calcule comme suit :

$$R = \frac{S_0}{S} = \frac{S_0}{\frac{S_0}{(1+\bar{d\varepsilon})^n}} = (1+\bar{d\varepsilon})^n$$

avec  $S_0$  la section initiale,  
S la section après l'extrusion de rapport R.

Par exemple, lorsque le tenseur est appliqué 56 fois, le rapport d'extrusion est environ 15:1.

### Simulation de la compression

La compression sera effectuée sur des matériaux extrudés. De ce fait, pour simuler les textures de compression, la texture prise en compte lors du premier pas de déformation est la texture mesurée de l'extrusion discrétisée en 6859 orientations individuelles. Comme dans le cas précédent de l'extrusion, la déformation est effectuée en l'assimilant à une compression uniaxiale sans cisaillement.

Le tenseur gradient de déplacement utilisé pour la compression axiale est de la forme :

$$dE = \begin{pmatrix} x & 0 & 0 \\ 0 & x & 0 \\ 0 & 0 & -2x \end{pmatrix}$$

Par exemple, pour des compressions axiales de 10, 25 et 50%, x vaut respectivement 0.005, 0.0125 et 0.025 et le tenseur est alors appliqué 10 fois pour obtenir le taux de compression désiré.

### **II.4.2-Calcul du module d'Young à partir de la texture**

Le module d'Young d'un matériau polycristallin texturé peut être estimé à partir des coefficients de rigidité élastique du monocristal et de la fonction de texture. Plusieurs méthodes de calcul ont été proposées, celle retenue ici est l'approximation de Hill [HILL 52] basée sur les approximations de Voigt et Reuss. Les paramètres liés à la texture sont les trois coefficients de texture  $C_i^{\mu n}$  du rang  $l=4$  ( $\mu=1, n=1,2,3$ ) calculés à partir des figures de pôles. Lorsque le matériau présente une symétrie dite "de fibre", seul le coefficient  $C_4^1$  est pris en compte, les deux autres coefficients étant nuls.

Le concept

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

$$\begin{aligned} \sigma_{ij} &= C_{ijkl} \cdot \varepsilon_{kl} && \text{avec } \sigma_{ij} \text{ la contrainte dans la direction } j \text{ sur la surface perpendiculaire à la} \\ & && \text{direction } i, \\ \text{ou} & && \varepsilon_{kl} \text{ la déformation dans la direction } l \text{ sur la surface perpendiculaire à la} \\ & && \text{direction } k, \\ \varepsilon_{ij} &= S_{ijkl} \cdot \sigma_{kl} && C_{ijkl} \text{ le tenseur de rigidité,} \\ & && \text{et } S_{ijkl} \text{ le tenseur de compliance.} \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \vec{\sigma}(\vec{r}) &= \vec{C}(\vec{r}) \cdot \vec{\varepsilon}(\vec{r}) \\ \vec{\varepsilon}(\vec{r}) &= \vec{S}(\vec{r}) \cdot \vec{\sigma}(\vec{r}) \end{aligned}$$

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

$$\begin{aligned} \Sigma &= C^{Moy} \cdot E && \text{avec } \Sigma \text{ la contrainte macroscopique, } E \text{ la déformation macroscopique,} \\ E &= S^{Moy} \cdot \Sigma && C^{Moy} \text{ et } S^{Moy} \text{ respectivement la rigidité et la compliance moyenne du} \\ & && \text{polycristal.} \end{aligned}$$

E et  $\Sigma$  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, cela va s'écrire :

$$\begin{aligned} \Sigma &= \frac{1}{V} \int_V \vec{\sigma}(\vec{r}) dV = \frac{1}{V} \int_V \vec{C}(\vec{r}) \vec{\varepsilon}(\vec{r}) dV \\ E &= \frac{1}{V} \int_V \vec{\varepsilon}(\vec{r}) dV = \frac{1}{V} \int_V \vec{S}(\vec{r}) \vec{\sigma}(\vec{r}) dV \end{aligned}$$

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 cristal selon son orientation.

(i) 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 reviendrait 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 :

$$\begin{aligned} \Sigma &= \int \sigma(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ &= \int C(g) \cdot \varepsilon(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ &= E \cdot \int C(g) \cdot f(g) \cdot dg \\ \Sigma &= \langle C \rangle^V \cdot E && \text{où } \langle C \rangle^V \text{ est la rigidité moyenne selon le modèle de Voigt.} \end{aligned}$$

(ii) 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 peut alors s'écrire :

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

La déformation totale E se calcule alors de la façon suivante :

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

$$E = \langle S \rangle^R \cdot \Sigma \quad \text{où } \langle S \rangle^R \text{ est la compliance moyenne selon le modèle de Reuss.}$$

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 :

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

Dans de nombreux cas, le modèle de Hill s'avère souvent être celui qui reproduit le mieux les résultats expérimentaux. Des précautions sont toutefois à prendre lors de la comparaison des valeurs expérimentales avec les valeurs calculées. Ainsi, lorsque Zeng et Ericsson ont étudié des alliages Al-Li-Cu (à teneur d'environ 95wt.%Al) laminés, ils ont déterminé les modules d'Young expérimentaux par une technique de résonance et ont comparé ces valeurs aux modules d'Young calculés selon l'approximation de Hill à partir des mesures de texture obtenues par diffraction des rayons X [ZENG 96]. Le module d'Young est fortement anisotrope. En effet, les valeurs expérimentales et calculées montrent un module d'Young maximal dans la direction de laminage (DL), puis vient celui dans la direction transverse (DT) et enfin celui dans une direction orientée de 45° par rapport à DL contenue dans le plan (DL,DT). Cependant, selon cette direction, ces auteurs observent que le module d'Young est en fait surestimé par rapport à l'expérience car les modèles de calcul ne prennent pas en compte l'effet d'anisotropie morphologique. Pour des matériaux laminés puis recristallisés avec une microstructure équiaxe, Zeng et Ericsson observent un bon accord entre les modules d'Young expérimentaux et calculés dans toutes les directions [ZENG 96].

À partir des coefficients de texture calculés et des propriétés du monocristal de Fe-40at.%Al, les tenseurs de compliance et de rigidité des différents échantillons ont été calculés à l'aide de programmes développés 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 [BUNGE 82a] :

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

y<sub>1</sub>, y<sub>2</sub> et y<sub>3</sub> sont les cosinus directeurs de la direction y dans le repère macroscopique tels que :

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



Cas de l'alliage Fe-40at.%Al

Le Tableau II.1 présente les coefficients de rigidité élastique  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  d'un monocristal Fe-40at.%Al non renforcé déterminés par Leamy et al. [LEAMY 67] à 0 et 300 K.

	0 K	300 K
$C_{11}$ (GPa)	194.1	181
$C_{12}$ (GPa)	116.1	113.7
$C_{44}$ (GPa)	133.1	127.1

Tableau II.1 : Coefficients de rigidité élastique  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  de l'alliage Fe-40at.%Al, d'après [LEAMY 67].

Ces coefficients permettent de calculer un paramètre d'anisotropie noté A :

$$A = \frac{2 \cdot C_{44}}{C_{11} - C_{12}}$$

Plus ce nombre est élevé, plus l'anisotropie des propriétés élastiques sera marquée.

Ces coefficients permettent également de déterminer les modules d'Young du monocristal Fe-40at.%Al orienté dans n'importe quelle direction  $\langle hkl \rangle$ .

La Figure II.13 représente la projection stéréographique des valeurs du module d'Young pour un monocristal Fe-40at.%Al à 300 K. Cette projection met en évidence la forte anisotropie du module d'Young, les orientations pour lesquelles il est le plus élevé sont les directions cristallographiques  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ .

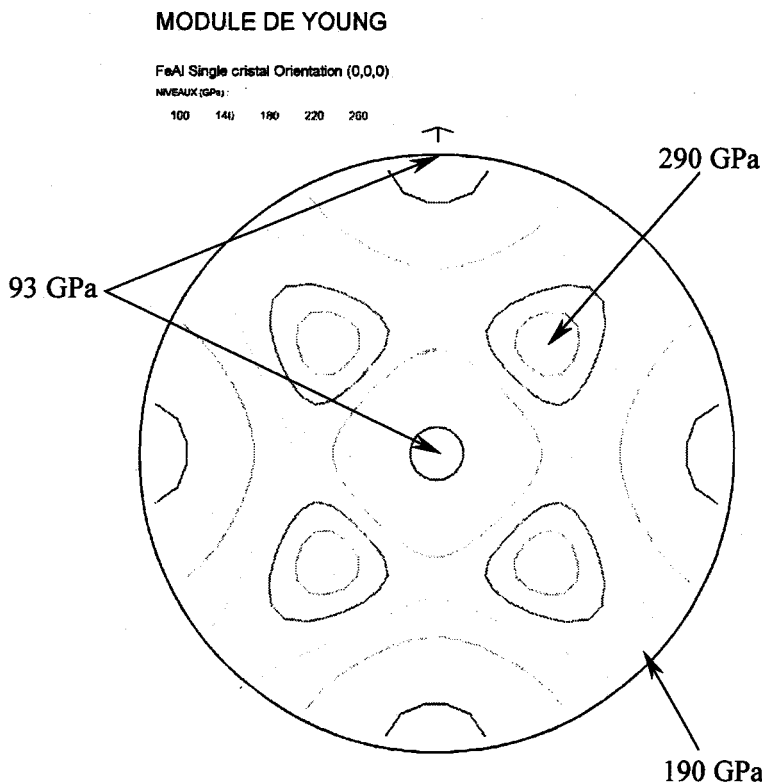


Figure II.13 : Projection stéréographique des valeurs du module d'Young d'un monocristal Fe-40at.%Al à température ambiante calculées avec l'approximation de Hill.

Les modules d'Young de l'alliage polycristallin Fe-40at.%Al non texturé peuvent être déterminés à 0 et à 300 K en mettant à la valeur nulle les trois coefficients de texture du rang  $l=4$   $C_4^1$ ,  $C_4^2$  et  $C_4^3$ .

Calculés à partir de l'approximation de Hill,  $E_{\text{Fe-40at.\%Al isotrope}}$  à 0 K vaut 205.7 GPa et à 300 K 190 GPa.

Dans le cas d'un matériau texturé, le Tableau II.2 indique que la valeur calculée du module d'Young avec l'approximation de Hill dans la direction de la barre paraît en bon accord avec le module d'Young déterminé expérimentalement (par la mesure de la pente à l'origine sur une courbe de traction) par Lenhard sur une barre extrudée à 1100°C à partir de la poudre FeAl40 Grade 3 avec un rapport d'extrusion de 14:1 [LENHARD 99].

	Approximation de Voigt	Approximation de Reuss	Approximation de Hill	Expérimental
E (GPa)	224.5	161.2	193.8	199

Tableau II.2 : Modules d'Young  $E$  calculés et expérimental (GPa) de l'alliage FeAl40 Grade 3 dans la direction de la barre.

Du fait de ce bon accord entre l'expérience et l'approximation de Hill, les modules d'Young calculés des matériaux étudiés dans ce mémoire n'ont pas été vérifiés expérimentalement. Le module d'Young calculé est fonction de la qualité de la mesure de la texture. Cependant, en faisant varier la valeur du coefficient de texture  $C_4^1$  de  $\pm 10\%$ , le module d'Young varie lui de  $\pm 0.25\%$ .

## II.5-Essais mécaniques

### II.5.1-Essais de compression

L'essai de compression n'est pas le plus usité pour déterminer les propriétés mécaniques des métaux du fait de certaines difficultés à surmonter pour sa mise à œuvre [FRANÇOIS]. En effet, il importe d'obtenir un excellent parallélisme des faces d'appui de l'éprouvette, parfaitement perpendiculaires à son axe pour s'assurer de l'axialité des efforts. Ce parallélisme a pu être obtenu en polissant attentivement les deux faces des éprouvettes une fois insérées dans un gabarit cylindrique plus dur, percé de leur diamètre et ayant ses deux faces parfaitement parallèles.

Cet essai a été mis en œuvre afin de déformer plastiquement le matériau obtenu par extrusion de la poudre FeAl40 Grade 3 à 1100°C avec un rapport d'extrusion de 14:1.

Aux taux de déformation les plus élevés, l'éprouvette peut prendre la forme d'un tonneau. Cette hétérogénéité de déformation près des appuis n'est plus importante si les zones analysées plus tard sont prélevées au cœur du tonneau. La perturbation aux appuis pourrait être également réduite en augmentant la longueur de l'éprouvette mais au risque de la faire flamber. Le rapport longueur/diamètre ( $L/\varnothing$ ) ne doit pas être trop élevé.

La longueur critique de flambage  $L$  pour un cylindre de diamètre  $\varnothing$  est telle que [FRANÇOIS] :

$$\frac{L}{\varnothing} = \frac{\pi}{8} \sqrt{\frac{E}{\sigma}}$$

avec  $E$  le module d'Young,  
 $\sigma$  la limite élastique.

Pour l'alliage FeAl40 Grade 3,  $E=199$  GPa et  $\sigma=894$  MPa [MORET 96, LENHARD 01]. Le rapport  $L/\varnothing$  vaut alors 5.85 ce qui signifie que la longueur devrait être très supérieure au diamètre. Or, Il est souvent recommandé d'adopter un rapport égal à 3 [FRANÇOIS].

Les échantillons prélevés à partir de la barre extrudée par tournage et tronçonnage ont un diamètre de 7.5 mm et une hauteur de 11 mm. Le rapport  $L/\varnothing$  vaut alors 1.46.

Ce faible diamètre a été choisi pour permettre la déformation des échantillons dans les limites de charge maximale de la machine. Les essais de compression axiale sont effectués à l'aide d'une machine de traction/compression INSTRON de charge maximale 20 tonnes. La déformation a lieu à température ambiante (20°C) et à taux de déformation constant à  $3.5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ .

La machine n'étant pas équipée d'extensiomètres capables de mesurer la déformation des échantillons seuls (sans prendre en compte la déformation de la machine), le taux de compression a donc été contrôlé en terme de réduction de hauteur des échantillons avec la relation :

$$\% \text{ compression} = \frac{h_0 - h}{h_0} \times 100$$

avec  $h_0$  la hauteur de l'échantillon avant essai,  
 $h$  la hauteur de l'échantillon après la compression.

L'essai de compression est validé si l'échantillon déformé ne présente aucun signe de fissuration et si aux plus forts taux de déformation, un petit tonneau symétrique est obtenu.

Après l'essai, les échantillons sont tronçonnés en deux moitiés. Toutes les analyses seront donc effectuées au centre des échantillons, c'est-à-dire dans la zone où la déformation à froid est la plus homogène.

### II.5.2-Micodureté

La microdureté est une mesure de la résistance opposée par la surface d'un matériau à la pénétration d'un pénétrateur plus dur, sous faibles charges (de 0.01 N à 10 N).

Les valeurs de microdureté Vickers ont été déterminées en utilisant un microduromètre LEICA, la charge appliquée sur le pénétrateur pyramidal est de 300 grammes pendant 15 secondes.

Les essais sont effectués sur des sections d'échantillons enrobées, polies miroir et légèrement attaquées. Chaque point résultent de la moyenne de 12 indentations parmi lesquelles les valeurs extrémales sont préalablement retirées.

## II.6-Traitements thermiques

Des traitements thermiques ont été effectués pour l'étude de l'influence d'un traitement de recristallisation statique traitée au Chapitre IV. Plusieurs paramètres vont conditionner le traitement de recristallisation statique : notamment la déformation à froid imposée au matériau (par la compression axiale) puis le temps de maintien et la température de recuit.

Les traitements thermiques, effectués dans un four sous vide partiel à la pression de 0.1 atm afin de limiter l'oxydation exagérée des échantillons, sont isothermes. La température, fixée à 1000°C, est contrôlée par un

régulateur relié à un thermocouple disposé dans le four qui mesure la température au contact de l'échantillon installé.

Pour les traitements thermiques de durée supérieure ou égale à 1 heure, les échantillons seront refroidis à l'air libre à leur sortie du four. Des mesures de microdureté permettront de rendre compte de la restauration ou de la recristallisation de l'alliage préalablement déformé puis traité thermiquement 1 heure à 1000°C. Pour les traitements thermiques de courtes durées, 30 secondes et 1, 2, 6 minutes, les échantillons seront immédiatement trempés à l'eau lors de leur sortie du four. Cette trempe à l'eau est importante car elle va garantir la courte durée du traitement thermique en stoppant l'évolution de la microstructure de l'échantillon postérieure au traitement au cours de son refroidissement. Du fait de la sensibilité de l'alliage à la formation de lacunes thermiques au cours de son refroidissement, la mesure de microdureté sera proscrite sur ces échantillons refroidis brutalement car elle risquerait d'être surestimée.

Avant la préparation soignée des échantillons pour observer leur microstructure, une étape de pré-polissage grossier est ajoutée afin d'être sûre de supprimer la couche oxydée formée lors du traitement thermique, une épaisseur comprise entre 0.5 et 1 mm du matériau est ainsi éliminée.

## Références

- [AUKRUST 97] Aukrust T., Tjøtta S., Vatne H.E., Van Houtte P. : “*Coupled FEM and texture modelling of plane strain extrusion of an aluminium alloy*”, International Journal of Plasticity, Vol. 13, N°1-2, pp. 111-125, 1997.
- [BUNGE 82] Bunge H.J. : “*Texture analysis in material science*”, Butterworths London, 1982.
- [BUNGE 82a] Bunge H.J., Esling C. : “*Quantitative texture analysis*”, Gesellschaft für Metallkunde, 1982.
- [FRANÇOIS] François D. : “*Essais mécaniques des métaux - Détermination des lois de comportement*”, Techniques de l'Ingénieur, Fascicule M120.
- [HILL 52] Hill R. : “*The elastic behavior of a crystalline aggregate*”, Proceedings of the Physical Society of London, Vol. A65, pp. 349-354, 1952.
- [HJELLEN 93] Hjelen J., Ørsund R., Hoel E., Runde P., Furu T., Nes E. : “*EBSP, progress in technique and applications*”, Textures and Microstructures, Vol. 20, pp. 29-40, 1993.
- [HONEFF 78] Honeff H., Mecking H. : “*A method for the determination of the active slip systems and orientation changes during single crystal deformation*”, Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 5), édité par G. Gottstein et K. Lücke, Vol. 1, pp. 265-275, Berlin, 1978.
- [HUMPHREYS 99] Humphreys F.J. : “*Quantitative metallography by electron backscattered diffraction*”, Journal of Microscopy, Vol. 195, pp. 170-185, 1999.
- [HUMPHREYS 01b] Humphreys F.J. : “*Review: Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction*”, Journal of Materials Science, Vol. 36, pp. 3833-3854, 2001.
- [JUUL JENSEN 93] Juul Jensen D. : “*Automatic EBSP analysis for recrystallization studies*”, Textures and Microstructures, Vol. 20, pp. 55-65, 1993.
- [KUNZE 93] Kunze K., Wright S.I., Adams B.L., Dingley D.J. : “*Advances in automatic EBSP single orientation measurements*”, Textures and Microstructures, Vol. 20, pp. 41-54, 1993.
- [LEAMY 67] Leamy H.J., Gibson E.D., Kayser F.X. : “*The elastic stiffness coefficients of iron-aluminium alloys - I. Experimental results and thermodynamic analysis*”, Acta Metallurgica, Vol. 15, pp. 1827-1838, 1967.
- [LENHARD 99] Lenhard S., Wagner F., Grosdidier T., Revol S., Baccino R. : “*Texture, microstructure and properties in mechanically alloyed and extruded FeAl*”, Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 12), édité par J.A. Szpunar, Vol. 1, pp. 683-688, Ottawa, 1999.
- [LENHARD 01] Lenhard S. : “*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*”, Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, 2001.
- [MORET 96] Moret F., Baccino R., Martel P., Guetaz L. : “*Propriétés et applications des alliages intermétalliques B<sub>2</sub>-FeAl*”, Journal de Physique IV, Colloque 2, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, pp. 281-289, 1996.
- [SCHWARZER 93] Schwarzer R.A. : “*The determination of local texture by electron diffraction - A tutorial review*”, Textures and Microstructures, Vol. 20, pp. 7-27, 1993.
- [TAYLOR 38] Taylor G.I. : “*Plastic strain in metals*”, Journal of the Institute of Metals, Vol. 62, pp. 307-324, 1938.

[VAN HOUTTE 88] Van Houtte P. : "*A comprehensive mathematical formulation of an extended Taylor-Bishop-Hill model featuring relaxed constraints, the Renouard-Wintenberger theory and a strain rate sensitivity model*", Textures and Microstructures, Vol. 8-9, pp. 313-350, 1988.

[WAGNER 96] Wagner F., Humbert M., Muller J., Esling C. : "*The use of the positivity method to approximate the complete ODF*", Textures and Microstructures, Vol. 25, pp. 197-203, 1996.

[ZENG 96] Zeng X.H., Ericsson T. : "*Anisotropy of elastic properties in various aluminium-lithium sheet alloys*", Acta Materialia, Vol. 44, N°5, pp. 1801-1812, 1996.

## III-INFLUENCE DU PROCEDE D'ELABORATION

### III.1-Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence de différentes voies d'élaboration sur le développement des microstructures et textures cristallographiques et les propriétés mécaniques de l'alliage Fe-40at.%Al renforcé.

Les matériaux étudiés sont consolidés à chaud par PLANSEE à partir d'une poudre fabriquée dans des conditions industrielles. Ils se présentent sous la forme de barres. Ils seront ainsi dénommés "produits longs" (PL). Le projet FIAC a également prévu d'autres modes de consolidation, notamment par forgeage et par laminage croisé, afin d'obtenir un alliage FeAl sous la forme de plaques [REVOL 01]. Ces "produits plats", qui ont été étudiés dans le cadre du contrat Européen, ne feront pas l'objet de cette thèse.

Les différents résultats présentés et discutés s'étendront au-delà du seul aspect "contractuel" du travail fourni par le LETAM au sein du projet FIAC. Par exemple, bien que les tailles de grains annoncées pour la caractérisation des microstructures aient été mesurées à partir d'analyses au MET par le CSIC-CENIM de Madrid, autre partenaire académique du contrat, le LETAM a effectué quelques investigations supplémentaires avec cette technique et avec la technique EBSD couplée à un MEB FEG afin d'enrichir notamment ses interprétations des textures cristallographiques.

Dans un premier temps, les voies d'élaboration utilisées pour la fabrication des différents matériaux seront détaillées au sous-chapitre III.2. Le sous-chapitre III.3 sera dédié à la caractérisation des textures et des microstructures. Les modules d'Young calculés à partir des mesures de textures seront présentés au sous-chapitre III.4. Le sous-chapitre III.5 concernera la simulation des textures à l'aide du modèle de déformation plastique de Taylor. Les résultats présentés dans ces trois sous-chapitres seront discutés successivement au sous-chapitre III.6. Une synthèse finale terminera ce chapitre en récapitulant les principaux mécanismes régissant la formation et l'évolution des microstructures et des textures cristallographiques des différents produits longs.

### III.2-Les matériaux "Produits Longs"

La composition chimique exacte de la poudre fabriquée par PLANSEE pour mettre en forme les différents matériaux est décrite dans le Tableau III.1. De la même façon que la poudre FeAl40 Grade 3 présentée au Chapitre I, cette poudre, dénommé FIAC FeAl, est obtenue en deux étapes. Seules les conditions de fabrication change, en laboratoire pour la poudre FeAl40 Grade 3 et en conditions industrielles pour la poudre FIAC FeAl.

Eléments	Fe	Al	Zr	B	O	C	N	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	S	Si	H <sub>2</sub> O
Poudre FIAC FeAl	Bal.	24.2	1225	47	3755	154	37	1	< 5	300	

Tableau III.1 : Composition chimique de la poudre FIAC FeAl élaborée par PLANSEE (en ppm du poids total, excepté pour Al et Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> en % du poids total).

La composition chimique de la poudre FIAC FeAl est très proche de celle de la poudre FeAl40 Grade 3. Pour la poudre FIAC FeAl, la fine dispersion d'oxyde d'yttrium Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> rajoutée au début de l'étape de mécanosynthèse a une granulométrie de 0.8 µm avec 100% de la poudre en-dessous de 10 µm. La poudre est

fine et majoritairement sphérique, sa granulométrie est de 13  $\mu\text{m}$  et 100% de la poudre a une taille inférieure à 80  $\mu\text{m}$ .

Le Tableau III.2 décrit les procédés mis en œuvre par PLANSEE pour obtenir les différents produits longs à partir de la consolidation à chaud de la poudre FIAC FeAl.

Dénomination	Description
PL I	Extrusion à 1100°C avec un rapport de réduction de 14:1
PL Ia	PL I + forgeage à 1100°C par compression axiale de 10%
PL Ib	PL I + forgeage à 1100°C par compression axiale de 25%
PL Ic	PL I + forgeage à 1100°C par compression axiale de 50%
PL Ie	PL I + élancement axiale de 50% par martelage rotatif à 1100°C
PL V	Poudre compactée ("HIPping") sous 1000 bars à 1100°C + martelage rotatif à 1100°C avec un rapport de réduction de 14:1

Tableau III.2 : Définition des produits longs élaborés par PLANSEE à partir de la poudre FIAC FeAl.

L'expression "poudre compactée" est rencontrée plus couramment dans la littérature sous la dénomination de "HIPping" pour Hot Isostatic Pressing [WESTERLUND 99, WESTERLUND 00]. Ce procédé de mise en forme, proche du frittage, est habituellement réservé à des matériaux réfractaires du type oxydes ou carbures (dont l'usinage est impossible par des procédés classiques) pour l'outillage par exemple. Le HIPping consiste à compacter une poudre directement ou dans une gaine sous très hautes pression et température. Tout au long de ce mémoire, les termes "HIPpée" ou "HIPping" feront référence à une première étape d'élaboration des matériaux au cours de laquelle la poudre est compactée dans une gaine en acier sous 1000 bars à 1100°C.

Le matériau PL I est obtenu par extrusion de la poudre qui initialement, est contenue dans une gaine en acier. La force exercée lors de l'extrusion est essentiellement axiale. Cependant, à la différence d'une simple traction, il existe aussi des forces de compression radiales dues à la présence de la filière d'extrusion. Le diamètre extérieur de la gaine est 160 mm, le diamètre intérieur 135 mm et sa longueur 680 mm. Après passage dans la filière, le diamètre extérieur vaut 46 mm et le diamètre intérieur 34 mm.

Les matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic sont obtenus par forgeage, aux taux respectifs de 10, 25 et 50%, de lopins prélevés sur le matériau PL I, ces lopins ayant pour longueur initiale 92 mm (2 x le diamètre extérieur).

Les matériaux PL I, PL Ia, PL Ib et PL Ic ont été livrés dans leur gaine d'origine.

Les matériaux PL Ie et PL V sont obtenus par martelage rotatif à chaud soit à partir du matériau brut d'extrusion PL I (pour PL Ie) soit à partir d'une poudre "HIPpée" dans une gaine en acier de forme cylindrique (pour PL V). Le procédé de martelage rotatif consiste à réduire le diamètre de la barre en la frappant radialement avec des marteaux qui tournent autour d'elle. La Figure III.1 schématise ce procédé d'élaboration. La barre est située au centre du dispositif. De ce fait, la réduction radiale engendre un allongement longitudinal. La morphologie des matériaux obtenus par ce procédé est similaire à ceux obtenus par extrusion. L'allongement de la matière aboutit à l'obtention de barres. Néanmoins, à la différence de l'extrusion, les forces exercées par le martelage rotatif pour déformer la barre sont purement radiales, l'écoulement de la matière ayant lieu dans une direction perpendiculaire.



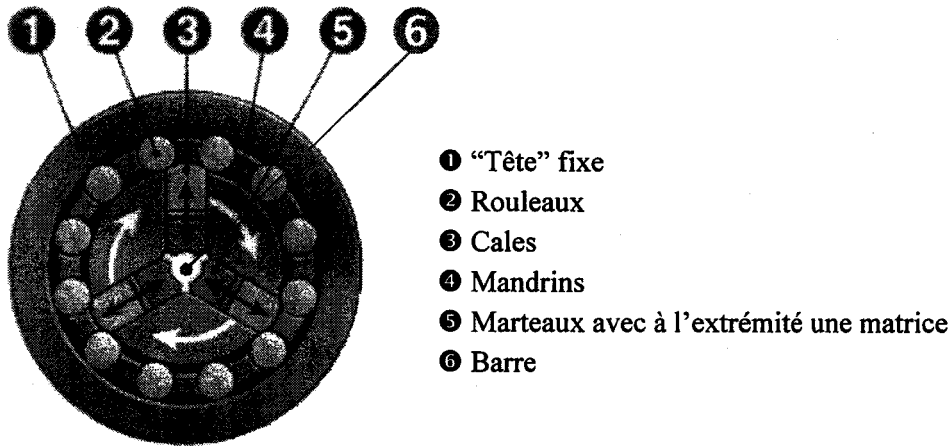


Figure III.1 : Principe du martelage rotatif.

Les dimensions initiales du matériau PL I utilisé pour produire la barre PL Ie sont 120 mm pour le diamètre extérieur, 90 mm pour le diamètre intérieur et 480 mm pour la longueur. Après la première étape d'extrusion, le diamètre extérieur est 33 mm et le diamètre intérieur 20 mm. L'étape de martelage rotatif réduit encore le diamètre de la barre pour obtenir au final une barre de diamètre extérieur 27 mm et de diamètre intérieur 16 mm.

Le matériau PL V est obtenu à partir du martelage rotatif d'une poudre préalablement "HIPpée" dans une gaine de diamètre extérieur 78 mm, de diamètre intérieur 60 mm et de longueur L. Le martelage rotatif s'effectue en 2 passes pour obtenir au final une barre de longueur 14 x L de diamètre extérieur 21 mm et de diamètre intérieur 16 mm.

Les matériaux PL Ie et PL V ont été livrés sans leur gaine d'origine préalablement éliminée par dissolution chimique à l'acide par PLANSEE.

Pour tous les produits longs, pour raison de confidentialité, aucune information concernant les vitesses de déformation ne sont disponibles.

Pour les caractérisations microstructurales (textures et microstructures) et l'estimation des propriétés élastiques, les échantillons ont été découpés au centre des barres ou des lopins. Toutes les analyses effectuées sont donc relatives à des échantillons prélevés à cœur.

Les surfaces analysées sont perpendiculaires à l'axe de la barre ou du lopin. Quelques coupes complémentaires parallèles à cet axe ont été également effectuées pour étudier la microstructure. Les échantillons ont été préparés pour les différentes analyses (mesures des textures et observations des microstructures) selon les gammes définies au Chapitre II.

### III.3-Caractérisations microstructurales

#### III.3.1-Caractérisation des textures

Les produits longs sont des barres (PL I, PL Ie, PL V) ou des petits cylindres, qui prennent une forme de tonneaux, ayant subi différents taux de compression axiale (PL Ia, PL Ib, PL Ic). Les géométries des chemins de déformation permettent aux échantillons de présenter une symétrie dite "de fibre". La présence de cette symétrie va faciliter la représentation des textures sous la forme d'ODF puisqu'une seule section à  $\Phi_1 = \text{constante}$  de l'espace d'Euler ( $\Phi_1, \Phi_1, \Phi_2$ ) est suffisante pour représenter l'ODF et décrire la texture.

##### Brut d'extrusion

La Figure III.2 présente les figures de pôles expérimentales  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{211\}$  du matériau PL I. Le pic, d'intensité 7.25 observé au centre de la figure de pôle  $\{110\}$ , indique la présence d'une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion. Cette observation est cohérente avec les deux autres figures de pôles. Les couronnes obtenues sur ces figures permettent de vérifier la symétrie d'échantillon et d'appliquer la symétrie de fibre pour le calcul des ODF. Cette vérification a été effectuée pour les autres produits longs.

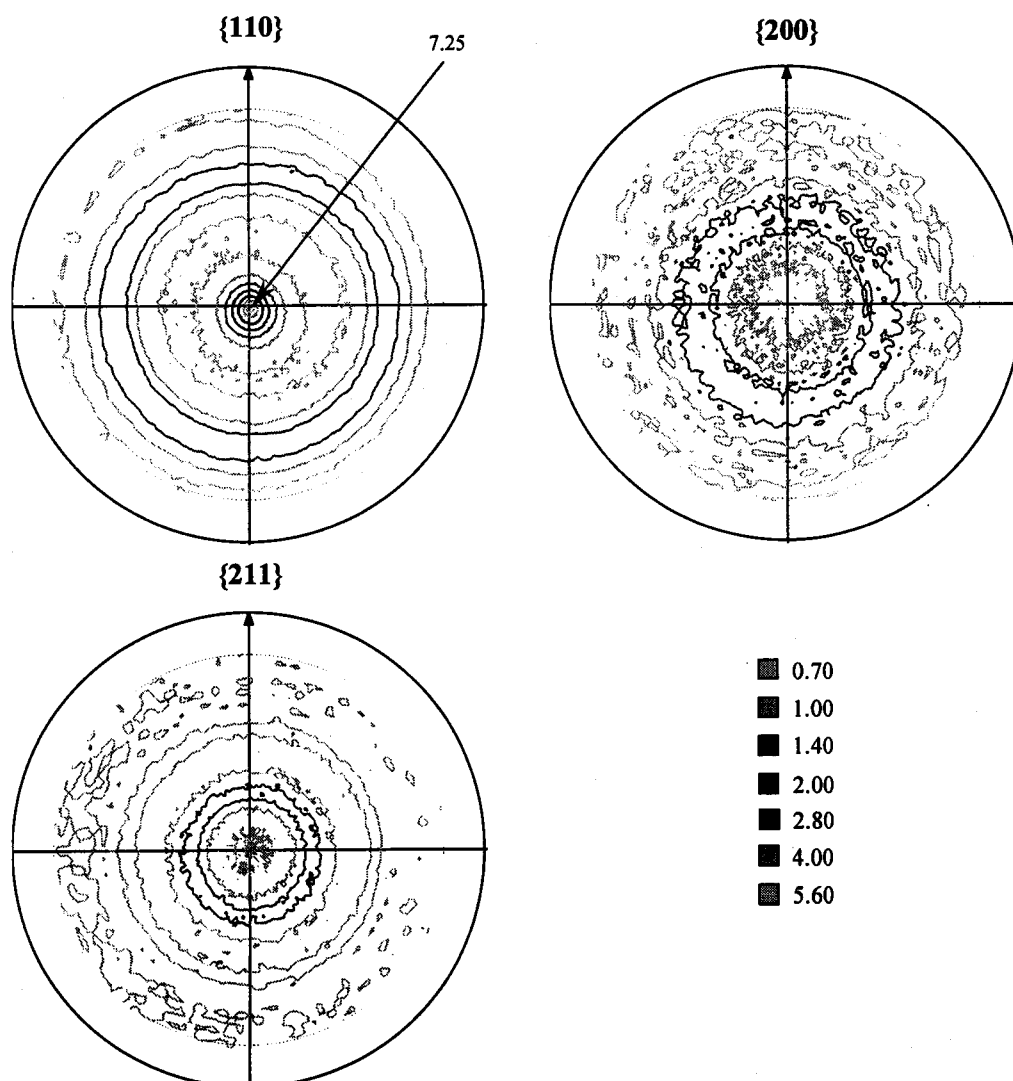


Figure III.2 : Figures de pôles expérimentales  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{211\}$  du matériau brut d'extrusion (PL I) avant symétrisation.

Afin de vérifier l'homogénéité de la texture, plusieurs mesures ont été effectuées sur une barre du matériau PL I en entrée, milieu et sortie de barre. Les échantillons ont été prélevés comme indiqué sur la Figure III.3.

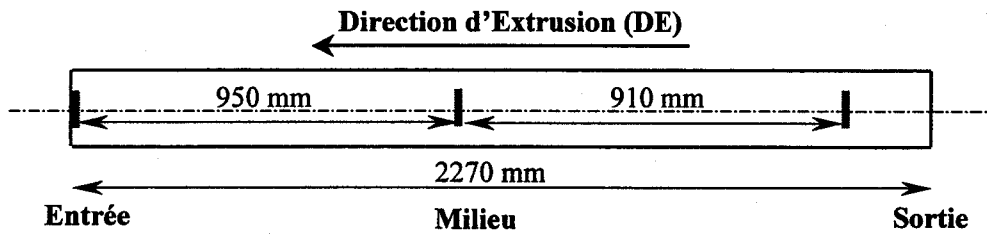


Figure III.3 : Prélèvement des échantillons pour les différentes mesures de texture sur le matériau PL I.

L'appellation "Entrée" correspond en fait à la première extrémité passant dans la filière d'extrusion.

La Figure III.4 présente les ODF calculées correspondant à l'orientation des cristallites en entrée, au milieu et en sortie de la barre. Elles montrent toutes une fibre  $\langle 110 \rangle$  d'intensité comprise entre 5.25 et 6 selon la zone analysée. Cette composante s'élargit vers les directions  $\langle 210 \rangle$ . La composante  $\langle 111 \rangle$  est également détectée à une intensité très inférieure, environ 1.

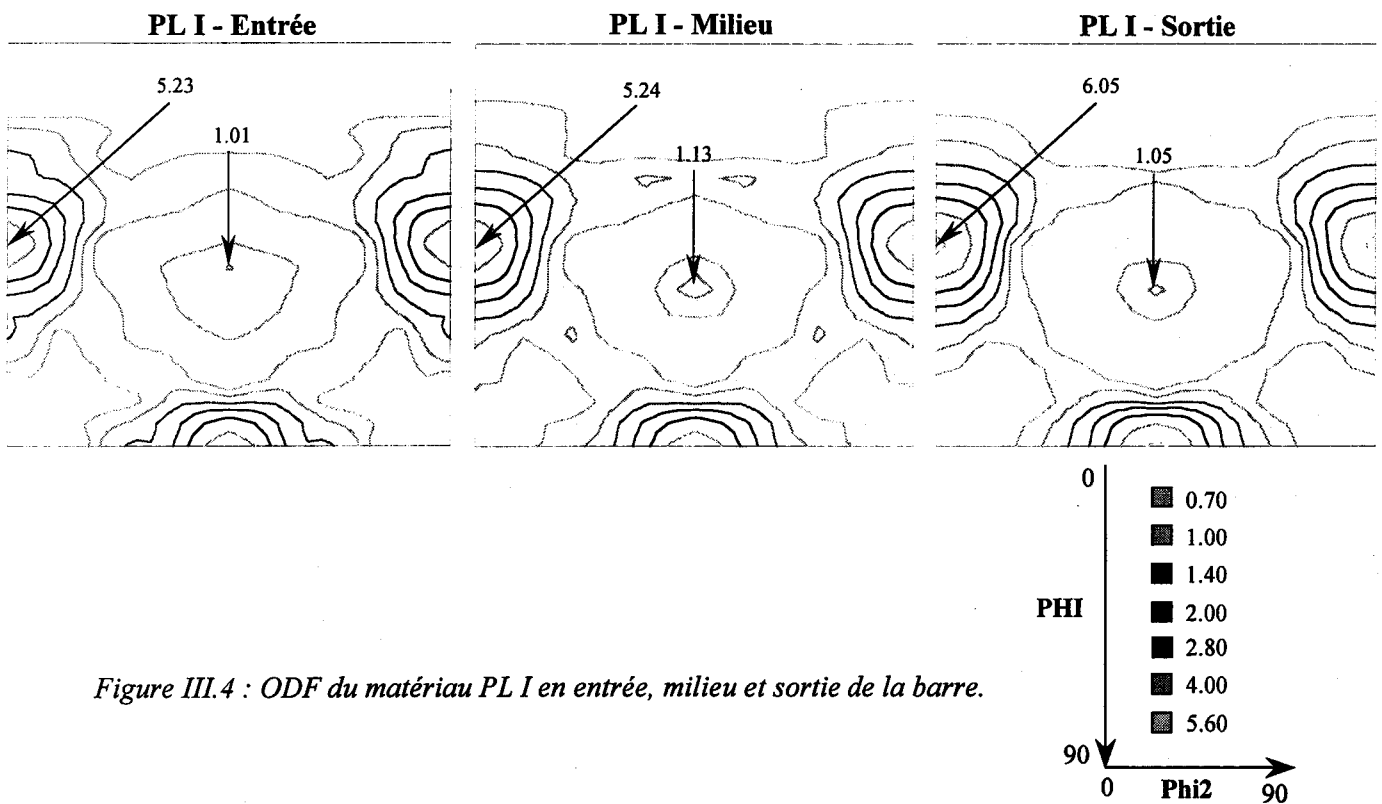


Figure III.4 : ODF du matériau PL I en entrée, milieu et sortie de la barre.

Ces ODF, obtenues en trois zones différentes, sont assez similaires. Cette similitude suggère une température d'extrusion relativement homogène. En effet, des travaux antérieurs ont montré que pour un matériau extrudé avec le rapport 14:1 à partir de la poudre FeAl40 Grade 3 du CEA mais avec des températures d'extrusion différentes, les intensités des composantes de texture variaient [LENHARD 01]. Ainsi, la Figure III.5 présente l'évolution de l'intensité maximale de la composante  $\langle 110 \rangle$  de barres extrudées par le CEA à différentes températures. Il apparaît que la température d'extrusion modifie l'intensité de la composante  $\langle 110 \rangle$ . En effet, son intensité maximale croît avec la température.

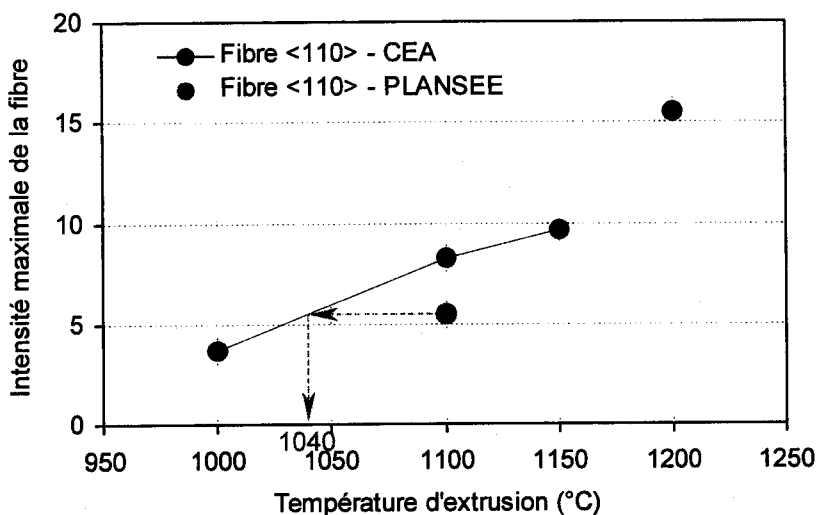


Figure III.5 : Evolution de l'intensité maximale de la fibre <110> en fonction de la température d'extrusion.

D'après ce graphique, l'intensité maximale de la fibre <110> pour un matériau extrudé à 1100°C par le CEA est de 8 alors que les matériaux extrudés par PLANSEE présentent une intensité maximale pour la même fibre d'environ 5.5. En considérant que la température soit homogène lors de l'extrusion, il n'en demeure pas moins incertain que la température d'extrusion soit effectivement de 1100°C. En effet, la projection de l'intensité maximale de la fibre <110> du matériau produit par PLANSEE à la température de 1100°C (point rouge sur le graphique) sur la courbe bleue "Fibre <110> - CEA", indique une température d'environ 1040°C. Cette hypothèse concernant une température d'extrusion différente permettrait d'expliquer les différences d'intensités maximales de la fibre <110> entre le matériau extrudé à 1100°C à partir de la poudre FIAC FeAl et celui à partir de la poudre FeAl40 Grade 3.

Par la suite, d'autres différences entre ces deux matériaux extrudés à l'échelle du laboratoire ou à l'échelle industrielle seront de nouveau constatées au niveau des propriétés microstructurales (taille des grains) et mécaniques (microdureté par exemple). Ainsi, la taille des grains et la microdureté du matériau extrudé à partir de la poudre FIAC FeAl sont respectivement plus petite et plus élevée que celles du matériau extrudé à partir de la poudre FeAl40 Grade 3. Ces évolutions plaident également pour une température d'extrusion moins élevée pour le matériau produit par PLANSEE.

### Brut d'extrusion + compression axiale

Les différentes textures obtenues en fonction du taux de compression axiale à 1100°C sur le matériau brut d'extrusion sont représentées sur la Figure III.6. Les trois ODF décrivant la texture des matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic ont un point commun : la présence de deux composantes principales parallèles à l'axe d'extrusion qui sont la composante <110> et la composante <111>. Les différences de texture entre ces matériaux résident dans des intensités des composantes <110> et <111> différentes selon le taux de compression axiale considéré.

Ainsi, pour la texture du matériau PL Ia, la composante <110> est majoritaire avec une intensité proche de 8 et la composante <111> est minoritaire à 2.5.

Concernant la texture du matériau PL Ib, l'intensité maximale de la composante <110> atteint la valeur 6, ce qui est plus faible que celle mesurée pour le matériau PL Ia, et la composante <111> est également plus faible à 1.5.

Quant au matériau PL Ic, les intensités des deux composantes sont à peu près équivalentes à l'intensité 3. Il faut néanmoins noter que la composante  $\langle 110 \rangle$  n'est plus exactement localisée sur les angles d'Euler relatifs à cette orientation, elle "glisse" légèrement vers le centre de la section de l'ODF. Si l'intensité de la composante  $\langle 110 \rangle$  diminue par rapport à celle des matériaux PL Ia et PL Ib, c'est au profit de la composante  $\langle 111 \rangle$  qui se trouve légèrement renforcée après la compression axiale à un taux de 50% à 1100°C.

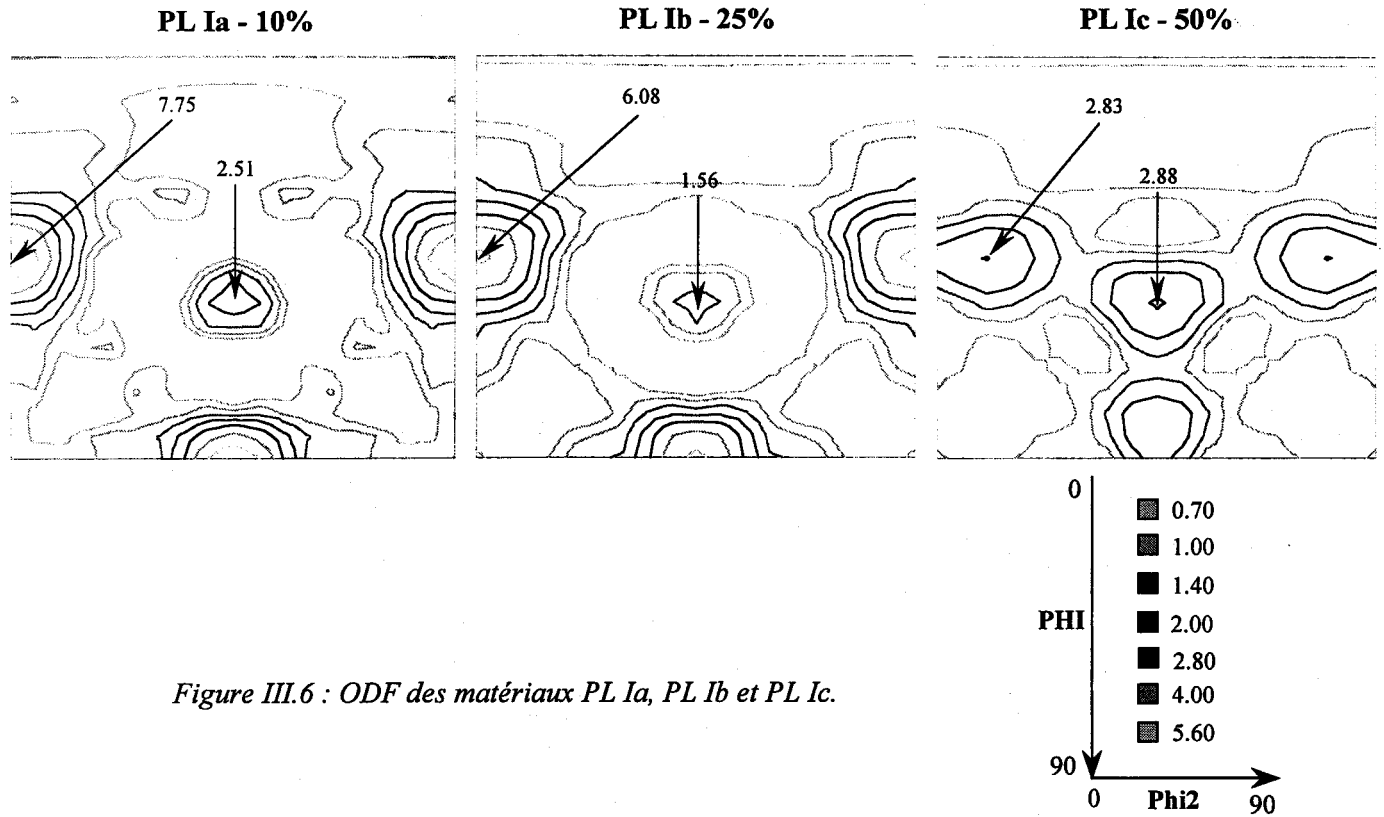


Figure III.6 : ODF des matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic.

L'effet de la compression axiale sur un matériau brut d'extrusion se traduit au final, après une compression de 50%, par une diminution de l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  au profit du renforcement de la fibre  $\langle 111 \rangle$  et une rotation de la fibre  $\langle 110 \rangle$  vers la fibre  $\langle 111 \rangle$ .

### Effet du martelage rotatif

Le martelage rotatif d'une barre revient à l'allonger dans son axe. La morphologie de la barre résultant de l'allongement de la préforme (de la poudre "HIPpée" dans une gaine en acier cylindrique) est similaire à celle d'une barre extrudée. Cependant, il faut bien garder à l'esprit que les mécanismes de déformation engendrés par le martelage rotatif, en terme d'écoulement de la matière par exemple, sont différents de ceux de l'extrusion.

La Figure III.7 montre les textures des matériaux PL Ie et PL V. Ces textures présentent toutes les deux la composante  $\langle 110 \rangle$ , composante préalablement observée pour les matériaux extrudés.

Dans les deux cas, l'intensité de cette composante est nettement accrue par rapport à celle obtenue par extrusion seule. Pour le matériau PL Ie, obtenu à partir du matériau brut d'extrusion qui lui-même est ensuite martelé, l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  passe de 6.05 (intensité maximale de la fibre  $\langle 110 \rangle$  du matériau brut d'extrusion PL I) à 9.5 après l'étape de martelage rotatif. La composante  $\langle 111 \rangle$  est toujours présente et stable à l'intensité de 1.

Si la barre initiale à marteler est une poudre "HIPpée", la composante  $\langle 110 \rangle$  est encore plus renforcée, son intensité maximale atteignant la valeur 12. Contrairement aux matériaux PL I et PL Ie, cette composante ne

s'étale pas vers les directions  $\langle 210 \rangle$ . Les plus hauts niveaux de l'ODF sont concentrés sur l'orientation idéale  $\langle 110 \rangle$  tandis que les plus faibles s'élargissent vers l'orientation idéale  $\langle 111 \rangle$ .

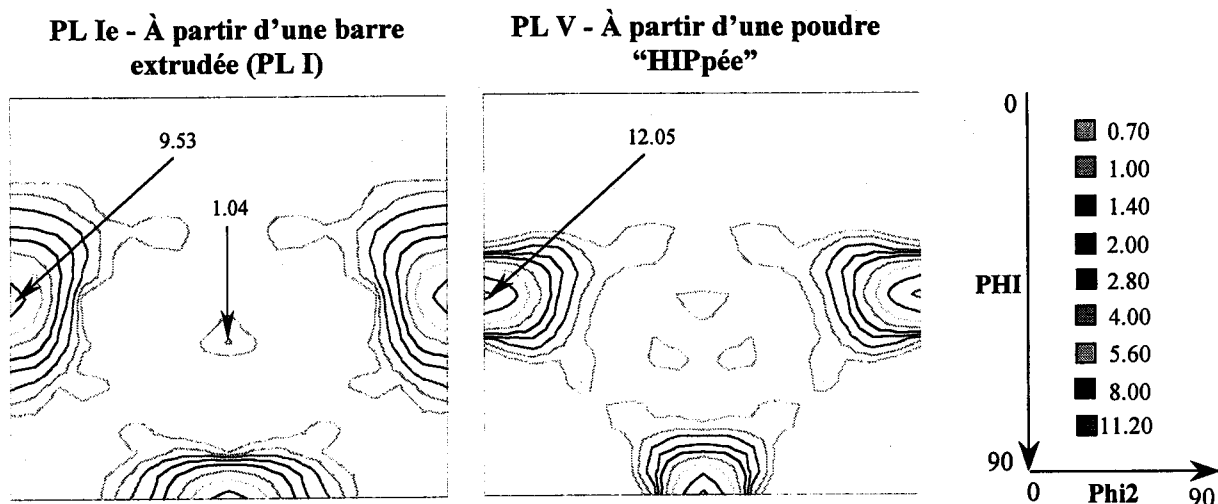


Figure III.7 : ODF des matériaux PL Ie et PL V dont l'obtention finale comprend une mise en forme par martelage rotatif.

D'une manière générale, le martelage rotatif renforce la composante  $\langle 110 \rangle$ , que le matériau de départ soit déjà texturé (matériau PL Ie) ou pas (matériau PL V).

Le graphique de la Figure III.8 synthétise les résultats obtenus concernant l'évolution des intensités des deux composantes de texture majoritairement rencontrées, les fibres  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ , dans les matériaux dénommés produits longs PL XX.

Il est rappelé que le point indiqué sur le graphique pour représenter l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  du matériau PL Ic (compression axiale de 50%) ne correspond pas exactement à la fibre  $\langle 110 \rangle$ . En effet, le maximum de cette composante se trouve dévié de  $10^\circ$  par rapport à l'orientation idéale de la fibre  $\langle 110 \rangle$ .

Les tendances générales, schématisées par les droites du graphique de la Figure III.8, qui s'en dégagent peuvent se résumer ainsi :

- (i) Lorsque le matériau est déformé par allongement, c'est la composante  $\langle 110 \rangle$  qui domine et qui se renforce.
- (ii) Lorsque le matériau subit une compression axiale, la composante  $\langle 110 \rangle$  est atténuée et c'est la composante  $\langle 111 \rangle$  qui apparaît et qui se renforce.

Afin d'identifier les mécanismes (déformation et/ou recristallisation) qui ont conduit à l'obtention de ces textures cristallographiques, il a été nécessaire de caractériser la microstructure de ces produits longs.

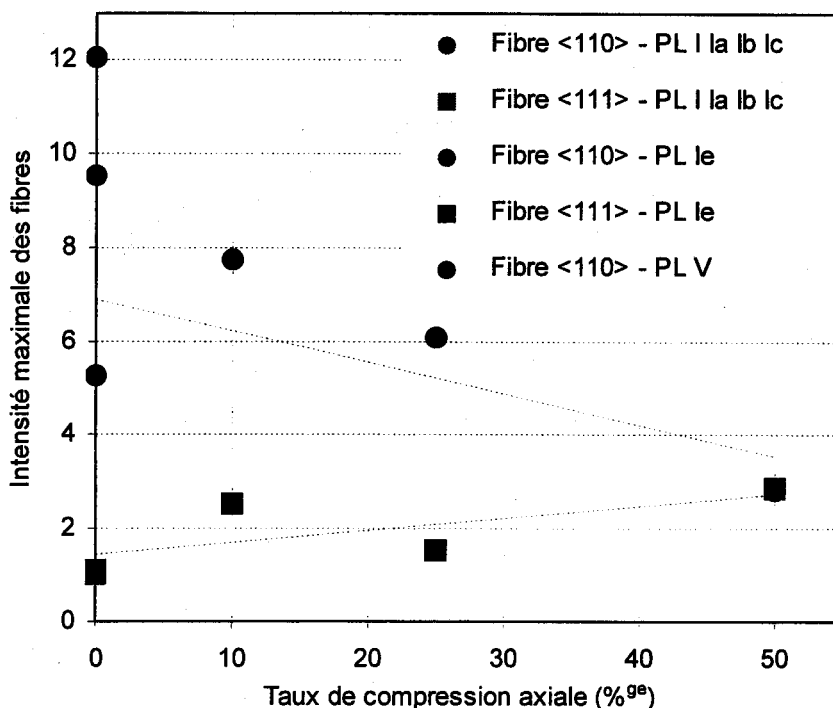


Figure III.8 : Evolution des intensités maximales des fibres <110> et <111> des matériaux dits "produits longs".

### III.3.2-Caractérisation des microstructures

Dans le cadre de cette thèse, les microstructures des produits longs PL XX ont été caractérisées par MET et par MEB couplé à un système EBSD afin d'étudier localement les relations texture/microstructure.

Les tailles des grains et des particules d'oxydes des produits longs PL XX ont été quantifiées par le CSIC-CENIM dans le cadre du contrat FIAC [MORRIS 02]. Ces mesures ont été réalisées exclusivement sur des sections perpendiculaires à l'axe des barres ou des lopins. Les données sont représentées sur les graphiques de la Figure III.9.

Le graphique de gauche indique que la taille des grains augmente avec le taux de compression axiale en passant de 0.5  $\mu\text{m}$  pour le matériau brut d'extrusion (PL I) à 1.2  $\mu\text{m}$  après la compression de 50% (PL Ic). Après une compression de 10% (PL Ia), la taille des grains a déjà doublé. Le martelage rotatif d'une barre extrudée ou d'une poudre "HIPpée" engendre également une augmentation de la taille des grains à 1.5  $\mu\text{m}$  environ pour les deux matériaux PL Ie et PL V avec un léger avantage pour ce dernier.

Le graphique de droite concerne la taille des particules. Elle aussi augmente avec le taux de compression axiale en passant de 12 nm pour le matériau PL I à 15 nm pour le matériau PL Ic. Cette augmentation est donc très modérée. L'augmentation de la taille des particules entre le matériau brut d'extrusion et le matériau obtenu par le martelage rotatif d'une poudre "HIPpée" est plus significative puisqu'elle est de 18 nm pour le matériau PL V.

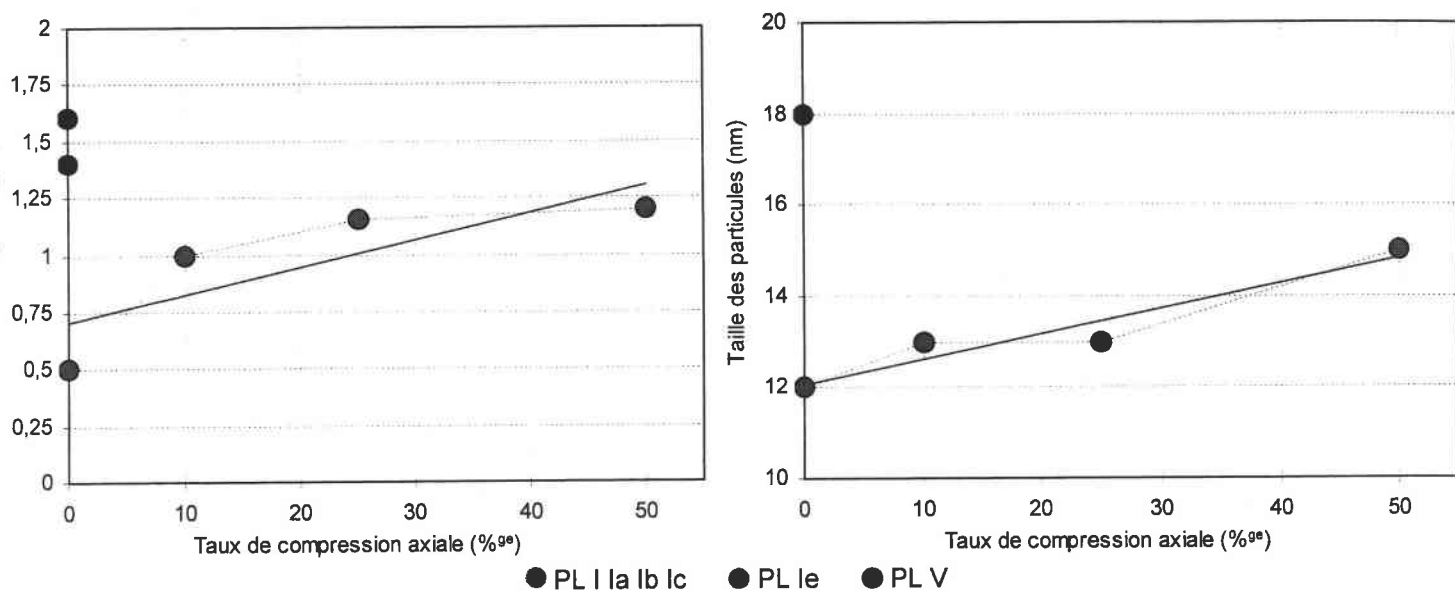


Figure III.9 : Tailles des grains (graphique de gauche) et des particules (graphique de droite) des matériaux PL XX, d'après [MORRIS 02].

Les cartographies d'orientations obtenues par EBSD ont été mesurées sur des sections parallèles aux axes des barres ou des lopins. Réalisées à l'aide d'un MEB FEG, les cartographies présentent des taux d'indexation des clichés de Kikuchi relativement élevés (70% environ sur les données brutes avant filtrage). De plus, la précision des outils utilisés va permettre l'obtention de cartographies de désorientations aux joints de grains qui seront présentées et exploitées ultérieurement. Ce type de cartographie va rendre compte quantitativement de la présence des nombreux sous-joints préalablement détectés lors des observations au MET.

Les cartographies d'orientations et leurs figures de pôles inverses associées sont présentées à la fin de ce paragraphe aux pages 89 à 93 sous la forme de planches. Les cartographies sont toujours indexées dans le même triangle standard qui associe une couleur à chaque pôle parallèle à la direction de la barre ou du lopin. Par exemple, pour la barre extrudée PL I, la direction de la barre est notée DE et le code des couleurs est défini de la manière suivante : les représentations en rouge correspondent à la direction  $\langle 100 \rangle$  parallèle à DE, en vert la direction  $\langle 101 \rangle$  est parallèle à DE et en bleu la direction  $\langle 111 \rangle$  est parallèle à DE.

Souvent, les textures locales mesurées par EBSD seront légèrement différentes des textures globales mesurées par diffraction des rayons X. Ces différences concernent principalement les intensités des composantes de texture détectées et ne seront pas systématiquement discutées. En *Annexe* de ce mémoire sont résumées les origines de ces différences entre les deux techniques, à savoir la statistique (nombre de grains pris en compte) et la profondeur de pénétration des rayons X très supérieure par rapport à celle des électrons. Ainsi, les textures obtenues par les deux techniques ne pourront être identiques et ce, malgré une statistique suffisamment représentative, si le matériau comporte une anisotropie de sa microstructure.



Brut d'extrusion

La Figure III.10 illustre la microstructure du matériau brut d'extrusion PL I observée au MET selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre. La taille des grains est bimodale. Celle des petits grains paraît en bon accord avec les mesures effectuées par Morris [MORRIS 02]. En revanche, cet auteur ne mentionne pas la présence des autres grains beaucoup plus gros.

En effet, de fortes hétérogénéités de microstructure sont détectées notamment par la présence de gros grains ayant une taille de 5  $\mu\text{m}$  environ voire plus. Un tel grain est montré par une flèche sur la Figure III.10. Il ne s'agit pas de grains résultant d'un mécanisme de grossissement par recristallisation. À quelques exceptions, ces gros grains sont dépourvus de précipités. Lors de l'étape de mécanosynthèse du procédé d'élaboration de la poudre, la fine dispersion d'oxydes doit être intimement mélangée avec la poudre préalliée pendant le broyage. En considérant que des grains de poudre atomisée peuvent être insuffisamment broyés, ces grains seraient dépourvus d'oxydes ce qui permet de supposer que le gros grain fléché sur la Figure III.10 est associé à la présence d'une particule de poudre mal broyée lors de l'étape de mécanosynthèse.

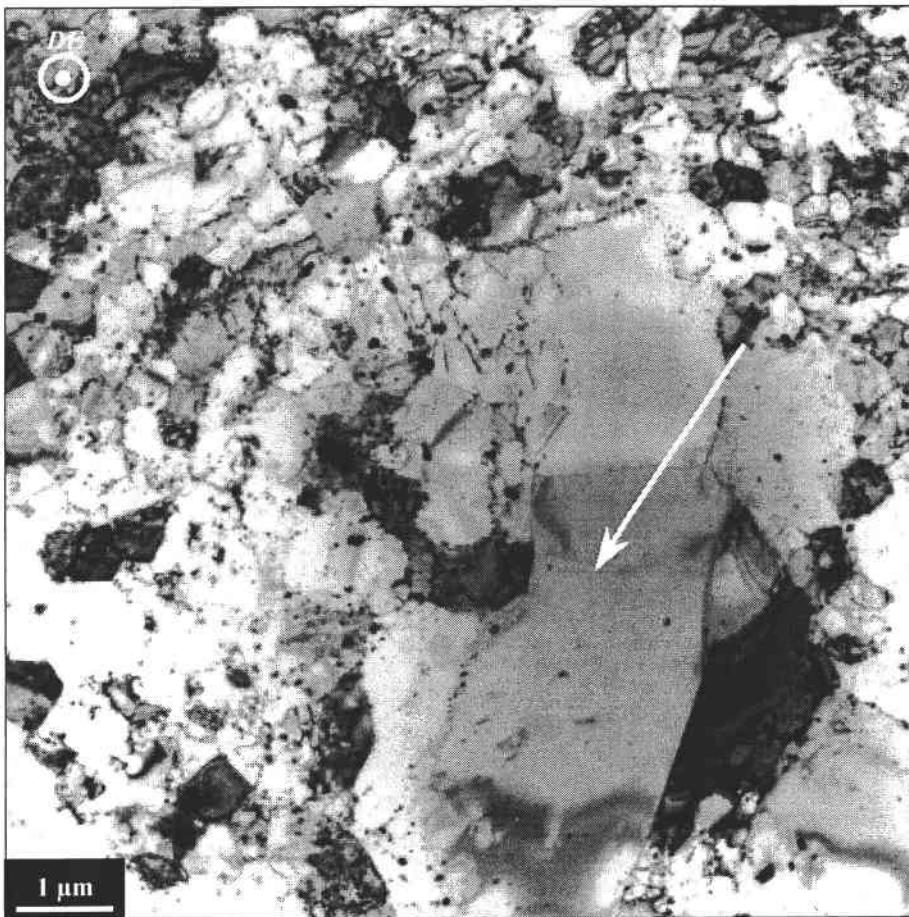
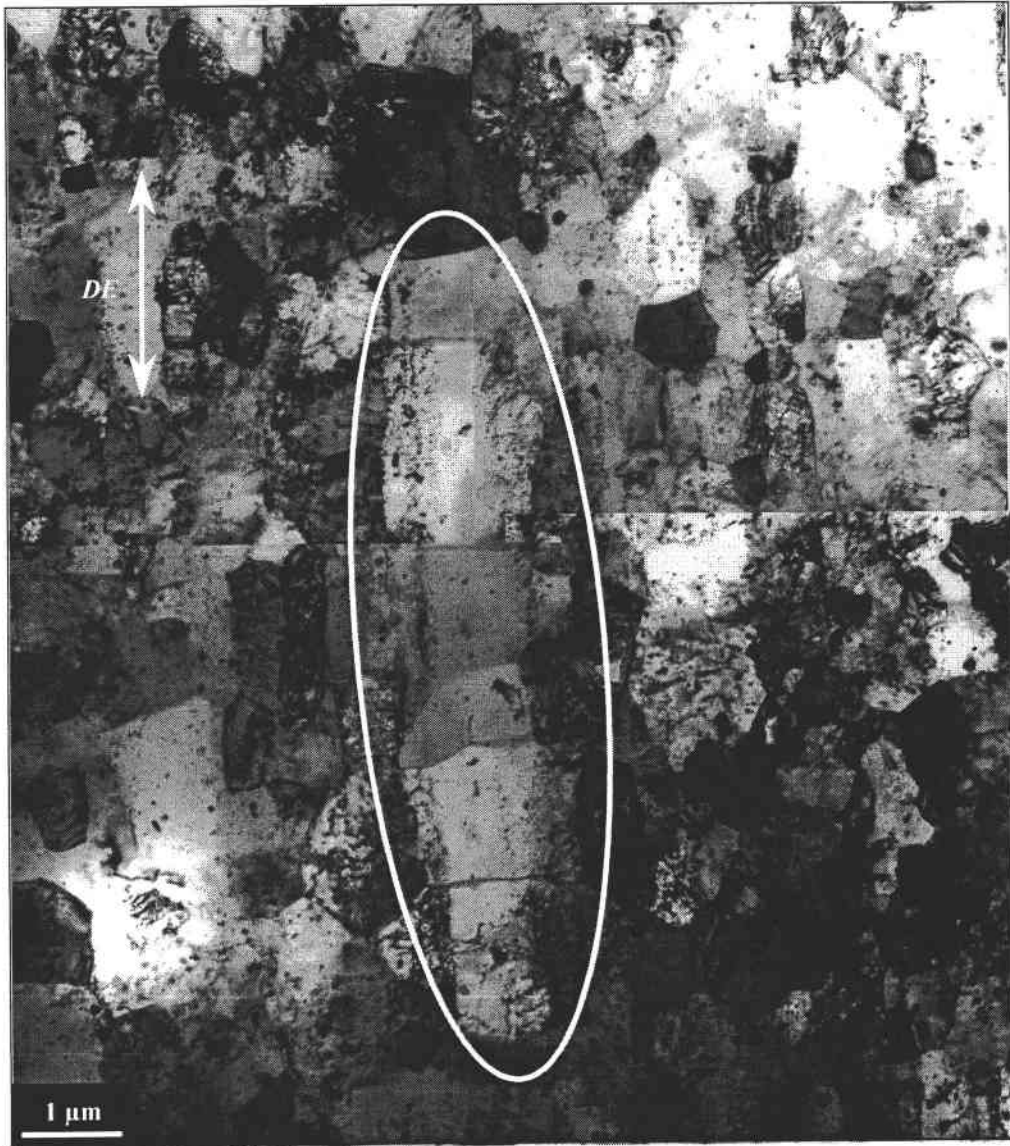


Figure III.10 : Microstructure du matériau PL I selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

La Figure III.11 donne un aperçu de la microstructure observée dans l'axe de la barre DE. Les grains y sont 2 à 3 fois plus allongés que sur une section transverse. L'assemblage de plusieurs clichés MET a permis également de reconstituer une structure très large et très allongée entourée par une ellipse. Il s'agit encore d'une grosse particule de poudre mal broyée. Tout au long de cette particule, plusieurs contrastes d'orientation très peu différents sont constatés. Il apparaît donc que cette structure allongée est en fait constitué de plusieurs grains de poudre très faiblement désorientés. La présence de précipités est détectée au sein de cette structure, ils se retrouvent aux bords et sont alignés selon DE. L'alignement de ces précipités est

conservé à travers les différents sous-joints des grains de poudre qui constituent cette grosse particule de poudre.



*Figure III.11 : Assemblage de clichés MET illustrant la microstructure du matériau PL I selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

Les grains contiennent quelques dislocations qui ne sont pas nécessairement alignées comme le montre la micrographie de la Figure III.12 prise à un grandissement plus élevé.

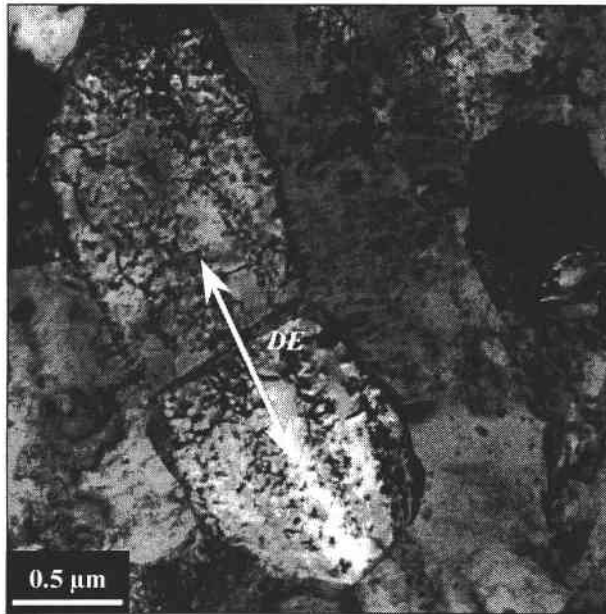


Figure III.12 : Quelques dislocations à l'intérieur d'un grain du matériau PL I.

La Planche III.1 (page 89) est une cartographie d'orientations EBSD du matériau PL I mesurée sur une section parallèle à l'axe de la barre. Ici, la texture mesurée par EBSD semble en accord avec celle mesurée précédemment par diffraction des rayons X. La composante  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion est majoritaire avec une intensité de 6. Toutefois, cette intensité est peut-être surestimée par la présence de larges structures allongées orientées selon la direction cristallographique  $\langle 110 \rangle$ .

La cartographie permet de caractériser la microstructure avec une meilleure statistique. En effet, les quelques hétérogénéités constatées au MET avec la présence de gros grains résultant probablement d'un broyage insuffisant et apparaissant sous la forme de larges bandes dans l'axe de la barre sur la Figure III.11, sont clairement mises en évidence ici. De telles bandes sont entourées sur la cartographie par les ellipses numérotées 1 et 2. L'ellipse 1 entoure une large bande fragmentée en plusieurs gros grains. Quant à l'ellipse 2, elle entoure une bande très allongée plus continue et uniforme. Elle apparaît sur toute la longueur de la cartographie, sa taille est estimée à  $60 \mu\text{m}$  pour sa longueur et  $4 \mu\text{m}$  pour sa largeur. Le volume de cette structure allongée, assimilée à un ellipsoïde, peut être estimé à  $500 \mu\text{m}^3$ . Une particule de poudre correspondant à ce volume, avant l'extrusion, aurait un diamètre de  $10 \mu\text{m}$ , ce qui correspond à la granulométrie de la poudre après l'étape de mécanosynthèse. En considérant qu'il s'agisse d'un gros grain de poudre mal broyée lors de l'étape de mécanosynthèse, ses dimensions sont cohérentes avec le rapport d'extrusion de 14:1 de l'étape de consolidation à chaud. Une telle bande peut donc résulter de l'allongement d'une particule de poudre sphérique par déformation plastique lors de l'extrusion.

Cependant, l'extrusion est effectuée à  $1100^\circ\text{C}$ . De ce fait, des effets thermiques s'ajoutent à la déformation plastique. Il est alors possible d'imaginer que la bande entourée par l'ellipse 2 résulte d'une transformation microstructurale de la structure fragmentée entourée par l'ellipse 1. Plus précisément, en considérant que les structures allongées contiennent moins d'obstacles à la migration des sous-joints, sous-entendu moins de particules d'oxydes, des sous-grains ayant des sous-joints plus mobiles, peuvent croître et absorber d'autres sous-grains voisins : il s'agit alors de recristallisation dynamique mais en l'absence de particules d'oxydes. Les ellipses 1 et 2 peuvent donc correspondre à deux étapes différentes de recristallisation dynamique. À un instant "t", la microstructure de la structure fragmentée peut évoluer sous l'effet de la déformation plastique à chaud pour donner une bande continue et dépourvue de sous-grains à un instant "t+1".

En complément à ces larges bandes, d'autres zones laissent paraître une microstructure relativement équiaxe. L'extrusion des petits grains de poudre n'aboutit pas à la formation de fins "bâtonnets" avec un rapport longueur/largeur égal au rapport d'extrusion. Cette observation indique bien que la mise en forme à haute température s'accompagne des mécanismes de restauration et de recristallisation dynamique. Dans ces zones, il s'agit de recristallisation dynamique mais en présence de particules d'oxydes. Ces dernières freinent la migration des joints de grains et la croissance des grains est alors rapidement ralentie. Par conséquent, la microstructure est exempte d'anisotropie significative de forme. La présence de ces mécanismes justifie la très faible densité de dislocations, du fait de leur annihilation, dans la microstructure du matériau PL I observée au MET à la Figure III.11.

L'apparition de nouveaux grains est également détectée puisqu'il existe des grains qui germent, croissent et absorbent d'autres grains dont l'orientation cristallographique est différente. Il s'agit clairement de grains recristallisés. Ce phénomène de recristallisation dynamique est mis en évidence avec les grains entourés dans l'ellipse 3 sur la cartographie de la Planche III.1 où de nouveaux petits grains bleus, d'orientation  $\langle 111 \rangle$ , sont présents dans un autre vert plus gros d'orientation voisine de la direction  $\langle 110 \rangle$ . Avec une analyse analogue à celles des bandes entourées par les ellipses 1 et 2, les ellipses 3 et 4 représentent deux évolutions microstructurales à deux instants différents. La microstructure entourée par l'ellipse 3 à un instant "t" peut évoluer pour aboutir à une microstructure entourée par l'ellipse 4 à un instant "t+1" au sein de laquelle les nouveaux grains bleus se sont développés et ont absorbé leurs voisins verts.

La présence de recristallisation dynamique est donc identifiée localement et concerne quelques grains initialement "disposés" à recristalliser dynamiquement car ils ne contiennent pas assez de particules d'oxydes. Dans les zones où la microstructure est constituée de petits grains équiaxes, les trois couleurs du triangle standard sont observées ce qui laisse supposer qu'il pourrait également y avoir de la recristallisation dynamique puisque ces petits grains sont souvent fortement désorientés les uns par rapport aux autres. Cependant, dans ces zones, la dispersion d'oxydes dans les grains est plus homogène et les particules jouent efficacement leur rôle d'obstacles à la migration des joints de grains.

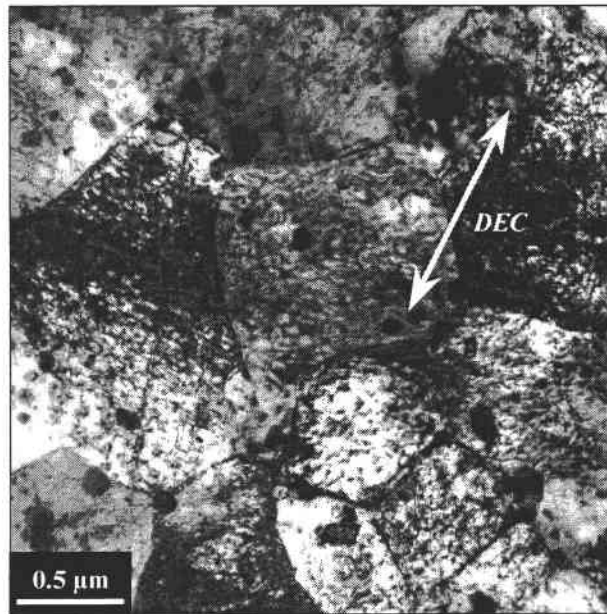
#### Brut d'extrusion + compression axiale

La Figure III.13 représente la microstructure du matériau PL Ia observée au MET dans la direction d'extrusion. La densité de dislocations y est clairement plus élevée que dans le matériau brut d'extrusion. Bien qu'étant réalisée à 1100°C, ceci est certainement la conséquence de la compression axiale de 10%. Cette augmentation est nettement visible dans les gros grains mal broyés précédemment repérés dans le matériau PL I. Un tel grain est localisé sur la Figure III.13. Une autre conséquence de la compression axiale de 10% se traduit par la morphologie des grains. En effet, alors que les grains de la barre extrudée PL I étaient légèrement allongés selon DE, la microstructure du matériau PL Ia est désormais plus équiaxe. Pour cette raison, il est plus difficile de repérer intuitivement la direction d'extrusion + compression (notée DEC) sur la Figure III.13.



*Figure III.13 : Assemblage de clichés MET illustrant la microstructure du matériau PL Ia selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

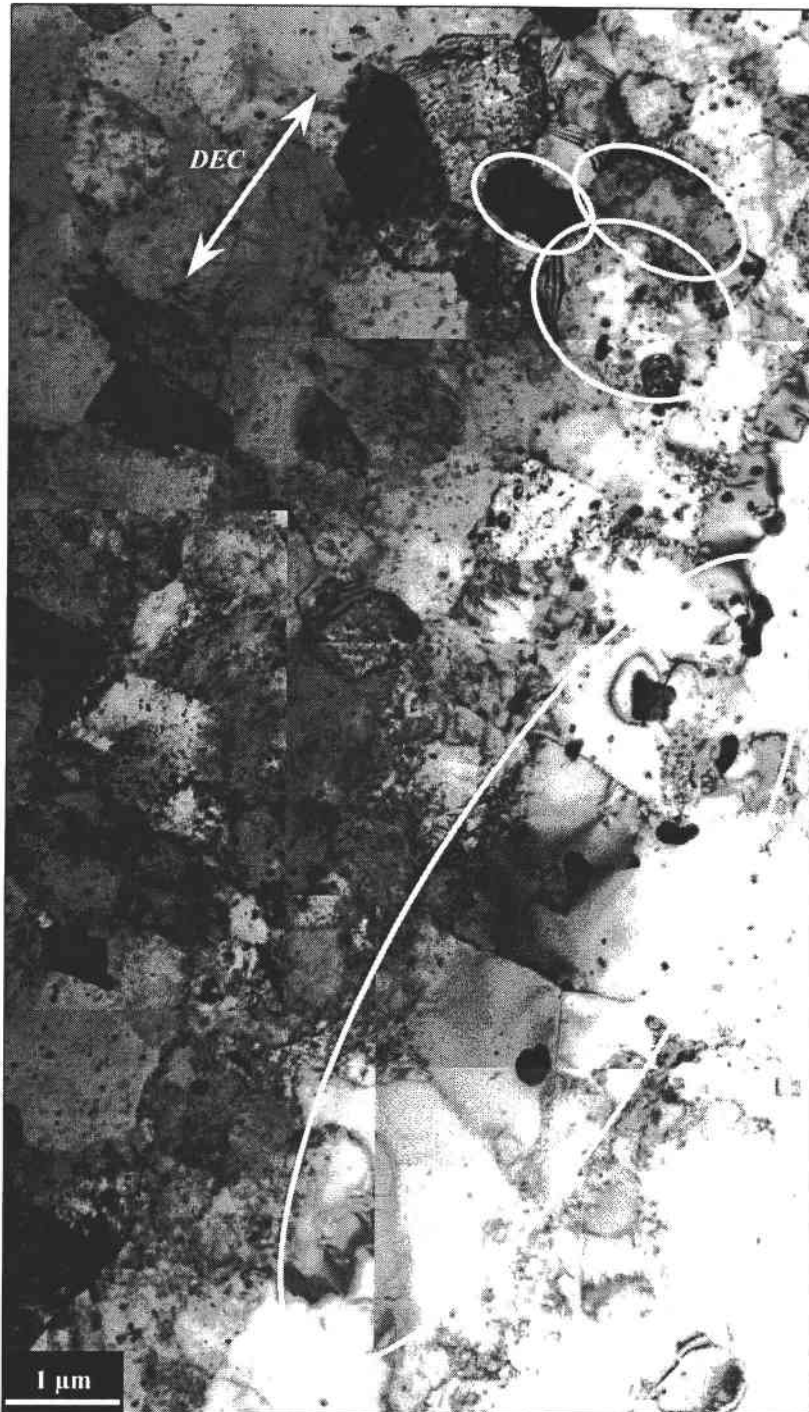
À la différence du matériau brut d'extrusion, il apparaît que dans certains grains, les dislocations sont ici alignées, nombreuses et forment des "épingles" qui indiquent des mouvements de glissement suite à la déformation plastique. Ceci est illustré par la Figure III.14.



*Figure III.14 : Alignements de dislocations observés selon une coupe parallèle à l'axe de la barre du matériau PL Ia.*

La Figure III.15 est un assemblage de clichés MET représentatifs de la microstructure du matériau PL Ib observée selon une coupe parallèle à l'axe d'extrusion + compression. À la différence du matériau PL Ia, la compression commence à produire un aplatissement significatif de quelques grains entourés en haut à droite par de petites ellipses. La densité de dislocations paraît plus faible que celle du matériau PL Ia pourtant comprimé axialement à chaud à un taux inférieur (10%). Ici, les dislocations commencent à se regrouper et à former des sous-joints. L'assemblage de micrographies a permis la reconstitution d'une large bande totalement exempte de dislocations. Il s'agit probablement encore d'une grosse particule de poudre mal broyée lors de l'étape de mécanosynthèse. Il est intéressant de noter au sein de cette bande la présence de quelques très gros précipités pouvant atteindre la taille de plusieurs centaines de nanomètres qui n'étaient pas mis en évidence aussi nettement dans les autres matériaux PL I et PL Ia.





*Figure III.15 : Assemblage de clichés MET illustrant la microstructure du matériau PL Ib selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

Aux frontières des zones dépourvues de précipités, ces derniers se retrouvent alignés comme le montre la Figure III.16. Ceci signifie que malgré la déformation par compression à chaud, les précipités peuvent conserver localement leur alignement dû à l'extrusion initiale comme cela a été déjà observé dans le matériau brut d'extrusion PL I au sein de la large bande entourée de la Figure III.11. La Figure III.16 montre également que cet alignement n'est pas interrompu au franchissement d'un sous-joint.

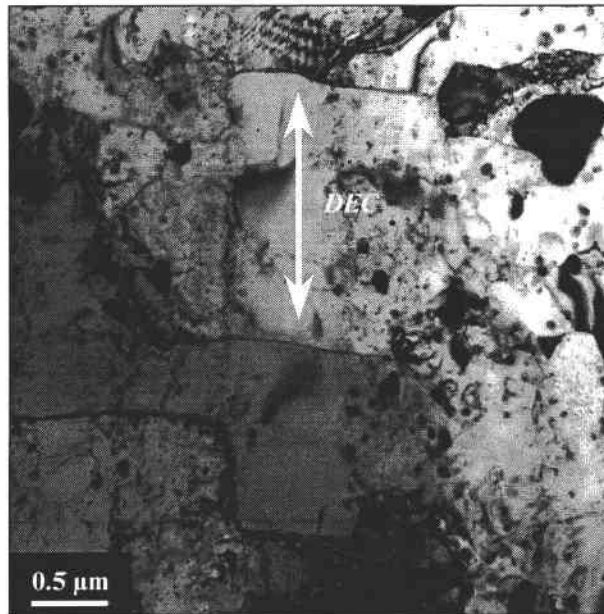


Figure III.16 : Précipités alignés dans la direction d'extrusion + compression du matériau PL Ib.

Concernant la microstructure du matériau PL Ic observée selon une coupe parallèle à l'axe d'extrusion + compression, les grains sont majoritairement aplatis sous l'effet de la compression axiale de 50% comme le montre la Figure III.17. De plus, malgré un taux de déformation élevé, la compression à chaud permet l'obtention d'une microstructure relativement pauvre en dislocations qui ont pu s'annihiler au cours de la déformation. De manière analogue aux matériaux PL I, PL Ia et PL Ib, les précipités du matériau PL Ic présentent toujours un alignement selon la direction d'extrusion initiale comme le montre le trait discontinu sur la Figure III.17.



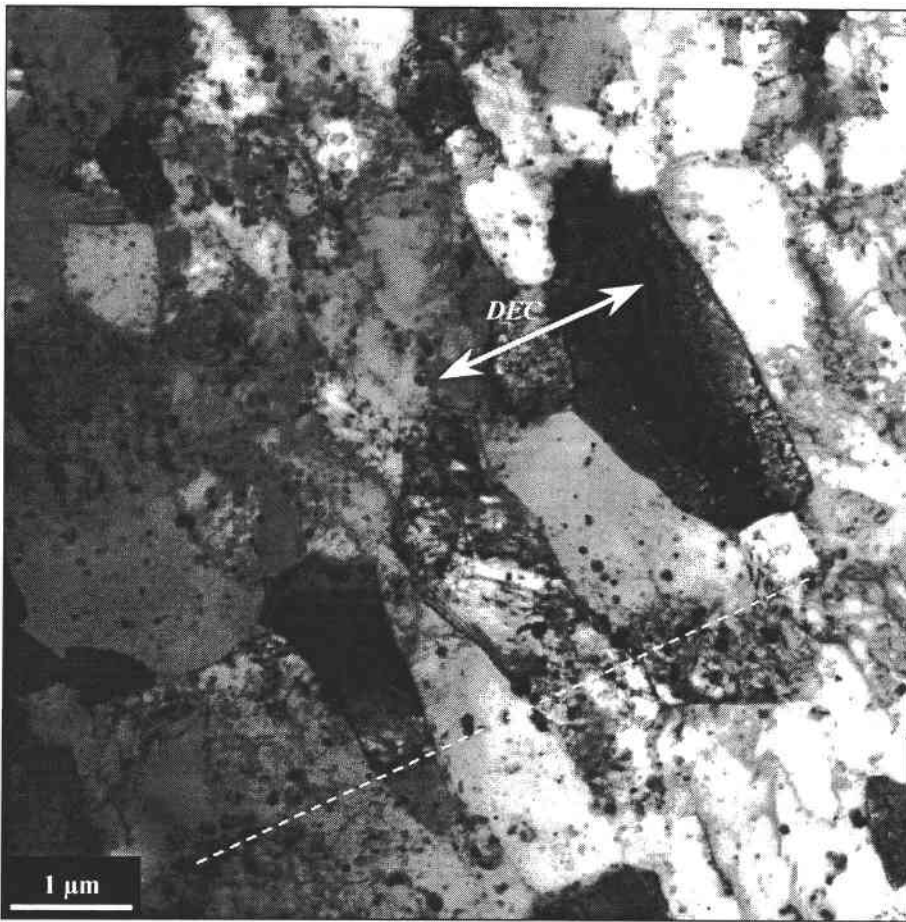


Figure III.17 : Microstructure du matériau PL Ic selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.

La Figure III.18 indique que la microstructure du matériau PL Ic contient également de nombreux sous-grains.

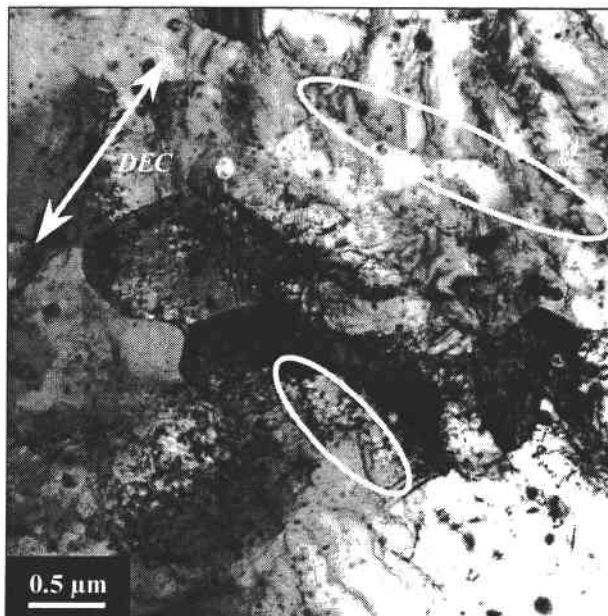


Figure III.18 : Présence de sous-joints dans la microstructure du matériau PL Ic.

Les Planches III.2, III.3 et III.4 (pages 90, 91 et 92) représentent les cartographies d'orientations et leurs figures de pôles inverses associées mesurées par EBSD des matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic selon des tranches prélevées parallèlement aux axes DEC (extrusion + compression).

À l'échelle du MEB, la microstructure du matériau PL Ia est peu différente, en terme de taille de grains, de celle du matériau PL I. Concernant l'hétérogénéité de la microstructure, les longues et larges bandes continues (à gauche sur la cartographie) ou fragmentées (à droite sur la cartographie) sont toujours présentes.

La microstructure du matériau PL Ib montre un grossissement des grains. Les longues et larges bandes sont en majorité fragmentées. La compression axiale de 25% à chaud commence à déformer les grains en les aplatisant comme cela a été observé sur la microstructure de la Figure III.15.

Conformément aux observations effectuées en MET, l'effet de la compression axiale à chaud au taux de 50% sur la microstructure (matériau PL Ic) est clairement mis en évidence d'un point de vue morphologique. En effet, de nombreux grains se sont aplatis sous l'effet de cette déformation. Des bandes très allongées, du même type que celle entourée par l'ellipse 2 sur la cartographie du matériau PL I à la Planche III.1, ne sont pas observées ici. Ces bandes moins allongées et bien plus larges, initialement présentes dans l'état brut d'extrusion, apparaissent fragmentées comme celle entourée par l'ellipse 1 sur la cartographie de la Planche III.4. Ici, cette fragmentation résulte peut-être de l'effet de la compression axiale à 50%.

En complémentarité aux observations effectuées par MET, les cartographies EBSD montrent également de manière plus significative la différence de taille de grains entre les matériaux PL I et PL Ic. La compression axiale à chaud au taux de 50% engendre bien un grossissement de la microstructure. L'évolution des tailles des grains mesurées par Morris sur une coupe perpendiculaire à l'axe DEC est conforme à celle observée sur une coupe parallèle à l'axe DEC [MORRIS 02].

Outre ces différences microstructurales en termes de taille et de forme, l'autre différence concerne la texture cristallographique, cette différence est corrélée à la microstructure. À la différence du matériau PL I, la composante  $\langle 111 \rangle$  est clairement présente dans le matériau PL Ic. Les grains orientés selon cette composante apparaissent en bleu sur la cartographie. Parmi ces grains, il en existe des aplatis sous l'effet de la déformation à chaud. D'autres sont beaucoup plus petits que les autres grains d'orientation différente, notamment  $\langle 110 \rangle$  colorés en vert, et sont relativement équiaxes. La disposition en "chapelets" de ces petits grains bleus équiaxes, comme le montre les ellipses 2, 3 et 4, suggère l'activation d'un mécanisme de recristallisation dynamique pendant la déformation à chaud. Toutefois, des simulations des textures cristallographiques effectuées au paragraphe III.5.2 montreront que les grains d'orientation  $\langle 111 \rangle$  peuvent également être issus de la déformation plastique. Le mécanisme de recristallisation dynamique pendant la déformation à chaud a conduit à un processus dynamique de germination et de croissance de nouveaux grains. La germination provient du réarrangement facilité par la montée de dislocations due à la compression de 50% qui se regroupent sous l'effet de la température. Les nouveaux grains recristallisés sont désorientés par rapport aux grains dans lesquels ils germent puis croissent. Ainsi, sont observés sur la cartographie des grains  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 100 \rangle$  se développant au détriment d'un grain d'orientation cristallographique localisée entre  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  (cercle 5), des grains  $\langle 100 \rangle$  se développant au détriment d'un grain  $\langle 111 \rangle$  (cercle 6) ou encore un grain d'orientation cristallographique localisée entre  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  se développant au détriment d'un grain  $\langle 111 \rangle$  (cercle 7). Au cours de la déformation et du refroidissement "industriel" du lopin, la croissance des nouveaux grains est stoppée par la dispersion de particules d'oxydes. À cette microstructure recristallisée s'ajoute également une microstructure déformée et restaurée. En effet, en plus des grains bleus aplatis, il est intéressant de noter que les gros grains contenus dans des larges bandes

fragmentées ou isolés montrent des nuances de couleur (entre vert et bleu ou entre vert et jaune), ce qui indique des gradients de déformation à l'intérieur d'un même grain sous l'effet de la compression.

### Effet du martelage rotatif

La Figure III.19 représente la microstructure observée au MET du matériau PL Ie selon une coupe perpendiculaire à l'axe d'allongement consécutif à l'extrusion suivie du martelage rotatif (direction notée DEM). Le martelage rotatif sur la barre extrudée engendre un grossissement des grains (taille environ multipliée par 3 par rapport au matériau PL I, [MORRIS 02]).

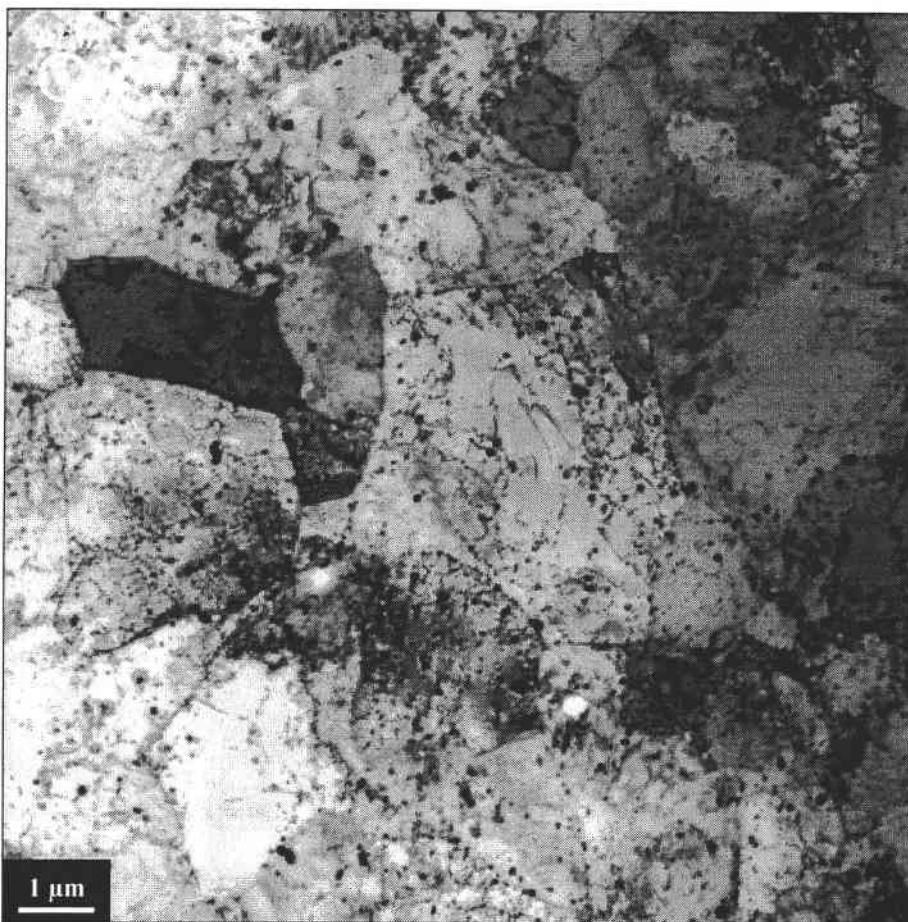


Figure III.19 : Microstructure du matériau PL Ie selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

D'un point de vue morphologique, les grains apparaissent très légèrement allongés dans l'axe de la barre, comme le montre la Figure III.20 qui est un assemblage de clichés MET pris selon une coupe parallèle à l'axe DEM. En revanche, il existe toujours des structures allongées, dues à des particules de poudre mal broyées, contenant peu de précipités. La présence de sous-joints à l'intérieur de ces structures est nettement révélée.



*Figure III.20 : Assemblage de clichés MET illustrant la microstructure du matériau PL Ie selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

À de plus forts grossissements, des alignements de précipités très fins ou plus larges sont constatés dans certains grains comme l'atteste la Figure III.21. Il est à noter que la microstructure du matériau PL Ie ne contient pas plus de dislocations que celle du matériau PL I.

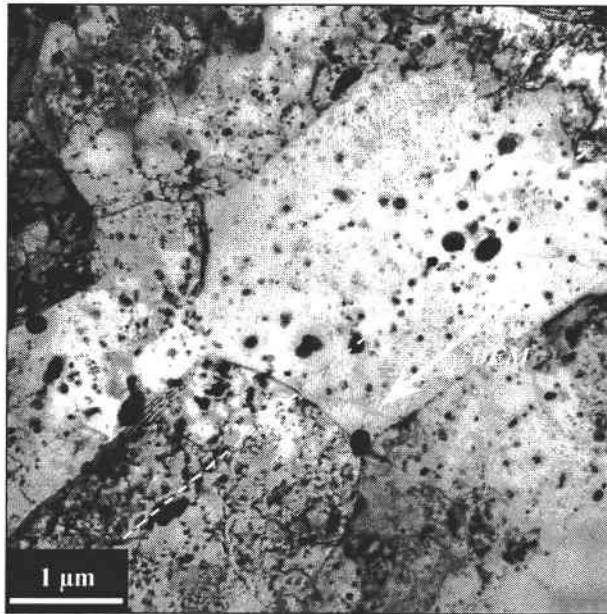


Figure III.21 : Précipités alignés dans la direction d'extrusion + martelage du matériau PL Ie.

Observée selon une coupe perpendiculaire à l'axe d'allongement consécutif au martelage rotatif (direction notée DM), la microstructure du matériau PL V obtenu par martelage rotatif à chaud à partir de la poudre préalablement "HIPpée" est peu différente de celle du matériau PL Ie. La Figure III.22 représente cette microstructure observée au MET. La taille des grains semble en accord avec la valeur de 1.6 μm mesurée par Morris [MORRIS 02].

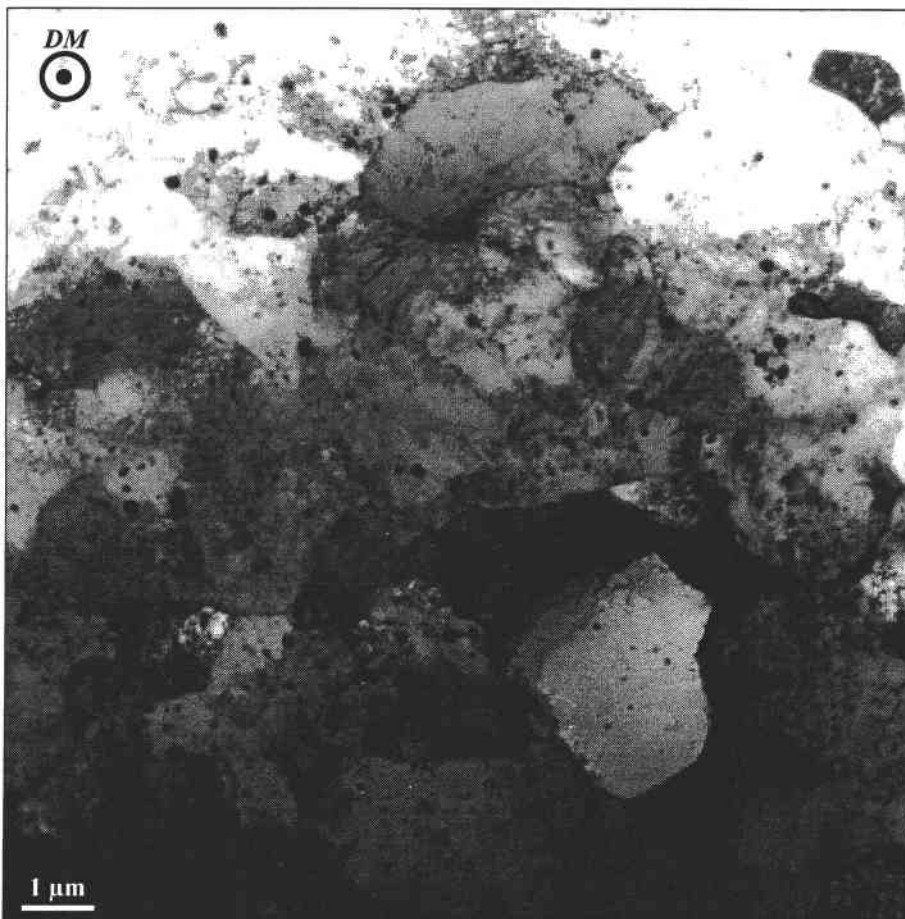


Figure III.22 : Microstructure du matériau PL V selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.



En observation très locale toujours à l'échelle du MET, il n'y pas d'anisotropie morphologique constatée, c'est-à-dire que les grains ne paraissent pas allongés dans l'axe de la barre comme le montre la Figure III.23. À la différence du matériau PL Ie, la microstructure du matériau PL V demeure équiaxe.

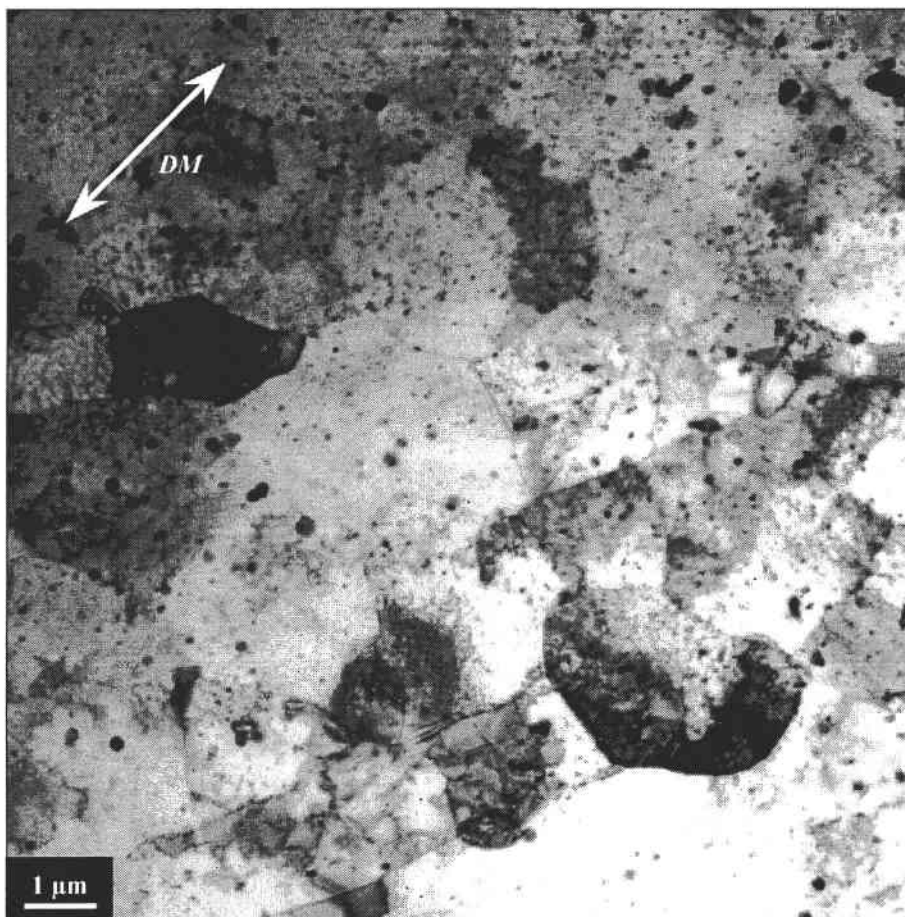


Figure III.23 : Microstructure du matériau PL V selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.

D'après la Figure III.24, pour une observation selon une coupe perpendiculaire à la direction DM (cliché de gauche) et pour une observation selon une coupe parallèle (cliché de droite), la microstructure du matériau PL V contient également de nombreux sous-joints de très faibles désorientations, entourés sur les clichés. Les précipités selon la coupe parallèle ne présentent pas d'alignement selon l'axe de la barre (la direction DM est indiquée intuitivement). Cette remarque permet de déduire que l'alignement des précipités constaté pour le matériau PL Ie sur la Figure III.21, était consécutif à la première étape de mise en forme, à savoir l'extrusion. La seconde étape de martelage rotatif de la barre extrudée n'a pas altéré cet alignement.

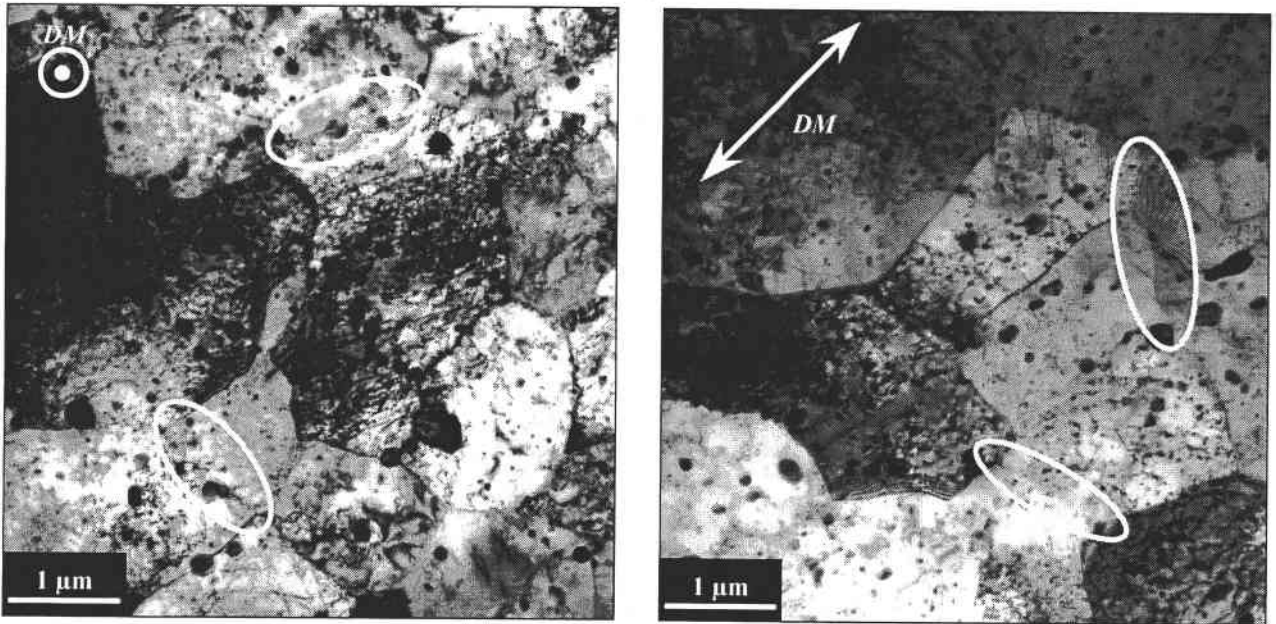


Figure III.24 : Observations de sous-joints dans la microstructure du matériau PL V selon une coupe perpendiculaire (cliché de gauche) puis selon une coupe parallèle (cliché de droite) à l'axe de la barre.

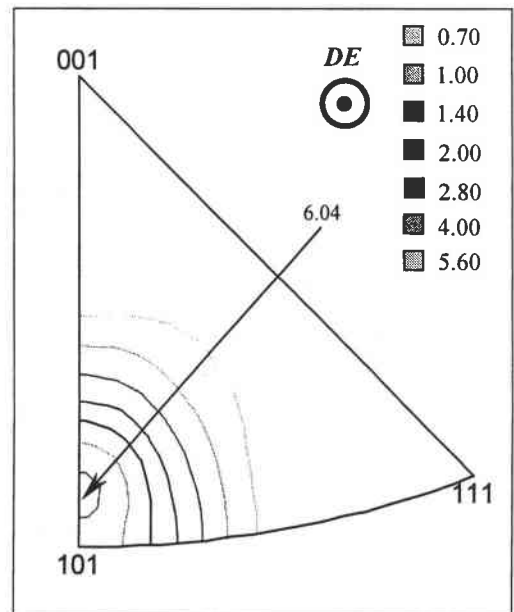
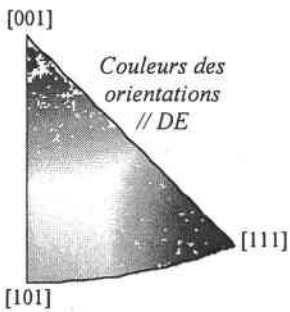
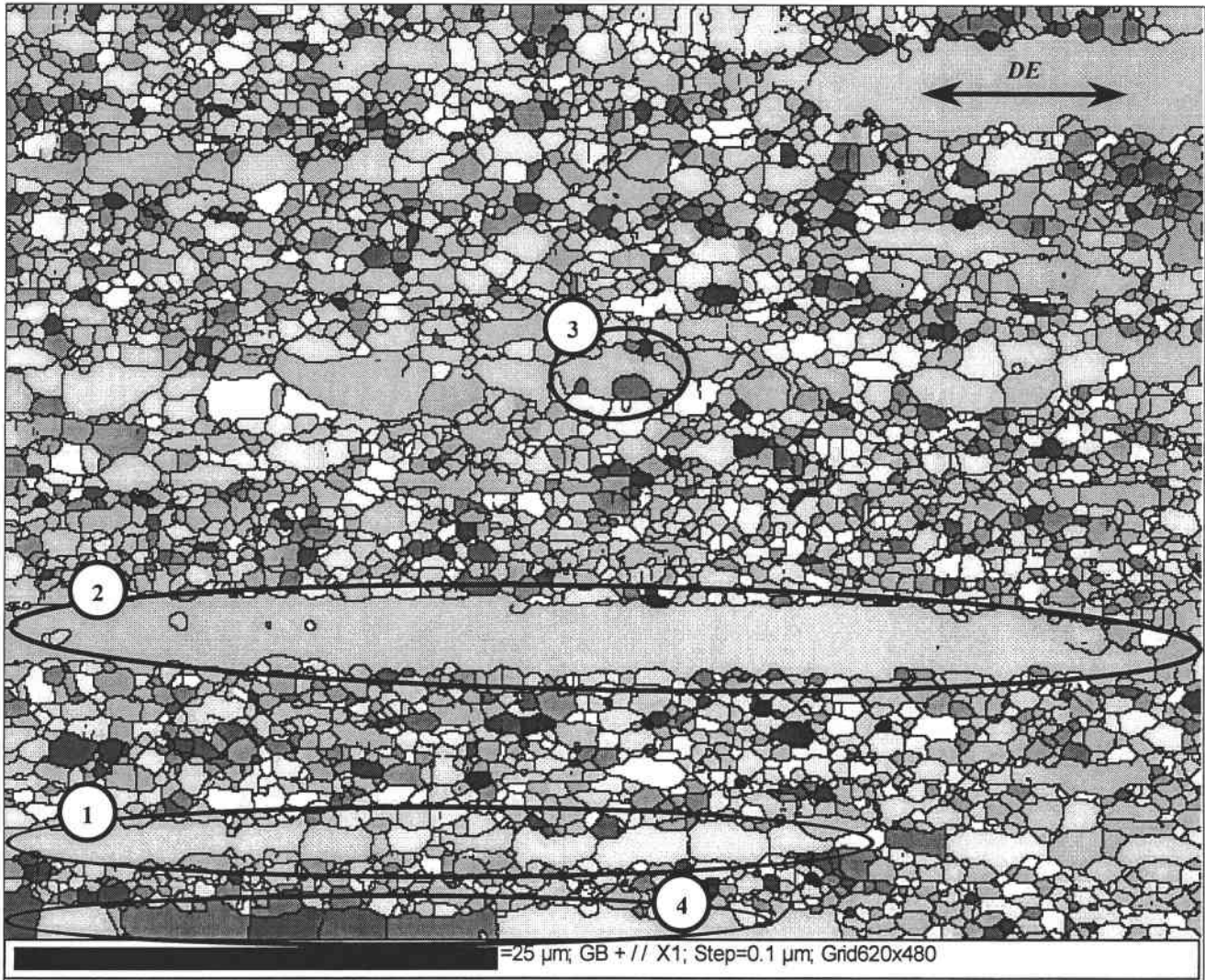
La Planche III.5 (page 93) représente une cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée mesurées par EBSD du matériau PL V selon une tranche parallèle à la direction DM.

L'écoulement de la matière dans l'axe de la barre n'engendre pas un allongement très marqué des grains dont une large proportion, d'orientations  $\langle 111 \rangle$  (bleus) ou  $\langle 110 \rangle$  (verts), demeurent équiaxes.

De très longues bandes uniformes, du même type que celle contenues dans les matériaux PL I et PL Ia ne sont pas observées. En revanche, quelques bandes fragmentées, orientées dans les directions  $\langle 111 \rangle$  (ellipse 1) ou  $\langle 110 \rangle$  (ellipse 2) sont présentes. Ici, ce type de morphologie peut résulter de la fragmentation d'une grosse particule de poudre par le martelage rotatif qui exerce des forces radiales sur la barre.

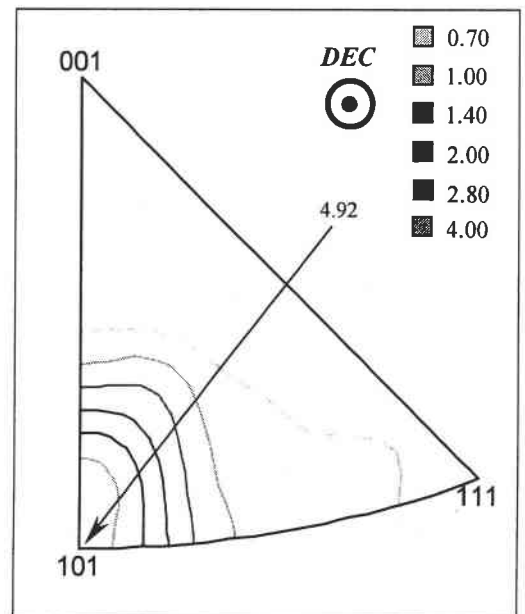
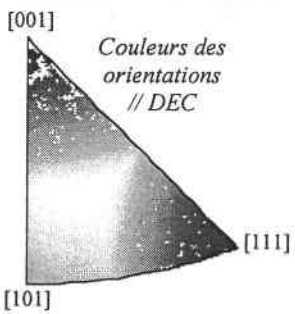
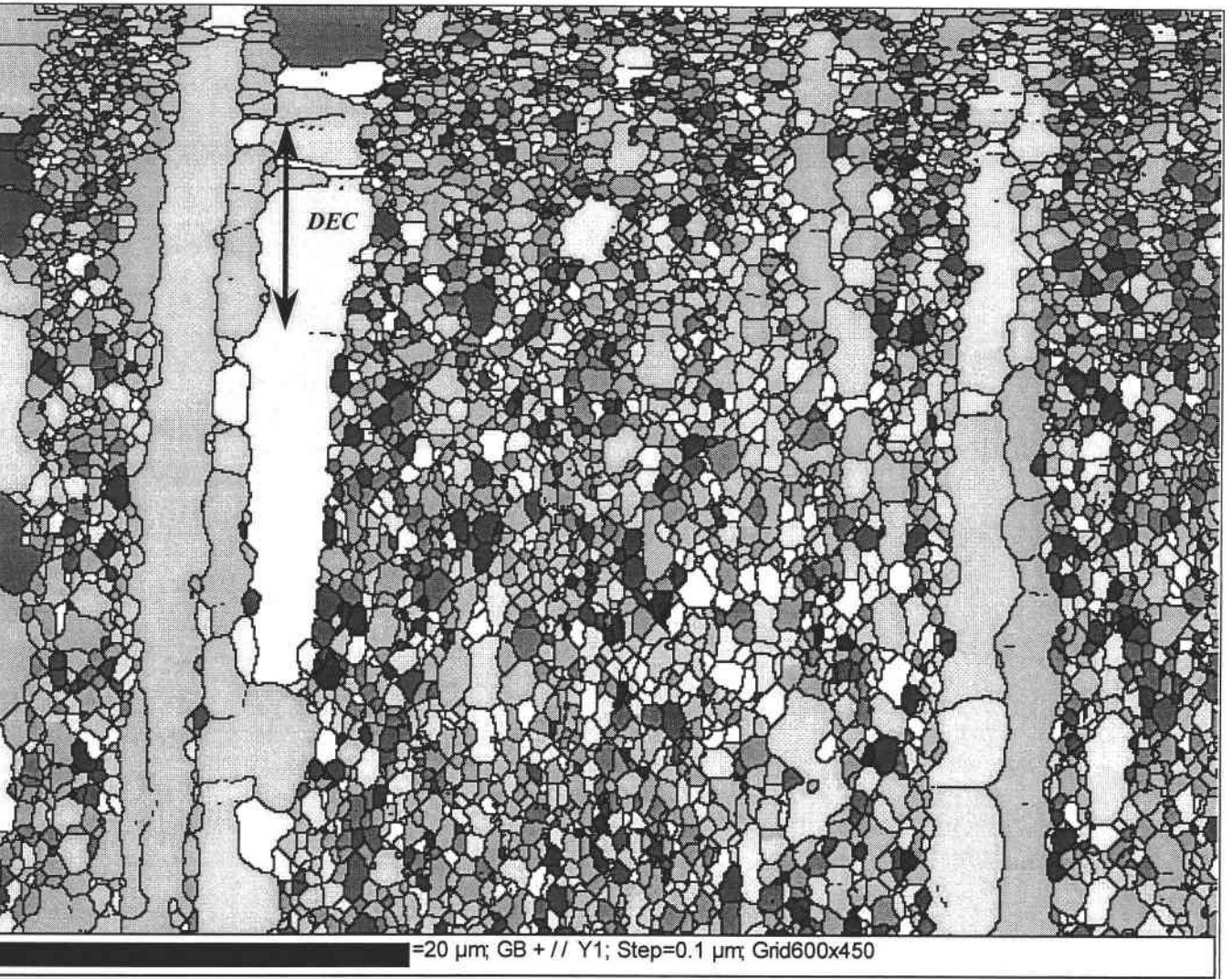
Il est à noter qu'à la différence des cartographies des matériaux PL I et PL Ic, la cartographie du matériau PL V comporte très peu de grains orientés dans la direction  $\langle 100 \rangle$  (coloriés en rouge). L'orientation des quelques grains préalablement repérés selon cette direction cristallographique résulte donc de la déformation par extrusion. Les étapes consécutives de "HIPping" puis de martelage rotatif ne favorisent pas l'apparition de cette composante.

*Planche III.1 : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée mesurées par EBSD du matériau PL I selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*





*Planche III.2 : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée mesurées par EBSD du matériau PL Ia selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*



*Planche III.3 : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée mesurées par EBSD du matériau PL Ib selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

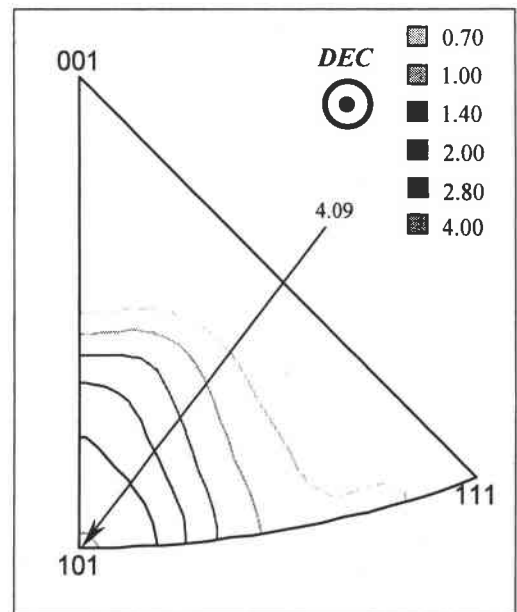
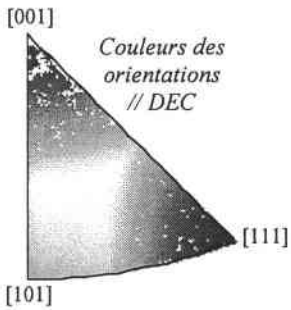
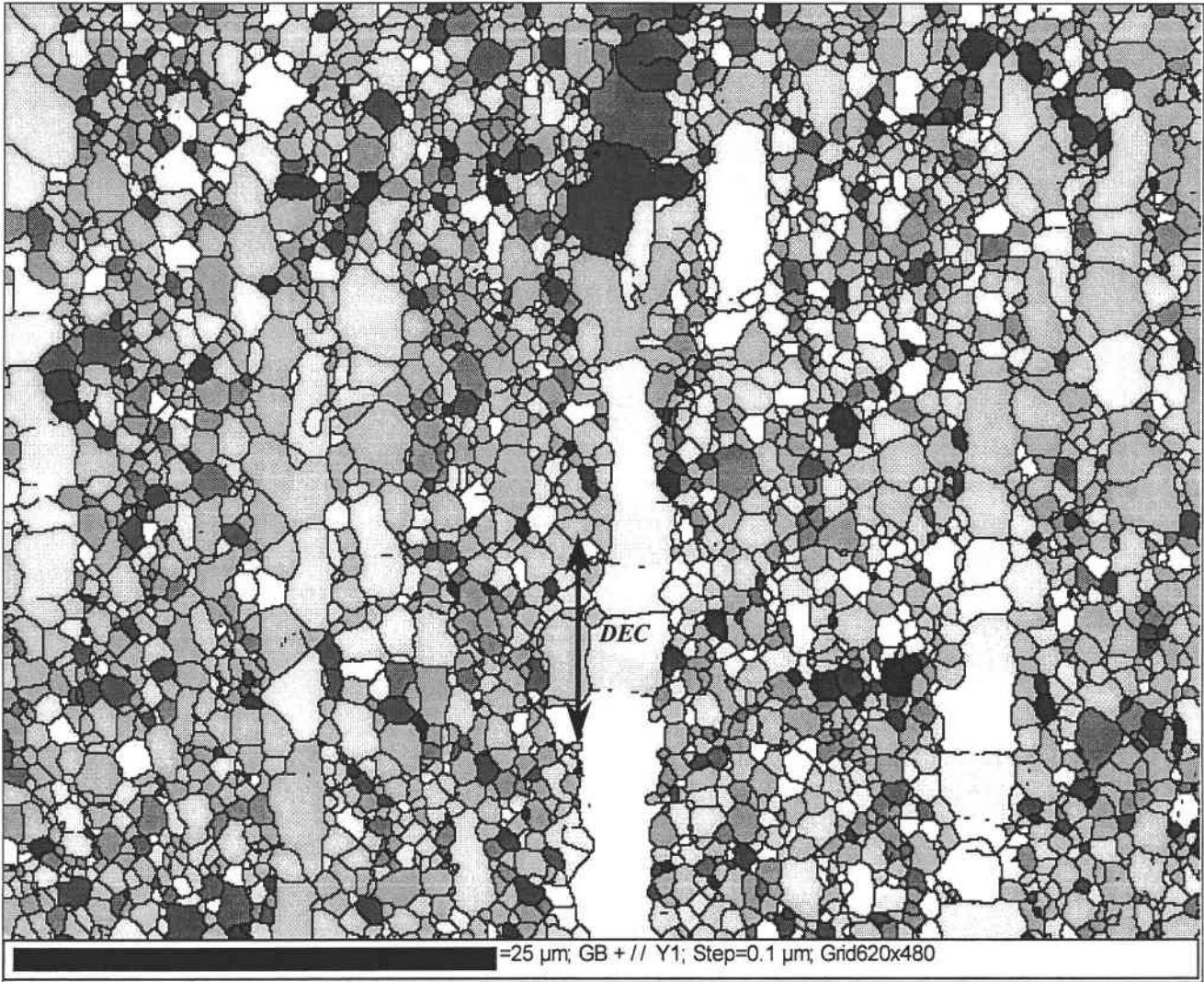
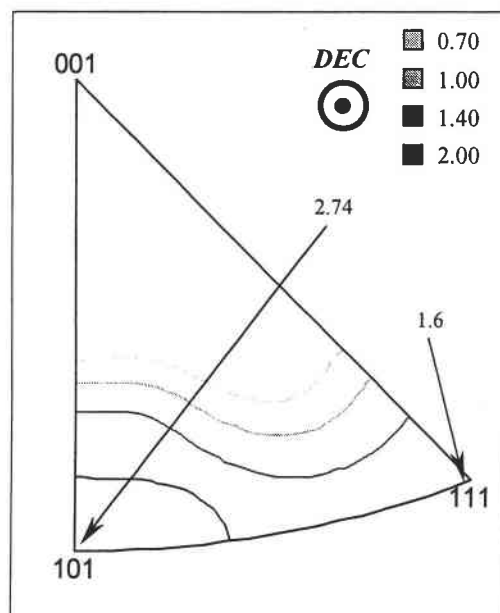
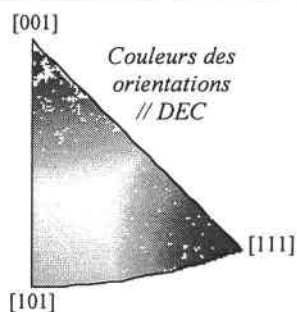
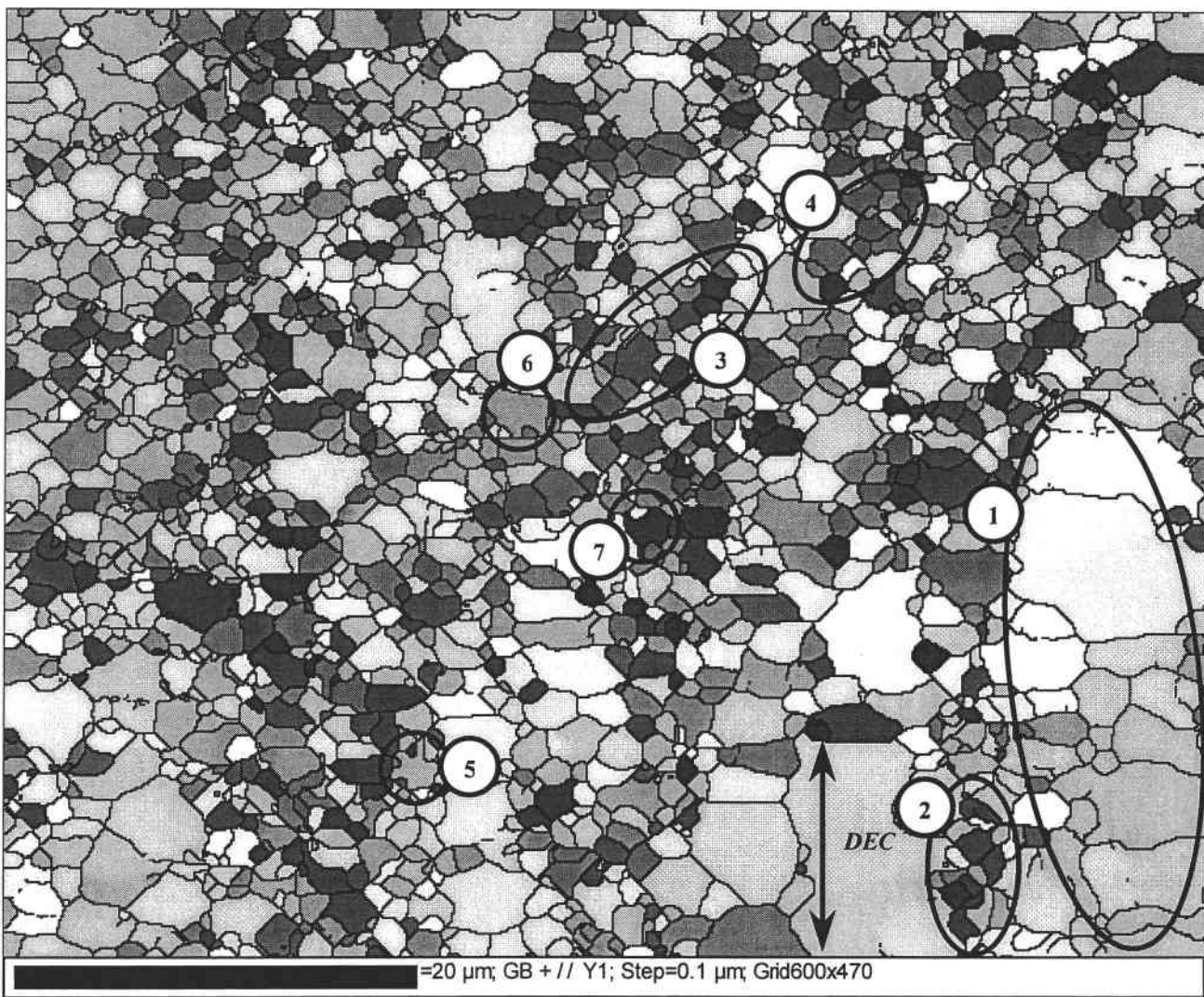
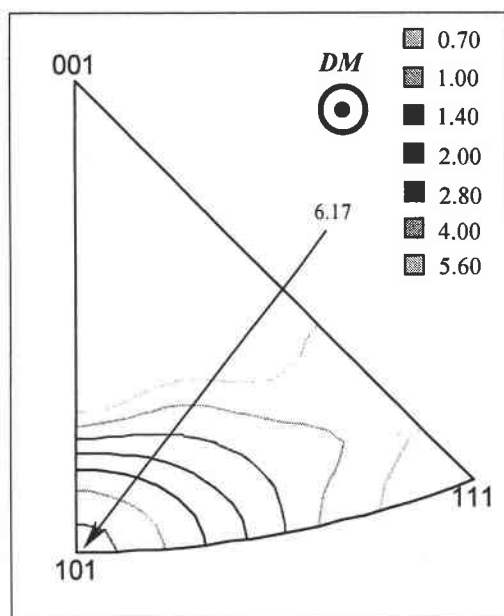
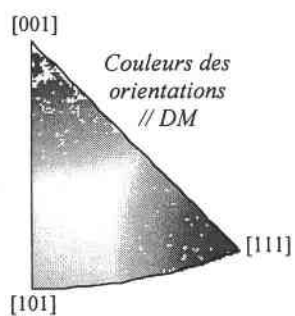
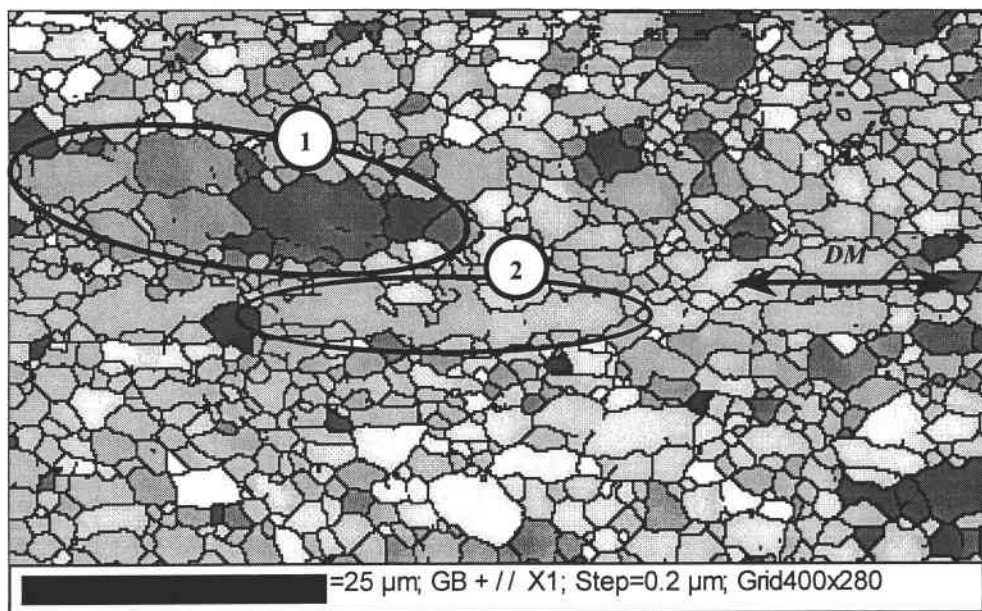


Planche III.4 : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée mesurées par EBSD du matériau PL Ic selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.



**Planche III.5 : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée mesurées par EBSD du matériau PL V selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.**





### III.4-Evolution du module d'Young

Les deux diagrammes en coordonnées polaires de la Figure III.25 représentent l'évolution des modules d'Young des produits longs calculés selon l'approximation de Hill à partir des mesures de texture.

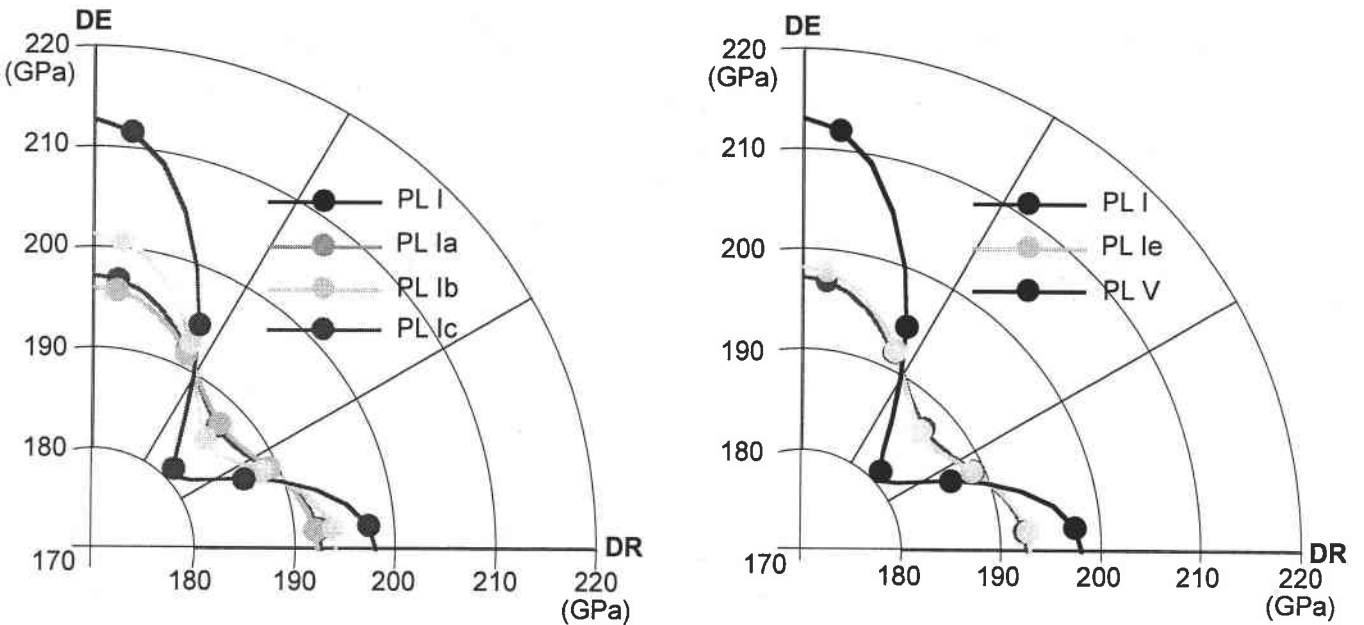


Figure III.25 : Diagrammes en coordonnées polaires représentant l'anisotropie du module d'Young des produits longs calculé selon l'approximation de Hill à partir des mesures de texture.

Dans tous les cas, le module d'Young calculé est plus faible dans une direction radiale (DR) par rapport à celui dans la direction de la barre (notée DE). De plus, le module d'Young calculé le plus faible est toujours obtenu dans une direction à 45° par rapport à DE notée D45.

Sur le diagramme de gauche, exceptée la courbe du matériau PL Ia pratiquement superposée à celle du matériau PL I, le module d'Young augmente avec le taux de compression axiale dans les directions DE et DR et diminue selon la direction D45.

Quant à l'effet du martelage rotatif, sur le diagramme de droite, le module d'Young est plus élevé dans les directions DE et DR et plus faible dans la direction D45 pour le matériau martelé à partir d'une poudre HIPpée (PL V) par rapport à celui martelé à partir du matériau PL I (PL Ie).

Ces deux diagrammes mettent en évidence l'anisotropie du module d'Young des produits longs, les anisotropies les plus marquées concernent les matériaux PL Ic et PL V.

Le Tableau III.3 récapitule les valeurs calculées des modules d'Young des produits longs dans les trois directions DE, DR et D45.

	PL I	PL Ia	PL Ib	PL Ic	PL Ie	PL V
<b>E (GPa) selon DE</b>	197	196	201	212	198	213
<b>E (GPa) selon DR</b>	193	192	194	198	193	198
<b>E (GPa) selon D45</b>	187	188	186	181	187	181

Tableau III.3 : Valeurs calculées selon l'approximation de Hill des modules d'Young  $E$  (GPa) des produits longs dans les directions de la barre (DE), radiale (DR) et à 45° (D45).

Dans les directions DE et DR, les modules d'Young calculés sont toujours supérieurs à celui d'un alliage Fe-40at.%Al isotrope (non texturé) qui vaut 190 GPa (calcul également effectué selon l'approximation de Hill).

Les valeurs du Tableau III.3 sont représentées graphiquement sur la Figure III.26.

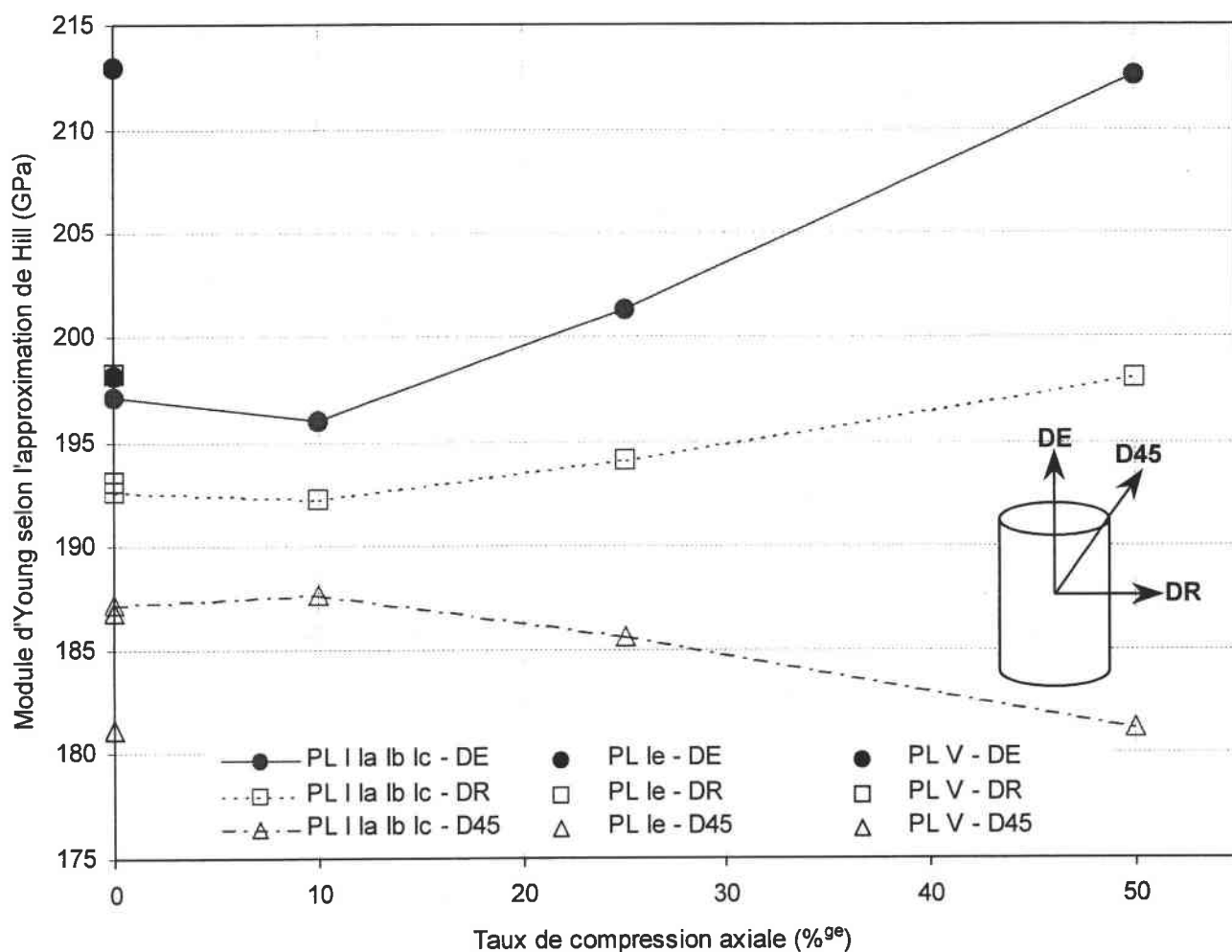


Figure III.26 : Évolution des modules d'Young  $E$  (GPa) des produits longs calculés selon l'approximation de Hill dans les directions de la barre (DE), radiale (DR) et à 45° (D45).

Les matériaux brut d'extrusion PL I et comprimé de 10% PL Ia ont pratiquement les mêmes modules d'Young dans chaque direction étudiée, par exemple 197 GPa pour le matériau PL I et 196 GPa pour le matériau PL Ia selon la direction DE. Par rapport au diagramme polaire de gauche de la Figure III.25, la représentation de la Figure III.26 permet de mieux révéler la présence d'une anisotropie d'environ 10 GPa du

module d'Young pour ces deux matériaux. Dans la direction de la barre DE, le module d'Young augmente avec le taux de compression axiale de 10 à 50% en passant de 196 GPa pour le matériau PL Ia à 213 GPa pour le matériau PL Ic, soit une augmentation d'environ 9%. L'anisotropie du module d'Young s'amplifie dans cet intervalle, les valeurs calculées les plus élevées sont obtenues dans la direction de la barre DE et les plus faibles dans une direction à 45° (D45) par rapport à DE. L'amplitude de l'anisotropie entre ces deux directions pour le matériau PL Ic est de 30 GPa environ.

Le martelage rotatif d'une poudre HIPpée (matériau PL V) induit une augmentation du module d'Young atteignant la valeur de 213 GPa dans la direction DE. Le module d'Young est fortement anisotrope, la valeur la plus faible de 181 GPa est obtenue dans la direction D45. Quant aux modules d'Young du matériau PL Ie, extrudé puis martelé, ils sont pratiquement équivalents à ceux du matériau PL I dans les trois directions : 198 GPa selon DE, 193 GPa selon DR et 187 GPa selon D45.

### III.5-Simulation des textures cristallographiques

Afin de tenter de mieux comprendre la formation et l'évolution des textures des différents produits longs, des simulations ont été réalisées à l'aide du modèle de déformation de Taylor. L'utilisation de ce modèle devrait ainsi permettre de distinguer les contributions des mécanismes de déformation plastique de celles des mécanismes de recristallisation pour l'obtention des différentes textures.

Ce sont principalement le matériau brut d'extrusion, les matériaux brut d'extrusion puis comprimés axialement et le matériau extrudé puis martelé qui ont fait l'objet de ces modélisations. Du fait de la complexité de l'écoulement de matière due aux forces radiales exercées sur la barre, la simulation de la texture du matériau obtenu par le martelage d'une poudre "HIPpée" n'a pas été effectuée avec le modèle de Taylor. Pour y parvenir, il serait préférable d'utiliser dans un premier temps un code de calcul par éléments finis pour modéliser la déformation puis de combiner ce code avec le modèle de Taylor afin d'obtenir la simulation de la texture de déformation [PIELA 96, PIELA 97].

Il est rappelé que pour les présentes simulations, les familles de systèmes de glissement considérées à "basse" température seront les familles  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  et à "haute" température la famille  $\{110\}\langle 100 \rangle$ .

#### III.5.1-Simulation de la texture d'extrusion

Le matériau PL I est obtenu par extrusion d'une poudre dont les particules forment une texture isotrope. Le tenseur gradient de déplacement utilisé pour l'extension est le tenseur relatif à la simulation de l'extrusion indiqué au paragraphe II.4.1 du Chapitre II. En appliquant ce tenseur 56 fois, le rapport d'extrusion est environ 15:1 proche du rapport expérimental de 14:1.

Dans un premier temps, les familles de systèmes de glissement activées sont les familles de systèmes "basse" température, à savoir  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$  avec des cisssions critiques équivalentes pour les deux familles ( $\tau_c=1$ ).

La Figure III.27 représente l'ODF simulée de l'extrusion pour obtenir le matériau PL I. L'ODF est tracée à partir de fonctions gaussiennes interpolant les 5832 orientations individuelles utilisées pour la discrétisation de la texture isotrope préalablement introduite dans le modèle. La texture obtenue consiste en une fibre  $\langle 110 \rangle$  d'intensité 8 légèrement étalée vers les directions  $\langle 210 \rangle$ . Cette simulation est en accord avec la texture expérimentale du matériau PL I aux détails près que la simulation donne l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$

légèrement plus importante et que la fibre  $\langle 111 \rangle$ , d'intensité très faible (valeur 1) sur les ODF de la texture expérimentale de la Figure III.4, n'est pas détectée.

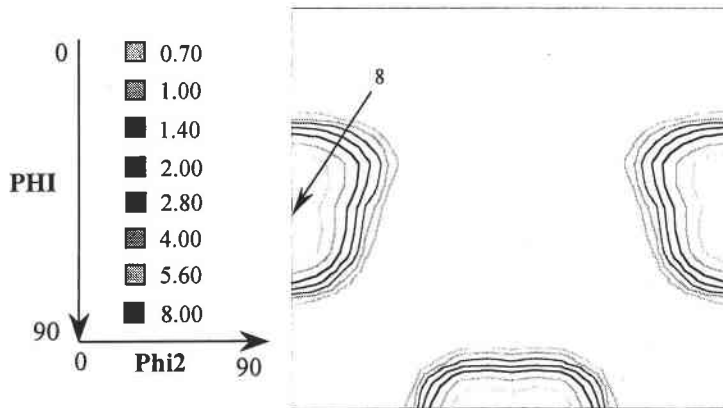


Figure III.27 : ODF simulée de l'extrusion. Modèle FC avec les familles de systèmes de glissement activées  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$ .

Lorsque la famille de systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111 \rangle$  est activée seule sans la seconde famille de systèmes dite "basse" température, la texture simulée est légèrement différente de celle avec les deux familles actives. En effet, la texture obtenue est toujours  $\langle 110 \rangle$  centrée sur les orientations idéales  $\langle 110 \rangle$  mais sans étalement vers les directions  $\langle 210 \rangle$ . Par ailleurs, l'intensité est plus élevée à 11.5. Cette simulation est représentée à la Figure III.28.

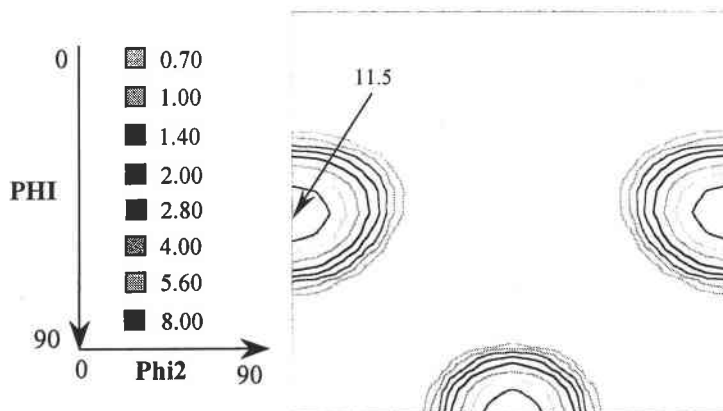


Figure III.28 : ODF simulée de l'extrusion. Modèle FC avec la famille de systèmes de glissement activée  $\{110\}\langle 111 \rangle$ .

Si le modèle de Taylor est utilisé avec les familles de systèmes de glissement activées  $\{110\}\langle 111 \rangle$  à  $\tau_c=900$  et  $\{110\}\langle 100 \rangle$  à  $\tau_c=1$ , c'est-à-dire en favorisant l'action de la famille de systèmes "haute" température, pour simuler la texture d'extrusion, la texture obtenue représentée à la Figure III.29 consiste en une fibre  $\langle 110 \rangle$  majoritaire d'intensité 11 et une fibre  $\langle 100 \rangle$  minoritaire d'intensité 2. Cette dernière fibre n'a jamais été détectée sur la texture expérimentale du matériau PL I.

Il est signalé que la famille de systèmes "haute" température  $\{110\}\langle 100 \rangle$  ne peut être activée seule, puisque cinq systèmes de glissement indépendants sont nécessaires pour accommoder la déformation, c'est pourquoi la première famille de systèmes "basse" température  $\{110\}\langle 111 \rangle$  est également activée. Lorsque les cissons



critiques pour les deux familles de systèmes sont identiques ( $\tau_c=1$ ), les textures simulées sont identiques à celles obtenues en utilisant la famille de systèmes "basse" température  $\{110\}\langle 111\rangle$  seule. L'influence de la famille de systèmes "haute" température est perceptible lorsque les cisssions critiques de cette dernière sont fortement favorisées ( $\tau_c=1$ ) par rapport à celles de la famille de systèmes "basse" température ( $\tau_c=900$ ). Les cisssions critiques données sont des cisssions relatives où le système le plus facile est toujours fixé à 1.

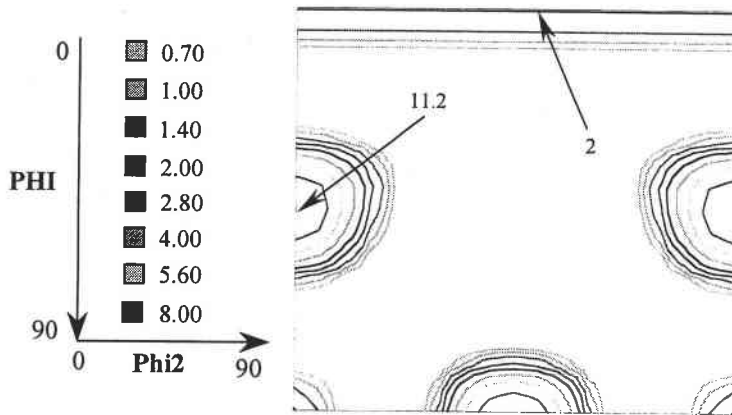


Figure III.29 : ODF simulée de l'extrusion. Modèle FC avec les familles de systèmes de glissement activées  $\{110\}\langle 111\rangle$  à  $\tau_c=900$  et  $\{110\}\langle 100\rangle$  à  $\tau_c=1$ .

### III.5.2-Simulation des textures d'extrusion + compression axiale

Les matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic ont été comprimés axialement à partir du matériau brut d'extrusion PL I. De ce fait, pour simuler les textures de compression, la texture prise en compte lors du premier pas de déformation est la texture mesurée du matériau PL I. Le tenseur gradient de déplacement utilisé pour la compression est le tenseur relatif à la simulation de la compression indiqué au paragraphe II.4.1 du Chapitre II. Ce tenseur sera toujours appliqué 10 fois.

Les premières simulations avec le modèle de Taylor utilisé en compression ont été effectuées avec la famille de systèmes "basse" température  $\{110\}\langle 111\rangle$  seule. Lorsque la seconde famille de systèmes  $\{112\}\langle 111\rangle$  est ajoutée, en considérant les mêmes cisssions critiques pour les deux familles de systèmes ( $\tau_c=1$ ), les textures calculées comprennent toujours une composante  $\langle 100\rangle$  relativement importante comme le montre l'ODF simulée de la Figure III.30. Or, la composante  $\langle 100\rangle$  n'a jamais été mesurée expérimentalement. Des grains d'orientations proches de  $\langle 100\rangle$  ont bien été détectés par les mesures EBSD mais leur poids statistique trop faible ne permet pas de les révéler significativement par les mesures par diffraction des rayons X.

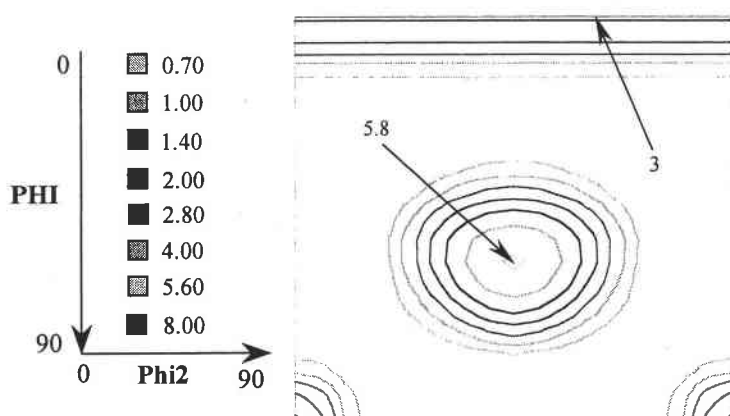


Figure III.30 : ODF simulée de la compression axiale de 50%. Modèle FC avec les familles de systèmes de glissement activées  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$ .

La Figure III.31 représente les ODF simulées de la compression axiale à 10, 25 et 50% de la barre extrudée PL I pour obtenir les matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic avec la famille de systèmes "basse" température  $\{110\}\langle 111\rangle$ .

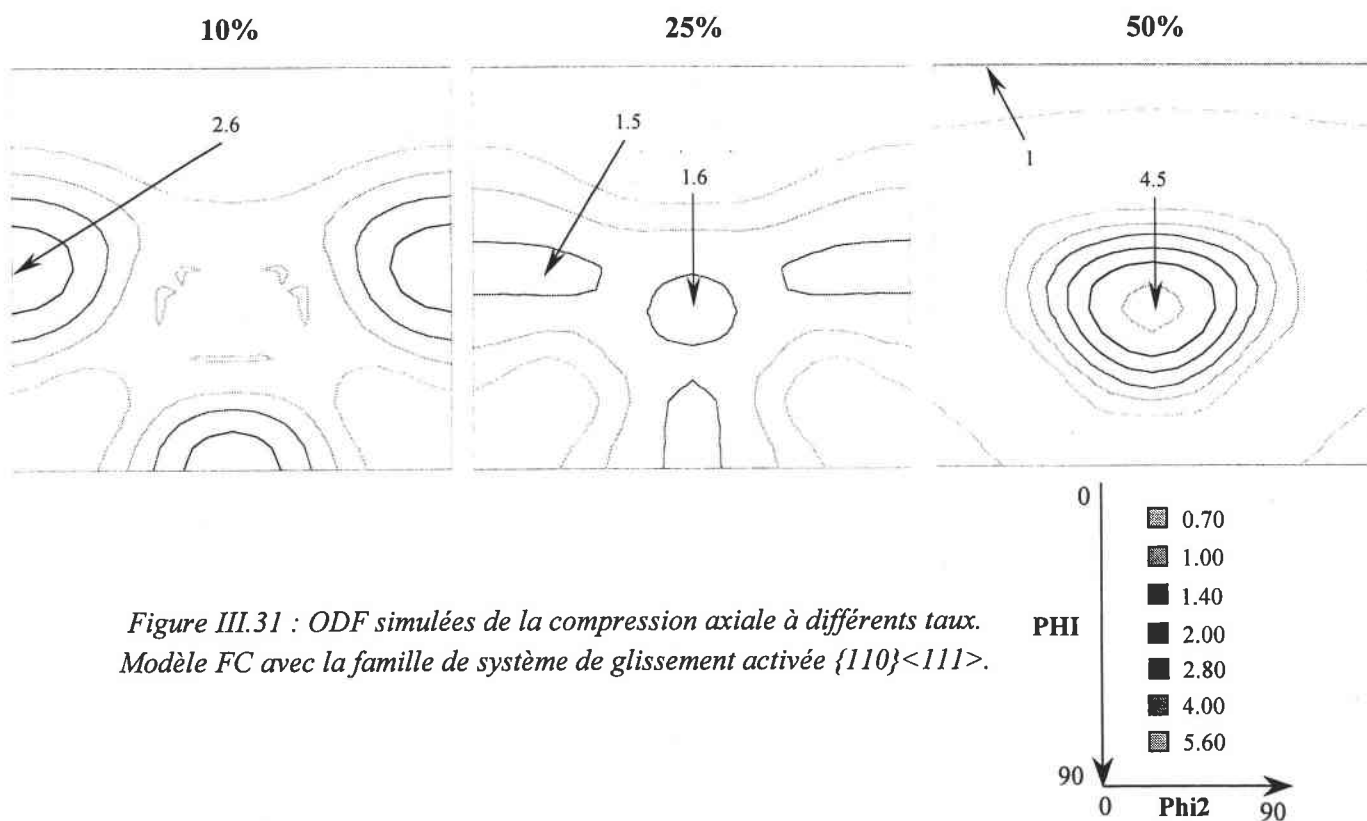


Figure III.31 : ODF simulées de la compression axiale à différents taux. Modèle FC avec la famille de système de glissement activée  $\{110\}\langle 111\rangle$ .

Après 10% de compression, l'intensité de la fibre  $\langle 110\rangle$  diminue fortement, en passant de 6 pour la texture expérimentale du matériau PL I à 2.6 en le comprimant de 10%. Après 25%, la fibre  $\langle 110\rangle$  "glisse" légèrement vers la composante  $\langle 111\rangle$  localisée au centre de la section de l'ODF. L'intensité de la fibre  $\langle 110\rangle$  continue à diminuer jusqu'à l'intensité 1.5 et la composante  $\langle 111\rangle$  apparaît à l'intensité de 1.6. À ce stade de la déformation, les traces de la texture initiale ont disparu et les intensités des nouvelles composantes sont très faibles. Un changement de texture significatif est obtenu après 50% de compression

axiale. En effet, à ce taux, la composante  $\langle 111 \rangle$  est désormais majoritaire à 4.5. La composante  $\langle 100 \rangle$  commence néanmoins à apparaître avec une intensité de 1.

La tendance observée expérimentalement avec les matériaux comprimés est reproduite par les simulations en utilisant le système "basse" température  $\{110\}\langle 111 \rangle$  mais avec un "décalage". Expérimentalement, la diminution de l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  accompagnée d'un glissement vers la composante  $\langle 111 \rangle$  n'a été constatée qu'à partir de 50% de compression. Une comparaison quantitative avec la simulation n'est donc pas permise. En revanche, d'un point de vue qualitatif, la simulation permet de vérifier que la compression conduit effectivement à la formation de la composante  $\langle 111 \rangle$  et au glissement de la composante initiale  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 111 \rangle$ .

Une autre série de simulations est présentée sur la Figure III.32. Les ODF ont été simulées en activant la famille de systèmes de glissement "haute" température  $\{110\}\langle 100 \rangle$  à  $\tau_c=1$  en complément à famille de systèmes de glissement "basse" température  $\{110\}\langle 111 \rangle$  à  $\tau_c=900$ .

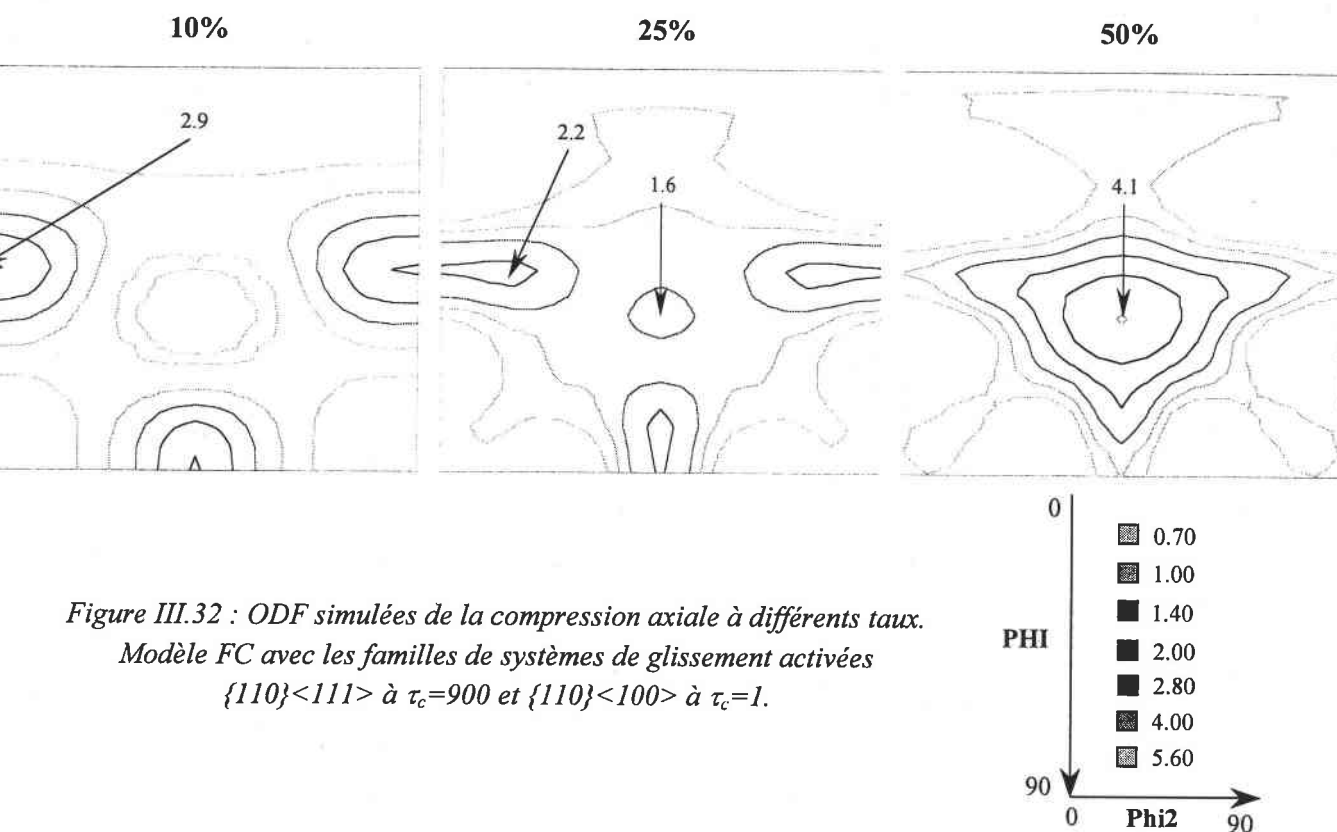


Figure III.32 : ODF simulées de la compression axiale à différents taux.  
Modèle FC avec les familles de systèmes de glissement activées  
 $\{110\}\langle 111 \rangle$  à  $\tau_c=900$  et  $\{110\}\langle 100 \rangle$  à  $\tau_c=1$ .

À première vue, les résultats de cette série de simulations ressemblent beaucoup aux résultats de la série précédente (Figure III.31). Une différence existe cependant au taux de compression de 50%. En effet, à ce taux, la composante majoritaire reste toujours la composante  $\langle 111 \rangle$  d'intensité 4.1 mais beaucoup d'orientations sont également localisées entre les composantes  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ . Ceci met bien en évidence le glissement de la texture initiale  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 111 \rangle$  lors de la compression qui est significativement constaté sur la texture expérimentale du matériau comprimé à 50% PL Ic. Néanmoins, les textures obtenues avec cette simulation pour les taux de compression de 10 et 25% restent très différentes de celles expérimentales mesurées à ces mêmes taux. Excepté la mise en évidence du glissement de la texture initiale  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 111 \rangle$  lors de la compression jusqu'à 50%, l'action de la famille de systèmes de glissement "haute" température  $\{110\}\langle 100 \rangle$  reste modérée sur les textures simulées par rapport aux simulations précédentes effectuées sans cette famille (Figure III.31).

### III.5.3-Simulation de la texture d'extrusion + martelage rotatif

Le matériau PL Ie est obtenu par martelage rotatif d'une barre elle-même obtenue par extrusion d'une poudre. Bien que ces deux procédés soient différents dans leur principe de mise en œuvre, ils aboutissent au même type de déformation, à savoir une élongation de la barre. Le rapport d'extrusion est de 14:1. Le martelage rotatif engendre une élongation axiale de 50% ce qui équivaut à un rapport d'extrusion de 1.5:1. Le rapport d'extrusion total résultant de ces deux procédés de déformation pour obtenir le matériau PL Ie est donc de 21:1.

Comme pour le matériau PL I, la texture prise en compte lors du premier pas de déformation est une texture isotrope discrétisée en 5832 orientations individuelles de poids identique et la déformation est toujours assimilée à une extension uniaxiale sans cisaillement.

Le tenseur gradient de déplacement utilisé pour l'extension due à l'extrusion et au martelage rotatif est le même que celui utilisé pour le matériau PL I. Lorsque le tenseur est appliqué 64 fois, le rapport d'extrusion est environ 23:1 proche du rapport expérimental de 21:1.

Les familles de systèmes de glissement activées sont toujours les familles de systèmes "basse" température, à savoir  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$  avec des cissions critiques identiques pour les deux familles ( $\tau_c=1$ ).

La Figure III.33 représente l'ODF simulée de l'extrusion suivie du martelage rotatif pour obtenir le matériau PL Ie.

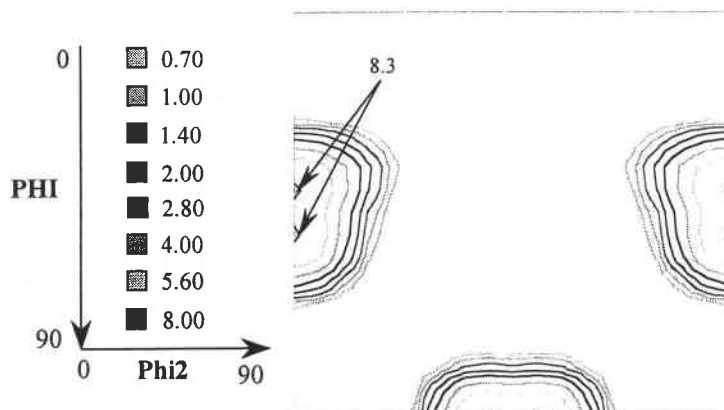


Figure III.33 : ODF simulée d'une élongation axiale par extrusion suivie d'un martelage rotatif. Modèle FC avec les familles de systèmes de glissement activées  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$ .

La texture obtenue est très similaire à celle simulée de l'extrusion seule. En effet, elle comprend toujours une fibre  $\langle 110\rangle$  légèrement étalée vers les directions  $\langle 210\rangle$ . Ce qui distingue la simulation de la texture du matériau PL I de la Figure III.27 et celle du matériau PL Ie de la Figure III.33 est une très légère différence de l'intensité la fibre  $\langle 110\rangle$ . Elle est de 8.3 pour la texture simulée du matériau PL Ie.

Au-delà d'un certain seuil, le rapport d'extrusion n'a donc plus qu'une très légère influence sur l'intensité des composantes de la texture ce qui a été vérifié expérimentalement par Lenhard et al. qui ont observé des textures quasi identiques pour le même alliage extrudé à 1100°C avec un rapport d'extrusion de 14:1 puis un rapport de 28:1 [LENHARD 99].

## III.6-Discussion

### III.6.1-Formation et évolution des microstructures et textures

Quantitativement, les procédés de mise en forme à chaud très différents, tant en termes de principe (extrusion, compression, martelage rotatif utilisés seuls ou mixtes) que de taux de déformation imposés, engendrent des modifications microstructurales avec des évolutions significatives des tailles des grains et plus modérées des particules d'oxydes. Par exemple, les tailles des grains et des particules augmentent avec le taux de compression axiale à chaud du matériau brut d'extrusion en passant respectivement de 0.5  $\mu\text{m}$  et 12 nm pour le matériau PL I à 1.2  $\mu\text{m}$  et 15 nm pour le matériau PL Ic (brut d'extrusion à 1100°C + compression axiale de 50% à 1100°C).

Pour ce qui concerne la morphologie des grains, sans prendre en compte les particules de poudre mal broyées, les microstructures ne montrent pas d'allongement clairement significatif dans l'axe des barres de forme allongée dont les dimensions géométriques seraient proches du rapport d'extrusion (longueur de 14 pour un diamètre de 1). Seulement allongés avec un ratio de 2 à 3 pour 1 pour le matériau brut d'extrusion, puis pratiquement équiaxes après compression à chaud de 10%, ces grains sont ensuite déformés et s'aplatissent au taux de compression à chaud de 50%.

La formation et l'évolution des microstructures sont régies par plusieurs mécanismes qui sont généralement observés lors de déformations à chaud (laminage, forgeage, extrusion). Ces principaux mécanismes sont la restauration dynamique, la migration des joints de grains induite par la déformation et la recristallisation dynamique. Ces mécanismes sont plus ou moins évidents dans chaque produit long.

Concernant la formation et l'évolution des textures expérimentales, lorsque les matériaux sont déformés par allongement, la texture consiste en une fibre  $\langle 110 \rangle$ . Lorsqu'ils sont déformés par une réduction d'épaisseur, la fibre  $\langle 111 \rangle$  apparaît.

#### Insuffisance de la simulation pour expliquer les textures

Les textures simulées par le modèle de déformation plastique de Taylor ne permettent pas d'expliquer quantitativement, en termes d'intensités des différentes composantes, les textures mesurées des différents produits longs. En revanche, elles peuvent permettre une analyse qualitative de l'évolution des textures. Cette approche est particulièrement vraie pour le matériau brut d'extrusion PL I.

Plusieurs hypothèses peuvent être émises pour justifier les différences entre les textures simulées et les textures expérimentales des matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic.

(i) Tout d'abord, il existe des limites inhérentes au modèle lui-même qui fonctionne avec l'hypothèse simplificatrice d'assimiler l'allongement ou la compression à de la déformation uniaxiale. Néanmoins, quelques calculs faits avec le modèle plus développé VPSC ("ViscoPlastic Self Consistent") donnent les mêmes tendances [WAGNER].

(ii) Le modèle de Taylor est un modèle de déformation. Si des phénomènes de recristallisation interviennent lors de la déformation à chaud, ils ne peuvent pas être pris en compte par le modèle et ces phénomènes sont clairement détectés pour le matériau PL Ic.

(iii) Il faut préciser que les lopins comprimés à 10, 25 et 50% ne proviennent pas tous de la même barre extrudée PL I mais d'autres barres produites dans des conditions qui devraient être similaires. Ceci permettrait d'expliquer la texture expérimentale du matériau PL Ia. En effet, la comparaison des textures expérimentales des matériaux PL I et PL Ia conduit à un renforcement des composantes  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  après la compression de 10%. Or, le renforcement de la composante  $\langle 110 \rangle$  suite à une déformation par compression n'a jamais pu être prédite par le modèle de Taylor.

(iv) Il faut enfin prendre en compte également le fait que l'opération de discrétisation de la texture d'extrusion pour simuler les textures de compression atténuée de manière modérée la texture qui va être introduite dans le modèle. Cette atténuation peut contribuer à l'explication de la diminution de l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  lors de la simulation de la compression du matériau brut d'extrusion au taux de 10%.

Malgré ces quatre réserves, les simulations rendent compte des tendances d'évolution des textures d'un point de vue qualitatif.

Il apparaît que l'explication de la formation et de l'évolution des textures est indissociable de la formation et de l'évolution des microstructures.

Toutes les microstructures sont hétérogènes. Ainsi, dans le cas du matériau brut d'extrusion, les microstructures montrent la présence de gros grains, dépourvus de particules d'oxydes, qui se distinguent nettement du reste des microstructures beaucoup plus fines et homogènes. Ces gros grains résultent de particules de poudre mal broyées lors de l'étape de mécanosynthèse dans le broyeur à boulets. Les cartographies EBSD ont permis de révéler plusieurs aspects de ces gros grains qui correspondent à des microstructures à différents stades des mécanismes de restauration dynamique ou de recristallisation dynamique. Par exemple, pour le matériau brut d'extrusion, lorsque ces gros grains apparaissent fragmentés, il s'agit en fait de sous-joints, qui sous l'effet de la déformation plastique thermiquement activée vont migrer pour donner des gros grains continus dépourvus de sous-grains. La migration des sous-joints est stoppée par les particules d'oxydes qui ont été généralement observées uniquement à la périphérie de ces gros grains. Ce mécanisme est identifié comme de la restauration dynamique.

### Cas de la compression axiale à chaud

La recristallisation dynamique permet la germination de grains d'orientations différentes. Ces grains peuvent, dans le cas des zones à poudre mal broyée, consommer la presque totalité de la zone (voir la microstructure entourée par l'ellipse 4 sur la Planche III.1). Les mêmes mécanismes sont susceptibles d'apparaître dans les zones où les oxydes sont mieux distribués. Dans ce cas, la présence des oxydes limite la croissance des nouveaux grains. Les cartographies d'orientations EBSD indiquent que les deux mécanismes interviennent lors des essais de compression à chaud. Il est ainsi observé que la taille des grains augmente avec le taux de compression à chaud sans qu'un phénomène de croissance anormale ne soit observé.

Un autre critère qualitatif des microstructures étudiées concerne la densité de dislocations (d'un point de vue plus global car non estimées avec précision). Dans le cas général, au cours des premiers stades d'une déformation à chaud, l'augmentation de la déformation s'accompagne d'une multiplication des dislocations qui interagissent et s'enchevêtrent [HUMPHREYS 96]. Sous l'effet de la température, une partie des dislocations de vecteurs de Burgers opposés glissant sur le même plan cristallographique s'annihilent. D'autres peuvent se combiner ou migrer vers les joints de grains. L'annihilation des dislocations puis leur réarrangement en des configurations énergétiques plus basses sont deux mécanismes simultanés. Dans le cas d'une structure à gros grains, ce phénomène est connu pour conduire à une microstructure de joints de grains

faiblement désorientés (sous-joints) et au développement de sous-grains. Dans le cas d'une structure à grains fins, ce phénomène conduit toujours à la formation de sous-joints mais aussi à l'augmentation de la désorientation des grains existants. Le développement des sous-grains est freiné par la présence de la fine dispersion de particules dans le matériau [HUMPHREYS 96]. Malgré les fortes déformations imposées, les microstructures des matériaux extrudés puis comprimés axialement sont relativement pauvres en densité de dislocations. Un seul matériau se démarque de cette observation : le matériau extrudé puis comprimé axialement de 10%, PL Ia. Après 10% de compression axiale, les sous-joints ne sont pas encore formés et les dislocations sont distribuées uniformément dans le matériau (Figure III.13).

Après 25% de déformation à chaud, la densité de dislocations est nettement plus faible par rapport au matériau PL Ia. Le taux de compression est alors énergiquement suffisant pour annihiler une partie des dislocations et permettre la formation de sous-grains. La taille des grains du matériau PL Ib a plus que doublé par rapport à celle du matériau PL I.

Baker et Gaydos ont étudié la recristallisation dynamique et la migration des joints de grains dans un alliage FeAl B<sub>2</sub> [BAKER 87]. Lors de déformations à haute température jusqu'à la rupture, ces auteurs ont observé une migration des joints de grains induite par la déformation (dénommée en anglais par l'acronyme SIGBM pour "Strain Induced Grain Boundary Migration") au-dessus de 625°C, ce qui se matérialise par une augmentation de la taille des grains. La recristallisation dynamique, avec l'apparition de nouveaux grains, a lieu au-dessus de 725°C. Le mécanisme SIGBM pourrait expliquer l'augmentation de la taille des grains observée pour le matériau PL Ib. Pour ce matériau, cette augmentation a lieu à une température plus élevée du fait de l'action des particules d'oxydes qui constituent des obstacles efficaces à la migration des sous-joints et inhibent les mécanismes de recristallisation dynamique discontinue [HUMPHREYS 96].

La croissance des grains est plus importante après un taux de compression axiale à chaud de 50%. Le mécanisme SIGBM pourrait élargir davantage la taille des grains. Ce grossissement s'accompagne également d'une modification de la texture. La composante <111> détectée sur la texture expérimentale du matériau PL Ic apparaît d'après les textures simulées par le modèle de Taylor comme une composante de déformation plastique issue de la compression. De plus, l'observation de la cartographie d'orientations du matériau PL Ic laisse apparaître que de nouveaux grains, équiaxes, orientés selon la direction <111> se sont formés dans une matrice dont initialement les grains étaient en majorité orientés dans la direction <110>. La morphologie équiaxe et la répartition en "chapelets" de ces grains permet de penser qu'ils se sont formés suite à un processus de recristallisation dynamique discontinue avec la germination et la croissance de nouveaux grains. Donc, en plus d'être une composante de déformation plastique par compression, la composante <111> apparaît également comme une composante de texture de recristallisation dynamique discontinue et d'après les simulations, ces grains <111> sont ensuite "stabilisés" par la déformation plastique.

La composante de texture <111> a déjà été identifiée comme une orientation préférentielle de recristallisation dynamique dans des alliages FeAl, mais lorsque ces alliages sont élaborés par extrusion seule pour des températures d'extrusion plus élevées. Ainsi, lorsque l'alliage FeAl40 Grade 3 est extrudé à 1250°C, la fibre <111> est présente en même temps que les composantes <110> majoritaire et <310> minoritaire. Lenhard a identifié la composante <111> comme une composante de recristallisation dynamique car elle n'est jamais prédite par le modèle de Taylor appliqué à la simulation de l'extrusion lorsque les familles de systèmes de glissement {110}<111> à  $\tau_c=900$  ("basse" température) et {110}<100> à  $\tau_c=1$  ("haute" température) sont activées [LENHARD 01]. Par conséquent, si la composante <111> ne peut pas être prédite par la simulation, il est déduit qu'elle apparaît par un autre mécanisme que la déformation plastique, ce mécanisme étant la recristallisation dynamique. Lorsque le matériau ne contient pas de dispersion d'oxydes, le comportement est identique. Ainsi, Skrotzki et al. ont étudié l'influence de la teneur

en aluminium et de la température d'extrusion sur un alliage FeAl fondu puis extrudé à 1000 et à 1300°C [SKROTZKI 03]. Pour une teneur en aluminium de 35%at., donc proche de celle de l'alliage élaboré par PLANSEE, la texture après extrusion consiste en une fibre  $\langle 110 \rangle$ . Après extrusion à 1300°C, la composante  $\langle 111 \rangle$  apparaît avec la fibre  $\langle 110 \rangle$  qui reste majoritaire. À cette température, l'alliage n'est plus ordonné  $B_2$  mais  $A_2$ . Pour les mêmes raisons que précédemment, c'est-à-dire la simulation qui ne prédit pas l'émergence de la composante  $\langle 111 \rangle$ , la composante  $\langle 111 \rangle$  est identifiée comme une composante de recristallisation dynamique. Ceci a été vérifié par Skrotzki et al. par des mesures EBSD reliant cette composante à de nouveaux petits grains [SKROTZKI 03].

### Évolution de la désorientation entre les grains

Comme cela a déjà été précisé précédemment, dans le cas d'une structure à grains fins, la restauration dynamique conduit à la formation de sous-joints mais aussi à l'augmentation de la désorientation des grains existants. Les mesures EBSD ont permis de tracer des cartographies de désorientations entre les grains. Un joint de grain est tracé à partir d'une désorientation minimale de 2° entre deux grains. Jusqu'à 15°, ces désorientations sont révélatrices de grains faiblement désorientés et indiquent la présence de sous-joints. La Figure III.34 et la Figure III.35 représentent respectivement la cartographie de désorientations du matériau PL I et celle du matériau PL Ic. Les points de couleur azur, jaune, rouge, vert brillant et fuchsia correspondent respectivement à des désorientations supérieures à 2, 3, 5, 10 et 15°. En bleu et en noir sont tracées des désorientations plus fortes supérieures respectivement à 20 et à 30°.

L'exploitation de ces cartographies de désorientations entre les grains permet de tracer des diagrammes représentant la fréquence relative des joints de grains en fonction de leurs désorientations. La Figure III.36 représente la distribution des fréquences relatives des désorientations des joints de grains à partir des cartographies des matériaux PL I et PL Ic. Deux singularités associées s'en dégagent. *(i)* La fréquence relative de sous-joints avec de faibles désorientations inférieures à 15° est plus élevée pour le matériau PL I que pour le matériau PL Ic. La proportion de sous-grains est donc plus importante pour le matériau PL I. *(ii)* La fréquence relative des joints de grains fortement désorientés, de l'ordre de 30 à 50°, est plus élevée pour le matériau PL Ic que pour le matériau PL I. L'augmentation de la proportion de grains fortement désorientés peut résulter de la combinaison de deux phénomènes, à savoir : *(i)* le renforcement de la désorientation des joints de grains déjà existants par la restauration dynamique et *(ii)* l'apparition des nouveaux grains issus de la recristallisation dynamique discontinue.

Lors d'une étude comparant les propriétés microstructurales et mécaniques d'alliages Fe-40at.%Al renforcés produits par différents fabricants dont PLANSEE et le CEA de Grenoble, Muñoz-Morris et al. ont également étudié la distribution des désorientations des joints de grains mais à partir de mesures effectuées au MET [MUÑOZ-MORRIS 03]. La distribution trouvée pour les produits longs étudiés dans ce chapitre est très différente de celle présentée à la Figure III.36 avec une proportion de joints de grains faiblement désorientés (plage 0-20°) plus importante que celle des joints de grains fortement désorientés. Cette différence est certainement à imputer à une différence de statistique suffisamment représentative entre les mesures effectuées au MET et celles obtenues par EBSD. De plus, avec une étude au MET, la confusion entre grains et sous-grains (selon les contrastes utilisés) est possible.



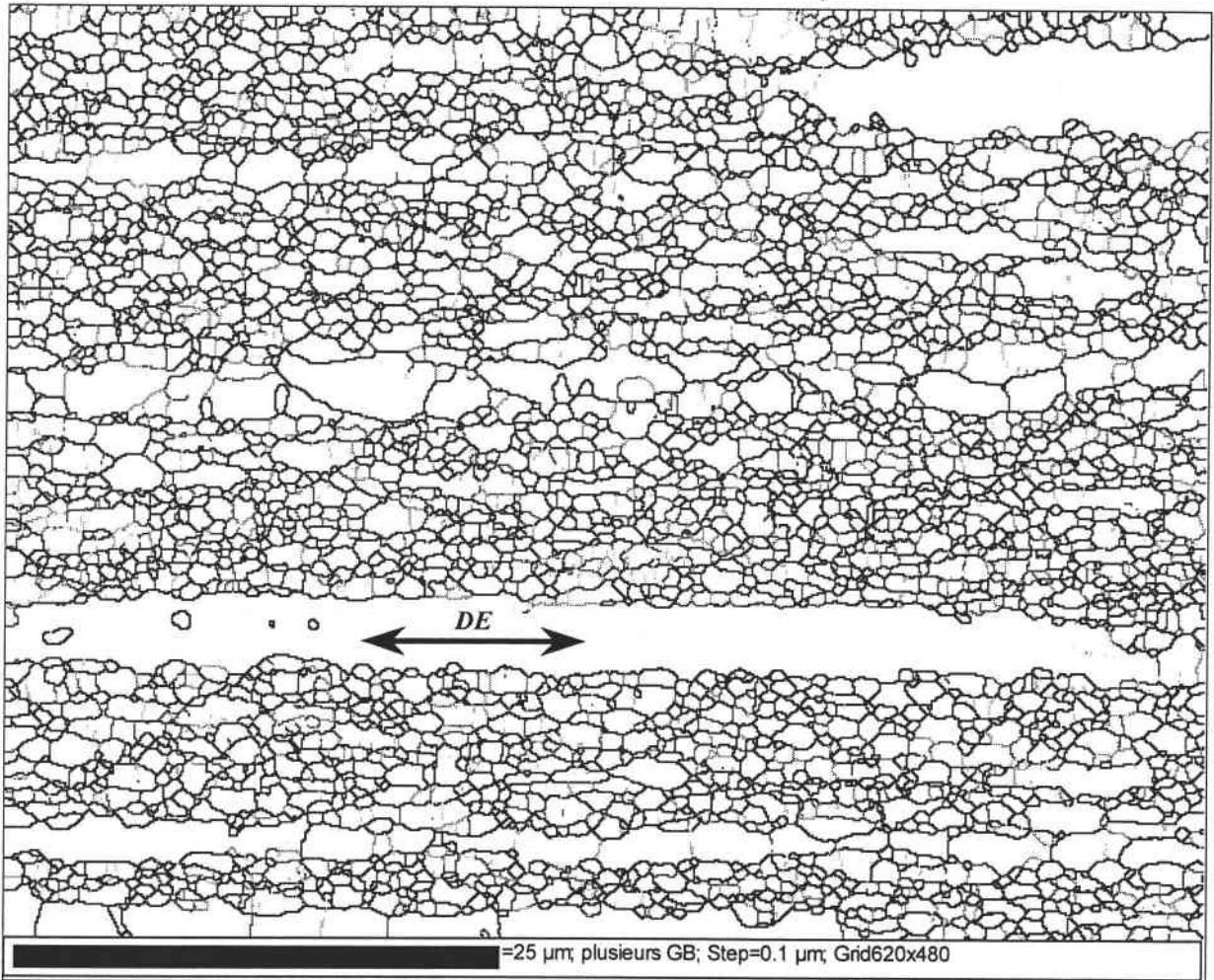


Figure III.34 : Cartographie de désorientations des joints de grains du matériau PL I révélant la présence de sous-grains faiblement désorientés.

- désorientation > 2°
- désorientation > 3°
- désorientation > 5°
- désorientation > 10°
- désorientation > 15°
- désorientation > 20°
- désorientation > 30°

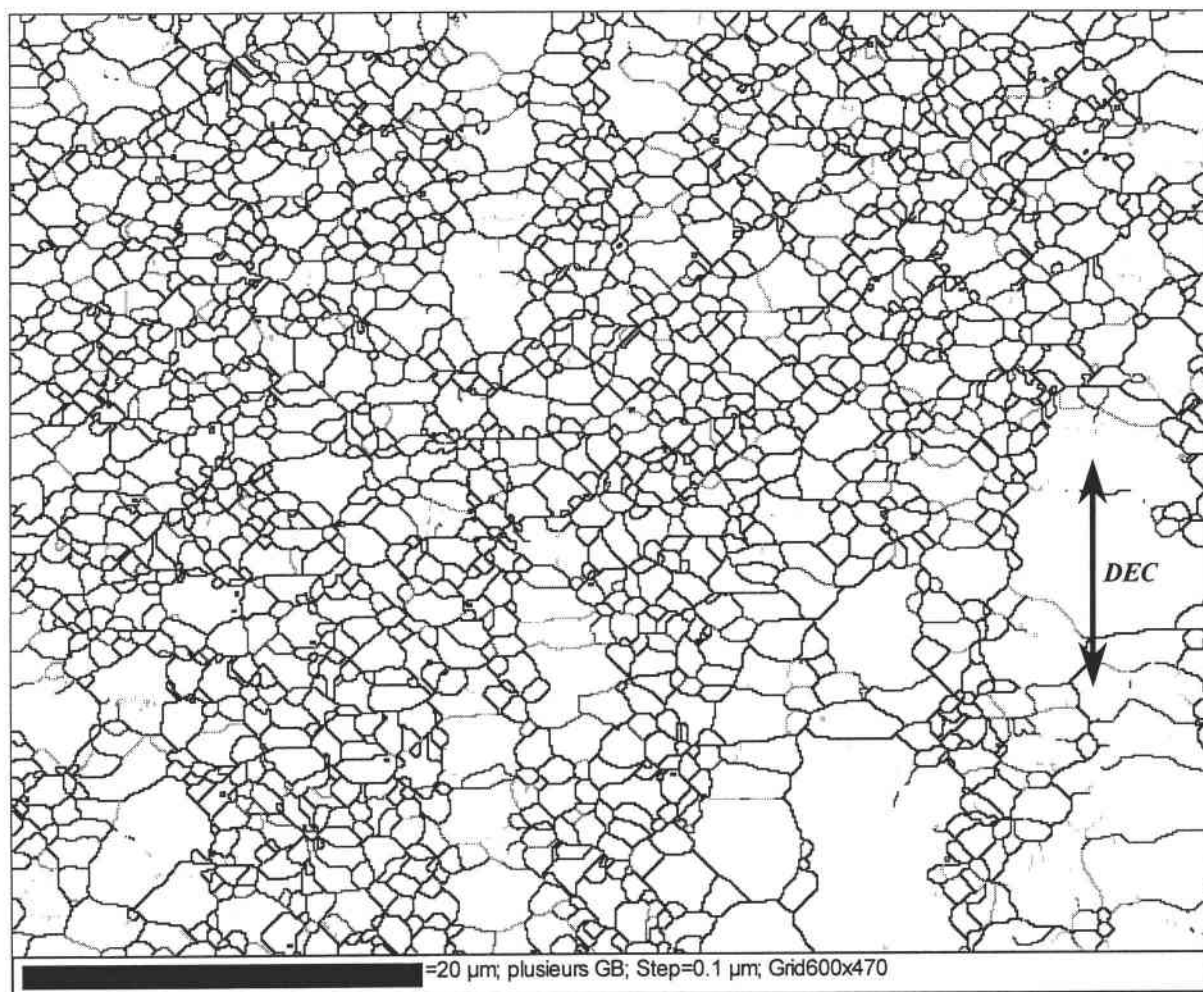


Figure III.35 : Cartographie de désorientations des joints de grains du matériau PL Ic révélant la présence de sous-grains faiblement désorientés.

- désorientation > 2°
- désorientation > 3°
- désorientation > 5°
- désorientation > 10°
- désorientation > 15°
- désorientation > 20°
- désorientation > 30°

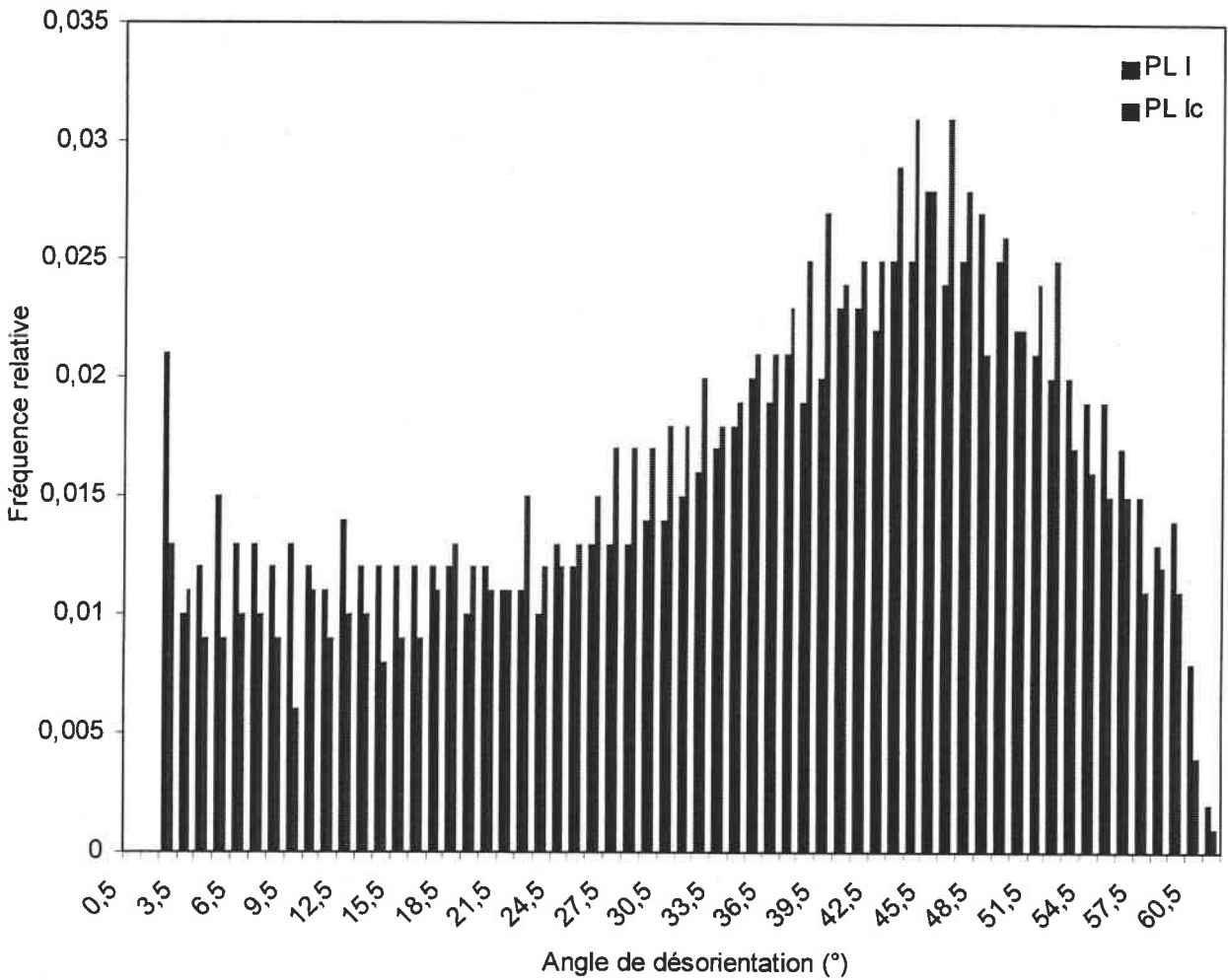


Figure III.36 : Fréquence relative des joints de grains en fonction de leur désorientation.

La Figure III.37 représente l'évolution de la microdureté avec le taux de compression axiale. La microdureté diminue lorsque le taux de compression axiale augmente. De plus, il apparaît sur cette courbe que la valeur de microdureté après 25% de compression axiale est la même que celle après 50%.

Au vu des différentes exploitations des résultats obtenus avec le MEB FEG couplé au système EBSD et de l'allure de la courbe de microdureté, il semblerait que le taux de compression axiale de 25% soit le seuil de déformation critique pour initier le mécanisme de recristallisation dynamique à la température fixe de 1100°C.

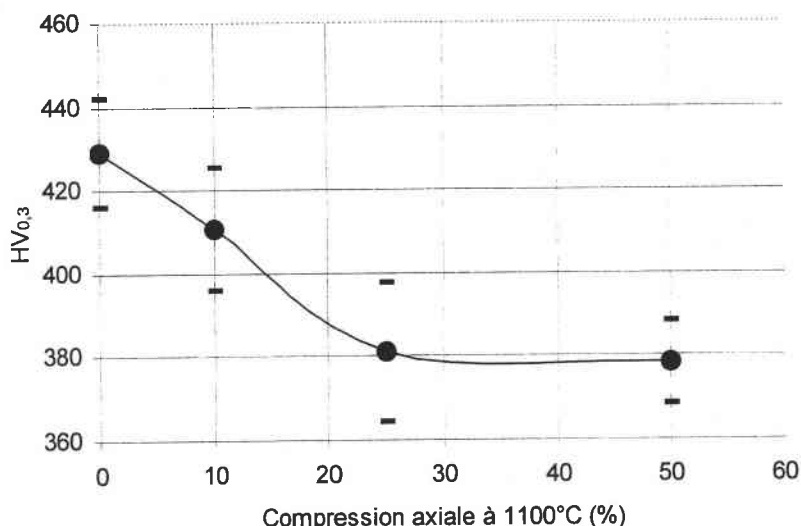


Figure III.37 : Microdureté Vickers  $HV_{0,3}$  des matériaux brut d'extrusion et comprimés axialement mesurée selon une coupe perpendiculaire aux directions DE et DEC.

#### Cas du martelage rotatif

Les procédés combinés de martelage rotatif du matériau brut d'extrusion (matériau PL Ie) ou d'une poudre préalablement "HIPpée" (matériau PL V) induisent un léger grossissement de la microstructure par rapport à celle du matériau brut d'extrusion. La morphologie des grains du matériau PL Ie est très proche de celle du matériau brut d'extrusion. En revanche, la microstructure du matériau PL V demeure équiaxe. À partir d'un alliage ferritique ODS (MA 957), Béchade et al. ont observé des microstructures fines (de diamètre 500 nm), clairement allongées et arrangées en bandes (avec un rapport longueur sur diamètre proche de 10) dans l'axe d'une barre préalablement extrudée à chaud puis martelée longitudinalement mais à température ambiante avec une réduction de section de 60% [BÉCHADE 02]. Outre la composition de la poudre qui est un facteur important avec la fine dispersion d'oxydes, l'effet de la température de mise en forme du matériau PL V permet d'obtenir une microstructure fine et équiaxe car cette haute température active la mobilité des joints de grains.

Le martelage rotatif modifie également plus sensiblement la taille des grains que la compression axiale. En revanche, la présence des particules d'oxydes inhibe plus efficacement la recristallisation dynamique. En effet, les grains d'orientations cristallographiques au voisinage de la composante  $\langle 111 \rangle$  sont moins nombreux sur la cartographie d'orientations EBSD de la Planche III.5 et cette composante est absente des ODF des matériaux PL Ie et PL V. Les textures des matériaux dont l'élaboration comprend une étape de martelage rotatif - fibre  $\langle 110 \rangle$  - peuvent donc être expliquées principalement par la déformation plastique.

Les trois matériaux PL I, PL Ie et PL V sont élaborés à la même température de 1100°C et pourtant, les microstructures des matériaux PL Ie et PL V contiennent moins de dislocations que le matériau PL I. Le procédé de martelage rotatif induit une distribution radiale de la déformation hétérogène [RÉGLÉ 94, BÉCHADE 02]. Plus précisément, des simulations de la déformation induite par le martelage rotatif, ont montré que la déformation au cœur de la barre était moins importante qu'à sa périphérie [PIELA 96, PIELA 97]. Ces simulations concordent avec les faibles densités de dislocations des microstructures des matériaux martelés PL Ie et PL V observées à cœur.

Concernant la texture, le martelage rotatif de la barre extrudée (matériau PL Ie) accroît l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$ . Ceci a également été observé par Réglé et par Béchade [RÉGLÉ 94, BÉCHADE 02]. En effet, lorsque ces auteurs étirent à 1100°C une barre de l'alliage ODS ferritique MA 957 (préalablement obtenue par compactage puis consolidation - étirage - à 1100°C), ils mesurent à cœur une texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe de la barre. La structure cristallographique de cet alliage est cubique centrée à toutes les températures jusqu'au liquidus (car teneur en chrome > 13%). Lorsque la barre étirée est ensuite martelée à froid, la texture d'allongement - fibre  $\langle 110 \rangle$  identique à celle du matériau PL I - est renforcée. De plus, la taille des grains augmente très légèrement entre le matériau PL Ie et PL V. Cette augmentation doit favoriser le glissement intragranulaire et est peut-être à l'origine du renforcement de la fibre  $\langle 110 \rangle$  du matériau PL V.

### III.6.2-Texture et anisotropie du module d'Young

De nombreux alliages intermétalliques, tels que FeAl ou TiAl, à l'état du monocristal montrent de fortes anisotropies de leurs propriétés élastiques [MORRIS 00]. Concernant plus particulièrement l'anisotropie des propriétés élastiques de monocristaux FeAl, Leamy et al. l'ont étudiée en déterminant les coefficients de rigidité élastique d'alliages dont la teneur en aluminium varie de 4 à 40at.% [LEAMY 67]. Ces auteurs ont ainsi observé que le plus haut degré d'anisotropie élastique est obtenu pour des alliages proches de la composition Fe<sub>3</sub>Al (28at.%Al). En effet, à 27°C, le paramètre d'anisotropie de l'alliage Fe-28at.%Al vaut 6 et celui de l'alliage Fe-40at.%Al vaut 3.7 ce qui reste une valeur significative d'anisotropie.

Les modules d'Young des monocristaux de l'alliage Fe-40at.%Al calculés à partir des coefficients de rigidité élastique à température ambiante varient fortement en fonction de l'orientation du monocristal : 93 GPa pour un monocristal orienté dans la direction  $\langle 100 \rangle$ , 190 GPa pour  $\langle 110 \rangle$  et 290 GPa pour  $\langle 111 \rangle$ . Cette variation permet d'interpréter l'évolution des modules d'Young des produits longs selon la direction de la barre. En effet, d'après la Figure III.8, l'effet de la compression à chaud sur la texture se traduit finalement par une diminution de la composante initiale  $\langle 110 \rangle$  et un renforcement de la composante  $\langle 111 \rangle$ . Ainsi, l'augmentation de 9% du module d'Young après la compression de 50% est due à l'apparition de la fibre de la fibre  $\langle 111 \rangle$  à l'intensité 2.8 et au glissement de la composante  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 111 \rangle$  (puisque pour le matériau PL Ic, la composante  $\langle 110 \rangle$  n'est plus exactement localisée sur les orientations idéales  $\langle 110 \rangle$  mais glisse vers  $\langle 111 \rangle$ ). Même si "l'intensité" de ces composantes est assez réduite, l'effet sur le module d'Young est assez significatif à cause de l'anisotropie importante des propriétés élastiques.

L'effet du martelage rotatif sur la texture à partir d'une poudre HIPpée (matériau PL V) ou du matériau brut d'extrusion (matériau PL Ie) se traduit par un renforcement de la composante  $\langle 110 \rangle$ . Cet effet est beaucoup plus significatif sur le matériau PL V que sur le matériau PL Ie. En effet, bien que la composante  $\langle 110 \rangle$  du matériau PL Ie soit renforcée par rapport à celle du matériau PL I, intensité de 9.5 contre 6, le module d'Young est identique dans les trois directions DE, DR et D45. Pour le matériau PL V, sa composante  $\langle 110 \rangle$  culmine à 12 et son module d'Young calculé dans la direction de la barre (DE) vaut 213 GPa. Cette différence de comportement entre les matériaux PL Ie et PL V qui ont tous les deux une composante  $\langle 110 \rangle$  renforcée s'explique ici aussi par un examen des textures : le maximum de l'ODF du matériau PL V à l'intensité 12 correspond aux orientations idéales de la composante  $\langle 110 \rangle$  pour les plus hauts niveaux de l'ODF alors que les plus bas niveaux de la fonction s'étalent en direction de la composante  $\langle 111 \rangle$ , composante qui contribue à augmenter le module d'Young. Pour le matériau PL Ie, le maximum de son ODF correspond lui aussi aux positions idéales de la composante  $\langle 110 \rangle$  mais il n'y a pas d'étalement des plus bas niveaux vers la composante  $\langle 111 \rangle$ , mais plutôt vers la composante  $\langle 210 \rangle$ .

Les évolutions les plus significatives des modules d'Young des différents produits longs concernent donc essentiellement deux matériaux : PL Ic et PL V. Les renforcements les plus marqués du module d'Young

dans la direction de la barre (DE) sont associés à des textures qui présentent un renforcement significatif de la composante  $\langle 110 \rangle$  (PL V) ou plus léger de la composante  $\langle 111 \rangle$  (PL Ic) auquel est associé une distribution d'orientations entre les composantes  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ . Pour les autres matériaux, l'anisotropie du module d'Young est plus modérée mais toujours avec un minimum dans la même direction à  $45^\circ$  (D45) par rapport à la direction de la barre (DE).

Bien que la limite élastique (à la fin du domaine élastique) n'ait pas été étudiée dans ce travail, il peut être mentionné que l'anisotropie des propriétés mécaniques, autres que le module d'Young, avec un minimum caractéristique dans une direction à  $45^\circ$  par rapport à l'axe de sollicitation a déjà été observée dans l'alliage Fe-40at.%Al. En effet, Scheff et al. ont étudié la limite élastique  $R_{p0.2}$  d'un alliage fondu puis extrudé Fe-40Al-0.1B (at.%) en fonction de la direction de la charge par rapport à l'axe d'extrusion [SCHEFF 95]. La texture de cet alliage brut d'extrusion est une texture de fibre mixte avec la fibre  $\langle 110 \rangle$  et la fibre  $\langle 111 \rangle$ . Trois échantillons prélevés dans trois orientations différentes sont déformés par compression axiale à froid. La limite élastique la plus élevée est obtenue pour l'échantillon prélevé parallèlement par rapport à l'axe d'extrusion. Ensuite vient la limite élastique de l'échantillon prélevé perpendiculairement par rapport à l'axe d'extrusion. La plus faible est obtenue pour l'échantillon prélevé à  $45^\circ$  par rapport à l'axe d'extrusion. Ces auteurs expliquent cette anisotropie en calculant les facteurs de Schmid dans les trois directions de sollicitation. Le facteur de Schmid est maximal (0.5) pour l'échantillon prélevé à  $45^\circ$  perpendiculaire par rapport à l'axe d'extrusion, ce qui indique que l'initiation de la déformation plastique sera facilitée, d'où une limite élastique plus faible.

### III.7-Synthèse

Différents traitements thermomécaniques à 1100°C appliqués sur un alliage Fe-40%at.Al ODS élaboré par mécanosynthèse, par le biais de différentes routes d'élaboration, permettent de modifier sa microstructure, sa texture et son module d'Young.

Présentées au début de ce chapitre, les différentes routes d'élaboration utilisées pour consolider l'alliage peuvent être distinguées en deux catégories selon les déformations imposées.

(i) Dans un premier temps, la poudre est consolidée par allongement selon trois procédés : l'extrusion, le martelage rotatif à partir de la poudre préalablement "HIPpée" puis l'extrusion suivi du martelage rotatif. La texture qui en résulte est toujours une texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction d'allongement qui se renforce pour le martelage rotatif. Cette évolution est en accord qualitativement avec les textures simulées par le modèle de déformation plastique de Taylor. La microstructure reste très stable, aucun mécanisme de recristallisation dynamique n'a été détecté. La taille des grains est fine mais augmente toutefois légèrement lorsque l'élaboration de la barre comprend une étape de martelage rotatif.

Quant au module d'Young calculé à partir des mesures de textures, il est peu différent pour les matériaux extrudés et extrudés puis martelés. En revanche, il augmente dans la direction de la barre pour le matériau "HIPpé" puis martelé qui présente l'intensité maximale de la composante  $\langle 110 \rangle$  et l'étalement de cette composante vers la composante  $\langle 111 \rangle$ .

(ii) La poudre est également consolidée par allongement (extrusion) suivie d'une compression axiale aux taux de 10, 25 et 50%. La compression axiale à chaud engendre une modification de la microstructure par un léger grossissement. Quant à la texture, la composante  $\langle 111 \rangle$  apparaît et se renforce avec le taux de compression. Différents mécanismes régissant l'évolution des microstructures et des textures sont observés selon le taux de compression axiale imposé. À 10, 25 et 50%, la compression axiale à chaud engendre une déformation plastique uniforme d'après l'observation des microstructures. De plus, à 25%, le mécanisme de migration des joints de grains induite par la déformation peut expliquer la modification de la microstructure en termes de taille et de densité de dislocations, cette dernière apparaissant plus faible que pour le matériau comprimé à 10%. La microstructure et la texture évolue le plus significativement au taux de compression de 50%. Concernant la texture de ce dernier matériau, la fibre initiale  $\langle 110 \rangle$  a diminué et la fibre  $\langle 111 \rangle$  s'est renforcée. D'un point de vue qualitatif, cette évolution est en accord avec la simulation. Toutefois, cette composante  $\langle 111 \rangle$  provient également de nouveaux grains identifiés par EBSD qui ont germé et grossi suite à un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue.

Le module d'Young dans la direction de la barre, ainsi que son anisotropie, augmentent avec le taux de compression axiale.

Les traitements thermomécaniques présentés dans ce chapitre, étant des déformations à 1100°C, associent les deux étapes de déformation et de traitement thermique simultanément. Le chapitre suivant propose d'étudier l'effet d'un traitement de recristallisation statique sur les microstructures et textures de l'alliage Fe-40%at.Al ODS élaboré par mécanosynthèse en dissociant le traitement en deux étapes distinctes et successives : la déformation à froid puis le traitement thermique.

## Références

- [BAKER 87] Baker I., Gaydosh D.J. : “*Dynamic recrystallization and grain boundary migration in B<sub>2</sub> FeAl*”, *Metallography*, Vol. 20, N°3, pp. 347-357, 1987.
- [BÉCHADE 02] Béchade J.L., Mathon M.H., Branger V., Réglé H., Alamo A. : “*Texture analysis of oxide dispersion strengthened (ODS) Fe alloys by X-ray and neutron diffraction*”, *Journal de Physique IV*, Vol. 97, pp. 155-163, 2002.
- [HUMPHREYS 96] Humphreys F.J., Hatherly M. : “*Recrystallization and related annealing phenomena*”, Pergamon press, Oxford, 1996.
- [LEAMY 67] Leamy H.J., Gibson E.D., Kayser F.X. : “*The elastic stiffness coefficients of iron-aluminium alloys - I. Experimental results and thermodynamic analysis*”, *Acta Metallurgica*, Vol. 15, pp. 1827-1838, 1967.
- [LENHARD 99] Lenhard S., Wagner F., Grosdidier T., Revol S., Baccino R. : “*Texture, microstructure and properties in mechanically alloyed and extruded FeAl*”, *Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 12)*, édité par J.A. Szpunar, Vol. 1, pp. 683-688, Ottawa, 1999.
- [LENHARD 01] Lenhard S. : “*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*”, Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, 2001.
- [MORRIS 00] Morris D.G., Muñoz-Morris M.A. : “*The importance of textures for determining the mechanical behaviour of intermetallics*”, *Intermetallics*, Vol. 8, pp. 997-1003, 2000.
- [MORRIS 02] Morris D.G. : “*Task A6 : Microstructural evaluation*”, Final task report, FIAC project (Light weight FeAl Intermetallic Alloy for high efficiency Components in transportation and power generation industries), 2002.
- [MUÑOZ-MORRIS 03] Muñoz-Morris M.A., Garcia Oca C., Morris D.G. : “*Microstructure and room temperature strength of Fe-40Al containing nanocrystalline oxide particles*”, *Acta Materialia*, Vol. 51, pp. 5187-5197, 2003.
- [PIELA 96] Piela A., Grosman F. : “*Spatial modelling of swaging process using finite element method applied to axially-symmetrical problems*”, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 60, pp. 517-522, 1996.
- [PIELA 97] Piela A. : “*Analysis of the metal flow in swaging - Numerical modelling and experimental verification*”, *International Journal of Mechanical Sciences*, Vol. 39, N°2, pp. 221-231, 1997.
- [RÉGLÉ 94] Réglé H. : “*Alliages ferritiques 14/20% de chrome renforcés par dispersion d'oxydes - Effets des procédés de mise en forme sur les textures de déformation, la recristallisation et les propriétés de traction*”, Thèse de Doctorat de l'Université de Paris-Sud Orsay, 1994.
- [REVOL 01] Revol S., Launois S., Baccino R., Sire P., Girard Y., Mao C., Korhous B., Sereni S., Barnerboi H., Pfannenmuller T., Lemoisson F., Schwaiger, A. : “*Industrial applications of FeAl40 Grade 3 : A high specific properties iron aluminide*”, *Proceedings of the European Congress on Powder Metallurgy (EURO PM 2001)*, 2001.
- [SCHEFF 95] Scheff S.A., Stout J.J., Crimp M.A. : “*Effect of extrusion texture on the compressive behavior of B<sub>2</sub> Fe-Al alloys*”, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 32, N°7, pp. 975-980, 1995.



[SKROTZKI 03] Skrotzki W., Tamm R., Oertel C.G. : "*Effects of thermomechanical processing on texture formation in iron aluminides*", Materials Science Forum, Vol. 426-432 (THERMEC Conference), pp. 3593-3598, 2003.

[WAGNER] Wagner F., Communication privée.

[WESTERLUND 99] Westerlund J. : "*HIPing advances to benefit PM*", Metal Powder Report, Vol. 54, N°2, pp. 26-30, 1999.

[WESTERLUND 00] Westerlund J., Vimercati A. : "*Four decades of HIP progress*", Metal Powder Report, Vol. 55, N°2, pp. 14-21, 2000.

## IV-INFLUENCE D'UN TRAITEMENT DE RECRISTALLISATION STATIQUE

### IV.1-Introduction

L'objectif de ce chapitre est d'étudier l'influence d'un traitement de recristallisation statique sur les microstructures, les textures cristallographiques et les propriétés mécaniques de l'alliage Fe-40at.%Al renforcé. Le traitement de recristallisation statique comprend une déformation à froid, il va s'agir ici de compression axiale, suivie d'un traitement thermique à 1000°C.

Dans un premier temps, la texture et la microstructure du matériau de référence utilisé pour le traitement de recristallisation statique, l'alliage FeAl 40 Grade 3 du CEA, sont caractérisées au sous-chapitre IV.2.

Le sous-chapitre IV.3 concernera la caractérisation des microstructures et des textures des différents états déformés issus de la compression axiale à froid. La déformation de la compression sera simulée avec le modèle de déformation plastique de Taylor en injectant dans le modèle la texture discrétisée du matériau brut d'extrusion caractérisé au sous-chapitre IV.2. Le mode de déformation à froid choisi ici, la compression axiale, est similaire à celui des matériaux PL Ia, PL Ib et PL Ic du Chapitre III déformés à chaud. Les résultats présentés au cours du présent chapitre pourront donc constituer des informations supplémentaires pour la compréhension de la formation et de l'évolution des microstructures et des textures des matériaux extrudés puis comprimés axialement à 1100°C.

Le sous-chapitre IV.4 sera dédié à l'analyse des microstructures et des textures des matériaux déformés ayant subi un traitement thermique isochrone d'une heure à 1000°C.

Ensuite, afin de mieux comprendre les mécanismes qui régissent l'évolution des microstructures et des textures, ce chapitre se poursuit par une étude des cinétiques de recristallisation faisant l'objet du sous-chapitre IV.5. Au cours de cette étude, deux états déformés sont sélectionnés et subissent différents traitements thermiques isothermes toujours à 1000°C mais anisochrones afin d'établir une analyse comparative.

Les intérêts potentiels offerts par le traitement de recristallisation statique sur les propriétés mécaniques de l'alliage FeAl 40 Grade 3, notamment le module d'Young simulé à partir des mesures de textures globales et la tenue en fluage espérée à partir de résultats concernant des alliages et des superalliages ODS, seront étudiés au sous-chapitre IV.6.

Enfin, ce chapitre se terminera par une synthèse qui récapitulera les principaux résultats observés et les principaux mécanismes régissant la formation et l'évolution des microstructures et des textures cristallographiques obtenues après un traitement de recristallisation statique.

## IV.2-Choix et caractérisation d'un état de référence

### IV.2.1-L'alliage FeAl40 Grade 3

Un matériau dit de "référence" a du être sélectionné pour subir les différents traitements thermomécaniques envisagés dans ce chapitre. Il s'agit de l'alliage renforcé FeAl40 Grade 3 produit par le CEA de Grenoble dont les conditions de fabrication sont décrites au Chapitre I.

Après l'étape de mécanosynthèse, la poudre alliée est extrudée dans les mêmes conditions que le matériau PL I produit par PLANSEE, à savoir une température de 1100°C et un rapport d'extrusion de 14:1.

La principale raison justifiant le choix de cet alliage réside dans sa microstructure beaucoup plus homogène que le matériau PL I. La caractérisation de cette microstructure fait l'objet du paragraphe suivant.

### IV.2.2-Caractérisations microstructurales de l'état initial (brut d'extrusion)

Avant de lui appliquer les différents traitements thermomécaniques de recristallisation statique, il est nécessaire de caractériser la barre extrudée FeAl40 Grade 3 en termes de texture et de microstructure.

Par commodité, l'appellation "BE" (Brut d'Extrusion) désignera cet état de référence dans la suite de l'étude.

#### Texture

La Figure IV.1 présente l'ODF calculée correspondant à l'orientation des cristaux du matériau BE. Comme pour les produits longs PL XX étudiés au Chapitre III, du fait de la géométrie du chemin de déformation du matériau, à savoir dans le cas présent l'extrusion, la barre BE présente également une symétrie dite "de fibre" et une seule section à  $\Phi_1 = \text{constante}$  de l'espace d'Euler ( $\Phi_1, \Phi_2, \Phi_3$ ) est suffisante pour représenter l'ODF et décrire la texture.

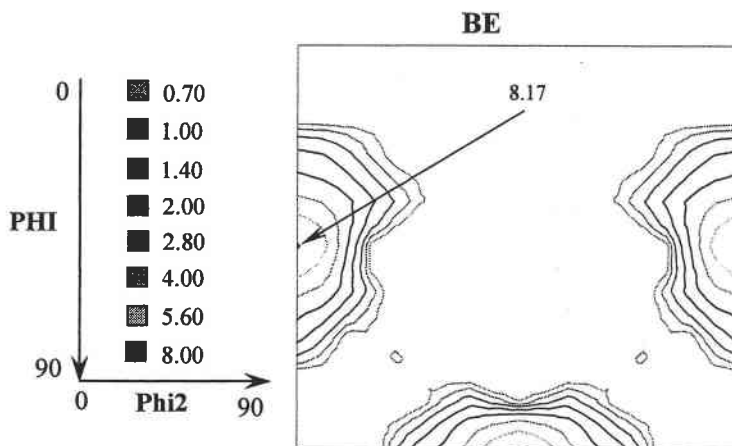


Figure IV.1 : ODF du matériau BE.

La Figure IV.1 montre une fibre  $\langle 110 \rangle$  à l'intensité d'environ 8 fois une texture isotrope. Cette fibre s'étale vers les directions  $\langle 210 \rangle$ .

Par comparaison au matériau PL I produit par PLANSEE, la texture du matériau FeAl40 Grade 3 ne comprend donc qu'une seule composante, la fibre  $\langle 110 \rangle$ , mais plus marquée et d'autres composantes minoritaires, par exemple  $\langle 111 \rangle$ , ne sont pas détectées.

### Microstructure

La Figure IV.2 représente la microstructure observée au microscope optique du matériau BE sur une coupe parallèle à l'axe d'extrusion. La microstructure apparaît très fine. De plus, les grains montrent un léger allongement dans la direction d'extrusion (notée DE sur la photo). Les points noirs observés sur la microstructure sont des piqûres dues à l'attaque chimique de la surface amorcées préférentiellement sur les plus grosses particules d'oxydes.

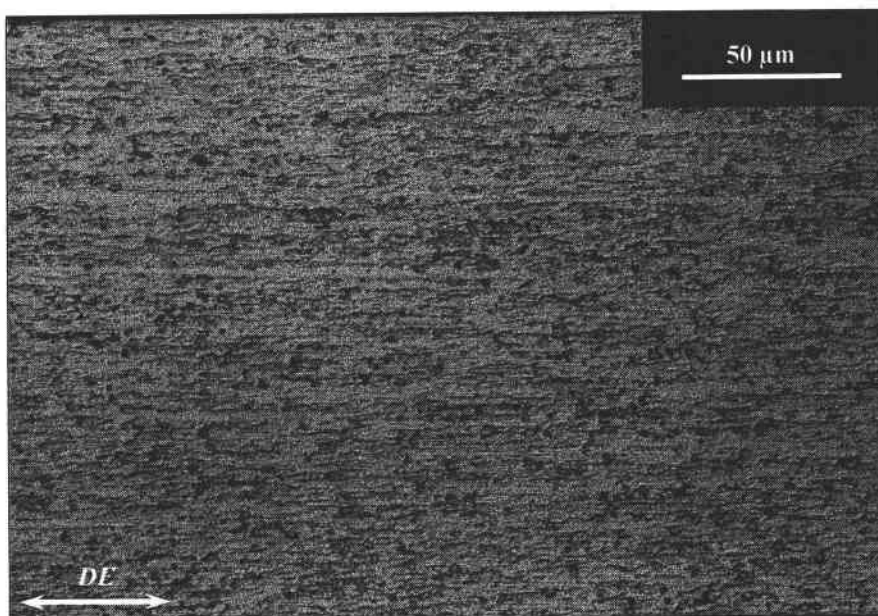


Figure IV.2 : Microstructure du matériau BE selon une coupe longitudinale à l'axe d'extrusion.

La Figure IV.3 montre la microstructure observée à l'échelle du MET selon une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion. Le cliché de gauche représente une vue générale de la microstructure. La taille des grains varie de 0.8 à 1.3  $\mu\text{m}$  pour une taille moyenne de 1.1  $\mu\text{m}$ . Le cliché de droite indique la distribution et la répartition des particules d'oxydes. Ainsi, il apparaît que les précipités sont présents à l'intérieur des grains et le long des joints des grains. Plus précisément, deux classes de particules peuvent être distinguées selon leur taille. La première classe concerne les plus petites particules, de taille comprise entre 10 et 20 nm, présentes à l'intérieur des grains et d'autres, légèrement plus grosses, de taille comprise entre 20 et 40 nm, réparties préférentiellement le long des joints de grains. La seconde classe est constituée de très grosses particules, de taille 100 nm pouvant même atteindre parfois 500 nm présentes à l'intérieur des grains ainsi qu'au long des joints de grains. De telles particules sont localisées sur le cliché MET de la microstructure générale du matériau BE de la Figure IV.3 par des flèches blanches.

Bien qu'élaboré dans les mêmes conditions, la taille des grains du matériau FeAl40 Grade 3 extrudé par le CEA est plus élevée que celle du matériau PL I extrudé par PLANSEE. Cette différence est sans doute due à différentes températures d'extrusion entre les deux matériaux comme cela a été discuté au paragraphe III.3.1 du Chapitre III.

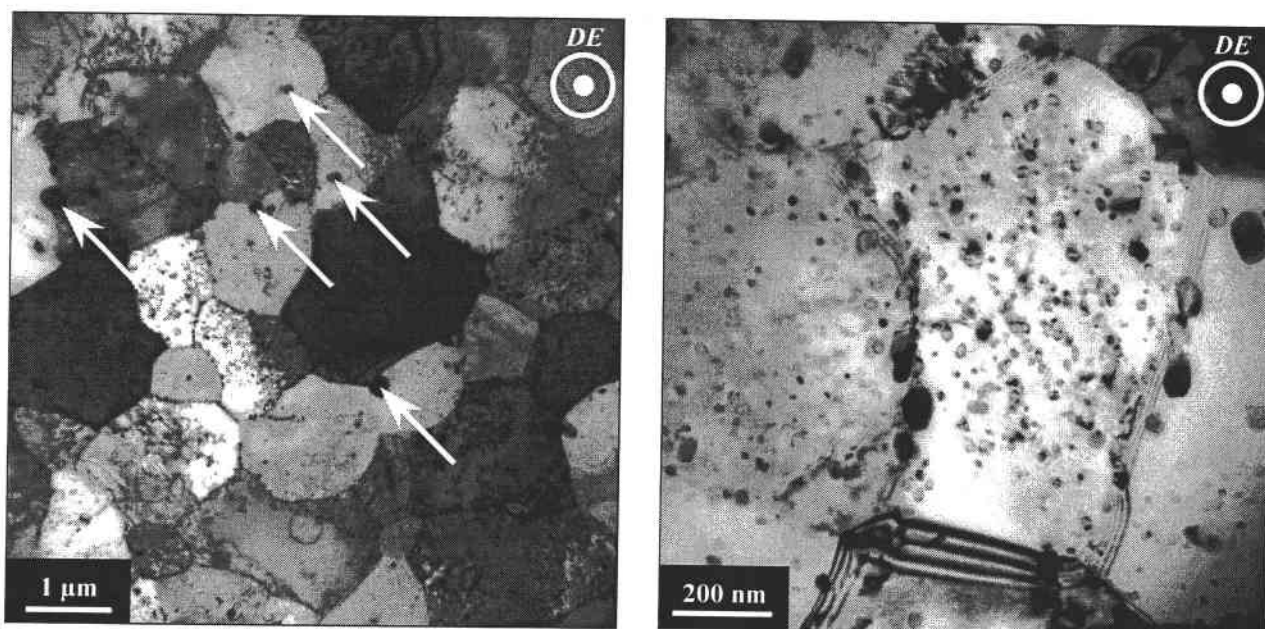


Figure IV.3 : Microstructure du matériau BE selon une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion. À gauche : microstructure générale. À droite : répartition des précipités.

L'analyse de la microstructure justifie l'intérêt du choix de l'alliage FeAl40 Grade 3 pour l'étude de recristallisation statique par rapport à l'alliage FIAC FeAl. En effet, la microstructure du matériau BE apparaît beaucoup plus homogène. Les longues et larges bandes résultant du broyage insuffisant de grosses particules de poudres lors de l'étape de mécanosynthèse détectées dans les microstructures de l'alliage FIAC FeAl sont absentes dans la microstructure de l'alliage FeAl40 Grade 3. De ce fait, cette homogénéité évitera des confusions lors de l'étude des microstructures des matériaux recristallisés entre de larges grains provenant de particules de poudres mal broyées et d'autres grains qui se seraient formés suite au traitement de recristallisation.

Ces caractérisations microstructurales de l'alliage FeAl40 Grade 3 sont en accord avec les précédentes investigations effectuées sur ce type d'alliage ODS tant en termes de texture que de microstructure [MORET 96, MORRIS 96, LENHARD 99].

## IV.3-Etats déformés

### IV.3.1-Les échantillons comprimés

Le Tableau IV.1 ci-dessous présente et désigne les différents échantillons comprimés selon le mode opératoire décrit au paragraphe II.5.1 du Chapitre II.

Taux de compression	Désignation
4%	BE 4
8%	BE 8
10%	BE 10
16%	BE 16
20%	BE 20

Tableau IV.1 : Désignation des échantillons comprimés à froid à partir de l'alliage FeAl40 Grade 3.

Par précaution, lorsque plusieurs échantillons déformés au même taux seront nécessaires, ils seront comprimés dans les mêmes conditions et les textures globales des deux moitiés seront systématiquement mesurées avant chaque traitement thermique. Si les mesures sont en accord avec les premiers échantillons correctement déformés au même taux, le traitement thermique est autorisé.

### IV.3.2-Caractérisations microstructurales des états déformés

#### Texture

Les textures globales mesurées par diffraction des rayons X des matériaux comprimés à froid à différents taux à partir du matériau brut d'extrusion BE sont représentées sur la Figure IV.4.

La texture change progressivement en augmentant le taux de compression.

(i) Ainsi, après 4% de déformation, l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  décroît très légèrement. (ii) Après 10% et au-delà, la composante initiale glisse continûment vers la composante  $\langle 441 \rangle$ , l'intensité de cette composante diminue fortement pour être, par exemple après un taux de compression de 16%, de 2.8. À ce taux, la présence de la composante  $\langle 111 \rangle$  est également mise en évidence à l'intensité de 1.1. (iii) À 20%, un changement significatif est constaté. La composante initiale  $\langle 110 \rangle$  a pratiquement disparu en glissant vers la composante  $\langle 221 \rangle$  d'intensité 2.5 (c'est-à-dire plus loin que la composante  $\langle 441 \rangle$  en se dirigeant vers le centre de l'ODF). De plus, la composante  $\langle 111 \rangle$  est cette fois majoritaire à l'intensité 4.

La compression axiale à froid engendre donc un glissement de la fibre initiale  $\langle 110 \rangle$  vers les composantes  $\langle 441 \rangle$  puis  $\langle 221 \rangle$  et finalement  $\langle 111 \rangle$ .

De plus, les intensités des textures de compression sont relativement faibles.

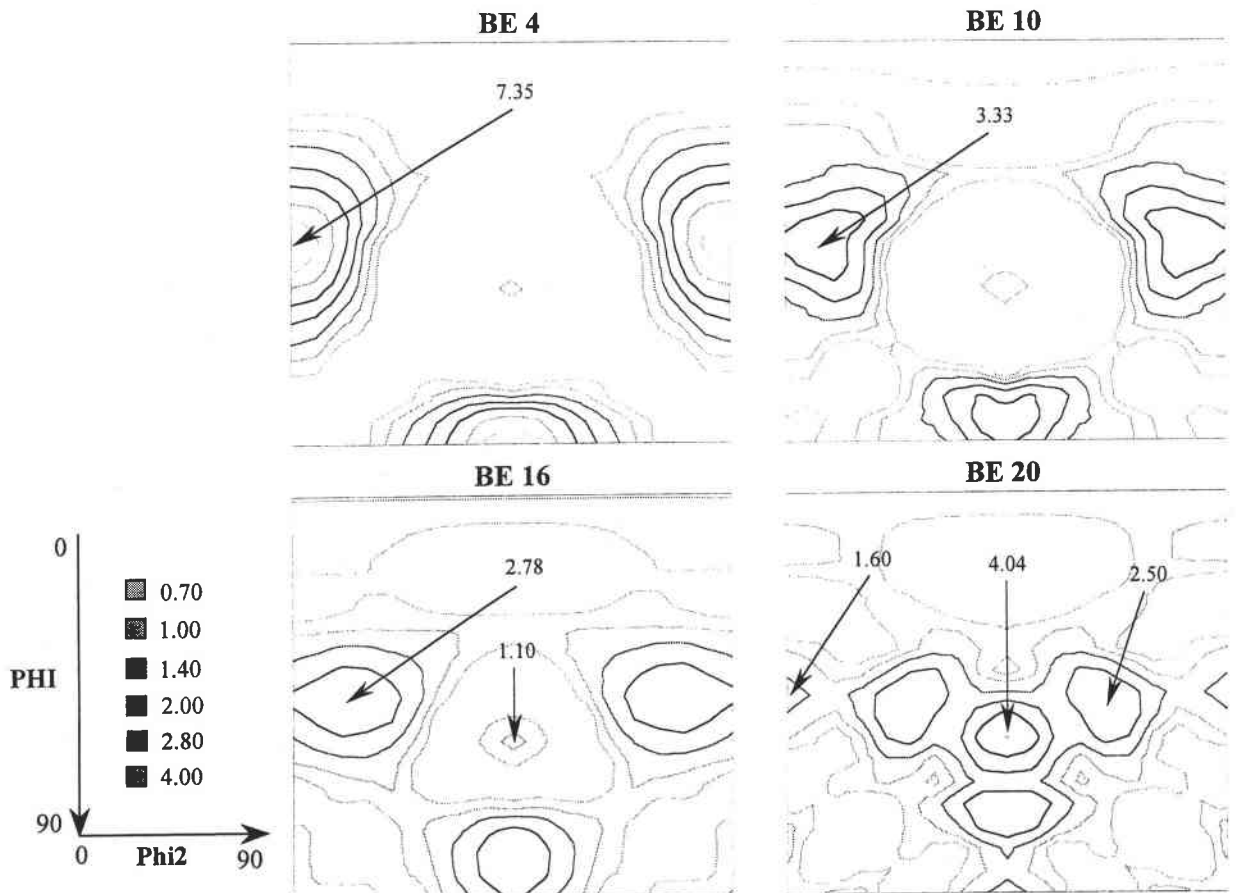


Figure IV.4 : ODF des matériaux comprimés à froid BE 4, BE 10, BE 16 et BE 20.

Microstructure

Les microstructures des matériaux déformés ont été observées pour les différents taux de compression. La Figure IV.5 représente les microstructures des matériaux déformés par compression axiale à froid après 4% (cliché de gauche) et 10% (cliché de droite).

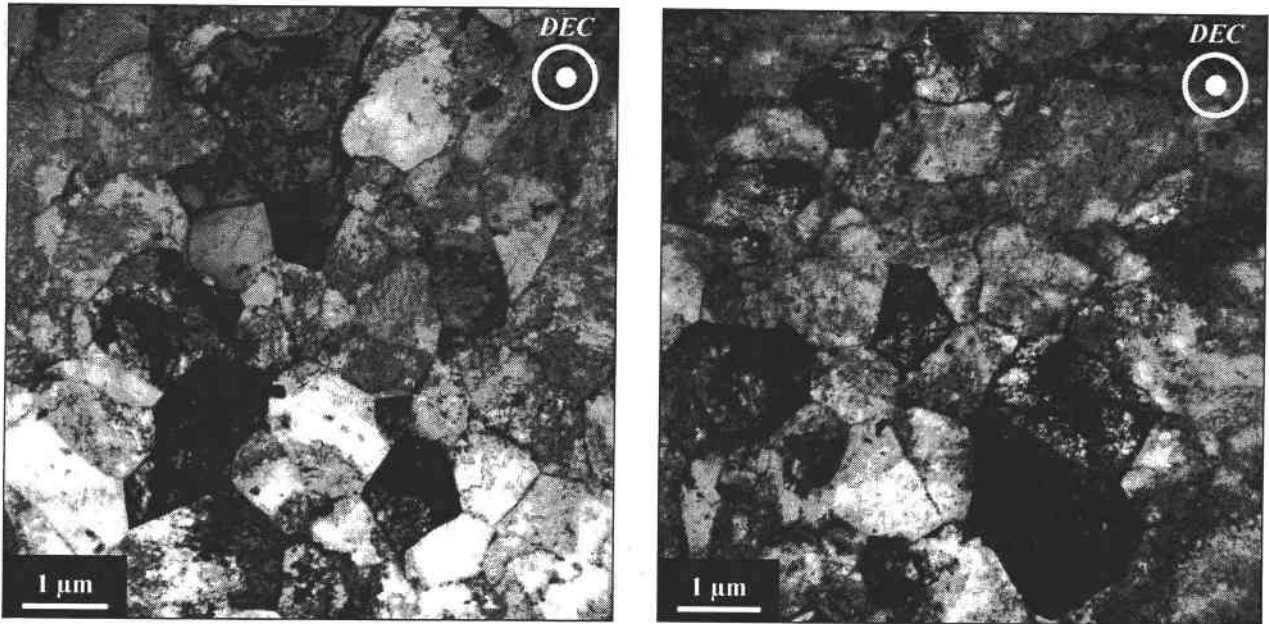


Figure IV.5 : Microstructures des matériaux déformés par compression axiale à froid.  
À gauche : microstructure du matériau BE 4. À droite : microstructure du matériau BE 10.

Les microstructures contiennent de nombreuses dislocations uniformément réparties ce qui indique une déformation plastique homogène du matériau lors de sa compression axiale. La nature des dislocations dans ces matériaux déformés n'a pas été étudiée mais a déjà fait l'objet d'investigations antérieures [MORRIS 96, BRIGUET 97]. Ces auteurs ont étudié la nature des dislocations dans le matériau BE après 2% de déformation réalisée par compression axiale. Lorsque la déformation est effectuée à basse température, les dislocations sont dissociées en superdislocations de vecteur de Burgers total  $\langle 111 \rangle$ . Beaucoup de ces dislocations sont localisées autour des fines particules d'oxydes ou ancrées sur elles. Les précipités ne sont pas cisailés. Ces auteurs indiquent également que lors de déformations à plus hautes températures, entre 300°C et 500°C, le vecteur de Burgers  $\langle 111 \rangle$  des superdislocations change progressivement vers un vecteur de Burgers de dislocations parfaites  $\langle 100 \rangle$ . Au taux de compression de 16% et au-delà, la densité de dislocations trop élevée n'a pas permis l'obtention de clichés MET de bonne qualité.

Par comparaison au matériau brut d'extrusion, l'effet de la compression axiale sur la microstructure se résume donc simplement par une augmentation de la densité de dislocations réparties uniformément avec le taux de compression. La taille des grains ne varie pas. Il est à noter que la présence de bandes de cisaillement n'a pas été détectée. Concernant la morphologie des grains, bien que cela n'a pu être vérifié par observation au MET, il est plausible de penser que les grains deviennent légèrement aplatis sous l'effet de la compression axiale au taux de 20%.

### IV.3.3-Discussion

L'évolution des textures cristallographiques lors de la compression axiale à froid se décompose ainsi : la composante initiale  $\langle 110 \rangle$ , marquée, s'atténue au profit du développement des composantes  $\langle 221 \rangle$  puis aux plus hautes déformations,  $\langle 111 \rangle$ .

Très peu de données sont disponibles dans la littérature concernant les textures de déformation à froid d'alliages intermétalliques du fait de leur faible ductilité.

En revanche, certains auteurs ont étudié les textures de déformation à chaud d'intermétalliques ordonnés  $B_2$ . Une comparaison avec ces travaux est donc effectuée ci-après.

#### Comparaison avec la déformation à chaud

La présence de la composante  $\langle 111 \rangle$  majoritaire après 20% de compression est en accord avec les fractions relatives des plans diffractant mesurés par RX par Zhao et al. sur un alliage non renforcé Fe-41Al-2Cr (at.%) [ZHAO 99]. Lorsque l'alliage est forgé par compression aux taux de 25% à des températures comprises entre 400 et 600°C et de 45% à des températures comprises entre 700 et 800°C, la fraction relative des plans  $\{111\}$  est clairement majoritaire, étant comprise entre 0.8 et 0.9, les autres plans minoritaires sont par ordre décroissant de fraction relative  $\{200\}$ ,  $\{211\}$  et  $\{110\}$  [ZHAO 99]. Kad et al ont étudié les textures de déformation dans un alliage  $Fe_3Al$  renforcé par des additions de Zr et de C [KAD 97]. La texture de l'alliage extrudé à 1050°C consiste en une fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à l'axe d'extrusion. Lorsque l'alliage est forgé entre 630 et 1050°C (domaine de température dans lequel cet alliage a une structure ordonnée  $B_2$ ), Kad et al. ont également mesuré la présence de la fibre  $\langle 111 \rangle$  majoritaire, à laquelle s'ajoute une autre composante  $\langle 100 \rangle$  minoritaire [KAD 97].

Ces résultats indiquent que la composante  $\langle 111 \rangle$  est essentiellement une composante de texture de déformation par compression à chaud excepté pour le matériau forgé à 45% à 800°C par Zhao et al. dans lequel une fraction recristallisée de la microstructure est estimée à 15% [ZHAO 99].

Le graphique de la Figure IV.6 représente les évolutions des composantes de texture de déformation à froid de l'alliage FeAl40 Grade 3 (ODF de la Figure IV.4) et à chaud de l'alliage FIAC FeAl (ODF des Figures III.4 et III.6) avec le taux de compression axiale. Pour les matériaux comprimés à froid de 10 et de 16% et à chaud de 50%, il est à signaler que l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  correspond plus exactement au maximum d'une composante localisée entre les fibres  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 441 \rangle$  suite au glissement de la composante  $\langle 110 \rangle$ .

Qualitativement, les déformations à froid et à chaud engendrent une diminution et un glissement de la fibre initiale  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 111 \rangle$ . Quelle que soit la température de déformation, aux plus forts taux (20% à froid et 50% à 1100°C), la fibre  $\langle 111 \rangle$  parallèle à la direction de déformation (extrusion + compression) se renforce.

Quantitativement, les différences sont marquées. Par exemple, la texture après compression axiale de 25% à 1100°C, comprenant une fibre  $\langle 110 \rangle$  majoritaire d'intensité 6 et une fibre  $\langle 111 \rangle$  minoritaire d'intensité 1.5, est très différente de celle après compression axiale de 20% à la température ambiante. De plus, la compression axiale à froid engendre une forte diminution de l'intensité de la texture initiale dès les faibles taux de déformation. Cette diminution s'accompagne également d'un glissement de la composante initiale vers le centre de l'ODF. À chaud, la texture initiale n'est pas atténuée après 10%. Ensuite, la texture est pratiquement similaire à la texture initiale après 25% de compression. Pour ces deux taux, les composantes  $\langle 110 \rangle$  ne glissent pas vers le centre de l'ODF. Ainsi, pour le même matériau (en terme de composition), l'évolution des textures de déformation à froid et à chaud est différente à taux de compression égale, mais



aux plus forts taux, la tendance observée reste la même. L'origine des intensités différentes des textures de déformation à froid et à chaud pourrait être imputée à l'action de blocage des dislocations par les précipités plus efficace lors de la déformation à température ambiante que celle à 1100°C. À chaud sont observés le réarrangement et l'annihilation des défauts par la restauration dynamique. Malgré le "décalage" entre l'évolution des textures à froid et l'évolution des textures à chaud lorsque le taux de déformation augmente, les tendances observées à froid concordent avec celles observées dans le cas d'alliages b.c.c. classiques déformés par compression uniaxiale [KOCKS 98].

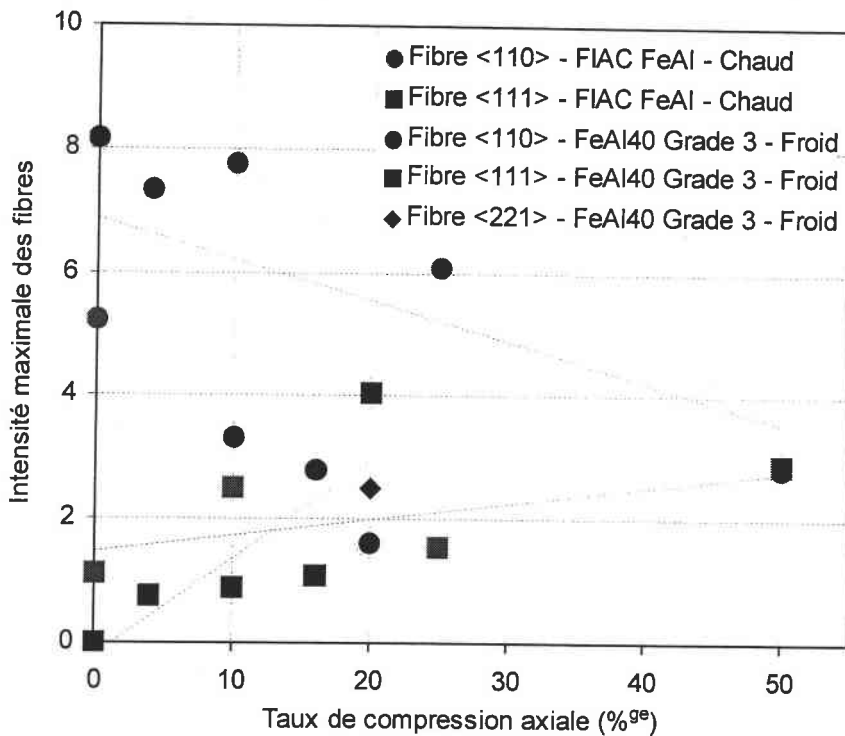


Figure IV.6 : Evolution des intensités des composantes de texture des matériaux extrudés puis comprimés à chaud FIAC FeAl (en rouge) et des matériaux extrudés puis comprimés à froid FeAl40 Grade 3 (en bleu).

#### Comparaison avec la simulation

Des simulations à l'aide du modèle de déformation plastique de Taylor ont été effectuées afin de vérifier l'évolution des textures de déformation lors de la compression axiale à froid. La démarche adoptée pour effectuer ces simulations est la même que celle employée pour effectuer les simulations de la compression à chaud du Chapitre III.

Comme les matériaux BE 4, BE 10, BE 16 et BE 20 sont comprimés axialement à partir de la barre BE, la texture prise en compte lors du premier pas de déformation pour simuler les textures de compression est la texture mesurée puis discrétisée du matériau BE.

Il a été choisi de simuler les textures de déformation pour des compressions axiales de 10, 20 et 50%. Bien que ce dernier taux n'ait jamais été atteint par compression à froid dû au défaut de ductilité de l'alliage, sa simulation s'est révélée intéressante.

La Figure IV.7 présente des simulations effectuées avec le modèle de Taylor utilisé en compression avec la famille de systèmes "basse" température  $\{110\}\langle 111\rangle$  seule.

Après 10% de compression, l'intensité de la fibre <110> diminue fortement, en passant de l'intensité 8 pour le matériau BE à 3.3 en le comprimant de 10%.

Après 20%, l'intensité de la fibre  $\langle 110 \rangle$  poursuit sa diminution. Contrairement à la simulation de la compression après 25% du matériau FIAC PL Ib (taux de compression proche mais texture de départ différente) effectuée dans les mêmes conditions (Figure III.31), la composante  $\langle 110 \rangle$  ne glisse pas vers le centre de l'ODF et la composante  $\langle 111 \rangle$ , même très faible, n'est pas détectée. Jusqu'à 20%, la simulation indique donc que la texture de départ s'atténue considérablement, un élargissement est également constaté vers les composantes  $\langle 210 \rangle$ .

Après 50%, le changement est drastique. La composante  $\langle 110 \rangle$  a pratiquement entièrement basculé vers la composante  $\langle 111 \rangle$  qui est la composante majoritaire à l'intensité de 2.5.

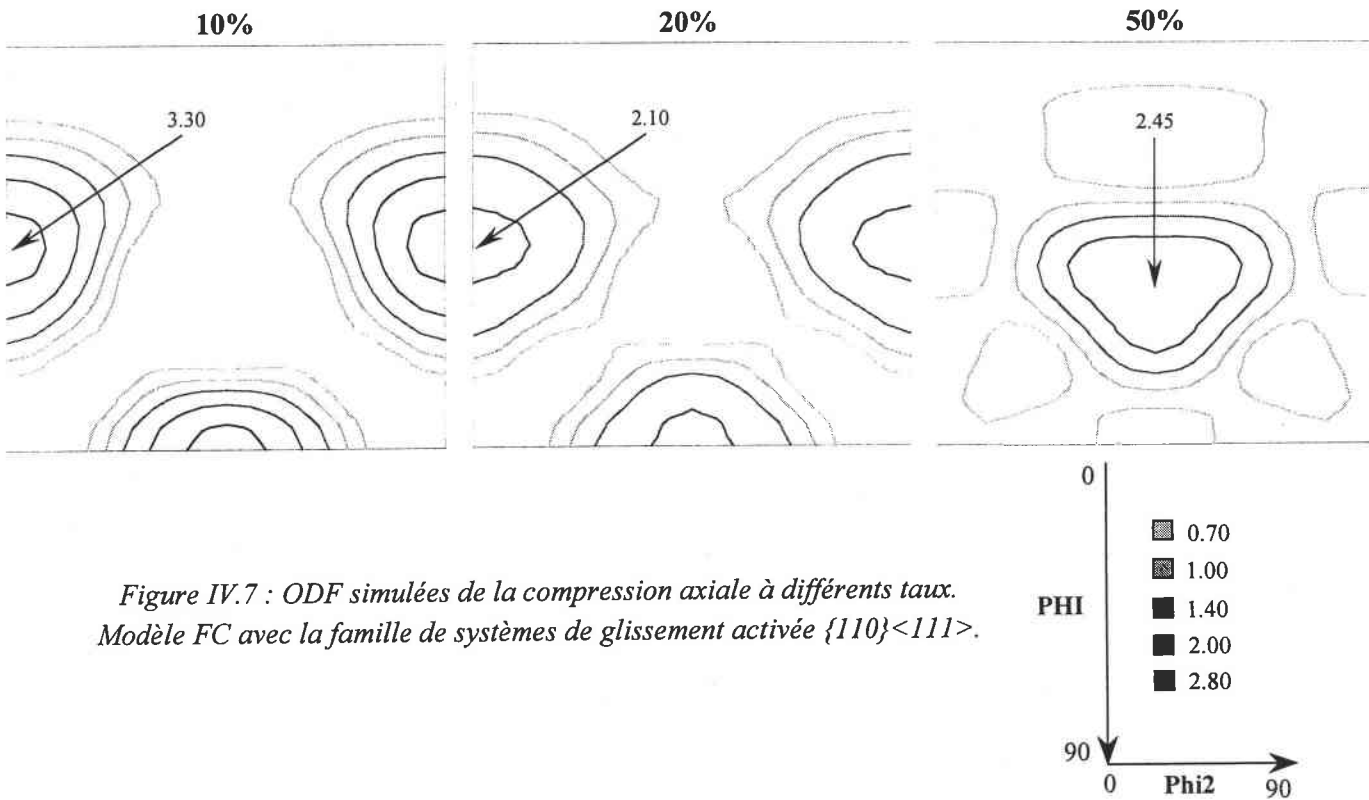


Figure IV.7 : ODF simulées de la compression axiale à différents taux. Modèle FC avec la famille de systèmes de glissement activée  $\{110\}\langle 111 \rangle$ .

La famille de systèmes de glissement  $\{112\}\langle 111 \rangle$  est également généralement active lors de déformations à basse température en complément à la première famille de systèmes  $\{110\}\langle 111 \rangle$ .

La Figure IV.8 présente les simulations effectuées avec le modèle de Taylor utilisé en compression aux mêmes taux que précédemment avec les deux familles de systèmes "basse" température  $\{110\}\langle 111 \rangle$  et  $\{112\}\langle 111 \rangle$ . Les cisssions critiques pour les deux familles de systèmes sont les mêmes ( $\tau_c=1$ ).

À 10 et 20% de compression, l'ajout de la seconde famille de systèmes n'a pas d'influence significative par rapport aux simulations effectuées avec la famille de systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111 \rangle$  seule.

En revanche à 50%, les différences sont plus marquées. Lorsque les deux familles de systèmes sont actives, trois composantes sont détectées : la composante  $\langle 111 \rangle$  majoritaire d'intensité 3.1 et étalée vers les composantes  $\langle 221 \rangle$ , puis deux autres composantes minoritaires  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . Sans la composante  $\langle 100 \rangle$ , cette simulation ressemblerait beaucoup à la texture expérimentale du matériau comprimé axialement à froid à 20% BE 20.

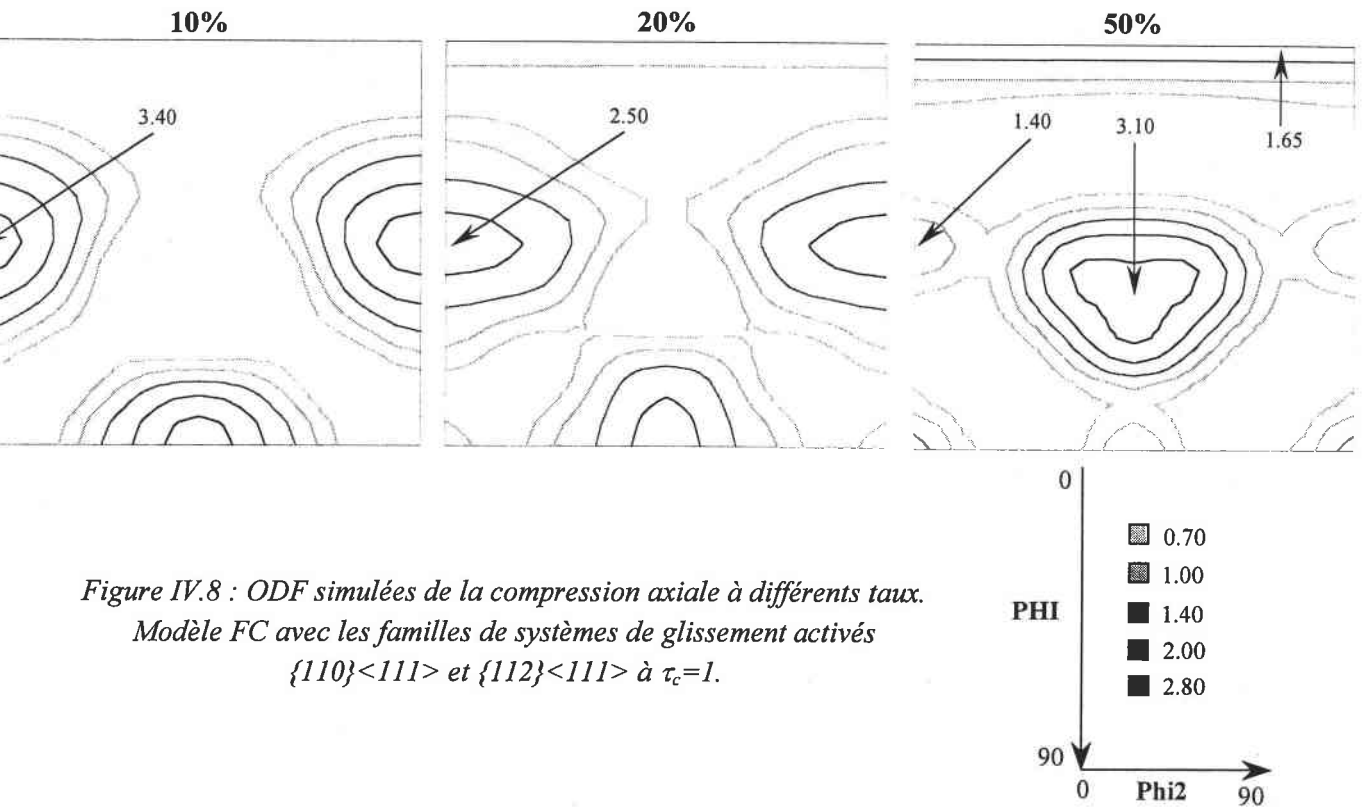


Figure IV.8 : ODF simulées de la compression axiale à différents taux.  
Modèle FC avec les familles de systèmes de glissement activés  
 $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$  à  $\tau_c=1$ .

La compression axiale à froid de l'alliage FeAl40 Grade 3 peut être simulée avec le modèle de Taylor, les tendances observées expérimentales et simulées sont qualitativement les mêmes. Lorsque les deux familles de systèmes de glissement  $\{110\}\langle 111\rangle$  et  $\{112\}\langle 111\rangle$  sont actives, la simulation peut être considérée en accord avec l'expérience. Excepté pour la composante  $\langle 100\rangle$  présente après 50% dans la texture simulée, les évolutions des textures expérimentales sont qualitativement vérifiées. La texture initiale  $\langle 110\rangle$  voit son intensité s'atténuer fortement puis la composante  $\langle 111\rangle$  se développe.

Néanmoins, les textures expérimentales sont "en avance" par rapport aux textures simulées puisque la composante  $\langle 111\rangle$  est majoritaire après 20% de déformation avec l'expérience alors qu'elle est majoritaire après 50% de déformation avec la simulation. Les raisons de ce "décalage" ne sont pas clairement identifiées. Le modèle de Taylor simule des textures de déformation pour un matériau polycristallin cubique centré "classique", sous-entendu il ne prend pas en compte la dispersion d'oxydes. D'après Humphreys et Kalu, dès que la taille des particules excède  $0.1 \mu\text{m}$  et si la fraction volumique de particules est suffisante, la texture de déformation sera affectée par rapport à un matériau sans particules [HUMPHREYS 90]. En effet, la déformation au voisinage de ces particules est supérieure à celle du reste de la matrice car la densité de dislocations bloquées y augmente. L'orientation de ces zones déformées n'est pas forcément aléatoire. Ces hétérogénéités influencent la déformation plastique du matériau et donc de ce fait la texture ce qui pourrait expliquer les différences entre les textures expérimentales et les textures simulées. Suite à ces observations, Humphreys et Kalu ont ajusté le modèle de Taylor pour prendre en compte dans la simulation ces zones au voisinage des particules de déformation différente de celle de la matrice ce qui a permis une meilleure ressemblance entre les textures expérimentales et les textures simulées [HUMPHREYS 90].

## IV.4-Effet d'un traitement thermique d'une heure à 1000°C

### IV.4.1-Les échantillons recuits

Les matériaux précédemment déformés sont écrouis. L'état écroui est un état métastable avec un nombre de dislocations très supérieur à la valeur d'"équilibre thermodynamique". De ce fait, une augmentation de la température au cours d'un traitement thermique va permettre un retour à l'état stable selon plusieurs mécanismes généraux décrits au Chapitre I.

Le traitement thermique appliqué sur les matériaux déformés est isochrone, de durée 1 heure, et isotherme, à la température de 1000°C, soit  $0.77 T_f$ .

Le Tableau IV.2 ci-dessous présente et désigne les différents échantillons traités thermiquement 1 heure à 1000°C.

Taux de compression	Désignation
4%	BE 4 1H
8%	BE 8 1H
10%	BE 10 1H
16%	BE 16 1H
20%	BE 20 1H

Tableau IV.2 : Désignation des échantillons traités thermiquement 1 heure à 1000°C après compression à froid à partir de l'alliage FeAl40 Grade 3.

### IV.4.2-Détermination de l'écrouissage critique

La recristallisation statique d'un métal ne se produit qu'au dessus d'un écrouissage minimum appelé écrouissage critique. L'écrouissage critique n'est pas une constante pour un métal ou pour un alliage, il dépend notamment des conditions de recuit (temps et température).

À partir d'analyses de cartographies d'orientations obtenues par EBSD, l'évolution de la taille des grains avec la déformation après un traitement thermique d'une heure à 1000°C a été estimée quantitativement. Comme le montre le graphique de la Figure IV.9, à partir d'une déformation d'environ 8% et au-delà, la taille des grains varie significativement.

Après le traitement thermique, les microstructures ont été observées avant, au voisinage et après l'écrouissage critique de 8%.

(i) Pour un écrouissage inférieur à l'écrouissage critique, le métal est seulement restauré après le traitement thermique comme le montre la Figure IV.10 qui représente la microstructure du matériau BE 4 1H observée par MET. Par comparaison avec la microstructure du matériau BE 4 de la Figure IV.5, le traitement thermique d'une heure à 1000°C a pour principal effet après ce taux de déformation de provoquer une annihilation et un réarrangement des dislocations. À la différence d'un matériau à la taille des grains plus élevée, ici, la taille des réseaux de dislocations par rapport à la taille des grains rend difficile la visualisation du phénomène de polyganisation. En revanche, le réarrangement des dislocations est mis en évidence sur la Figure IV.10. De plus, il est intéressant de remarquer sur cette microstructure que plusieurs dislocations demeurent bloquées par de fines particules d'oxydes. Quant à la taille des grains, elle n'a pas changé significativement.

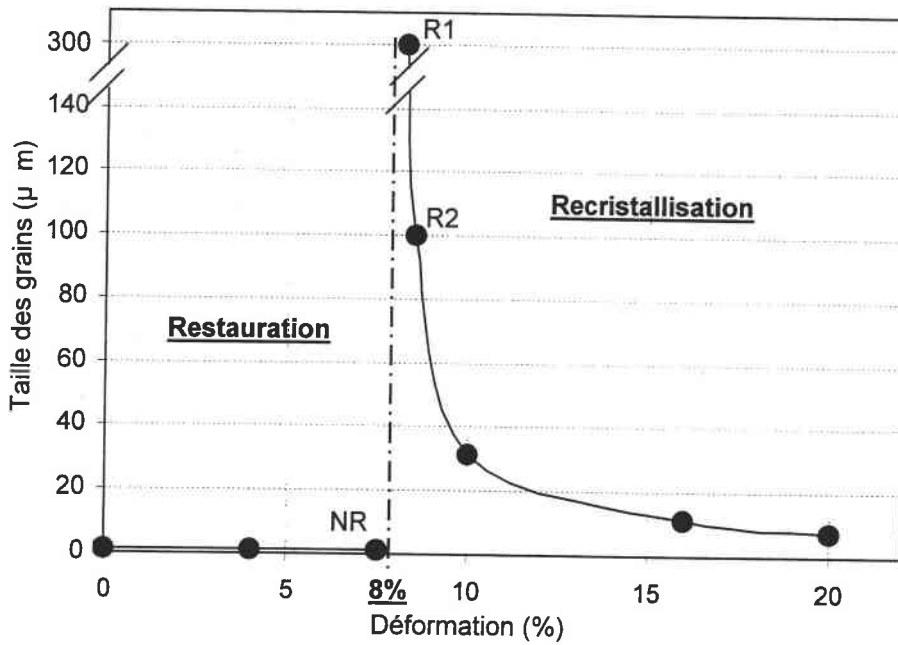


Figure IV.9 : Evolution de la taille des grains en fonction de la déformation après traitement thermique d'une heure à 1000°C.

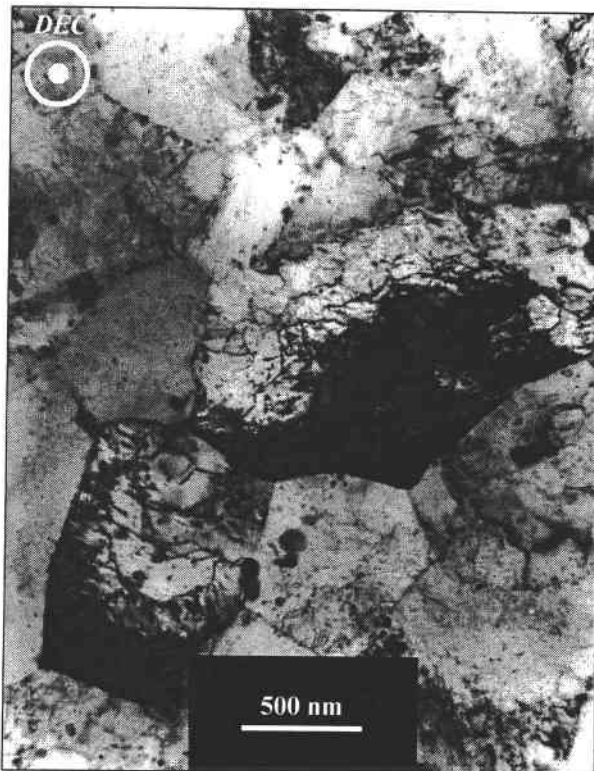


Figure IV.10 : Microstructure du matériau BE 4 1H.

(ii) Au voisinage de l'écroutissage critique, trois points sont représentés sur le graphique de la Figure IV.9. En effet, suite au traitement thermique de l'échantillon déformé à froid de 8%, plusieurs zones de microstructures différentes ont été observées sur la surface de l'échantillon.

La Figure IV.11 montre la microstructure du matériau BE 8 1H. Deux zones sont principalement détectées. Tout d'abord, il y a une zone où le matériau conserve sa microstructure fine car il n'a pas recristallisé, cette

zone est notée "NR" sur la Figure IV.11 et sur le graphique de la Figure IV.9. Le reste de la microstructure constitue l'autre zone pour laquelle les grains sont très gros, le matériau a donc recristallisé, cette zone est notée "R". L'observation sur le même échantillon d'une zone recristallisée et d'une zone non recristallisée reflète la sensibilité de l'évolution de la microstructure lors de très faibles variations de la déformation au voisinage de l'écroutissage critique nécessaire à la recristallisation complète du matériau.

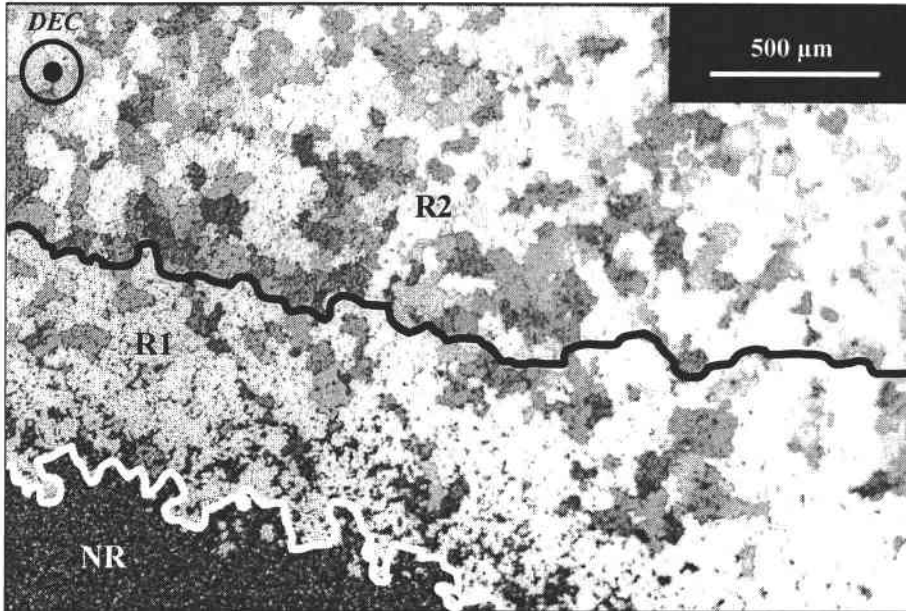


Figure IV.11 : Micrographie optique de l'échantillon BE 8 1H montrant une microstructure mixte.

NR : zone non recristallisée, R1 : zone partiellement recristallisée, R2 : zone complètement recristallisée.

(iii) Pour une déformation plus importante, avec un écroutissage supérieur à l'écroutissage critique, de nombreux grains peuvent se développer et leur taille finale diminue. En effet, en observant la microstructure de l'échantillon BE 8 1H, il apparaît un gradient de taille des grains au sein de la zone "R", c'est-à-dire la zone recristallisée sur la surface de l'échantillon. Ainsi, il existe tout d'abord une zone de transition, notée "R1", qui est partiellement recristallisée, dont les nouveaux grains sont très larges. Ensuite, la taille des grains diminue au début d'une zone complètement recristallisée notée "R2". La zone recristallisée "R" représente environ un tiers de la section de l'échantillon BE 8 1H. Sur le graphique de la Figure IV.9, le point "R1" correspond à la taille des grains très gros, environ 300 µm, en bordure de la zone "NR". Quant au point "R2", il correspond à la taille moyenne des grains, environ 100 µm, à une distance comprise entre 500 µm et 1 mm à partir de l'interface "NR"/"R".

Il semblerait à première vue que la variation de taille des grains entre les zones "R1" et "R2" soit liée à la présence des germes de recristallisation primaire, bien moins nombreux dans la zone "R1" que dans la zone "R2". Dans la zone "R1", les germes peuvent croître librement pour former de très gros grains en consommant la matrice écrouie alors que dans la zone "R2", les germes croissent également mais étant plus nombreux, plus de grains vont se former d'où leur taille plus petite.

Les Figures IV.12 et IV.13 présentent respectivement les microstructures recristallisées des échantillons comprimés à 10% (BE 10 1H) et à 20% (BE 20 1H). Lorsque la déformation augmente au-delà de l'écroutissage critique, la taille moyenne des nouveaux grains recristallisés diminue continûment, plus précisément d'après le graphique de la Figure IV.9, 31.5 µm pour 10% puis 11.2 µm pour 16% et enfin 7.5 µm pour 20%.

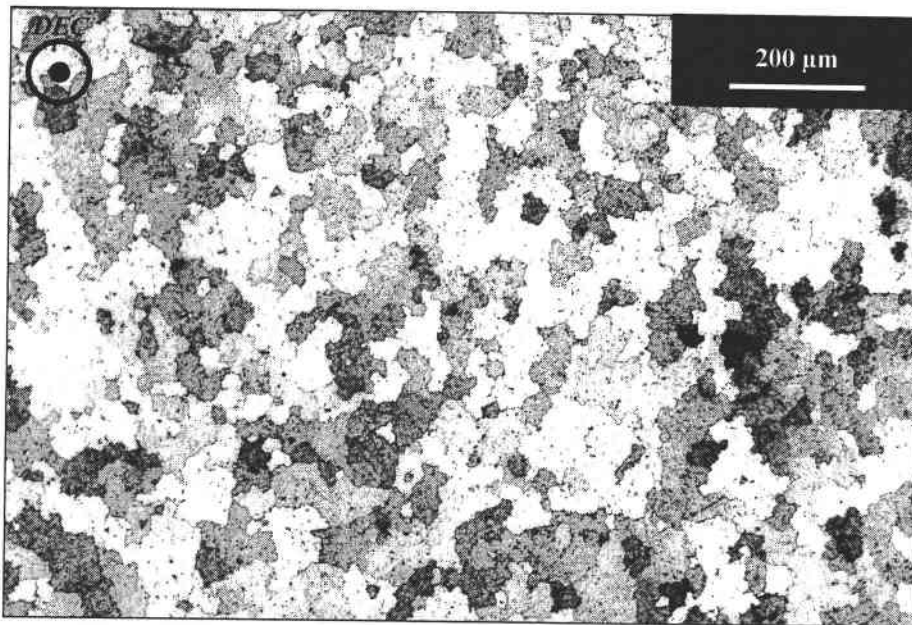


Figure IV.12 : Micrographie optique de l'échantillon BE 10 IH.

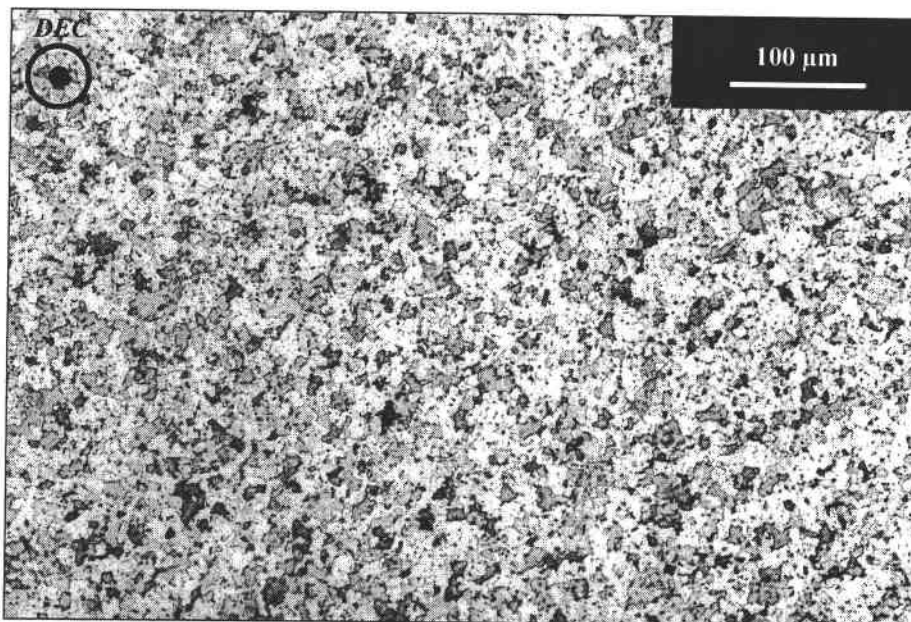


Figure IV.13 : Micrographie optique de l'échantillon BE 20 IH.

Les Figures IV.14 et IV.15 montrent la microstructure des nouveaux grains recristallisés par MET. La densité de dislocations y est extrêmement faible. Les nouveaux grains contiennent une ou plusieurs très large(s) particule(s) d'oxydes. Il s'agit des grosses particules d'oxydes préexistantes dans le matériau BE (brut d'extrusion) et englobées par les nouveaux grains.

Les grains recristallisés ne sont pas polygonaux, contrairement à la géométrie généralement observée après recristallisation dans des matériaux classiques monophasés (c'est-à-dire sans dispersion d'oxydes ni précipités). De plus, les joints de grains ne sont pas rectilignes. Ces observations sont à relier à la présence des particules d'oxydes dans le matériau qui peuvent ainsi agir sur la mobilité des joints de grains en les épinglant.



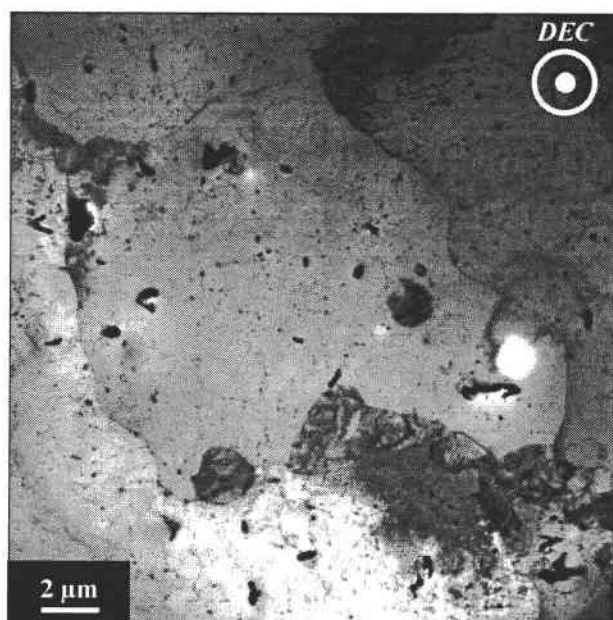


Figure IV.14 : Cliché MET de l'échantillon  
BE 10 1H.

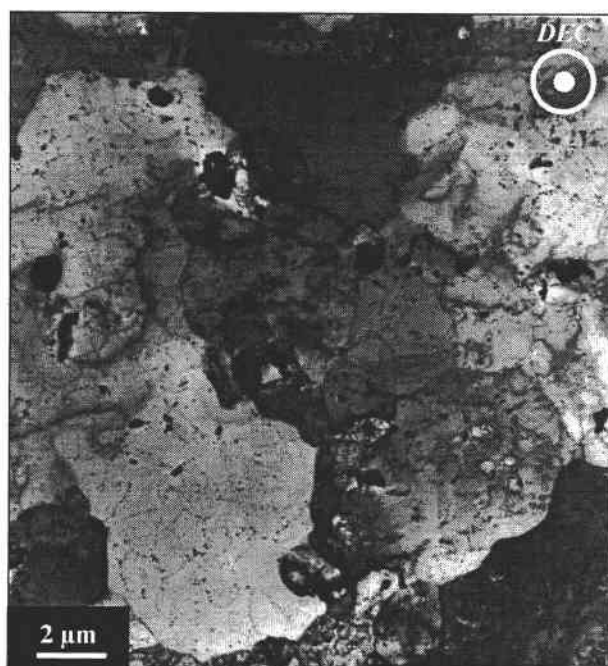


Figure IV.15 : Cliché MET de l'échantillon  
BE 20 1H.

Les observations au MET révèlent également que le traitement thermique d'une heure à 1000°C semble peu affecter la taille et la distribution des particules d'oxydes par rapport au matériau brut d'extrusion.

Ceci est illustré par la micrographie de la Figure IV.16. Ce cliché MET a été effectué à un grandissement très proche de celui du cliché de gauche de la Figure IV.3 (x 13500) représentant la microstructure générale du matériau BE. Il apparaît ainsi que l'assemblage de quelques alignements de précipités (apparaissant en traits blancs discontinus sur le cliché) redessinent d'anciens joints de grains présents avant que la recristallisation ait lieu.

Morris et al ont mesuré une taille des particules de 23 nm après une déformation par compression de 10% suivie d'un traitement thermique d'une heure à 1100°C alors qu'elle était de 18 nm pour le matériau brut d'extrusion [MORRIS 97]. Cette faible augmentation résulte de la coalescence de particules qui ont pu migrer avec les joints de grains des nouveaux grains recristallisés mais comme l'atteste la Figure IV.16, la dispersion d'oxydes reste très fine à l'intérieur de ces nouveaux grains, les petites particules ne sont pas affectées.



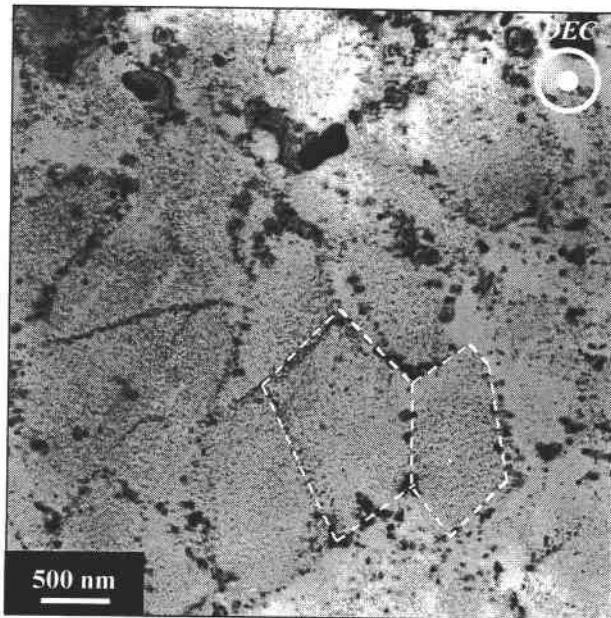


Figure IV.16 : Cliché MET de l'échantillon BE 20 1H détaillant la fine distribution des particules d'oxydes le long d'anciens joints de grains.

#### IV.4.3-Morphologie des grains recristallisés

Obtenues au moyen de cartographies EBSD en mode contraste de bandes, les Figures IV.17 et IV.18 présentent respectivement les microstructures recristallisées des matériaux BE 10 1H et BE 16 1H observées selon une coupe parallèle à l'axe DEC. Les deux microstructures sont très différentes en terme de taille et de forme des grains.

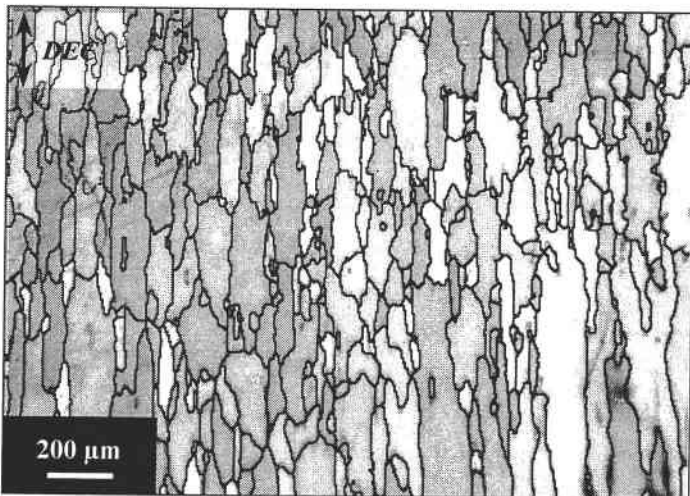


Figure IV.17 : Cartographie EBSD en mode contraste de bandes du matériau BE 10 1H mesurée selon une coupe longitudinale l'axe DEC.

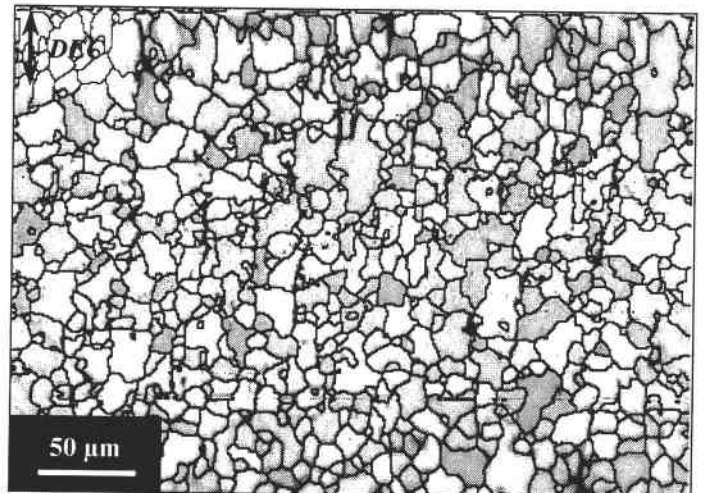


Figure IV.18 : Cartographie EBSD en mode contraste de bandes du matériau BE 16 1H mesurée selon une coupe longitudinale l'axe DEC.

La taille et le facteur de forme des nouveaux grains recristallisés des matériaux BE 10 1H et BE 16 1H sont représentés sur les graphiques de la Figure IV.19. Les mesures sont effectuées sur les coupes parallèle et perpendiculaire à l'axe DEC.

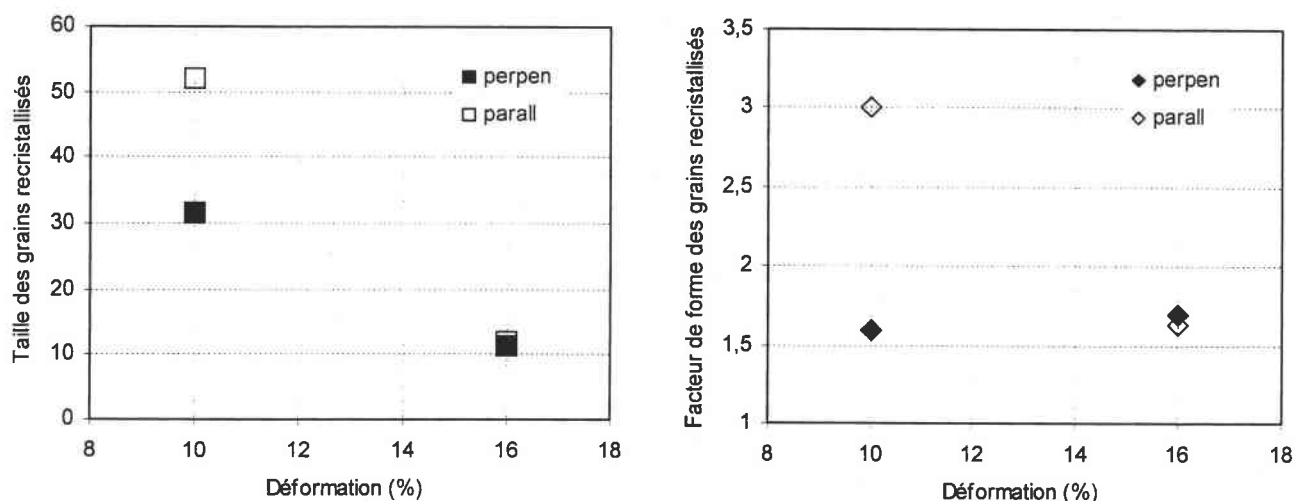


Figure IV.19 : Tailles (graphique de gauche) et facteurs de forme (graphique de droite) des nouveaux grains recristallisés des matériaux BE 10 1H et BE 16 1H. Mesures effectuées sur les coupes perpendiculaire et parallèle à l'axe DEC.

Selon une coupe parallèle à l'axe DEC, la taille des grains de 52 µm et le facteur de forme de 3 indiquent que la microstructure du matériau BE 10 1H est constituée de larges grains clairement allongés dans l'axe de la barre. Concernant le matériau BE 16 1H, la taille des grains de 11.8 µm et le facteur de forme de 1.6 indiquent que la microstructure est constituée de grains plus petits et équiaxes.

En comparant les données effectuées sur les coupes perpendiculaire et parallèle à l'axe DEC, la microstructure du matériau BE 10 1H est clairement anisotrope.

Cet aspect morphologique sera étudié plus en détail dans la cinquième partie de ce chapitre.

#### IV.4.4-Texture

La Figure IV.20 représente les textures globales mesurées par diffraction des rayons X des matériaux comprimés à froid puis traités thermiquement 1 heure à 1000°C. Etant donné la microstructure hétérogène de l'échantillon BE 8 1H, sa texture n'a pas été mesurée aux RX.

L'observation de ces ODF permet de distinguer trois situations différentes en fonction de la déformation.

(i) Pour l'échantillon comprimé en-dessous de l'écroutissage critique, BE 4 1H, la texture ne change pas significativement. Elle consiste toujours en une fibre  $\langle 110 \rangle$ , parallèle à l'axe DEC, d'intensité 7.7.

(ii) Lorsque la déformation est légèrement supérieure à l'écroutissage critique (10%), la texture de recristallisation évolue drastiquement. Ainsi, pour l'échantillon BE 10 1H, la texture comprend une fibre  $\langle 111 \rangle$  majoritaire d'intensité 5.8, localisée par la lettre "A" sur l'ODF. Deux autres composantes minoritaires sont également détectées : la première appelée "B", localisée entre les composantes  $\langle 311 \rangle$  et  $\langle 211 \rangle$  d'intensité 2.2 et la seconde proche de la composante  $\langle 311 \rangle$  d'intensité 1.4.

(iii) Les textures de recristallisation après des déformations préalables supérieures (16 et 20%), bien que très similaires entre elles, sont très différentes des précédentes. Ainsi, les textures des échantillons BE 16 1H et BE 20 1H comprennent deux composantes de faible intensité : la composante "C", localisée entre les composantes  $\langle 331 \rangle$  et  $\langle 221 \rangle$ , puis la composante  $\langle 111 \rangle$  ("A"). Les intensités de ces deux composantes sont

très proches pour les deux échantillons : environ 2.5 pour la composante "C" et 1.9 pour la composante "A" (donc bien plus faible que celle détectée dans l'échantillon BE 10 1H).

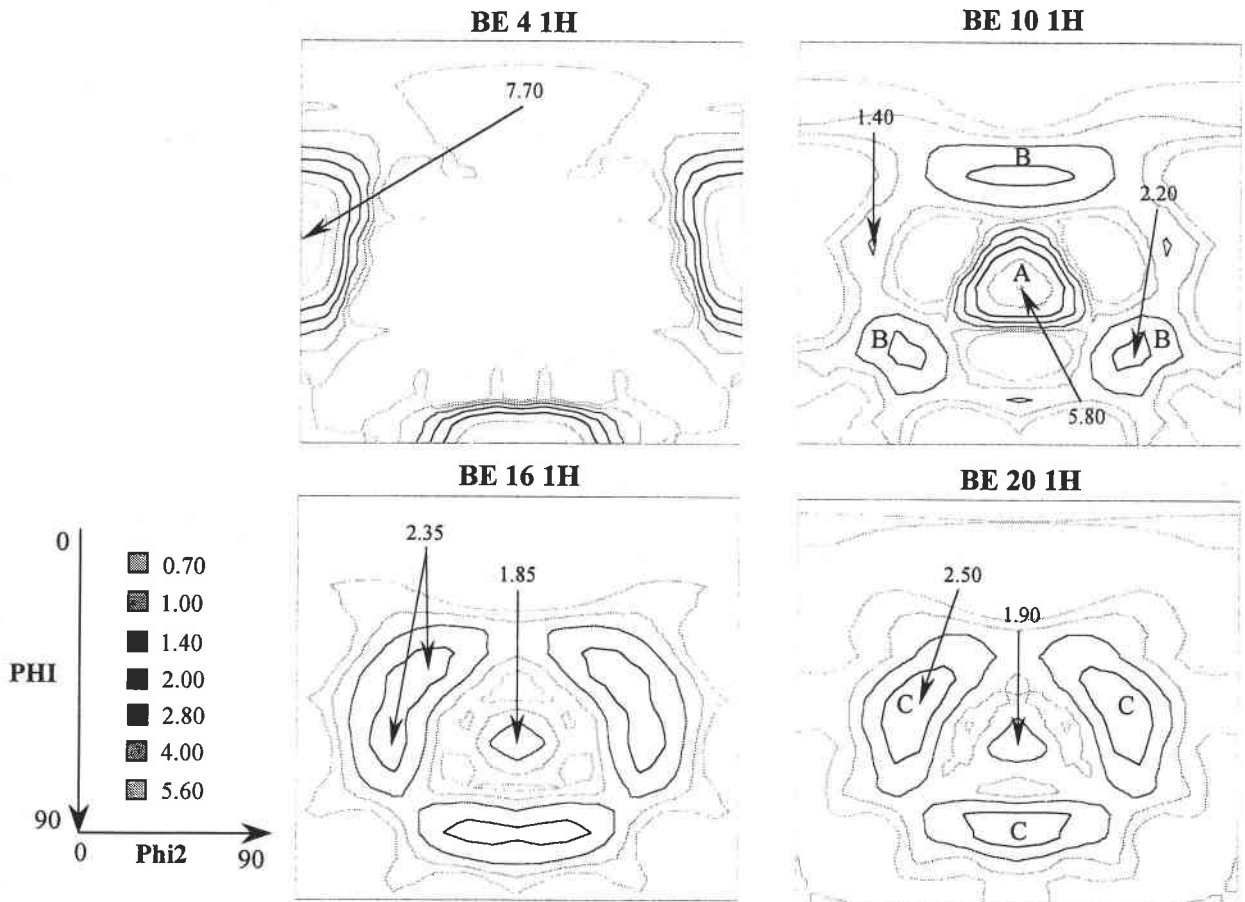


Figure IV.20 : ODF des matériaux comprimés à froid puis traités thermiquement 1 heure à 1000°C BE 4 1H, BE 10 1H, BE 16 1H et BE 20 1H.

#### IV.4.5-Discussion

##### Recristallisation primaire

L'évolution de la taille des nouveaux grains recristallisés en fonction de la déformation de l'alliage Fe-40at.%Al renforcé présentée à la Figure IV.9 est conforme à celle observée pour des métaux ou des alliages métalliques "classiques" [HUMPHREYS 96, ADDA 86]. La taille des grains diminue avec la déformation ce qui indique la germination et la croissance de nouveaux grains consommant toute la matrice écrouie.

La déformation à froid nécessaire pour que l'alliage FeAl40 Grade 3 recristallise, ou l'écouissage critique, est estimé à 8%. En-dessous d'une déformation de 8%, l'énergie emmagasinée à la fin de la compression axiale à froid est insuffisante pour initier la recristallisation par un traitement thermique de 1000°C. Dans leur étude portant sur la recristallisation statique, Morris et al. indiquent un écouissage critique de 7% pour le même alliage mais pour des conditions de recuit d'une heure à 1100°C, la température plus élevée de 100°C peut expliquer cet écouissage critique légèrement inférieur [MORRIS 97].

L'énergie emmagasinée lors de la compression à froid est restituée dans le matériau par l'annihilation des dislocations observée sur la Figure IV.10. Du fait de la faible taille des grains, la polyganisation des dislocations est peu marquée. L'empilement des dislocations aux joints de grains et l'annihilation d'une

majorité d'entre elles font que ne sont observées que des dislocations stoppées pendant leur migration à l'intérieur des grains par les particules d'oxydes. Conformément aux théories générales, la restauration de l'alliage n'engendre pas de modifications significatives de la taille des grains ni de la texture.

Aucun phénomène de recristallisation secondaire n'a été observé pour l'échantillon BE 4 1H alors que Morris et al. ont observé ce phénomène de croissance anormale des grains sur un échantillon du même alliage ayant subi pratiquement la même déformation à froid, 5%, et traité thermiquement 1 heure à 1100°C [MORRIS 97]. Après ce traitement, la microstructure de l'alliage est très large avec des grains de 500  $\mu\text{m}$  selon une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion et très allongés dans la direction de la barre. Lorsqu'une très faible déformation à froid est appliquée au matériau, de l'ordre de 2.5%, suivie d'un traitement thermique d'une heure à 1200°C, ce phénomène de croissance anormale est également observé [MORRIS 00]. Le matériau, même faiblement déformé, recristallise mais par un mécanisme de recristallisation secondaire (croissance anormale). La recristallisation primaire n'est pas activée. Une raison peut être invoquée pour expliquer cette différence. Ces auteurs ont peut-être utilisé une barre extrudée d'une qualité différente de celle utilisée ici. Ainsi, la présence localisée de quelques particules mal broyées lors de l'étape de mécanosynthèse, au sein desquelles la dispersion d'oxydes est limitée, pourrait favoriser la croissance exagérée de certains grains. L'analyse d'un échantillon prélevé dans la barre BE déformé de 4% puis traité thermiquement 5 minutes à 1180°C a montré qu'il n'y a toujours aucun phénomène de croissance anormale dans le cas de l'alliage étudié dans ce chapitre. Ceci est illustré sur la Figure IV.21, la microstructure reste très fine. De plus, l'ODF de la Figure IV.22 indique que la texture ne varie pratiquement pas par rapport à celle du matériau BE 4 1H représentée à la Figure IV.20.

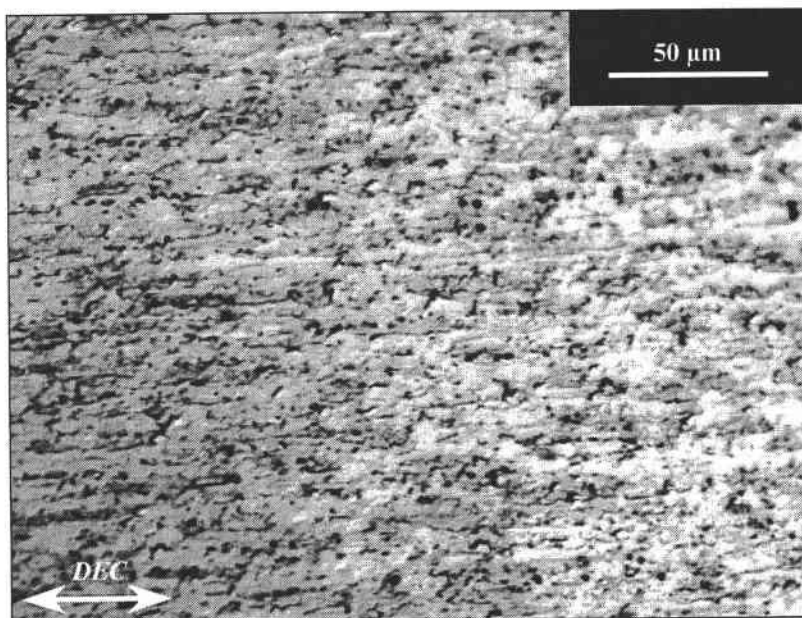


Figure IV.21 : Microstructure du matériau BE déformé par compression axiale à froid de 4% puis traité thermiquement 5 minutes à 1180°C selon une coupe longitudinale à l'axe DEC.

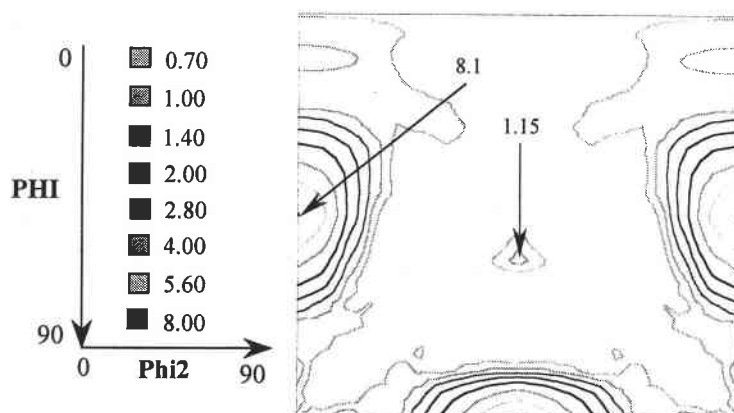


Figure IV.22 : ODF du matériau BE déformé par compression axiale à froid de 4% puis traité thermiquement 5 minutes à 1180°C.

### Microstructure et microdureté

Tous les échantillons traités thermiquement pendant une heure ont subi le même refroidissement à l'air libre. Ainsi, des mesures de microdureté ont pu être réalisées. Ces mesures, présentées Figure IV.23, ont également permis de visualiser le changement de mécanisme de la restauration vers la recristallisation.

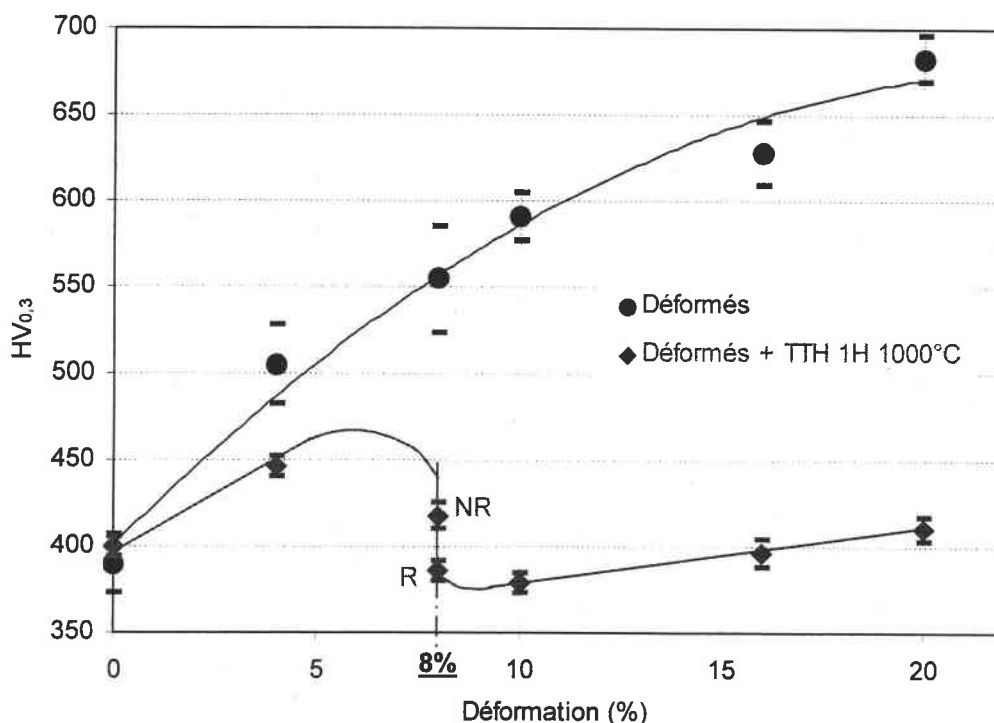


Figure IV.23 : Evolution de la microdureté  $HV_{0,3}$  avec la déformation des matériaux brut de déformation et des matériaux déformés puis traités thermiquement 1 heure à 1000°C.

De 400 HV pour le matériau brut d'extrusion, la microdureté augmente continûment jusqu'à 680 HV pour le matériau comprimé de 20%. Quant à l'évolution de la microdureté des échantillons déformés puis traités thermiquement, un saut est clairement détecté pour l'échantillon BE 8 1H ce qui indique effectivement la transition du mécanisme de restauration vers celui de la recristallisation après 8% de déformation à froid.

La microdureté des matériaux complètement recristallisés, après 10, 16 et 20% de déformation, augmente légèrement avec la déformation à froid imposée. Le cliché MET de la Figure IV.16 révèle que la taille et la distribution des particules d'oxydes dans les matériaux recristallisés ne semble pas évoluer significativement après la recristallisation. En considérant que la taille des particules d'oxydes et que l'état structural de la matrice Fe-40at.%Al ordonnée  $B_2$  sont les mêmes pour tous les matériaux recristallisés, l'augmentation de la microdureté des matériaux traités thermiquement après 10, 16 et 20% de déformation est donc en accord avec la loi de Hall-Petch appliquée à la microdureté :  $HV = HV_0 + k.d^{-1/2}$ . Cette relation prédit que la diminution de la taille des grains engendre l'augmentation de la microdureté. Le graphique de la Figure IV.24 représentant la microdureté en fonction de la taille des grains des matériaux recristallisés est conforme à cette relation. L'équation de la droite donne les valeurs de  $HV_0 = 350$  et de  $k = 166 \mu\text{m}^{1/2}$ .

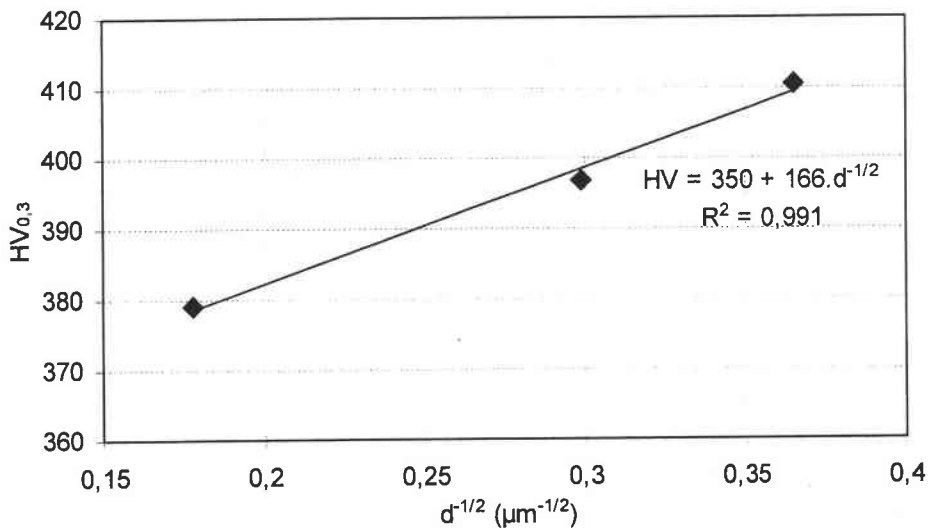


Figure IV.24 : Microdureté en fonction de la taille des grains des matériaux recristallisés après 10, 16 et 20% de déformation.

La loi de Hall-Petch a surtout été appliquée sur cet alliage à la limite élastique. Très peu de travaux concernent la détermination de  $HV_0$  et de  $k$  à partir de la microdureté. Lorsque Lenhard étudie l'influence de la température d'extrusion de la poudre FeAl40 Grade 3 sur la microstructure de l'alliage consolidé, il mesure un grossissement de la microstructure lorsque la température d'extrusion augmente, par exemple de  $0,6 \mu\text{m}$  pour  $1000^\circ\text{C}$  à  $7 \mu\text{m}$  pour  $1250^\circ\text{C}$  [LENHARD 01]. Sur des échantillons vieillis par les traitements thermiques successifs suivants : 2 heures à  $900^\circ\text{C}$  + 4 heures à  $700^\circ\text{C}$  + 8 heures à  $500^\circ\text{C}$  + 4 jours à  $400^\circ\text{C}$ , Lenhard détermine une valeur de  $HV_0 = 204$  et de  $k = 246 \mu\text{m}^{1/2}$  [LENHARD 01].

La taille des grains de  $7,5 \mu\text{m}$  du matériau recristallisé BE 20 1H est plus élevée que celle du matériau brut d'extrusion BE ( $1,1 \mu\text{m}$ ) et proche de celle du matériau extrudé à  $1250^\circ\text{C}$  étudié par Lenhard ( $7 \mu\text{m}$ ). Quant à la microdureté du matériau recristallisé BE 20 1H, elle est supérieure à ces deux matériaux. Cette valeur supérieure indique qu'une autre contribution est venue s'ajouter à la diminution de la taille des grains des matériaux recristallisés pour permettre d'accroître ainsi la microdureté.

Cette contribution réside dans les lacunes thermiques créées au cours des traitements thermiques (chauffage + refroidissement) auxquelles les alliages FeAl sont particulièrement sensibles [JORDAN 03]. Les travaux de Rieu et Goux ont montré qu'un alliage Fe-40%at.Al ordonné  $B_2$ , refroidi rapidement par trempe à l'huile depuis des températures élevées, de  $1000$  à  $1200^\circ\text{C}$ , retient de nombreuses lacunes thermiques qui augmentent la dureté alors que les métaux ou alliages cubiques centrés non ordonnés n'en retiennent habituellement que très peu [RIEU 69]. À partir de barres coulées d'un alliage Fe-40%at.Al chauffé  $30$

minutes à 1000°C, Nagpal et Baker ont observé que le refroidissement à l'air et la trempe à l'eau avait le même effet sur la microdureté, la trempe à l'eau augmentant toujours la microdureté initiale du matériau d'autant plus que la température de traitement thermique est élevée [NAGPAL 90].

Étant donné que la vitesse de refroidissement des matériaux recristallisés doit être beaucoup plus élevée que celle des barres extrudées, plus massives, il n'apparaît pas anormal que la microdureté du matériau BE 20 1H soit légèrement plus élevée que celle du matériau BE du fait des nombreuses lacunes thermiques créées et retenues au cours du refroidissement.

### Formation et évolution des textures de recristallisation

La recristallisation primaire est la formation d'une nouvelle microstructure résultant de la germination et de la croissance de nouveaux grains au sein de la matrice écrouie [HUMPHREYS 96]. Après la recristallisation primaire, la croissance compétitive des grains peut également modifier la texture.

Les textures après recristallisation de l'alliage suite à des déformations initiales à froid de 10, 16 et 20% sont assez complexes. Trois principales orientations cristallographiques sont détectées dans ces différents échantillons recristallisés : (i) la composante  $\langle 111 \rangle$  désignée par la lettre "A" sur la Figure IV.20, (ii) une composante localisée entre les composantes idéales  $\langle 311 \rangle$  et  $\langle 211 \rangle$  désignée par la lettre "B" et (iii) une composante localisée entre les composantes idéales  $\langle 331 \rangle$  et  $\langle 221 \rangle$  désignée par la lettre "C". L'intensité de ces trois composantes et leur étalement varient d'un échantillon recristallisé à l'autre.

La composante  $\langle 111 \rangle$  a déjà été observée dans l'alliage Fe-40at.%Al renforcé comme une composante de recristallisation et plus précisément de recristallisation secondaire par un mécanisme de croissance anormale des grains lorsque l'alliage brut d'extrusion est traité thermiquement à 1300°C [PIROT 97, SAMAJDAR 98, LENHARD 01, MORRIS 97, MORRIS 00]. En revanche, les travaux de Morris et al. n'indiquent pas que la composante  $\langle 111 \rangle$  est majoritaire après 10% de compression axiale à froid suivie d'un traitement thermique d'une heure à 1100°C. Dans une première étude, la texture après recristallisation est très proche de celle d'extrusion [MORRIS 97]. Dans une seconde étude, les composantes  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  sont équivalentes [MORRIS 00].

Ces précédents travaux ne permettent pas de préciser si la composante  $\langle 111 \rangle$  observée dans la texture du matériau BE 10 1H résulte d'un mécanisme de croissance normale ou anormale des grains  $\langle 111 \rangle$ .

Plusieurs études sur des intermétalliques FeAl et NiAl non ODS ont montré que la fibre  $\langle 111 \rangle$  peut également être présente directement après l'extrusion ou se développer au cours de traitements thermiques lorsque la texture d'extrusion est  $\langle 110 \rangle$ .

Stout et Crimp ont étudié la croissance anormale dans un alliage Fe-40at.%Al produit à partir d'une poudre préalliée (fusion puis atomisation) consolidée par extrusion [STOUT 92]. Une simple extrusion est effectuée à 977°C avec un rapport de 16:1. Une barre est également produite par une double extrusion avec une première extrusion à 977°C avec un rapport de 8:1 suivie d'une seconde à 1077°C avec un rapport de 6:1. Pour la simple extrusion, la texture de déformation est la composante  $\langle 111 \rangle$ , qui reste stable après 24 heures à 1000°C. En revanche, après 24 heures à 1100°C, deux composantes sont présentes, une localisée entre les composantes idéales  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  et l'autre entre  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . Pour la double extrusion, la texture de déformation est également  $\langle 111 \rangle$ , qui reste toujours stable après 24 heures à 1000°C. Après 24 heures à 1050°C, les deux composantes localisées entre les composantes idéales  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  et entre  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  sont présentes. Pour ces deux barres, deux types de croissance sont observées aux plus hautes températures des traitements thermiques. Les zones où il n'y a pas de croissance anormale, la taille des



grains est comprise entre 15 et 25  $\mu\text{m}$  et la texture est celle de déformation ( $\langle 111 \rangle$ ). Les zones où la croissance anormale est observée, la taille des grains est comprise entre 50 et 400  $\mu\text{m}$  et la texture est assez proche de la composante  $\langle 100 \rangle$ . Le matériau contient de nombreux oxydes (non identifiés) formés au cours de l'élaboration de la poudre et de l'étape de consolidation à chaud. La croissance anormale est favorisée pour des grains qui ont une orientation très différente de la composante de déformation  $\langle 111 \rangle$  et qui grossissent rapidement en consommant la matrice. Selon ces auteurs, ce type de croissance est dû au fait que les joints de grains faiblement désorientés dans le matériau demeurent bloqués par les précipités tandis que quelques uns des plus fortement désorientés sont libres de migrer [STOUT 92].

Khadkikar et al. ont étudié deux alliages ordonnés  $B_2$  Ni-45at.%Al et Fe-40at.%Al élaborés à partir de poudres préallliées puis extrudées à 980°C avec un rapport d'extrusion de 16:1 [KHADKIKAR 90]. La texture de ces deux alliages après l'extrusion consiste en une fibre  $\langle 111 \rangle$ . Après un traitement thermique de 24 heures à 1130°C pour l'alliage NiAl et de 24 heures à 1000°C pour l'alliage FeAl, Khadkikar et al. ont observé que les textures ne sont pas modifiées, la fibre  $\langle 111 \rangle$  est toujours présente et majoritaire [KHADKIKAR 90].

Lenhard a étudié un alliage Fe-40at.%Al élaboré par extrusion à 1000°C avec un rapport d'extrusion de 14:1 à partir d'une poudre préallliée par atomisation sous argon. La texture consiste en une fibre  $\langle 111 \rangle$  majoritaire d'intensité 11 et une fibre  $\langle 110 \rangle$  minoritaire d'intensité 2.5. La microstructure est équiaxe dans les deux directions radiale et longitudinale de la barre avec une taille des grains de 20  $\mu\text{m}$  et des joints de grains rectilignes. Cette texture et cette microstructure résultent de la recristallisation dynamique de l'alliage lors de l'extrusion qui n'est pas inhibée par une dispersion d'oxydes, absente dans la fabrication de cet alliage [LENHARD 01].

Tamm et al. ont également observé le même mécanisme dans l'intermétallique Ni-50at.%Al ordonné  $B_2$  à partir d'un alliage fondu en lingots (avec une taille des grains de plusieurs millimètres) qui sont ensuite extrudés soit à 700°C avec un rapport d'extrusion de 3:1, soit à 1100°C avec un rapport d'extrusion de 7:1 [TAMM 98]. L'extrusion à 700°C conduit à une fibre  $\langle 110 \rangle$  tandis que celle à 1100°C à une fibre  $\langle 111 \rangle$ . Comme pour l'alliage Fe-40at.%Al précédent étudié par Lenhard, après l'extrusion à 1100°C, l'alliage Ni-50at.%Al est pratiquement entièrement recristallisé par un mécanisme de recristallisation dynamique. La microstructure est équiaxe avec une taille des grains comprise entre 50 et 150  $\mu\text{m}$  alors que le reste de la microstructure non recristallisé est allongé dans l'axe d'extrusion et comporte de larges sous-grains dont la taille est comprise entre 5 et 25  $\mu\text{m}$  [TAMM 98].

Skrotzki et al. ont élaboré par fusion puis extrusion à 1000°C avec un rapport d'extrusion de 5:1 un alliage ordonné  $B_2$  Ni-50at.%Al [SKROTZKI 01]. La texture après extrusion est une texture de déformation  $\langle 110 \rangle$ . La microstructure est fine, de l'ordre de quelques microns, et contient de nombreux sous-grains avec de nombreuses désorientations en-dessous de 15°. Après un traitement thermique de 48 heures à 800°C, ces auteurs ont mesuré une texture  $\langle 111 \rangle$  et observé une microstructure plus large, de l'ordre de plusieurs dizaines de microns. Ces transformations résultent d'un mécanisme de recristallisation discontinue (germination et croissance de nouveaux grains) au cours du traitement thermique [SKROTZKI 01].

À ce stade de la discussion, il est acquis que les nouveaux grains recristallisés des matériaux déformés puis traités thermiquement à partir de l'alliage FeAl40 Grade 3 résultent également d'un mécanisme discontinu. La recristallisation statique du matériau écroui comprend deux étapes : la germination et la croissance. Or, il apparaît que les matériaux BE 10 et BE 16 ont des textures de déformation relativement proches (ODF de la Figure IV.4) mais des textures de recristallisation après la croissance des grains très différentes (ODF de la Figure IV.20). De plus, les Figures IV.17 et IV.18 montrent que les microstructures de ces deux matériaux recristallisés, toujours après la croissance des grains, sont très différentes selon une coupe parallèle à l'axe DEC. Par conséquent, des informations manquent dans "l'histoire" de la recristallisation du matériau. En particulier, il faudrait dissocier clairement l'évolution lors de la croissance des grains dans la matrice déformée de celle qui a lieu pendant le grossissement des grains après la fin de la recristallisation primaire.



C'est l'objet du sous-chapitre suivant qui propose une étude de cinétique de recristallisation en distinguant dans le temps la recristallisation primaire et la croissance des grains. L'origine de la présence de la composante <111> dans la texture du matériau BE 10 1H pourra ainsi être identifiée ainsi que l'origine des différences de texture et de microstructure avec le matériau BE 16 1H. Il sera montré également que l'effet des particules d'oxydes est très important dans la morphologie des microstructures recristallisées.

## IV.5-Etude de cinétique de recristallisation

### IV.5.1-Les traitements thermiques anisochrones utilisés

Les résultats présentés au sous-chapitre IV.4 ont montré que, malgré des textures de déformation très proches, les matériaux comprimés à froid de 10 et 16% développent des textures de recristallisation très différentes après le traitement thermique d'une heure à 1000°C.

Afin de mieux comprendre la formation et l'évolution des textures de recristallisation, une étude de cinétique de recristallisation est engagée à partir des états déformés de 10 et 16% suivis de différents traitements thermiques anisochrones à 1000°C. L'étude du développement des microstructures au cours de ces traitements se révèle également très intéressante pour la compréhension des mécanismes de recristallisation statique de l'alliage FeAl40 Grade 3.

En effet, les traitements thermiques anisochrones vont permettre de dissocier les deux étapes successives de la recristallisation : la recristallisation primaire proprement dite puis l'étape de croissance des grains.

Le Tableau IV.3 ci-dessous présente et désigne les différents échantillons traités thermiquement à 1000°C pendant différents temps.

TTH 1000°C	Comprimé de 10%	Comprimé de 16%
30 secondes		BE 16 30S
1 minute	BE 10 1M	BE 16 1M
2 minutes	BE 10 2M	
6 minutes	BE 10 6M	BE 16 6M
1 heure	BE 10 1H	BE 16 1H
5 heures		BE 16 5H
45 heures		BE 16 45H

Tableau IV.3 : Désignation des échantillons préalablement déformés par compression à froid de 10 et 16% à partir de l'alliage FeAl40 Grade 3 puis traités thermiquement à 1000°C pendant différents temps.

## IV.5.2-Evolution des microstructures et cinétique de grossissement des grains

### Evolution des microstructures

Le graphique de la Figure IV.25 permet de comparer l'effet de la déformation sur l'évolution des tailles des grains au cours du temps de traitement thermique à 1000°C mesurées sur des coupes perpendiculaires à l'axe d'extrusion + compression (DEC).

Les tailles des grains des matériaux recristallisés sont mesurées par MEB couplé au système EBSD. La Planche IV.1 (pages 164 à 166) et la Planche IV.2 (pages 167 et 168), incluses à la fin de ce chapitre, présentent quelques cartographies mesurées sur les matériaux recristallisés après 10 et 16% de déformation. Pour les échantillons BE 10, BE 16 et BE 16 30S (non recristallisés), les tailles des grains sont estimées environ à 1  $\mu\text{m}$ , soit celle du matériau brut d'extrusion qui n'avait pas évolué après la compression axiale à froid de 10% comme le montre la microstructure du matériau BE 10 sur la micrographie droite de la Figure IV.5 (page 120).

Pour les échantillons BE 10 1M et BE 16 1M, les cartographies EBSD sont incomplètes car ils ne sont pas entièrement recristallisés (zones non indexées de couleur jaunâtre).

Pour le matériau BE 10 1M, le taux d'indexation avant le post-traitement des données EBSD est de 18% et après le post-traitement, il est de 20% (Planche IV.1.a, page 164). Pour le matériau BE 16 1M, il est de 65% avant le post-traitement et de 70% après (Planche IV.2.a, page 167). Malgré ces données incomplètes, une taille des grains a pu être déterminée grossièrement pour ces deux matériaux.

Il est à signaler que pour les autres matériaux recristallisés, la recristallisation étant complète, les taux d'indexation sont très élevés, de l'ordre de 90% avant le post-traitement des données EBSD. Les clichés de Kikuchi non indexés se situent exclusivement aux joints de grains. Les cartographies sont complètes après le post-traitement.

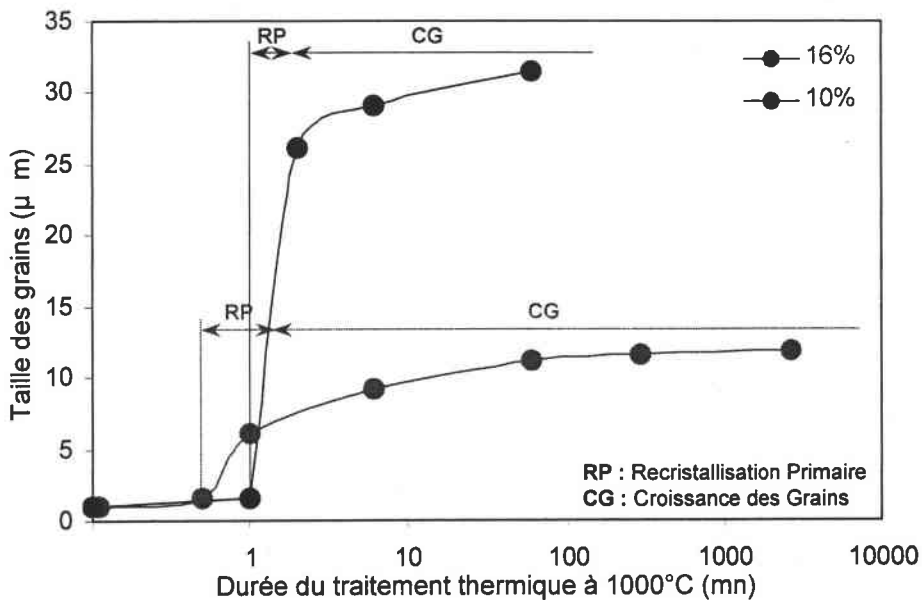


Figure IV.25 : Evolution des tailles des grains en fonction du temps de traitement thermique à 1000°C mesurées sur une coupe perpendiculaire à l'axe DEC pour les matériaux BE 10 et BE 16.

L'allure des deux courbes du graphique de la Figure IV.25 est similaire avec une forme en "S". Ces courbes, représentatives d'un traitement de recristallisation statique, peuvent être étudiées selon plusieurs zones caractéristiques des différents stades de la recristallisation.

(i) Tout d'abord, l'augmentation rapide de la taille des grains, entre 1 et 2 minutes à 1000°C pour le matériau déformé de 10% et entre 30 secondes et 1 minute à 1000°C pour le matériau déformé de 16%, est associée à l'étape de recristallisation primaire, notée "RP" sur le graphique.

Compte tenu des taux d'indexations des clichés de Kikuchi indiqués plus haut, la recristallisation primaire du matériau déformé de 10% débute certainement aux environs d'une minute (puisque 20% de la cartographie est déjà indexée) et s'achève peu avant 2 minutes. Il en est de même pour le matériau déformé de 16% pour lequel la recristallisation primaire débute certainement peu après 30 secondes et s'achève peu après 1 minute (car il reste encore 30% de clichés non indexés sur la cartographie).

La recristallisation primaire de l'alliage FeAl40 Grade 3 est très rapide à 1000°C. En effet, la microstructure d'un échantillon déformé de 10% est entièrement recristallisée après 2 minutes à 1000°C alors qu'elle l'est à 70% après 1 minute dans le cas d'une déformation de 16%.

Il est intéressant de noter qu'à temps de traitement thermique égal (1 minute), la cinétique de recristallisation du matériau déformé de 16% est plus rapide que celle du matériau déformé de 10%.

La recristallisation primaire débutant plus rapidement lorsque le matériau est initialement déformé de 16%, cette avance dans le processus concorde avec le fait que le mécanisme de recristallisation d'un matériau est promu avec l'augmentation de la déformation plastique introduite préalablement.

(ii) La taille des grains recristallisés continue d'augmenter lorsque le traitement thermique est poursuivi au-delà du temps nécessaire pour que la recristallisation primaire soit complète. Il s'agit de l'étape de croissance (ou grossissement) des grains notée "CG" sur le graphique de la Figure IV.25.

L'augmentation de la taille des grains est plus modérée. En effet, pour le matériau déformé de 10%, la taille des grains passe de 26  $\mu\text{m}$  après 2 minutes à 1000°C (la recristallisation primaire est complète et la croissance est déjà légèrement entamée) à 31.5  $\mu\text{m}$  après 60 minutes à 1000°C. Quant au matériau déformé de 16%, la taille des grains passe de 9  $\mu\text{m}$  après 6 minutes à 11.2  $\mu\text{m}$  après 60 minutes. Pour ce même matériau, la taille des grains est de 11.9  $\mu\text{m}$  après 45 heures à 1000°C. Pour les temps de traitement thermique supérieurs à 1 heure, d'après le régime d'évolution en "plateau", la croissance des grains est quasi inexistante.

Les graphiques de la Figure IV.26 permettent de comparer l'effet de la déformation sur l'évolution des densités de grains au cours du temps de traitement thermique mesurées sur des coupes perpendiculaires à l'axe d'extrusion + compression (DEC).

Pour les matériaux recristallisés après 10% de déformation (graphique de gauche), le nombre de grains par  $\text{mm}^2$  diminue lorsque le temps de traitement thermique augmente de 2 à 60 minutes. Cette diminution concorde avec l'augmentation de la taille des grains dans ce même intervalle.

Pour les matériaux recristallisés après 16% de déformation (graphique de droite), le nombre de grains par  $\text{mm}^2$  diminue d'un facteur trois entre 1 et 6 minutes à 1000°C. La densité d'environ 30000 grains par  $\text{mm}^2$  pour le matériau partiellement recristallisé à 70% au bout d'1 minute à 1000°C paraît élevée mais concorde avec la taille de ses grains de 6  $\mu\text{m}$ . Ensuite, cette densité d'environ 10000 grains par  $\text{mm}^2$  n'évolue plus significativement entre 1 heure et 45 heures. Ceci est en accord avec l'évolution des tailles des grains dans cet intervalle. La microstructure semble donc figée et aucun grossissement compétitif des grains ne semble plus prendre place.

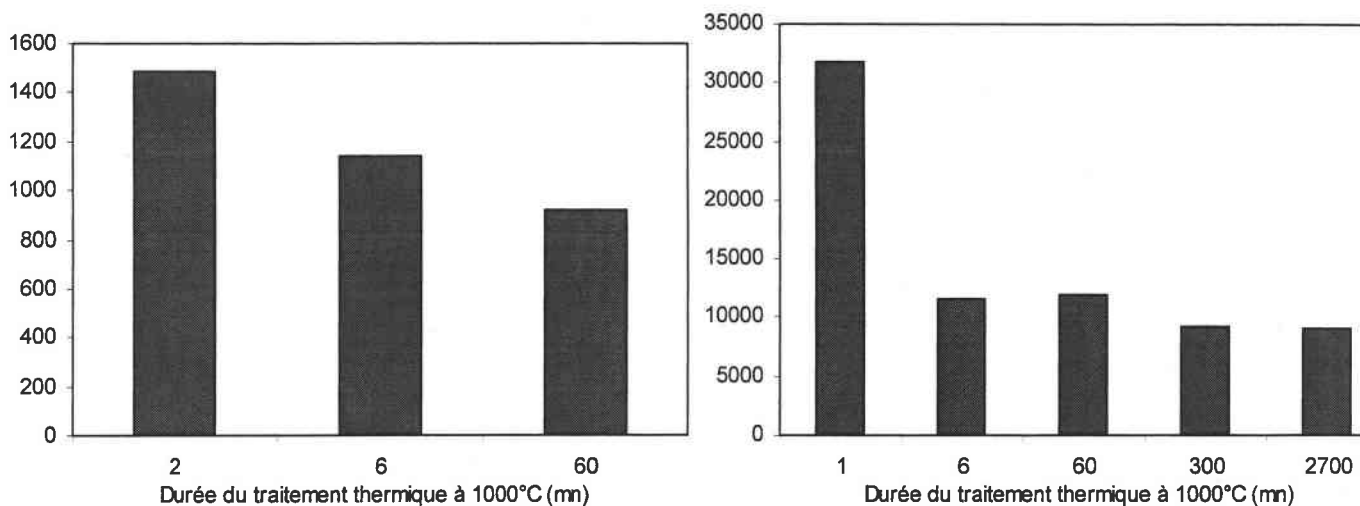


Figure IV.26 : Densités de grains des matériaux recristallisés mesurées sur une coupe perpendiculaire à l'axe DEC.

Graphique de gauche : après 10% de déformation. Graphique de droite : après 16% de déformation.

#### Anisotropie morphologique des grains

Les microstructures des matériaux recristallisés préalablement déformés de 10% (Planche IV.3) et de 16% (Planche IV.4) ont été étudiées par EBSD selon une coupe parallèle à l'axe de la barre (axe DEC).

Le résultat le plus spectaculaire concerne le matériau BE 10 1H dont la microstructure a déjà été présentée à l'aide d'une cartographie EBSD en mode contraste de bandes à la Figure IV.17. La microstructure de cet échantillon, à nouveau présentée sur la cartographie d'orientations de la Planche IV.3.c (page 170), est fortement anisotrope consistant en des grains très larges et très allongés dans l'axe de la barre. Pour les autres matériaux, BE 10 2M et BE 10 6M, l'anisotropie de microstructure est toujours présente, les grains sont nettement moins gros mais toujours morphologiquement allongés selon l'axe DEC.

Au taux de déformation de 16%, la microstructure des matériaux recristallisés BE 16 1H et BE 16 45H apparaît équiaxe selon une coupe parallèle à l'axe DEC.

Pour rendre plus évident l'anisotropie de microstructure en fonction du temps de traitement thermique et de la déformation, le facteur de forme des grains de tous les matériaux recristallisés a été étudié. Le graphique de la Figure IV.27 représente l'évolution du facteur de forme des grains recristallisés en fonction de la déformation et de la durée du traitement thermique à 1000°C. Quatre tracés sont obtenus pour les matériaux déformés de 10 et 16% puis traités thermiquement à partir de mesures effectuées sur des coupes perpendiculaires et parallèles à l'axe DEC.

Pour le matériau déformé de 16%, le facteur de forme des grains recristallisés reste constant, à la valeur de 1.6, sur les deux coupes perpendiculaire et parallèle. De plus, la microstructure reste équiaxe après le traitement thermique de 45 heures à 1000°C.

En revanche, pour le matériau déformé de 10%, le facteur de forme des grains recristallisés mesuré sur une coupe parallèle augmente avec la durée de traitement thermique à 1000°C tandis qu'il demeure constant sur une coupe perpendiculaire. De plus, lorsque la recristallisation primaire est achevée, soit après 2 minutes à 1000°C, les grains sont déjà allongés dans l'axe de la barre (en forme de "cigares" comme le montre la cartographie d'orientations du matériau BE 10 2M de la Planche IV.3.a, page 169).

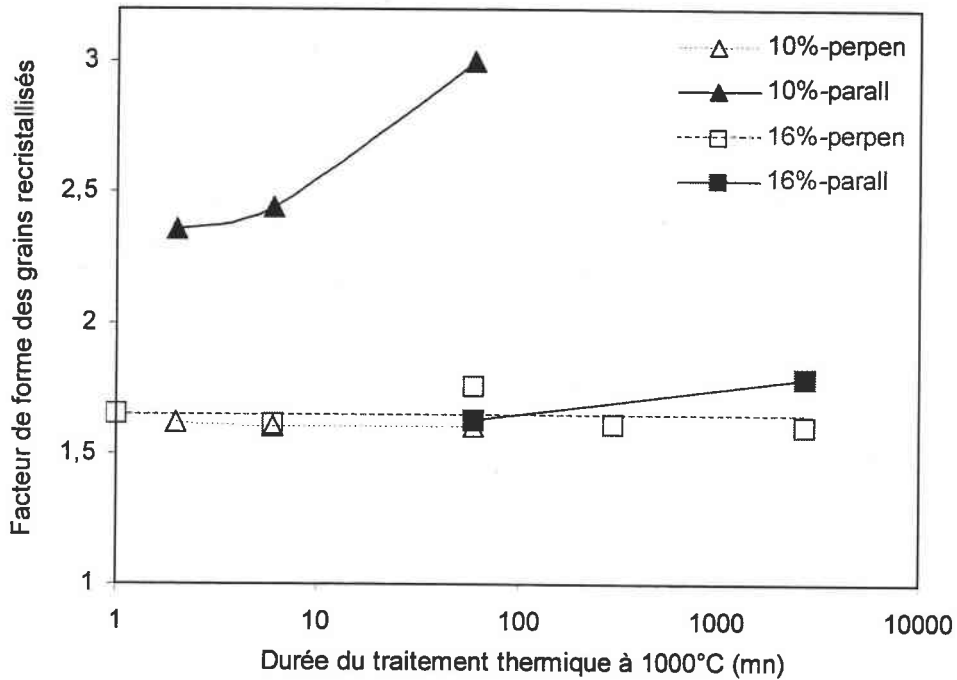


Figure IV.27 : Evolution du facteur de forme des grains recristallisés avec la déformation et la durée de traitement thermique à 1000°C sur des coupes perpendiculaires et parallèles à l'axe de la barre.

La Figure IV.28 compare l'effet de la déformation sur l'évolution des tailles des grains au cours du temps de traitement thermique à 1000°C mesurées sur des coupes parallèles à l'axe DEC. Les données relatives aux mesures effectuées sur des coupes perpendiculaires à l'axe DEC (Figure IV.25) sont également rappelées en traits discontinus.

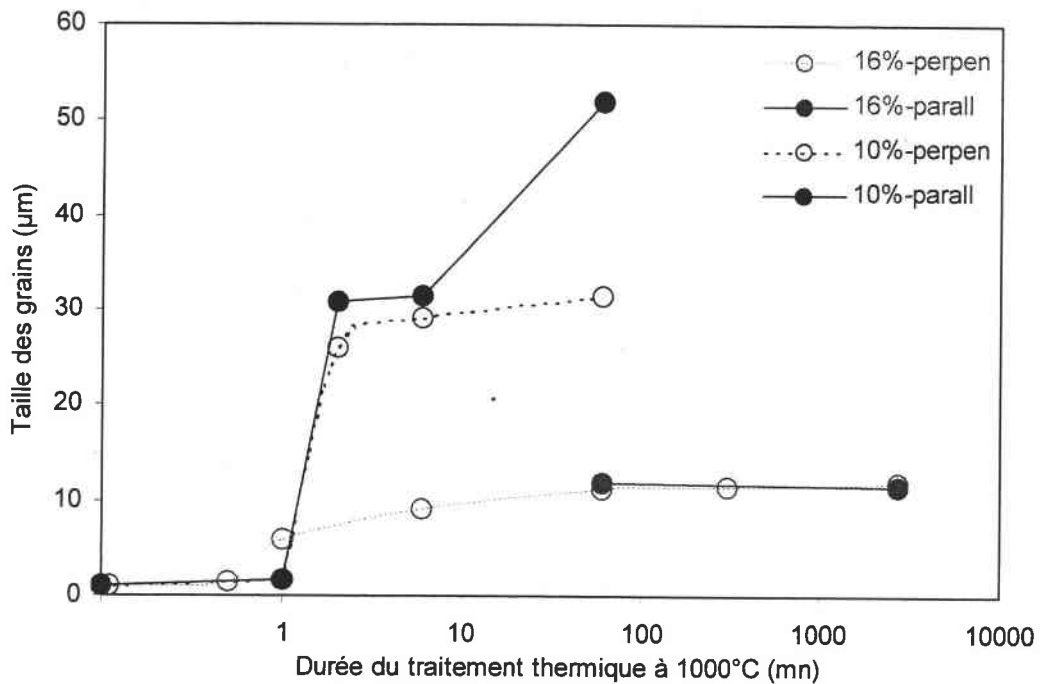


Figure IV.28 : Evolution des tailles des grains en fonction du temps de traitement thermique à 1000°C mesurées sur une coupe perpendiculaire (traits discontinus) et parallèle (traits pleins) à l'axe DEC pour les matériaux BE 10 et BE 16.

L'augmentation de la taille des grains des matériaux recristallisés après 10% de déformation est beaucoup plus importante selon une coupe parallèle à l'axe DEC que selon une coupe perpendiculaire. En effet, elle passe de 30  $\mu\text{m}$  après 2 minutes à 1000°C à 52  $\mu\text{m}$  après 1 heure (contre 26 et 31.5  $\mu\text{m}$  selon une coupe perpendiculaire). Au vu de la cartographie du matériau après 1 heure (Planche IV.3.c, page 170) où les grains paraissent beaucoup plus gros que ceux de la Planche IV.1.d (page 166), il serait plausible de s'attendre à une taille des grains beaucoup plus élevée que celle de 52  $\mu\text{m}$ . Or, il est rappelé que la taille d'un grain repose sur la notion de diamètre équivalent, ce dernier représentant le diamètre d'un cercle ayant la même surface que le grain considéré. De ce fait, la surface d'un grain paraissant très allongé peut apparaître alors moins importante lorsqu'elle est représentée par un cercle de surface équivalente.

En revanche pour les matériaux recristallisés après 16% de déformation, la taille des grains selon une coupe parallèle demeure pratiquement identique à celle selon une coupe perpendiculaire (environ 11.5  $\mu\text{m}$ ).

Les graphiques de la Figure IV.29 présentent l'effet de la déformation sur l'évolution des densités de grains au cours du temps de traitement thermique mesurées sur des coupes parallèles à l'axe DEC. Les données relatives aux mesures effectuées sur des coupes perpendiculaires à l'axe DEC (Figure IV.26) sont également rappelées en traits discontinus.

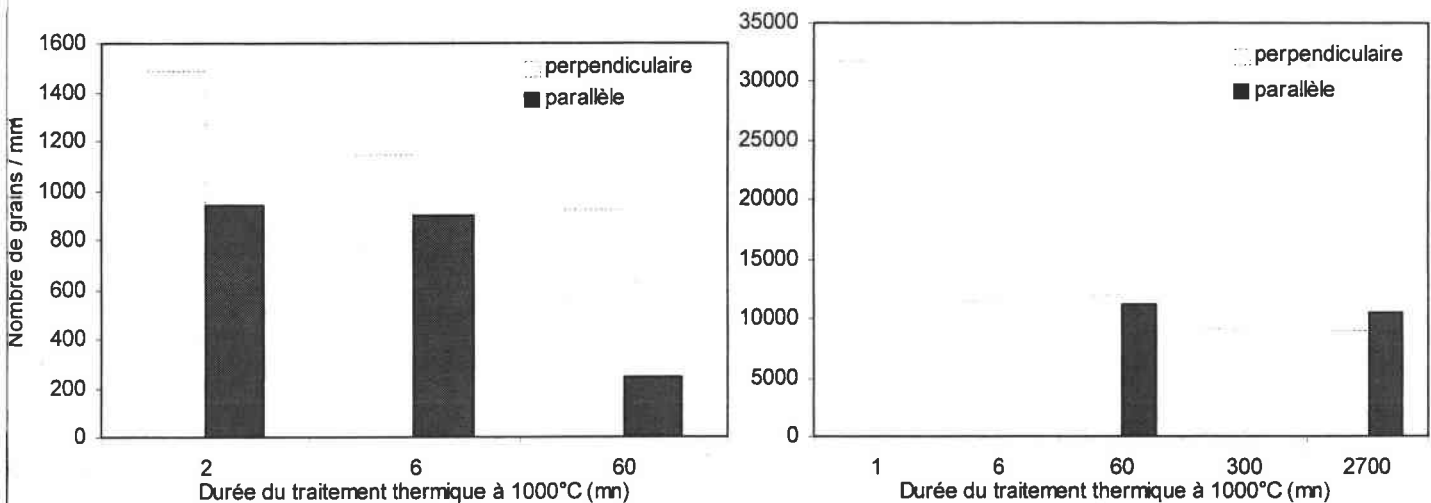


Figure IV.29 : Densités de grains des matériaux recristallisés mesurées sur une coupe perpendiculaire (traits discontinus) et parallèles (traits pleins) à l'axe DEC.

Graphique de gauche : après 10% de déformation. Graphique de droite : après 16% de déformation.

Pour les matériaux recristallisés après 10% de déformation (graphique de gauche), le nombre de grains par  $\text{mm}^2$  selon une coupe parallèle à l'axe DEC diminue avec le temps de traitement thermique. Par ailleurs, il est toujours plus faible par rapport au nombre de grains par  $\text{mm}^2$  selon une coupe perpendiculaire. La diminution est très importante pour le traitement thermique de 60 minutes à 1000°C atteignant 250 grains par  $\text{mm}^2$ . En complément aux facteurs de forme de la Figure IV.27 et aux tailles des grains de la Figure IV.28, ces données confirment le fait que la croissance des grains engendre un grossissement et un allongement de la microstructure parallèlement à l'axe DEC.

Pour les matériaux recristallisés BE 16 1H et BE 16 45H, le nombre de grains par  $\text{mm}^2$  reste approximativement constant sur les coupes perpendiculaire et parallèle à l'axe DEC. Les données relatives aux facteurs de forme, aux tailles des grains et aux densités de grains des matériaux recristallisés après 16% de déformation confirment donc le fait que la microstructure ne grossit pas significativement et demeure équiaxe au cours de la croissance compétitive des grains.

Cinétique de grossissement des grains

La croissance des grains des matériaux recristallisés après 10 et 16% de déformation peut être reliée à la durée des traitements thermiques avec la relation suivante :

$$D_t^n - D_0^n = k.t \quad (\text{Eq. 1})$$

avec  $D_0$  la taille des grains initiale [ $\mu\text{m}$ ],  
 $D_t$  la taille des grains [ $\mu\text{m}$ ] au temps de traitement thermique  $t$  [sec],  
 $k$  une constante,  
 $n$  l'exposant de croissance des grains.

Cette loi de croissance polynomiale des grains est une généralisation de la loi élaborée par Burke puis par Burke et Turnbull [BURKE 49, BURKE 52] sur la croissance normale. Ces auteurs ont mis en évidence que cette évolution repose sur l'identification de la cinétique de croissance à partir de la migration des joints de grains. Cette relation repose sur trois hypothèses : *(i)* l'énergie du joint de grain est la même pour tous les joints de grains, *(ii)* le rayon de courbure est proportionnel au rayon moyen d'un grain individuel et *(iii)* la vitesse d'un joint de grain est proportionnelle à la pression exercée sur le joint de grain lui affectant sa mobilité.

La loi de croissance polynomiale a fait l'objet d'une première tentative de validation empirique par Beck et al. [BECK 48]. Ces auteurs ont déterminé une valeur théorique de  $n$  égale à 2. Cette valeur est valable pour des métaux purs mais peut varier dans le cas d'alliages et d'autant plus en présence d'impuretés.

La méthode standard pour la détermination de  $n$  repose sur l'hypothèse que  $D_t \gg D_0$ , ce qui a pour conséquence de négliger  $D_0$  dans l'équation 1. Avec cette hypothèse, la forme de l'équation 1 est telle que le tracé de  $\log(D_t)$  en fonction de  $\log(t)$  représente une droite dont la pente est égale à  $1/n$ . Dans la présente étude, la cinétique de grossissement des grains recristallisés concerne l'étape de croissance des grains après la recristallisation primaire. Par conséquent,  $D_0$  est la taille des grains à la fin de la recristallisation primaire et l'hypothèse  $D_t \gg D_0$  ne peut être émise. Farrell et Munroe proposent de s'affranchir de cette hypothèse par une approximation en considérant l'accroissement du diamètre des grains et l'accroissement du temps de traitement thermique [FARRELL 96]. Avec cette approximation, l'équation 1 devient :

$$(D_t - D_i)^n = k.(t - t_i) \quad (\text{Eq. 2})$$

avec  $t_i$  le temps initial ( $> 0$ ),  
 $D_i$  la taille des grains au temps  $t_i$ .

À partir de l'équation 2, il est alors possible de tracer  $\log(D_t - D_i)$  en fonction de  $\log(t)$ , la pente de la droite obtenue sera égale à  $1/n$ .

Le graphique de la Figure IV.30 représente ces tracés pour les matériaux recristallisés pour des traitements thermiques à 1000°C après 10% de déformation (BE 10 2M, BE 10 6M et BE 10 1H) et après 16% de déformation (BE 16 6M, BE 16 1H, BE 16 5H et BE 16 45H). Du fait que la recristallisation primaire des matériaux BE 10 1M et BE 16 1M après 1 minute à 1000°C n'est pas encore complète, ces matériaux n'ont pas été pris en compte.

Des données issues de la littérature concernant la croissance des grains d'alliages FeAl ayant subi des traitements thermomécaniques sont également représentées.

Ainsi, Farrell et Munroe ont étudié les cinétiques de croissance des grains d'un alliage Fe-30at.%Al non renforcé (absence d'une seconde phase telle que des précipités ou des oxydes) entre 800 et 1000°C [FARRELL 96]. Les métaux Fe et Al purs sont initialement fondus. Une fois le lingot refroidi, la taille des grains est très large (de l'ordre de plusieurs millimètres). Afin d'affiner la microstructure, il s'ensuit un traitement thermomécanique comprenant une étape de laminage croisé à 80% à 600°C puis un traitement thermique de 850°C pendant 30 minutes suivi d'une trempe. La taille des grains de l'alliage est uniforme et de 200  $\mu\text{m}$ . Pour l'étude de cinétique, le matériau est alors laminé à froid à 40% puis traité thermiquement. Les données indiquées sur le graphique sont relatives à des traitements thermiques effectués à 950°C, température à laquelle cet alliage conserve sa structure ordonnée B<sub>2</sub> (les matériaux sont trempés à la fin des traitements thermiques pour éviter la transformation B<sub>2</sub>  $\rightarrow$  DO<sub>3</sub>) [FARRELL 96].

Quant à l'alliage étudié par Fasching et al., il s'agit de l'alliage FA 129 de composition Fe-15.9wt.%Al-5.45wt.%Cr-0.97wt.%Nb-0.05wt.%C, soit 28.2at.%Al (présence d'une seconde phase sous la forme de précipités) [FASCHING 94]. Entre 650 et 950°C, cet alliage est partiellement ordonné B<sub>2</sub>. L'alliage est obtenu par fusion, puis extrusion et laminage à chaud. Ensuite, pour l'étude de cinétique, plusieurs traitements thermomécaniques sont appliqués dont un comprenant un laminage à 57% à 650°C + un recuit de 750°C pendant 1 heure + un laminage à froid de 30% suivis de traitements thermiques. Les données indiquées sur le graphique sont relatives à des traitements thermiques effectués à 800°C [FASCHING 94].

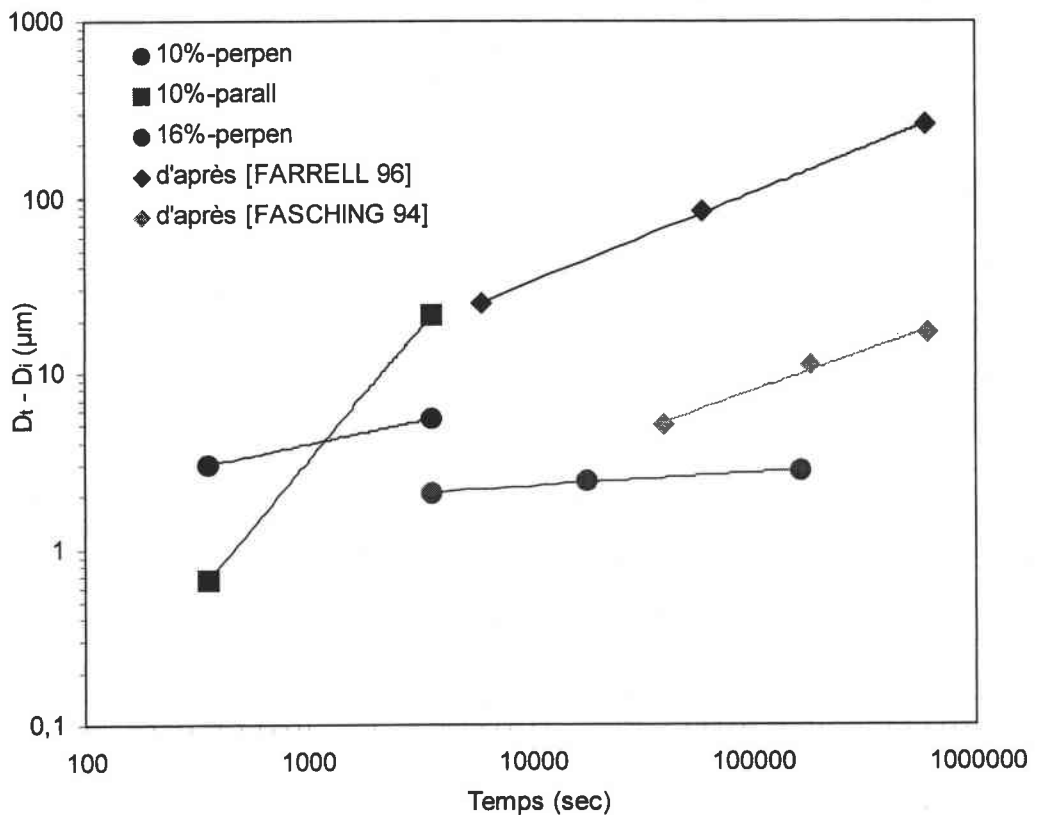


Figure IV.30 : Tracés de  $\log(D_t - D_i)$  en fonction de  $\log(t)$ .

Les valeurs de  $n$  et de  $k$  déduites des différents tracés de  $\log(D_t - D_i)$  en fonction de  $\log(t)$  sont indiquées dans le Tableau IV.4.



Matériaux	k	n
BE 10 1H $\perp$ DEC	1.88	3.84
BE 10 1H // DEC	0.046	2/3
BE 16 1H $\perp$ DEC	1.5	13
[FARRELL 96]	2.4	2
[FASCHING 94]	0.043	2.2

Tableau IV.4 : Valeurs de l'exposant de croissance des grains  $n$  et de la constante  $k$ .

Ces tracés permettent de comparer quantitativement les cinétiques de grossissement des grains des différents matériaux.

Selon une coupe perpendiculaire à l'axe DEC, la cinétique de grossissement des matériaux recristallisés après 16% de déformation est plus lente que celle des matériaux recristallisés après 10% (la pente  $1/n$  étant plus faible). La cinétique de la première étape de la recristallisation - la recristallisation primaire - est donc plus rapide pour les matériaux déformés de 16% (Figure IV.25) par rapport aux matériaux recristallisés après 10% mais leur cinétique de croissance est plus lente.

De plus, pour l'alliage FeAl40 Grade 3 recristallisé après 10 et 16% de déformation, les cinétiques de grossissement sont plus faibles par rapport à un alliage monophasé (non renforcé) [FARRELL 96]. Ceci est la conséquence de l'ancrage efficace des joints de grains par les particules d'oxydes.

La mobilité des joints de grains recristallisés paraît davantage freinée dans l'alliage renforcé FeAl 40 Grade 3 que dans l'alliage renforcé FA 129 [FASCHING 94]. Dans ce dernier, les particules sont des précipités intermétalliques. La dispersion de ces précipités est moins uniforme que la fine dispersion d'oxydes obtenue par l'étape de mécanosynthèse dans l'alliage FeAl40 Grade 3 observée au cœur et aux joints des grains.

Les données issues de la littérature correspondent à des températures de traitement thermique inférieures (i.e. 950°C pour Farrell et Munroe et 800°C pour Fasching et al.) à celle appliquée sur les matériaux BE 10 et BE 16 (1000°C). Si les données de Farrell et Munroe et de Fasching et al. correspondaient à des températures de traitement thermique de 1000°C, les tracés de  $\log(D_t - D_i)$  en fonction de  $\log(t)$  devraient se situer encore plus haut par rapport à ceux des tracés des matériaux BE 10 et BE 16 selon une coupe perpendiculaire à l'axe DEC, ce qui indiquerait alors une cinétique de grossissement encore plus rapide.

Enfin, il est intéressant de noter que selon une coupe parallèle à l'axe DEC, la cinétique de grossissement des matériaux recristallisés après 10% de déformation est beaucoup plus rapide que selon une coupe perpendiculaire. Cette cinétique également beaucoup plus rapide par rapport aux matériaux recristallisés après 16% de déformation indique un comportement différent de croissance des grains des matériaux recristallisés après 10% selon une coupe parallèle à l'axe DEC.

### IV.5.3-Evolution des textures

#### Textures globales

La Figure IV.31 représente les ODF mesurées par diffraction des rayons X de chaque échantillon. Chaque ODF est associée à la taille des grains de l'échantillon considéré afin de mieux représenter la formation et l'évolution des textures globales avec le développement des microstructures recristallisées consécutives aux différents traitements thermiques à 1000°C.

L'évolution et le développement des textures pour les deux états déformés au cours des traitements thermiques anisochrones sont très différents.

(i) Pour le matériau déformé de 16%, la texture lorsque la recristallisation primaire est pratiquement terminée (matériau BE 16 1M) est très similaire à celle du matériau brut de déformation (BE 16) avec une composante proche de la composante  $\langle 441 \rangle$  d'intensité 2.

Au cours de l'étape de croissance des grains, les textures après 6 minutes et 1 heure sont également très proches avec une composante majoritaire, relativement étalée et localisée entre les composantes idéales  $\langle 331 \rangle$  et  $\langle 221 \rangle$ . La composante  $\langle 111 \rangle$  est également présente à une intensité légèrement plus faible.

Après 45 heures à 1000°C, la texture montre une composante  $\langle 221 \rangle$  d'intensité 2.7 mais pas de composante  $\langle 111 \rangle$ .

D'une manière globale, la texture au cours de l'étape de croissance des grains du matériau déformé de 16% comprend donc toujours une composante proche des composantes idéales  $\langle 221 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  d'intensité faible et une petite composante  $\langle 111 \rangle$  qui peut apparaître sans évolution cohérente.

(ii) Pour le matériau déformé de 10%, les différences entre les textures au cours de leur évolution avec les traitements thermiques anisochrones sont plus marquées.

Tout d'abord, au début de la recristallisation primaire, la texture après 1 minute à 1000°C (matériau BE 10 1M) est très proche de celle du matériau brut de déformation (BE 10).

En revanche, la texture obtenue lorsque la recristallisation primaire est terminée (matériau BE 10 2M) est différente de celle du début, elle est très faible et ne consiste pas en une composante clairement définie. Les orientations des nouveaux grains se répartissent selon une couronne dont les maxima d'intensité 2 se situent de part et d'autre des composantes idéales  $\langle 441 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ . Donc ici, avec un matériau déformé de 10%, la texture à la fin de la recristallisation primaire est différente de celle du matériau brut de déformation.

Après 6 minutes (BE 10 6M), les maxima détectés après 2 minutes se renforcent légèrement à l'intensité de 2.2.

Après 1 heure à 1000°C, la texture présente une fibre  $\langle 111 \rangle$  majoritaire d'intensité 5.8 et deux autres composantes minoritaires, la première étant localisée entre les composantes idéales  $\langle 311 \rangle$  et  $\langle 211 \rangle$  d'intensité 2.2 et la seconde proche de la composante  $\langle 311 \rangle$  d'intensité 1.4. Il apparaît que la composante  $\langle 111 \rangle$  se soit développée au détriment des orientations réparties selon la couronne dont les maxima se situent de part et d'autre des composantes idéales  $\langle 441 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ .

Il apparaît donc qu'à la différence du matériau déformé de 16%, pour un matériau déformé de 10% et recristallisé à 1000°C, la texture évolue significativement au cours de la croissance des grains.

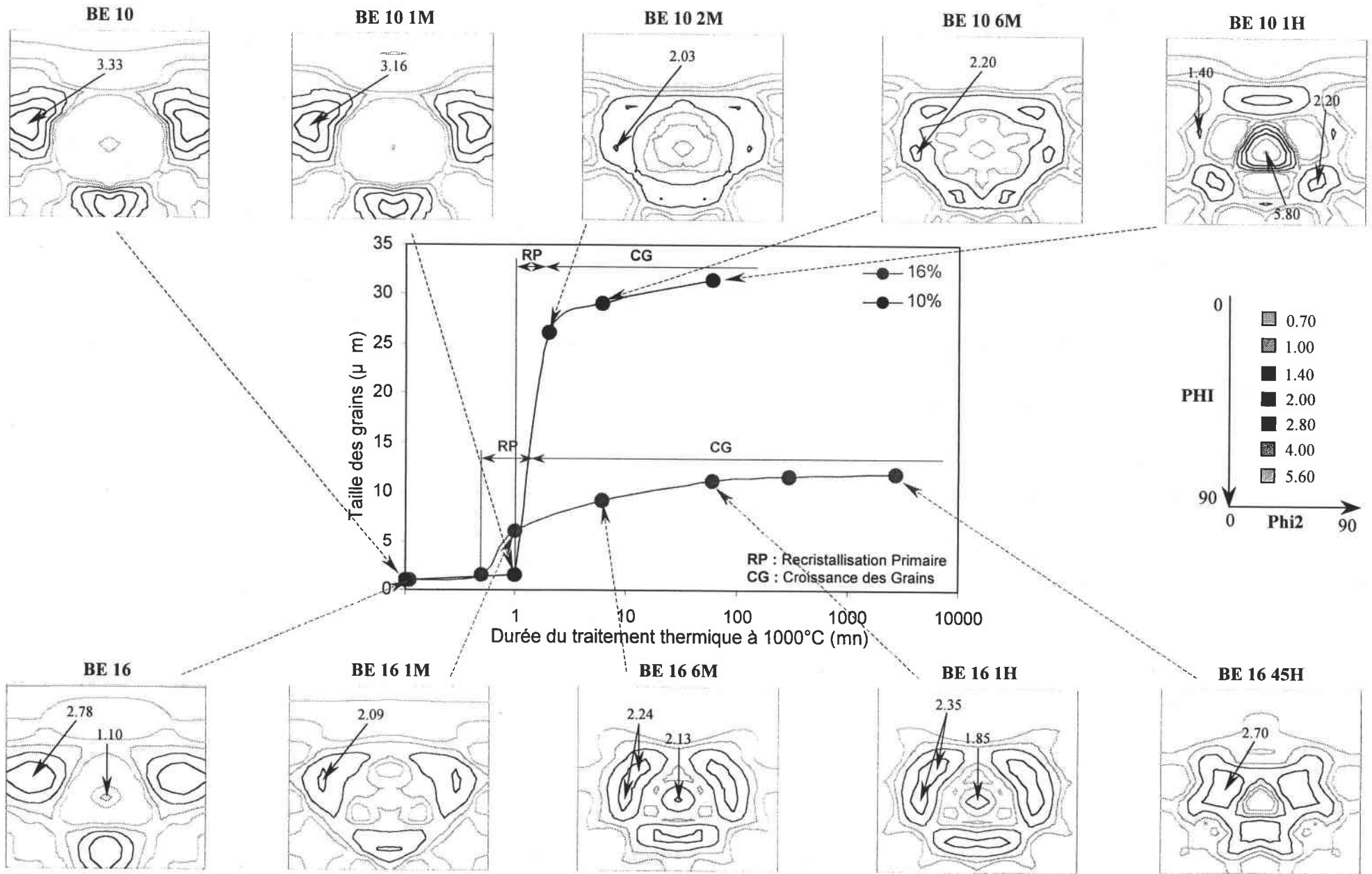


Figure IV.31 : Evolution de la texture globale des matériaux BE 10 et BE 16 avec le temps de traitement thermique à 1000°C.

### Textures locales

Les figures de pôles inverses relatives aux mesures EBSD selon des coupes perpendiculaires à l'axe d'extrusion + compression des matériaux recristallisés après 10 et 16% de déformation sont indiquées respectivement sur les Planches IV.1 (pages 164 à 166) et IV.2 (pages 167 et 168).

Les ODF recalculées à partir des données EBSD, permettant une meilleure lisibilité des différentes composantes de texture par rapport aux figures de pôles inverses, sont également indiquées. Ces ODF indiquent pratiquement toutes les mêmes textures que celles mesurées par diffraction des rayons X. Seul un matériau se distingue nettement de ces observations. Il s'agit du matériau BE 10 1H. En effet, son ODF recalculée de la Planche IV.1.d (page 166) est très différente de celle de la Figure IV.20 avec la singularité de ne pas mettre clairement en évidence la forte composante  $\langle 111 \rangle$  qui était détectée par diffraction des rayons X à l'intensité de 5.8. La composante  $\langle 111 \rangle$  est présente mais la composante "B" (de la Figure IV.20) est détectée comme étant la plus intense sur l'ODF de la Planche IV.1.d. Les raisons de cette différence sont associées à la statistique prise en compte, très différente selon les deux techniques (RX et EBSD), et à la présence de l'anisotropie de la microstructure. Le détail est expliqué en *Annexe*.

Les figures de pôles inverses relatives aux mesures EBSD selon des coupes parallèles à l'axe d'extrusion + compression et les ODF recalculées des matériaux recristallisés après 10 et 16% de déformation sont respectivement représentées sur les Planches IV.3 (pages 169 et 170) et IV.4 (page 171).

À l'exception de celle du matériau BE 10 1H, les mesures sont toutes très proches des mesures EBSD effectuées sur des coupes perpendiculaires. La figure de pôles inverse et l'ODF recalculée du matériau BE 10 1H mesurées sur une coupe parallèle à l'axe DEC sont, cette fois, en meilleur accord avec la texture mesurée par diffraction des rayons X puisque la composante  $\langle 111 \rangle$  y est nettement plus révélée. De plus, il apparaît sur la cartographie d'orientation de la Planche IV.3.c (page 170) que les grains orientés dans la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  (ils apparaissent en bleu) ou au voisinage de cette direction (ils apparaissent en différentes nuances de bleu) sont assez larges et très allongés selon l'axe DEC.

Le fait que ces gros grains aient une orientation préférentielle a incité à engager des analyses quantitatives des microstructures recristallisées des matériaux déformés de 10 et de 16% en étudiant les caractéristiques des grains recristallisés (tailles, densités, fractions surfaciques, facteurs de forme) en fonction de leurs orientations et de la durée des traitements thermiques à 1000°C. Ces analyses, faisant l'objet du paragraphe suivant, aideront à identifier l'origine de l'anisotropie de microstructure constatée entre les deux états déformés puis recristallisés.

#### **IV.5.4-Analyses quantitatives des grains recristallisés en fonction de leurs orientations**

L'exploitation des données EBSD va permettre d'analyser quantitativement les caractéristiques des grains recristallisés à partir des matériaux BE 10 et BE 16.

Ainsi, pour le matériau déformé de 10% puis recristallisé, la taille des grains, leur facteur de forme, leur fraction surfacique et leur densité vont être représentés en fonction de leurs orientations et des traitements thermiques anisochrones. Les principales orientations étudiées sont la direction  $\langle 110 \rangle$  (composante de texture du matériau brut d'extrusion BE qui diminue et glisse vers la composante  $\langle 441 \rangle$  après la compression axiale à froid de 10%, ODF BE 10 de la Figure IV.31), la direction  $\langle 331 \rangle$  (au voisinage de laquelle de nombreuses orientations sont détectées lorsque la recristallisation primaire est achevée, ODF BE

10 2M) et la direction  $\langle 111 \rangle$  (qui est la composante de texture majoritaire après 1 heure à 1000°C, ODF BE 10 1H).

Le même travail est effectué pour le matériau déformé de 16% puis recristallisé en considérant les orientations suivantes : la direction  $\langle 110 \rangle$  (composante de texture du matériau brut d'extrusion BE qui comme pour le matériau déformé de 10%, diminue et glisse vers la composante  $\langle 441 \rangle$  après la compression axiale à froid de 16%, ODF BE 16), la direction  $\langle 111 \rangle$  et la direction  $\langle 221 \rangle$  (au voisinage de laquelle de nombreuses orientations sont localisées lors de la croissance compétitive des grains, ODF BE 16 45H).

Les matériaux BE 10 1M et BE 16 1M ne font pas l'objet de ces analyses car leur recristallisation est partielle.

### Matériaux recristallisés après 10% de déformation

(i) **Tailles des grains.** La Figure IV.32 présente les tailles des grains en fonction de leurs orientations des matériaux déformés de 10% puis recristallisés mesurées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

Selon les deux sens d'observation, les grains orientés dans le voisinage de la direction  $\langle 111 \rangle$  sont plus larges que ceux orientés dans les voisinages des directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  et leur taille évolue plus vite. Ceci suggère un mécanisme de croissance sélective des grains  $\langle 111 \rangle$  sur les autres grains. Cette croissance est clairement observée sur les cartographies d'orientations de la Planche IV.1.d et de la Planche IV.3.c.

Les observations sur la coupe perpendiculaire à l'axe DEC montrent également que la taille des grains  $\langle 111 \rangle$  est déjà supérieure lorsque la recristallisation primaire est achevée (peu avant 2 minutes à 1000°C). L'écart s'accroît jusqu'à 6 minutes à 1000°C puis évolue plus modérément jusqu'à 1 heure. La taille des grains  $\langle 110 \rangle$  reste pratiquement constante que ce soit à la fin de la recristallisation primaire ou pendant la croissance des grains. Toujours selon la direction perpendiculaire à l'axe DEC, la taille des grains  $\langle 331 \rangle$  évolue parallèlement à celle des grains  $\langle 111 \rangle$  en étant inférieure de 5  $\mu\text{m}$  environ.

L'augmentation de la taille des grains  $\langle 111 \rangle$  lorsque les observations sont effectuées selon une coupe parallèle à l'axe DEC est beaucoup plus importante. En effet, les traitements thermiques ont triplé leur taille, en passant de 31  $\mu\text{m}$  après 2 minutes à 90  $\mu\text{m}$  après 1 heure, ce qui est presque le double de la taille des grains de la microstructure complète sans distinction d'orientations (52  $\mu\text{m}$ ). De plus, l'augmentation de taille est plus forte entre 6 minutes et 1 heure à 1000°C, la croissance sélective paraît donc fortement activée dans cet intervalle et selon cette direction. Pour les deux autres orientations,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ , les tailles des grains augmentent également mais d'un facteur 1.5 environ en passant de 27  $\mu\text{m}$  après 2 minutes à 40  $\mu\text{m}$  après 1 heure à 1000°C.

La différence entre la taille des grains  $\langle 111 \rangle$  mesurée perpendiculairement et celle mesurée parallèlement à l'axe DEC confirme la forte anisotropie morphologique de la microstructure et en particulier celle des grains  $\langle 111 \rangle$  qui apparaissent très larges et très allongés sur la cartographie d'orientations du matériau BE 10 1H (Planche IV.3.c).

(ii) **Densités de grains.** La Figure IV.33 présente les densités de grains en fonction de leurs orientations des matériaux déformés de 10% puis recristallisés mesurées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

Le nombre de grains  $\langle 111 \rangle$  par  $\text{mm}^2$  reste sensiblement constant d'après les mesures effectuées sur une coupe perpendiculaire à l'axe DEC. En revanche, la densité des grains  $\langle 331 \rangle$  diminue ainsi que celle des

grains  $\langle 110 \rangle$  (mais plus légèrement). Cette évolution suggère que les grains  $\langle 111 \rangle$  consomment d'autres grains, notamment ici les grains  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ , pendant leur croissance.

Sur une coupe parallèle à l'axe DEC, les densités des grains  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  diminuent de manière identique entre 2 et 6 minutes à 1000°C. En revanche, leur diminution est plus importante entre 6 minutes et 1 heure.

**(iii) Fractions surfaciques.** La Figure IV.34 représente les fractions surfaciques des microstructures orientées dans les directions  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  des matériaux déformés de 10% puis recristallisés mesurées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

Comme pour les densités de grains  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ , les fractions surfaciques des microstructures orientées dans les directions  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  diminuent avec les traitements thermiques anisochrones sur les coupes perpendiculaire et parallèle à l'axe DEC.

La fraction surfacique orientée dans la direction  $\langle 331 \rangle$  est plus faible sur la coupe parallèle que sur la coupe perpendiculaire pour chaque traitement thermique.

En revanche, la fraction surfacique orientée dans la direction  $\langle 111 \rangle$  qui augmente légèrement entre 2 minutes et 1 heure sur la coupe perpendiculaire augmente plus fortement, d'un facteur 10, entre 6 minutes et 1 heure sur la coupe parallèle. 10% de la surface totale de la cartographie orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$  semble une valeur faible au vu de la cartographie d'orientations de la Planche IV.3.c majoritairement colorée en bleu mais il faut rappeler que cette surface ne concerne que les grains désorientés de  $7^\circ$  par rapport à la direction idéale  $\langle 111 \rangle$ .

Cette proportion de 10% de la surface totale orientée dans la direction  $\langle 111 \rangle$ , associée à la faible densité des grains  $\langle 111 \rangle$ , environ 20 grains/mm<sup>2</sup>, indique de nouveau que les grains  $\langle 111 \rangle$  sont peu nombreux et de taille importante sur une coupe parallèle par rapport au reste de la microstructure.

**(iv) Facteurs de forme.** Le graphique de la Figure IV.35 représente l'évolution des facteurs de forme des différentes familles de grains des matériaux déformés de 10% puis recristallisés mesurés parallèlement à l'axe DEC (le facteur de forme de tous les grains mesuré sur une coupe perpendiculaire étant constant d'après la Figure IV.27, il n'a pas été étudié plus en détail en fonction de l'orientation des grains).

Après 2 minutes à 1000°C, lorsque la recristallisation primaire est terminée, les grains  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  ont le même facteur de forme ayant une valeur proche de 2.3. Cette valeur est pratiquement équivalente à celle de la microstructure complète sans distinction d'orientations. Elle confirme l'anisotropie morphologique des grains.

Les facteurs de forme des grains  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  augmentent de la même façon pour atteindre la valeur de 2.9 après 1 heure à 1000°C, cette valeur est également très proche de la valeur du facteur de forme de tous les grains.

En revanche, le facteur de forme des grains  $\langle 110 \rangle$  se démarque nettement en étant plus élevé à la valeur de 3.4. Cette valeur s'explique en observant la cartographie d'orientations de la Planche IV.3.c. Les grains  $\langle 110 \rangle$  sont très "effilés". Bien qu'ils soient moins allongés dans l'axe DEC que les grains  $\langle 111 \rangle$ , ils sont également beaucoup moins larges, d'où un rapport longueur/largeur plus élevé.

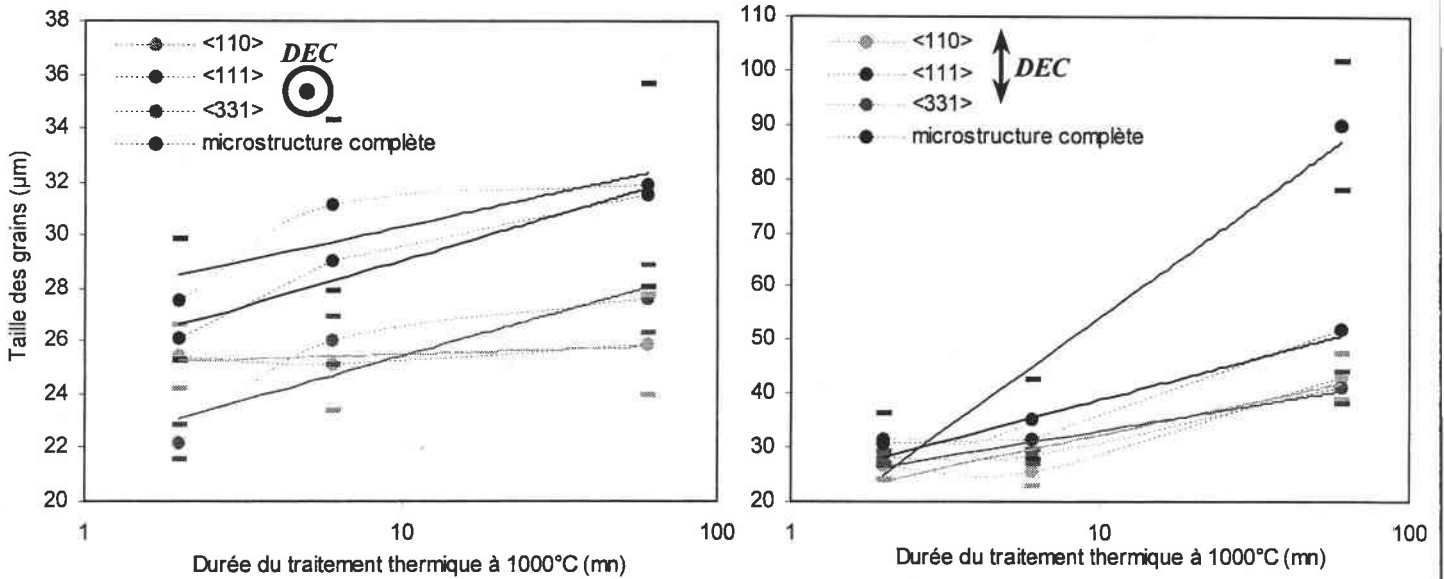


Figure IV.32 : Tailles des grains en fonction de leurs orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 10% puis recristallisés. Mesures effectuées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

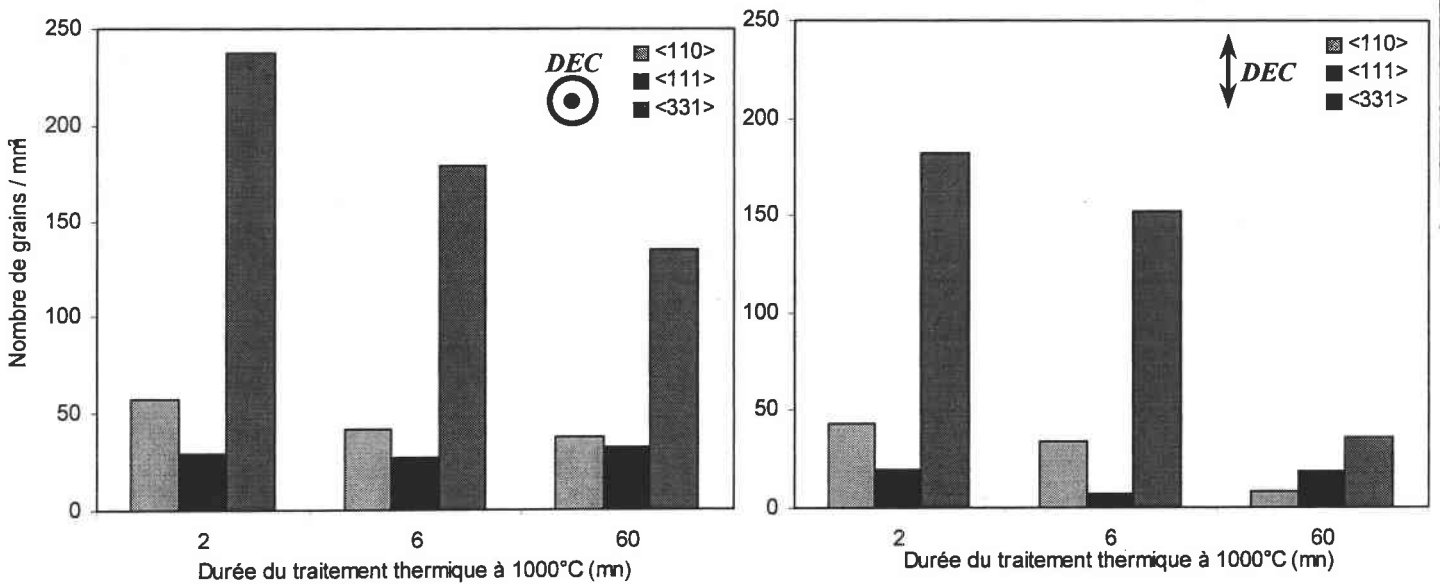


Figure IV.33 : Densités de grains en fonction de leurs orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 10% puis recristallisés. Mesures effectuées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

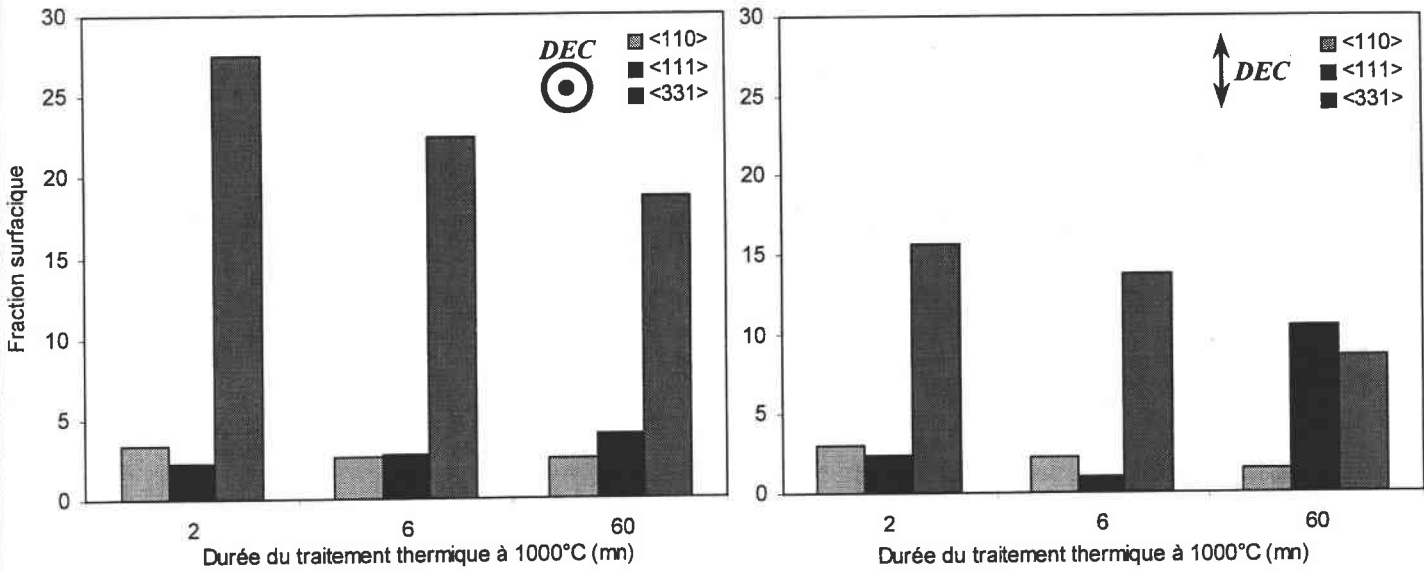


Figure IV.34 : Fractions surfaciques des microstructures en fonction des orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 10% puis recristallisés. Mesures effectuées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

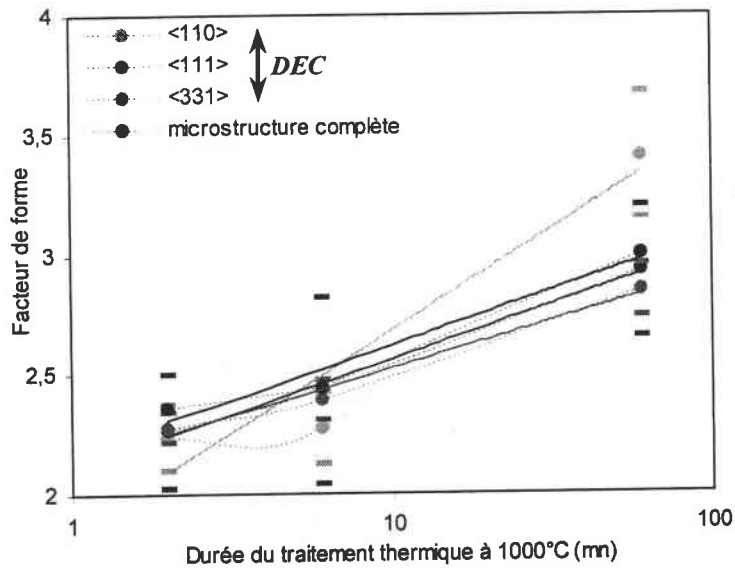


Figure IV.35 : Facteurs de forme des grains recristallisés en fonction de leurs orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 10% puis recristallisés. Mesures effectuées parallèlement à l'axe DEC.



### Matériaux recristallisés après 16% de déformation

(i) **Tailles des grains.** La Figure IV.36 présente les tailles des grains en fonction de leurs orientations des matériaux déformés de 16% puis recristallisés mesurées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

Ici, compte tenu des écart-types autour des valeurs moyennes, il n'est pas possible de mettre clairement en évidence la croissance d'une famille de grains sur les autres. La légère croissance entre 6 minutes et 1 heure (graphique de gauche) affecte les différentes familles de grains de la même façon.

(ii) **Densités de grains.** La Figure IV.37 présente les densités de grains en fonction de leurs orientations des matériaux déformés de 16% puis recristallisés mesurées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

Les densités des grains orientés dans les trois directions étudiées n'évoluent pas significativement au cours des autres traitements thermiques sur les deux coupes perpendiculaire et parallèle à l'axe DEC.

(iii) **Fractions surfaciques.** La Figure IV.38 représente les fractions surfaciques des microstructures orientées dans les directions  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 221 \rangle$  des matériaux déformés de 16% puis recristallisés mesurées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

Les différentes fractions surfaciques des microstructures orientées dans les directions  $\langle 110 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 221 \rangle$  selon les deux coupes perpendiculaire et parallèle demeurent pratiquement constantes entre 1 heure et 45 heures. Associées aux résultats précédents, ces fractions surfaciques ne mettent pas en évidence l'avantage d'une composante sur les autres pendant la recristallisation des matériaux déformés de 16% puis traités thermiquement à 1000°C.

(iv) **Facteurs de forme.** Les facteurs de forme des matériaux déformés de 16% puis recristallisés sont pratiquement constants selon les deux coupes étudiées (Figure IV.27). En ajoutant le fait que les densités de grains et les fractions surfaciques varient très peu pour montrer l'avantage d'une composante sur les autres, le facteur de forme de chaque famille de grains n'a pas été étudié davantage selon les deux coupes.

Ces analyses quantitatives montrent clairement que les évolutions des microstructures des matériaux recristallisés après 10 et 16% de déformation avec la durée des traitements thermiques sont très différentes. Par conséquent, les textures de recristallisation, et particulièrement au cours de la croissance des grains, sont également très différentes.

Il va s'agir maintenant de répondre aux questions suivantes :

- Quelle est l'origine de la forme allongée des grains dans les matériaux recristallisés après 10% de déformation ?
- Pourquoi cette forme allongée s'accroît avec la durée du traitement thermique ?
- Pourquoi ce sont les grains orientés dans le voisinage de la direction  $\langle 111 \rangle$  qui deviennent les plus larges au cours de la croissance des grains ?
- Pourquoi les matériaux recristallisés après 16% de déformation conservent une microstructure équiaxe et ne développent pas le grossissement de grains dans une orientation préférentielle ?

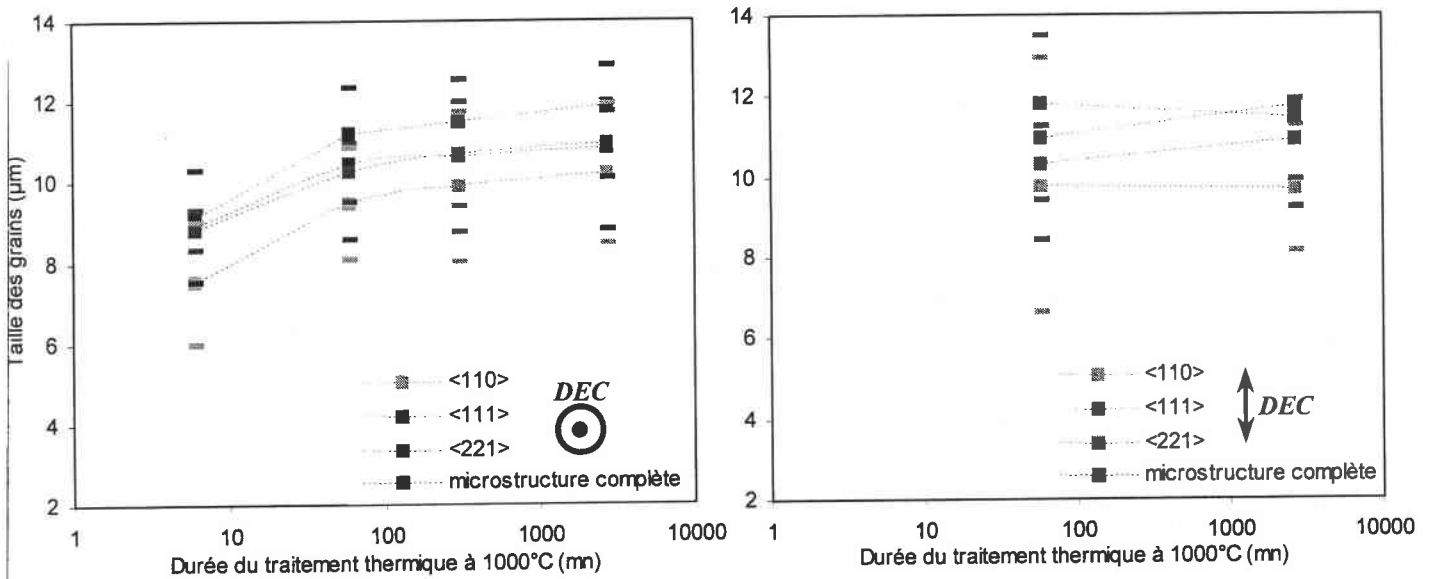


Figure IV.36 : Tailles des grains en fonction de leurs orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 16% puis recristallisés. Mesures effectuées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

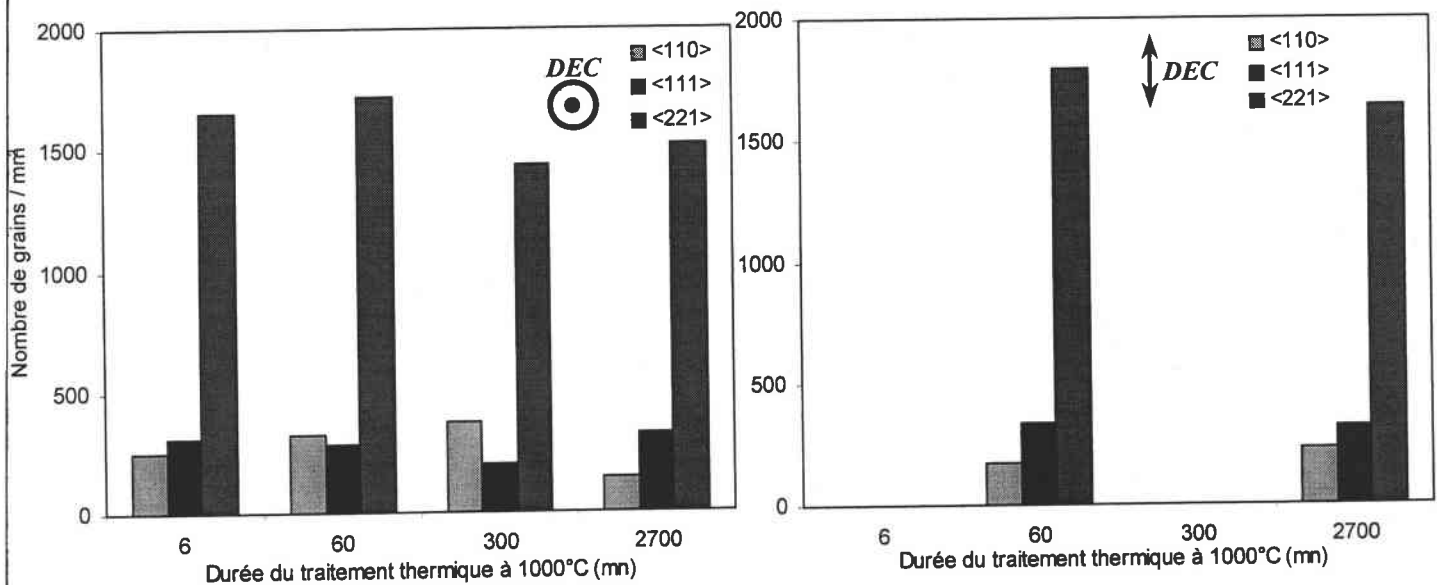


Figure IV.37 : Densités de grains en fonction de leurs orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 16% puis recristallisés. Mesures effectuées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

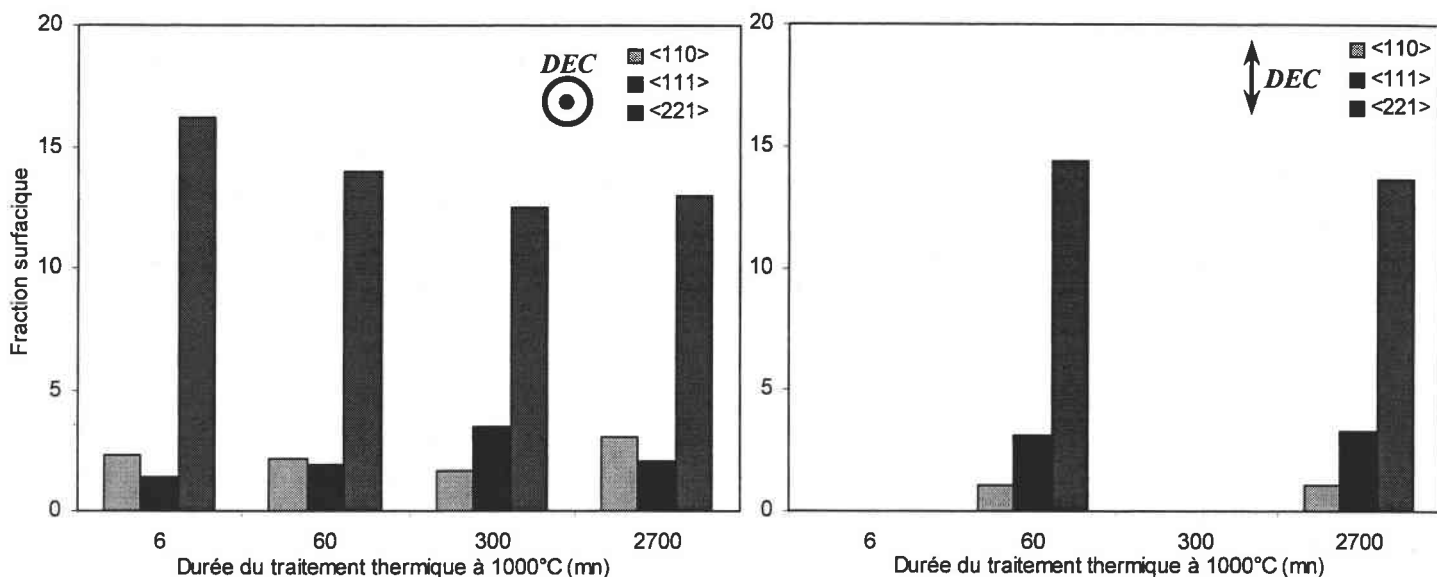


Figure IV.38 : Fractions surfaciques des microstructures en fonction des orientations lors des traitements thermiques anisochrones des matériaux déformés de 16% puis recristallisés. Mesures effectuées perpendiculairement (graphique de gauche) et parallèlement (graphique de droite) à l'axe DEC.

#### IV.5.5-Discussion

##### Effet des particules sur l'anisotropie des microstructures recristallisées

Les différences entre les microstructures recristallisées des matériaux BE 10 1H (grains larges et allongés dans l'axe d'extrusion + compression) et BE 16 1H (grains fins et équiaxes) rappellent celles qui ont déjà été observées dans d'autres alliages ODS (aciers ou superalliages) recristallisés. En effet, selon les conditions de déformation et de traitements thermiques, ces alliages peuvent également présenter les deux types de microstructures recristallisées observées avec l'alliage FeAl40 Grade 3 au cours de sa recristallisation statique.

La recristallisation des alliages ODS sous la forme de très gros grains très allongés dans l'axe de la barre est la conséquence de la présence de la dispersion d'oxydes. En effet, lorsque l'alliage est consolidé par filage ou par extrusion, il est clairement établi que les particules d'oxydes tendent à s'aligner le long de la direction de la barre [BHADESHIA 97]. Par conséquent, la distribution des particules n'est pas uniforme et de ce fait, la force de freinage de Zener limitant la mobilité des joints de grains n'est pas uniforme non plus. Elle est insuffisante pour inhiber la croissance des grains parallèlement à la direction de la barre. Toujours à cause de l'alignement des particules, il existe une anisotropie de la vitesse des joints de grains, et par conséquent de la croissance des grains, qui va être plus élevée dans la direction de la barre. Une microstructure plus équiaxe pourrait en théorie être obtenue en freinant la mobilité des joints de grains le long de la direction de la barre avec une répartition uniforme des particules.

La Figure IV.39 présente trois micrographies mettant en évidence l'alignement des précipités selon l'axe de la barre dans l'alliage renforcé Fe-40at.%Al. Les précipités sont alignés dans l'axe d'extrusion pour le matériau brut d'extrusion (Figure IV.39.a) et cet alignement n'est pas altéré après un traitement thermique à haute température (5 minutes à 1300°C) au cours duquel le matériau recristallise avec une microstructure très grossière et allongée dans l'axe de la barre (Figure IV.39.b). Comme cela a été observé au Chapitre III, l'alignement des précipités est également conservé après une déformation à haute température (compression

axiale de 50% à 1100°C du matériau brut d'extrusion, Figure IV.39.c). L'alignement des précipités étant conservé après une compression axiale de 50% à chaud, il doit certainement l'être pour les matériaux comprimés à froid de 10 et de 16%, ce qui n'a pas pu être vérifié expérimentalement du fait de la densité élevée de dislocations au sein de ces matériaux écrouis. Après le traitement thermique, les grains du matériau BE 10 1H ont donc recristallisé parallèlement à l'axe DEC entre des alignements de précipités qui, à la différence d'un traitement thermique à haute température (1300°C, Figure IV.39.b), n'ont pas exagérément grossi (Figure IV.14, page 129).

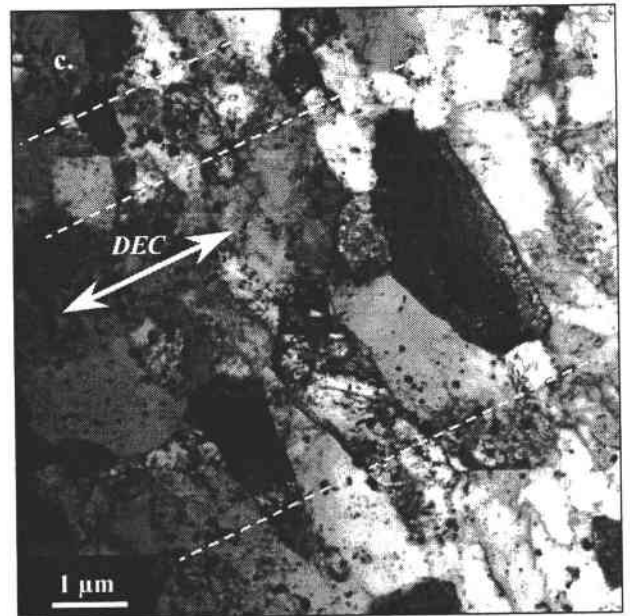
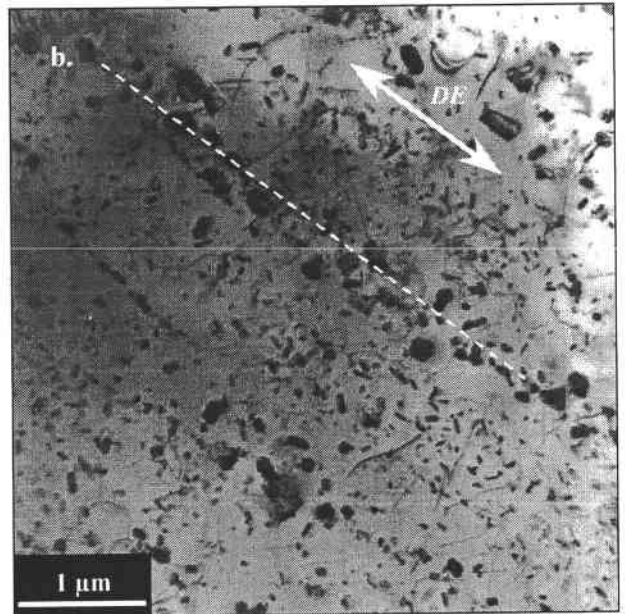
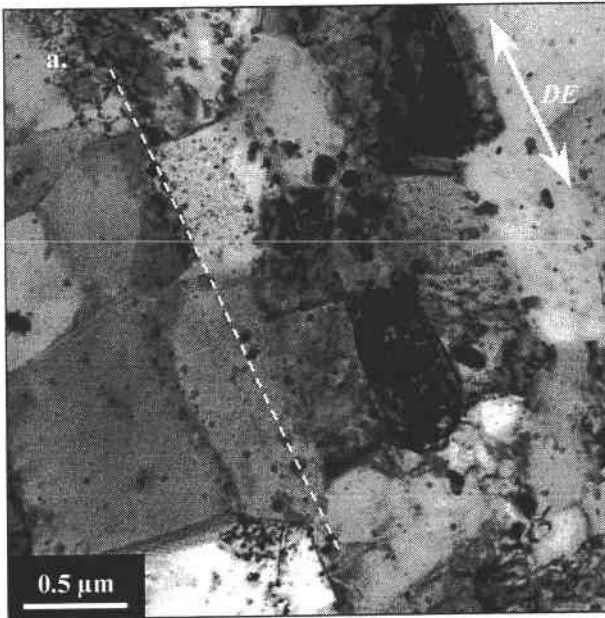


Figure IV.39 : Précipités alignés selon l'axe de la barre (noté DE ou DEC) dans l'alliage Fe-40at.%Al renforcé.

- IV.39.a, en haut à gauche : Matériau FIAC PL 1 (Brut d'extrusion à 1100°C)
- IV.39.b, en haut à droite : Matériau FeAl40 Grade 3 (Brut d'extrusion à 1100°C + traitement thermiquement 5 minutes à 1300°C, d'après [LENHARD 01])
- IV.39.c, ci-contre : Matériau FIAC PL 1c (Brut d'extrusion à 1100°C + compression axiale de 50% à 1100°C)

À partir d'observations expérimentales dans un alliage Al-Mn traité thermiquement, Nes et al. ont également démontré par le calcul qu'une anisotropie de la microstructure pouvait être générée par l'alignement des précipités lors de la croissance des grains [NES 85]. En effet, ces auteurs ont montré que, dans le cas d'une distribution non uniforme des particules, si celles-ci sont majoritairement alignées, la force de freinage sur les joints de grains est beaucoup plus importante dans la direction normale à l'alignement des particules. Cette anisotropie va alors être répercutée sur la morphologie des grains qui vont avoir tendance à croître en s'allongeant dans la direction parallèle à l'alignement des précipités.

Cette croissance est schématisée par la Figure IV.40.

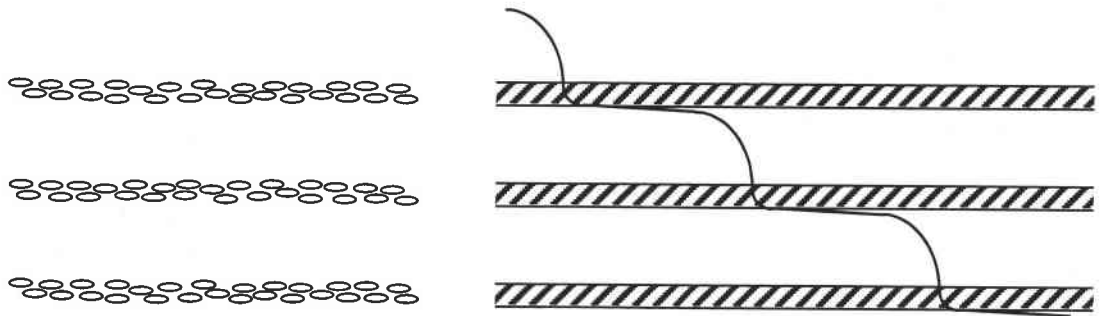


Figure IV.40 : Précipités alignés en bandes (schéma de gauche) et schématisation de la propagation d'un joint de grain à travers plusieurs bandes de précipités alignés (schéma de droite), d'après [NES 85].

### Anisotropie des microstructures et recristallisation primaire

L'alignement des précipités peut donc expliquer l'anisotropie de la microstructure du matériau recristallisé BE 10 1H. Cependant, la différence avec la microstructure équiaxe du matériau recristallisé BE 16 1H n'est toujours pas identifiée. De plus, l'évolution de la microstructure de recristallisation en fonction de la déformation initiale imposée est différente de ce qui a été déjà observé dans des alliages ODS recristallisés.

En effet, lorsque Capdevilla et al. étudient la recristallisation de tubes élaborés à partir de la poudre PM 2000, déformés à froid après l'extrusion par un procédé de déformation hétérogène combinant extrusion + torsion, ils observent également des microstructures de recristallisation totalement différentes selon le taux de déformation [CAPDEVILA 01a, CAPDEVILA 01b]. Par exemple, les grains recristallisés sont beaucoup plus fins et équiaxes dans le tube le moins déformé alors qu'ils sont plus larges et allongés dans le tube le plus déformé. Le tube le plus déformé est représentatif de la déformation la plus homogène. D'après l'observation de la microstructure déformée (dislocations réparties uniformément) et la géométrie des échantillons après la compression, la déformation des matériaux BE 10 et BE 16 est homogène. Les tendances observées par les précédents auteurs sont donc différentes de celles effectuées sur les matériaux recristallisés BE 10 1H et BE 16 1H.

Par ailleurs, lorsque Chou et Bhadeshia étudient l'effet de "pré-traitements" thermiques sur la recristallisation de l'acier ODS MA 957, ils observent une microstructure recristallisée très large et très allongée dans l'axe de la barre pour une durée de "pré-traitement" thermique courte puis équiaxe pour une durée plus longue [CHOU 93]. Or, une courte durée de "pré-traitement" thermique avant le traitement thermique de recristallisation proprement dit correspond à une énergie stockée, ou une densité de dislocations, plus élevée que pour une longue durée. Dans la présente étude, les tendances sont inversées. En effet, le matériau déformé de 10% est celui pour lequel l'énergie stockée est théoriquement plus faible que celle du matériau déformé de 16% mais sa microstructure recristallisée est large et allongée après le traitement thermique.

La phénoménologie de la recristallisation statique étudiée dans l'alliage FeAl40 Grade 3 déformé de 10 et de 16% est donc différente de celle des alliages ODS mentionnés ci-dessus et étudiée plus en détail au Chapitre I. La recristallisation primaire a eu lieu dans les matériaux BE 10 1H et BE 16 1H. Comme cela a été discuté au paragraphe IV.4.5, des germes puis des nouveaux grains ont consommé toute la matrice écrouie. Pour les autres aciers ODS ci-dessus, il s'agit toujours de recristallisation statique car déformation et traitement thermique sont dissociés mais le mécanisme est différent. Ce mécanisme repose sur le principe que la recristallisation est initiée par la courbure des joints de grains associé au fait que la taille des grains dans les alliages ODS est très petite par rapport à celle d'alliages classiques [BHADESHIA 97, SHA 97]. La

recristallisation primaire est absente du mécanisme de recristallisation, seule la croissance est activée. Ce mécanisme a davantage été exposé au paragraphe I.7.3 du Chapitre I (pages 27 à 29).

### Grossissement des grains et croissance anormale

L'anisotropie de la microstructure du matériau déformé de 10% puis traité thermiquement (2 minutes à 1000°C) est déjà présente à la fin de la recristallisation primaire. Cette anisotropie se renforce au cours de la croissance des grains. En revanche, pour les matériaux déformés de 16%, la microstructure demeure équiaxe à la fin de la recristallisation primaire. L'objectif de ce paragraphe est d'identifier le mécanisme de croissance normale ou anormale de la microstructure des matériaux recristallisés après 10% de déformation et plus particulièrement des grains orientés au voisinage de la direction  $\langle 111 \rangle$ .

L'apparition de la croissance normale ou de la croissance anormale des grains peut être prédite par la valeur du nombre adimensionné de Zener calculé à partir de l'équation 5 du Chapitre I [HUMPHREYS 97b]. Selon la valeur de ce nombre, plusieurs régimes de croissance peuvent être prédits.

La taille moyenne des grains du matériau déformé de 10% puis recristallisé après 2 minutes à 1000°C, mesurée selon une coupe perpendiculaire à l'axe DEC, est de 26  $\mu\text{m}$  et augmente jusqu'à 31.5  $\mu\text{m}$  après 1 heure. Selon une coupe parallèle, elle passe de 30 à 52  $\mu\text{m}$ . Lorsque le matériau brut d'extrusion est comprimé à froid de 10% puis recristallisé après 1 heure à 1100°C, la taille des particules évolue modérément en passant de 18 à 23 nm [MORRIS 97]. Après 2 minutes à 1000°C pour la même déformation, il semble correct de considérer que la taille des particules n'a pratiquement pas évolué et reste très proche de celle du matériau brut d'extrusion, soit 18 nm.

Afin de savoir quel régime contrôle la croissance de la microstructure du matériau BE 10 2M pour obtenir celle du matériau BE 10 1H, le nombre de Zener est calculé avec les données relatives à la microstructure du matériau BE 10 2M. Z vaut 21.6 pour la coupe perpendiculaire et 25 pour la coupe parallèle. Ces valeurs sont exceptionnellement très élevées et correspondent sur le graphique de la Figure I.8 du Chapitre I (page 18) à un régime de stabilité de la microstructure. Aucune croissance ne devrait donc en théorie être observée alors qu'elle est effectivement constatée expérimentalement. Ceci concorde également avec la théorie de Hillert, la large taille des grains à la fin de la recristallisation primaire ne devrait pas permettre la croissance normale ou anormale des grains après une heure à 1000°C dans le cas du matériau déformé de 10% puisqu'elle n'est pas observée après 16% de déformation [HILLERT 65].

Au moins deux raisons peuvent expliquer ces valeurs de Z très élevées alors que de la croissance est quand même observée dans l'alliage FeAl40 Grade 3.

(i) Tout d'abord, le nombre adimensionné de Zener ainsi que la force de freinage, calculée à partir de l'équation 1 du Chapitre I, sont valables pour une distribution uniforme des particules ce qui n'est pas le cas dans l'alliage FeAl40 Grade 3 comme le montre les micrographies de la Figure IV.39 puisque les plus grosses particules sont alignées dans l'axe de la barre. D'après l'équation 6 du Chapitre I, la pression de Zener peut être corrigée en tenant compte de l'espacement entre l'alignement des particules et de la largeur de cet alignement. Bien qu'apparaissant alignés sur les micrographies de la Figure IV.39, il n'y a cependant pas de périodicité dans cet alignement permettant d'estimer avec précision la distance moyenne séparant chaque alignement de grosses particules et l'épaisseur de ces alignements.

(ii) La seconde raison provient de la texture de déformation du matériau et de celle de la croissance des grains après sa recristallisation. D'après Humphreys, d'un point de vue métallurgique, la croissance

anormale d'une microstructure équiaxe dont la taille des grains est uniforme peut avoir lieu dans deux situations : si la recristallisation continue ou la croissance normale des grains est entravée par une dispersion de particules ou si le matériau brut de déformation est fortement texturé [HUMPHREYS 97a]. En effet, en présence d'une composante de texture très marquée, la désorientation moyenne des grains est faible et il y a beaucoup de joints de grains faiblement désorientés (donc peu mobiles) tandis que si la texture est beaucoup plus faible, les joints de grains ont une désorientation plus élevée.

Si quelques grains ayant des orientations différentes de celles des autres grains du reste de la matrice orientés dans une composante de texture marquée, sont présents, leurs joints de grains sont fortement désorientés et donc très mobiles. Le degré de désorientation est un paramètre déterminant dans la croissance anormale ou normale d'un grain. Par exemple, ces deux conditions sont satisfaites pour le matériau brut d'extrusion BE dont la texture de déformation est  $\langle 110 \rangle$  mais ce sont les quelques grains  $\langle 111 \rangle$  également présents après l'extrusion qui vont croître anormalement. Le modèle de Humphreys prédit donc qu'en présence d'une forte texture, la croissance anormale des grains va résulter en des grains très gros (ce qui est le cas lorsque le matériau BE est traité thermiquement à 1300°C). En revanche, si la texture de déformation est beaucoup plus étalée autour d'une composante principale, la croissance anormale va résulter en des grains qui sont seulement 2 à 5 fois plus gros que les grains qui ont cru normalement (par exemple, la texture de déformation du matériau BE 10). Ceci conduit à une distribution des tailles des grains beaucoup plus étalée que lors d'une croissance normale, toutefois, elle n'est pas bimodale [HUMPHREYS 97a].

D'après les analyses quantitatives des microstructures, à la fin de la recristallisation primaire, mesurés selon une coupe perpendiculaire à l'axe DEC, les grains  $\langle 111 \rangle$  ont un léger avantage en taille sur les grains  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$  (27.6  $\mu\text{m}$  contre respectivement 25.4 et 22.2  $\mu\text{m}$ , graphique de gauche de la Figure IV.32). Il en est de même selon une coupe parallèle à l'axe DEC (31.4  $\mu\text{m}$  contre 26.6 et 28  $\mu\text{m}$ , graphique de droite de la Figure IV.32). Après 1 heure, la taille des grains  $\langle 111 \rangle$  est de 90  $\mu\text{m}$  contre 43  $\mu\text{m}$  pour les grains  $\langle 110 \rangle$  et 41  $\mu\text{m}$  pour les grains  $\langle 331 \rangle$ . Les grains  $\langle 111 \rangle$  ont doublé leur taille par un mécanisme de croissance anormale. La texture des matériaux déformés de 10% est faible et très étalée entre les composantes idéales  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 441 \rangle$ . Ce mécanisme concorde avec les précédentes prédictions du modèle de Humphreys [HUMPHREYS 97a]. La composante de texture  $\langle 111 \rangle$  qui apparaît après 1 heure à 1000°C (ODF BE 10 1H de la Figure IV.31) est la composante de croissance anormale car elle n'apparaît pas après 2 minutes (ODF BE 10 2M).

La croissance anormale des grains  $\langle 111 \rangle$  est à relier avec la mobilité plus facile des joints de grains des grains  $\langle 111 \rangle$ . Ces grains s'élargissent au début de l'étape de croissance des grains entre 2 et 6 minutes puis s'allongent entre 6 minutes et 1 heure. Plusieurs études ont mis en évidence la croissance préférentielle des grains  $\langle 111 \rangle$  par croissance normale ou anormale du fait de la mobilité plus élevée de leurs joints de grains. Cette mobilité a été observée dans le cas de croissance normale ou anormale.

*(i) Croissance normale des grains  $\langle 111 \rangle$ .* Harris et al. ont étudié un alliage Ni-50at.%Al (ordonné B<sub>2</sub>), fondu par induction, coulé sous forme de lingots puis extrudé à 880°C avec un rapport d'extrusion de 12:1 [HARRIS 98]. Brut d'extrusion, la microstructure est équiaxe avec une taille des grains de 9  $\mu\text{m}$  et la texture consiste en une fibre majoritaire  $\langle 110 \rangle$  d'intensité 3 et une fibre  $\langle 111 \rangle$  minoritaire d'intensité 2. Après un traitement thermique d'une heure à 1000°C, la taille des grains est de 84  $\mu\text{m}$ , la composante  $\langle 110 \rangle$  diminue à l'intensité 1 au profit de la composante  $\langle 111 \rangle$  d'intensité 2 et très étalée. À l'aide de la technique EBSD, ces auteurs ont observé que la taille des grains orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$  est plus élevée que la taille moyenne de toute la microstructure. Cette taille plus élevée provient du fait que les grains  $\langle 111 \rangle$  ont des joints de grains plus mobiles qui leur donnent un avantage pour croître en absorbant les autres grains. Ici, la composante  $\langle 111 \rangle$  n'apparaît pas comme une composante de recristallisation primaire (germination de



nouveaux grains qui vont absorber une matrice écrouie) mais comme une composante de croissance des grains orientés  $\langle 111 \rangle$  déjà présents dans le matériau brut d'extrusion [HARRIS 98]. Ce résultat indique que les grains orientés dans la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  ont une croissance avantagée lors de la croissance normale des grains, il s'agit d'une croissance sélective et normale.

**(ii) Croissance anormale des grains  $\langle 111 \rangle$ .** Lorsque Samajdar et al. étudient la recristallisation de l'alliage FeAl40 Grade 3 avec des traitements thermiques à hautes températures (1300°C), ils obtiennent également une forte texture  $\langle 111 \rangle$  associée à des grains très larges et très allongés dans l'axe de la barre [SAMAJDAR 98]. Cette texture et cette microstructure sont favorisées lorsque les traitements thermiques sont longs ou lorsque la montée en température est rapide. D'autres composantes plus faibles sont également présentes, à savoir la composante  $\langle 110 \rangle$  (la texture de déformation) et la composante  $\langle 411 \rangle$ .

Les très gros grains  $\langle 111 \rangle$  proviennent de la croissance anormale des quelques petits grains équiaxes  $\langle 111 \rangle$  déjà présents dans le matériau après l'extrusion et ayant la même taille que les autres grains  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 411 \rangle$ . La croissance des grains  $\langle 111 \rangle$  au cours du traitement thermique ne provient donc pas d'un avantage de taille dès le début de la croissance alors que ceci semble être le cas pour le matériau BE 10 2M. L'étude détaillée des caractéristiques des joints de grains, effectuée par Samajdar et al., a permis de comprendre pourquoi ce sont les grains  $\langle 111 \rangle$  qui sont sélectionnés préférentiellement pour la croissance anormale [SAMAJDAR 98]. Les grains  $\langle 111 \rangle$  ont la plus faible probabilité de rencontrer des joints de grains de faible désorientation et donc de faible mobilité. Autrement dit, ce sont les grains  $\langle 111 \rangle$  qui devrait avoir la croissance la plus facile parmi les trois orientations étudiées. De plus, les grains  $\langle 111 \rangle$  ont la plus grande probabilité de posséder des joints de grains ayant de faibles énergies (CSL  $\Sigma 3$ - $\Sigma 9$ ). Dans un matériau tel que l'alliage FeAl40 Grade 3, où l'ancrage dû aux particules est significatif, les joints de grains de faibles énergies (faibles CSL) ont plus de chance d'échapper à l'ancrage d'où la croissance anormale possible des grains  $\langle 111 \rangle$ .

L'avantage en taille des grains  $\langle 111 \rangle$  à la fin de la recristallisation primaire et le fait que ces grains ont plus de chance d'échapper à l'ancrage du fait de leur faible CSL font que la croissance anormale des grains  $\langle 111 \rangle$  après 1 heure à 1000°C est possible. Si ces grains peuvent s'affranchir plus facilement de l'ancrage, leur croissance est petit à petit ralentie par les particules et le franchissement des alignements de précipités se fait par des "marches" comme le montre le schéma de droite de la Figure IV.40. Ceci leur confère leur forme allongée et leurs extrémités parfois très ondulées comme celles d'un même grain indiquées par des flèches sur la cartographie d'orientations de la Planche IV.3.c (page 170). Sur cette cartographie, et d'après la Figure IV.35, il est également intéressant de noter que les grains  $\langle 110 \rangle$  sont beaucoup plus effilés que les grains  $\langle 111 \rangle$  et  $\langle 331 \rangle$ . Deux raisons peuvent expliquer cette morphologie. **(i)** Ces grains  $\langle 110 \rangle$  ont pu être consommés par les grains  $\langle 111 \rangle$  adjacents. **(ii)** Les grains  $\langle 110 \rangle$  ont plus de difficulté à s'échapper de l'ancrage des particules pour s'élargir dans la direction perpendiculaire l'axe DEC, ils ne peuvent alors croître que selon la direction DEC. Ce mécanisme est représenté par le joint de grain dessiné sur la Figure I.9 du Chapitre I.4 (page 18). La portion courbée BC ne subit aucun freinage, le grain ne peut alors que s'étendre dans l'espace délimité par les alignements des particules d'où sa forme très fine.

Concernant les matériaux recristallisés après 16% de déformation à froid, il n'y a pas de grains orientés dans une direction préférentielle ayant un avantage significatif en taille sur d'autres grains d'après les deux graphiques de la Figure IV.36. Les tailles des grains  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 221 \rangle$  évoluent de manière identique au cours des traitements thermiques anisochrones. Ainsi, à la différence du matériau recristallisé après 10% de déformation, les grains  $\langle 111 \rangle$  ne prennent pas l'avantage sur les autres grains. Les autres analyses quantitatives de la microstructure confirment cette évolution uniforme. La croissance des grains est uniforme pour tous les grains, il s'agit donc de croissance normale.



Une déformation de 10% n'est pas trop éloignée de l'écroutissage critique de 8%. Lorsque la recristallisation primaire est terminée et la croissance a déjà commencé, la densité de grains est de 1500 grains/mm<sup>2</sup> pour le matériau déformé de 10% alors qu'elle est de 11500 pour le matériau déformé de 16%. La raison principale invoquée jusqu'à maintenant qui pourrait donc expliquer la différence avec les matériaux recristallisés après 10% de déformation est la densité de germes qui est beaucoup plus élevée après 16% de déformation.

Au cours de la recristallisation primaire, la croissance de chaque germe pour former un nouveau grain est alors très rapidement limitée par les autres germes croissant qui l'entourent. Il en est de même au cours de l'étape de croissance des grains. Par conséquent, étant plus nombreux, la taille des nouveaux grains diminue et la microstructure finale est équiaxe. L'alignement de la dispersion de particules ne favorise pas l'allongement de la microstructure dans l'axe DEC. Les nombreux germes croissent et occupent rapidement l'espace délimité par deux alignements de particules. L'exemple d'un tel assemblage de grains est indiqué, entouré par une ellipse blanche, sur la cartographie d'orientations de la Planche IV.4.b (page 171). La croissance de la microstructure étant uniforme et limitée par le nombre de grains, une texture particulière de croissance ne peut pas se développer ce qui explique que la texture après 45 heures à 1000°C est peu différente de celle obtenue à la fin de la recristallisation primaire.

#### Sensibilité de l'alliage à de faibles variations de contraintes

L'effet de la densité de germes, fonction de la contrainte appliquée, au début de la recristallisation primaire sur l'orientation de la microstructure, et plus particulièrement le développement de la composante  $\langle 111 \rangle$  par croissance anormale au cours de la croissance, est confirmée par les cartographies d'orientations du matériau BE 8 1H sur les Planches IV.5 (page 172) et IV.6 (pages 173 et 174).

Les cartographies d'orientations des Planches IV.5.a et IV.6.a ont été réalisées sur les grains très larges observés sur l'échantillon BE 8 1H, c'est-à-dire sur la zone "R1" de la Figure IV.11. Ces grains, coloriés en bleu sur les cartographies, sont orientés dans la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$ .

Selon une coupe perpendiculaire à l'axe DEC (Planche IV.5.a), la texture  $\langle 111 \rangle$  est très marquée.

Selon une coupe parallèle (Planche IV.6.a), deux composantes sont présentes, dont une proche de  $\langle 111 \rangle$ . Ces deux composantes sont fortement révélées car les quatre très gros grains indexés n'ont pas la même orientation.

Les différentes zones coloriées en jaune sont des zones non indexées par le système EBSD du fait de la trop faible qualité des clichés de Kikuchi. Cependant, quelques indexations, représentées par quelques points coloriés en vert (cartographie de la Planche IV.5.a), sont orientées dans la direction  $\langle 110 \rangle$ , il s'agit donc en fait de zones non recristallisées.

La tendance générale indique que les gros grains proches de la matrice écrouie sont orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$  et fortement allongés selon l'axe DEC. À partir de ces cartographies et de la Figure IV.11, il peut être conclu que les larges grains orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$  ont germé puis immédiatement grossi de façon anormale en consommant la matrice écrouie. Ce mécanisme a été possible car leur croissance n'a pas été freinée par d'autres nouveaux grains recristallisés issus de germes orientés différemment.

Lorsque la densité de germes augmente, le développement de la composante  $\langle 111 \rangle$  par croissance anormale est très atténué voire impossible.

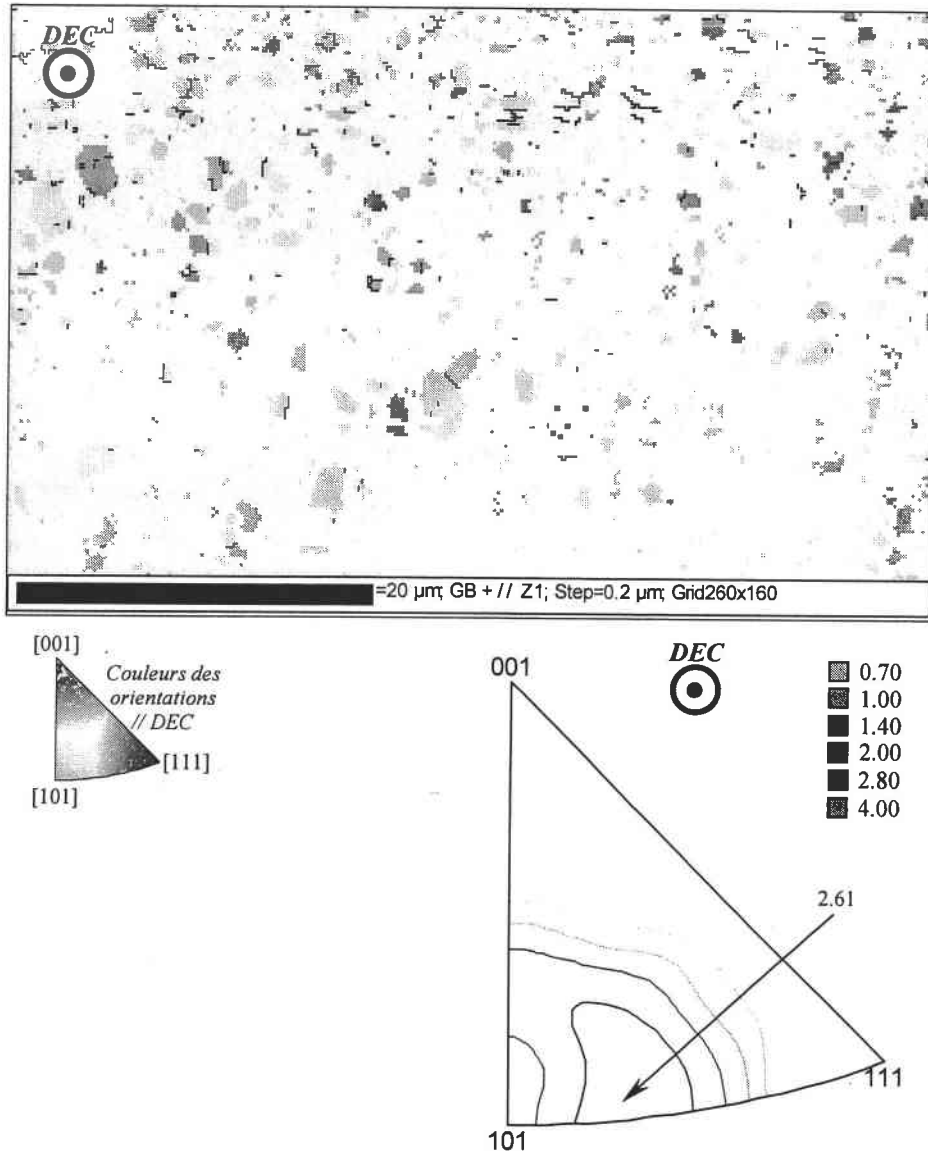
La Planche IV.5.b présente la mesure EBSD effectuée sur la zone "R2" de l'échantillon BE 8 1H. Dans cette zone, la densité de germes au début de la recristallisation primaire est plus élevée que dans la zone "R1". Les grains  $\langle 111 \rangle$  sont moins larges, leur croissance anormale ayant été freinée par la présence d'autres grains ayant des orientations différentes, notamment entre les composantes idéales  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  (couleur rouge rosé) et entre  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$  (couleur bleu verdâtre). L'intensité de la fibre  $\langle 111 \rangle$  a "chuté" à la valeur 5.

La Planche IV.6.b présente une mesure EBSD réalisée à la fin (portion droite) et au-delà de la zone "R2" (portion gauche). La tranche étudiée est proche de la périphérie de l'échantillon. La portion gauche est de plus, proche de la zone de contact de l'essai de compression, c'est-à-dire là où la déformation est la plus hétérogène. La portion droite montre que la microstructure devient de moins en moins équiaxe, la texture  $\langle 111 \rangle$  est atténuée. Toutefois, les grains  $\langle 111 \rangle$ , à quelques exceptions, restent les plus anisotropes. La portion gauche, où la déformation est la plus élevée, montre une microstructure quasi équiaxe. La densité de germes au début de la recristallisation primaire y est plus élevée. Les grains  $\langle 111 \rangle$  n'ont pu se développer par croissance anormale. La microstructure a grossi par croissance normale et la texture est proche de la composante  $\langle 221 \rangle$ .

Ces deux mesures confirment que la composante  $\langle 111 \rangle$  est une composante de croissance anormale lorsque la croissance est possible.

De plus, elles concordent avec le fait que les textures de recristallisation des matériaux BE 16 1H et BE 20 1H ne présentent pas la composante  $\langle 111 \rangle$  majoritaire. Aux taux de déformation plus élevés, 16 et 20%, la densité de germes étant beaucoup plus élevée, la croissance de chaque grain va être limitée puisque les nouveaux germes, plus nombreux et très proches les uns des autres grossissent et se rencontrent mutuellement très rapidement. Les grains orientés dans la direction  $\langle 111 \rangle$  ne peuvent plus croître librement en consommant d'autres grains contrairement aux observations effectuées sur la zone "R1" du matériau BE 8 1H et sur le matériau BE 10 1H, lorsque la densité de germes est plus faible.

**Planche IV.1 : Données EBSD mesurées selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre des matériaux comprimés à froid de 10% puis traités thermiquement à 1000°C.**



*Planche IV.1.a : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée du matériau BE 10 1M selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.*

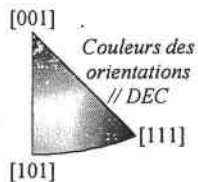
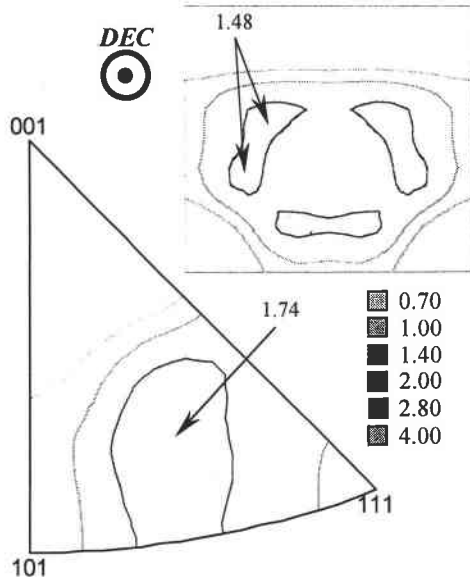
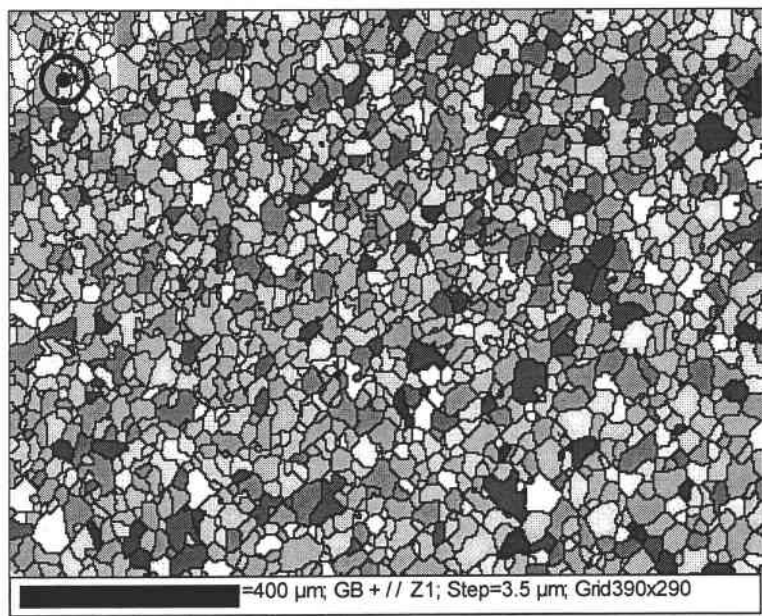


Planche IV.1.b : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 10 2M** selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

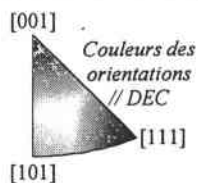
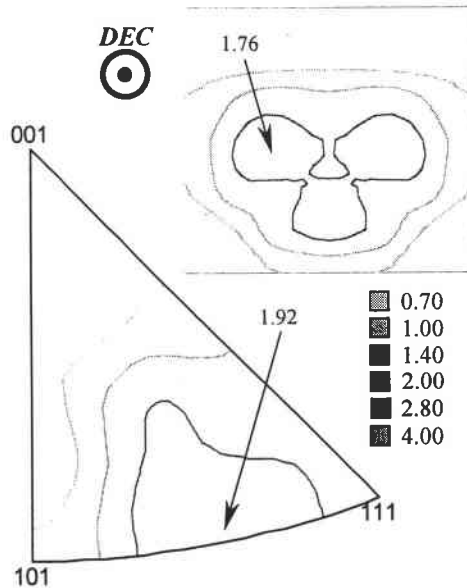
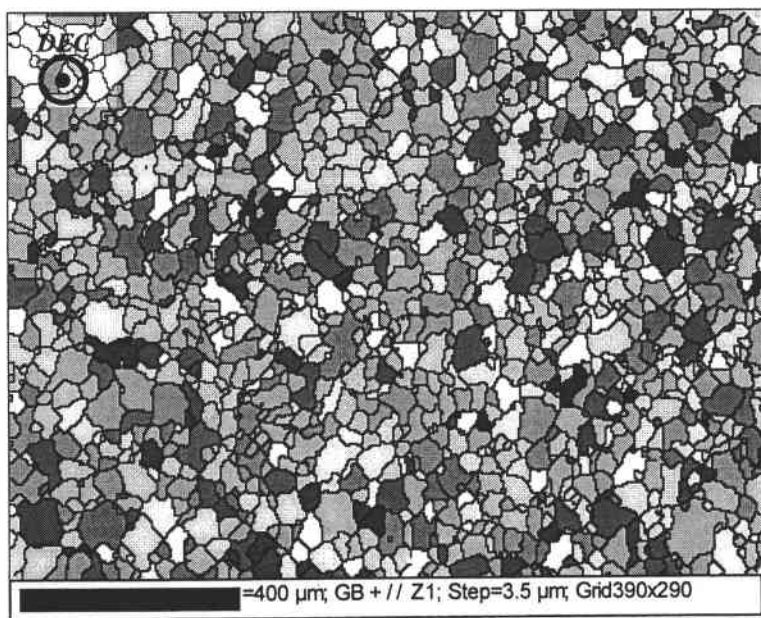


Planche IV.1.c : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 10 6M** selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

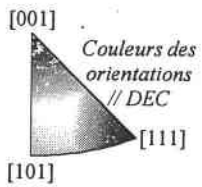
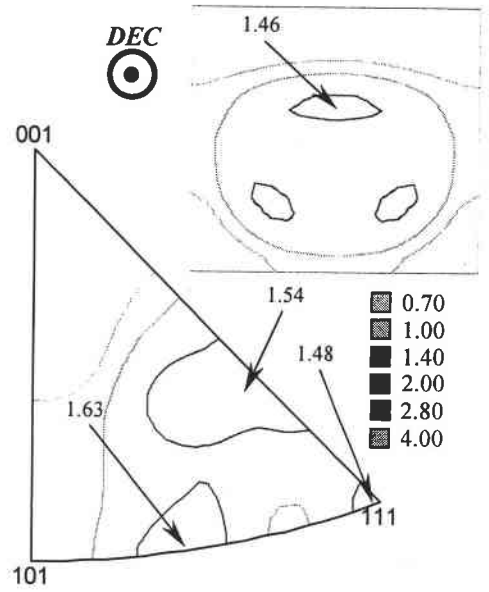
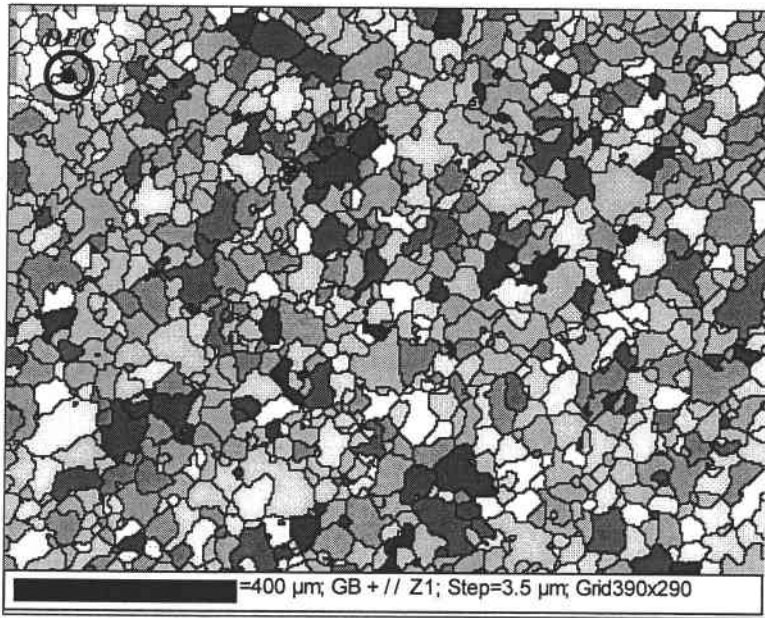
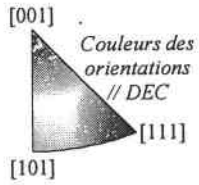
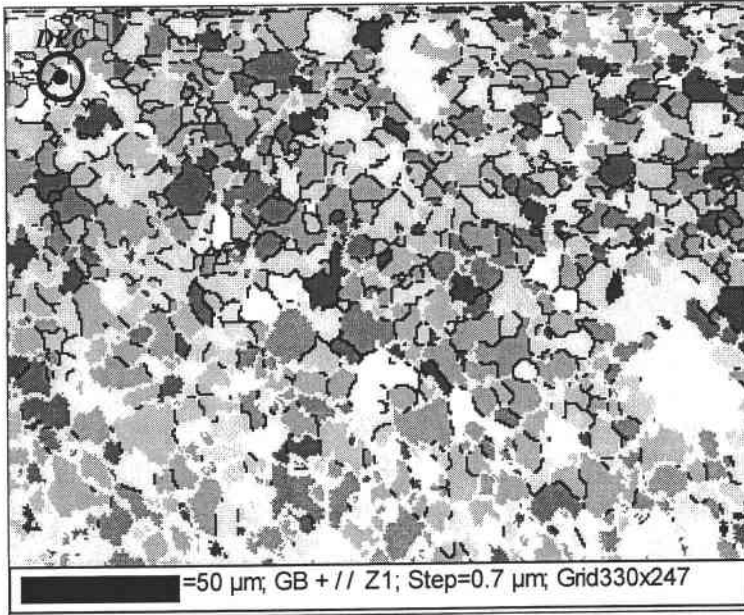
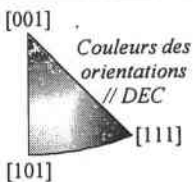
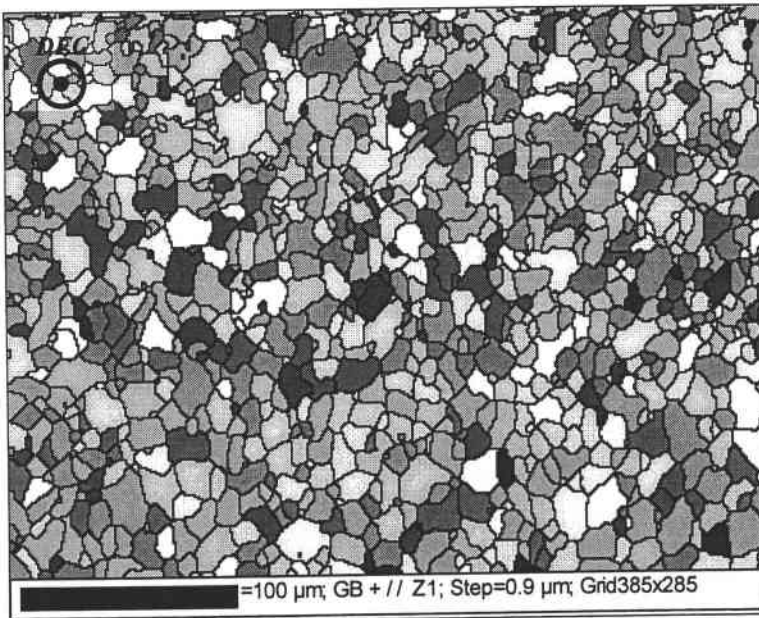
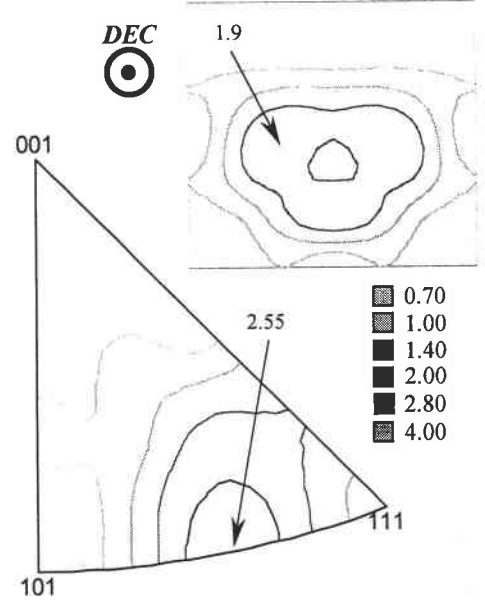


Planche IV.1.d : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 10 1H** selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

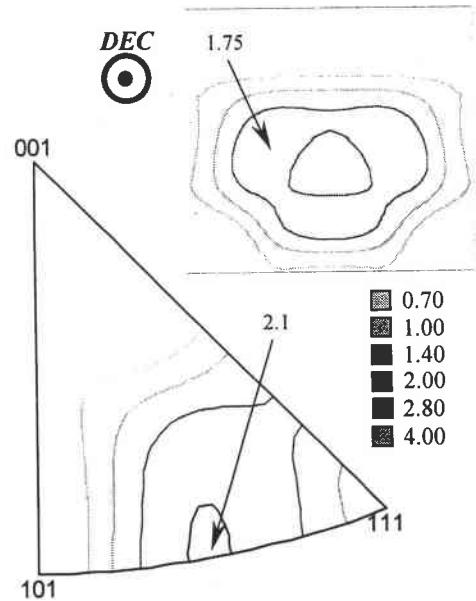
**Planche IV.2 : Données EBSD mesurées selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre des matériaux comprimés à froid de 16% puis traités thermiquement à 1000°C.**



*Planche IV.2.a : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau BE 16 1M selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.*



*Planche IV.2.b : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau BE 16 6M selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.*





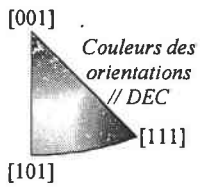
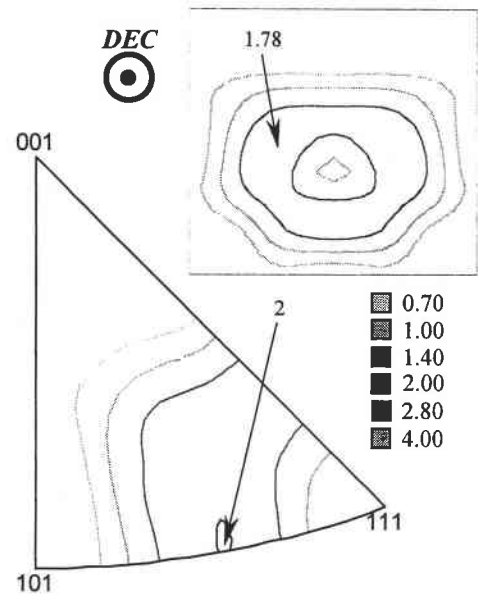
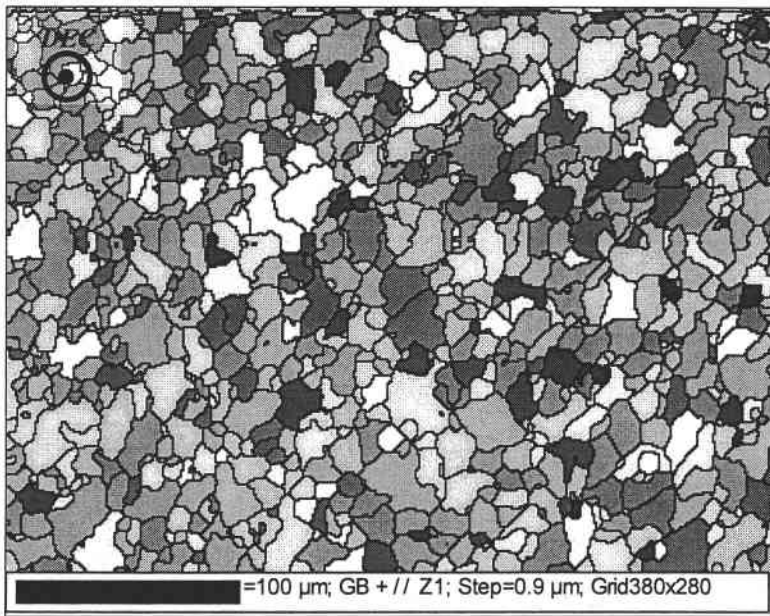


Planche IV.2.c : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 16 1H** selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

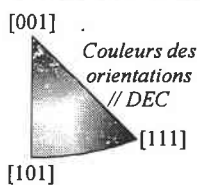
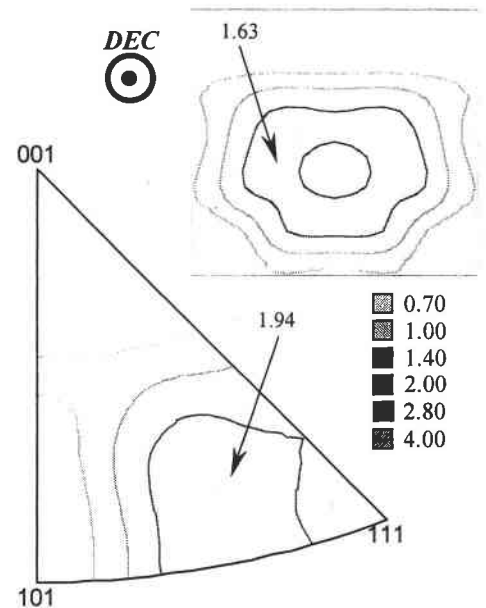
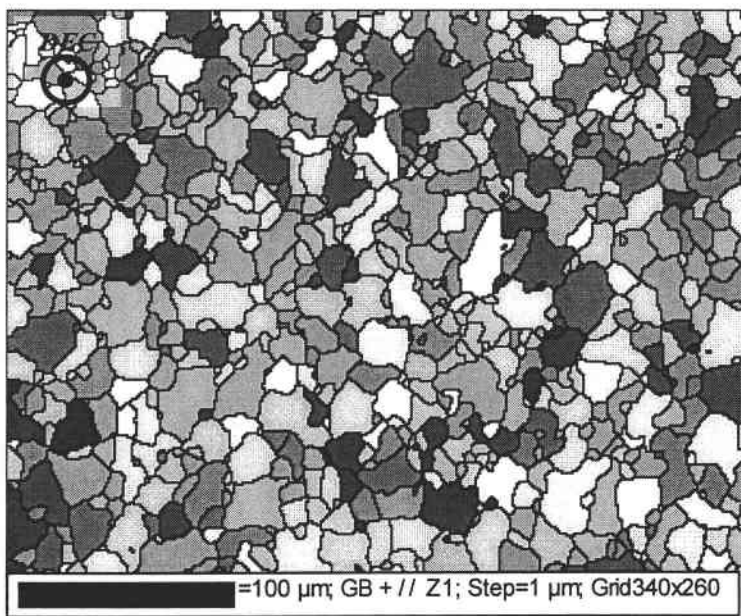
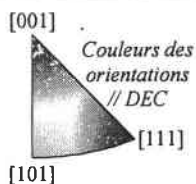
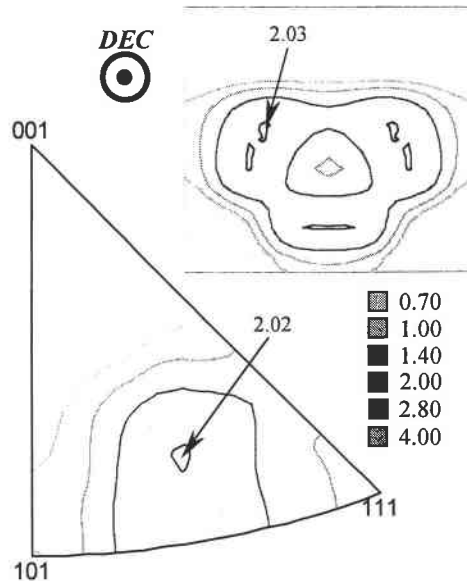
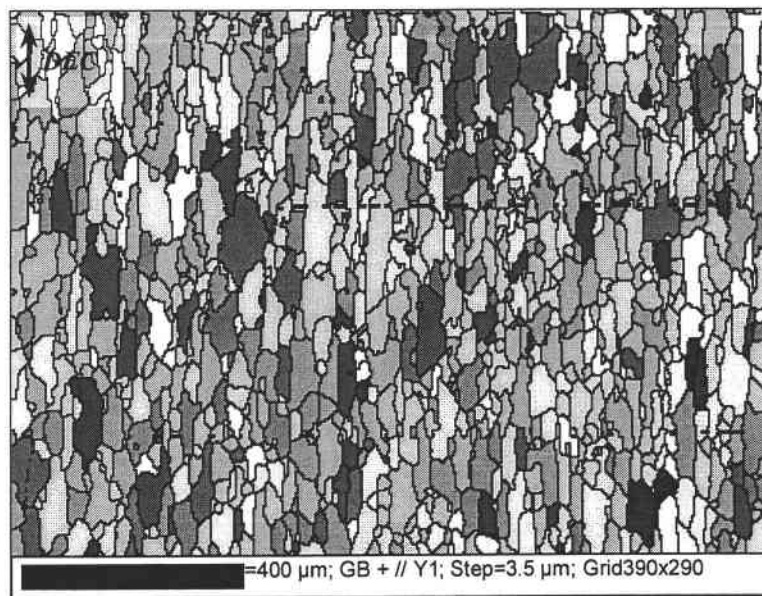
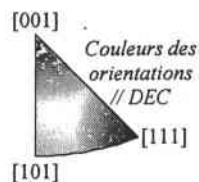
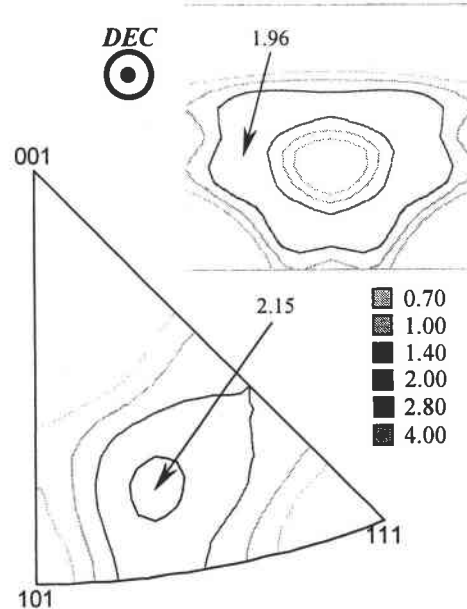
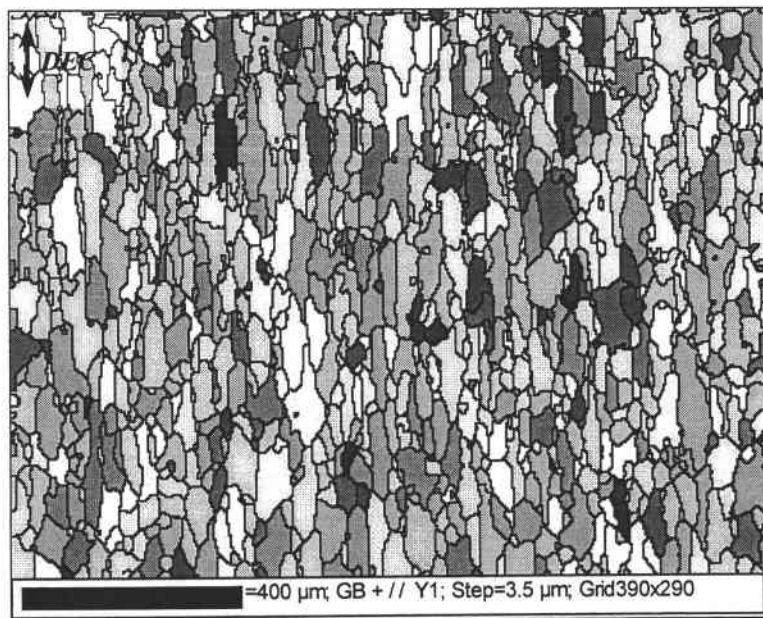


Planche IV.2.d : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 16 45H** selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre.

**Planche IV.3 : Données EBSD mesurées selon une coupe parallèle à l'axe de la barre des matériaux comprimés à froid de 10% puis traités thermiquement à 1000°C.**



*Planche IV.3.a : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau BE 10 2M selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*



*Planche IV.3.b : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau BE 10 6M selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*



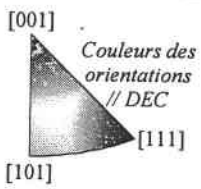
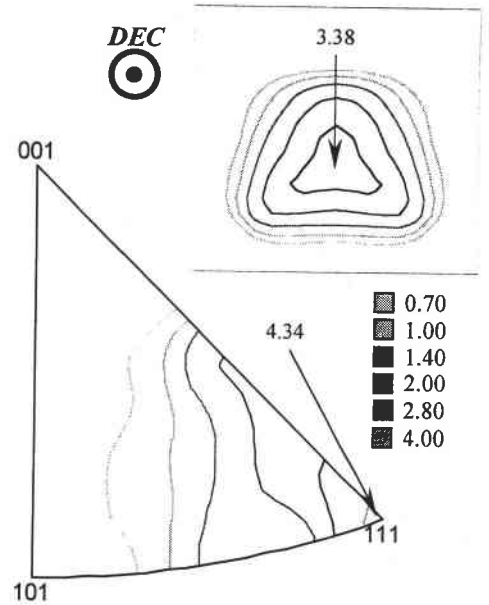
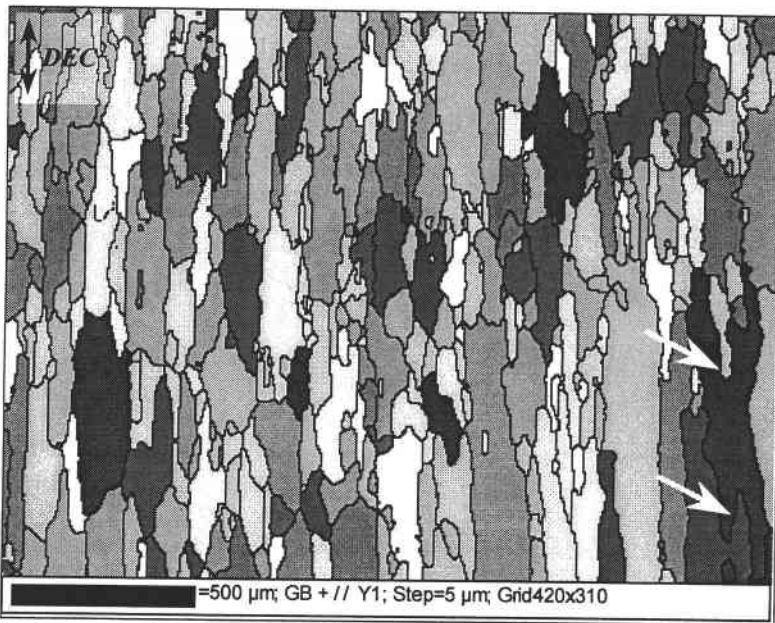
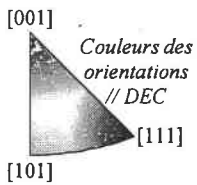
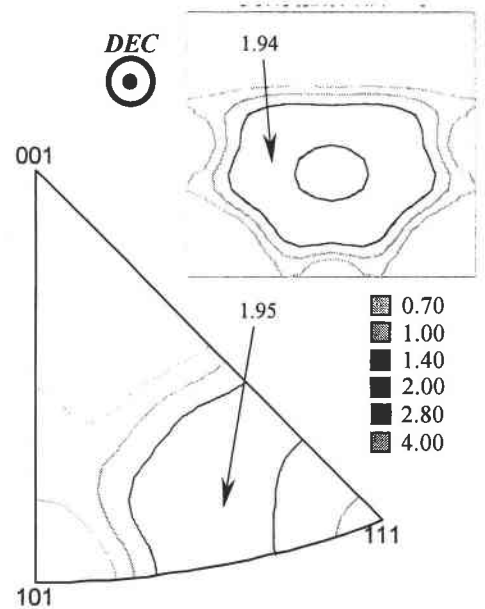
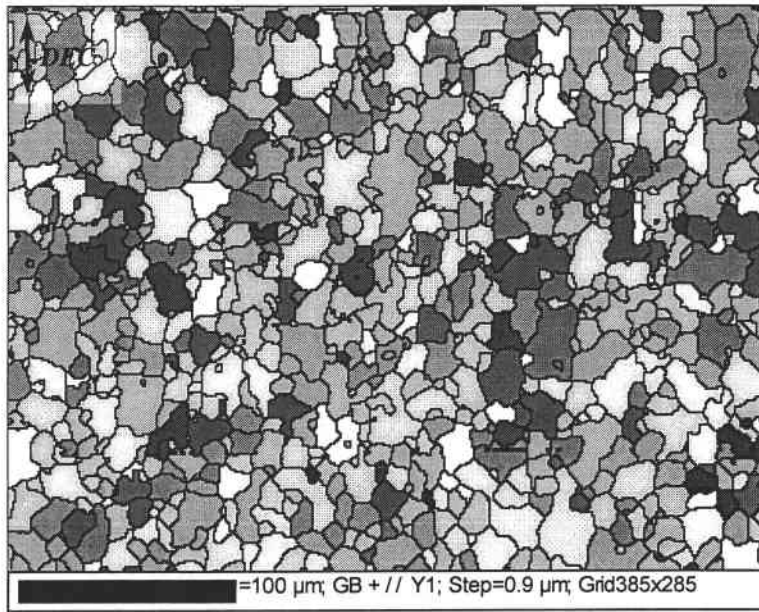
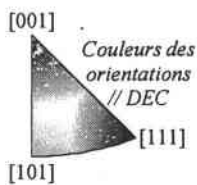
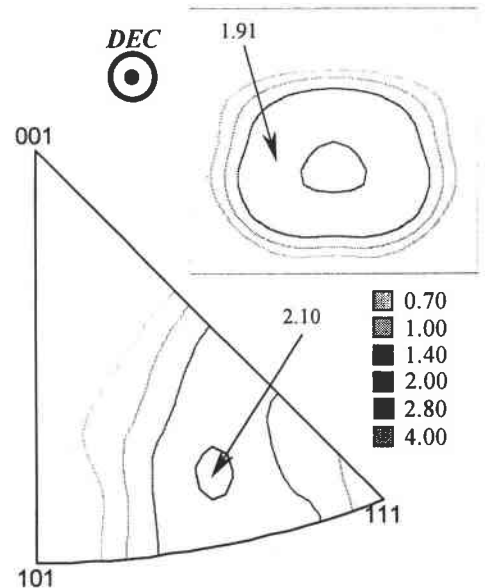
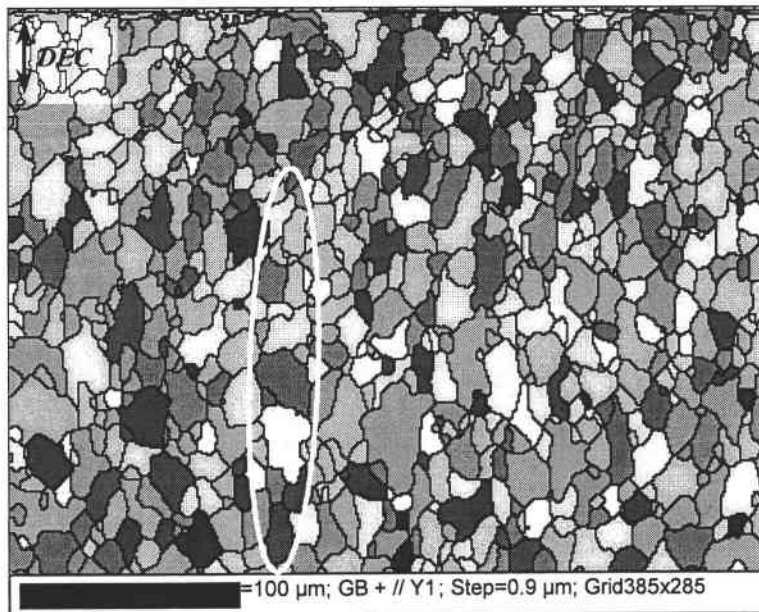


Planche IV.3.c : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 10 1H** selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.

**Planche IV.4 : Données EBSD mesurées selon une coupe parallèle à l'axe de la barre des matériaux comprimés à froid de 16% puis traités thermiquement à 1000°C.**

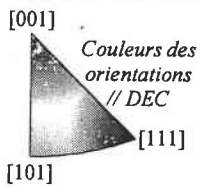
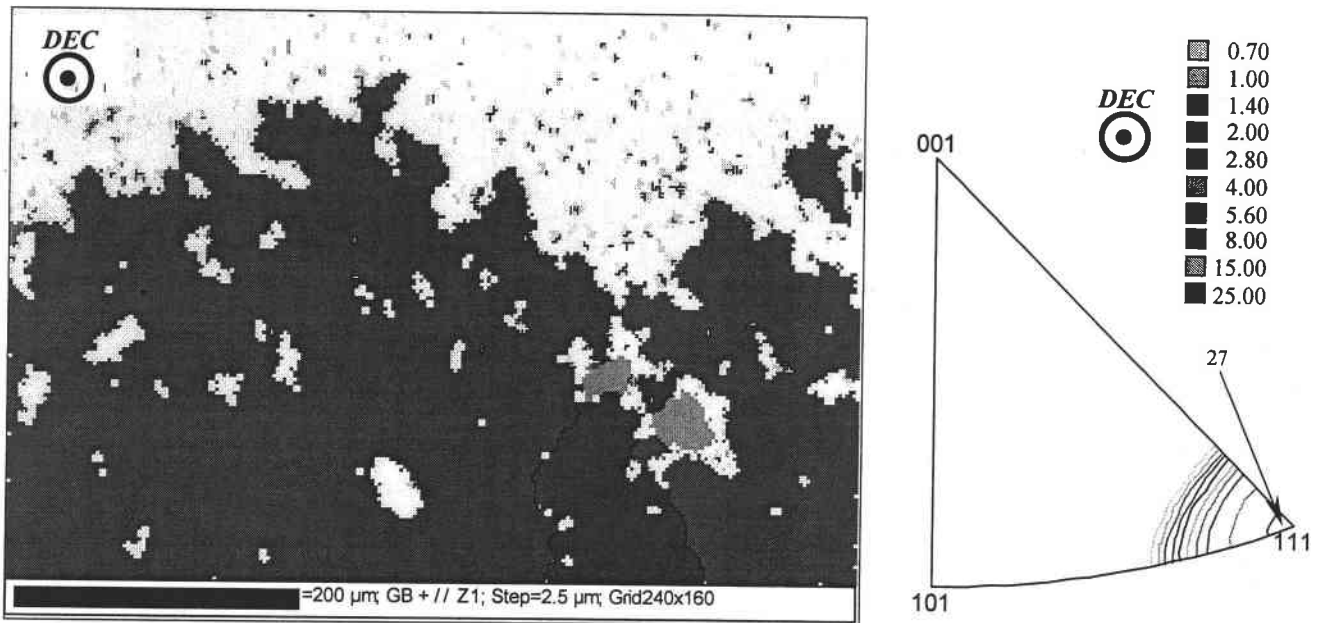


*Planche IV.4.a : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 16 1H** selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

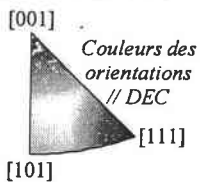
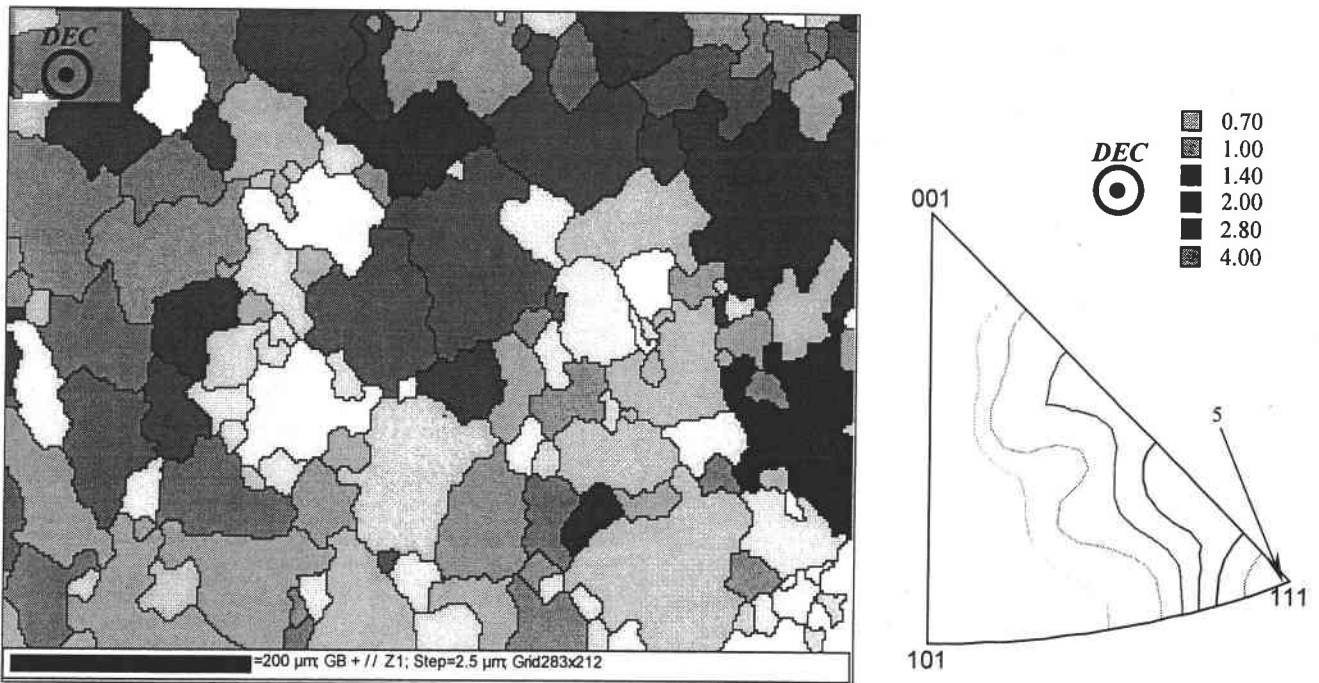


*Planche IV.4.b : Cartographie d'orientations, figure de pôles inverse associée et ODF recalculée du matériau **BE 16 45H** selon une coupe parallèle à l'axe de la barre.*

**Planche IV.5 : Données EBSD mesurées selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre du matériau comprimé à froid de 8% puis traité thermiquement à 1000°C.**

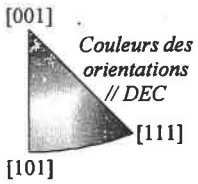
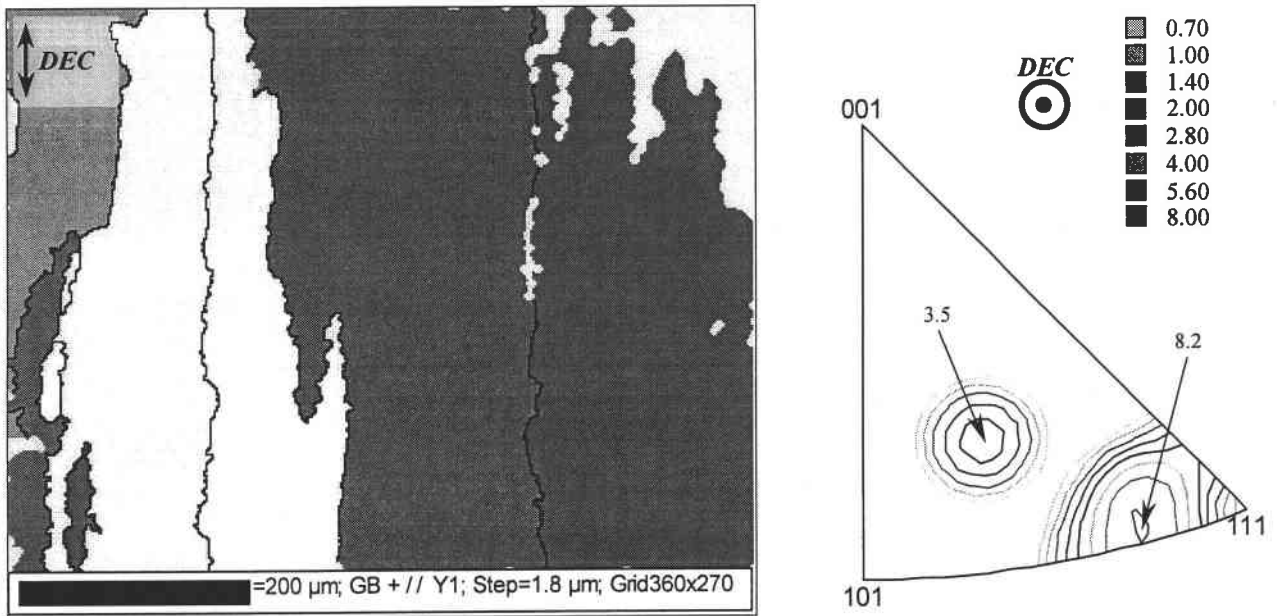


*Planche IV.5.a : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée du matériau BE 8 1H selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre - zone "R1".*



*Planche IV.5.b : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée du matériau BE 8 1H selon une coupe perpendiculaire à l'axe de la barre - zone "R2".*

**Planche IV.6 : Données EBSD mesurées selon une coupe parallèle à l'axe de la barre du matériau comprimé à froid de 8% puis traité thermiquement à 1000°C.**



**Planche IV.6.a : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée du matériau BE 8 1H selon une coupe parallèle à l'axe de la barre - zone "R1".**

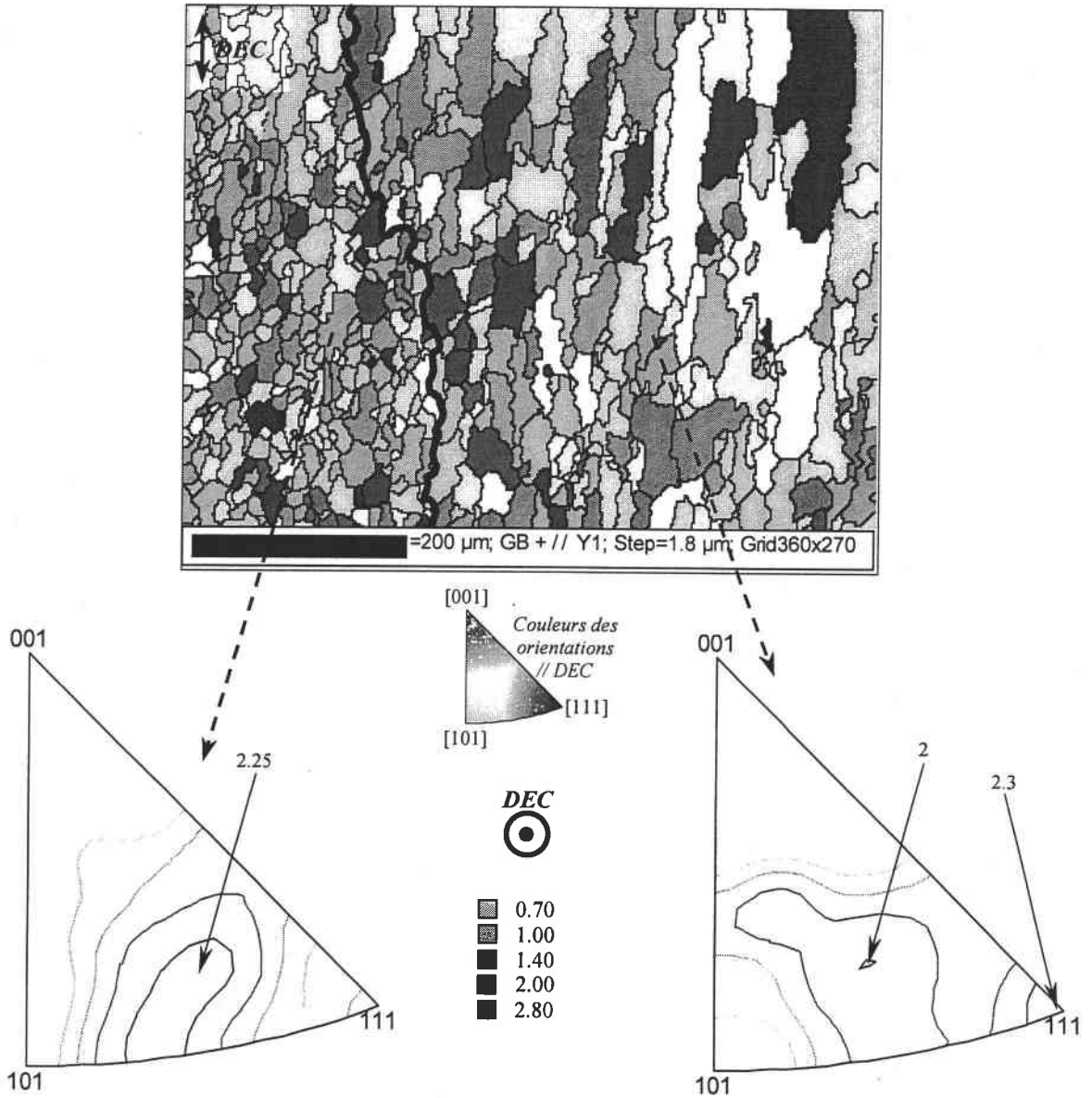


Planche IV.6.b : Cartographie d'orientations et sa figure de pôles inverse associée du matériau **BE 8 1H** selon une coupe *parallèle* à l'axe de la barre - au delà de la zone "R2".

## IV.6-Intérêts potentiels du traitement de recristallisation statique sur les propriétés mécaniques

Selon le taux de déformation, les traitements de recristallisation statique isochrones et anisochrones permettent de modifier les textures et les microstructures de l'alliage FeAl40 Grade 3 ce qui par conséquent doit entraîner des modifications des propriétés élastiques.

Les Figures IV.41 et IV.42 présentent l'évolution des modules d'Young des différents matériaux déformés puis recristallisés étudiés au cours de ce chapitre. À partir des mesures de texture, les modules d'Young sont calculés selon l'approximation de Hill dans la direction de la barre DEC.

Le module d'Young de l'alliage FeAl40 Grade 3 brut d'extrusion est estimé à 193.8 GPa.

Sur le graphique de la Figure IV.41 sont représentés les modules d'Young relatifs aux matériaux déformés puis recristallisés par le traitement thermique isochrone à 1000°C.

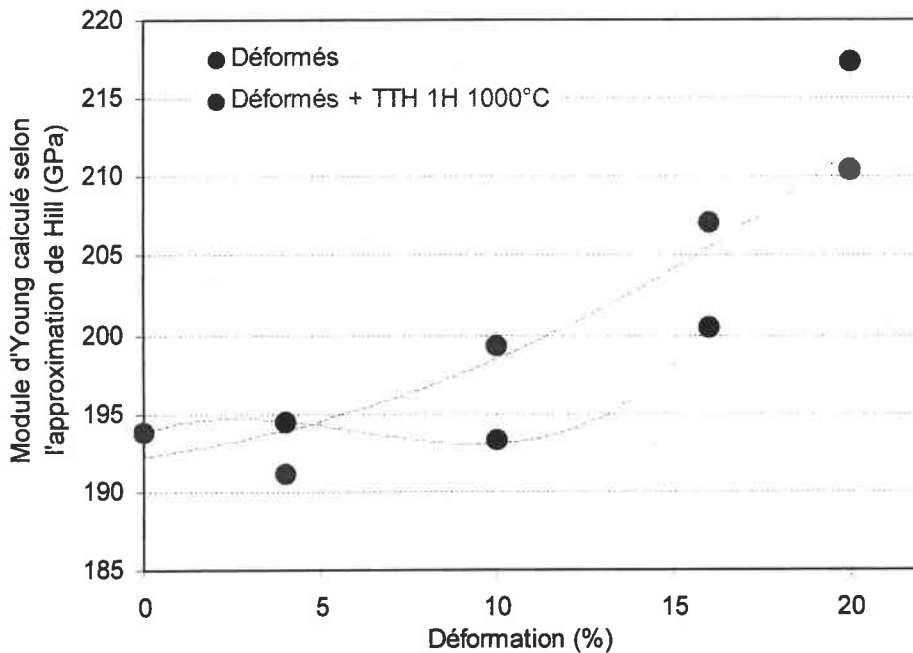


Figure IV.41 : Évolution des modules d'Young  $E$  (GPa) de l'alliage FeAl40 Grade 3 après des traitements thermomécaniques en fonction de la déformation et d'un traitement thermique isochrone d'une heure à 1000°C.

Le module d'Young augmente avec le taux de compression à froid (courbe bleue). D'après les ODF des matériaux déformés de la Figure IV.4, cette augmentation est cohérente avec le glissement de la texture initiale  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 111 \rangle$  puis le renforcement significatif de cette dernière à 20% où le module d'Young est de 217 GPa, la composante  $\langle 111 \rangle$  agissant favorablement sur le module d'Young.

Lorsque les matériaux sont recristallisés (courbe rouge), le module d'Young augmente également avec le taux de compression pour atteindre 210 GPa pour le matériau déformé de 20% puis recristallisé. Bien que le matériau déformé de 10% puis recristallisé soit celui pour lequel la composante de texture  $\langle 111 \rangle$  est la plus marquée, son module d'Young de 199 GPa n'est pas le plus élevé parmi ceux des matériaux recristallisés. Ceci s'explique par la présence de la composante "B" localisée entre les composantes idéales  $\langle 311 \rangle$  et

$\langle 211 \rangle$  dans la texture de ce matériau qui agit défavorablement sur la valeur calculée du module d'Young (voir l'ODF du matériau BE 10 1H de la Figure IV.20).

Sur le graphique de la Figure IV.42 sont représentés les modules d'Young relatifs aux matériaux déformés de 10 et de 16% puis recristallisés par les traitements thermiques anisochrones à 1000°C.

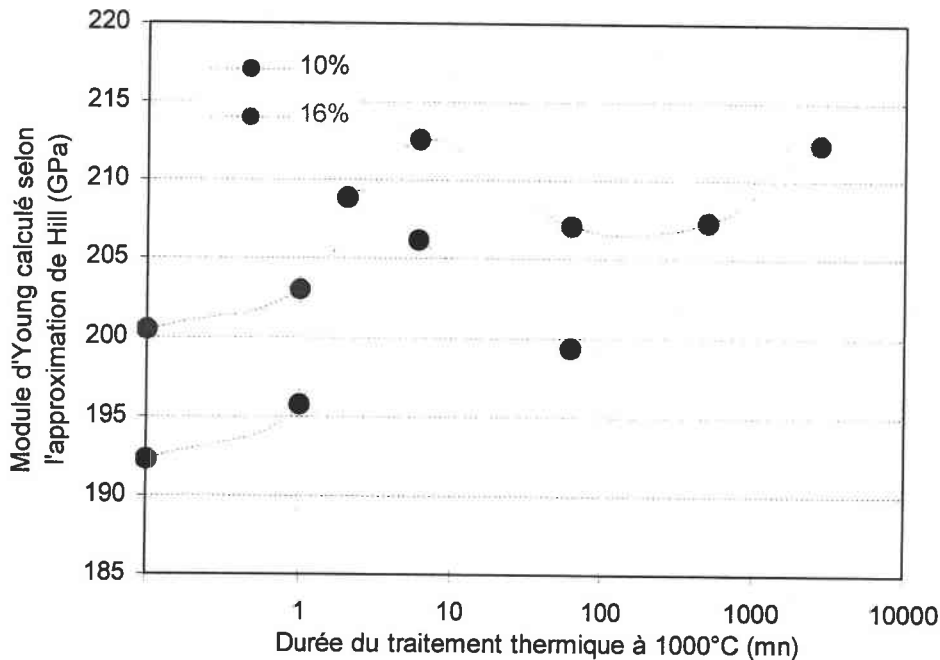


Figure IV.42 : Évolution des modules d'Young  $E$  (GPa) de l'alliage FeAl40 Grade 3 après des traitements thermomécaniques en fonction de la déformation et des traitements thermiques anisochrones à 1000°C.

Pour les matériaux recristallisés à partir du matériau déformé de 16%, les modules d'Young augmentent de 200 à 212 GPa. Pour les matériaux recristallisés à partir du matériau déformé de 10%, le module d'Young le plus élevé de 208 GPa est obtenu lorsque le matériau est recristallisé après 2 minutes.

Il est intéressant de remarquer que les deux courbes présentent une "bosse". Les modules d'Young les plus élevés correspondent à la durée de traitement thermique pour laquelle la recristallisation primaire est terminée et la croissance des grains commence ou a commencé (soit 2 minutes pour les matériaux déformés de 10% et 6 minutes pour ceux déformés de 16%).

D'une manière générale, le traitement de recristallisation agit donc positivement sur la valeur du module d'Young du matériau déformé (extrusion + compression) et il n'est pas nécessaire de faire de longs traitements thermiques pour l'améliorer.

Les microstructures recristallisées pourraient être bénéfiques pour d'autres propriétés. En effet, les aciers et les superalliages ODS ont la particularité d'avoir une haute résistance au fluage à des températures comprises entre 900 et 1100°C. Cette propriété est possible grâce à l'incorporation d'une très fine dispersion d'oxydes dans la matrice ferritique ou austénitique et lorsque la recristallisation du matériau sous de très hautes températures ( $\approx 1300^\circ\text{C}$ ) a généré par croissance anormale de très gros grains très allongés dont le facteur de forme est très élevé dans la direction de sollicitation [BHADESHIA 97].



Très peu de travaux ont pris en compte la texture cristallographique de recristallisation sur la résistance au fluage. Wasilkowska et al. ont étudié la résistance au fluage des aciers ODS MA 956 et PM 2000 [WASILKOWSKA 03]. Après le traitement de recristallisation à haute température, la croissance anormale génère pour ces deux aciers ODS des grains dont le facteur de forme est d'environ 30 mais deux textures différentes. Les gros grains recristallisés sont orientés selon la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$  pour l'alliage MA 956 et selon la direction  $\langle 100 \rangle$  pour l'alliage PM 2000. Or, à la température de 900°C et pour des vitesses de déformation supérieures à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ , Wasilkowska et al. ont observé que la résistance à la traction de l'alliage avec des gros grains  $\langle 111 \rangle$  est environ 30% supérieure à celle de l'alliage avec les gros grains  $\langle 100 \rangle$  [WASILKOWSKA 03]. Heilmaier et al. et Estrin et al. ont effectué les mêmes observations à partir du superalliage ODS PM 1000 [HEILMAIER 98, ESTRIN 99]. En modifiant la texture de ce matériau, par des traitements thermiques à haute température favorisant la recristallisation secondaire et par conséquent une microstructure grossière, une meilleure résistance au fluage est obtenue lorsque la texture est une fibre  $\langle 111 \rangle$  et la microstructure est constituée de grains allongés avec un facteur de forme de 4 [ESTRIN 99].

La résistance au fluage de l'alliage FeAl40 Grade 3 brut d'extrusion commence à se dégrader à partir de 500°C et s'accroît à partir de 700°C [MUÑOZ-MORRIS 99]. D'autres alliages de composition principale Fe-40at.%Al, non renforcés par une dispersion d'oxydes mais par des solutions solides ou des précipités résultant de transformations métallurgiques d'éléments d'addition, présentent une meilleure résistance au fluage à 700°C [SUNDAR 03].

Lorsque l'alliage FeAl40 Grade 3 est entièrement recristallisé par croissance anormale suite à des traitements thermiques à très hautes températures (1300°C), les particules d'oxydes sont assez grosses. La résistance au fluage de l'alliage après un tel traitement n'a pas été étudiée mais d'après les observations effectuées sur les aciers et les superalliages ODS, cette résistance devrait être accrue en présence d'une microstructure à gros grains majoritairement orientés dans la direction cristallographique  $\langle 111 \rangle$ . Ce type de microstructure peut également être obtenu par le traitement thermique de recristallisation (croissance anormale) à 1300°C. Cependant, compte tenu de la taille des particules, une telle microstructure va dégrader d'autres propriétés telles que la limite d'élasticité par exemple. Le matériau BE 10 1H pourrait alors constituer un bon compromis entre le matériau brut d'extrusion et le matériau brut d'extrusion puis recristallisé à haute température ayant de très gros grains. En effet, la résistance au fluage serait améliorée par les grains recristallisés  $\langle 111 \rangle$  contenant une distribution fine de particules. Cette hypothèse nécessite bien sûr d'être vérifiée expérimentalement.



## IV.7-Synthèse

La recristallisation statique est un traitement thermomécanique qui permet de modifier la texture d'extrusion  $\langle 110 \rangle$  et la microstructure fine de l'alliage FeAl40 Grade 3.

(i) La compression à froid permet d'introduire suffisamment d'énergie pour recristalliser le matériau. Le matériau est déformé uniformément. Au cours de la déformation, la texture initiale diminue en intensité et glisse de la composante  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 441 \rangle$ . La composante  $\langle 111 \rangle$  apparaît et est majoritaire aux plus fort taux de déformation obtenu (20%).

(ii) Pour un traitement thermique isochrone d'une heure à 1000°C, l'écroissage critique se situe à 8%. Les tailles des grains recristallisés sont modifiées dans une large gamme : de 100  $\mu\text{m}$  au voisinage de l'écroissage critique à 31.5  $\mu\text{m}$  après une compression de 10% jusqu'à 7.5  $\mu\text{m}$  après une compression de 20%. À la fin de la recristallisation primaire, les morphologies des grains recristallisés sont fortement affectées par le taux de déformation. Les grains sont allongés pour le matériau déformé de 10% mais équiaxes pour le matériau déformé de 16%.

(iii) La recristallisation primaire est très rapide. Pour une déformation légèrement supérieure à l'écroissage critique (10%), elle est complète avec un traitement thermique de 2 minutes à 1000°C. Pour une déformation supérieure à l'écroissage critique (16%), elle est complète peu après 1 minute. Les textures obtenues à la fin de la recristallisation primaire sont très faibles. Pour le matériau déformé de 10%, elle est localisée autour des composantes idéales  $\langle 331 \rangle$  et  $\langle 441 \rangle$ . Pour le matériau déformé de 16%, elle consiste en une fibre proche de la composante  $\langle 221 \rangle$ .

(iv) Après la recristallisation primaire, lorsque les observations sont effectuées selon des coupes perpendiculaires à l'axe d'extrusion, la cinétique de grossissement des grains est très lente, et d'autant plus si le taux de déformation augmente.

(v) Selon des coupes parallèles à l'axe d'extrusion, en fonction du taux de déformation, et en dépit de textures de déformation relativement similaires, la phénoménologie de la croissance des grains qui suit la recristallisation primaire est très différente au cours des traitements thermiques anisochrones à 1000°C.

(vi) Ainsi, pour les matériaux déformés de 10%, la croissance des grains est sélective avec des grains  $\langle 111 \rangle$  qui croissent anormalement. L'origine de cette croissance anormale provient d'un avantage en taille des grains  $\langle 111 \rangle$  lorsque la recristallisation primaire est terminée associé à une mobilité des joints de grains supérieure aux autres grains permettant aux grains  $\langle 111 \rangle$  de franchir plus facilement les obstacles constitués par les particules d'oxydes. À partir d'un matériau partiellement recristallisé, il a été également observé que la croissance anormale des grains  $\langle 111 \rangle$  est facilitée lorsque la recristallisation primaire se fait à partir d'un nombre de germes limités. La dispersion d'oxydes d'yttrium dans le matériau n'étant pas uniforme mais préférentiellement alignée selon la direction d'extrusion de la barre, la microstructure est anisotrope dès la fin de la recristallisation primaire et les grains  $\langle 111 \rangle$  deviennent beaucoup plus larges et allongés que les autres grains au cours de l'étape de croissance. La texture de croissance, une fibre  $\langle 111 \rangle$  modérée, est différente de celle obtenue à la fin de la recristallisation primaire.

(vii) Pour les matériaux déformés de 16%, la croissance des grains après la recristallisation primaire est compétitive et normale. Il n'y a pas d'avantage en taille de grains orientés préférentiellement dans une direction cristallographique à la fin de la recristallisation primaire. Cette uniformité est attribuée à la densité de germes de recristallisation beaucoup plus élevée à 16% qu'à 10%. La texture de croissance, autour de la

composante idéale  $\langle 221 \rangle$ , est peu différente de celle observée à la fin de la recristallisation primaire et au début de la croissance.

*(viii)* Le traitement de recristallisation statique engendre des modifications des propriétés mécaniques en agissant positivement sur le module d'Young. D'après de récents travaux sur des aciers ODS, il semblerait intéressant de développer des essais de résistance au fluage du matériau déformé de 10% puis recristallisé une heure à 1000°C.

## Références

- [ADDA 86] Adda Y., Dupouy J.M., Philibert J., Quere Y. : "*Déformation plastique*", Éléments de Métallurgie Physique - Tome V, La Documentation Française, 1986.
- [BHADESHIA 97] Bhadeshia H.K.D.H. : "*Recrystallization of practical mechanically alloyed iron-base and nickel-base superalloys*", Materials Science and Engineering, Vol. A223, pp. 64-77, 1997.
- [BECK 48] Beck P.A., Kremer J.C., Demer L.J., Holzworth M.L. : "*Grain growth in high-purity aluminium and in an aluminium-magnesium alloy*", Transactions of the Metallurgical Society AIME, Vol. 175, pp. 372-394, 1948.
- [BRIGUET 97] Briguet C., Morris D.G. : "*Deformation mechanisms in a mechanically alloyed Fe-40Al alloy and the influence of recrystallizing and ageing heat treatments*", Acta Materialia, Vol. 45, N°12, pp. 4939-4952, 1997.
- [BURKE 49] Burke J.E. : "*Some factors affecting the rate of grain growth in metals*", Transactions of the Metallurgical Society AIME, Vol. 180, pp. 73-91, 1949.
- [BURKE 52] Burke J.E., Turnbull D. : "*Recrystallization and grain growth*", Progress in Metal Physics, Vol. 3, pp. 220-292, 1952.
- [CAPDEVILLA 01a] Capdevilla C., Chen Y.L., Lassen N.C.K., Jones A.R., Bhadeshia H.K.D.H. : "*Heterogeneous deformation and recrystallization of iron base oxide dispersion strengthened PM 2000 alloy*", Materials Science and Technology, Vol. 17, pp. 693-699, 2001.
- [CAPDEVILLA 01b] Capdevilla C., Miller U., Jelenak H., Bhadeshia H.K.D.H. : "*Strain heterogeneity and the production of coarse grains in mechanically alloyed iron-based PM 2000 alloy*", Materials Science and Engineering, Vol. A316, pp. 161-165, 2001.
- [CHOU 93] Chou T.S., Bhadeshia H.K.D.H. : "*Grain control in mechanically alloyed oxide dispersion strengthened MA957 steel*", Materials Science and Technology, Vol. 9, pp. 890-897, 1993.
- [ESTRIN 99] Estrin Y., Heilmaier M., Drew G. : "*Creep properties of an oxide dispersion strengthened nickel-base alloy: the effect of grain orientation and grain aspect ratio*", Materials Science and Engineering, Vol. A272, pp. 163-173, 1999.
- [FARRELL 96] Farrell K., Munroe P.R. : "*Grain growth in Fe-30at.%Al*", Scripta Materialia, Vol. 35, N°5, pp. 615-621, 1996.
- [FASCHING 94] Fasching A.A., Edwards G.R., David S.A. : "*Grain growth kinetics of an iron aluminide alloy*", Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 30, N°8, pp. 1003-1008, 1994.
- [HARRIS 98] Harris K.E., Ebrahimi F., Garmestani H. : "*Texture evolution in NiAl*", Materials Science and Engineering, Vol. A247, pp. 187-194, 1998.
- [HEILMAIER 98] Heilmaier M., Müller F.E.H., Eisenmeier G., Reppich B. : "*The influence of texture on the creep behaviour of the ODS nickel-base alloy PM 1000*", Scripta Materialia, Vol. 39, N°10, pp. 1365-1370, 1998.
- [HILLERT 65] Hillert M. : "*On the theory of normal and abnormal grain growth*", Acta Metallurgica, Vol. 13, pp. 227-238, 1965.
- [HUMPHREYS 90] Humphreys F.J., Kalu P.N. : "*The plasticity of particle-containing polycrystals*", Acta Metallurgica et Materialia, Vol. 38, N°6, pp. 917-930, 1990.
- [HUMPHREYS 96] Humphreys F.J., Hatherly M. : "*Recrystallization and related annealing phenomena*", Pergamon press, Oxford, 1996.

- [HUMPHREYS 97a] Humphreys F.J. : *"A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - I. The basic model"*, Acta Metallurgica, Vol. 45, N°10, pp. 4231-4240, 1997.
- [HUMPHREYS 97b] Humphreys F.J. : *"A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - II. The effect of second phase particles"*, Acta Metallurgica, Vol. 45, N°12, pp. 5031-5039, 1997.
- [JORDAN 03] Jordan J.L., Deevi S.C. : *"Vacancy formation and effects in FeAl"*, Intermetallics, Vol. 11, pp. 507-528, 2003.
- [KAD 97] Kad B.K., Schoenfeld S.E., Asaro R.J., McKamey C.G., Sikka V.K. : *"Deformation textures in Fe<sub>3</sub>Al alloys : an assessment of dominant slip system activity in the 900-1325 K temperature range of hot working"*, Acta Materialia, Vol. 45, N°4, pp. 1333-1350, 1997.
- [KHADKIKAR 90] Khadkikar P.S., Michal G.M., Vedula K. : *"Preferred orientations in extruded nickel and iron aluminides"*, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, pp. 279-288, 1990.
- [KOCKS 98] Kocks U.F., Tomé C.N., Wenk H.R. : *"Texture and anisotropy - Preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties"*, Cambridge University press, 1998.
- [LENHARD 99] Lenhard S., Wagner F., Grosdidier T., Revol S., Baccino R. : *"Texture, microstructure and properties in mechanically alloyed and extruded FeAl"*, Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 12), édité par J.A. Szpunar, Vol. 1, pp. 683-688, Ottawa, 1999.
- [LENHARD 01] Lenhard S. : *"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"*, Thèse de Doctorat de l'Université de Metz, 2001.
- [MORET 96] Moret F., Baccino R., Martel P., Guetaz L. : *"Propriétés et applications des alliages intermétalliques B<sub>2</sub>-FeAl"*, Journal de Physique IV, Colloque 2, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, pp. 281-289, 1996.
- [MORRIS 96] Morris D.G., Gunther S. : *"Strength and ductility of Fe-40Al alloy prepared by mechanical alloying"*, Materials Science and Engineering, Vol. A208, pp. 7-19, 1996.
- [MORRIS 97] Morris D.G., Gunther S., Briguet C. : *"Thermomechanical processing of mechanically-alloyed Fe-40Al and the influence on mechanical properties"*, Scripta Materialia, Vol. 37, N°1, pp. 71-77, 1997.
- [MORRIS 00] Morris D.G., Muñoz-Morris M.A. : *"The importance of textures for determining the mechanical behaviour of intermetallics"*, Intermetallics, Vol. 8, pp. 997-1003, 2000.
- [MUÑOZ-MORRIS 99] Muñoz-Morris M.A. : *"Creep deformation of oxide dispersion strengthened Fe-40Al intermetallic : thermal and athermal contributions"*, Intermetallics, Vol. 7, pp. 653-661, 1999.
- [NAGPAL 90] Nagpal P., Baker I. : *"Effect of cooling rate on hardness of FeAl and NiAl"*, Metallurgical Transactions A, Vol. 21A, pp. 2281-2282, 1990.
- [NES 85] Nes E., Ryum N., Hundert O. : *"On the Zener drag"*, Acta Metallurgica, Vol. 33, N°1, pp. 11-22, 1985.
- [PIROT 97] Pirot V. : *"Control of recrystallization in a B<sub>2</sub> iron aluminide alloy"*, Thèse de Doctorat de l'Université Catholique de Louvain, 1997.
- [RIEU 69] Rieu J., Goux C. : *"Étude du durcissement par trempe des alliages ordonnés Fe-Al de type L<sub>20</sub>"*, Mémoires Scientifiques de la Revue de Métallurgie, Vol. 65, N°12, pp. 869-880, 1969.

- [SAMAJDAR 98] Samajdar I., Ratchev P., Verlinden B., Schryvers D. : "*Recrystallization and grain growth in a B<sub>2</sub> iron aluminide alloy*", *Intermetallics*, Vol. 6, pp. 419-425, 1998.
- [SHA 97] Sha W., Bhadeshia H.K.D.H. : "*Modelling of recrystallization in mechanically alloyed materials*", *Materials Science and Engineering*, Vol. A223, pp. 91-98, 1997.
- [SKROTZKI 01] Skrotzki W., Tamm R., Perner O., Oertel C.G. : "*Recrystallization in NiAl*", *Proceedings of the First Joint International Conference, Recrystallization and Grain Growth*, édité par G. Gottstein et D.A. Molodov, Vol. 2, pp. 1365-1370, Aix-la-Chapelle, 2001.
- [STOUT 92] Stout J.J., Crimp M.A. : "*Abnormal grain growth in textured FeAl intermetallics*", *Materials Science and Engineering*, Vol. A152, pp. 335-340, 1992.
- [SUNDAR 03] Sundar R.S., Deevi S.C. : "*High-temperature strength and creep resistance of FeAl*", *Materials Science and Engineering*, Vol. A357, pp. 124-133, 2003.
- [TAMM 98] Tamm R., Lemke M., Oertel C.G., Skrotzki W. : "*Deformation and recrystallization texture of extruded NiAl*", *Materials Science Forum*, Vol. 273-275, pp. 411-416, 1998.
- [WASILKOWSKA 03] Wasilkowska A., Bartsch M., Messerschmidt U., Herzog R., Czyska-Filemonowicz A. : "*Creep mechanisms of ferritic oxide dispersion strengthened alloys*", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 133, pp. 218-224, 2003.
- [ZHAO 99] Zhao P., Morris D.G., Morris-Muñoz M.A. : "*Forging, textures and deformation systems in a B<sub>2</sub> FeAl alloy*", *Journal of Materials Research*, Vol. 14, N°3, pp. 715-728, 1999.

## CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

L'objectif de cette thèse était d'étudier l'influence de traitements thermomécaniques sur les textures, les microstructures et les propriétés élastiques d'un alliage Fe-40%at.Al à grains fins renforcé par dispersion d'oxydes. Ces traitements thermomécaniques ont été réalisés par l'intermédiaire de divers procédés d'élaboration et d'un traitement de recristallisation statique.

Pour chacun de ces traitements, les mécanismes régissant la formation et l'évolution des textures cristallographiques et des microstructures ont été identifiés. Le but ultime de ces travaux était de mieux contrôler la formation des textures pour améliorer significativement la rigidité des produits finis. En effet, le module d'Young de l'alliage est l'une de ses propriétés à optimiser dans le cadre d'un projet Européen en vue d'applications industrielles.

### Influence du procédé d'élaboration

Les routes d'élaboration utilisées pour consolider l'alliage sont classées en deux catégories selon les déformations imposées.

Dans un premier temps, la poudre fut consolidée par allongement selon trois procédés : l'extrusion, le martelage rotatif à partir de la poudre préalablement "HIPpée" puis l'extrusion suivi du martelage rotatif. La texture qui en résulte est toujours une texture de fibre  $\langle 110 \rangle$  parallèle à la direction d'allongement qui se renforce pour le martelage rotatif. Cette évolution est qualitativement en accord avec les textures simulées par le modèle de déformation plastique de Taylor. La microstructure reste très stable, aucun mécanisme de recristallisation dynamique n'a été détecté. La taille des grains est fine mais augmente toutefois légèrement lorsque l'élaboration de la barre comprend une étape de martelage rotatif. Quant au module d'Young calculé à partir des mesures de textures, il est peu différent pour les matériaux extrudés et extrudés puis martelés (respectivement 197 et 198 GPa dans l'axe de la barre contre 190 GPa pour un matériau non texturé, soit une augmentation de 4%). En revanche, il augmente dans la direction de la barre pour le matériau "HIPpé" puis martelé (213 GPa, soit une augmentation de 12% par rapport au matériau non texturé) qui présente l'intensité maximale de la composante  $\langle 110 \rangle$  et l'étalement de cette composante vers la composante  $\langle 111 \rangle$ .

La poudre fut également consolidée par allongement (extrusion) suivie d'une compression axiale aux taux de 10, 25 et 50%. La compression axiale à chaud engendre une modification de la microstructure par un léger grossissement. Quant à la texture, la composante  $\langle 111 \rangle$  apparaît et se renforce avec le taux de compression. Différents mécanismes régissant l'évolution des microstructures et des textures sont observés selon le taux de compression axiale imposé. À 10, 25 et 50%, la compression axiale à chaud engendre une déformation plastique uniforme d'après l'observation des microstructures. De plus, à 25%, le mécanisme de migration des joints de grains induite par la déformation (SIGBM) peut expliquer la modification de la microstructure en termes de taille et de densité de dislocations, cette dernière apparaissant plus faible que pour le matériau comprimé à 10%. La microstructure et la texture évolue le plus significativement au taux de compression de 50%. Concernant la texture de ce dernier matériau, la fibre initiale  $\langle 110 \rangle$  a diminué et la fibre  $\langle 111 \rangle$  s'est renforcée. D'un point de vue qualitatif, cette évolution est en accord avec la simulation. Toutefois, cette composante  $\langle 111 \rangle$  provient également de nouveaux grains identifiés par EBSD qui ont germé et grossi suite à un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue. Le module d'Young dans la direction de la barre, ainsi que son anisotropie, augmentent avec le taux de compression axiale pour atteindre 212 GPa pour le matériau extrudé puis comprimé au taux de 50%, soit une augmentation d'un peu plus de 11.5% par rapport au matériau non texturé.

### Influence des différentes étapes d'un traitement de recristallisation statique

La recristallisation statique, comprenant deux étapes distinctes et successives qui sont la déformation à froid puis le traitement thermique, est un traitement thermomécanique qui permet également de modifier la texture d'extrusion  $\langle 110 \rangle$ , la microstructure fine et le module d'Young de l'alliage ODS Fe-40at.%Al.

Dans un premier temps, la compression à froid permet d'introduire suffisamment d'énergie pour recristalliser le matériau. Le matériau est déformé uniformément. Au cours de la déformation, la texture initiale diminue en intensité et glisse de la composante  $\langle 110 \rangle$  vers la composante  $\langle 441 \rangle$ . La composante  $\langle 111 \rangle$  apparaît et est majoritaire aux plus fort taux de déformation réalisé (20%). Le module d'Young augmente avec la compression axiale à froid pour atteindre 217 GPa pour le matériau comprimé de 20% (soit une augmentation de 14% par rapport au matériau non texturé). L'augmentation du module d'Young est ainsi plus rapide dans le cas d'une déformation à froid que dans celui d'une déformation à chaud.

Pour un traitement thermique isochrone d'une heure à 1000°C, l'écroissage critique est déterminé aux environs de 8%. Les tailles des grains recristallisés peuvent être modifiées dans une large gamme : d'environ 100  $\mu\text{m}$  au voisinage de l'écroissage critique à 31.5  $\mu\text{m}$  après une compression de 10% jusqu'à 7.5  $\mu\text{m}$  après une compression de 20%. Les morphologies des grains recristallisés dépendent également fortement du taux de déformation. Ainsi, à l'issue de la recristallisation primaire, observés selon des coupes parallèles à l'axe d'extrusion, les grains recristallisés sont allongés pour le matériau comprimé de 10% alors qu'ils demeurent équiaxes pour le matériau comprimé de 16%.

La recristallisation primaire est très rapide. Pour une déformation de 10% (légèrement supérieure à l'écroissage critique), elle est complète avec un traitement thermique de 2 minutes à 1000°C. Pour une déformation de 16% (supérieure à l'écroissage critique), elle est complète peu après 1 minute. Les textures obtenues à la fin de la recristallisation primaire sont très faibles. Pour le matériau déformé de 10%, elle est localisée autour des composantes idéales  $\langle 331 \rangle$  et  $\langle 441 \rangle$ . Pour le matériau déformé de 16%, elle consiste en une fibre proche de la composante  $\langle 221 \rangle$ . Ces orientations correspondent à de faibles désorientations par rapport aux composantes de déformation. Ceci suggère un mécanisme de recristallisation primaire continue où l'apparition des nouveaux grains se fait par la formation de cellules faiblement désorientées.

Après la recristallisation primaire, lorsque les observations sont effectuées selon des coupes perpendiculaires à l'axe d'extrusion, la cinétique de grossissement des grains est très lente, et d'autant plus si le taux de déformation augmente.

Selon des coupes parallèles à l'axe d'extrusion, en fonction du taux de déformation, et en dépit de textures de déformation relativement similaires, la phénoménologie de la croissance des grains qui suit la recristallisation primaire est très différente au cours des traitements thermiques anisochrones à 1000°C.

Ainsi, pour les matériaux déformés de 10%, la croissance des grains est sélective avec des grains  $\langle 111 \rangle$  qui croissent anormalement. L'origine de cette croissance anormale provient d'un avantage en taille des grains  $\langle 111 \rangle$  lorsque la recristallisation primaire est terminée associé à une mobilité des joints de grains supérieure aux autres grains permettant aux grains  $\langle 111 \rangle$  de franchir plus facilement les obstacles constitués par les particules d'oxydes. À partir d'un matériau partiellement recristallisé, il a été également observé que la croissance anormale des grains  $\langle 111 \rangle$  est facilitée lorsque la recristallisation primaire se fait à partir d'un nombre de germes limités. La dispersion d'oxydes d'yttrium dans le matériau n'étant pas uniforme mais préférentiellement alignée selon la direction d'extrusion de la barre, la microstructure est anisotrope dès la fin de la recristallisation primaire et les grains  $\langle 111 \rangle$  deviennent beaucoup plus larges et allongés que les

autres grains au cours de l'étape de croissance. La texture de croissance, une fibre  $\langle 111 \rangle$  modérée, est différente de celle obtenue à la fin de la recristallisation primaire.

Pour les matériaux déformés de 16%, la croissance des grains après la recristallisation primaire est assez faible. La microstructure reste équiaxe et stable. Il n'y a pas d'avantage en taille de grains orientés préférentiellement dans une direction cristallographique à la fin de la recristallisation primaire. Cette uniformité est attribuée à la densité de germes de recristallisation beaucoup plus élevée à 16% qu'à 10%. La texture de croissance, autour de la composante idéale  $\langle 221 \rangle$ , est peu différente de celle observée à la fin de la recristallisation primaire et au début de la croissance.

Le traitement de recristallisation statique engendre des modifications des propriétés mécaniques en agissant positivement sur le module d'Young. De plus, il n'est pas nécessaire d'appliquer de longs traitements thermiques sur les matériaux déformés pour l'améliorer. Par exemple, pour le matériau déformé de 10% suivi du traitement thermique de 2 minutes à 1000°C, il est estimé à 209 GPa (soit une augmentation de 10% par rapport au matériau non texturé) et pour le matériau déformé de 16% suivi du traitement thermique de 6 minutes à 1000°C, il est de 212 GPa (soit une augmentation de 11.5% par rapport au matériau non texturé).

### Perspectives

L'approche expérimentale qui a été développée au cours de l'étude de l'influence d'un traitement de recristallisation statique va être couplée à une modélisation de la croissance des grains par la méthode de Monte Carlo afin de mieux différencier les effets de forme des grains, des effets de la dispersion d'oxydes sur l'évolution structurale anisotrope du matériau.

Par ailleurs, il semblerait qu'une analyse plus approfondie en microscopie électronique en transmission soit très utile afin de compléter la compréhension des mécanismes exacts de la germination des grains recristallisés dans cet alliage aux cours des premiers stades de la recristallisation.

Il apparaît que la déformation plastique est le point important pour modifier les textures aux hauts taux de déformation car la recristallisation ne modifie pas drastiquement les textures. Il serait alors intéressant d'utiliser d'autres modes de déformation tel que le procédé "Equal Angular Channel Extrusion".

D'après de récents travaux sur des aciers ODS, il semblerait intéressant de développer des essais de résistance au fluage de l'alliage ODS Fe-40at.%Al déformé à température ambiante de 10% par compression axiale puis recristallisé une heure à 1000°C.



***Précautions à prendre pour comparer des textures obtenues par diffraction des rayons X et par EBSD en présence d'une microstructure anisotrope***

Les textures obtenues par la technique EBSD peuvent aboutir à des résultats très proches de celles mesurées par la diffraction des rayons X. D'un point de vue technologique, lorsque les performances du système d'acquisition EBSD sont élevées en terme de vitesse de traitement des clichés de Kikuchi, les deux techniques peuvent être mêmes considérées comme équivalentes.

Comparer les textures obtenues par ces deux techniques nécessite toutefois de prendre quelques précautions.

(i) La comparaison est ainsi permise si le nombre de grains indexés (aspect statistique) est suffisamment représentatif de la microstructure. Par exemple, à partir d'un superalliage à base nickel ayant une texture de fibre <100> et une taille des grains de 9.4  $\mu\text{m}$ , Mehnert et al. ont observé que les ODF obtenues par les deux techniques étaient très similaires [MEHNERT 99]. L'ODF déterminée à partir des données EBSD est recalculée dans les mêmes conditions que celle obtenue à partir des figures de pôles mesurées par la diffraction des rayons X. 1600 grains environ ont été indexés.

(ii) Il faut également tenir compte de la nature de la microstructure qui est étudiée et de la résolution du faisceau d'électrons du MEB utilisé. Avec un MEB conventionnel, l'indexation d'une microstructure déformée est difficile car la netteté des clichés de Kikuchi diminue avec l'augmentation de la densité de dislocations tandis qu'avec un MEB dont la résolution est supérieure (MEB FEG), l'indexation d'une microstructure très déformée est possible. De ce fait, comparer la texture d'un matériau, dont la microstructure déformée est partiellement recristallisée, indexée avec un MEB conventionnel avec celle mesurée par diffraction des rayons X, est faussée, et d'autant plus si la texture de recristallisation est différente de la texture de déformation [WAGNER 03].

(iii) Enfin, il faut toujours garder à l'esprit que les profondeurs de pénétration des rayons X et des électrons dans un matériau sont très différentes. De ce fait, s'il existe une anisotropie de la microstructure liée à une anisotropie de texture, sous-entendu des grains qui selon leur morphologie de taille et de forme ont une orientation cristallographique préférentielle, les textures d'un même matériau mesurées soit par RX soit par EBSD peuvent montrer des différences. Par exemple, en effectuant des mesures sur une surface perpendiculaire à l'axe d'une barre extrudée, la texture d'un matériau dont la microstructure est constituée de grains larges et allongés dans l'axe d'extrusion sera plus "justement" révélée par RX alors qu'elle serait sous-estimée et atténuée par EBSD.

Les Figures A.1, A.2 et A.3 sont relatives à l'alliage FeAl40 Grade 3 extrudé à 1100°C puis traité thermomécaniquement avec une déformation par compression axiale à froid de 10% suivie d'un traitement thermique d'une heure à 1000°C. Les Figures A.1 et A.2 présentent les cartographies d'orientations EBSD, les figures de pôles inverses et les ODF recalculées respectivement selon les coupes perpendiculaire et parallèle à l'axe d'extrusion et de compression. L'alliage est entièrement recristallisé.

Selon le sens d'observation, la microstructure est très anisotrope et les textures des figures de pôles inverses ou des ODF recalculées sont très différentes.

La Figure A.3 représente l'ODF obtenue par la mesure des figures de pôles par diffraction des rayons X sur une coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion. La composante majoritaire, notée "A", sur cette ODF est également présente sur l'ODF recalculée de la Figure A.2. La composante minoritaire, notée "B", est présente sur l'ODF recalculée de la Figure A.1.

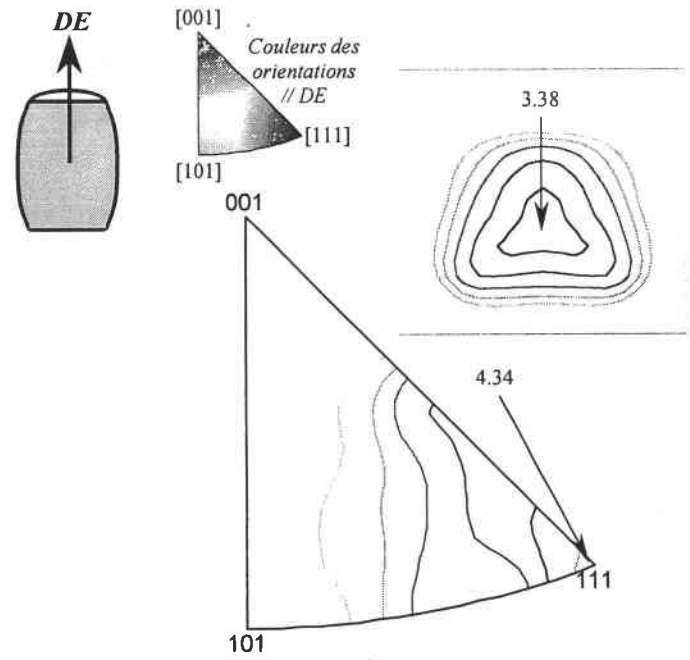
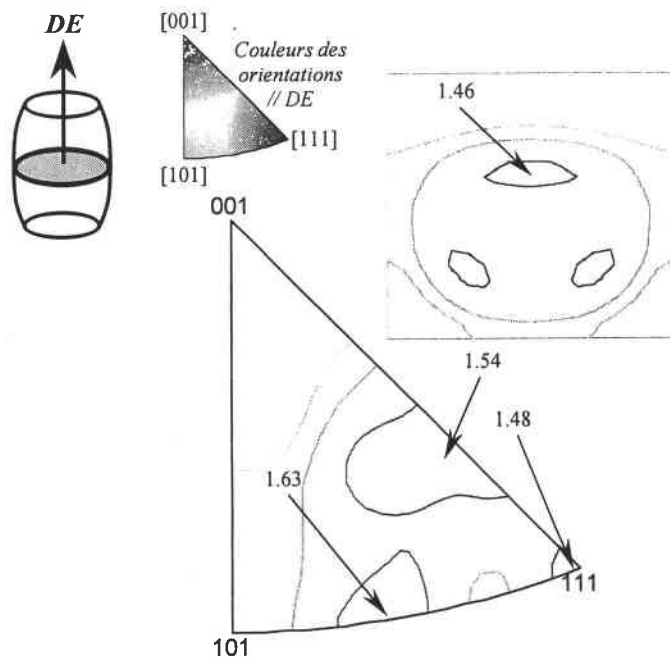
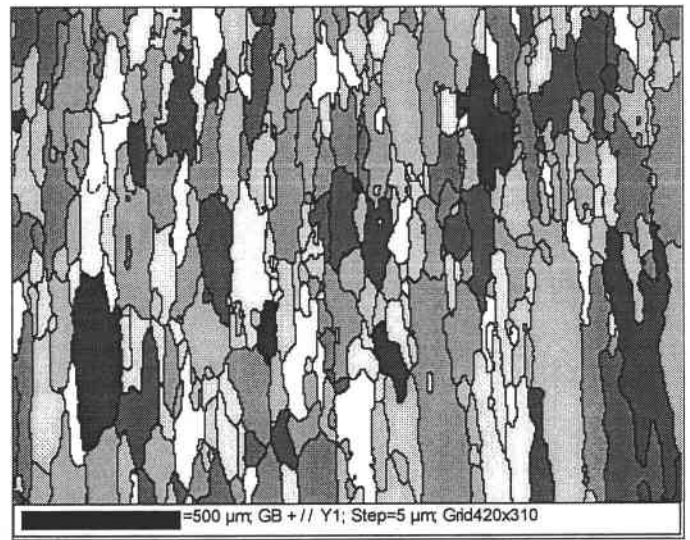
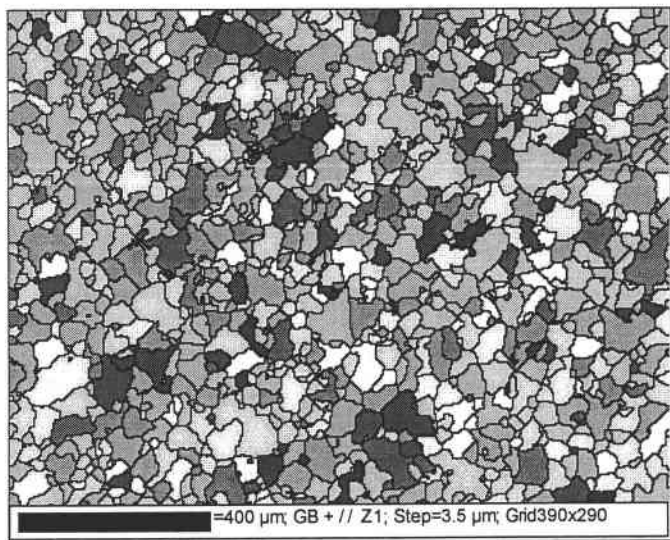


Figure A.1 : Cartographie d'orientations EBSD, figure de pôles inverse et ODF recalculée de l'alliage Fe-40at.%Al recrystallisé. Coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion.

Figure A.2 : Cartographie d'orientations EBSD, figure de pôles inverse et ODF recalculée de l'alliage Fe-40at.%Al recrystallisé. Coupe parallèle à l'axe d'extrusion.

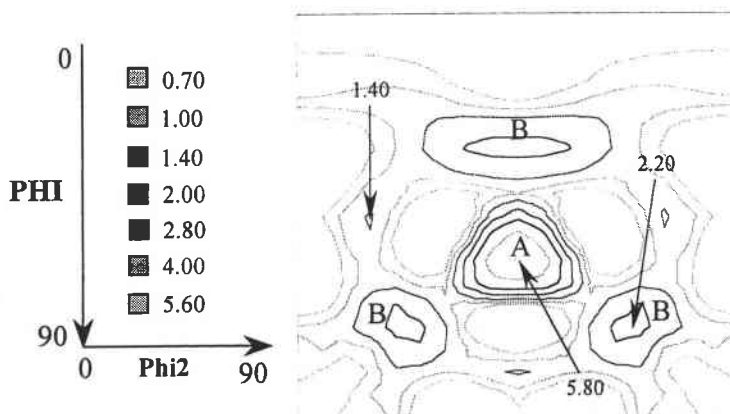


Figure A.3 : ODF mesurée par diffraction des rayons X de l'alliage Fe-40at.%Al recrystallisé. Coupe perpendiculaire à l'axe d'extrusion.

Les différences entre les textures, selon les coupes analysées et la technique utilisée, sont fortement liées à la présence d'une microstructure anisotrope. En effet, la composante "A" révélée par EBSD sur une coupe parallèle à l'axe d'extrusion est due à la majorité des grains larges et allongés orientés selon cette direction cristallographique. Cette composante est également révélée par diffraction des rayons X sur une coupe perpendiculaire car ces derniers pénètrent plus la matière que les électrons.

### Profondeur de pénétration des rayons X

Ce qui suit a permis d'estimer la profondeur de pénétration des rayons X dans l'alliage Fe-40at.%Al pour la comparer ensuite à celle des électrons rétrodiffusés. Cette estimation est effectuée à partir d'une technique de diffraction des rayons X qui permet de contrôler la profondeur de pénétration des rayons X pendant la mesure, technique appliquée par exemple à des matériaux présentant des "gradients de texture" en surface (dépôts minces) [HEIZMANN 88]. La profondeur de pénétration des rayons X qui varie avec la déclinaison peut être maintenue constante en ajoutant une rotation supplémentaire notée  $\omega$  normale au plan d'incidence de l'échantillon [JOLLY 96, BOLLE 02].

La géométrie de la mesure utilisée par ces auteurs est représentée sur la Figure A.4. La mesure est effectuée avec un goniomètre 4 cercles. L'échantillon est supposé fixe et c'est le faisceau de rayons X qui est animé par les angles de rotation  $\psi$  et  $\phi$ .

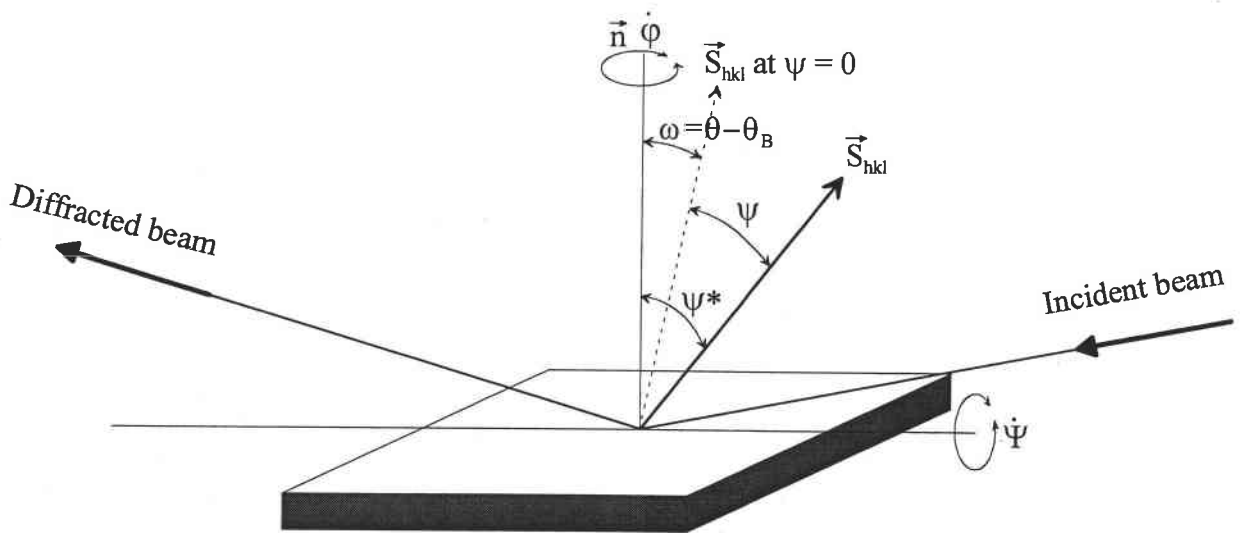


Figure A.4 : Géométrie de la diffraction et définition des angles, d'après [BOLLE 02].

Les angles sont définis comme suit :

$\theta_B$  = angle de Bragg,

$\theta$  = angle d'incidence du faisceau,

$\omega = \theta - \theta_B$  est la différence angulaire entre la géométrie conventionnelle de Bragg-Brentano et celle qui est introduite par [HEIZMANN 88, JOLLY 96, BOLLE 02].

$\psi$  = angle de déclinaison,

$\phi$  = angle d'azimut.

L'expression la plus générale pour décrire l'intensité élémentaire diffractée par une unité de volume située à une profondeur  $d$  s'écrit :

$$dI_d^{\omega,\psi} = i \cdot \exp\left(\frac{-\mu \cdot d}{\cos\psi} \left(\frac{1}{\sin(\theta_B - \omega)} + \frac{1}{\sin(\theta_B + \omega)}\right)\right) \quad (\text{Eq. 1})$$

Avec  $i$  = l'intensité diffractée par une unité de volume localisée à la surface (pas d'absorption),  
 $\mu$  = le coefficient d'absorption linéique du matériau,  
 $d$  = la profondeur de l'unité de volume.

Le terme exponentiel de l'équation 1 représente l'atténuation de l'intensité due aux parcours des faisceaux incidents et diffractés au travers de l'échantillon. Les conditions de mesure influencent fortement cette atténuation. La contribution des différentes profondeurs dans la ligne de diffraction mesurée change avec la variation des angles de mesure.

L'intégration de l'équation 1 sur une épaisseur définie  $t$  aboutit à l'expression :

$$I_t^{\omega,\psi} = \frac{i \cdot S_0}{2 \cdot \mu} \cdot \left[1 - \frac{\tan\omega}{\tan\theta_B}\right] \cdot \left[1 - \exp\left(\frac{-\mu \cdot t}{\cos\psi} \left(\frac{1}{\sin(\theta_B - \omega)} + \frac{1}{\sin(\theta_B + \omega)}\right)\right)\right] \quad (\text{Eq. 2})$$

Le premier terme de l'équation 2,  $\frac{i \cdot S_0}{2 \cdot \mu}$  avec  $S_0$  la section du collimateur du faisceau de rayons X, représente l'intensité que le détecteur mesurerait pour un échantillon d'épaisseur infinie dans la configuration de Bragg-Brentano. Ce terme est noté  $I_\infty$ . L'ODF de la Figure A.3 est également obtenue dans les conditions de Bragg-Brentano, ainsi  $\omega = 0$  et  $\tan \omega = 0$ , d'où :

$$I_t^\psi = I_\infty \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{2 \cdot \mu \cdot t}{\sin \theta_B \cdot \cos \psi}\right)\right] \quad (\text{Eq. 3})$$

L'épaisseur  $t$  de pénétration des rayons X en fonction de l'angle de déclinaison  $\psi$  s'écrit alors :

$$t = \left\{ \left[ -\ln \left( 1 - \frac{I_t^\psi}{I_\infty} \right) \right] \cdot \frac{\sin \theta_B}{2 \cdot \mu} \right\} \cdot \cos \psi \quad (\text{Eq. 4})$$

À partir de la composition massique de l'alliage Fe-40at.%Al, à savoir 23.7% d'aluminium + 76.3% de fer (en négligeant les autres éléments), le coefficient d'absorption massique de l'alliage,  $\frac{\mu}{\rho}_{\text{Fe-40at.\%Al}}$ , est estimé selon une loi des mélanges,  $0.237 \frac{\mu}{\rho}_{\text{Al}} + 0.763 \frac{\mu}{\rho}_{\text{Fe}}$ , à 61.29 cm<sup>2</sup>/g en utilisant comme source de rayons X la raie d'émission K $\alpha$  du cobalt ( $\lambda=1.789$  Å) [TABLES 74]. Sa densité  $\rho_{\text{Fe-40at.\%Al}}$  est 5.9 g/cm<sup>3</sup> [MORET 96]. Le coefficient d'absorption linéique de l'alliage  $\mu_{\text{Fe-40at.\%Al}}$  vaut alors 361.6 cm<sup>-1</sup>, soit 0.03616  $\mu\text{m}^{-1}$ .

Dans l'équation 4, le terme  $1 - \frac{I_t^\psi}{I_\infty}$  peut être limité à 36.8% ce qui indique que 63.2%, soit  $1 - \frac{1}{e}$ , de l'intensité diffractée provient d'une couche du matériau d'épaisseur  $t$  (il s'agit d'une valeur couramment usitée en cristallographie qui représente la position du barycentre de l'intensité diffractée).

Par exemple, avec la figure de pôles  $\{110\}$ , l'angle de Bragg  $\theta_B$  vaut  $25.9^\circ$  ( $2\theta = 51.8^\circ$ ), d'où la valeur de  $t$  de  $6.04 \mu\text{m}$  lorsque l'angle de déclinaison  $\psi$  vaut  $0^\circ$ .

Le graphique de la Figure A.5 représente l'évolution de la profondeur de pénétration  $t$  des rayons X en fonction de la déclinaison pour les trois figures de pôles mesurées  $\{110\}$  ( $\theta_B = 25.9^\circ$ ),  $\{200\}$  ( $\theta_B = 38.1^\circ$ ) et  $\{211\}$  ( $\theta_B = 49.15^\circ$ ). La déclinaison maximale  $\psi_{\text{max}}$  est de  $80^\circ$ .

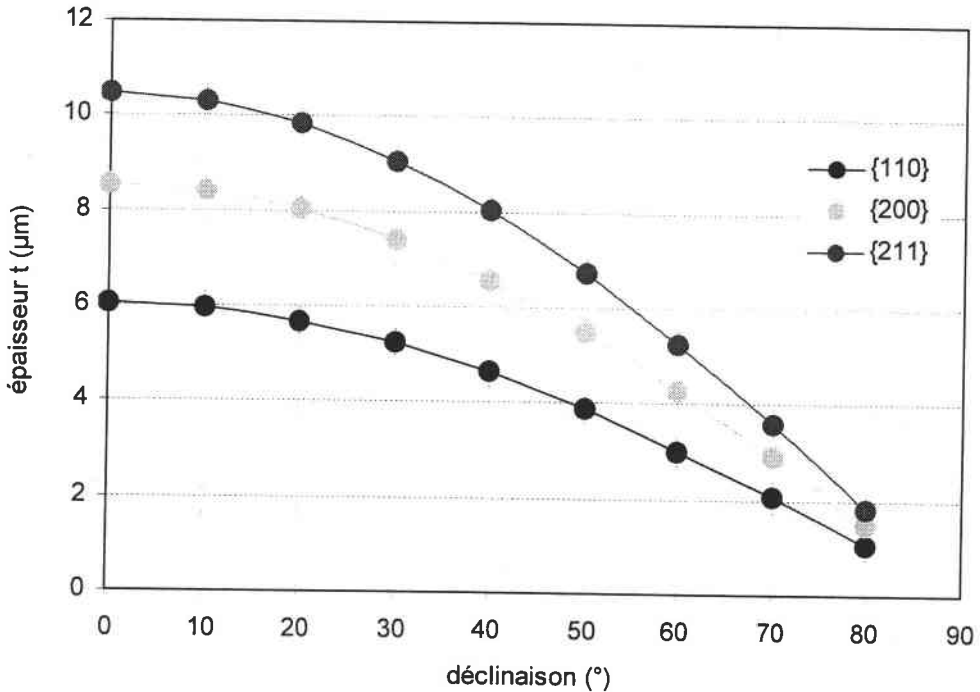


Figure A.5 : Epaisseur de pénétration  $t$  des rayons X en fonction de la déclinaison pour la mesure des trois figures de pôles  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{211\}$  de l'alliage Fe-40at.%Al.

La profondeur de pénétration des rayons X maximale est obtenue lors de la mesure de la figure de pôles  $\{211\}$ . Pour une déclinaison de  $60^\circ$ , la profondeur de pénétration initiale est divisée par deux pour les mesures des trois figures de pôles.

#### Profondeur de pénétration des électrons rétrodiffusés

Lorsque des électrons incidents pénètrent une cible, ils subissent différentes interactions induisant une répartition en volume des différentes particules ayant le plus souvent un aspect de poire (l'expression "poire d'interaction" est communément usitée). Le diamètre du volume d'interaction peut être 5 à 1000 fois plus grand que celui du diamètre du faisceau incident. Pour avoir un ordre de grandeur, la profondeur de pénétration des électrons  $P$  est donnée par la formule [AGIUS 90] :

$$P = \frac{A \cdot V_0}{Z \cdot \rho}$$

Avec

- $A$  = la masse atomique,
- $\rho$  = la densité du matériau,
- $Z$  = son numéro atomique,
- $V_0$  = la tension d'accélération.

En microscopie électronique à balayage, les images sont faites, soit avec des électrons secondaires, soit avec des électrons rétrodiffusés.

Les électrons secondaires sont des électrons de la cible chassés par les électrons du faisceau primaire. Ces électrons faiblement énergétiques ( $< 50$  eV) proviennent d'une profondeur limitée de l'ordre de 10 nm ce qu'il fait qu'ils donnent des renseignements topographiques de la surface [AGIUS 90].

Quant aux électrons rétrodiffusés, utilisés pour la technique EBSD, ce sont des électrons du faisceau primaire qui ressortent du matériau après une série de diffusions accompagnées de changements de trajectoires. L'information obtenue par un cliché de diffraction des électrons rétrodiffusés résulte de la diffraction de Bragg de ces électrons avec les plans atomiques de l'extrême surface de l'échantillon.

Les électrons rétrodiffusés sont plus énergétiques que les électrons secondaires, ils ont une énergie voisine de celle du faisceau primaire  $E_0$  et proviennent d'une profondeur plus importante de la cible typiquement comprise entre 50 et 200 nm environ [AGIUS 90, MEHNERT 99].

La profondeur d'interaction des électrons rétrodiffusés demeure donc très faible par rapport à celle des rayons X.

À partir de ces considérations et malgré une statistique suffisamment représentative, il est impossible que les deux techniques utilisées pour mesurer les textures (RX et EBSD) fournissent les mêmes informations si le matériau comporte une anisotropie marquée de sa microstructure et une anisotropie de texture particulière (en fonction de la microstructure).

## Références

- [AGIUS 90] Agius B., Froment M. : *"Surfaces, interfaces et films minces - Observation et analyse"*, Dunod, Paris, 1990.
- [BOLLE 02] Bolle B., Tidu A., Jolly L., Valot C., Laruelle C., Heizmann J.J. : *"Controlled depth penetration X-Ray Diffraction measurement"*, Materials Science Forum, Vol. 408-412 (ICOTOM 13), pp. 233-238, 2002.
- [HEIZMANN 88] Heizmann J.J., Vadon A., Schlatter D., Bessières J. : *"Texture analysis of thin films and surface layers by low incidence angle X-Ray Diffraction"*, Proceedings of the 37<sup>th</sup> Annual Conference on Applications of X-Ray analysis (Advances in X-Ray analysis), édité par C.S. Barrett, J.V. Gilfrich, R. Jenkins, T.C. Huang, P.K. Predecki, Vol. 32, pp. 285-292, Steamboat Springs, 1988.
- [JOLLY 96] Jolly L., Bolle B., Valot C., Laruelle C., Heizmann J.J. : *"X-Ray pole figure keeping a constant thickness of measurement"*, Proceedings of the 11<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 11), édité par Z. Liang, L. Zuo, Y. Chuo, Vol. 1, pp. 116-121, Xi'an, 1996.
- [MEHNERT 99] Mehnert K., Ubhi H.S., Day A.P. : *"Comparison of texture data measured by EBSD and conventional X-Ray Diffraction"*, Proceedings of the 12<sup>th</sup> International Conference on Textures of Materials (ICOTOM 12), édité par J.A. Szpunar, Vol. 1, pp. 217-222, Ottawa, 1999.
- [MORET 96] Moret F., Baccino R., Martel P., Guetaz L. : *"Propriétés et applications des alliages intermétalliques B<sub>2</sub>-FeAl"*, Journal de Physique IV, Colloque 2, supplément au Journal de Physique III, Vol. 6, pp. 281-289, 1996.
- [TABLES 74] *"International tables for X-Ray crystallography - Tome IV : Revised and supplementary tables"*, The Kynoch Press, Birmingham, 1974.
- [WAGNER 03] Wagner F., Bolle B., Bozzolo N. : *"Texture heterogeneities and their determination"*, The Physics of Metals and Metallography, à paraître.

## RÉSUMÉ

L'objectif de cette thèse est d'étudier les effets de traitements thermomécaniques sur les textures, les microstructures et les propriétés élastiques d'un alliage Fe-40%at.Al ODS à grains fins obtenu par consolidation de poudre broyée. La microstructure a été caractérisée par MEB et MET. Les textures ont été mesurées par diffraction des rayons X et par MEB couplé à un système EBSD. 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 le modèle de Hill à partir des mesures des textures.

L'effet de plusieurs modes de consolidation des poudres à 1100°C est étudié tels que l'extrusion, la compression axiale et le martelage rotatif. Le meilleur module d'Young est obtenu pour une barre extrudée puis comprimée axialement de 50%, avec une texture mixte  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 111 \rangle$ . La composante  $\langle 110 \rangle$  est issue de l'extrusion et la composante  $\langle 111 \rangle$  de la compression et de la recristallisation dynamique partielle. La microstructure reste fine grâce à l'action des particules d'oxydes qui limitent la recristallisation dynamique.

L'influence d'un traitement de recristallisation statique est aussi étudiée. L'écroutissage critique du matériau est de 8% pour un traitement thermique à 1000°C. La texture et la microstructure d'une barre initialement extrudée sont significativement modifiées après compression à froid de 10% suivie de traitements thermiques. Une étude de cinétique de recristallisation a permis de constater que les deux étapes de la recristallisation - la recristallisation primaire et la croissance des grains - conduisent à une anisotropie de la microstructure avec de larges grains allongés dans l'axe de la barre. Cette morphologie allongée est fortement liée à l'alignement des particules d'oxydes selon l'axe de la barre. Un mécanisme de croissance anormale conduit à une texture  $\langle 111 \rangle$  modérée qui agit favorablement sur le module d'Young. Après compression de 16%, le mécanisme de recristallisation est différent. La microstructure constituée de grains plus petits reste équiaxe. La texture est faible et montre des composantes proches des composantes de déformation. La croissance des grains est normale mais assez lente à cause de la présence des particules d'oxydes. D'une manière générale, la recristallisation statique à l'issue de la compression conduit à une amélioration du module d'Young.

## MOTS CLÉS

Intermétallique Fe-40%at.Al renforcé - Texture - Microstructure  
Propriétés élastiques - Traitements thermomécaniques - Recristallisation



## ABSTRACT

This thesis has been carried out to study the thermomechanical treatment effects on textures, microstructures and elastic properties of a fine grain ODS Fe-40at.%Al alloy obtained by consolidation of milled powder. Microstructure has been characterised by SEM and TEM. Textures have been measured by X-Ray Diffraction and by SEM associated with an EBSD system. The texture analysis formation has been completed by simulations using the Taylor model and the anisotropy of elastic properties has been characterised using the Hill model from the measured textures.

The effect of several consolidation routes such as extrusion, axial compression and swaging at 1100°C is studied. The best Young modulus is obtained for an extruded bar axially compressed by 50% which has a double  $\langle 110 \rangle$  and  $\langle 111 \rangle$  fibre texture. The  $\langle 110 \rangle$  component results from the extrusion and the  $\langle 111 \rangle$  component from the axial compression and the partial dynamic recrystallization. The microstructure remains fine due to the action of the oxides particles which limit the dynamic recrystallization.

The influence of a static recrystallization treatment is also studied. The critical strain to initiate recrystallization is 8% for 1000°C annealing treatments. The texture and microstructure of the extruded bar are significantly modified after 10% cold axial compression followed by annealing. A recrystallization kinetic study has allowed to notice that the two steps of the recrystallization - primary recrystallization and grain growth - lead to an anisotropy of the microstructure with large grains elongated in the bar axis. This elongated morphology is strongly connected with the oxides particles alignment in the bar axis. An abnormal grain growth mechanism leads to a moderate  $\langle 111 \rangle$  texture which increases the Young modulus. After 16% cold axial compression, the recrystallization mechanism are different. The microstructure consists of smaller grains which remains equiaxed. Texture is weak and shows texture components very close to the deformation ones. The grain growth process is normal but relatively slow due to presence of oxides particles. In a global way, the static recrystallization leads to an increase of the Young modulus.

## KEYWORDS

Strengthened Fe-40at.%Al intermetallic - Texture - Microstructure  
Elastic properties - Thermomechanical treatments - Recrystallization