



**HAL**  
open science

# Renforcement d'alliages fer-aluminium ordonnés B2. Influence d'additions (Ni et B) et de la microstructure

David Colas

► **To cite this version:**

David Colas. Renforcement d'alliages fer-aluminium ordonnés B2. Influence d'additions (Ni et B) et de la microstructure. Matériaux. Université Jean Monnet - Saint-Etienne, 2004. Français. NNT: . tel-00009539

**HAL Id: tel-00009539**

**<https://theses.hal.science/tel-00009539>**

Submitted on 20 Jun 2005

**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.

ECOLE NATIONALE SUPERIEURE  
DES MINES DE SAINT-ETIENNE

UNIVERSITE JEAN MONNET  
SAINT-ETIENNE

N° D'ORDRE : 337TD

## **THESE**

présentée par

**David COLAS**

pour obtenir le titre de

## **DOCTEUR**

En Sciences et Génie des Matériaux

de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne  
et de l'Université Jean Monnet de Saint-Etienne

# **RENFORCEMENT D'ALLIAGES FER-ALUMINIUM ORDONNES B2. INFLUENCE D'ADDITIONS (Ni, B) ET DE LA MICROSTRUCTURE**

Soutenue le 28 septembre 2004 à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, devant le jury composé de

M. C. ESNOUF  
M. B. VIGUIER  
Mme B. DECAMPS

Professeur, INSA Lyon  
Maître de Conférence, INP Toulouse  
Chargée de Recherche 1<sup>ère</sup> classe CNRS,  
LCMTR Thiais

Président/Rapporteur  
Rapporteur

M. R. BACCINO  
Mme A. FRACZKIEWICZ

Ingénieur de Recherche, CEA Grenoble  
Maître de Recherche, ENS des Mines  
de Saint-Etienne

Examinatrice  
Examineur

M. F. LOUCHET

Professeur, Université Joseph Fourier  
de Grenoble

Directrice de thèse  
Directeur de thèse



## Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier les membres du jury, extérieurs à l'Ecole Doctorale de St-Etienne – Mme Décamps et MM. Baccino, Esnouf et Viguier –, pour avoir accepté d'évaluer ce travail et pour la lecture attentive autant que critique qu'ils en ont fait.

Toute ma gratitude va bien sûr à Anna et François pour l'autonomie qu'ils m'ont laissée, grâce à un encadrement souple et ouvert. Sous leur direction, ce travail de thèse a pu pleinement se traduire par une expérience enrichissante sur le plan professionnel et humain.

Je souhaite ici remercier tous les partenaires des programmes « FIAC » et « Rhône-Alpes ». Mes remerciements vont en particulier à Sébastien Launois, pour sa rigueur, à Emmanuel Cadel, pour son enthousiasme, à MM. Biscondi et Morris, pour le partage de leur expérience des dislocations.

Je tiens aussi à remercier les personnels permanents de SMS qui m'ont permis de mener à bien de ce travail – notamment la partie expérimentale –, par leur dévouement et leur rigueur : Annie, Christel, Delphine, Marilyne, Marie-Claude, Pierrette, Séverine, Christian, Claude, Gilles B., Gilles C., Olivier, Paul et Robert.

Mes remerciements vont bien évidemment à l'ensemble des doctorants et des personnels permanents de l'Ecole des Mines que j'ai croisés et avec qui j'ai travaillé pendant ces cinq années. J'attribue une mention spéciale à Olivier, mon « mentor » pour le MET, et à Gouenou, pour une route commencée il y a plus de douze à Rennes et poursuivie avec joie à St Etienne. Ils font partie au premier chef des collègues à avoir fait de mes années à SMS un épisode dont je continuerai à me souvenir avec émotion.

Je souhaite également exprimer toute ma gratitude à mes proches qui m'ont aidé à persévérer dans cette voie. Je leur dois aujourd'hui ma réussite et je leur témoigne ma reconnaissance avec tout l'amour que je peux leur donner.

Enfin, je dédie ce travail à Caroline qui, par sa patience et ses encouragements sans cesse renouvelés, a su me permettre de tirer le meilleur de moi-même.



## TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION.....	11
<b>I - SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>15</b>
<b>I.1. Composés et alliages intermétalliques .....</b>	<b>15</b>
<i>I.1.1. Généralités.....</i>	<i>15</i>
<i>I.1.2. Aluminiures.....</i>	<i>16</i>
<i>I.1.3. Alliages FeAl et NiAl de structure ordonnée B2 .....</i>	<i>20</i>
<b>I.2. Comportement mécanique des alliages FeAl (B2).....</b>	<b>33</b>
<i>I.2.1. Fragilité et ductilité.....</i>	<i>33</i>
<i>I.2.2. Déformation des alliages FeAl en température .....</i>	<i>44</i>
<b>I.3. Conséquences de l'addition de nickel sur quelques propriétés des alliages FeAl ordonnés B2 .....</b>	<b>52</b>
<i>I.3.1. Sites préférentiels d'occupation et interactions avec les lacunes.....</i>	<i>53</i>
<i>I.3.2. Effet du nickel sur les propriétés mécaniques .....</i>	<i>55</i>
<i>I.3.3. Structure de dislocations des alliages FeAl+Ni.....</i>	<i>60</i>
<b>I.4. Problématique.....</b>	<b>61</b>
<b>II - MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....</b>	<b>63</b>
<b>II.1. Les alliages.....</b>	<b>63</b>
<i>II.1.1. Élaboration et code de notation des différents alliages .....</i>	<i>63</i>

## TABLE DES MATIERES

---

II.1.2. <i>Composition chimique</i> .....	65
II.1.3. <i>Microstructure</i> .....	66
II.1.4. <i>Traitements thermiques</i> .....	67
II.2. <b>Essais de caractérisation mécanique</b> .....	67
II.2.1. <i>Découpe et préparation des éprouvettes</i> .....	67
II.2.2. <i>Compression uniaxiale en température</i> .....	68
II.2.3. <i>Flexion 4 points à l'ambiante</i> .....	71
II.3. <b>Observations microstructurales</b> .....	73
II.3.1. <i>Microscopie électronique à balayage (MEB)</i> .....	73
II.3.2. <i>Microscopie électronique en transmission (MET)</i> .....	73
III - <b>COMPORTEMENT MECANIQUE MACROSCOPIQUE</b> .....	77
III.1. <b>Définition de l'état de référence des matériaux avant essais</b> .....	78
III.1.1. <i>Rétention des lacunes thermiques</i> .....	78
III.1.2. <i>Elimination des lacunes thermiques en excès</i> .....	79
III.2. <b>Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température</b> .....	81
III.2.1. <i>Effets combinés du nickel et du bore</i> .....	81
III.2.2. <i>Influence de la teneur en nickel</i> .....	86
III.2.3. <i>Rôle des procédés de mise en forme et de la taille de grain</i> .....	89
III.2.4. <i>Taux d'écroutissage</i> .....	95
III.2.5. <i>Sensibilité à la vitesse de déformation</i> .....	96
III.3. <b>Comportement à la rupture, à température ambiante</b> .....	101

<i>III.3.1. Effet du nickel seul</i> .....	102
<i>III.3.2. Effet du bore seul</i> .....	102
<i>III.3.3. Effets combinés B/Ni, influence de la teneur en nickel</i> .....	103
<i>III.3.4. Rôle de la taille de grains</i> .....	106
<b>III.4. Conclusions partielles</b> .....	<b>109</b>
<b>IV - STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS LES ALLIAGES DEFORMES</b> .....	<b>111</b>
<b>IV.1. Etat initial de la microstructure : alliages recuits</b> .....	<b>112</b>
<i>IV.1.1. Les alliages non dopés au bore : FeAl et FeAlNi4</i> .....	112
<i>IV.1.2. Les alliages dopés : FeAlB et FeAlNi4B</i> .....	112
<b>IV.2. Déformation à température ambiante</b> .....	<b>116</b>
<i>IV.2.1. Mouvement des dislocations</i> .....	116
<i>IV.2.2. Caractérisation des dislocations</i> .....	118
<i>IV.2.3. Autres défauts présents</i> .....	122
<b>IV.3. Déformation dans le domaine d'anomalie</b> .....	<b>123</b>
<i>IV.3.1. Mouvement des dislocations</i> .....	123
<i>IV.3.2. Caractérisation des dislocations</i> .....	127
<i>IV.3.3. Autres défauts présents</i> .....	130
<b>IV.4. Déformation au niveau du pic</b> .....	<b>132</b>
<i>IV.4.1. Mouvement des dislocations</i> .....	132
<i>IV.4.2. Caractérisation des dislocations</i> .....	141
<i>IV.4.3. Autres défauts présents</i> .....	144

## TABLE DES MATIERES

---

<b>IV.5. Déformation à 950°C</b> .....	148
<i>IV.5.1. Description de la microstructure</i> .....	148
<i>IV.5.2. Caractérisation des dislocations</i> .....	149
<i>IV.5.3. Autres défauts présents</i> .....	151
<b>IV.6. Conclusions partielles</b> .....	151
<b>V - DISCUSSION</b> .....	153
<b>V.1. Durcissement basses températures (BT)</b> .....	153
<i>V.1.1. Contribution des lacunes thermiques</i> .....	153
<i>V.1.2. Durcissement par atomes dispersés en solution solide</i> .....	155
<i>V.1.3. Hypothèse de l'augmentation de la contrainte de Peierls</i> .....	158
<b>V.2. Régime d'anomalie de la limite d'élasticité</b> .....	160
<i>V.2.1. Liens entre durcissement BT et anomalie</i> .....	160
<i>V.2.2. Modèle de traînage de tubes de parois d'antiphase(APB) [97]</i> .....	160
<i>V.2.3. Effets du nickel</i> .....	161
<b>CONCLUSION</b> .....	165
<b>ANNEXES</b> .....	167
<b>BIBLIOGRAPHIE</b> .....	185

# INTRODUCTION

En tant que classe de matériaux, les intermétalliques présentent certaines propriétés spécifiques (i.e. les caractéristiques mécaniques rapportées à la densité) très intéressantes, notamment pour remplacer les superalliages utilisés en aéronautique dans les applications à hautes températures. Si l'utilité de ces mélanges de deux métaux en une seule phase ordonnée n'est plus à démontrer, leur fabrication et leur maîtrise sont restées purement empiriques jusqu'à la révolution industrielle : l'expérience du métallurgiste devant suffire à faire aboutir le mélange, en proportions aléatoires, des métaux envisagés. Ainsi, les composés ordonnés n'étaient pas différenciés des solutions solides non-ordonnées obtenues par la même voie. Les nouveaux domaines d'application comme l'aéronautique, gourmands en alliages à fort potentiel, ont ouvert la voie à une profusion de travaux de recherche sur cette classe de matériaux, dans l'entre-deux-guerres puis à partir des années 50.

Les alliages fer-aluminium (B2), contenant entre 34 et 52 % at. d'aluminium, ont été découverts en 1932 [1]. En plus des propriétés communes aux autres intermétalliques (point de fusion élevé, bonne tenue mécanique jusqu'aux températures intermédiaires...) les alliages fer-aluminium possèdent des avantages particuliers : matières premières moins coûteuses, faible densité, excellente résistance à la corrosion même en milieu agressif. C'est pour cette dernière caractéristique et pour leur bonne transparence aux neutrons qu'ils ont tout d'abord été abondamment étudiés dans les années 60 [2-5], en vue d'applications dans l'industrie nucléaire. Dans le cadre de ces premiers travaux d'envergure sur les fer-aluminium, les caractérisations systématiques ont permis de faire émerger une composition particulière [6], FeAl40 ordonné B2, comme présentant le meilleur compromis du point de vue des propriétés mécaniques. C'est à cette époque d'ailleurs que l'anomalie de la limite d'élasticité (i.e. son augmentation lorsque la température croît) de cet alliage à 40 % at. d'aluminium a été mise en évidence [2] par le biais d'essais de traction à vitesse de déformation élevée (environ  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ )

Cependant, la fragilité excessive des alliages intermétalliques FeAl ainsi que leur mauvaise tenue au fluage ont porté un coup d'arrêt aux études qui leur étaient consacrées. Les travaux de recherche sur les alliages FeAl furent relancés début au milieu des années 80 lorsque Crimp et Vedula [7] mirent en évidence l'effet bénéfique du dopage en bore sur le comportement à la rupture à température ambiante : d'intergranulaire fragile le mode de rupture après dopage en bore devient intragranulaire par clivage avec un gain effectif d'allongement à la rupture. Cet effet couplé à une élaboration par métallurgie des poudres a permis, au cours des années 90, d'obtenir des alliages industriellement intéressants [8].

## INTRODUCTION

---

L'alliage FeAl40 Grade 3 élaboré au CEA Grenoble [8] présente par exemple une rigidité spécifique et une résistance spécifique, à l'ambiante, d'environ  $180 \text{ (MPa/g.cm}^{-3}\text{)}^{-1/2}$  et  $190 \text{ MPa/g.cm}^{-3}$  respectivement. A titre de comparaison, ces grandeurs caractéristiques valent  $170 \text{ (MPa/g.cm}^{-3}\text{)}^{-1/2}$  et  $110 \text{ MPa/g.cm}^{-3}$  pour le superalliage IN 100.

Les alliages FeAl sont bien loin d'être les seuls intermétalliques de la famille des aluminures à avoir été étudiés. En effet, les alliages nickel-aluminium ont été l'objet des travaux les plus nombreux, en particulier le composé  $\text{Ni}_3\text{Al}$  ( $\text{L1}_2$ ) Bien qu'il fasse preuve des mêmes inconvénients que FeAl, grande fragilité à l'ambiante et tenue médiocre au fluage, NiAl ( $\text{B2}$ ) a aussi largement été étudié. A son crédit il faut mettre la relative facilité avec laquelle il peut être élaboré par les technologies conventionnelles [9]. Si jusque là les études portaient essentiellement, pour les aluminures, sur des alliages intermétalliques binaires, l'addition d'un troisième élément de transition commença d'être envisagée dans les années 90 [10, 11]. L'idée émerge alors [12, 13] d'essayer d'améliorer les caractéristiques des alliages FeAl (resp. NiAl) par l'ajout de nickel (resp. de fer) en les hybridant à celles de l'alliage NiAl (resp. FeAl) Le but est alors d'obtenir un matériau :

- plus résistant à haute température, et en particulier avec des propriétés mécaniques plus stables en fonction de la température

- moins sensible au durcissement lacunaire, source de coûts importants en traitements thermiques d'élimination des lacunes.

En ce qui concerne les alliages FeAl, l'addition de nickel doit rester faible, quelques % atomiques, afin de ne pas augmenter notablement le coût des matières premières. Bien qu'initiée au milieu des années 90, cette volonté de construire un pont entre NiAl et FeAl a donné lieu à un nombre restreint de travaux concernant l'évolution des propriétés mécaniques (limite d'élasticité par exemple) en fonction de la teneur en nickel et de la température.

Cette étude a été initiée en ayant à l'esprit de lier ces deux paramètres, température et teneur en nickel, lors de la caractérisation des propriétés mécaniques et microstructurales d'alliages FeAl40. Les objectifs principaux de cette étude ont consisté à chercher à améliorer la tenue mécanique de l'alliage, à l'ambiante comme à haute température, et d'apporter des éléments à la compréhension des mécanismes microscopiques qui gouvernent ces propriétés.

Le travail que nous présentons est découpé en cinq chapitres.

Le premier consiste en une synthèse bibliographique des connaissances sur les deux types d'alliages binaires et des premières études sur les alliages ternaires de type FeAlNi riche en fer. De plus, il en dessine le contexte.

## INTRODUCTION

---

Le deuxième chapitre est l'occasion d'exposer les données de base concernant les matériaux et les techniques expérimentales.

Les deux chapitres suivants sont entièrement dédiés aux résultats obtenus. Deux échelles de caractérisation sont utilisées.

Au cours du troisième chapitre nous nous attachons à étudier l'influence du nickel sur le comportement macroscopique de nos alliages polycristallins, qu'ils soient coulés au laboratoire ou bien élaborés par mécanosynthèse. L'évolution en fonction de la température de la limite d'élasticité, ainsi que des propriétés mécaniques connexes (taux d'écroutissage, sensibilité à la vitesse de déformation...), et la fragilité à l'ambiante sont plus précisément traitées.

Le quatrième chapitre concerne la caractérisation et l'évolution de la structure de dislocations d'alliages binaires et ternaires, dopés en bore. Dans ce cadre, la description de l'état initial laisse rapidement place à l'observation des structures fines en déformation (MET *in situ*) et/ou déformées (MET *post mortem*) Il s'agit là de mettre en relation les mécanismes à l'échelle des dislocations avec les propriétés macroscopiques.

Avant de conclure cette étude, nous proposons une discussion de ces résultats en deux étapes. Nous nous intéressons tout d'abord à la question des mécanismes de durcissement basses températures puis à celle de l'anomalie de la limite d'élasticité dans ces alliages.



# I - SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

## *I.1. Composés et alliages intermétalliques*

### *I.1.1. Généralités*

Lorsque deux éléments A et B sont miscibles en toutes proportions et forment une solution solide continue pour certains domaines de concentration, il peut se former des surstructures. Les composés  $A_3B$ , AB,  $AB_3$  sont des exemples de ces nouvelles phases. Le nom de phases intermédiaires est plutôt réservé à celles qui possèdent une structure différente de celle des métaux de base ou des solutions solides terminales. De façon très restrictive, on parle de composé intermétallique lorsque la phase intermédiaire n'existe qu'à l'état ordonné. D'ailleurs, cet état ordonné peut se maintenir ou non jusqu'à la température de fusion du composé, définissant ainsi une distinction supplémentaire. Ces composés ont un caractère métallique plus ou moins marqué. Leur stabilité dépend de différents facteurs : facteur de valence (ou de concentration électronique), facteur de taille, facteur électrochimique (différence d'électronégativité)

Pour préciser les termes, nous parlerons de « composé intermétallique » quand la composition stœchiométrique est atteinte, et de « phase ou alliage intermétallique » s'il agit d'une solution solide sur la base du composé.

Il existe donc une diversité colossale de composés intermétalliques tant par leur nombre que par leur variété (type de phases, cristallographie...) et leur champ d'application est par conséquent très vaste.

Possédant des caractéristiques réfractaires intéressantes, ces composés ont souvent une très grande dureté, alliée à une fragilité très marquée. En outre, leur déformation s'accompagne souvent d'un très fort taux d'écroutissage. Les composés intermétalliques ont donc d'abord été principalement utilisés sous forme de particules dispersées dans une matrice métallique (phénomène de précipitation) afin de modifier de façon notable les propriétés de

cette matrice. De nombreux alliages sont durcis par précipitation : précipitation des carbures (aciers spéciaux), des composés intermétalliques (alliages légers, aciers à hautes performances) Les deux cas d'intermétalliques durcissant les plus connus sont  $\text{Al}_2\text{Cu}$  (phases  $\theta''$ - $\theta'$ ) dans les alliages  $\text{AlCu}$  et  $\text{Ni}_3\text{Al}$  dans les superalliages à base nickel. Les eutectiques contrôlés possèdent de remarquables propriétés mécaniques : ce sont des composés intermétalliques sous forme de longues baguettes ou de grandes lamelles, régulièrement disposées parallèlement à une même direction, dans une matrice plus ductile (principe du renforcement par fibres) Depuis les années 60 et sous l'impulsion de l'US Air Force qui étudia notamment  $\text{Ti}_3\text{Al}$ , ces composés furent et sont encore abondamment étudiés, non plus seulement comme durcisseurs structuraux mais comme matériaux de structure à part entière.

### I.1.2. Alumiures

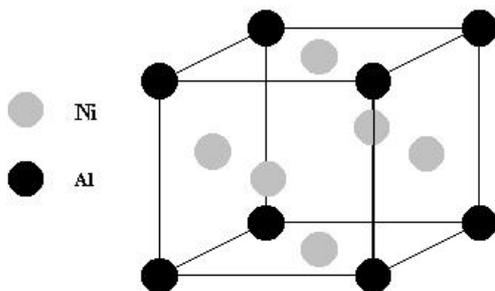


Figure I.1: Structure cristallographique de  $\text{Ni}_3\text{Al}$ .

Cette sous-famille des composés intermétalliques correspond à l'ensemble des alliages contenant de l'aluminium. Nous nous focaliserons plus particulièrement ici sur ceux formés d'un métal de transition (Fe, Ni, Ti, Co...) et d'aluminium. Ce sont les alumiures de nickel qui sont encore les plus étudiés, avec notamment  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . Nous

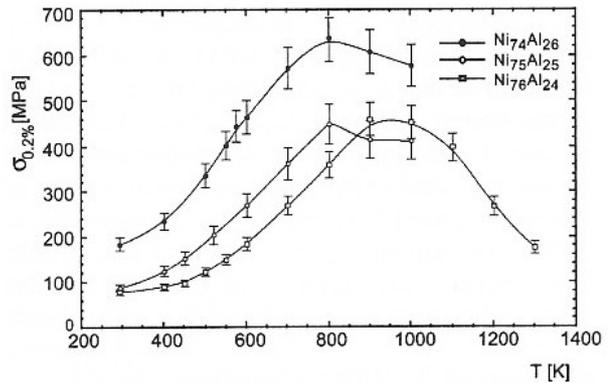
l'avons vu ci-dessus, la raison est historique : les superalliages à base nickel sont renforcés par des précipités de structure  $\text{L1}_2$  et de composition  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , **Figure I.1**. Cependant les années 90 ont vu l'émergence de nombreuses recherches sur les systèmes  $\text{NiAl}$  et  $\text{FeAl}$  [14-19].

Pour une rapide synthèse bibliographique sur le composé  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , nous nous basons sur les travaux de revue de Liu et Kumar [15] et sur ceux de Deevi et Sikka [20].

La température de fusion de ce composé approche les  $1400^\circ\text{C}$  et jusqu'à  $1100^\circ\text{C}$   $\text{Ni}_3\text{Al}$  présente une excellente résistance à l'oxydation et à la carburation. Ses propriétés mécaniques ont été étudiées en détail en température. Il en ressort que le composé possède une limite d'élasticité élevée dans l'intervalle  $600$ - $1100^\circ\text{C}$  en raison du phénomène d'anomalie de limite d'élasticité (**Figure I.2**), c'est-à-dire l'augmentation de la limite d'élasticité lorsque la température s'élève dans une certaine gamme de températures. Pour  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , elle est généralement associée à une instabilité des superdislocations  $\langle 110 \rangle$  vis dans les plans  $\{111\}$  qui conduit à leur glissement dévié vers les plans  $\{100\}$  et leur immobilisation en position sessile. Ce glissement dévié est dû à l'anisotropie de l'énergie de paroi d'antiphase et des constantes d'élasticité.

Ni<sub>3</sub>Al a, en outre, une meilleure résistance à la fatigue et au fluage que les superalliages à base nickel. Cependant, si les monocristaux de Ni<sub>3</sub>Al sont ductiles les alliages polycristallins sont quant à eux fragiles à température ambiante. Cette fragilité a deux origines établies : l'une extrinsèque (effet d'environnement), l'autre intrinsèque (faible cohésion des joints de grains) Une manière de pallier à ce désagrément serait de doper l'alliage

par du bore. La forte ségrégation du bore aux joints de grains sur les positions interstitielles habituellement occupées par l'hydrogène semble être à l'origine d'une amélioration de la tenue des interfaces et d'une limitation de l'effet d'environnement. Un autre point faible des alliages Ni<sub>3</sub>Al concerne les plus hautes température et est de nouveau en rapport avec une fragilité inter-granulaire. Il s'agit dans ce cas d'une déficience extrinsèque liée à la diffusion rapide de l'oxygène aux joints de grains. De manière générale ces propriétés sont très dépendantes de l'écart à la stœchiométrie et d'éventuelles additions ternaires. La solubilité de l'élément d'addition est fonction du site d'occupation. Parmi les éléments se substituant uniquement à l'aluminium nous pouvons citer Si, Ge, Ti, Zr, Hf et Nb. Seuls Cu, Co et Pt se placent exclusivement sur les sites de Ni, tandis que Fe, Mn et Cr se substituent indifféremment à Ni ou Al. Enfin le durcissement en solution solide (DSS) consécutif à ces additions ternaires varie sensiblement suivant l'écart à la stœchiométrie, le réseau d'occupation et le facteur de taille. Hf et Zr produisent les durcissement les plus efficaces. Il est cependant à noter que ce renforcement est plus conséquent à haute température qu'à température ambiante. Précisons que ce comportement ne semble pas explicable par les théories de DSS classiques et reste à élucider.



**Figure I.2** : D'après [21]. Anomalie de la limite d'élasticité d'alliages Ni<sub>3</sub>Al.

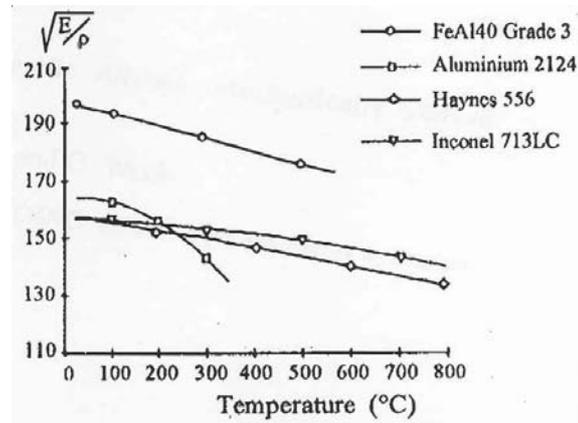
### I.1.2.1. Propriétés des aluminures

La présence d'aluminium confère aux aluminures des propriétés communes intéressantes, à commencer par une bonne tenue à l'oxydation ainsi qu'une excellente résistance à la corrosion et ce même dans des milieux très agressifs [22-24]. En effet, une couche de passivation adhérente d'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) se forme à leur surface et leur procure ainsi une protection efficace.

De plus, les aluminures sont relativement légers avec une densité souvent sous la barre des 6 g/cm<sup>3</sup> (5,4 g/cm<sup>3</sup> pour le composé FeAl) ; ce qui les place globalement 30% en deçà des

matériaux de structures habituellement utilisés ( $10 \text{ g/cm}^3$  pour le superalliage à base nickel PWA-1484) et leur confère des propriétés spécifiques élevées, **Figure I.3**.

La plupart de ces alliages possèdent en outre la singularité de conserver leurs propriétés mécaniques en température, voire parfois de les augmenter (TiAl [26], Ni<sub>3</sub>Al [21], Fe<sub>3</sub>Al [27-29], FeAl [3, 30-35]) Ces avantages cumulés en font des matériaux de choix pour un éventuel remplacement des superalliages, ces derniers présentant des densités élevées et nécessitant des matières premières coûteuses et stratégiques.



**Figure I.3** : D'après [25]. Rigidité spécifique de l'alliage FeAl40 Grade 3 comparée à celles d'autres matériaux.

### I.1.2.2. Inconvénients des aluminures

**Tableau I.1** : D'après [36]. Modes de rupture de quelques intermétalliques de structure L1<sub>2</sub>.

Compound	Ductile (D) or brittle (B)	Fracture mode <sup>a</sup>	References
Ni <sub>3</sub> Al	B	IG	Takasugi and Izumi (1985a)
Ni <sub>3</sub> Si	B	IG	Takasugi and Izumi (1985a)
Ni <sub>3</sub> Ga	B	IG	Takasugi and Izumi (1985a)
Ni <sub>3</sub> Ge	B	IG	Takasugi and Izumi (1985a)
Fe <sub>3</sub> Ga	B	IG	Takasugi and Izumi (1985a)
Zr <sub>3</sub> Al	B	IG	Schulson (1984)
Cu <sub>3</sub> Pd	D	TD	Takasugi and Izumi (1985a)
Ni <sub>3</sub> Fe	D	TD	Takasugi and Izumi (1985a)
Cu <sub>3</sub> Au	D	TD	Vidoz <i>et al.</i> (1963)
Ni <sub>3</sub> Mn	D	TD	Takasugi and Izumi (1985a)
Co <sub>3</sub> Ti	D	IG + TD	Takasugi and Izumi (1985a), Takasugi <i>et al.</i> (1987)
Pt <sub>3</sub> Ga	B	IG	Briant <i>et al.</i> (1990)
Al <sub>3</sub> Sc	B	C	George <i>et al.</i> (1990, 1991)
Si <sub>3</sub> U	B	C	Fleischer (personal communication)

<sup>a</sup>IG, intergranular; TD, transgranular ductile; C, cleavage.

Au regard des exigences strictes et précises du milieu industriel, en particulier dans l'aéronautique, les aluminures se trouvent confrontés à des faiblesses rédhibitoires : leur ténacité ainsi que leur ductilité sont très insuffisantes à température ambiante, **Tableau I.1**. Remarquons que ces faiblesses sont communes à bon nombre d'intermétalliques. De plus certains d'entre eux ont une faible résistance au fluage à haute température. Pourtant, des voies d'investigation sont explorées pour résoudre ces lourds handicaps. L'une d'entre elles consiste à réduire la taille de grain et à améliorer la cohésion inter-granulaire via, notamment, une élaboration de ces alliages par métallurgie des poudres et une distribution fine de particules aux joints de grains [25, 37]. Il peut aussi s'agir d'ajouts bénéfiques comme le bore pour les alliages FeAl [7, 38] ou Ni<sub>3</sub>Al [39, 40]. Ces ajouts peuvent

avoir pour fonction d'intervenir aux joints de grains [38] pour renforcer leur cohésion ou bien au sein de la matrice métallique afin d'améliorer la résistance au clivage [39, 40]. Enfin, une autre possibilité réside dans le fait de rendre le glissement homogène [41]. L'objectif est alors de limiter le glissement planaire, via l'action d'une fine dispersion de particules incohérentes et dures. Les bases théoriques des mécanismes générant cette homogénéisation ont été proposées [41] mais semblent rester à confirmer expérimentalement : ce type de dispersion ayant été obtenu conjointement à certains ajouts et à une réduction de la taille de grains [42], les différents effets sont fortement interdépendants et la décorrélation est rendue difficile.

### I.1.2.3. Intérêt des alliages FeAl

Contrairement aux autres aluminures, tels que  $Ni_3Al$ ,  $TiAl$  ou  $NiAl$ , les alliages FeAl présentent l'avantage indéniable d'être composés de métaux non stratégiques : ils sont abondants et peu chers. C'est probablement ce qui a motivé les nombreuses études menées sur ces alliages depuis les années soixante en vue d'application dans le nucléaire, jusqu'à plus récemment pour des applications comme matériaux de structure [37], pour l'aéronautique ou l'automobile par exemple.

Les alliages FeAl possèdent un point de fusion élevé associé à une bonne tenue mécanique en température, ainsi qu'une faible densité (entre  $5.4 \text{ g/cm}^3$  et  $6.7 \text{ g/cm}^3$  selon % at. Al) et une excellente résistance à la corrosion. Par exemple la vitesse de corrosion de FeAl est deux ordres de grandeurs plus faible que pour les alliages à base fer comme le FeCrAl [15]. L'alliage de composition FeAl40 (à moins de précisions contraires les compositions seront données, dans la suite de ce mémoire, en % at.), qui est à la base des matériaux que nous allons étudier, présente un compromis propriétés mécaniques/densité très intéressant [2, 6]. Un pourcentage supérieur en aluminium accentue le caractère fragile de l'alliage tandis qu'en deçà de 40% Al le gain en densité devient insuffisant.

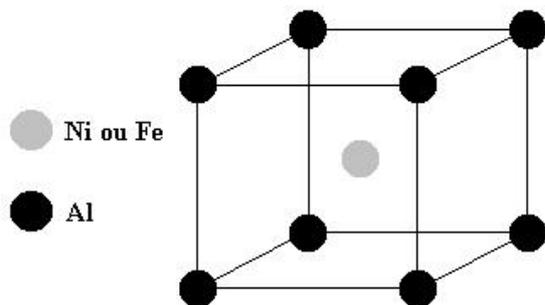
La pierre d'achoppement au développement industriel des alliages fer-aluminium, comme pour nombre d'autres intermétalliques ainsi que nous l'avons vu, provient de leur fragilité à l'ambiante.

Nous l'avons mentionné plus haut, une des voies utilisées pour le renforcement des alliages FeAl ordonnés B2 et la limitation de la fragilité à l'ambiante est l'élaboration par métallurgie des poudres [37, 41, 43]. La réduction de la taille de grains associée à des ajouts améliorant la résistance à la décohésion (B, Zr, C principalement) permet d'augmenter simultanément la limite d'élasticité et la ductilité du matériau. L'alliage FeAl40 a fait l'objet d'une telle optimisation [25] et ainsi une nuance semi-industrielle, nommée FeAl Grade 3, a été développée par le CEA Grenoble. Elle est obtenue par le co-broyage d'une poudre pré-

alliée de FeAl et d'une poudre d'oxyde d'yttrium, suivi d'une consolidation à chaud afin d'obtenir un matériau massif. Deux procédures de consolidation peuvent être employées : l'extrusion à chaud ou bien la Compression Isostatique à Chaud (CIC)

Le projet européen FIAC (Light weight FeAl Intermetallic Alloy for high efficiency Components in transportation and power generation industries, G5RD-CT-99-00070) avait pour objectif de développer l'utilisation des alliages intermétalliques FeAl, en remplacement des aciers inoxydables et des alliages à base nickel, dans la fabrication de composants pour les industries aéronautique et automobile (motorisation) et pour l'industrie de production d'électricité. Dans le cadre de ce projet, la technologie d'élaboration a été transférée vers un industriel européen de premier plan mondial dans le domaine de la métallurgie des poudres et des matériaux réfractaires. Puis, de nombreux demi-produits ont été fabriqués selon des procédés de mise en forme différents afin de couvrir toute la gamme des états représentatifs de ceux rencontrés dans les composants potentiels visés. Ces demi-produits ont été largement caractérisés. Cette caractérisation va de celle de la microstructure [44-46] à l'étude du comportement mécanique en passant par des tests de corrosion, d'oxydation et de soudage [47]. Nous avons participé à ce projet notamment pour ce qui relève de l'étude du comportement mécanique en température. Nous avons donc pu disposer de toute une gamme d'alliages ne différant que par la taille de grains et/ou le procédé de mise en forme. Le projet FIAC a permis de réelles améliorations des propriétés mécaniques de l'alliage FeAl Grade 3, notamment vis-à-vis de la fragilité à l'ambiante. L'essor industriel de cet alliage reste cependant bloqué à l'heure actuelle en raison des coûts prohibitifs d'élaboration.

### *1.1.3. Alliages FeAl et NiAl de structure ordonnée B2*



**Figure I.4** : Structure cristallographique B2 de NiAl et FeAl.

Les aluminures FeAl, NiAl, CoAl, et PdAl, entre autres, ont notamment en commun de cristalliser dans un même système cristallographique nommé B2, **Figure I.4**. Cette structure ordonnée correspond à celle du sel CsCl. Elle peut être décrite comme une maille cubique simple avec un motif de deux atomes (0,0,0) et ( $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{1}{2}$ ) Les atomes du métal de transition occupent l'une de ces positions tandis que les atomes d'aluminium occupent l'autre. Ainsi chaque espèce d'atomes a huit atomes de l'autre espèce pour plus proche voisin. La conséquence de cet arrangement

ordonné est un abaissement de la symétrie de la structure cubique centrée à la structure cubique simple.

Les alliages ordonnés B2 NiAl et FeAl ont fait l'objet de très nombreuses études. Des chapitres spécifiques leur sont consacrés dans l'ouvrage collectif dirigé par Westbrook et Fleischer [9, 19]. En outre, les articles de revue de Baker et Munroe [14] sur FeAl et de Noebe *et al.* [48] sur NiAl sont richement documentés et nous ont fourni une solide base de départ. Nous donnons ici un aperçu de l'état des connaissances en commençant par les faits bien établis que sont le diagramme de phases et la cristallographie de ces deux composés. En revanche les défauts microstructuraux (ponctuels ou non), que nous présentons ensuite, font encore l'objet de discussions passionnées.

### I.1.3.1. Diagrammes d'équilibre des phases et cristallographie

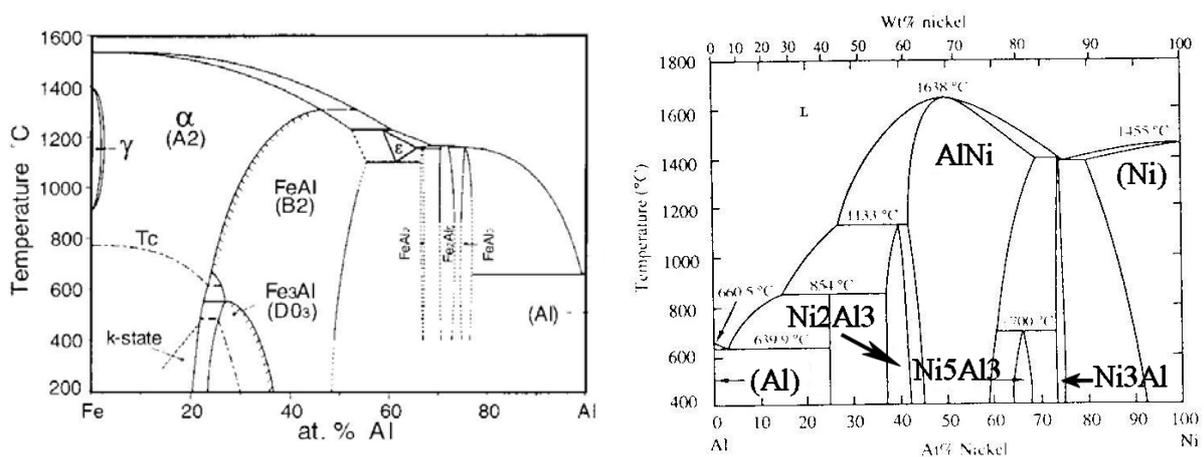


Figure I.5 : Diagrammes d'équilibre des phases des systèmes, a) Fe-Al, d'après [49] et b) Ni-Al, d'après [9].

Les alliages intermétalliques fer-aluminium et nickel-aluminium font donc partie de la famille des aluminures. Les diagrammes d'équilibre des phases de FeAl et NiAl sont présentés sur la **Figure I.5**. Au cours de cette étude nous nous intéresserons en particulier aux alliages basés sur les composés stœchiométriques FeAl et NiAl. Pour FeAl comme pour NiAl, la phase ordonnée B2 existe dans un large domaine de composition et de température. Elle est comprise, en composition et à température ambiante, entre 34 et 52 % Al et entre 45 et presque 60 % Ni, pour FeAl et NiAl respectivement. On parlera d'alliages *hyper-stœchiométriques* du côté riche en aluminium (Fe<sub>49</sub>Al<sub>51</sub> ou Ni<sub>45</sub>Al<sub>55</sub> par exemple) et d'alliages *hypo-stœchiométriques* pour les alliages riches en fer (Fe<sub>60</sub>Al<sub>40</sub> ou Ni<sub>60</sub>Al<sub>40</sub> par exemple)

Le composé NiAl fond de manière congruente à 1640°C environ [9, 15, 48], soit à une température supérieure à celle du composé FeAl [1, 14, 19, 50] de plus de 100°C. Pour FeAl la température de fusion augmente lorsque la teneur en fer augmente, de 1330°C pour le composé stœchiométrique elle passe à 1420°C pour l'alliage FeAl40 [49].

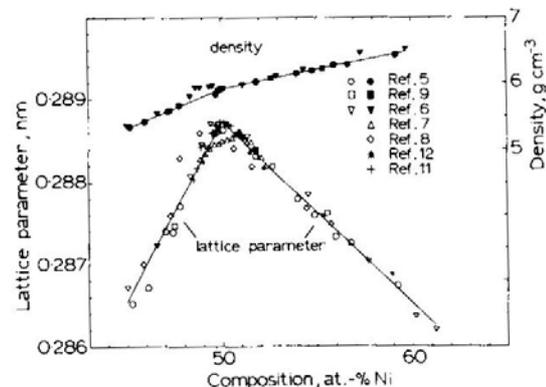
Par ailleurs les deux alliages ont des constantes d'élasticité assez fortement anisotropes. En effet le coefficient d'anisotropie  $A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$  est de l'ordre de 3,4 pour NiAl [48] comme pour FeAl [50]. En conséquence de quoi, les modules d'Young et de cisaillement dépendent fortement de la texture cristallographique ainsi que le mentionnent Noebe *et al.* [48] pour NiAl ou Leamy *et al.* [5] pour FeAl. L'orientation dure est <100> pour NiAl, mais <111> pour FeAl.

Pour les deux alliages la valeur du paramètre de maille varie assez faiblement (< 1 %) avec l'écart à la stœchiométrie : il présente, pour les deux alliages, un maximum correspondant à la composition stœchiométrique. Pour NiAl et à partir des données de la littérature (**Figure I.6**) Noebe *et al.* [48] donnent la relation :

$$- a_0 \text{ (nm)} = 0,299839 - 0,000222 * (\% \text{ Ni}), \text{ (entre 50 et 60 \%Ni)}$$

$$- a_0 \text{ (nm)} = 0,2666819 + 0,000438 * (\% \text{ Ni}), \text{ (45 et 50 \%Ni)}$$

De la même façon le paramètre de maille de FeAl augmente à mesure que la teneur en aluminium augmente jusqu'à la composition stœchiométrique, pour ensuite diminuer [50-52], passant ainsi de 2,8976 Å pour FeAl40 [5] à 2,9089 Å pour le composé stœchiométrique [53]. L'augmentation du paramètre de maille lorsque la concentration en lacunes thermiques augmente est d'autant plus marquée que la teneur en aluminium s'approche de 50 % [52]. Le paramètre de maille du composé stœchiométrique FeAl est donc plus grand que celui de du composé NiAl de près de  $2 \cdot 10^{-2}$  Å.



**Figure I.6 :** D'après [48]. Evolution du paramètre de maille et de la densité d'alliages NiAl B2 en fonction de la stœchiométrie, à température ambiante.

I.1.3.2. Défauts microstructuraux

a) Défauts ponctuels

Dans un composé intermétallique AB (B2) parfaitement ordonné à 0 K, posons que les atomes A occupent les sites  $\alpha$  et les atomes B les sites  $\beta$ . Les défauts ponctuels se répartissent en deux catégories, les défauts constitutionnels qui servent à accommoder les écarts à la stœchiométrie et les défauts dits « thermiques ». Dès lors que le zéro absolu est dépassé les seconds viennent s'ajouter au premiers, donnant ainsi lieu à deux classes de structure de défauts : on parle de composés à défauts d'antistructure ou de composés à défauts triples. Les premiers de ces défauts consistent en des atomes A (B) sur les sites  $\beta$  ( $\alpha$ ) La nature des seconds est plus complexe : il s'agit d'atomes A (B) sur des sites  $\beta$  ( $\alpha$ ) ajoutés à des lacunes sur les sites  $\alpha$  ( $\beta$ ) Des travaux de revue concernant les défauts ponctuels dans les alliages intermétalliques ordonnés B2 [54] ou les lacunes dans FeAl [55], ont été récemment menés afin de faire le point sur l'état des connaissances dans ces domaines respectifs.

*Défauts constitutionnels*

**Tableau I.2 :** D'après [56]. Enthalpies de formation des phases B2 et la catégorie de défauts constitutionnels correspondante.

Phase	$-\Delta H_f / \text{kJ} \cdot \text{g-atom}^{-1}$	Ref.	Type of defect
AgZn	6.6	[2]	Substitutional defects
AgCd	~ 7.0	[2]	
CuZn	11.1	[2]	
CuBe	15.0*	[2]	
NiZn	16.4	[3]	
AgMg	18.4	[2]	
AuCd	19.2	[2]	
AuZn	25.8	[2]	
NiBe	41.1*	[2]	
FeAl	32.4 ± 2.0	[4, 5]	
CoGa	36.0 ± 5.0	[6]	
NiGa	45.0 ± 2.0	[7-9]	
CoAl	54.1 ± 3.0	[2]	
PdIn	61.4	[10]	
NiAl	69.0 ± 2.0	[11, 12]	
PdAl	92.3	[2]	

\*  $\Delta G_f$  value.

L'appartenance au groupe dit des composés à structure de défauts triples semble faire plus consensus pour NiAl [15, 48] que pour FeAl [51, 57-63]. En effet s'il est clair depuis les calculs menés par Neumann [56] (**Tableau I.2**) que NiAl appartient bien au groupe des composés à structure de défauts triples, FeAl se trouve quant à lui à la frontière entre les deux types de structure de défauts.

Pour NiAl le sous-réseau d'aluminium est toujours occupé : Ni se substitue à Al pour les alliages *hypo-stœchiométriques* tandis que ce sont des lacunes constitutionnelles qui sont

formées pour les alliages *hyper-stœchiométriques* [15, 48]. En revanche, pour les alliages FeAl *hypo-stœchiométriques*, si l'existence des défauts triples, prédits par Neumann [56], semble avoir été expérimentalement confirmée [60], des simulations numériques montrent (**Figures I.7 et I.8**) que l'écart à la stœchiométrie serait principalement accommodé par des atomes de fer en antisites [51, 57-59, 64].

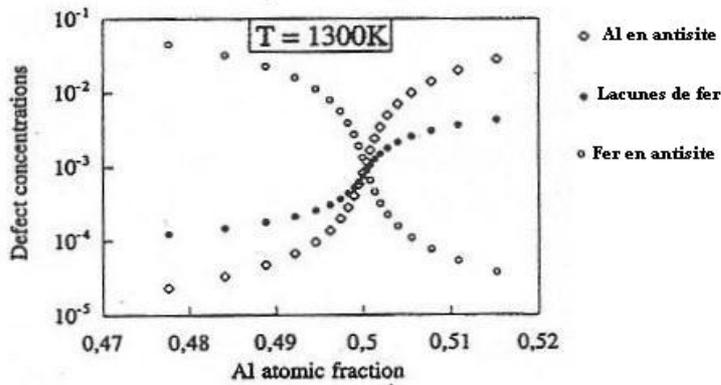


Figure I.7 : D'après [58]. Concentrations en défauts indépendants dans un modèle de réseau rigide à pression nulle.

Le désaccord existe aussi pour les alliages *hyper-stœchiométriques*, les calculs récents (Figures I.7 et I.8) prévoyant à la fois la présence de lacunes de fer et celle d'atomes d'aluminium en antisites, tandis que les résultats expérimentaux plus anciens de Ho et Dodd [60] ne montrent que la présence de lacunes de fer. Bien qu'en cohérence avec les calculs de Neumann [56], les travaux récents de Mayer et Fähnle [61] aboutissent à des conclusions qui ne résolvent pas la controverse : les alliages FeAl ne seraient ni des composés purement à défauts triples ni purement à défauts d'antisites.

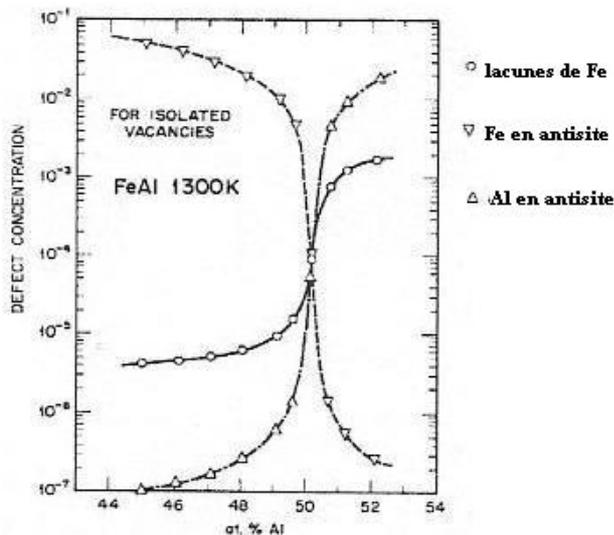


Figure I.8 : D'après [59]. Concentrations en défauts en fonction du pourcentage atomique d'aluminium.

Nombre de contradictions rencontrées dans la littérature viennent du fait que les auteurs ne considèrent pas les mêmes conditions et donc les mêmes défauts, constitutionnels ou thermiques. D'un côté, Chang *et al.* [51], montrent que les défauts constitutionnels, donc à 0K, seraient du type antisites tandis que les défauts thermiques seraient du type défauts triples, ce qui se trouve être en accord avec les calculs de Besson et Morillo [64]. Et de l'autre, Wolff *et al.* [65], Haraguchi *et al.* [62] et Bester *et al.* [63], montrent que la structure de

défauts ponctuels change avec la température, passant de celle de défauts triples à basse température à des bilacunes [62, 65] ou à des défauts d'antisites [63] à mesure que la température augmente ou bien pour des teneurs en aluminium s'approchant de 50 %. Quoiqu'il en soit, les auteurs s'accordent cependant pour dire que le principal défaut extrinsèque reste la lacune de fer et que les lacunes d'aluminium sont très énergétiquement défavorables, même si récemment Kogachi *et al.* [66] ont montré, pour des alliages FeAl dont la composition en aluminium varie de 44 à 51 %, qu'à haute température des lacunes peuvent se

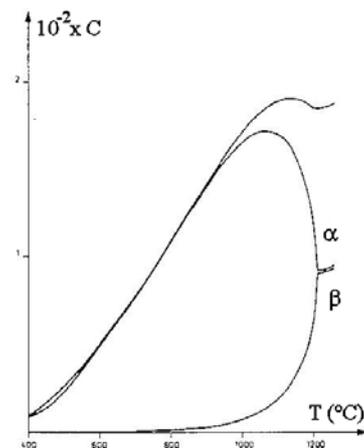
former sur les deux réseaux en même temps que les atomes en antisites retournent sur leur réseau respectif.

### *Lacunes thermiques*

Ces deux alliages peuvent contenir de grandes concentrations de lacunes puisqu'ils ont tous deux une forte tendance à retenir des lacunes thermiques après trempe [48, 52, 67]. Nous nous penchons ci-après plus particulièrement sur le cas des alliages FeAl.

Comme tout alliage métallique subissant un recuit à haute température, FeAl voit se former des lacunes, dites lacunes thermiques. Or, contrairement aux métaux « usuels » pour lesquels une simple trempe suffit à leur élimination, les alliages intermétalliques FeAl peuvent, même après refroidissement lent, en retenir une grande quantité, jusqu'à quelques % [6]. Cet effet s'explique par une énergie de migration des lacunes supérieure à leur énergie de formation, respectivement contenues dans les intervalles 1-1,7 eV et 0,3-1,5 eV [55].

Les travaux de Paris *et al.* [67, 68] montrent que le site le plus probable pour la lacune est le site de fer, **Figure I.9**. La concentration des lacunes en excès est fortement influencée par la composition en aluminium puisque l'énergie de migration augmente avec celle-ci [69]. Ainsi les alliages *hypo-stœchiométriques* du type FeAl40 retiennent environ dix fois moins de lacunes en excès, 0.2 %, que les alliages stœchiométriques [52]. De plus, pour des températures de trempe et des temps de maintien compris respectivement entre 773 et 1173 K et entre 1h (à 1173 K) et 15 jours (à 773 K), les auteurs montrent que la concentration de ces lacunes en excès après trempe ne varie pas.

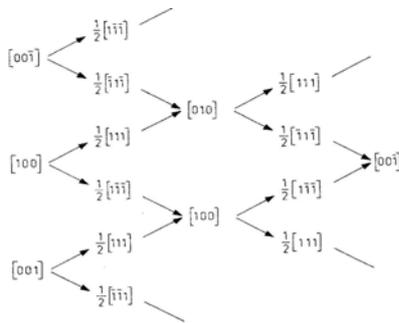


**Figure I.9 :** D'après [68]. Concentration totale en lacunes et leur répartition sur les deux sous-réseaux ( $\alpha$  : Fe,  $\beta$  : Al) dans FeAl49.5.

Les processus d'élimination des lacunes thermiques en excès ont été étudiés très tôt [6, 70]. Le moyen le plus efficace pour les éliminer consiste à faire subir à l'alliage un recuit long à 400°C [6], typiquement une semaine. En fait juste après trempe, plusieurs types de défauts peuvent résulter de la condensation des lacunes : des dislocations parfaites  $\langle 100 \rangle$ , des superdislocations  $\langle 111 \rangle$ , et des fautes d'empilement sur  $\{100\}$ , [70, 71].

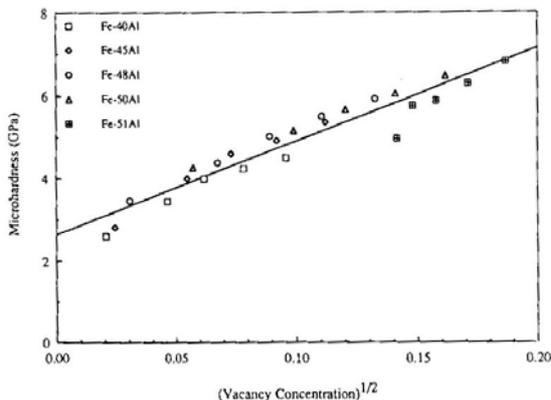
Dans une étude très précise de la microstructure de monocristaux de FeAl trempés et/ou recuits [71], l'apparition d'une forte densité de dislocations  $\langle 100 \rangle$  après recuits longs d'alliages trempés depuis des températures élevées a été expliquée par un mécanisme

complexe de décomposition/recombinaison provoqué par l'élimination des lacunes thermiques, **Figure I.10**. Ces résultats ont été confirmés par des travaux plus récents,



**Figure I.10** : D'après [71]. Illustration du mécanisme d'élimination des lacunes thermiques par dissociation et recombinaison des dislocations  $\langle 100 \rangle$ .

notamment ceux de Gay-Brun [72] et de Morris *et al.* [73]. En outre, il a été montré [72] que le temps nécessaire à l'élimination des lacunes thermiques en excès augmente lorsque la teneur en aluminium augmente. Par ailleurs, la cinétique d'élimination dépend à la fois de la mobilité des lacunes et de la densité de puits [73].



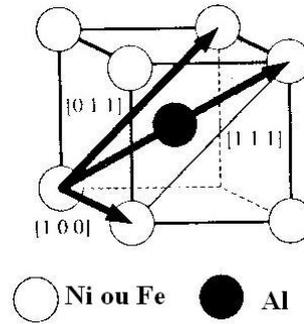
**Figure I.11** : D'après [51]. Relation entre la microdureté et la racine carrée de la concentration en lacunes thermiques dans FeAl.

La présence des lacunes thermiques se manifeste par un fort durcissement [6, 68, 74]. La présence d'un pic de dureté (mesurée à température ambiante après trempe) en fonction de la température de maintien montre que le maximum de la concentration des lacunes thermiques retenues est atteint après un maintien à 950°C pour FeAl40 [6]. Ce durcissement a été montré [73] comme suffisamment conséquent pour laisser penser qu'il soit dû non à des mono-lacunes mais à des agrégats

de lacunes. Chang *et al.* [51] ont par ailleurs établi une corrélation entre la dureté (à température ambiante) et la racine carrée de la concentration lacunaire ( $\sqrt{c_L}$ ), **Figure I.11**. Ils appliquent le modèle de durcissement en solution solide de Fleischer [75] et mènent le calcul par le biais d'un modèle thermodynamique basé sur une structure de défauts triples. De même, Kogachi et Haraguchi [52] montrent que, pour des teneurs en aluminium de 45 à 50 %, le durcissement est proportionnel à  $\sqrt{c_L}$ . En revanche, ces auteurs suggèrent que pour FeAl40 le durcissement serait plutôt lié aux défauts d'antisite de fer. La quantité de lacunes a en outre une influence sur la limite d'élasticité et les systèmes de glissement [76] : jusqu'à une concentration de  $4 \cdot 10^{-3}$ ,  $R_{0,2\%}$  augmente avec  $c_L$  et le système de glissement fortement activé est  $\langle 111 \rangle \{110\}$ , tandis qu'au-delà, le glissement se produit sur des plans  $\{211\}$ . Nous en venons ainsi aux défauts linéaires d'accommodation de la déformation.

b) Dislocations et systèmes de glissement

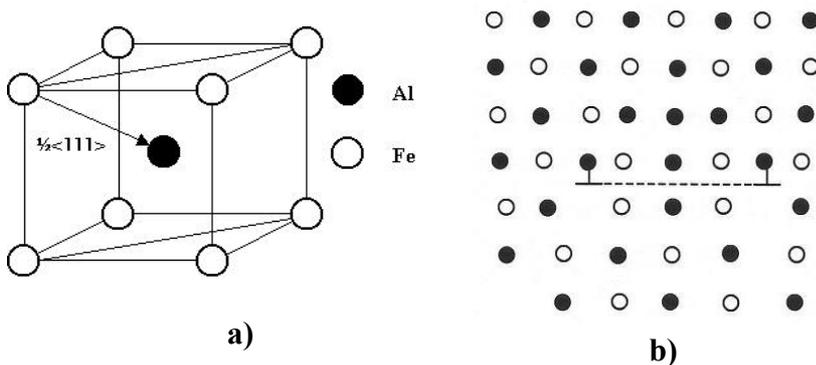
Pour la structure B2 la direction dense est  $\langle 111 \rangle$  tandis que le plan le plus dense est  $\{110\}$ . Les principaux systèmes de glissement devraient être de type  $\langle 111 \rangle / \{110\}$  ou  $\{112\}$  et éventuellement  $\{123\}$ . A ces systèmes, pourraient s'ajouter, en raison de l'ordre à grande distance, ceux impliquant des directions de type  $\langle 100 \rangle$  et, plus rarement,  $\langle 110 \rangle$ , généralement sur les plans cube, **Figure I.12**. Avant de préciser les systèmes effectivement opérationnels, nous présentons brièvement les particularités des dislocations  $\langle 111 \rangle$  dans ces structures ordonnées B2.



**Figure I.12 :** Principaux systèmes de glissement de la structure cristallographique B2.

*Les dislocations  $\langle 111 \rangle$*

Puisque ces alliages sont ordonnés, les dislocations  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ , parfaites dans le cas des c.c., deviennent des superpartielles bordant une surface d'accolement en « opposition de phase » appelée paroi d'antiphase (« *antiphase boundary* », **APB**) En effet, la première superpartielle  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ , lors de son passage, va mettre en vis-à-vis des atomes de même nature chimique. Ce défaut est coûteux en énergie. Pour le limiter une seconde superpartielle de même vecteur de Burgers  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$  glisse dans le même plan et rétablit ainsi l'ordre, **Figure I.13**.



**Figure I.13 :** a) superpartielle  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ ; b) paroi d'antiphase (APB)

L'ensemble composé des deux superpartielles et du ruban de paroi d'antiphase est nommé superdislocation. Pour une phase B2, une énergie d'APB très élevée peut conduire à une « anomalie » de glissement suivant  $\langle 100 \rangle$ , le glissement selon la direction  $\langle 111 \rangle$  étant très défavorable du point de vue énergétique. C'est ce qui se produit dans le cas de NiAl : le positionnement en vis-à-vis d'atomes de même nature, au sein de l'APB, est en réalité très difficile [59].

**Tableau I.3 :** Valeurs d'énergie d'APB pour les composés FeAl et NiAl et pour FeAl40.

Alliages	Energie d'APB (mJ.m <sup>-2</sup> )	Références
NiAl	200	[77]
	900	[78]
FeAl	150-175	[50]
	500	[78]
FeAl40	200-300	[79]

Puisque deux dislocations de caractère coin se repoussent plus que deux dislocations vis, l'étalement du ruban d'APB dépend de la nature coin ou vis des dislocations. Mendiratta et Law [50] ont par exemple calculé que la distance de dissociation pour des alliages

FeAl40 et FeAl valait respectivement entre 3,45 et 3,8 nm pour des dislocations vis et entre 6,8 et 8 nm pour des dislocations coin. Quoiqu'il en soit, les différents auteurs (**Tableau I.3**) ne sont pas tout à fait d'accord sur les valeurs d'énergie d'APB pour NiAl ou FeAl. Cependant nombreuses sont les observations expérimentales, pour FeAl, qui mettent en évidence des largeurs de dissociations supérieures à 5 nm ; par conséquent une valeur de l'énergie d'APB de l'ordre de 200 à 300 mJ.m<sup>-2</sup> semble raisonnable pour FeAl40, comme indiqué en l'occurrence par Morris et Morris [79]. Fu et Yoo [80] ont calculé que la dissociation des superdislocations en superpartielles est improbable dans NiAl en raison d'une énergie d'APB élevée et de faibles forces de répulsion élastiques. Ils précisent de plus que la décomposition des superdislocations selon le schéma  $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 110 \rangle + \langle 001 \rangle$  est très favorable. Ces travaux peuvent laisser penser que les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  sont peu stables à l'équilibre dans NiAl. Enfin, notons, à propos des spécificités des superdislocations  $\langle 111 \rangle$ , que l'énergie d'APB diminue avec la température [81].

*Différences entre les systèmes de glissement de NiAl et FeAl*

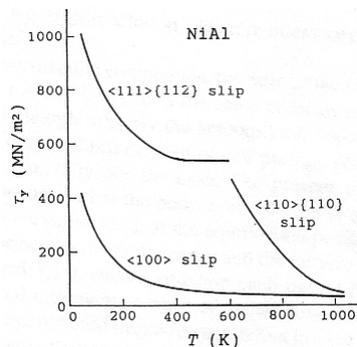
**Tableau I.4 :** D'après [48]. Les différents systèmes de glissement observés pour des alliages NiAl déformés uniaxialement (les références incluses dans ce tableau renvoie à la bibliographie de l'article cité)

Material	Temperature range, K	Slip vector	Slip plane	Analysis technique*	Refs.
Polycrystalline NiAl	300-900	$\langle 100 \rangle$	{011}	TEM	119, 168, 169, 172
Single crystal NiAl					
'Soft' orientations					
[111]	77-1373	$\langle 100 \rangle$	{011}	SSTA/TEM	156, 158, 164, 167
[122]	77-300	$\langle 100 \rangle$	{011}	SSTA	158
[123]	77-873	$\langle 100 \rangle$	{011}	TEM	133, 166
[110]	77-300	$\langle 100 \rangle$	{011}	SSTA/TEM	127, 158
[110]	300-1373	$\langle 100 \rangle$	{001}	SSTA/TEM	156-158, 160, 164, 167
[227]	573	$\langle 100 \rangle$	{011}	SSTA	156
[112]	77-873	$\langle 100 \rangle$	{011} or {001}	SSTA/TEM	130, 156, 163
Single crystal NiAl					
'Hard' orientation					
[001]	300-1300	$\langle 100 \rangle$	{011}	SSTA/TEM	132-134, 158, 161-163
	600-1372	$\langle 110 \rangle$	{011}	SSTA/TEM	132, 133, 157, 158, 160, 167
	77-600	$\langle 111 \rangle$	{112}, {011}, or {123}	SSTA/TEM	130-133, 158, 163, 165, 166, 173

\* SSTA surface slip trace analysis; TEM transmission electron microscopy investigation.

Si le système cristallographique est le même pour NiAl et FeAl, leurs modes de déformation sont pourtant sensiblement différents. En effet, FeAl présente une transition de

système de glissement aux environs de 400-500°C au cours de laquelle les dislocations  $\langle 111 \rangle$  cèdent la place aux dislocations  $\langle 100 \rangle$ . Ce n'est pas le cas pour NiAl puisque dans ce cas les auteurs concluent largement [9, 15, 48] à une déformation accommodée, quelle que soit la température, par le glissement des dislocations  $\langle 100 \rangle$ . Il existe cependant des cas particuliers pour lesquels un changement de système peut se produire. Il s'agit, d'une part, de l'activation de dislocations  $\langle 110 \rangle$  ou  $\langle 111 \rangle$  pour des monocristaux orientés selon la direction dure  $\langle 100 \rangle$  [48], **Tableau I.4** : le glissement  $\langle 100 \rangle$  est alors inhibé. D'autre part, le glissement de dislocations  $\langle 110 \rangle$  peut également se produire, pour des polycristaux, dans des conditions de sollicitation très spécifiques relevées dans la littérature par Noebe *et al.* [48] : par exemple, après une très faible déformation d'alliages NiAl stœchiométriques entre 850 et 900 K.



**Figure I.14** : D'après [9]. Cisssions résolues critiques sur trois des systèmes de glissement de glissement de NiAl stœchiométrique.

Quoi qu'il en soit les mécanismes donnant lieu à la transition  $\langle 100 \rangle \rightarrow \langle 111 \rangle$ , dans les monocristaux orientés selon la direction dure, sont encore à l'heure actuelle soumis à de nombreuses recherches, comme celles de Brown *et al.* [82] ou de Srinivasan *et al.* [83]. Le glissement des dislocations  $\langle 111 \rangle$  est fortement soumis à la friction du réseau à basse température et le plateau athermique se situe à un niveau de contrainte très élevé, **Figure I.14**. En comparaison, les dislocations  $\langle 100 \rangle$  sont très facilement activées. C'est ainsi que certains auteurs [48, 84, 85] attribuent, sur la base des travaux de Fu et Yoo [80] présentés plus haut, la différence de système de glissement basse température entre NiAl et FeAl à une énergie d'APB plus élevée pour le premier que pour le second. Par ailleurs, le glissement des seules dislocations de type  $\langle 100 \rangle$  dans NiAl (ne générant que trois systèmes de glissement indépendants) serait à l'origine de la faible ductilité des alliages basés sur la composition stœchiométrique [15]. De plus, à température ambiante le glissement des dislocations  $\langle 100 \rangle$  est homogène (traces de glissement non observables à la surface) pour NiAl stœchiométrique alors que pour son homologue FeAl la déformation se fait par glissement dévié [86].

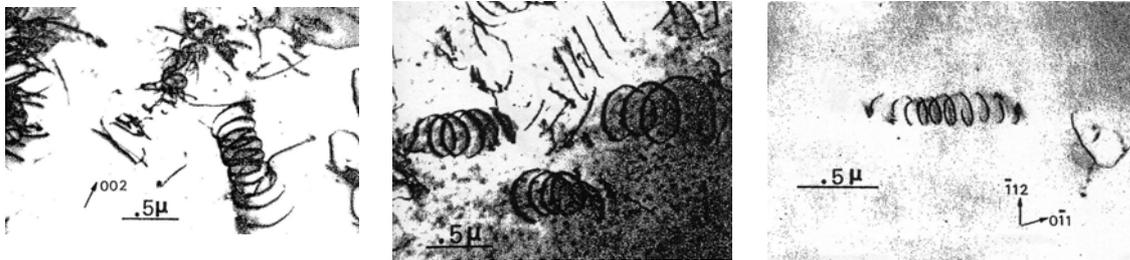
### *Microstructure avant déformation des alliages FeAl B2*

La structure de dislocations avant déformation, ou utilisation en service, des alliages FeAl B2 se révèle assez complexe. Elle dépend de l'histoire thermomécanique attachée à l'élaboration du matériau. Parmi les premiers travaux menés sur cette question, ceux de Junqua *et al.* [87, 88] ont montré que, selon la température de trempe, des boucles



**Figure I.15** : D'après [87]. Boucles  $a\langle 100 \rangle$  circulaires, dans l'alliage FeAl40 après trempe depuis 1150°C.

prismatiques ( $T^\circ > 800^\circ\text{C}$ ) ou des dislocations hélicoïdales ( $T^\circ < 800^\circ\text{C}$ ), **Figures I.15 et I.16** respectivement, peuvent résulter de la condensation des lacunes. Le processus d'élimination de celles-ci a été ensuite étudié par Fourdeux et Lesbats [71], comme mentionné plus haut. Leur principal résultat, à savoir que la formation de  $\langle 111 \rangle$  en début de recuit génère par la suite uniquement des  $\langle 100 \rangle$ , a été confirmé récemment [74, 76]. Morris *et al.* [73] précisent de plus que, après une trempe depuis des températures supérieures à 800°C, les deux populations peuvent être observées : des dislocations  $\langle 100 \rangle$  rectilignes dans des plans  $\{010\}$  et des  $\langle 111 \rangle$  courbées, festonnées et, la plupart du temps, dissociées. Les auteurs rapportent que, en tout début de recuit, les densités de dislocations des deux populations sont équivalentes et que la densité totale de dislocations est supérieure à celle issue de la trempe. En revanche, lorsque le recuit est assez long seules les dislocations  $\langle 100 \rangle$  persistent avec une densité en nette diminution. Ces dislocations sont rectilignes et allongées selon leur caractère coin.



**Figure I.16** : D'après [87]. Hélices  $a\langle 111 \rangle$  d'axe  $\langle 111 \rangle$ , dans l'alliage FeAl40 après trempe depuis 750°C.

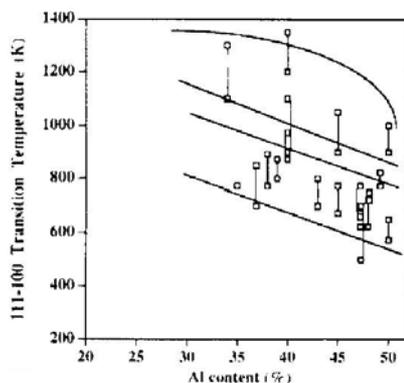
### *Microstructure après déformation des alliages FeAl B2*

La structure de dislocations après déformation dépend de trois paramètres principaux au premier rang desquels se trouve la température de déformation. Viennent ensuite la quantité de déformation introduite dans le matériau ainsi que la teneur en aluminium et/ou en lacunes. Nous nous intéressons essentiellement à la température dans les lignes qui suivent.

A basse température, c'est-à-dire en-dessous de  $0,4 T_f$  ( $T_f$  étant la température de fusion), la majorité des auteurs s'accordent sur le fait que la déformation est accommodée par le glissement des dislocations  $\langle 111 \rangle$ , principalement sur des plans de type  $\{110\}$  [31, 34, 35, 76, 81, 86, 89-97]. Parmi les premiers à avoir étudié la structure de dislocations après déformation des alliages FeAl ordonnés B2, Crawford [89] a notamment montré que ces

dislocations  $\langle 111 \rangle$  sont effectivement glissiles à température ambiante et que de plus leur caractère semble dépendre du taux de déformation plastique ; sans caractère particulier à faible déformation, elles deviennent vis à mesure que celle-ci augmente. Munroe et Baker [98] rapportent que les alliages *hypo-stœchiométriques* se déforment par glissement planaire tandis que les alliages stœchiométriques présentent du glissement dévié. Yoshimi et Hanada [81], quant à eux, précisent que deux groupes de superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées peuvent être observés après déformation à l'ambiante : de longues dislocations vis rectilignes ou de longues dislocations courbes. Il a d'ailleurs été confirmé [99] que l'alliage FeAl40, déformé à température ambiante après recuit et trempe, présente une grande quantité de débris de type  $\langle 111 \rangle \{110\}$  liés au glissement des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  vis.

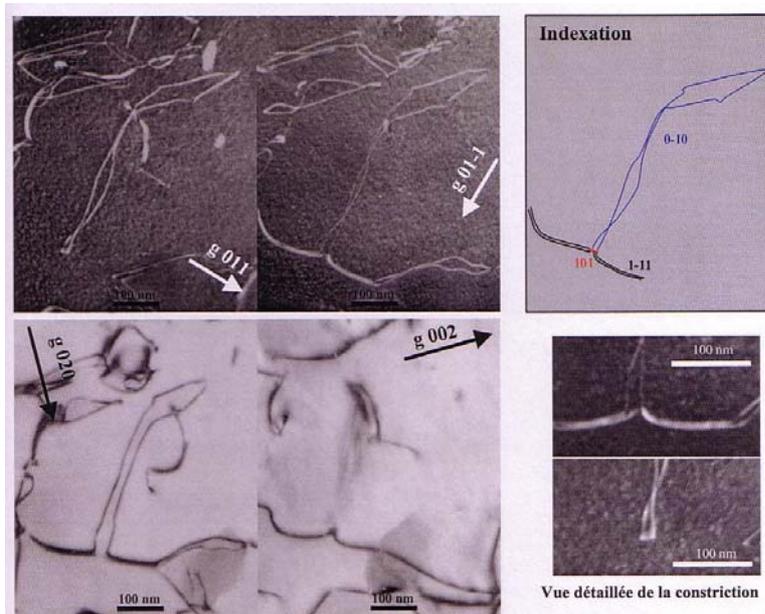
Ainsi que nous l'avons mentionné plus haut les alliages FeAl ordonnés B2 ont la particularité de présenter une transition du système de glissement en fonction de la température : à partir de  $0,4 T_f$  environ les systèmes de glissement impliquant les dislocations ordinaires  $\langle 100 \rangle \{100\}$ ,  $\langle 100 \rangle \{110\}$  et occasionnellement  $\langle 110 \rangle \{110\}$  sont activés [31, 35, 81, 90]. Cette transition a été initialement observée par Umakoshi et Yamaguchi [90, 91] dans tout le domaine ordonné B2 et confirmée plus tard par Baker et Gaydosh [100]. Les travaux de Yoshimi et Hanada [81, 92, 93, 96] sur des monocristaux de FeAl40 leur ont permis de préciser certaines des caractéristiques de cette transition. Ils l'ont ainsi reliée à des observations de décomposition de  $\langle 111 \rangle$  en  $\langle 100 \rangle + \langle 011 \rangle$  [81], en-dessous d'une certaine température,  $T_p$ , qui correspondrait à la température du pic d'anomalie de limite d'élasticité. En outre ils ont montré la dépendance de cette transition à l'orientation [92, 93, 95], les plans de glissement de type  $\{100\}$  étant préférentiellement activés plutôt que les  $\{110\}$  lorsque la direction de sollicitation est proche de  $[111]$ . De plus, en se focalisant sur la température  $T_p$  [96], ils ont mis en évidence l'influence de la déformation sur le système de glissement : pour une déformation inférieure à 3%, les dislocations  $\langle 111 \rangle$  sont toujours actives et produisent un écrouissage conséquent, tandis qu'au-delà de ce niveau de déformation les dislocations ordinaires,  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ , deviennent glissiles, conduisant alors à un adoucissement.



**Figure I.17** : D'après [79]. Température de transition  $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 100 \rangle$  en fonction de la teneur en aluminium pour deux vitesses de déformation ( $1s^{-1}$  et  $10^{-4}s^{-1}$ , pour la bande supérieure et inférieure respectivement)

Il a aussi été montré [79] que la température de transition diminue lorsque la teneur en aluminium augmente, mais augmente lorsque la vitesse de déformation augmente, **Figure I.17**. Les auteurs constatent aussi que pour des températures supérieures à  $500-600^{\circ}C$  la déformation est effectivement contrôlée par les dislocations ordinaires  $\langle 100 \rangle$ . La

décomposition des  $\langle 111 \rangle$  observée par Yoshimi et Hanada [81] a été récemment confirmée, notamment par Morris *et al* [31] et par Calonne *et al*. [35, 97], **Figure I.18**.

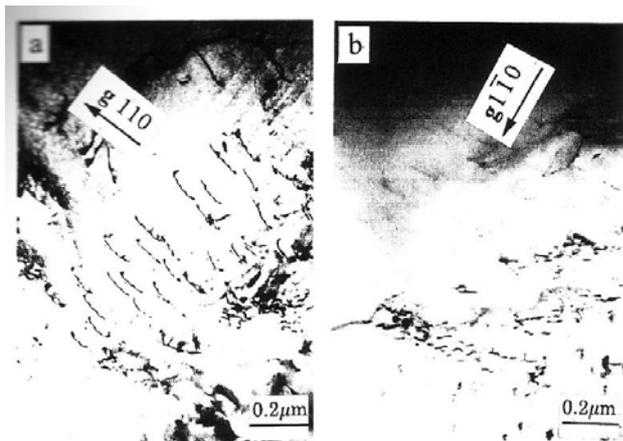


**Figure I.18** : D'après [97]. FeAlB déformé à 650°C, décomposition d'une superdislocation  $[1-11]$  en dislocations ordinaires  $[101]$  et  $[0-10]$ .

Compte tenu de la configuration des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées, lorsqu'une paire de crans se forme sur la superpartielle de tête uniquement et que l'ensemble continue de ou se met à glisser, la faute produite par la première superpartielle n'est pas effacée par la seconde et il apparaît alors un défaut nommé tube de paroi d'APB. Ces défauts ont été étudiés, par microscopie électronique en transmission, par Song *et al*. [101] sur des alliages FeAl ordonnés B2. Ils ont montré que ces tubes sont d'autant moins observables que la teneur en aluminium augmente et que leur observation ne peut se faire, en tout état de cause, que dans des zones suffisamment minces.

Parmi les nombreuses études portant sur la transition du glissement, plusieurs résultats contradictoires peuvent être relevés. Les premières études de Umakoshi et Yamaguchi [90, 91] montrent qu'une direction de sollicitation proche de  $[001]$  inhibe cette transition, les dislocations  $\langle 111 \rangle$  étant les seules à être actives. Au contraire, Yoshimi et Hanada [81] observent, dans la même configuration de sollicitation, le changement de direction de glissement. Les premiers auteurs indiquent en outre, en contradiction avec le graphique de la **Figure I.17**, que la température de transition de système de glissement est une fonction croissante de la teneur en aluminium. Enfin un nombre limité de travaux discutent l'existence du changement de système de glissement [33, 100, 102]. Par exemple, Kad et Horton [102], pour un alliage basé sur FeAl37 et à l'aide d'un dispositif de trempe rapide, concluent à la seule activation des dislocations  $\langle 111 \rangle$  dans le régime hautes températures. Notons au passage que l'alliage coulé FeAl B2 étudié par ces auteurs contient notamment 200 ppm at. de bore et a été testé à une vitesse de  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  à une température de 650°C. Lors de l'étude d'un

alliage FeAl36.5, Li *et al.* [33] observent eux aussi uniquement des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  après déformation en traction à une température aussi élevée que 900°C pour une vitesse de déformation initiale d'environ  $1,4 \cdot 10^{-2} \text{s}^{-1}$ , **Figure I.19**. Nous pouvons cependant apporter les précisions suivantes pour modérer ces résultats. En premier lieu, pour des conditions expérimentales proches de celles de Kad et Horton [102], ce type d'alliage présente un pic d'anomalie aux environs de 1000 K, [35]. Cela signifie que les conditions d'essais présentées par Kad et Horton [102] ne correspondent pas tout à fait au régime hautes températures : l'activation des superdislocations qu'ils rapportent n'est donc pas en contradiction avec les travaux antérieurs. En second lieu, selon le procédé d'élaboration utilisé, les alliages peuvent présenter une texture cristallographique particulière. Or Li *et al.* ne mentionnent pas avoir réalisé un contrôle des textures obtenues après le laminage à chaud qu'ils ont effectué. Ils ne précisent pas non plus le sens de découpe des éprouvettes de flexion par rapport au lingot laminé. Il est donc possible que leur observation de superdislocations  $\langle 111 \rangle$  accommodant la déformation à 900°C ait été le résultat de la géométrie de la sollicitation, par exemple via une inhibition des dislocations  $\langle 100 \rangle$ .



**Figure I.19** : Clichés de MET en champ clair d'un alliage FeAl36.5 ordonné B2 déformé à 900°C montrant une procession de superdislocation de vecteur de Burgers [111], d'après [33]. Les essais de traction sont effectués à une vitesse de déformation de  $1,4 \cdot 10^{-2} \text{s}^{-1}$ .

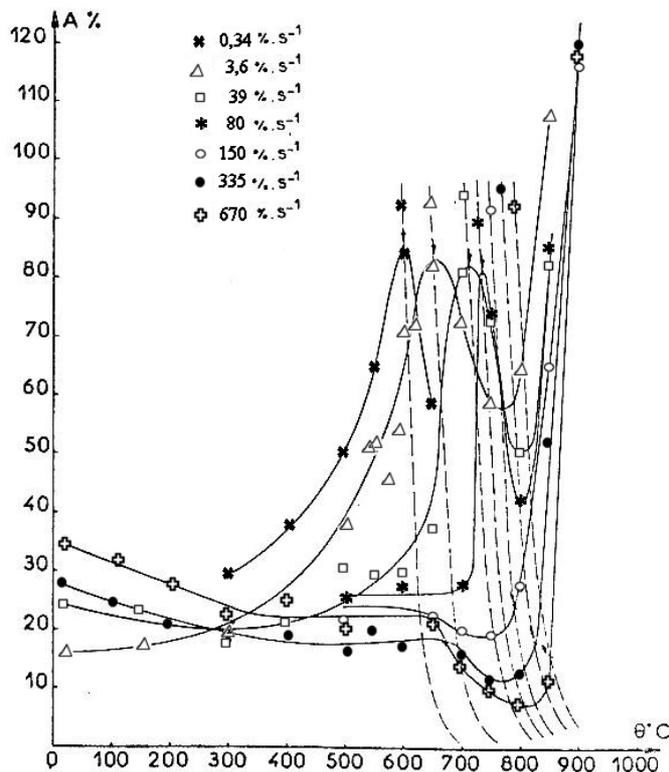
## 1.2. Comportement mécanique des alliages FeAl (B2)

### *1.2.1. Fragilité et ductilité*

De nombreux travaux ont été et sont menés sur la caractérisation et la compréhension de la fragilité à température ambiante des alliages FeAl B2, ainsi plusieurs travaux de revue [40, 103, 104] ont compilé les résultats essentiels.

I.2.1.1. Fragilité inter- et intra-granulaire

Plusieurs hypothèses prévalent pour expliciter les origines de la fragilité des alliages FeAl. Compte tenu de la structure **c.c.** de ces alliages il pourrait s'agir d'une transition fragile/ductile qui aurait lieu à haute température. La fragilité pourrait aussi provenir du fait que ces matériaux sont ordonnés ; en effet, l'intermétallique Ni<sub>3</sub>Al, de structure **c.f.c.**, est ordonné L1<sub>2</sub> et présente lui aussi une fragilité à température ambiante. Notons cependant que la fragilité des alliages FeAl se présente sous deux formes : la fragilité inter-granulaire et la fragilité intra-granulaire.



**Figure I.20** : D'après [4]. Allongement à la rupture en fonction de la température, pour différentes vitesses de traction. Les courbes en pointillés correspondent à l'allongement fictif nécessaire pour qu'il y ait recrystallisation fine en fonction de la température et de la vitesse de traction. L'intersection avec les courbes de même vitesse donne le point où commence la recrystallisation fine.

Les premiers travaux datent du début des années soixante [2-4] et s'intéressent essentiellement à la fragilité à chaud des alliages FeAl B2. Ils établissent les premières caractéristiques de cette fragilité, à savoir une faible résistance aux chocs pour des températures supérieures à 700°C ainsi qu'une forte sensibilité à la vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) [2]. De plus, la proportion de rupture inter-granulaire augmente avec la température pour des  $\dot{\epsilon}$  élevées et avec la concentration en lacunes thermiques retenues dans le matériau [3]. La présence d'un creux de ductilité (FeAl40) entre 650 et 850°C, **Figure I.20**, semble coexister avec une augmentation de la décohésion intergranulaire [4] : la striction apparaît après un très faible allongement à la rupture et les zones

intergranulaires semblent devenir déformées, à tel point que les auteurs parlent de rupture intergranulaire « ductile ».

Dans une revue assez complète sur les propriétés mécaniques des alliages FeAl [14], Baker détaille certains paramètres pouvant influencer la ductilité. Il en ressort que la fragilité intergranulaire ne peut être attribuée à une ségrégation d'impureté sur les joints de grains tandis qu'il est bien admis [15, 105] que la fragilité intragranulaire trouve son origine dans

l'effet d'environnement et dans les conditions d'essais. Ainsi le premier type de fragilité est intrinsèque alors que le second est extrinsèque.

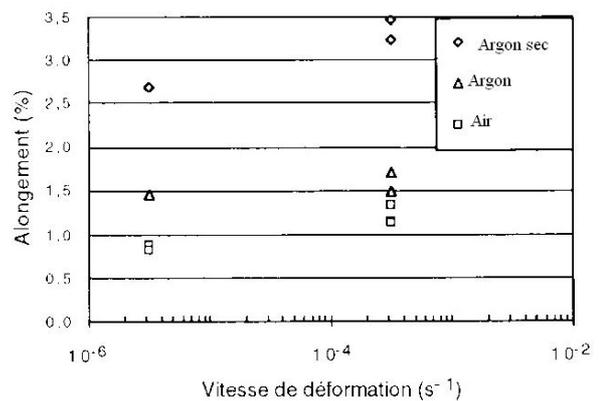
Deux hypothèses ont été proposées pour expliquer la fragilité intergranulaire. Succinctement il s'agirait soit de la faible cohésion des joints de grains soit de la difficile transmission du glissement, due à la structure ordonnée du matériau, au travers des joints de grains [40].

En revanche, un consensus s'est dégagé sur les mécanismes de la fragilité extrinsèque comme le pointent Liu *et al.* [15] : elle provient en effet de l'action de l'hydrogène résultant de la réaction d'oxydation de l'aluminium.



L'hydrogène atomique ainsi produit diffuse ensuite en tête de fissure et réduit la contrainte nécessaire au clivage. Récemment, dans une étude menée sur des monocristaux du type FeAl40-43 orientés pour glissement simple, Baker *et al.* [106] montrent que la quantité d'hydrogène atomique générée en fond de fissure par la réaction (1) est suffisante pour fragiliser les alliages puisqu'un chargement en hydrogène réalisé sur ces alliages ne modifie pas l'ordre suivant :  $A\%_{air} < A\%_{vide} < A\%_{oxygène\ sec}$  (en indice est précisé l'environnement dans lequel les monocristaux ont été testés) La sollicitation sous vide ou à l'air entraîne l'apparition d'une fissuration secondaire importante sur les nombreuses surfaces clivées obtenues [106], alors que sous oxygène sec la rupture est ductile à cupules. Cela amène les auteurs à penser que la propagation des fissures est le paramètre moteur de la fragilité, non leur nucléation.

Parmi les raisons qui permettent de conclure à l'origine extrinsèque de la fragilité intragranulaire se trouve la sensibilité de l'allongement à rupture ( $A\%$ ) à la vitesse de déformation lors de l'essai [107-112] : pour des valeurs élevées de  $\dot{\epsilon}$ , l'allongement à la rupture augmente ; l'hydrogène n'a vraisemblablement pas le temps de diffuser et ne fragilise donc pas le matériau, **Figure I.21**. De plus, si l'environnement dans lequel l'essai est réalisé est dépourvu de vapeur d'eau,



**Figure I.21** : D'après [107]. Influence de la vitesse de déformation et de l'humidité sur l'allongement sur l'allongement relatif à la force maximale de traction.

l'allongement à la rupture sera conséquent, **Tableau I.5**. Pour Launois et Fraczkiwicz [107] la rupture se produit en deux temps, la fragilisation par effet d'environnement étant superficielle. L'amorçage de la rupture se ferait par propagation de fissures de corrosion sous

**Tableau I.5** : Allongement à la rupture en fonction de l'environnement d'essai. Les essais sont effectués à des vitesses de déformation de  $3,3 \cdot 10^{-3}$  et  $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , pour [105] et [107] respectivement.

Alliage	Allongement à la rupture en fonction de l'environnement		Références
	sec	humide	
FeAl36.5	11,3 % (O <sub>2</sub> , 67 Pa)	2,2 % (air)	[105]
	5,4 % (vide < 10 <sup>-4</sup> Pa)	2,4 % (vapeur d'eau, 67 Pa)	
FeAl40 Grade 3	3,4 % (Ar, 3 ppm vol. H <sub>2</sub> O)	1,1 % (air, 1,5 % vol. H <sub>2</sub> O)	[107]

contrainte alors que la propagation de la rupture aurait lieu sous la contrainte intrinsèque de rupture (1480 MPa) [107]. Cohron *et al.* [113] notent par ailleurs que si la ductilité diminue quand la pression d'H<sub>2</sub> augmente, l'hydrogène moléculaire est cependant moins fragilisant que l'humidité atmosphérique. Il est en outre intéressant de remarquer que les monocristaux d'alliages FeAl B2 possèdent une ductilité élevée avec par exemple un allongement à rupture supérieur à 30 % pour l'alliage FeAl40 [93] déformé en traction à l'ambiante sous vide (< 10<sup>-3</sup> Pa) à une vitesse de déformation d'environ  $1,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Sur ce même point Wittmann *et al.* [114] complètent les résultats précédents, pour des échantillons de FeAl40 déformés à  $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  sous vide (10<sup>-8</sup> Pa) ou sous air, en montrant que les monocristaux orientés pour glissement simple sont plus ductiles que ceux orientés pour glissement multiple.

En ce qui concerne le mode de rupture, il est à la fois influencé par l'écart à la stœchiométrie, les conditions d'essais ( $\dot{\epsilon}$ , atmosphère...) et la procédure d'élaboration (rétention de lacunes...) Les travaux de plusieurs auteurs sont rassemblés dans les tableaux **Tableau I.6**. Les grandes tendances qui peuvent en être extraites sont les suivantes :

- plus l'écart à la stœchiométrie augmente plus la rupture devient mixte puis complètement intragranulaire [100, 113, 115],
- l'effet d'environnement conduit préférentiellement à une rupture intragranulaire dans le cas d'alliages *hypo-stœchiométriques* [105, 108, 116]. Cet effet est particulièrement mis en évidence pour FeAl40 lorsque la vitesse de déformation diminue [108, 110, 116],
- les lacunes thermiques retenues en excès semblent provoquer une rupture intergranulaire pour FeAl40 [116]. Cela explique vraisemblablement pourquoi Sainfort *et al.* [2], Liu et George [117] et Pang et Kumar [111] observent une rupture majoritairement intergranulaire, quelle que soit la vitesse de déformation ou l'environnement. En revanche les résultats de Gay [72] apportent une nuance aux travaux de Pike et Liu [116]. En effet, pour un alliage FeAl40 dont la concentration en lacunes est minimale (suivie par dilatométrie), Gay [72] met en évidence une rupture intergranulaire sous sollicitation à l'air à une vitesse de déformation de l'ordre de  $10^{-6} \text{ s}^{-1}$ . Comme le précise Gay [72], la taille de grain très importante peut nuire aux propriétés mécaniques des alliages étudiés.

## Chapitre I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

**Tableau I.6** : Modes de rupture d'alliages FeAl purs en fonction de la composition, des conditions d'essais et des procédés d'élaboration.

Alliage	Atmosphère	$\dot{\epsilon}$ (s <sup>-1</sup> )	Mode de rupture	Taille de grains ( $\mu\text{m}$ )	Traitements thermiques	Référence
FeAl40Zr0.2	air	er-1,6 10 <sup>-3</sup>	90 % IG	n.s.	laminage 1323K	[2]
FeAl48.5	vide (P n.s.)	3 10 <sup>-3</sup>	IG	~40	extrusion 1250K + 2j/1373K	[7]
FeAl36 + Ni2Mo0.23	air	10 <sup>-4</sup>	TG	20	Extrusion 1250K + 1h/1273K	[100]
FeAl36 + Ni0.21Mo0.23			IG	27	idem + 5h/1473K	
FeAl36.5	air	3,3 10 <sup>-3</sup>	TG	n.s.	laminage 1233-1373K + 1h/1173K + 2h/973K	[105]
	vide (<10 <sup>-4</sup> Pa)		mixte			
	O <sub>2</sub> (67 Pa)		IG			
FeAl40	air ou O <sub>2</sub> (6,7 10 <sup>-4</sup> Pa)	n.s.	IG	n.s.	laminage 1233-1373K + 1h/1173K + 2h/973K	[117]
FeAl43						
FeAl40	vide (7 10 <sup>-3</sup> Pa)	1 10 <sup>-4</sup>	mixte	230-300	Extrusion 1173K + 120h/673K	[115]
FeAl43						
FeAl45			IG			
FeAl48						
FeAl36.5	air	1,4 10 <sup>-2</sup>	maj. TG	450	laminage 1273K + 1h/1093K + 2h/973K	[33]
FeAl37	UHV(<10 <sup>-7</sup> Pa)	1,2 10 <sup>-3</sup>	TG	60-80	Extrusion 1173K + 5j/673K Extrusion 1223K + 5j/673K Extrusion 1173K + 5j/673K	[113]
FeAl40			mixte			
FeAl48			IG			
FeAl40	air	f ≈ 10 <sup>-6</sup>	IG	> 500	Coulés + 24h/673K	[72]
FeAl46						
FeAl50						
Fe40Al	air	7 10 <sup>-6</sup>	TG	40	Extrusion 1023K + 7j/673K	[108]
		10 <sup>-4</sup> et 10 <sup>-3</sup>	mixte			
		10 <sup>-2</sup> -7 10 <sup>-1</sup>	IG			
	vide (2 10 <sup>-4</sup> Pa) O <sub>2</sub> (6,7 10 <sup>-4</sup> Pa)	3,3 10 <sup>-6</sup> à 7 10 <sup>-1</sup>	IG			
FeAl40	n.s.	er	IG	n.s.	Extrusion 1273K + 3j/673K + 1j/773K	[110]
FeAl40	air	4,2 10 <sup>-8</sup> à 4,2 10 <sup>-1</sup>	IG	90	Extrusion 1273K + 3j/673K + 1j/773K	[111]
FeAl40	air	2,4 10 <sup>-3</sup>	maj. IG	35	Extrusion 1023K + 3j/973K Extrusion 1023K + 7j/773K	[116]
	vide (2 10 <sup>-4</sup> Pa)					
	air		maj. TG			
	vide (2 10 <sup>-4</sup> Pa)		mixte			

n.s., er, maj., f : respectivement non spécifié, essai de résilience, majoritairement et flexion quatre points  
IG, TG, mixte : rupture respectivement intergranulaire, transgranulaire et avec des proportions non négligeables des deux modes

- lorsque l'écart à la stœchiométrie est faible, les alliages rompent toujours de manière intergranulaire [7, 100, 113, 115].

Cependant, certains éléments d'addition peuvent modifier le mode de rupture et doivent à ce titre être pris en compte pour nuancer certains des résultats de ce tableau. Ainsi les alliages FeAl40 étudiés par Sainfort *et al.* [2] et Pang et Kumar [111] contiennent respectivement du zirconium et du carbone. Dans ce dernier cas (0,04 % at. C) aucun carbure n'a été rapporté par les auteurs. Pour l'alliage FeAl40C0.6, Pang et Kumar [111] constatent en effet que la présence de carbures modifie le mode de rupture, puisque la rupture évolue d'intergranulaire à mixte (majoritairement intragranulaire) lorsque la vitesse de déformation augmente. Les auteurs supposent que les carbures constitueraient des pièges à hydrogène qui limiteraient ainsi l'effet d'environnement à faible vitesse de déformation.

Pour terminer sur la question de la résistance à la rupture, nous considérons l'influence de la température d'essai. Dans une étude de la résilience de l'alliage FeAl40, Pang et Kumar [110] distinguent deux régimes de température : à température ambiante  $A\%$  augmente si la vitesse de déformation augmente, alors qu'à plus haute température (873-973K) l'allongement à la rupture diminue si  $\dot{\epsilon}$  augmente. Le mode de rupture lui aussi change lorsque la température augmente ainsi que l'observent Baker *et al.* [100] lors d'essais de traction sous vide à  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ . Jusqu'à 500 K, ils rapportent que la proportion de clivage devient plus importante lorsque la température augmente pour FeAl45 tandis que pour FeAl48 et FeAl40 la rupture reste respectivement intergranulaire et mixte. En revanche les auteurs constatent qu'au delà de 650 K la rupture est ductile à cupules quel que soit l'alliage. Cette ductilité est confirmée par Li *et al.* [33] pour FeAl36,5 mais pour une température plus élevée ( $> 900^\circ\text{C}$ ) Les auteurs expliquent la ductilité de l'alliage étudié par le fait qu'ils observent des  $\langle 111 \rangle$  qui fournissent suffisamment de systèmes de glissement. De plus, Li *et al.* [33] mettent en évidence un creux de ductilité à  $500^\circ\text{C}$ , conjointement à une rupture intergranulaire. Ces travaux soulèvent plusieurs remarques. En premier lieu, peu d'équipes de recherche ont observé des superdislocations actives à des températures aussi élevées. En outre, puisque Li *et al.* [33] précisent qu'ils observent le glissement des  $\langle 111 \rangle$  sur toute la gamme de températures étudiée, il n'y a donc pas plus de systèmes de glissement actifs à  $900^\circ\text{C}$  qu'à  $500^\circ\text{C}$  et donc pas de raison, de ce point de vue, que l'alliage soit ductile à  $900^\circ\text{C}$  et présente un creux de ductilité à  $500^\circ\text{C}$ . En fait ce creux de ductilité pourrait plutôt être lié à une sensibilité  $S$  très faible de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. En effet, Li *et al.* [33] observent une stabilisation de la limite d'élasticité à cette température ( $500^\circ\text{C}$ ) qui peut trouver son origine dans une anomalie de la limite d'élasticité. Or l'anomalie de la limite d'élasticité dans les alliages intermétalliques est très souvent liée à  $S = 0$  [118]. Si  $S$  est effectivement nulle ou très faible à  $500^\circ\text{C}$  pour l'alliage FeAl36,5 étudié par Li *et al.* [33] alors la localisation de la déformation peut provoquer la rupture intergranulaire qu'ils observent.

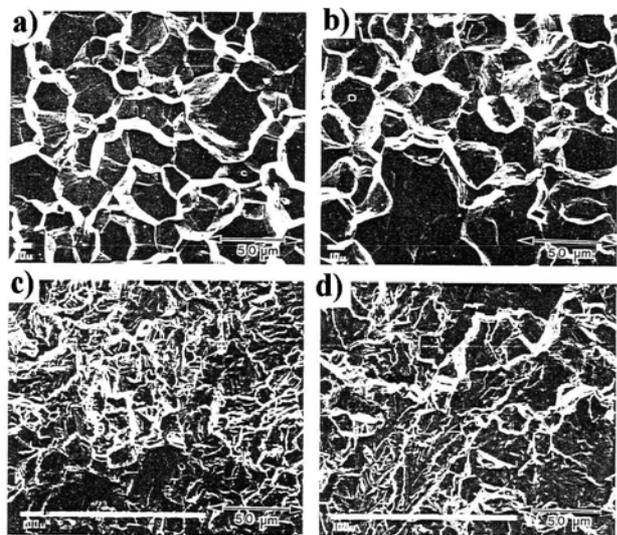
### I.2.1.2. Solubilité et effet du bore

Pour les alliages *hypo-stœchiométriques*, plusieurs études ont prouvé l'action bénéfique du bore sur la fragilité à température ambiante d'alliages FeAl. Cependant, si la bibliographie est assez fournie sur la caractérisation de l'influence du bore, les publications concernant les mécanismes expliquant l'effet du bore restent peu nombreuses et qualitatives. Le thème du bore fait l'objet des sections suivantes.

#### a) Solubilité du bore dans les alliages FeAl

Bien que de nombreuses études [7, 109, 116, 119-121] mentionnent l'apparition de borures, il est difficile d'en extraire des conclusions quantitatives quant à la solubilité du bore dans FeAl en raison de la grande diversité des alliages étudiés (composition chimique, pureté, mode d'élaboration...) Cependant, les travaux de Gay-Brun [72] sur des alliages FeAl coulés permettent d'apporter quelques précisions : de ses observations en microscopie électronique à transmission il découle que la solubilité du bore dans FeAl40 à 500°C est comprise dans l'intervalle 400-800 ppm. L'auteur montre par ailleurs que la structure cristallographique des borures correspond à celle de Fe<sub>2</sub>B.

#### b) Effet du bore sur la fragilité des alliages FeAl



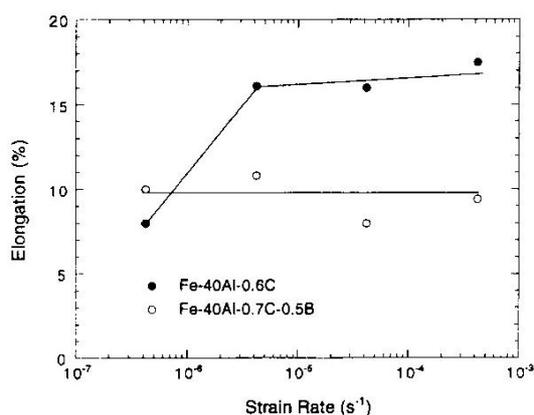
**Figure I.22** : D'après [7]. Modification du mode de rupture après ajout de bore, faciès de rupture de deux alliages, a) FeAl à 300K, b) FeAl à 640K, c) FeAlB à 300K et d) FeAlB à 640K.

Crimp et Vedula [7] ont été les premiers à mettre en évidence l'effet du bore sur le mode de rupture d'alliages FeAl ainsi que sur la limite d'élasticité, **Figure I.22**. Sans pour autant amener un gain de ductilité notable pour les compositions proches de la stœchiométrie, le bore renforce en effet les joints de grains faisant passer le mode de rupture d'inter- à intra-granulaire [7]. Plusieurs études montrent ainsi que le bore :

- diminue légèrement la température de transition fragile/ductile [7, 113],

- renforce la matrice par effet de solution solide [7, 72, 113],
- stabilise les défauts plans et favorise l'apparition d'une structure de dislocations régulière et hétérogène [7, 38, 72, 119],
- accélère l'élimination des lacunes [38, 72],

Comme pour Ni<sub>3</sub>Al [40, 122] la ségrégation inter-granulaire du bore est le principal phénomène pouvant expliquer son effet bénéfique sur le mode de rupture d'alliages FeAl. C'est en effet la présence du bore observée sur des surfaces de rupture intergranulaire (par spectrométrie d'électrons Auger) qui a conduit à la conclusion que sa ségrégation inter-granulaire est responsable des effets renforçant du bore [38, 113, 122]. De par sa nature difficile à observer et à quantifier, la ségrégation du bore aux joints de grains n'a été que peu étudiée. Cependant des études récentes [38, 72, 121] montrent qu'il s'agit d'une ségrégation relativement faible, limitée à quelques % pour des teneurs volumiques allant de 80 à 400 ppm, mais néanmoins suffisante pour améliorer le comportement mécanique. Ces auteurs ont identifié le mécanisme comme étant fondé sur la coexistence de deux phénomènes. Une ségrégation hors d'équilibre s'établit d'abord rapidement après la trempe puis est relayée, pour un recuit suffisamment long, par une ségrégation d'équilibre d'un niveau faible. Il en résulte en particulier qu'aucun traitement thermique spécifique de ségrégation n'est nécessaire pour bénéficier des effets du bore. Les calculs récents de Lejček et Fraczkiewicz [123] indiquent que cette faible ségrégation intergranulaire du bore dans les intermétalliques serait liée à un nombre limité de positions possibles pour le bore dans les joints de grains. Les auteurs précisent que cela pourrait être expliqué par le phénomène de la mise en ordre des plans des joints de grains.



**Figure I.23** : D'après [124]. Evolution de l'allongement en traction avec la vitesse de déformation, à température ambiante dans l'oxygène pour des alliages FeAlC et FeAlBC recuits.

De plus, le bore diminue assez nettement la sensibilité de l'alliage FeAl40 [124] à l'effet d'environnement, **Figure I.23**, la faisant même disparaître dès  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Conjointement il augmente sensiblement A% quel que soit le traitement thermique effectué. En effet, à température ambiante, la ductilité chute dramatiquement au delà de 37 % at. Al pour les alliages non-dopés mais au delà de 45 % at. Al pour les alliages dopés [113]. Pourtant la ségrégation inter-granulaire du bore reste indépendante de la teneur en aluminium [113], à un niveau de l'ordre de 4-5 % massique en

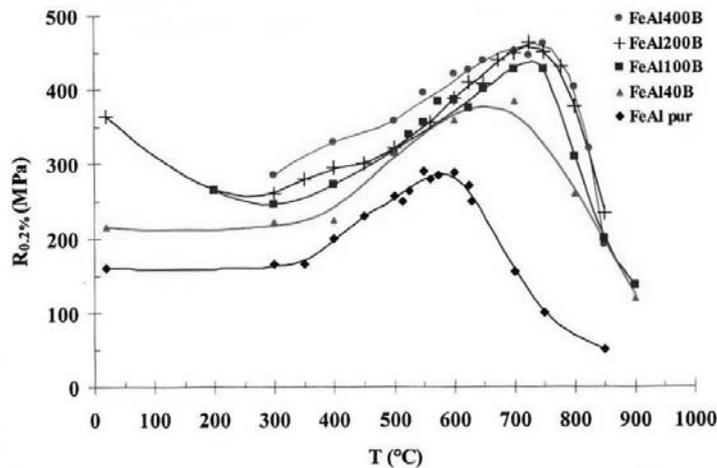
surface pour moins de 300 ppm massique en volume.

L'effet de la température sur le mode de rupture a notamment été mis en évidence sur un alliage FeAl45 contenant 500 ppm de bore [109] : entre 300 et 800K, la rupture intragranulaire domine, puis devient ductile à cupules à 800K pour évoluer vers de l'intergranulaire fibreux au-delà. Les auteurs suggèrent que ce dernier type de faciès est vraisemblablement lié à la présence de borures.

Enfin, il convient de noter que si la teneur en bore excède sa limite de solubilité dans la matrice, un retour de la rupture intergranulaire se produit [72, 125]. Gay [72] suggère que les borures ( $\text{Fe}_2\text{B}$ ) qu'elle observe sur les surfaces intergranulaires de l'alliage FeAl dopés par 2000 ppm at. de bore en soit à l'origine. Conjointement au retour de la rupture intergranulaire, Webb *et al.* [125] montrent une diminution de l'allongement à la rupture tandis que Gay [72] constate son invariance avec la teneur en bore. Les tailles de grains et les procédés d'élaboration très différents pour les alliages étudiés par ces auteurs ( $\sim 500 \mu\text{m}$ , coulés [72] et  $\sim 30 \mu\text{m}$ , métallurgie des poudres [125]) sont probablement à l'origine d'une précipitation plus néfaste dans l'alliage à grains fins. De plus, un indice de la modification des conditions de précipitation est donné par le fait que la solubilité du bore est largement dépassée à 320 ppm at. pour l'alliage à grains fins [125], alors qu'elle ne l'est pas à 400 ppm at. pour l'alliage à gros grains [72].

### c) Effet du bore sur la limite d'élasticité des alliages FeAl

Il est actuellement bien établi que le bore améliore les propriétés mécaniques ( $R_{0,2\%}\dots$ ) des alliages FeAl, et ce, pas nécessairement au profit d'une fragilité accrue comme nous venons de le voir dans la section précédente. En effet, Crimp et Vedula [7], pour un alliage FeAl46 dopé par 0,8 % B, montrent une augmentation significative de la limite d'élasticité par rapport à l'alliage binaire, qui s'accompagne [120], pour l'alliage FeAl45, d'une insensibilité de la dureté au dopage en bore. Les auteurs [120] notent en effet que la dureté correspond à la contrainte d'écoulement après une déformation moyenne d'environ 15 %, c'est-à-dire à une mesure de la limite d'élasticité à laquelle s'ajoute le taux d'écroutissage. Ils concluent donc que le bore diminue nécessairement le taux d'écroutissage.

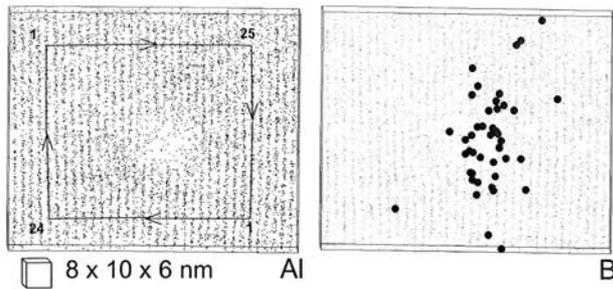


**Figure I.24** : D'après [97]. Effet du bore sur l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température.

De manière générale il semble [126] que quelle que soit la teneur en aluminium le bore permette de renforcer les alliages FeAl : en deçà de 45 % Al le rapport  $\Delta R_{0,2\%}/\Delta c_B$  augmente avec le dopage en bore, au-delà ce rapport reste stable. Les observations de Carleton *et al.* [30] sur le renforcement de la limite d'élasticité en compression et le décalage du pic d'anomalie de celle-ci ont été confirmées depuis par Calonne *et al.* [35, 97], **Figure I.24**.

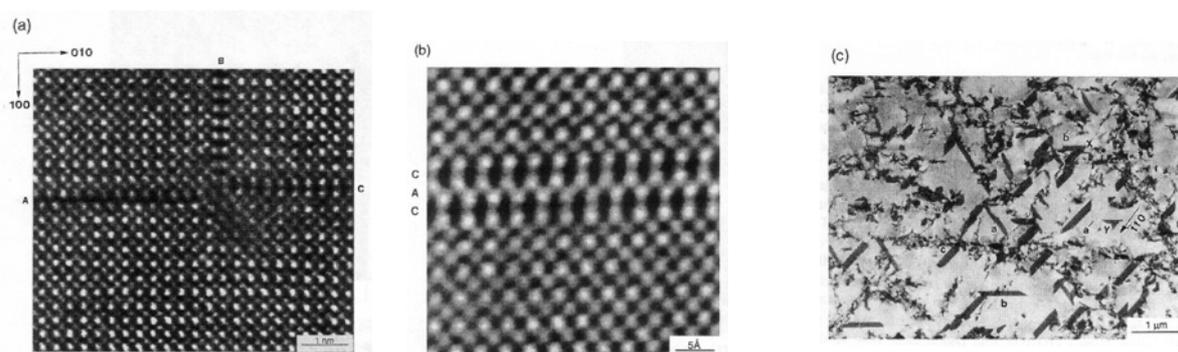
#### d) Effet du bore sur la structure des défauts des alliages FeAl

Les premiers travaux concernant l'effet du bore sur la structure des défauts des alliages FeAl ordonné B2 [7] ont montré d'une part que les dislocations sont moins rectilignes que dans l'alliage pur et d'autre part que les APB sont plus nombreuses. De plus, il a été montré que le bore, diminue le degré d'ordre d'un côté [38] et rend hétérogène la structure de dislocations (« parois » de cellules) après recuit [7, 38, 72]. Il a alors été supposé [38] que le bore puisse ségréger sur les dislocations, faisant ainsi apparaître des zones riches en bore (paroi de dislocations) et des zones pauvres (intérieur des cellules) Les zones riches en bore supposées désordonnées pourraient expliquer l'accélération de la cinétique d'élimination des lacunes thermiques en créant des chemins de diffusion préférentielle liés au désordre [38]. A l'appui de cette hypothèse de ségrégation du bore sur les dislocations, une zone (postulée comme étant une atmosphère de Cottrell) enrichie en bore et alignée sur une dislocation  $\langle 001 \rangle$  a été pour la première fois imagée à l'aide d'une sonde atomique tomographique [127], **Figure I.25**. De plus, il a été montré [128] que la ségrégation du bore sur les dislocations s'accompagne d'un appauvrissement local en aluminium.



**Figure I.25 :** D'après [127]. Cartes 3D de l'aluminium et du bore dans un alliage FeAl40 dopé au bore réalisées avec une sonde atomique tomographique, montrant une atmosphère de Cottrell de bore le long d'une dislocation  $\langle 100 \rangle$  coin. Le circuit de Burgers indique que la dislocation est vraisemblablement légèrement au-dessus et à gauche de la zone enrichie en bore.

Une étude très récente effectuée par Pang et Kumar [119] a mis en évidence des défauts plans complexes dans l'alliage FeAl40C0.7B0.5, **Figure I.26**, qui n'ont pas été observés dans FeAl40C0.6. Les auteurs ont montré qu'il existe six variants de ces défauts dans des plans  $\{100\}$ , générant un vecteur déplacement  $\frac{1}{2} \langle 100 \rangle$  dans le plan d'habitat et présentant à la fois le contraste d'une APB et celui d'une faute d'empilement. Ces défauts sont ceux sur lesquels Cadel *et al.* [127] ont observé une ségrégation du bore. Pour expliquer la formation de ces défauts complexes, Pang et Kumar [119] envisagent deux mécanismes possibles : il pourrait s'agir soit d'interactions entre les dislocations ordinaires  $\langle 100 \rangle$  et les complexes bore-lacunes soit de la coalescence de ces mêmes complexes sur des boucles prismatiques. Les auteurs ont étudié les conditions thermiques de formation et de stabilité de ces défauts. Ils précisent que ces défauts plans se forment principalement entre 900 et 1000°C et sont retenus à température ambiante après trempe. En revanche, l'élimination de ces défauts plans complexes (retenus après trempe depuis 900-1000°C) peut être obtenue par recuit à des températures comprises entre 600 et 700°C. Enfin Pang et Kumar indiquent qu'à la teneur en bore étudiée (0,5 %) la limite de solubilité est dépassée puisqu'ils observent des borures de types Fe<sub>2</sub>B ainsi que des borures métastables cuboïdaux aux extrémités des fautes.



**Figure I.26 :** D'après [119]. Défauts plans complexes dans FeAl40C0.7B0.5, **a)** image en champ sombre annulaire de trois invariants (A, B et C) du défaut complexe dans des plans  $\{100\}$  avec des vecteurs de déplacement de type  $\frac{1}{2} \langle 010 \rangle$ , **b)** image en champ sombre annulaire d'un empilement de trois couches de la faute complexe sur un plan cube, **c)** image en champ clair montrant cinq variants (a, a', b, b' et c) avec  $g = -110$ .

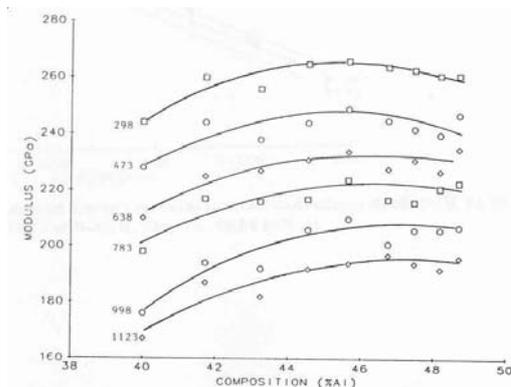
### I.2.2. Déformation des alliages FeAl en température

Pour établir un état de l'art sur la déformation des alliages FeAl, nous nous sommes appuyés sur plusieurs travaux de revue ; notamment ceux de Baker et Munroe [14], de Yoshimi et Hanada [95], ou encore de Morris [129].

#### I.2.2.1. Généralités

Compte-tenu de l'anisotropie des constantes d'élasticité des alliages FeAl et NiAl (cf. I.1.3.1.), les modules d'Young (E) et de cisaillement ( $\mu$ ) dépendent fortement de l'orientation cristallographique. C'est ce qui explique la forte dispersion des valeurs rencontrées dans la littérature pour le module d'Young de FeAl notamment, qu'elles soient issues de calculs, de 126 GPa [130] (dans ce cas le facteur d'anisotropie calculé est faible comparé à celui déterminé par Leamy *et al.* [5]) à 150-200 GPa [5], ou bien de mesures expérimentales, de 170-180 GPa [131, 132] à 240-260 GPa [15, 120, 133]. Ainsi que le mentionnent Noebe *et al.* [48] pour NiAl ordonné B2, le mode d'élaboration mis en œuvre peut en effet privilégier l'apparition de textures cristallographiques particulières ( $\langle 110 \rangle$  par exemple pour des alliages élaborés par métallurgie des poudres et extrudés [133]) Quoi qu'il en soit, ces modules élastiques sont fortement dépendants de la température. Par exemple, dans la gamme de températures et de compositions qu'ils étudient, Harmouche et Wolfenden [133] précisent que E dépend nettement plus de la température que de la composition, **Figure I.27**. Ils établissent une loi de variation de E en fonction de T (K) et de X (% Al) :

$$E = 287,75 - 0,219T - 0,0035X^2 + 0,00305XT \quad (2)$$



**Figure I.27** : D'après [133]. Dépendance du module d'Young à la composition pour des alliages de type FeAl ordonné B2, avec comme paramètre la température (en Kelvin à gauche des courbes)

En ce qui concerne l'influence de la taille de grains sur  $R_{0,2\%}$ , Baker *et al.* [86] montrent que la loi empirique de Hall et Petch s'applique de façon satisfaisante. Ils précisent que les paramètres de la loi sont notamment dépendants de la composition en aluminium : la limite d'élasticité à taille de grain infinie ( $\sigma_0$ ) et la pente de Hall et Petch (k) présentant un maximum

pour l'alliage stœchiométrique et un minimum pour 45 % Al. Notons au passage que pour NiAl la composition stœchiométrique correspond à un minimum de  $k$ . Les auteurs concluent à une simple relation de proportionnalité entre  $k$  et  $\sigma_0$ .

La limite d'élasticité des alliages FeAl est sensible à l'effet d'environnement. Par exemple, un adoucissement par effet d'environnement a été observé à l'ambiante pour FeAl40 [108, 116]. Ces auteurs montrent aussi une insensibilité à la vitesse de déformation lorsque l'alliage est sollicité dans le vide tandis que  $R_{0,2\%}$  diminue quand  $\dot{\epsilon}$  diminue si l'essai est réalisé à l'air. Un effet similaire est rapporté pour des monocristaux de FeAl40 [112]. En contradiction avec ces résultats, Pang et Kumar [111] observent la stabilité de la limite d'élasticité lorsque la vitesse de déformation augmente pour un alliage FeAl40 sollicité à l'air.

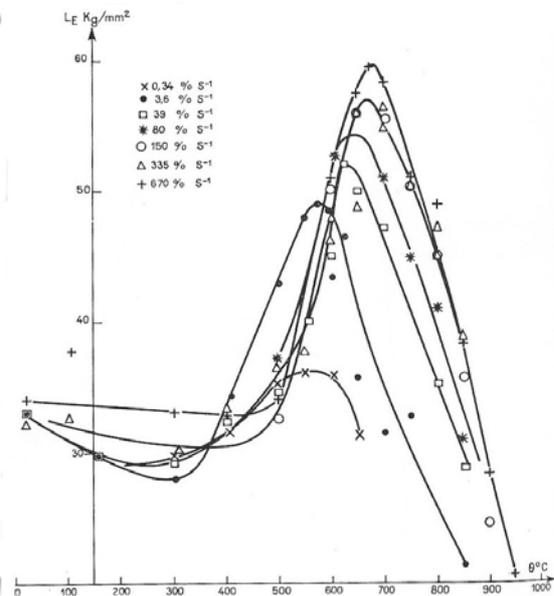
La température est un paramètre essentiel à prendre en compte lorsque l'on s'intéresse aux propriétés des alliages FeAl. Au contraire d'études antérieures [3, 4] ou postérieures [93, 109] menées sur des polycristaux, Crawford [89] constate, pour des monocristaux FeAl35.5, que l'écoulement, qui se fait en dents de scie à température ambiante, montre un fort taux d'écrouissage lorsque la température augmente (de l'ordre de 1,4 GPa soit environ 1/50 de  $\mu$ )

Pour les températures comprises entre 77 K et la température ambiante, un paramètre essentiel gouverne la déformation : la friction du réseau. Elle correspond à la barrière de potentiel que doivent franchir les dislocations afin de glisser. Au-delà d'une certaine température dite « athermique » toute l'énergie nécessaire au franchissement de la barrière est fournie par l'activation thermique. Il en résulte que la contrainte nécessaire au glissement des dislocations diminue lorsque la température augmente jusqu'à la température athermique ( $T_a$ ). Pour les températures supérieures à  $T_a$ , cette contrainte se stabilise. La friction du réseau se manifeste particulièrement dans les structures cristallographiques **c.c.** Comme la friction du réseau dépend de la structure de cœur des dislocations, elle diffère donc selon le type de dislocation. En supposant que la température ambiante soit supérieure à  $T_a$ , il est possible d'évaluer la friction du réseau en déterminant le rapport de la contrainte résolue critique à très basse température (77 K) sur celle à température ambiante. On parle d'une très forte friction du réseau lorsque ce rapport approche ou dépasse 10. Pour les alliages FeAl ordonné B2 la friction du réseau ne semble ni très faible ni très élevée : à partir des données de Crawford [89] et de Bystrzycki et Varin [109] nous avons calculé que ce rapport est de l'ordre de 2 à 3.

### I.2.2.2. L'anomalie de la limite d'élasticité des alliages FeAl B2

Parmi les premiers à avoir étudié les propriétés mécaniques à chaud du FeAl, Moine *et al.* [3] et Cottu *et al.* [4] ont mis en évidence le phénomène d'anomalie de la limite d'élasticité, **Figure I.28**. Comme nous le mentionnions plus haut (**I.2.1.1**), ces mêmes auteurs

mettent en évidence une recrudescence de la fragilité intergranulaire, après le pic, qui leur semble indissociable de l'anomalie de la limite élastique.



**Figure I.28 :** D'après [4]. Une des premières observations de l'anomalie de la limite d'élasticité de FeAl40 mise en évidence par des essais de traction compris entre l'ambiante et 1000°C, pour différentes vitesses de déformation.

Les travaux menés depuis, quoique parfois contradictoires, peuvent nous permettre de dresser une liste des caractéristiques décrivant l'anomalie de la limite d'élasticité des alliages FeAl ordonnés B2 :

- Si le recuit d'élimination des lacunes n'est pas complet, l'anomalie est masquée par un fort durcissement attribué aux lacunes thermiques retenues [30, 35, 97]. Pourtant, Kupka [134] affirme avoir observé l'anomalie lors d'essais de flexion trois points réalisés sur un alliage FeAl45Cr4 (dopé en Zr et B) non recuit ; il mesure une variation de  $R_{0,2\%}$  de près de 350 MPa entre l'ambiante et  $T_p$  ( $\sim 500^\circ\text{C}$ )
- L'anomalie a été mise en évidence pour des alliages contenant de 36,5 à 48 % [30, 33, 34], mais la vitesse de déformation doit être « adaptée » lorsque la composition stœchiométrique est approchée : pour le composé FeAl l'anomalie est masquée pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , à peine décelable pour  $1,6 \text{ s}^{-1}$  et nettement observable pour  $2000 \text{ s}^{-1}$  [30, 33, 34]. Pour une vitesse de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , Reimann et Sauthoff [135] observent effectivement l'anomalie pour 40 et 45 % Al mais pas pour les teneurs plus élevées.
- Le positionnement du pic en température et contrainte dépend de la vitesse de déformation [3, 4, 34, 35, 92, 97, 136].
- Le changement de direction de glissement  $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 100 \rangle$  [31, 35, 81, 92, 97] est observé aux environs de la température du pic. Morris et Morris [31] dans un travail sur des monocristaux de FeAl40, avec une orientation proche de [001], étudient

l'évolution de la structure de dislocations après déformation de l'ambiante à 700°C à une vitesse de  $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Nous en présentons une synthèse dans le **Tableau I.7**. Malgré les réserves que nous avons émises précédemment (**I.1.3.2b**), il semble que la nature des dislocations glissiles à haute température soit encore sujette à controverse : Kad et Horton [102] ainsi que Li *et al.* [33] n'observent que des dislocations  $\langle 111 \rangle$  dans ce régime de températures.

**Tableau I.7** : Observations des structures de dislocations dans FeAl40 par Morris et Morris [31].

Température	$R_{0,2\%}$	Configurations des dislocations
20 à 500°C	constante	Superdislocations $\langle 111 \rangle$ sur $\{011\}$ glissiles, de type essentiellement coin
500 à 525°C	croissante	Toujours de nombreuses superdislocations coins $\langle 111 \rangle$ sur $\{011\}$ Réactions du type $\langle 111 \rangle + \langle 111 \rangle \rightarrow$ jonctions $\langle 100 \rangle$ , rectilignes le long de $\langle 010 \rangle$ , sur des plans $\{001\}$ Décomposition du type $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 100 \rangle + \langle 011 \rangle$
525°C = $T_p$	maximum	Très peu de $\langle 111 \rangle$ $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ sur $\{001\}$ - $\{011\}$ et $\{110\}$ respectivement
550°C et au-delà	décroissante	Evolution graduelle d'un mélange de $\langle 100 \rangle$ et $\langle 110 \rangle$ vers des $\langle 100 \rangle$ seulement

- Le coefficient de sensibilité (**S**) de la contrainte à la vitesse de déformation est faible, voire nul, dans le domaine d'anomalie (i.e. dans la partie croissante de la courbe  $R_{0,2\%}=f(T)$ ) [4, 35, 92, 97]. Une des conséquences est que la déformation se localise fortement dans le domaine d'anomalie [96, 97]
- L'amplitude de l'augmentation de la limite d'élasticité dépend de l'orientation de sollicitation, de même que l'occurrence de dents de scie (« serrations ») ou de crochets de tractions [81, 92, 93].
- Un faible pic d'écroissage (à 0,2 % de déformation permanente) semble se manifester à proximité du pic d'anomalie [31],
- Un faible dopage en bore conduit à un net décalage du pic vers une température et un niveau de contrainte supérieurs [30, 35, 97], ainsi qu'à un élargissement du pic [30]. Il a été suggéré [35, 97] que ce décalage puisse être lié à une baisse de la mobilité des dislocations  $\langle 110 \rangle$  coin engendrée par la ségrégation du bore sur celles-ci.

### I.2.2.3. Modèles proposés pour l'anomalie de la limite d'élasticité

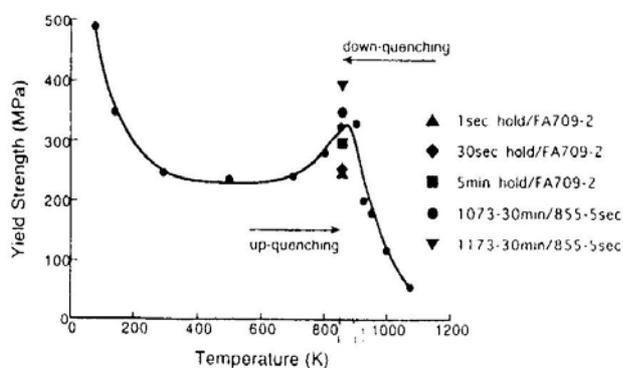
A l'heure actuelle, il n'existe pas de consensus sur les mécanismes qui produiraient cette augmentation anormale de la limite d'élasticité dans une certaine gamme de température. Plusieurs articles de revue ont été consacrés à ce phénomène dans les intermétalliques en

général [137-140] ou de façon plus particulière dans les alliages fer-aluminium [79]. De manière anecdotique nous pouvons citer les premières tentatives d'explication. En 1964, Stoloff et Davies [27] envisagent un mécanisme de blocage (non-défini) induisant la transition de système de glissement et donc une forme d'épuisement des dislocations  $\langle 111 \rangle$  mobiles aux températures intermédiaires, tandis que Moine *et al.* [3] (1965) basent leur hypothèse sur les travaux de Flinn [141] (1960) : les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  changeraient de plan de glissement où elles seraient plus stables en configuration dissociée par montée ce qui les rendraient, par conséquent, plus difficiles à faire glisser. La chute de contrainte aux températures plus élevées interviendrait en raison d'une restauration rapide, par agitation thermique, des APB générées : ainsi l'ordre serait rétabli, la dislocation n'étant plus dissociée.

La plupart des modèles que nous allons maintenant présenter reposent sur le blocage thermiquement activé et spécifique des superdislocations  $\langle 111 \rangle$ , la chute de contrainte à haute température étant la conséquence de l'activation du glissement des dislocations ordinaires  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ . Les modèles diffèrent alors par le mécanisme responsable du blocage des superdislocations.

### a) Modèle de durcissement lacunaire

Par rapport à ce que nous venons d'évoquer ce modèle constitue une exception : il ne fait pas intervenir le changement de système de glissement. Sur la base des observations initiales de Carleton *et al.* [30] concernant l'absence d'anomalie lorsque le matériau n'est pas correctement recuit, George et Baker [32, 142] ont proposé un modèle de durcissement lacunaire à partir d'expériences menées avec un simulateur de traitements thermomécaniques Gleeble (**Figure I.29**) En mesurant la limite d'élasticité ( $R_{0,2\%}$ ) immédiatement après (1s) chauffage très rapide à 855 K, les auteurs obtiennent la même valeur qu'après recuit à 673 K. Les auteurs montrent par ailleurs que lorsque le temps de maintien augmente,  $R_{0,2\%}$  augmente.



**Figure I.29** : D'après des travaux non-publiés cités dans [32, 142].  $R_{0,2\%}=f(T)$ , effet d'un chauffage et d'un refroidissement rapides sur la limite d'élasticité au pic d'anomalie. Le triangle, le losange et le carré correspondent à la limite d'élasticité mesurée après chauffage très rapide à 855 K et maintien variable. Le rond et le triangle inversé correspondent à la limite d'élasticité mesuré immédiatement après refroidissement à 855 K très rapide depuis 1073 et 1173 K respectivement (maintien de 30 min à ces températures) La courbe continue correspond à des essais standards.

De plus, en trempant les échantillons dans le simulateur jusqu'à 855 K après maintien à 1173 et 1073 K (30 min), ils mesurent une limite d'élasticité supérieure à celle obtenue après essai

« classique » (maintien long pour homogénéisation de la température) à 855 K. Les auteurs affirment donc que l'anomalie de la limite d'élasticité observée dans les alliages FeAl ordonnés B2 serait due à l'introduction (pendant le chauffage de l'éprouvette ainsi que son éventuel maintien en température avant essai) d'une quantité de lacunes thermiques suffisante pour durcir le matériau par interaction avec les dislocations. De façon succincte, ils modélisent l'évolution de  $R_{0,2\%}$  en fonction de la température avec l'équation suivante :

$$\sigma_y = \Delta\sigma_L + \sigma_{FD}$$

où  $\Delta\sigma_L$  correspond à l'incrément de contrainte lié au durcissement lacunaire ; ce terme augmente avec la température et est indépendant de la vitesse de déformation ( $S$  peut donc être nul dans le domaine d'anomalie)

$\sigma_{FD}$  correspond au mécanisme relais donnant lieu à la chute de contrainte avec la température. Ce phénomène, qu'ils nomment « fluage-dislocations », serait lié à la montée thermiquement activée des dislocations par absorption de lacunes devenues suffisamment mobiles.  $\sigma_{FD}$  dépend donc de la vitesse de déformation (ce qui conduit à un décalage du pic vers des valeurs de  $T_p$  et  $\sigma_{yp}$  plus élevées) et ne fait toutefois pas intervenir le changement de système de glissement.

Les auteurs précisent que le temps nécessaire pour obtenir la concentration d'équilibre en lacunes thermiques est de l'ordre de 30 minutes. Ils expliquent l'effet du bore par un mécanisme de durcissement en solution solide ainsi qu'une diminution du fluage-dislocation. Dans des travaux ultérieurs [99], des éléments complémentaires sont apportés à la théorie. En premier lieu, il semble que les mono-lacunes soient des obstacles faibles. En deuxième lieu, la limite d'élasticité à température ambiante du matériau, FeAl40, trempé depuis  $T$  est équivalente à celle obtenue pendant l'essai à  $T$  sur un matériau recuit. En troisième lieu, il n'a pas été observé d'ancrages forts autres que ceux liés aux dislocations de la forêt. En conséquence les auteurs [99] concluent que l'anomalie est due au durcissement engendré par les mono lacunes, pas par des agrégats de lacunes.

Ce modèle peut expliquer une partie des caractéristiques de l'anomalie mentionnées plus haut, mais il ne peut cependant rendre compte ni des effets d'orientation ni du changement de système de glissement. De plus des expériences récentes de recuits rapides en bains de sels [97] montrent que la stabilisation de la dureté mesurée après trempe se produit pour des temps de maintien inférieurs à 5 min. Cela signifie que la concentration d'équilibre des lacunes thermiques est atteinte beaucoup plus rapidement que ne le pensent George et Baker [142] qui évaluent ce temps à 30 minutes. De plus, ce mécanisme est très spécifique à FeAl et à ses propriétés de formation et de rétention des lacunes thermiques. Enfin le mécanisme lacunaire développé dans ce modèle ne rend compte qu'artificiellement d'un  $S$

nul. Or toutes les anomalies de contrainte d'écoulement des alliages intermétalliques correspondent à un  $S$  nul [140].

### b) Modèle de la dissociation par montée des $\langle 111 \rangle$

Le principe de ce modèle est assez proche de ce que proposait Flinn [141], auquel nous faisons référence en introduction de cette section, et a été développée par Saka *et al.* (ref.53-56 dans [79]) pour le  $\beta\text{CuZn}$  puis appliqué au cas de  $\text{Fe}_3\text{Al}$  [28]. Les superdislocations se dissocieraient par montée (par absorption locale de lacunes) et deviendraient ainsi sessiles puisque la zone fautive liée au glissement de la première superpartielle, n'étant pas effacée par celui de la seconde, constituerait un ancrage de la superdislocation. Pour  $\text{FeAl}_{40}$ , Yoshimi *et al.* [94] observent effectivement que parmi les dislocations  $\langle 111 \rangle$  majoritaires à  $T_p$ , nombreuses sont celles qui sont dissociées par montée. Ils attribuent par ailleurs les nombreux débris et boucles, qu'ils mettent en évidence derrière les superdislocations dissociées par montée, à l'interaction entre celles-ci et les lacunes thermiques en excès. Toutefois, il n'explicitent pas le mécanisme de cette interaction. Il peut être opposé à ce modèle que la cinétique d'un tel mécanisme est peu compatible avec les vitesses de déformation élevées pour lesquelles l'anomalie se manifeste encore [79].

### c) Modèle de la décomposition des superdislocations $\langle 111 \rangle$

Comme nous l'avons vu lors de la présentation des principales caractéristiques du phénomène d'anomalie de la limite d'élasticité dans  $\text{FeAl}$ , le pic semble correspondre au changement de système de glissement [81]. Yoshimi et ses collaborateurs ont alors tenté d'expliquer l'anomalie par le blocage des  $\langle 111 \rangle$  mobiles suite à leur décomposition selon le schéma :  $a\langle 111 \rangle \rightarrow a\langle 100 \rangle + a\langle 011 \rangle$ . En effet dans le domaine de température de l'anomalie les dislocations résultantes, dites ordinaires, ne sont pas supposées mobiles et entravent ou bloquent le mouvement des superdislocations. Dans ce modèle la création du pic repose donc sur la production de dislocations ordinaires  $\langle 100 \rangle$  sessiles. L'origine de ces dislocations peut être due à une décomposition spontanément favorable, comme proposée par Fu et Yoo [80] pour  $\text{NiAl}$  selon la réaction  $[111] \rightarrow [010] + [101]$ . Les auteurs [80] pensent que cette décomposition ne se produirait que difficilement pour  $\text{FeAl}$ . L'explication tient à ce qu'ils calculent une énergie d'APB nettement plus faible pour  $\text{FeAl}$ , 300 mJ/m<sup>2</sup> contre 820 pour  $\text{NiAl}$ . De plus, leurs calculs montrent que les forces de répulsion élastique sont plus faibles pour  $\text{NiAl}$ . Le bilan est donc une largeur de dissociation plus grande pour  $\text{FeAl}$  (par rapport à  $\text{NiAl}$ ) qui rendrait difficile la décomposition puisque celle-ci nécessite une constriction préalable des superpartielles. Les promoteurs du modèle d'anomalie décrit ici [92, 93, 96]

pensent que la décomposition a néanmoins lieu, bien qu'elle soit difficilement observable. Ils se basent, pour en justifier l'existence, sur une localisation de la déformation, caractérisée par l'hétérogénéité du taux de déformation en volume. Cependant, il nous semble que cette localisation de la déformation, signe d'une sensibilité nulle de la contrainte à la vitesse de déformation, ne peut pas directement permettre de conclure à ce mécanisme de décomposition plutôt qu'à un autre. Pour la difficulté d'observation, ils font référence aux arguments énergétiques développés par Fu et Yoo [80].

Les résultats des observations de Morris et Morris [31] présentés dans le **Tableau I.7** vont dans une certaine mesure à l'appui de ce modèle. Les auteurs n'observent effectivement pas d'évidences d'épinglage des  $\langle 111 \rangle$  par montée ou par glissement dévié et concluent que l'anomalie est vraisemblablement due à la décomposition des  $\langle 111 \rangle$  et aux réactions entre elles. De plus, ce mécanisme permet d'expliquer la dépendance de l'anomalie en fonction de l'orientation. Cependant la décomposition ne semble observée que près du pic ainsi que le montrent le récapitulatif des travaux de Morris et Morris [31] et l'étude de Calonne *et al.* [35, 97]. En outre, le fait que la décomposition n'apparaisse qu'après un certain taux de déformation [96] pourrait laisser penser que ce mécanisme contribuerait seulement à l'écroutissage, pas à la limite d'élasticité.

### d) Traînage de tubes d'APB créés par absorption de lacunes thermiques

Les travaux très récents de Calonne *et al.* au sein du centre SMS de l'Ecole des Mines de St Etienne, ont conduit à proposer un modèle d'anomalie reposant sur le traînage de tubes d'APB créés par l'absorption de lacunes thermiques [97]. Ce traînage serait relayé à haute température par l'apparition de dislocations ordinaires via la réaction de décomposition mentionnée plus haut. Il s'agit d'un mécanisme qui entre dans la catégorie des modèles de type épuisement-multiplication des dislocations mobiles, comme décrits par ailleurs [118, 140, 143, 144]. Dans une démarche de synthèse des multiples observations réalisées par différentes équipes de recherche sur FeAl ordonné, ce modèle met en relation l'interaction lacunes thermiques/dislocations avec la spécificité du changement de système de glissement. Il comprend deux parties indépendantes. La première permet d'expliquer l'augmentation de contrainte en température : dans leur mouvement, les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  interagissent avec les lacunes thermiques rencontrées sur leur trajet. La superpartielle de tête, absorbant celles-ci, génère des crans et développe, dans la poursuite de son déplacement, des tubes d'APB qui finissent par l'immobiliser. Il doit donc se produire un supplément de contrainte pour intensifier la multiplication afin de respecter la vitesse de déformation imposée et constante. Ce phénomène est thermiquement activé via l'augmentation de la concentration

lacunaire en fonction de  $T$ . La seconde partie met en œuvre, de manière indépendante, la formation de dislocations ordinaires  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . C'est à ce niveau qu'intervient la décomposition des superdislocations  $\langle 111 \rangle$ . Comme les dislocations ordinaires ne sont pas affectées par le traînage des tubes d'APB, leur production contribue au retour vers un comportement normal du matériau. Ce modèle est développé sur les bases d'observations macroscopiques (compression en température, géométrie du glissement) et microscopiques (microscopie électronique en transmission conventionnelle et *in situ*) Il permet de rendre compte à la fois :

- de la sensibilité nulle ou faible à la vitesse de déformation,
- du changement de système de glissement : la décomposition des  $\langle 111 \rangle$  y joue un rôle prépondérant,
- de la nécessaire importance des lacunes thermiques.

Il reste cependant à valider les hypothèses proposées par les auteurs [35, 97] pour expliquer l'effet du bore sur la position du pic en contrainte et en températures. Ils supposent [97] que le bore abaisse l'énergie apparente de migration des lacunes (par la formation de complexes par exemple [38]) et que l'efficacité de capture des lacunes par la superpartielle de tête puisse en être améliorée : ainsi pour que la multiplication s'intensifie autant que l'épuisement, un renforcement de la limite d'élasticité est nécessaire. Les auteurs suggèrent par ailleurs [35] que le décalage en température du pic soit dû à la ségrégation du bore sur les dislocations résultant de la décomposition : l'activation du glissement des  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  se faisant alors pour des températures plus élevées. Enfin la durée de vie très courte des tubes d'APB (évaluée à quelques secondes par MET *in situ* [97]) rend leur observation *post mortem* très compliquée.

### **I.3. Conséquences de l'addition de nickel sur quelques propriétés des alliages FeAl ordonnés B2**

La recherche de meilleures propriétés mécaniques, notamment une plus grande résistance à haute température, a conduit à l'introduction de Ni comme élément d'alliage dans FeAl, et inversement.

**I.3.1. Sites préférentiels d'occupation et interactions avec les lacunes**

Parmi les premiers travaux concernant l'addition d'un second métal de transition à FeAl, ceux de Kong et Munroe [10, 11] montrent que dans les alliages FeAl ordonnés B2 les atomes de nickel occupent les sites de fer (à 99,8%) et que cette addition de nickel semble conduire selon eux à une inhibition de l'élimination des lacunes thermiques.

D'un côté, le premier de ces résultats a largement été confirmé depuis tant du point de vue expérimental [12, 146-148] que par le

**Tableau I.8 :** D'après [145]. Energie des sites préférés pour des impuretés dans NiAl et FeAl.

	Y	Zr	La	Ti	Mo	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Co
	NiAl										
site	Al	Ni		Ni							
$E_{pref}$ (Ry)	0.063	0.059	0.047	0.039	0.033	0.026	0.012	0.002	-0.002		-0.008
	FeAl										
site		Al		Fe	Fe						
$E_{pref}$ (Ry)		0.042	0.038	0.028	0.034	0.025	0.017	0.004		-0.017	-0.015

biais de modélisations [145, 149-152], **Tableau I.8**. De manière générale, pour un métal de transition ajouté à FeAl et à l'exception du cuivre, la tendance, en termes d'occupation préférentielle de sites, est la suivante [150] : plus le numéro atomique augmente plus la préférence pour les sites de fer est grande. En outre, les travaux de Banerjee *et al.* [150] montrent que, lorsque les atomes de nickel se placent sur les sites de fer, des atomes de fer peuvent aussi être déplacés sur des sites d'aluminium. D'ailleurs, que ce soit pour les alliages *hypo-stœchiométriques* ou *hyper-stœchiométriques*, Ni se substitue à Fe avec des énergies de formation théoriques respectives de -0.2627 eV/atome et -0.265 eV/atome [149], très favorables en comparaison du calcul mené pour une substitution sur les sites d'aluminium. Notons enfin que si la préférence de site de Ni dans FeAl est assez bien établie, la situation est plus compliquée pour Fe dans NiAl [145]. En effet, selon Bozzolo *et al.* [153], du côté riche en aluminium le fer remplace simplement le nickel tandis que du côté pauvre, Fe se répartit sur les sites de Ni ou de Al, avec une faible préférence pour les derniers.

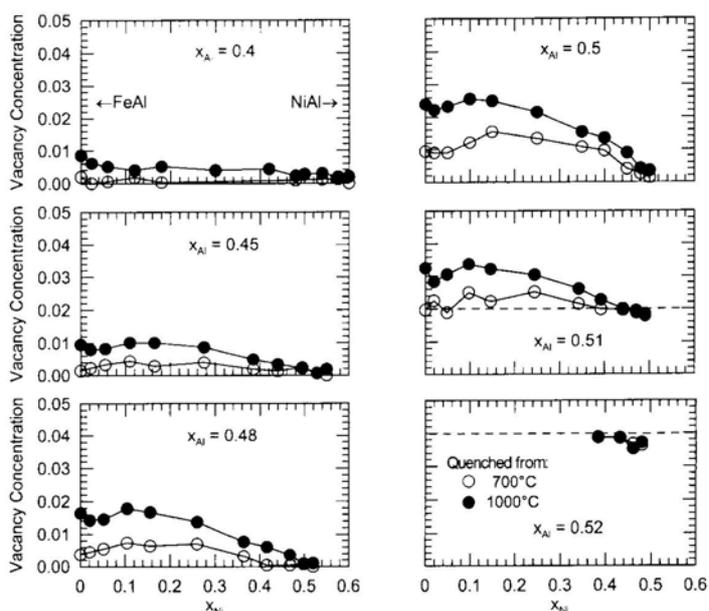
**Tableau I.9 :** D'après [154]. Temps caractéristiques pour l'élimination des lacunes thermiques (h)

T (K)	Fe-45Al	Fe-45Al-3Ni	Fe-45Al-6Ni	Fe-45Al-10Ni
673	43	413	1890	> 6000
773	1.7	14	27	46

du temps d'élimination des lacunes ( $\tau_r$ ) lorsque la teneur en nickel augmente, **Tableau I.9** : par exemple une addition de 3 % Ni conduit à un  $\tau_r$  10 fois supérieur à celui de l'alliage binaire FeAl45 [154]. La même tendance est aussi mentionnée par Munroe [12].

En revanche, il s'avère que l'effet du nickel sur l'élimination des lacunes ne concerne pas la thermodynamique (comme initialement supposé [10, 11]) mais la cinétique d'élimination. En effet, les travaux de Schneibel *et al.* [13, 154, 155] montrent une nette augmentation

Les explications probables pour ce ralentissement de l'élimination des lacunes dû au nickel reposent pour la plupart sur des considérations énergétiques. Kong et Munroe [10, 11] invoquent pour leur part la différence d'énergie de liaison des bilacunes entre NiAl (-0,1 eV [59]) et FeAl (0,57 eV [59]) en pointant le fait qu'une addition de nickel à FeAl peut réduire cette énergie. La facilité de formation d'agrégats de lacunes rendrait ainsi leur élimination difficile. Schneibel *et al.* [155], quant à eux, pensent que cela est dû à une augmentation de l'énergie de migration des lacunes lorsque Ni est allié à FeAl45 (1.46 eV et 1.86 eV, pour FeAl45 et FeAl45Ni3 respectivement) En conséquence, afin d'assurer l'élimination complète des lacunes thermiques en excès et d'éviter un durcissement lacunaire



**Figure I.30 :** D'après [147]. Concentration en lacunes du pseudo-binaire (Ni,Fe)Al en fonction de la composition et la température de trempé. Pour les alliages riches en aluminium, la ligne en pointillé correspond à la concentration requise en lacunes constitutionnelles. Les cercles noirs et blancs représentent les échantillons trempés respectivement depuis 700 et 1000°C.

qui pourrait interférer avec la détermination des propriétés mécaniques, ces auteurs proposent de modifier la procédure traditionnelle d'élimination des lacunes [6]. Deux possibilités sont envisageables : augmenter la durée ou la température de recuit. Ainsi, pour FeAl45Ni3 (**Tableau I.9**), une augmentation de 100 K ramène  $\tau_r$  à 14h au lieu de 413h. Il a aussi été montré [13] que l'addition de nickel à FeAl45 augmente la concentration de lacunes thermiques à l'équilibre pour des recuits à 400 et 700°C mais la diminue pour des recuits à des températures supérieures ou égales à 1000°C. Des précisions sur ce point ont été récemment apportées par Pike *et al.* [147] : cette augmentation se produit pour toutes les teneurs en aluminium excepté pour 40 %, **Figure I.30**. A cette composition, en effet, la concentration de lacunes reste à un niveau très faible quelle que soit la teneur en Ni [156].

I.3.2. Effet du nickel sur les propriétés mécaniques

I.3.2.1. Propriétés élastiques

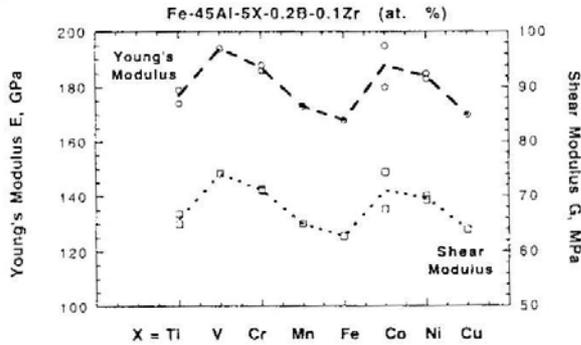


Figure I.31 : D’après [132]. Evolution, à température ambiante, des modules d’Young et de cisaillement en fonction du numéro atomique de l’élément d’ajout.

Schneibel *et al.* [132] ont mesuré les modules d’Young et de cisaillement pour des alliages du type FeAl45M5B0.2Zr0.1 (M= Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni or Cu) à température ambiante, **Figure I.31**. Retenons, pour la suite de notre travail, que pour une addition de 5 % at. de nickel les auteurs mesurent un module d’Young de 182 GPa, un module de cisaillement de 70 GPa.

I.3.2.2. Durcissement par effet d’alliage

Le durcissement par effet d’alliage peut avoir plusieurs origines. Il peut être dû à la dispersion des atomes étrangers dans la matrice ou bien à la ségrégation des solutés sur les défauts, tels que les dislocations, ou bien encore à la précipitation d’une phase dispersée, si la limite de solubilité du soluté est dépassée. Pour les teneurs qui nous intéressent – inférieures ou égales à 10 % at. de nickel – les alliages sont a priori monophasés, comme le montre la coupe isotherme du diagramme ternaire présentée **Figure I.32**. Le troisième mode de durcissement n’est donc pas à considérer.

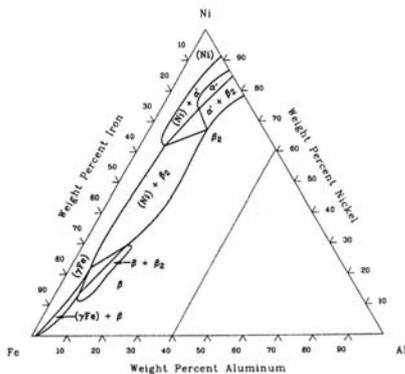
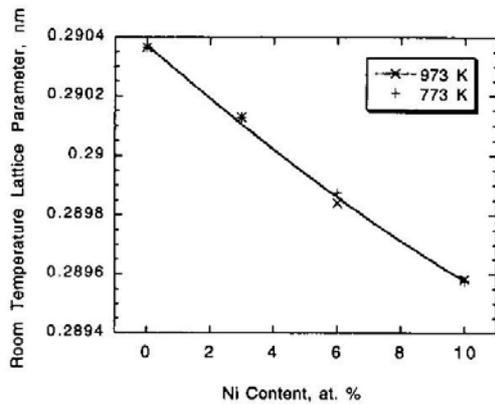


Figure I.32 : Section isotherme à 950°C du diagramme ternaire Fe-Al-Ni ([157] d’après [158]) Des sections à d’autres températures, plus élevées ou plus basses, montrent que les alliages contenant moins de 10 % at. Ni (~ 13 % massique) sont toujours ordonnés B2. Cette phase est notée  $\beta_2$  sur la section isotherme.

Nous nous intéresserons dans cette section à la question du durcissement en solution solide. Pour ce faire, nous commençons par présenter l'effet du nickel sur le paramètre de maille,  $a$ .



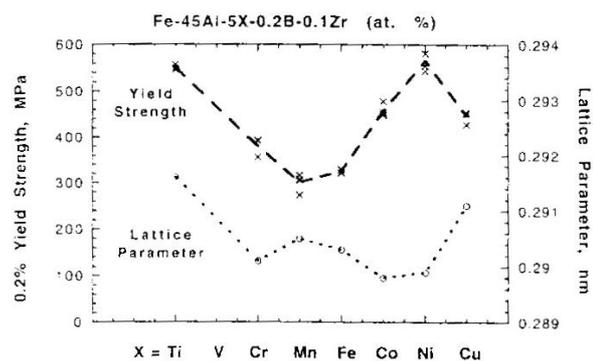
**Figure I.33** : D'après [155]. Paramètre de maille d'alliages FeAl45 dont la teneur en nickel varie de 0 à 10 % at., après établissement de l'équilibre à 773 et 973 K.

l'évaluation de  $\eta_t$  conduit à une valeur deux fois plus faible.

La diminution de la teneur en aluminium devrait donc provoquer un affaiblissement de la contribution de l'effet de taille au durcissement en solution solide dû au nickel. Pourtant les premiers travaux de Schneibel *et al.* [132] (**Figure I.34**) montrent que l'addition de 5 % at. de nickel produit l'augmentation de la limite d'élasticité la plus élevée en comparaison de celle générée par l'addition des autres éléments de transition choisis (Ti, Cr, Mn, Co ou Cu). D'autres travaux de Schneibel *et al.* [146, 155] confirment que la limite d'élasticité à l'ambiante des alliages FeAl augmente après addition de nickel. D'après leur données [155]

sur FeAl45 il est possible d'évaluer le durcissement par atome de soluté à 43 MPa / % Ni. C'est un ordre de grandeur que nous retrouvons en nous basant sur les travaux de Pike et Liu [156] puisque le durcissement en solution solide dû au nickel peut valoir jusqu'à 30 MPa / % Ni. De plus, en prenant en compte la température de déformation, Brenner *et al.* [159] observent un renforcement conséquent de la limite d'élasticité de FeAl par addition de nickel, **Figure I.35**. Les auteurs ont travaillé avec des monocristaux orientés selon  $\langle 100 \rangle$  dont la composition en nickel varie :  $\text{Fe}_x\text{Ni}_{60-x}\text{Al}_{40}$  avec  $x = 10-50$  %.

A ce propos, les différents auteurs [12, 147, 155, 156] sont d'accord pour dire que  $a$  diminue lorsque la teneur en Ni augmente, comme illustré sur la **Figure I.33**. Cette diminution a lieu indépendamment de la composition en aluminium [147, 156]. De cette dépendance et dans cette gamme d'additions de nickel, [155], il est possible d'évaluer le facteur de taille  $\eta_t$  (i.e.  $|\partial \ln a / \partial c|$ , où  $c$  est la concentration en soluté) comme prenant la valeur 0,0261. Cette valeur est aussi obtenue à partir des données de Pike *et al.* [147] pour FeAl45 alors que pour FeAl40



**Figure I.34** : D'après [132]. Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante en fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout.

Les alliages sont testés en compression uniaxiale. Brenner *et al.* montrent que pour des additions inférieures à 30 % Ni la limite d'élasticité augmente avec la teneur en nickel.

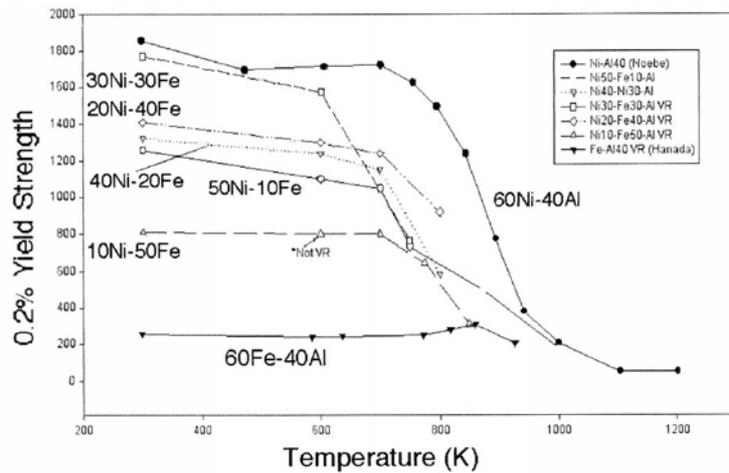


Figure I.35 : D'après [159]. Limite d'élasticité en fonction de la température, pour différentes composition de monocristaux (Fe,Ni)-Al testé en compression. « VR » signifie que les échantillons ont subi le recuit d'élimination des lacunes.

Il semble que le renforcement observé ne soit pas dû à un durcissement par effet atomes étrangers dispersés (Ni) dans la matrice (FeAl) En effet, en utilisant les théories classiques de durcissement en solution solide pour alliages binaires dilués, Schneibel *et al.* [132] comme Brenner *et al.* [159] montrent que l'effet renforçant du nickel ne peut être reproduit ni par l'effet de taille ni par celui du module. Quoi qu'il en soit ce renforcement est sujet à controverse en raison, principalement, de l'effet concomitant du nickel sur la concentration d'équilibre des lacunes thermiques, I.3.1, c'est pourquoi nous abordons le rôle des lacunes thermiques dans le durcissement dans la section suivante.

### I.3.2.3. Rôle des lacunes thermiques sur le durcissement : un effet indirect de l'addition de nickel

Kong et Munroe [10] ont été les premiers à noter une surprenante augmentation de la dureté après recuit basse température, quand Ni est ajouté au composé FeAl. Ils ont aussi relevé une faible sensibilité de la dureté au traitement thermique. Non conscients alors de l'effet du nickel sur la cinétique d'élimination des lacunes, les auteurs avaient effectué le recuit selon la procédure classique [6], c'est-à-dire une semaine à 400°C. Cependant, Kong et Munroe [10] notent tout de même que cette

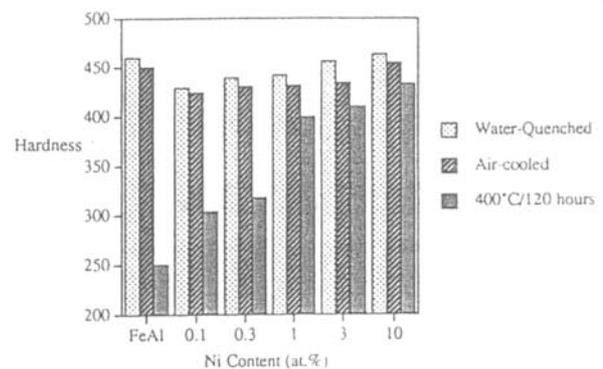


Figure I.36 : D'après [12]. Dureté d'alliages FeAl45Nix en fonction de la composition en nickel (x) pour différents traitements thermiques.

augmentation de la dureté après recuit est beaucoup plus importante pour des additions faibles de nickel à FeAl (+100%) que pour des additions faibles de fer à NiAl (+30%) Dans une publication postérieure, Kong et Munroe [11] précisent que ces caractéristiques, augmentation de la dureté et sensibilité faible de la dureté au traitement thermique, ne sont pas observées simultanément pour d'autres additions de métaux de transition. Ces résultats ont été rapidement confirmés pour de nombreux alliages FeAl : pour FeAl<sub>45</sub>Nix (x=0.1-10 %) [12, 132], **Figure I.36** et pour FeAl<sub>50</sub>Nix (x=1 ou 5 %) [160]. Les écarts de dureté entre alliage binaire et alliage ternaire sont probablement dus, dans ces travaux, à un recuit d'élimination des lacunes inefficace [13], c'est-à-dire à la présence non négligeable de lacunes thermiques en excès. Cependant, la tendance est correcte sur le plan qualitatif puisqu'elle a été confirmée depuis pour des alliages du type FeAl<sub>40</sub>Nix (x=2,4-12 %) [156, 161] correctement recuits. En outre, le maximum de dureté établi par Kong et Munroe [10] pour une addition de 10 % Ni au composé FeAl a été confirmé récemment par Pike *et al.* [147]. Notons au passage que pour les alliages NiAl [162], Pike *et al.* montrent que le durcissement dû à l'addition de fer est lui aussi dépendant de l'écart à la stœchiométrie.

Nous comprenons maintenant mieux pourquoi le renforcement de la limite d'élasticité à température ambiante par addition de nickel peut être sujet à controverse. En premier lieu, Schneibel et Munroe [13] précisent que la concentration en lacunes est plus élevée pour les alliages au nickel et qu'en retirant la contribution au durcissement qui en découle, le renforcement uniquement dû au nickel devrait être plus faible que prévu. En second lieu, Pike *et al.* [156] montrent que les lacunes sont les défauts qui contrôlent effectivement le durcissement ; le rôle de Ni est de modifier la structure de défauts. Il est intéressant de noter pour notre étude que ces auteurs mentionnent cependant que leurs conclusions ne sont pas valides pour les alliages du type FeAl<sub>40</sub>. En effet ces alliages ont à la fois la concentration en lacunes la plus faible et la concentration en défauts d'antisites la plus élevée ; en conséquence des additions de nickel peuvent avoir un fort effet durcissant.

### I.3.2.4. Une fragilité accrue

Nous pouvons relever (**Figure I.37**) que FeAl<sub>45</sub>Ni<sub>5</sub>B<sub>0.2</sub>Zr<sub>0.1</sub> montre, par rapport à l'alliage binaire, une diminution de plus de 5% de sa ductilité à l'ambiante [146], concomitante avec le renforcement de R<sub>0,2%</sub> à l'ambiante décrit plus haut. C'est aussi le cas après ajout d'autres métaux de transition. Salazar *et al.* [163] ont récemment confirmé cette tendance : l'alliage ternaire étudié (1 % at. Ni) présente une limite d'élasticité en compression plus élevée mais un allongement à rupture plus faible que le binaire correspondant (FeAl<sub>40</sub>) Pourtant, l'allongement à rupture de FeAl<sub>40</sub>Ni<sub>1</sub> est de l'ordre de 20% après recuit à 400°C au lieu des 7% obtenus sur l'alliage brut de coulée.

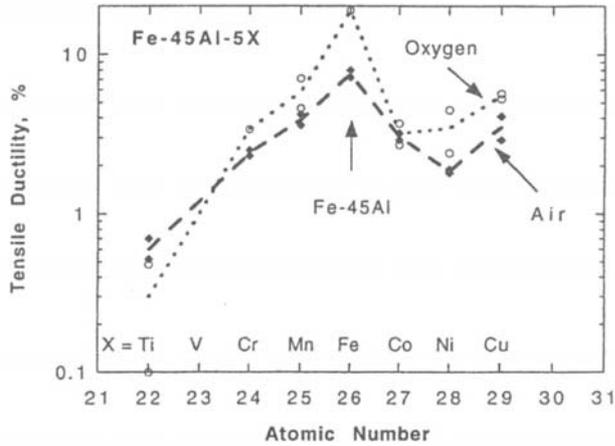


Figure I.37 : D'après [146]. Effet de l'addition d'éléments de transition sur l'allongement d'alliages Fe-45Al.

Pour l'alliage au nickel Schneibel *et al.* [146] constatent en outre que le mode de rupture est intragranulaire. En effet, ils observent que si l'élément ternaire d'addition occupe le sous-réseau Al la rupture devient intergranulaire de manière prépondérante, **Figure I.38**, et alors la ductilité chute. Une remarque s'impose cependant : les alliages étudiés par Schneibel *et al.* [146] sont dopés au bore (0,2 % at.) Or le bore change le mode de rupture des alliages fer-aluminium d'intergranulaire à intragranulaire [7]. La persistance de la rupture intergranulaire pour les alliages ternaires dont l'élément d'addition occupe préférentiellement le sous-réseau Al signifie que ces éléments sont particulièrement néfastes pour la cohésion des joints de grains. Même s'il occupe le sous-réseau du fer, le nickel a donc aussi tendance à accroître la fragilité de FeAl.

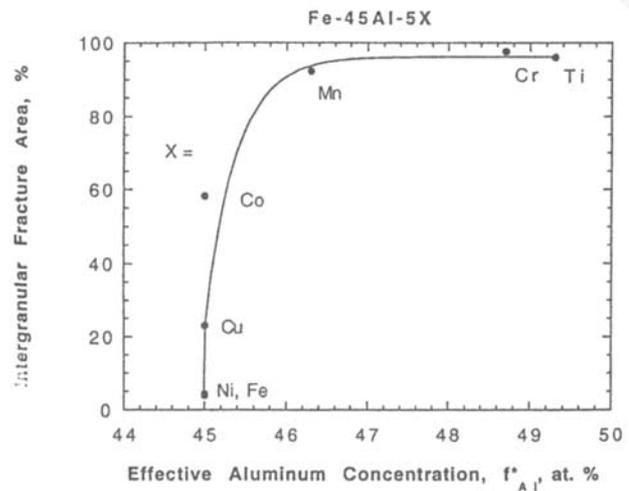


Figure I.38 : D'après [146]. Pourcentage surfacique de rupture inter-granulaire en fonction de la composition en Al effective. Sollicitation à l'air.

Pour les alliages contenant du nickel, la ténacité dépend faiblement de la vitesse de fissuration [146], une caractéristique partagée par les alliages au titane ou au chrome mais pas par ceux contenant Mn, Co ou Cu ni par les alliages binaires FeAl45. Ce que nous pouvons conclure du travail de Schneibel *et al.* [146] est que l'addition de nickel semble offrir le meilleur compromis entre la ténacité et la limite d'élasticité.

### *I.3.3. Structure de dislocations des alliages FeAl+Ni*

#### **I.3.3.1. Après recuit**

Les alliages intermétalliques FeAl ordonnés B2 contenant du nickel sont monophasés [10-13, 132, 146, 147, 154-156, 159-161, 163, 164], présentent majoritairement, après recuit, une distribution de dislocations  $\langle 100 \rangle$  à caractère coin [11-13, 155, 156, 160, 161, 164] ainsi que des cavités cuboïdes (« *cuboidal voids* ») caractéristiques [12, 13, 155, 156, 160] quelle que soit la teneur en aluminium [160]. Ces cavités sont uniquement présentes pour des teneurs en nickel inférieures à 10 % [12, 155, 160] et pourraient être la conséquence de l'interaction entre les lacunes et les atomes de nickel [12]. Elles pourraient aussi servir de réservoirs de lacunes qui se condenseraient au cours du recuit en boucles de dislocations [13]. En effet, si la densité des dislocations de type  $\langle 100 \rangle$  est relativement faible et que leur distribution est hétérogène avant recuit [11-13, 155], après recuit la première augmente et la seconde devient homogène en même temps que la concentration de cavités diminue.

#### **I.3.3.2. Après déformation**

Patrick *et al.* [164] sont les premiers à avoir observé un changement du vecteur de Burgers des dislocations glissiles, de  $\langle 111 \rangle$  à  $\langle 100 \rangle$ , en fonction à la fois de la température et de la teneur en nickel pour des alliages polycristallins du type  $\text{Fe}_{60-x}\text{Al}_{40}\text{Ni}_x$  ( $x=0$  à 60 %) Ce changement se produit à température ambiante pour des teneurs supérieures à 10-20 % Ni : l'alliage à 10 % Ni présente les deux types de vecteurs de Burgers, alors que dès 20 % seules les dislocations  $\langle 100 \rangle$  sont observées. Pour des teneurs en nickel inférieures, le changement se produit aux environs de 400°C.

Savage *et al.* [161] ont étudié la microstructure de monocristaux orientés selon  $\langle 100 \rangle$  d'alliages  $\text{Fe}_{60-x}\text{Al}_{40}\text{Ni}_x$  ( $x=10$  à 50 %) après déformation à l'ambiante. Pour une addition de 10 % de nickel, ils montrent que la déformation est essentiellement liée à l'activation des superdislocations vis  $\langle 111 \rangle$  sur des plans de type  $\{011\}$ . Pour les compositions plus riches en nickel, ces mêmes auteurs mettent en évidence une microstructure différente bien que les dislocations de type  $\langle 111 \rangle$  soient toujours majoritaires. En effet, le glissement a lieu principalement sur des plans  $\{112\}$  et le caractère dominant des dislocations est proche du caractère coin (à la place de vis) De plus, les auteurs ont pu effectuer des mesures de distances de dissociation entre les superpartielles  $a/2 \langle 111 \rangle$  pour les alliages ternaires à 10 % Ni ainsi que pour les alliages binaires. Ils observent une nette diminution de cette distance s'il y a addition de nickel et supposent en conséquence une augmentation de l'énergie d'APB

correspondante, en considérant les mêmes constantes d'élasticité que pour FeAl. Le travail plus récent de la même équipe de recherche [159] confirme les observations précédentes sur la diminution de la distance de dissociation et le changement de plan de glissement après addition de nickel. En outre, Brenner *et al.* [159] étudient les systèmes de glissement actifs et le caractère des dislocations impliquées dans la déformation des mêmes monocristaux – orientés selon  $\langle 100 \rangle$  – d'alliages  $\text{Fe}_{60-x}\text{Al}_{40}\text{Ni}_x$  ( $x=10$  à  $50$  %) en fonction de la température de compression. Finalement, ils mettent en évidence que la direction de glissement  $\langle 111 \rangle$  à basse température cède le pas à la montée des  $\langle 100 \rangle$  typiquement au-dessus de  $700\text{-}750\text{K}$  et que la rupture de pente des courbes  $R_{0,2\%}\text{-T}$  (en forme de 'genou' « *knee-like* ») correspond la transition du glissement **Figure I.35**.

### **I.4. Problématique**

Au regard de la synthèse bibliographique que nous venons d'établir nous pouvons situer plus précisément la problématique que nous tentons de développer dans le présent travail. Elle se structure selon deux axes principaux.

D'un point de vue fondamental, nous nous proposons d'apporter une contribution à la compréhension du phénomène d'anomalie de la limite d'élasticité des alliages FeAl par le biais notamment de la mise en relation des propriétés macroscopiques avec la microstructure. En particulier, nous nous attachons au rôle de l'élément d'alliage 'nickel' et du dopant 'bore' sur les mécanismes physiques régissant la déformation et la rupture des alliages FeAl B2. Ces données expérimentales ainsi collectées peuvent permettre un éclairage critique des différents modèles se proposant d'expliquer l'anomalie plastique de ces alliages.

D'un point de vue pratique, les caractérisations mécaniques et microstructurales doivent aider à définir et optimiser la technologie d'élaboration d'un alliage de type FeAlNi B2, dopé au bore, par métallurgie des poudres. Notamment, un des paramètres fondamentaux de cette optimisation concerne la teneur en nickel : le compromis entre le renforcement en température, la ductilité consécutive à l'addition et le coût (en partie fonction de la quantité de nickel) est à établir sur la base des résultats obtenus sur les alliages FeAl de laboratoire (à gros grains)

*Ce travail de thèse s'inscrit pour partie dans le cadre d'un Programme Thématique de la Région Rhône-Alpes sur l'« Amélioration des propriétés mécaniques à haute température d'alliages intermétalliques FeAl (B2) ». Le but de ce programme, pour l'essentiel, était d'améliorer la résistance mécanique de la nuance semi-industrielle FeAl40 Grade 3 en terme*

## Chapitre I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

---

*d'étendue du domaine des températures de travail et/ou d'augmentation de la limite d'élasticité. Pour une seconde partie, ce travail s'inscrit dans l'étude du comportement mécanique d'alliages industriels à grains fins basés sur la nuance FeAl40 Grade 3 (projet européen FIAC)*

## II - MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

### *II.1. Les alliages*

Dans le cadre du travail présenté ici nous avons étudié des alliages polycristallins et monocristallins élaborés sur la base de l'intermétallique Fe-Al40. Trois types d'alliages ont été utilisés. En premier lieu, nous avons travaillé avec des alliages polycristallins à gros grains (~500  $\mu\text{m}$ ), dits « alliages modèles ». Ces alliages modèles peuvent être dopés ou non au bore et alliés ou non au nickel. Les teneurs en bore et nickel vont respectivement de 100 à 400 ppm et de 2 à 10 %. Sauf mention contraire, nous donnons toujours des concentrations atomiques. Nous avons aussi étudié des alliages polycristallins à grains fins (~1  $\mu\text{m}$ ), dits « alliages semi-industriels ». Ils sont dopés au bore ( $\approx$  48 ppm) et alliés ou non au nickel (3,8 %) Enfin nous avons utilisé des monocristaux dopés au bore (400 ppm), alliés ou non au nickel (3,8 %)

Du fait de leur fragilité à température ambiante ces alliages sont délicats à manipuler. Les éprouvettes nécessaires à leur caractérisation mécanique et microstructurale s'obtiennent donc après une procédure rigoureuse et minutieuse.

#### *II.1.1. Élaboration et code de notation des différents alliages*

Les alliages modèles sont réalisés au laboratoire sous atmosphère contrôlée en nacelle horizontale selon la procédure décrite ci-après.

Le fer électrolytique purifié (teneur en impuretés : C < 10ppm, S < 10ppm, O < 10ppm, N < 16ppm), l'aluminium de pureté 99,99% et le nickel de pureté 99,98% (purifié au laboratoire à partir de nickel de pureté 99,95%) sont utilisés comme matières premières. Le procédé d'élaboration comporte six fusions, afin d'obtenir une bonne homogénéisation de l'alliage. Les premières fusions se font sous un balayage à débit constant d'hydrogène. C'est à l'issue de l'étape d'homogénéisation que le bore pur est introduit pour les alliages dopés. Sous balayage d'argon, deux nouvelles fusions d'homogénéisation sont alors effectuées avant une dernière fusion dans une nacelle rectangulaire qui donne une forme oblongue au lingot.

Les alliages semi-industriels ont été élaborés et mis en forme par le CEA Grenoble pour une part (alliage au nickel) et par Plansee d'autre part (alliages sans nickel) Il s'agit d'une élaboration par mécanosynthèse selon une procédure initialement mise au point et développée par le CEA Grenoble pour l'alliage FeAl40 Grade 3. L'alliage coulé de composition voulue subit alors une atomisation à l'issue de laquelle de fines particules de  $Y_2O_3$  (1% atomique de Y) sont introduites. Après cet ajout, l'ensemble est broyé puis consolidé mécaniquement. Deux modes de consolidation ont été utilisés : par extrusion à 1100°C avec une rapport de réduction du diamètre de 14/1 ou par Compression Isostatique à Chaud (CIC) à 1100°C sous une pression de 100 MPa. Enfin, des traitements thermomécaniques spécifiques peuvent être mis en œuvre : laminage, forgeage, recristallisation...

**Tableau II.1** : Différentes méthodes de consolidation et de mise en forme des alliages semi-industriels élaborés sur la base de la nuance FeAl Grade 3.

Référence	Description du procédé de mise en forme
A1	Extrusion à 1100°C avec un rapport de réduction du diamètre de 14/1
A2	A1 + forgeage à 1100°C avec 10% de compression axiale
A3	A1 + forgeage à 1100°C avec 50% de compression axiale
A4	A1+ martelage à 1100°C avec 50% d'allongement axial
A5	A1 + recuit de recristallisation 1h à 1300°C + forgeage à 1100°C (50%)
B1	C.I.C. (1100°C, 100 MPa) + laminage à 1100°C avec 70% de réduction d'épaisseur
B2	C.I.C. (1100°C, 100 MPa) + forgeage à 1100°C avec 75% de réduction en hauteur
B3	C.I.C. (1100°C, 100 MPa) + martelage à 1100°C avec un rapport de réduction de 14/1

Les alliages semi-industriels FeAlB SI seront notés Ai ou Bi selon qu'ils sont consolidés respectivement par extrusion ou par CIC – "i" servira à différencier le procédé mis en œuvre ultérieurement. Les différents alliages ainsi obtenus sont répertoriés dans le **Tableau II.1**. Le tableau donne aussi la dénomination utilisée dans la suite du texte pour chaque alliage semi-industriel. La mise en œuvre de ces procédés a pour objectif d'obtenir des microstructures différentes mais représentatives de celles supposées présentes dans les composants semi-industriels et les applications visées dans le cadre du projet européen explicité plus haut, **I.1.2.3**.

Les monocristaux ont été élaborés au laboratoire à l'aide d'une méthode horizontale de Bridgman. Elle consiste à solidifier, dans une direction et à une vitesse déterminées, un échantillon métallique préalablement fondu dans une nacelle horizontale. L'orientation cristallographique est imposée par un germe, convenablement disposé au contact du métal liquide, à partir duquel la solidification débute. La méthode de Laue en retour permet de mesurer les orientations cristallographiques avec une précision de  $\pm 1^\circ$ .

### II.1.2. Composition chimique

La composition chimique des alliages modèles et monocristallins a été vérifiée au laboratoire. Les teneurs en aluminium et en nickel ont été mesurées par absorption atomique pour l'analyse quantitative sur un échantillon de chaque alliage, **Tableau II.2**. La teneur en

**Tableau II.2** : Analyses chimiques pour tous les alliages modèles de l'étude.

Dénomination des alliages	Al (% at.)		Ni (% at.)		B (% at.)	
	nominale	effective	nominale	effective	nominale	effective
<b>FeAl</b>	40	38,8	-	-	-	-
<b>FeAlB</b>	40	39,64	-	-	0,04	0,04
<b>FeAlNi2B</b>	40	40,3	2	2,07	0,04	0,04
<b>FeAlNi4B</b>	40	40,24	3,8	3,8	0,04	0,041
<b>FeAlNi5B</b>	40	40,05	5	5,13	0,04	0,039
<b>FeAlNi10B</b>	40	40,28	10	10,19	0,04	0,038
<b>FeAlNi4-100B</b>	40	40,15	3,8	3,79	0,01	0,0098
<b>FeAlNi4</b>	40	40,88	3,8	3,83	-	-

bore quant à elle a été analysée par une méthode de colorimétrie, valable pour de faibles teneurs (quelques centaines de ppm massiques maximum) L'échantillon est tout d'abord mis en solution à température ambiante. Ensuite, lorsque l'ensemble est porté à 290°C, le bore solubilisé réagit avec de la curcumine pour donner un complexe de couleur orange. La concentration est alors déterminée par absorption moléculaire (loi de Lambert-Beer) Enfin, les éléments traces sont dosés, suivant leur nature, par une méthode de fusion oxydante (carbone et soufre) ou par une fusion réductrice (oxygène et azote), **Tableau II.3**.

**Tableau II.3** : Analyses chimiques des teneurs en impuretés (O, C, S, N) pour les alliages modèles de l'étude.

Dénomination des alliages	Éléments dosés (< à)			
	O (ppm mas.)	C (ppm mas.)	S (ppm mas.)	N (ppm mas.)
<b>FeAl</b>	15	10	10	5
<b>FeAlB</b>	15	10	10	5
<b>FeAlNi2B</b>	15	15	5	10
<b>FeAlNi4B</b>	15	10	10	5
<b>FeAlNi5B</b>	10	10	5	10
<b>FeAlNi10B</b>	10	15	10	15
<b>FeAlNi4-100B</b>	10	15	5	10
<b>FeAlNi4</b>	15	10	10	5

En plus de ces analyses, l'homogénéité de composition chimique a été évaluée sur la longueur de l'alliage, qualitativement pour le nickel et le bore et quantitativement pour l'aluminium. Pour chaque alliage des échantillons provenant de la tête, du milieu et de la queue du lingot ont été découpés puis analysés par spectrométrie d'émission d'étincelles. Comme le montre la **Figure II.1** pour la teneur en aluminium, nous n'observons pas de forte

hétérogénéité de composition le long du barreau et les valeurs mesurées sont proches des compositions visées.

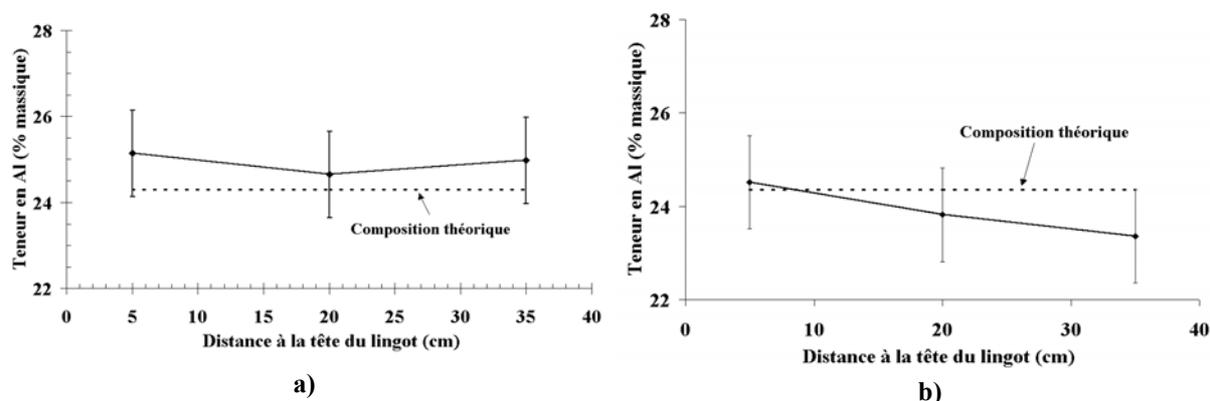


Figure II.1 : Homogénéité de composition en aluminium pour deux lingots représentatifs, a) FeAlNi4B, b) FeAl.

Les alliages semi-industriels n'ont pas exactement la composition de l'alliage coulé initial, puisque outre les oxydes (**Tableau II.4**), ils contiennent aussi du zirconium (0,11% massique) Les effets du zirconium sur la ductilité des alliages FeAl sont décrits par C.T. Liu dans la demande de brevet WO 93/23581 (25.11.1993) Le **Tableau II.4** précise aussi les dénominations que nous allons utiliser pour les alliages dans la suite du texte. De plus les teneurs en impuretés, notamment en oxygène, sont plus élevées que pour les alliages coulés au laboratoire. Ceci est principalement dû à l'étape de broyage.

**Tableau II.4** : Composition des alliages semi-industriels par Plansee (FeAlB SI) et par le CEA Grenoble (FeAlNiB SI) « n. s. » signifie que la composition de l'élément n'est pas spécifiée.

	Dénomination des alliages	
	FeAlB SI	FeAlNiB SI
Al (% mas.)	22.89	23.5
Ni (% mas.)	-	4.13
B (% mas.)	0.008	0.0012
Zr (% mas.)	0.122	0,03
O (% mas.)	0.37	0.4
C (% mas.)	0.012	0,008
N (% mas.)	0.007	0,003
Y (% mas.)	n. s.	0.375

Il convient de noter au passage que tous les alliages possèdent la même base de dénomination, à savoir FeAl, sans pour autant que cela se rapporte à la composition stœchiométrique. Tous les alliages ont en effet en commun de contenir 40 % at. d'aluminium.

### II.1.3. Microstructure

Les joints de grains des alliages modèles sont révélés, après polissage, par une attaque de quelques secondes à température ambiante dans une solution composée de 50% HNO<sub>3</sub>, 17% HF et 33% H<sub>2</sub>O. Les observations sont faites par microscopie optique.

Pour les alliages semi-industriels les joints de grains sont mis en évidence en utilisant les électrons rétrodiffusés. Les échantillons sont polis sur des papiers de granulométrie décroissante puis à l'aide d'une suspension colloïdale de finition de pH neutre afin d'obtenir un poli de type « miroir » et d'éviter la formation de piqûres. Les images sont réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage à effet de champ ( MEB-FEG JEOL, JSM6500F)

### ***II.1.4. Traitements thermiques***

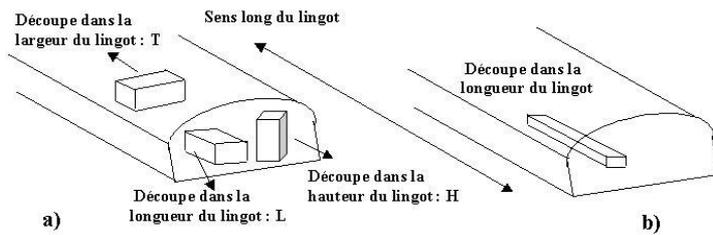
Les alliages semi-industriels nécessitent, avant tout usinage d'échantillons, un traitement thermique d'une heure à 1000°C sous flux d'argon. Le but est de supprimer les contraintes résiduelles emmagasinées dans l'alliage lors des traitements mécaniques de consolidation effectués pendant l'élaboration.

Les alliages contenant du nickel seront dits trempés après un maintien d'une heure à 1000°C sous flux d'argon suivi un refroidissement à l'air et « recuits » après une semaine à 500°C sous atmosphère contrôlée (échantillon en ampoule d'argon) Pour les alliages sans nickel, seules les températures de traitement changent : respectivement 950°C et 400°C. Enfin, les alliages semi-industriels, compte-tenu de leur faible taille de grains, n'ont pas besoin d'un recuit aussi long qu'une semaine mais seulement de 24h.

## **II.2. Essais de caractérisation mécanique**

### ***II.2.1. Découpe et préparation des éprouvettes***

Les éprouvettes de compression et de flexion sont des parallélépipèdes découpés par électroérosion avec des dimensions respectives de 16\*9\*7 mm<sup>3</sup> et de 30\*5\*3mm<sup>3</sup>, **Figure II.2**. Cette méthode de découpe réduit considérablement le risque d'arrachage des grains et permet d'obtenir un bon respect des cotes demandées, les écarts de cotes ne dépassant jamais 100µm. Nous noterons L, H et T les éprouvettes de compression pour lesquelles l'axe de sollicitation est parallèle respectivement au sens long du lingot, à sa hauteur et à sa largeur.



**Figure II.2 :** Sens de découpe des éprouvettes, **a)** de compression, **b)** de flexion.

Avant essai, les éprouvettes subissent le recuit d'une semaine approprié puis sont polies sur toutes leurs faces pour éliminer la fissuration superficielle ( $\approx 50\mu\text{m}$  de profondeur) induite par l'électroérosion.

Pour la compression, le polissage ne dépasse pas le papier 1000 pour les faces destinées à être en contact avec les tas de compression : des études tribologiques démontrent qu'une granulométrie plus fine est source de frottements supérieurs lors de la déformation. Pour la flexion en revanche, afin d'éviter au maximum les sites d'amorçage de fissure, les quatre plus grandes faces sont polies jusqu'à une granulométrie de  $\frac{1}{4}\mu\text{m}$  (polissage de finition avec une solution diamantée  $\frac{1}{4}\mu\text{m}$ )

### *II.2.2. Compression uniaxiale en température*



**Figure II.3 :** Machine de compression uniaxiale avec four à balayage d'argon.

Les essais sont menés dans une gamme de température allant de l'ambiante à  $950^\circ\text{C}$  pour des vitesses de déformation comprises entre  $5 \cdot 10^{-4}$  et  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ . La déformation subie par les échantillons est généralement limitée à environ 10 % de déformation totale. Les sauts de

vitesse sont réalisés à différents taux de déformation plastique avec des amplitudes d'une décade (pour les sauts répétés vers le bas,  $10^{-2}$  à  $10^{-3}$  puis retour à  $10^{-2}$ )

Une machine Schenk munie d'un four à balayage d'argon a été utilisée pour ces essais. Le dispositif est présenté sur la **Figure II.3**. La machine est pilotée de manière hybride entre le pupitre pour l'étape de positionnement et l'ordinateur lors de l'essai proprement dit. Grâce au pilotage par l'ordinateur, les essais sont effectués à vitesse de déformation constante.

### II.2.2.1. Protocole d'essai

Avant l'essai les éprouvettes sont lubrifiées par dépôt d'une fine couche de nitrure de bore, puis placées au centre du tas inférieur. A l'aide du pupitre, le tas supérieur est ensuite amené au contact pour exercer une force (asservissement en force de la machine) de 200N avant de lancer le cycle de chauffage. Cet asservissement est nécessaire pour que le vérin puisse remonter lorsque l'échantillon se dilate et ne pas mettre celui-ci en compression avant que la température ne soit atteinte. Le cycle de chauffage dépend de la température d'essai, il comprend cependant toujours trois phases, de vitesse de chauffage décroissante, afin d'éviter un dépassement de la température visée. La première phase correspond au chauffage entre la température ambiante et  $100^{\circ}\text{C}$  en-dessous de la consigne, la seconde à celui entre  $100^{\circ}\text{C}$  en-dessous et  $50^{\circ}\text{C}$  en-dessous de la consigne et la troisième à celui entre  $50^{\circ}\text{C}$  en-dessous de la consigne et la température finale. Pour des températures inférieures à  $400^{\circ}\text{C}$ , les vitesses de chauffage pour les trois phases précédemment décrite sont :  $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et  $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Au-delà de  $400^{\circ}\text{C}$  les vitesses de chauffage deviennent respectivement :  $100^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ,  $50^{\circ}\text{C}/\text{min}$  et  $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Ce choix de cycles est dicté par l'inertie thermique du four et les valeurs de ses PID, qui sont telles que l'asservissement n'est pas optimisé pour les températures inférieures à  $400^{\circ}\text{C}$ . La température de consigne est atteinte au bout de 15 à 30 min et l'éprouvette est maintenue à température pendant 10 minutes avant le lancement de l'essai.

Après l'essai l'éprouvette est trempée grâce à un système qui permet de la faire chuter dans un petit bac à eau. Cette trempe est faite après décharge pour éviter d'effectuer une déformation plastique involontaire dans le domaine d'anomalie de nos alliages. En effet, dans ce domaine, lorsque la température chute, la limite d'élasticité fait de même et nous pourrions alors activer le glissement de dislocations autres que celles qui ont accommodé la déformation lors de l'essai.

II.2.2.2. Traitements des données

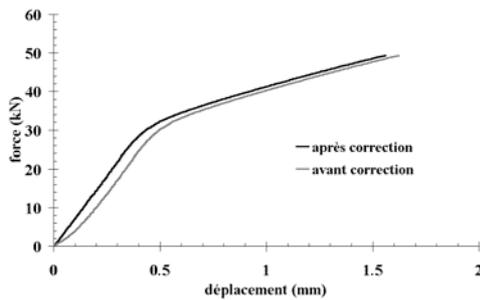


Figure II.4 : Perturbation de la courbe force/déplacement en début d'essai et sa correction pour l'alliage FeAlNi4B déformé à 500°C.

perturbation (**Figure II.4**) en début d'essai. Pour y remédier, nous tangents la partie élastique linéaire et translatons la courbe à l'origine. Indépendamment de cette correction nous retirons la contribution élastique de la machine. La raideur du montage a été préalablement évaluée, par des expériences tas contre tas, à  $110000 \pm 5000 \text{ N.mm}^{-1}$ . Il a été vérifié que cette valeur ne subissait pas d'écart significatif avec la température. La **Figure II.5** met en évidence la contribution élastique de la machine.

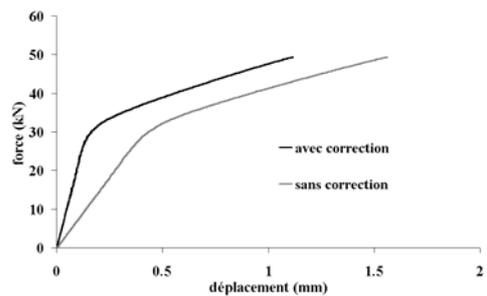


Figure II.5 : Effet de la raideur de la machine sur la courbe force/déplacement pour l'alliage FeAlNi4B déformé à 500°C.

Pour transformer la courbe force/déplacement en contrainte déformation, nous disposons de deux possibilités : ou bien la représentation nominale (ou « conventionnelle ») ou bien la représentation rationnelle (ou « vraie »)

La courbe conventionnelle, directement homothétique de la courbe brute, est donnée par les relations suivantes :

$$\epsilon_0 = \Delta l / l_0 \text{ et } \sigma_0 = F / S_0$$

avec  $S_0$  : section initiale ;  $l_0$  : longueur initiale ;  $\Delta l$  : allongement

La courbe rationnelle est plus difficile à obtenir puisqu'il est nécessaire de connaître l'évolution de la section avec le temps. Si nous considérons que la déformation plastique se fait à volume constant, nous obtenons les relations suivantes :

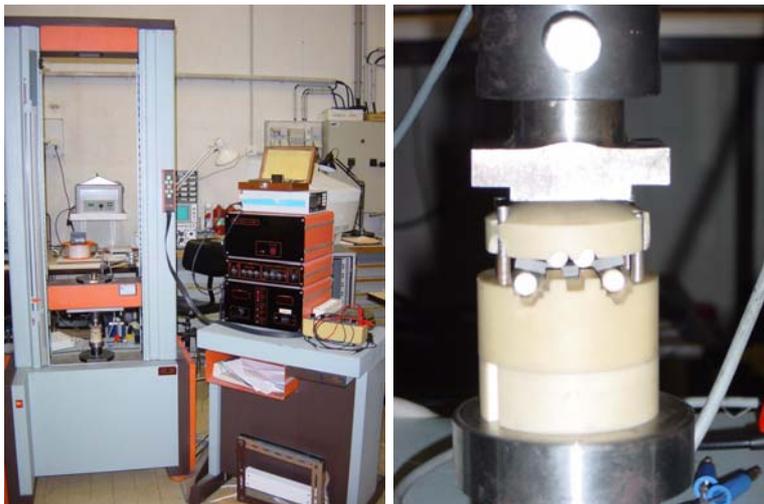
où  $S$  est la section à l'instant  $t$  et  $l$  la longueur à l'instant  $t$

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F l}{S_0 l_0} = \sigma_n \exp(\epsilon) \quad \epsilon = \ln \frac{l}{l_0}$$

La différence entre les deux représentations n'est sensible qu'au-delà de plusieurs % de déformation totale et la courbe rationnelle est plus proche de la réalité physique aux grandes déformations. Puisque nous nous intéressons principalement à l'évaluation de la limite d'élasticité, la représentation conventionnelle nous sera suffisante. La limite d'élasticité déterminée dans nos essais correspond à 0,2% de déformation plastique permanente et sera notée  $R_{0,2\%}$ .

### *II.2.3. Flexion 4 points à l'ambiante*

Afin d'étudier le comportement à la rupture de nos alliages, nous avons opté pour des essais de flexion quatre points. Les éprouvettes parallélépipédiques sont facilement usinables par électroérosion. La contrainte demeurant constante entre les couteaux dans un essai de flexion quatre points, les résultats sont plus fiables que ceux obtenus en flexion trois points.



**Figure II.6 :** Machine de traction/compression permettant de faire, avec un montage approprié (photographie de droite), des essais de flexion quatre points.

Les essais sont réalisés avec une machine de traction/compression électrique ADAMEL LHOMARGY DY25 pilotée en déplacement (cellule de force de 2000DaN, moteur pas à pas) Les essais sont réalisés à l'ambiante et à une vitesse imposée de déplacement de la traverse de 0,1 mm/min.

#### **II.2.3.1. Protocole d'essai**

Les éprouvettes sont placées dans un dispositif en alumine qui est comprimé par le plateau de la machine fonctionnant en compression. Le montage est présenté sur la **Figure II.6**. La force est enregistrée par la cellule de force, tandis que le déplacement de la traverse est mesuré par un capteur externe. L'acquisition des données se fait à l'aide d'un programme

écrit spécialement pour l'essai, sous Labview. Chaque essai est reproduit trois fois puisque la dispersion sur les résultats est faible.

### II.2.3.2. Traitements des données

A partir des courbes force-déplacement obtenues nous pouvons facilement déduire la contrainte exercée sur l'éprouvette.

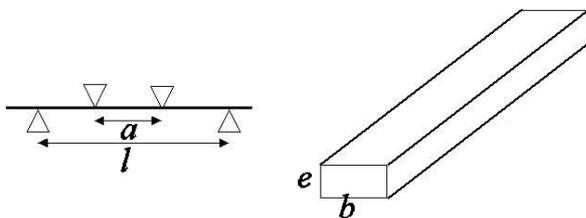
La contrainte maximale de traction exercée vaut :  $\sigma = -M \frac{y}{I}$

où  $M$ , le moment fléchissant a pour expression  $M = -\frac{F(l-a)}{4}$ ,

$I$ , le moment d'inertie vaut :  $I = \frac{be^3}{4}$ ,

et  $y$ , la cote de la fibre moyenne vaut :  $y = e/2$

La **Figure II.7** indique la signification de  $a$ ,  $l$ ,  $b$  et  $e$ .



**Figure II.7** : Géométrie de l'essai et de l'éprouvette de flexion quatre points

D'où l'expression de la contrainte maximale en fonction des paramètres de l'essai :

$$\sigma = \frac{3(l-a).F}{2b.e^2}$$

La déformation du matériau pendant l'essai est plus difficile à estimer. Ce n'est possible que si l'allongement à la rupture est faible. Puisque c'est le cas de nos alliages, nous pouvons déterminer l'allongement relatif de la face en traction en fonction du déplacement vertical du centre de l'éprouvette si nous faisons l'hypothèse que la déformation est uniforme et localisée entre les deux couteaux supérieurs. Dans ce cas la partie déformée de l'éprouvette forme un arc de cercle et cette approximation satisfait aux conditions de la théorie de l'élasticité. Dans un dernier temps, la géométrie de l'essai nous permet de relier l'allongement relatif de la face inférieure de la poutre au déplacement vertical des couteaux supérieurs. La déformation plastique de l'éprouvette vaut alors :

$$\varepsilon = \frac{da}{a} = 2 \frac{dy^2}{a(l-a)}$$

où  $dy$  est le déplacement vertical des couteaux supérieurs.

### ***II.3. Observations microstructurales***

Nous décrivons brièvement ci-dessous les techniques de microscopies électroniques utilisées pour caractériser la microstructure de rupture, de dislocations avant ou après déformation, de nos matériaux.

#### ***II.3.1. Microscopie électronique à balayage (MEB)***

Les faciès de rupture sont observés par Microscopie Electronique à Balayage. Selon la nature des alliages la résolution nécessaire est différente et le MEB utilisé aussi. Pour les alliages modèles, de taille de grains supérieure à 500  $\mu\text{m}$ , les micrographies sont réalisées avec un MEB JEOL (JSM 840) La tension d'accélération utilisée est de 15 kV et la résolution théorique de 5 nm. Compte-tenu de la taille de grains micrométrique des alliages semi-industriels, nous utilisons un MEB-FEG JEOL (JSM6500F) La tension d'accélération utilisée est de 20 kV et la résolution théorique de 1,5 nm.

#### ***II.3.2. Microscopie électronique en transmission (MET)***

##### **II.3.2.1. Préparation des échantillons**

Pour la partie MET *post mortem*, des cylindres de diamètre 3 mm sont découpés par électroérosion, parallèlement au sens de sollicitation pour les éprouvettes de compression. A l'aide d'une scie à fil, des tranches d'épaisseur 100  $\mu\text{m}$  en sont ensuite extraites. Des lames minces sont alors préparées par amincissement électrolytique et le plan des lames minces est donc perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Ce dernier est réalisé avec un TENUPO-5 (STRUERS) La composition en volume de l'électrolyte est la suivante : 18 % d'acide perchlorique, 64 % d'acide acétique et 18 % 2-butoxy éthanol. L'amincissement se fait sous une tension de 20 ou 25V (respectivement avec et sans nickel) à 0°C.

Des essais de traction *in situ* (sollicitation mécanique et thermique) sont effectués dans un microscope en transmission sur des lames minces dont la forme doit être spécialement adaptée au porte-échantillon, **Figure II.8**. Outre la zone mince, transparente aux électrons, la lame doit comporter deux trous d'amarrage ( $\varnothing = 0.4$  mm) assurant sa mise sous tension dans la colonne du microscope. Ces lames minces sont extraites d'un parallélépipède mono-

cristallin (découpé par électroérosion) et amincies avec les techniques décrites au paragraphe précédent. L'orientation des lames est choisie comme suit : le plan de la lame est de type  $\{001\}$  et l'axe de traction selon  $\langle 110 \rangle$ .

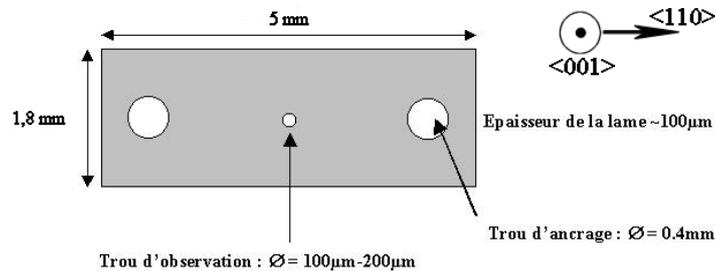


Figure II.8 : Lame de traction *in situ*.

### II.3.2.2. MET *post mortem*

Les lames minces sont observées, au laboratoire, grâce à un microscope électronique en transmission « Philips CM 220 » Super Twin de tension d'accélération de 200 kV et de résolution point par point de 2,4 Å. La source d'électrons utilisée est un filament LaB<sub>6</sub>. Le microscope est équipé d'un porte-échantillon « double-tilt ».

L'analyse du contraste de l'image en M.E.T. pour l'étude des défauts cristallins nécessite de travailler en « deux ondes », c'est-à-dire que le cristal est orienté de façon à ne faire diffracter qu'une seule famille de plans réticulaires. Dans ces conditions les dislocations ne présentent aucun contraste si  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$  (« critère d'extinction) où  $\mathbf{g}$  est le vecteur du réseau réciproque normal à la famille de plans qui diffractent et  $\mathbf{b}$  le vecteur de Burgers de la dislocation. En observant la lame selon différents plans de coupe du réseau réciproque, la détermination des vecteurs de Burgers devient possible.

Pour les éprouvettes destinées à l'analyse par microscopie électronique les essais de compression sont effectués à une vitesse de déformation de  $10^{-2} \text{s}^{-1}$ . Pour figer la microstructure les éprouvettes sont trempées immédiatement après l'essai, selon le protocole décrit plus haut, c'est-à-dire après décharge. Les essais sont interrompus après une déformation permanente de 2 à 4 %.

### II.3.2.3. MET *in situ*

La microscopie électronique en transmission *in situ* offre la possibilité d'observer, sous sollicitation mécanique et/ou thermique, les mécanismes de déformation à l'échelle des

dislocations en condition dynamique. Dans notre cas, un véritable essai de traction est en effet réalisé dans le MET.

Nous avons effectué nos essais de traction *in situ*, pour les alliages monocristallins FeAlNi4B et FeAlB, au LTPCM (ENSEEG/INPG, Grenoble) avec un microscope en transmission JEOL, de tension d'accélération 300 kV, dédié aux essais *in situ*. Le porte-objet double tilt utilisé permet une liberté angulaire de  $\pm 30^\circ$  selon  $\alpha$  et  $\pm 8^\circ$  selon  $\beta$ . Cette liberté angulaire ne donne pas accès à un nombre suffisant de vecteurs de diffraction (appartenant à des axes de zone différents) pour pouvoir appliquer le critère d'invisibilité de manière discriminante. Les dislocations observées par MET *in situ* ne peuvent donc pas être indexées directement sous le faisceau ou à partir des clichés pris. La charge maximum applicable est théoriquement de 1200 g et la gamme de température s'étend de 14 à 1073 K. La vitesse de déformation est un paramètre difficile à contrôler ; elle vaut approximativement  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ .



### III - COMPORTEMENT MECANIQUE MACROSCOPIQUE

Nous avons noté dans le **Chapitre I** que les alliages fer-aluminium ordonnés B2 possèdent, du point de vue mécanique, deux caractéristiques majeures. En premier lieu, ils présentent une anomalie de leur limite d'élasticité pour les températures intermédiaires. L'extension du domaine d'anomalie varie notamment selon la composition et la vitesse de déformation. Il est cependant compris, en général, entre 300 et 700°C. En second lieu, les alliages FeAl B2 sont fragiles à température ambiante. Leur faible résistance à la rupture est le frein majeur au développement industriel de ces alliages.

Nous exposons ici l'ensemble des résultats issus des essais qui nous ont permis de caractériser le comportement mécanique macroscopique de nos alliages modèles et semi-industriels. Les essais mis en œuvre sont la compression uniaxiale, pour des températures comprises entre l'ambiante et 950°C, et la flexion quatre points, à température ambiante.

L'objectif principal est donc d'évaluer l'influence de l'addition de nickel sur les propriétés mécaniques d'alliages FeAl B2 en étudiant, d'une part, l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température et, d'autre part, la résistance à la rupture, à température ambiante. Ces deux thèmes constituent les deux dernières parties du chapitre. La première est dédiée à la définition d'un état de référence thermique des matériaux étudiés avant sollicitation mécanique.

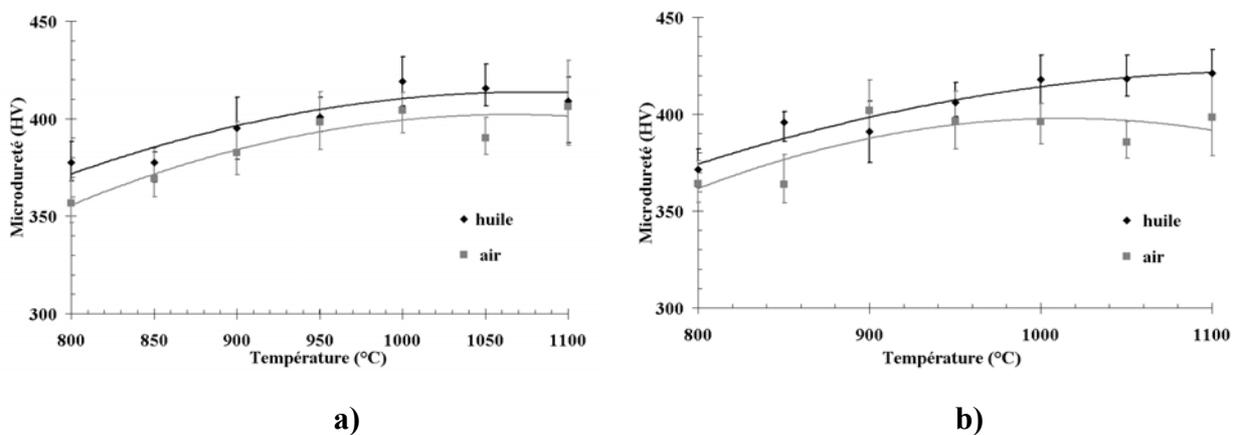
Remarquons enfin que les essais de compression uniaxiale sont le plus souvent effectués à une vitesse de déformation de  $10^{-2}\text{s}^{-1}$ . Donc, à l'exception des sections de ce chapitre concernant l'influence de la vitesse de déformation et le comportement à la rupture, nous ne précisons plus cette vitesse. En outre, à moins de précisions contraires, nous ne considérons que des compositions atomiques, % ou ppm.

### III.1. Définition de l'état de référence des matériaux avant essais

Les lacunes thermiques provoquent un durcissement qui peut accentuer la fragilité à l'ambiante de ces alliages. C'est donc dans l'état recuit que nous devons étudier les propriétés en compression et en flexion de nos alliages. Les paramètres du recuit d'élimination des lacunes sont connus depuis longtemps pour les alliages binaires FeAl [6], mais ils sont fortement affectés par l'addition de nickel [13, 154, 155]. Pour établir les conditions de recuit pour les alliages FeAl<sub>4</sub>Ni dopés ou non au bore, nous avons besoin de nous assurer de leur état initial avant recuit. Une possibilité consiste à obtenir des alliages ayant le maximum de lacunes thermiques en excès. Ainsi nous devons commencer par définir le traitement thermique de rétention des lacunes pour pouvoir étudier leur élimination.

#### *III.1.1. Rétention des lacunes thermiques*

Nous avons donc d'abord étudié l'influence des conditions de refroidissement sur la dureté de ces alliages, en fonction de la température de maintien. En effet les lacunes thermiques en excès sont à l'origine d'un durcissement de l'alliage et une indication qualitative de leur concentration peut être obtenue par des mesures de microdureté [51].



**Figure III.1 :** Evolution de la dureté d'échantillons, trempés à l'huile ou refroidis à l'air, en fonction de la température de maintien (1h) : **a)** FeAlNi<sub>4</sub>, **b)** FeAlNi<sub>4</sub>B.

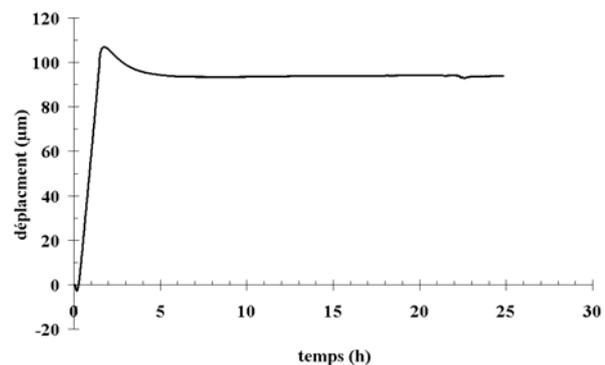
Trois conditions de refroidissement ont été comparées : trempe à l'eau, à l'huile et refroidissement à l'air. Cependant, il ne faut pas oublier le caractère fragile de nos matériaux : une trempe trop violente pourrait conduire à une fissuration de l'échantillon. Le choix du refroidissement résulte donc d'un compromis entre la quantité de lacunes retenues (température et vitesse de trempe), la viabilité physique du matériau et les coûts engendrés par le procédé. Nous avons rapidement abandonné la trempe à l'eau puisque dès 800°C la

fissuration a été observée dans nos échantillons. Les résultats portant sur l'étude des trempes à l'huile et à l'air sont présentés **Figure III.1** pour les alliages modèles contenant du nickel. Nous constatons que la dureté (i.e. la concentration des lacunes) augmente avec la température puis se stabilise à partir de 1000°C, et ce indépendamment des conditions de refroidissement. Compte-tenu de la faible différence de dureté entre les deux modes de refroidissement, à l'air et trempé à l'huile, nous avons choisi le premier afin de limiter au maximum les risques de fissuration par choc thermique.

Un traitement haute température dont le rôle serait de former un maximum de lacunes dans les alliages FeAlNi<sub>4</sub>, dopés ou non au bore, pourrait donc consister en un maintien d'une heure à 1000°C suivi d'un refroidissement à l'air.

### III.1.2. Elimination des lacunes thermiques en excès

Pour ces mêmes alliages, nous avons suivi l'élimination des lacunes thermiques en excès par dilatométrie lors de recuits isothermes. Ces recuits sont effectués sur des échantillons contenant le maximum de lacunes thermiques en excès, c'est-à-dire ayant préalablement subi le traitement thermique établi ci-dessus. Dans leur forme brute, les courbes de dilatométrie présentent principalement deux parties,



**Figure III.2** : Exemple de courbe (forme brute) issue d'une expérience de dilatométrie sur l'alliage FeAlNi<sub>4</sub>B. Dans le cas présenté ici, le palier isotherme est à 450°C.

**Figure III.2.** La première correspond à la phase de montée en température pendant laquelle la taille de l'éprouvette augmente de manière importante par dilatation du paramètre de maille. En comparaison, lors du palier isotherme l'évolution dimensionnelle est peu sensible et distingue la seconde partie. Ces deux phases nous permettent de déterminer le début du processus d'élimination des lacunes : il s'agit du maximum de la courbe dilatométrique brute. Au-delà de ce maximum, donc pendant le maintien isotherme, le paramètre de maille ne varie plus et toute variation dimensionnelle de l'échantillon correspond donc à l'évolution de la population des lacunes thermiques en excès. Puisque nous observons une contraction de l'éprouvette, nous suivons donc bien par cette méthode le phénomène d'élimination des lacunes dès l'instauration du régime isotherme.

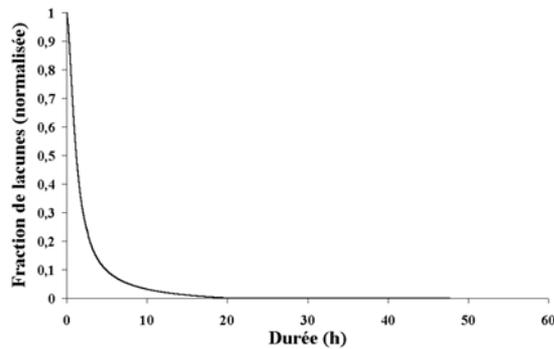


Figure III.3 : Cinétique d'élimination des lacunes thermiques en excès à 450°C pour l'alliage FeAlNi<sub>4</sub>B.

La concentration de lacunes en excès s'éliminant pendant le recuit ( $dN/N$ ), proportionnelle à la contraction de l'échantillon ( $dl/l$ ), peut se calculer par [6] :

$$\frac{dN}{N} = 3 \left( \frac{dl}{l} - \frac{da}{a} \right)$$

le terme  $da/a$  correspond à la variation du paramètre cristallin qui demeure constant dans des conditions isothermes. La formule peut alors se réduire à :

$$\frac{dN}{N} = 3 \frac{dl}{l}$$

Une courbe de cinétique corrigée (la contraction de l'échantillon est normalisée par sa contraction maximale) est présentée **Figure III.3**. A l'aide de la formule ci-dessus et des données issues des expériences de dilatométrie nous pouvons calculer la concentration de lacunes en excès éliminées au cours du recuit. Le choix du recuit doit prendre en compte autant la quantité de lacunes éliminées que le temps nécessaire à l'élimination des lacunes en excès. Ces résultats sont donc regroupés sur la **Figure III.4**, avec ceux de Gay-Brun [72] pour les alliages sans nickel.

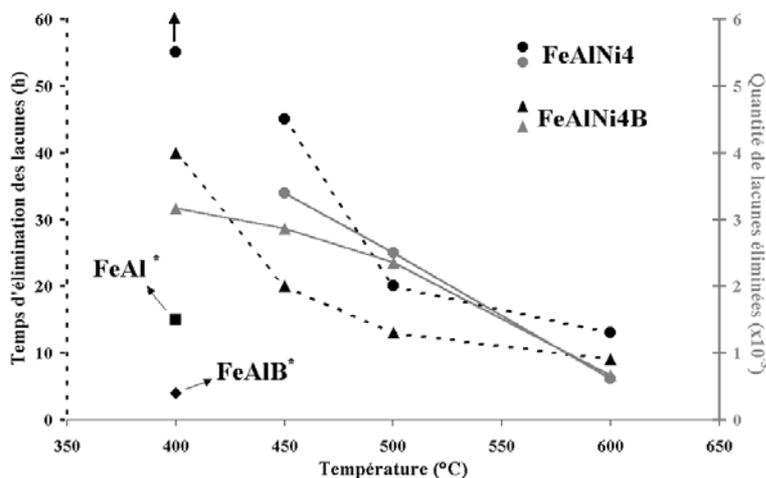


Figure III.4 : Elimination des lacunes thermiques en excès. Effets du bore et du nickel. Les temps nécessaires à l'élimination sont représentés en noir et la quantité de lacunes éliminées en gris. (\* le temps d'élimination des lacunes pour les alliages binaires sont issus de [72])

L'examen de ces résultats met en lumière deux faits essentiels. Tout d'abord, le nickel ralentit considérablement la cinétique d'élimination des lacunes. En effet, il faut 8 fois plus de temps pour éliminer les lacunes à 400°C pour l'alliage FeAlNi<sub>4</sub>B que pour FeAlB (40 % at. Al et 400 ppm at. B) De plus, le temps nécessaire à l'élimination des lacunes thermiques pour l'alliage FeAlNi<sub>4</sub> a excédé 48 h (i.e. la durée du recuit isotherme initialement prévue) Ceci est en accord avec la littérature [12, 13, 154, 155]. Le second fait marquant

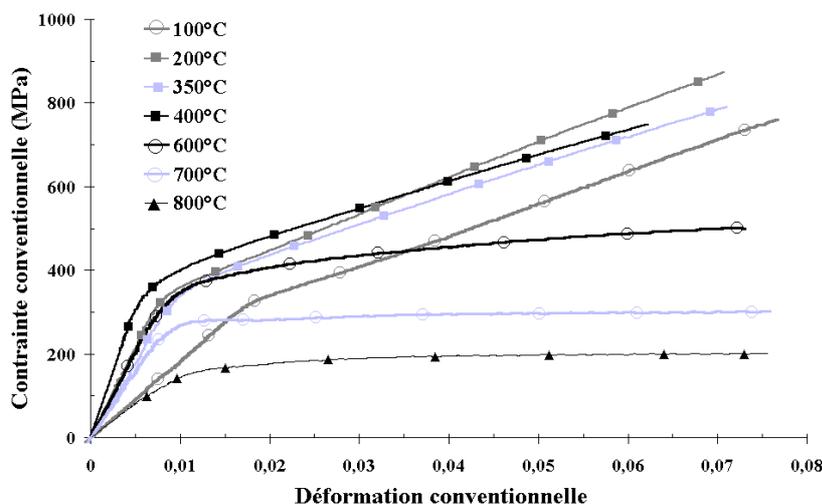
concerne l'effet accélérateur du bore : il est confirmé dans les alliages ternaires. Finalement, le recuit isotherme à 500°C présente le meilleur compromis temps/quantité de lacunes éliminées : il divise par deux le temps d'élimination par rapport au recuit à 450°C (pour FeAlNi4) et la quantité de lacunes éliminées n'est que marginalement affectée.

En complément de ces résultats il est important de remarquer que, pour les alliages FeAl purs ou dopés au bore, la microstructure semble n'atteindre son état d'équilibre qu'après des recuits d'une durée de plusieurs jours à 400°C [38]. La durée communément admise est d'une semaine. Pour tous les alliages ternaires nous effectuerons donc un recuit à 500°C d'une semaine, durée qui nous assure en outre de l'élimination des lacunes pour les alliages à plus forte teneur en nickel [13].

Les effets opposés du bore et du nickel sur la cinétique d'élimination des lacunes ont été confirmés : le premier l'accélère tandis que le second la ralentit considérablement. Le recuit sera donc d'une semaine, à 400°C pour les alliages binaires et à 500°C pour les ternaires.

### III.2. Evolution de la limite d'élasticité en fonction de la température

#### *III.2.1. Effets combinés du nickel et du bore*

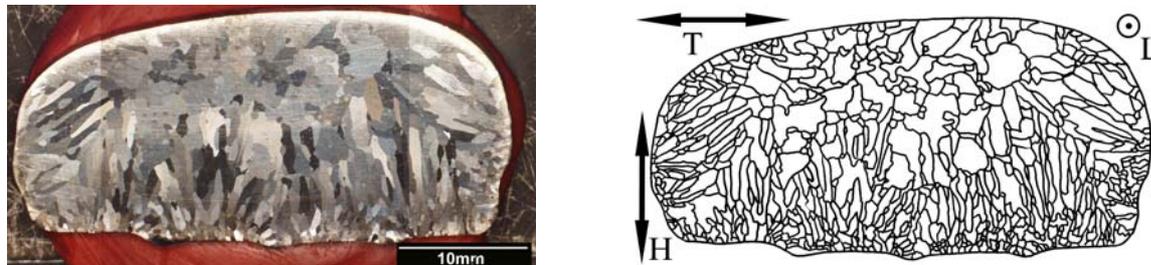


**Figure III.5 :** Courbes de compression uniaxiale, alliage FeAlNi4.

Dans cette partie-ci comme dans les suivantes, nous présentons nos résultats essentiellement sous la forme de courbes  $R_{0,2\%}(T)$  à partir de faisceau de courbes comme celui

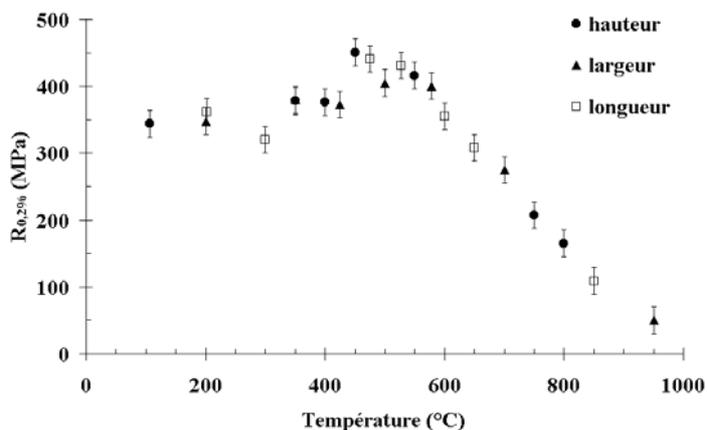
illustré ci-dessus, **Figure III.5**. La limite d'élasticité est déterminée selon le protocole établi dans le chapitre précédent.

### III.2.1.1. Orientation des éprouvettes



**Figure III.6** : Micrographie de l'alliage FeAlNi4B (taille de grains > 500  $\mu\text{m}$ )

Nous avons constaté la présence d'une texture morphologique de solidification dans nos lingots d'alliages modèles, **Figure III.6** : les grains sont plus allongés dans la direction du gradient thermique le plus important. Puisque la texture morphologique peut révéler une texture cristallographique, il est nécessaire de quantifier l'influence, sur la limite d'élasticité en compression, de la direction de sollicitation par rapport à l'axe long du lingot. Les alliages FeAlNi4 et FeAlNi4B sont donc testés pour les trois orientations définies dans le **Chapitre II**, parallèlement au sens long du lingot, à sa hauteur et à sa largeur (L,H et T respectivement, **Figure III.6**)



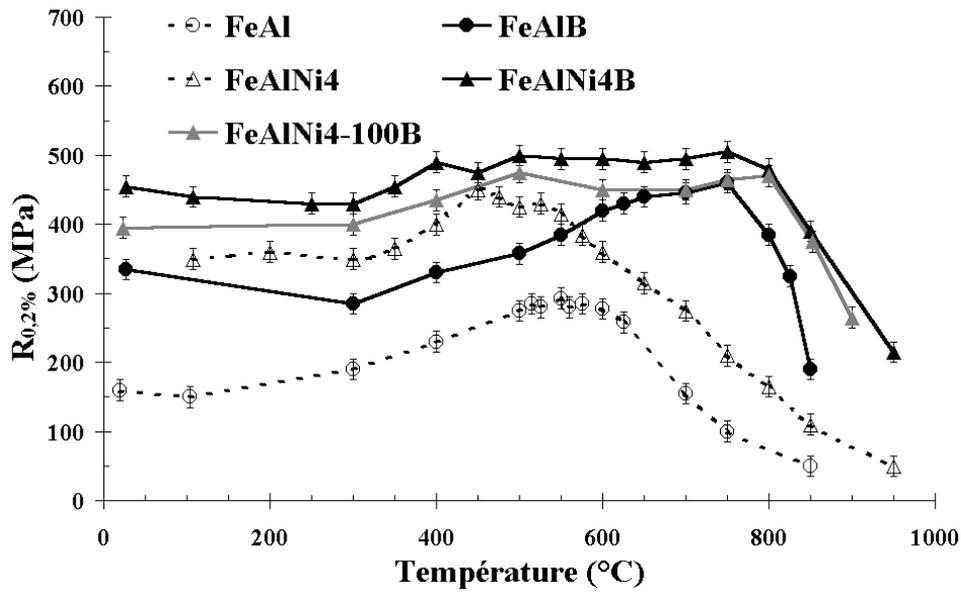
**Figure III.7** : Influence de la direction de sollicitation (L, H, T) par rapport à l'axe long du lingot, alliage FeAl40Ni4.

Il n'y a pas d'effet sensible de l'orientation sur la limite d'élasticité en fonction de la température. La **Figure III.7** est représentative de la dispersion des valeurs qui se trouve être contenue dans la marge d'erreur liée à la détermination de  $R_{0,2\%}$ . Cependant dans un souci de reproductibilité et de compa-

raison raisonnée avec les résultats obtenus précédemment au laboratoire [97], les éprouvettes testées par la suite le seront selon l'orientation L : l'axe de sollicitation est parallèle à l'axe long du lingot.

III.2.1.2. Effet de l'addition de nickel

A l'instar de l'alliage binaire FeAl (courbe en pointillés et cercles ouverts, **Figure III.8**) nous pouvons constater que l'alliage au nickel FeAlNi4 (pointillés et triangles ouverts) semble lui aussi présenter une évolution anormale de la limite d'élasticité en fonction de la température. Celle-ci se présente en effet sous la forme d'un pic de  $R_{0,2\%}$  à une température de 500°C et d'une amplitude de 100 MPa environ.



**Figure III.8** : Comparaison des alliages FeAl et FeAlNi4, dopés ou non au bore. Le dopage en bore est de 400 ppm excepté pour l'alliage FeAlNi4-100B pour lequel il est de 100 ppm. Les résultats concernant les alliages sans nickel sont issus du travail de thèse de Calonne [35].

De plus, la comparaison de ces courbes met en évidence l'effet renforçant du nickel sur l'alliage FeAl pour toute la gamme de températures. Ce renforcement est conséquent, notamment pour les températures inférieures à 500°C pour lesquelles il vaut environ 170 MPa en moyenne. Si l'allure générale de  $R_{0,2\%}(T)$  est assez similaire pour les deux alliages, il convient toutefois de noter un certain décalage du pic d'anomalie vers les basses températures pour alliage contenant du nickel.

III.2.1.3. Effet du bore

Nous cherchons ici à mettre en évidence l'influence du bore sur le comportement en compression uniaxiale d'alliages de type FeAlNi4. Pour cela nous étudions deux alliages dopés à des teneurs différentes en bore, 100 et 400 ppm, par comparaison avec l'alliage non dopé. Ils sont dénommés FeAlNi4-100B et FeAlNi4B respectivement, cf. **II.1.2.**

Comme nous le verrons plus loin (**III.3**), le nickel diminue la limite de solubilité du bore dans la matrice FeAl, favorisant ainsi la précipitation de borures inter- et

intragranulaires. Nous constatons donc (**Figure III.8**) que la précipitation intragranulaire observée ne durcit pas le matériau, en accord avec ce que rapporte Gay-Brun [72] à propos des alliages FeAl ordonnés B2. L'auteur montre en effet que la limite d'élasticité augmente avec la teneur en bore en solution solide et ce jusqu'à ce que la limite de solubilité soit atteinte, au-delà de cette valeur  $R_{0,2\%}$  reste relativement constante. Nous pouvons donc conclure que la limite de solubilité du bore est presque atteinte dans l'alliage dopé par 100 ppm de bore. Les écarts que nous mesurons entre FeAlNi4B et FeAlNi4-100B, compte-tenu de la marge d'erreur de la détermination de  $R_{0,2\%}$ , sont dus au durcissement en solution solide produit par la différence de teneur en bore entre 100 ppm et la limite de solubilité ( $C_L$ ) du bore dans FeAlNi4 ( $100 < C_L < 400$  ppm at.)

Commune pourtant à FeAl, FeAlB et FeAlNi4, la forme caractéristique de l'anomalie (pic de  $R_{0,2\%}$ ), semble disparaître sous l'effet du dopage en bore de l'alliage FeAlNi4. L'effet combiné du nickel et du bore modifie l'allure de la courbe  $R_{0,2\%}=f(T)$  : nous ne sommes plus en présence d'un pic marqué de limite d'élasticité mais plutôt d'un quasi plateau pour les températures comprises entre 350°C et 800°C. Le niveau de contrainte de ce quasi plateau est de l'ordre de 480-490 MPa.

De plus, nous pouvons noter que les conséquences du dopage en bore sur l'évolution de la limite d'élasticité de l'alliage FeAlNi4 sont similaires à celles observées pour l'alliage binaire FeAl [35]. En effet l'ajout de bore à FeAlNi4 conduit à une augmentation de la limite d'élasticité sur l'ensemble de la gamme de températures et produit simultanément un décalage en température et en contrainte du maximum de  $R_{0,2\%}$ , respectivement +250°C et +80 MPa. Ces résultats sont en accord avec des résultats antérieurs [35] qui montrent un décalage du pic d'anomalie de +150 MPa et +150°C. Dans notre cas le décalage vers les hautes températures est plus marqué et ce, semble-t-il, au détriment de l'effet sur la contrainte (augmentation plus faible)

La **Figure III.9** permet de comparer, par rapport aux valeurs de  $R_{0,2\%}$  de FeAl non dopé, à la fois la contribution de l'ajout de nickel (FeAlNi4) avec celle du dopage en bore (FeAlB) et l'effet combiné Ni/B (FeAlNi4B) avec la somme des contributions individuelles. Les comparaisons sont toujours effectuées par rapport à l'alliage FeAl non dopé dont les valeurs de limite d'élasticité sont prises comme référence [35]. Remarquons tout d'abord que, sur la courbe présentant la seule contribution de l'addition du nickel, un creux apparaît aux environs de 600°C. Il est lié au décalage en température entre les pics de  $R_{0,2\%}$  des alliages FeAl et FeAlNi4. De plus, le renforcement dû au nickel décroît globalement avec la température. La dépendance en température de la contribution du dopage en bore est, quant à elle, tout à fait différente puisqu'elle présente un pic qui reflète sans équivoque la position du pic d'anomalie de l'alliage FeAlB. En ce qui concerne les deux autres courbes, si les tendances sont semblables, avec même une quasi adéquation pour les températures inférieures à 600°C,

l'écart entre la somme des effets respectifs du nickel et du bore et l'effet combiné Ni/B est cependant significatif pour les régimes correspondant au pic d'anomalie et aux « hautes températures ».

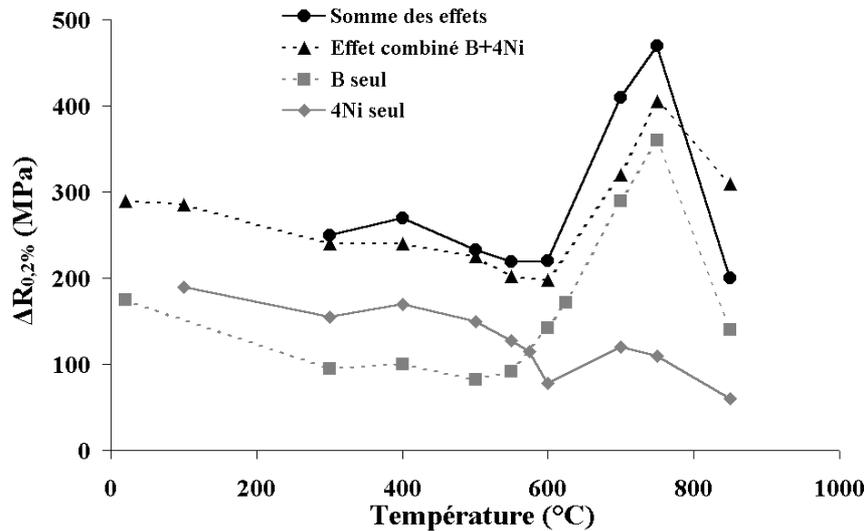


Figure III.9 : Contributions respectives du nickel et du bore au renforcement de l'alliage FeAl et comparaison de la somme des contributions avec l'effet combiné Ni/B mesuré.

Cette dernière remarque, ainsi que les observations faites sur l'amplitude du décalage en température et sur la modification de forme de la courbe  $R_{0,2\%}=f(T)$ , nous conduisent à penser à une synergie entre les effets respectifs du nickel et du bore sur les mécanismes de déformation.

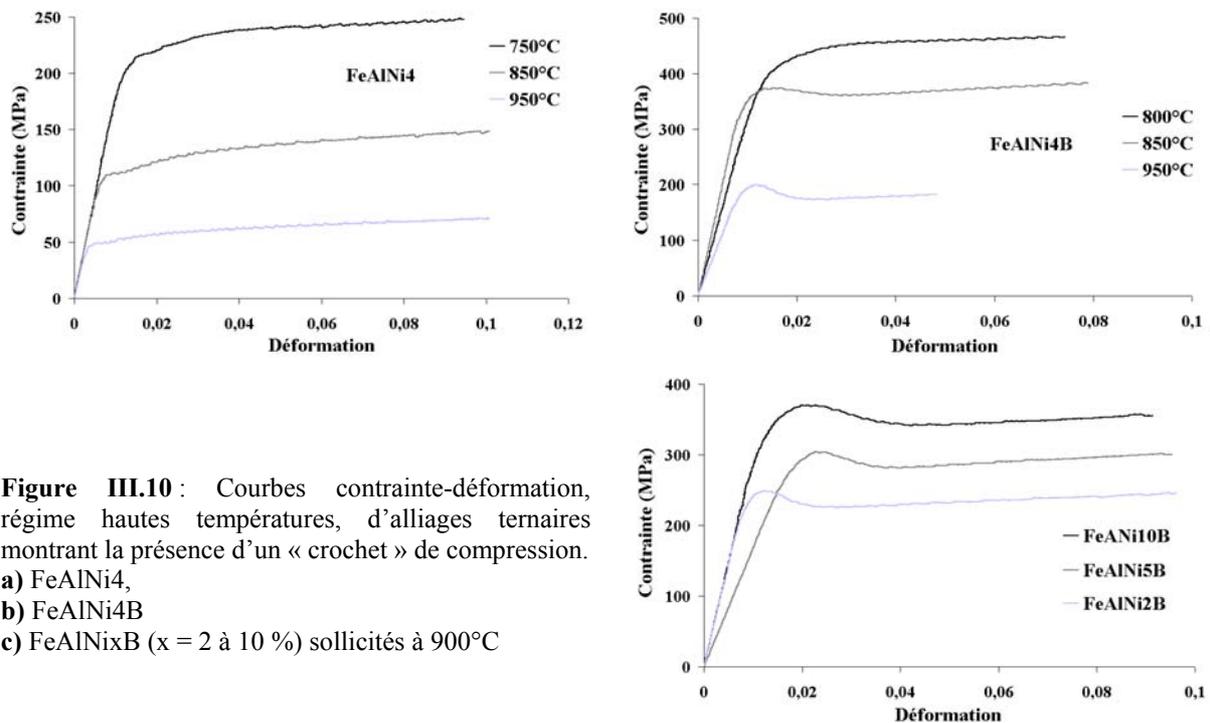


Figure III.10 : Courbes contrainte-déformation, régime hautes températures, d'alliages ternaires montrant la présence d'un « crochet » de compression.  
 a) FeAlNi<sub>4</sub>,  
 b) FeAlNi<sub>4</sub>B  
 c) FeAlNi<sub>x</sub>B (x = 2 à 10 %) sollicités à 900°C

Le dernier aspect concernant l'influence du bore n'est observable que pour des températures élevées (en général supérieures à 800°C), **Figure III.10**. Nous constatons effectivement la présence de ce qui ressemble à un « crochet de compression » pour les températures supérieures à celle du maximum de  $R_{0,2\%}$  et ce uniquement pour l'alliage dopé au bore. Ajoutons que ce phénomène existe aussi pour les autres nuances d'alliages contenant du nickel, **Figure III.10c**) Vers 900°C et pour toutes les nuances d'alliages modèles ternaires et dopés, la hauteur de ce « crochet » vaut entre 8 et 12 % de la limite d'élasticité. Bien qu'un tel effet puisse nous aiguiller vers une ségrégation du bore sur les dislocations pendant la montée et le maintien en température de l'éprouvette, nous n'avons pas d'explication à proposer pour ce phénomène. Fraczkiewicz *et al.* [38] ont montré, en effet, que la ségrégation du bore aux joints de grains s'établit déjà pendant la trempe. Or tous les alliages au bore testés ont subi le recuit d'élimination : la ségrégation du bore sur tous les défauts, y compris les dislocations, est effective. Le « crochet de compression » devrait donc se produire quelle que soit la température d'essai s'il était dû à une telle ségrégation. Ce n'est pas le cas.

L'addition de 3,8 % de nickel conduit, quelle que soit la température, à une augmentation de la limite d'élasticité comparée à celle du binaire, qu'il soit dopé ou non. L'alliage ternaire non dopé présente, comme le binaire correspondant, une anomalie de sa limite d'élasticité. L'effet durcissant et le décalage du pic d'anomalie produits par le bore ont été confirmés. De plus, il existe un phénomène de synergie Ni/B sur l'anomalie.

### ***III.2.2. Influence de la teneur en nickel***

Le phénomène d'anomalie de limite d'élasticité est d'autant moins marqué, voire absent ou est masqué, à mesure que la teneur en nickel augmente, **Figure III.11**. Cette observation de la modification de la forme de la courbe  $R_{0,2\%}=f(T)$  confirme l'observation faite plus haut concernant les conséquences de la synergie des effets Ni/B sur l'anomalie. En effet, dès 3,8 % Ni la courbe  $R_{0,2\%}(T)$  ne présente plus la forme d'un pic mais celle d'un quasi-plateau ou bien d'un pic « mou ». Cependant, la température à partir de laquelle cette relative stabilité s'interrompt diminue lorsque la teneur en nickel augmente : 800°C, 500°C et 400°C respectivement pour 3,8 %, 5 % et 10 % de nickel . En outre, même pour une addition de 2 % de nickel, si nous pouvons effectivement observer une augmentation de la limite d'élasticité entre 300°C et 700°C, son amplitude diminue par rapport à celle de FeAlB. Ces résultats nous laissent supposer que l'anomalie de limite d'élasticité des alliages FeAl ne disparaît pas en présence de nickel et de bore, mais qu'elle est plutôt masquée.

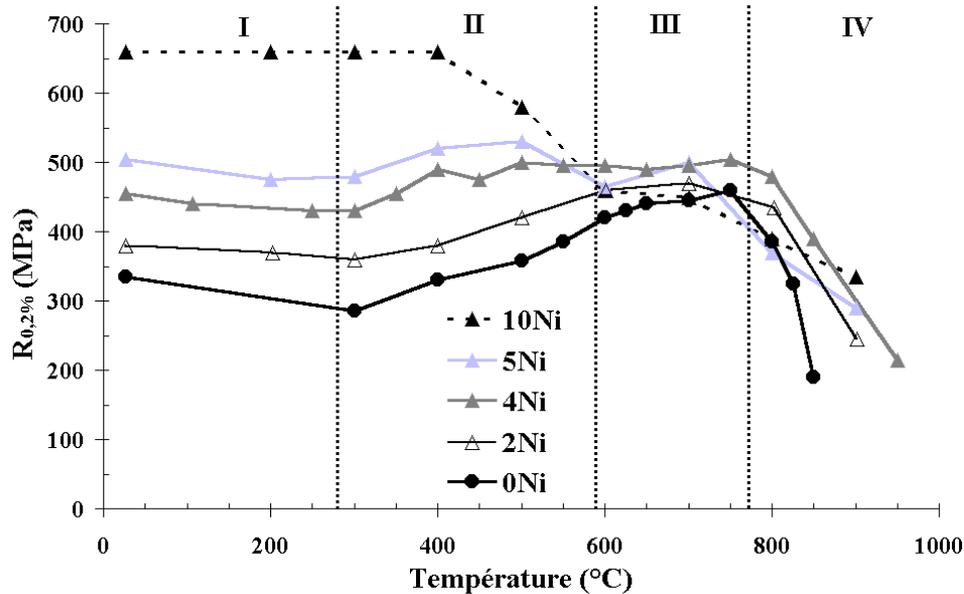


Figure III.11 : Limite d'élasticité ( $R_{0,2\%}$ ) en fonction de la température pour  $\text{FeAlNi}_x\text{B}$ ,  $x$  étant compris entre 0 et 10%. La courbe de l'alliage sans nickel est issue de [97].

De plus, la comparaison de ces courbes permet de dégager quatre régimes de température. Dans le régime I ( $T < 300^\circ\text{C}$ ), l'addition de nickel durcit considérablement l'alliage. Ce renforcement est d'autant plus important que la teneur en nickel augmente. En revanche, dans le régime II ( $300^\circ\text{C} < T < 600^\circ\text{C}$ ), qui correspond au cœur de l'anomalie pour le binaire, nous constatons l'apparition de pseudo-plateaux de  $R_{0,2\%}$  à partir de 3,8 % at. Ni, l'anomalie semblant même disparaître pour l'alliage à 10 %. Pour la gamme de températures correspondant au pic d'anomalie du binaire (régime III,  $600^\circ\text{C} < T < 750^\circ\text{C}$ ) les différents alliages ont sensiblement la même limite d'élasticité, si l'on tient compte de la marge d'erreur de sa détermination : c'est donc les propriétés de la matrice FeAl qui sont caractérisées là. Enfin, pour le régime IV ( $T > 750^\circ\text{C}$ ), le résultat à retenir est que l'addition de nickel, quel que soit son niveau, semble ralentir la chute de la limite d'élasticité lorsque la température augmente : la limite d'élasticité des alliages au nickel est globalement supérieure à celle de FeAlB et la différence est d'autant plus élevée que la température augmente. De plus, les alliages au nickel présentent des comportements suffisamment proches pour nous permettre de dire que la teneur en nickel n'a pas d'influence marquée sur la variation de la limite d'élasticité en fonction de la température.

Nous pouvons déterminer quantitativement l'augmentation de la limite d'élasticité produit par l'addition de nickel (2 à 10%) à température ambiante ( $20^\circ\text{C}$ ) Les théories classiques de durcissement en solution solide prévoient une dépendance linéaire en fonction de  $c^n$  où  $c$  est la concentration en soluté et  $n$  un exposant prenant les valeurs 1/2 ou 2/3 suivant les modèles considérés [75, 165-170]. La Figure III.12 regroupe nos résultats expérimentaux ( $20^\circ\text{C}$  et  $200^\circ\text{C}$ ) avec les deux approximations possibles. Le durcissement à

température ambiante mesuré est quasiment linéaire (coefficient de corrélation égal à 0,9945) avec une pente de l'ordre de 35 MPa / %at. Ni. Or, les courbes en  $\epsilon^{1/2}$  et  $\epsilon^{2/3}$ , que nous avons essayé d'ajuster sur nos points expérimentaux, ne semblent pas rendre compte correctement du durcissement mesuré, même si dans ce domaine de concentration la tendance et l'ordre de grandeur sont satisfaisants. Nous discuterons de la pertinence des différents modèles par rapport aux alliages que nous étudions dans le **Chapitre V**. Quoiqu'il en soit, la valeur de 35

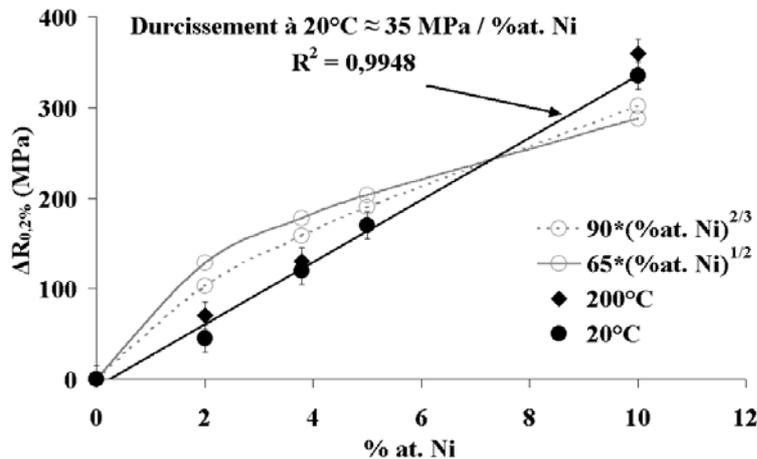


Figure III.12 : Approximation linéaire du durcissement dû au nickel dans le régime I.

MPa / % Ni est en accord avec les données de la bibliographie [155, 156] sur le renforcement par addition de nickel. Le durcissement que nous mesurons présente deux caractéristiques qui nous permettent d'indiquer des pistes à envisager. En premier lieu, ce durcissement est indépendant de la température entre 20 et 200°C : il est constant et égal à environ 35

MPa/at. %. En second lieu, il semble spécifique aux superdislocations  $\langle 111 \rangle$  puisqu'un tel durcissement ne se produit pas au-delà du pic. Le premier point peut nous aiguiller vers la question des lacunes thermiques d'équilibre (cf. V.1.1) : les températures de recuit sont différentes (500°C pour les alliages ternaires et 400°C pour l'alliage binaire) et les concentrations d'équilibres probablement aussi. Le second semble mettre en évidence l'importance de la structure de cœur (cf. V.1.3)

Enfin, nous pouvons remarquer que l'alliage FeAlNi4B présente une limite d'élasticité en compression relativement stable en température (autour de 480 MPa) sur une gamme de températures non-négligeable s'étendant de 350°C à 800°C. Cette stabilité présente un intérêt évident du point de vue de la tenue en service et a présidé au choix de cette teneur en nickel (5 % massique) pour l'élaboration d'un alliage à grains fins par métallurgie des poudres noté FeAlNi4B SI.

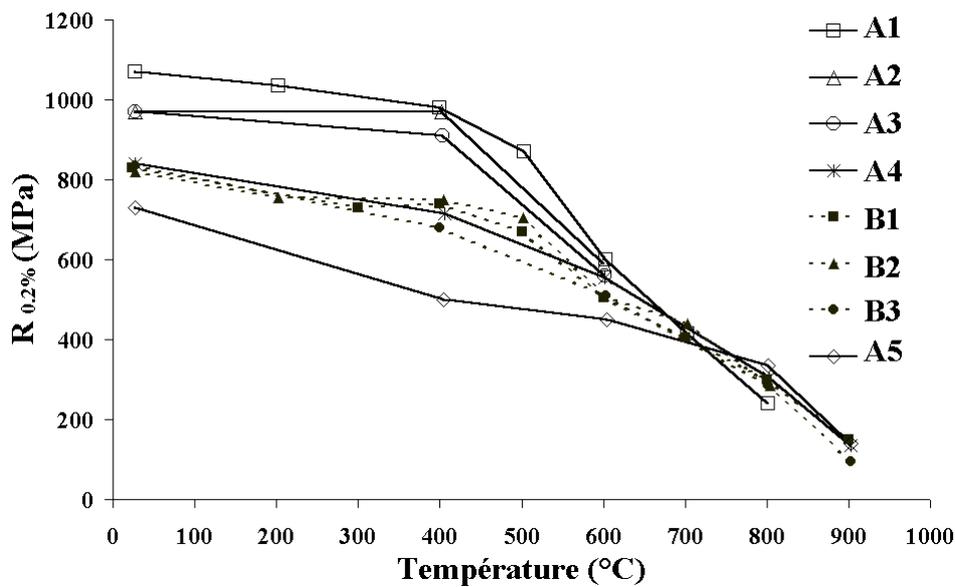
L'addition de nickel conduit à un durcissement basses températures (BT) quasi linéaire avec la concentration. Ce renforcement est probablement à mettre en relation avec les plateaux de limite d'élasticité observés. Enfin, le nickel améliore la tenue mécanique des alliages fer-aluminium à haute température, indépendamment de sa concentration.

**III.2.3. Rôle des procédés de mise en forme et de la taille de grain**

Nous avons à notre disposition une série d’alliages à grains fins produits par mécanosynthèse et contenant ou non du nickel, voir **chapitre II**. Ils diffèrent notamment par le procédé de mise en forme appliqué ainsi que par leur taille de grains. L’influence de ces différences sur l’évolution de la limite d’élasticité en fonction de la température fait donc l’objet de cette section.

**III.2.3.1. Influence des procédés de mise en forme**

Dans ce paragraphe nous abordons la question de l’influence de la mise en forme sur l’évolution de  $R_{0,2\%}$  avec la température. Cette étude concerne les alliages semi-industriels élaborés sur la base de l’alliage FeAl-40 Grade 3 ; ils ne contiennent donc pas de nickel. Leur composition chimique est celle de l’alliage FeAlB SI, cf. **chapitre II**.



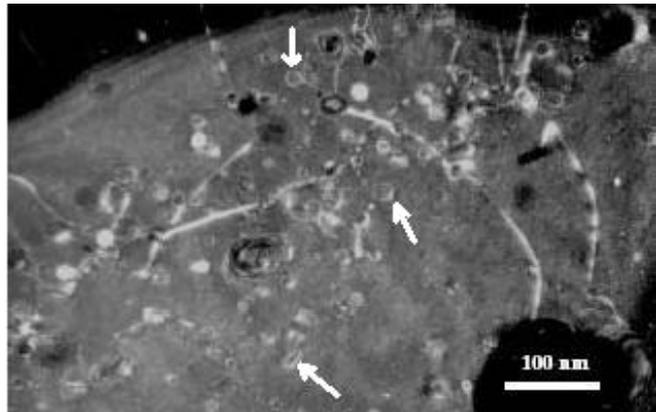
**Figure III.13** : Limite d’élasticité en fonction de la température d’alliages semi-industriels.

Les résultats de cette partie de l’étude sont présentés sur la **Figure III.13**. D’emblée nous remarquons que le phénomène d’anomalie de la limite d’élasticité semble ne plus se produire pour les alliages semi-industriels. Il est vraisemblable que l’anomalie soit masquée par l’activation d’autres phénomènes de durcissement. Ceux-ci ont au moins deux origines. La première est liée à la faible taille des grains et la seconde à la fine dispersion d’oxydes yttrium. Selon la loi de Hall et Petch, une diminution de la taille de grains ( $d$ ) contribue à augmenter la limite d’élasticité :

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_p + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (\text{éq. III.1})$$

avec  $\sigma_0$  la limite d'élasticité du monocristal et  $\sigma_p$  la contribution des précipités à la contrainte d'écoulement. Les précipités intra-granulaires nanométriques d' $Y_2O_3$ , quant à eux, peuvent constituer des obstacles au glissement des dislocations ( $\sigma_p$  dans éq.III.1) : les premiers travaux de MET sur des alliages semi-industriels déformés montrent en effet que les superdislocations  $\langle 111 \rangle$ , qui accommodent la déformation à basse température, contournent les oxydes **Figure III.14**.

Nous pouvons aussi remarquer (**Figure III.13**) que, exceptions faites des alliages A4 et A5, l'évolution de la limite d'élasticité avec la température dépend fortement du mode de consolidation mis en œuvre : les différentes nuances se répartissent en deux faisceaux de courbes correspondant aux deux modes de consolidation. Il semble donc que le procédé de mise en forme effectué après consolidation a peu d'influence sur  $R_{0,2\%}$ . A ceci près que, conformément à sa microstructure



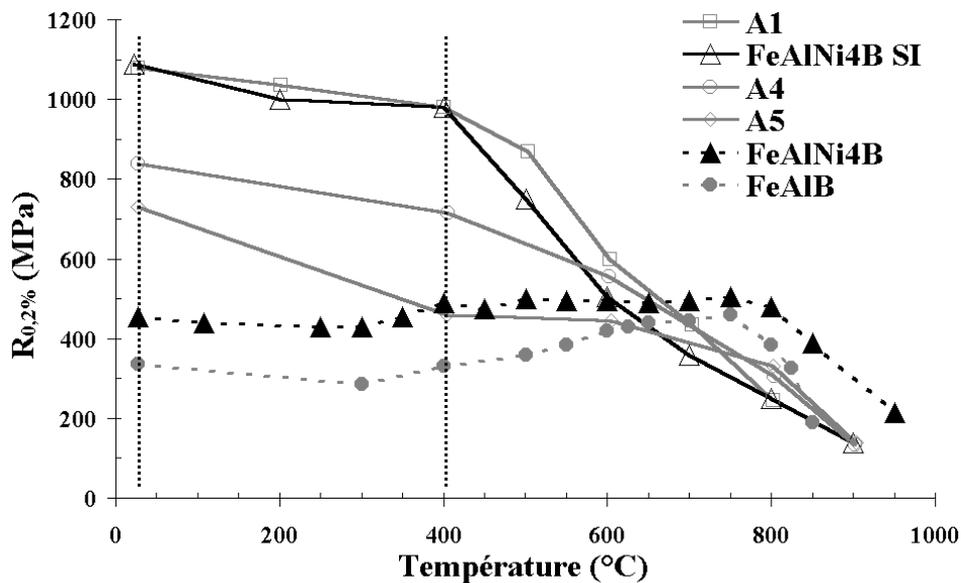
**Figure III.14** : Cliché de MET en faisceau faible montrant la structure de dislocations de l'alliage B<sub>2</sub> déformé en compression à 25°C. Les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  sont épinglées par les précipités d' $Y_2O_3$  : des boucles d'Orowan sont visibles (flèches blanches)

plus grossière (recristallisée), c'est l'alliage A5 qui présente les moins bonnes propriétés et que l'opération de martelage (A4), après extrusion, semble avoir des conséquences néfastes sur le comportement mécanique. A4 et A5 sont donc hors du faisceau de courbe correspondant à la consolidation par extrusion. Il est cependant à noter que ces faisceaux et courbes convergent pour des températures supérieures à 600°C. C'est une caractéristique que nous avons déjà observée précédemment (**III.2.2**) et qui laisse penser à la prépondérance, dans ce régime « hautes températures », des effets du bore et des mécanismes intrinsèques à la matrice intermétallique FeAl, indépendamment du procédé de mise en forme utilisé.

### III.2.3.2. Relation de Hall et Petch : effet de la taille de grains

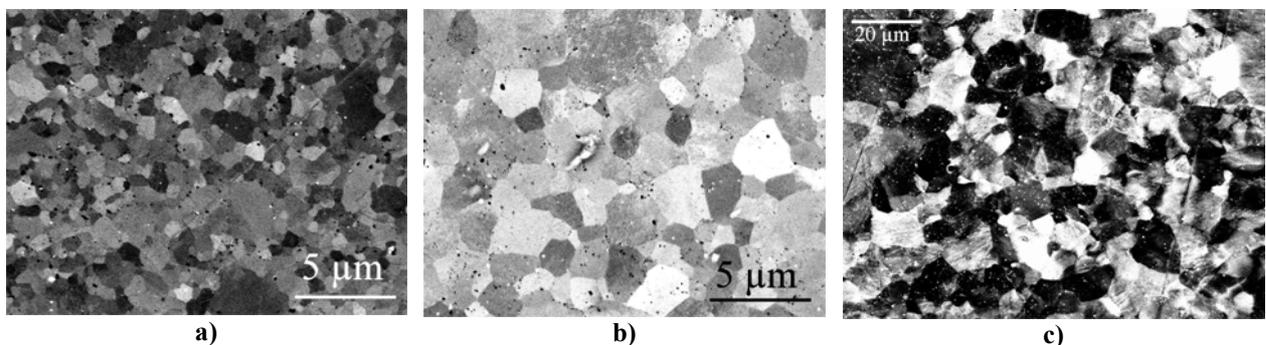
Afin de quantifier l'influence de la taille de grains et de la composition chimique sur l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température d'alliages semi-industriels de type FeAl40 Grade 3, nous avons effectué des essais de compression sur l'alliage FeAlNi4B SI élaboré dans des conditions similaires. La **Figure III.15** présente le comportement mécanique en température d'un ensemble d'alliages. Une partie des résultats précédents y sont reportés : les alliages FeAlB SI A1, A4 et A5 sont jugés représentatifs des

microstructures et tailles de grains qui peuvent être obtenues par les différentes voies d'élaboration et de mise en forme. Les résultats concernant les alliages modèles FeAlB et



**Figure III.15 :** Limite d'élasticité en fonction de la température d'alliages semi-industriels (A1, A4, A5, FeAlNi4B SI) et d'alliages modèles (FeAlB et FeAlNi4B). Les verticales en pointillés indiquent les températures pour lesquelles nous avons mesuré la taille de grains des alliages FeAlNiB SI, A1, A4 et A5.

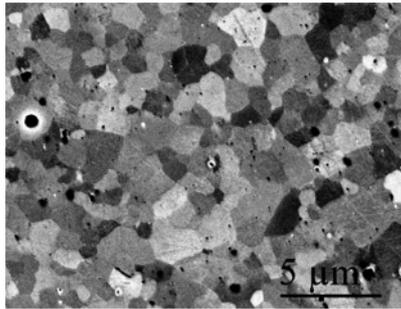
FeAlNiB sont aussi ajoutés dans un but de comparaison. Les propriétés de l'alliage FeAlNi4B SI (à grains fins) sont représentées par la courbe continue à triangles ouverts. Force est de constater, en premier lieu, que l'alliage FeAlNi4B SI, tout comme les alliages FeAlB SI, ne présente pas d'évolution anormale de sa limite d'élasticité en fonction de la température. En second lieu, il n'existe apparemment pas de différence comportementale entre l'alliage au nickel FeAlNi4B SI et l'alliage semi-industriel A1 lui correspondant pour les températures inférieures ou égales à 600°C. Or un effet renforçant lié à l'ajout de 3,8 % de nickel existe pour les alliages modèles : 35 MPa / % at. Ce manque apparent de renforcement est un artefact lié à la taille de grains.



**Figure III.16 :** Microstructures des alliages semi-industriels, taille de grains micrométrique : a) FeAlB SI A1 ( $d \approx 0,5 \mu\text{m}$ ) ; b) FeAlB SI A4 ( $d \approx 1,4 \mu\text{m}$ ) ; c) FeAlB SI A5 ( $d \approx 10 \mu\text{m}$ ), noter la différence d'échelle.

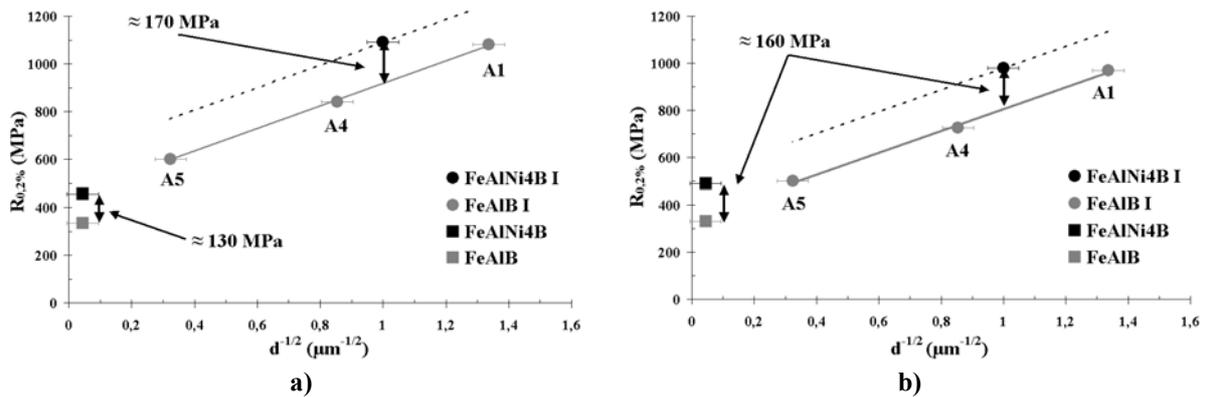
En effet nous constatons une forte sensibilité de  $R_{0,2\%}$  à la taille de grains pour les alliages semi-industriels qui varie (**Figure III.16**), selon les procédés de consolidation et les

traitements thermiques, de 0,5  $\mu\text{m}$  (A1) à 10  $\mu\text{m}$  (A5) En revanche, la taille de grains de l'alliage semi-industriel au nickel est de 1  $\mu\text{m}$  (**Figure III.17**), soit deux fois plus élevée que pour A1. L'explication tient à ce que le procédé d'élaboration, optimisé pour l'alliage FeAl Grade 3, a été mis en œuvre tel quel pour FeAlNi4B SI. De plus, l'élaboration des deux nuances n'a pas été réalisée au même endroit : l'alliage A1 a été élaboré par Plansee (projet européen FIAC) et l'alliage FeAlNi4B SI par le CEA Grenoble (programme régional)



**Figure III.17** : Microstructure de l'alliage semi-industriel ternaire FeAlNi4B SI.

Les lignes verticales en pointillés (**Figure III.15**) correspondent aux températures auxquelles l'analyse de l'effet de la taille de grains est menée. Considérons que la limite d'élasticité macroscopique ( $R_{0,2\%}$ ) que nous mesurons est équivalente à la limite d'élasticité microscopique ( $\sigma_y$ ) utilisée dans la loi de Hall et Petch (éq.III.1) Pour les alliages semi-industriels sans nickel (A1, A4 et A5), l'évolution de  $R_{0,2\%}$  en fonction de  $1/\sqrt{d}$  (**Figure III.18**) satisfait pleinement à cette loi, que ce soit à température ambiante ou à 400°C. En



**Figure III.18** :  $R_{0,2\%}$  en fonction de la taille de grains pour les alliages modèles, FeAlB et FeAlNi4B, et semi-industriels, FeAlB SI (A1, A4, A5) et FeAlNi4B SI, sollicités **a)** à température ambiante et **b)** à 400°C.

outre nous notons immédiatement que, quelle que soit la température, la similitude des valeurs de  $R_{0,2\%}$  entre FeAlNiB SI et FeAlB SI (A1) (**Figure III.15**) n'est effectivement qu'apparente. Pour une taille de grains identique, la limite d'élasticité de l'alliage semi-industriel est en effet augmentée par l'addition de 3,8 % at. de nickel dans les mêmes proportions, qualitativement, que pour l'alliage modèle. Vis-à-vis de l'effet Hall et Petch, l'effet du nickel sur la limite

d'élasticité est donc additif. L'ensemble des paramètres que nous avons identifiés avec la loi de Hall et Petch est récapitulé dans le **Tableau III.1**.

**Tableau III.1** : Identification des paramètres de la loi de Hall-PetCh pour des alliages de type FeAlB, avec ou sans nickel, élaborés par métallurgie des poudres.

Alliages	$k$ (MPa.μm <sup>-1/2</sup> )	$\sigma_0$ (MPa)	$\sigma_0 + \sigma_p$ (MPa)	$\sigma_p$ (MPa)	Température (°C)
Sans nickel	475	335	465 <sup>b</sup>	130	25°C
	465	330	365 <sup>b</sup>	35	400°C
Avec nickel	475 <sup>a</sup>	455	635 <sup>b</sup>	180	25°C
	465 <sup>a</sup>	490	535 <sup>b</sup>	45	400°C

<sup>a</sup>  $k$  est considérée comme inchangée après addition

<sup>b</sup> détermination faite pour  $d = d_{\text{modèle}}$  (500 μm)

Considérons dans un premier temps les alliages sans nickel (A1, A4 et A5) Pour ces alliages, la pente  $k$  obtenue par l'identification vaut environ 475 MPa.μm<sup>-1/2</sup> quelle que soit la température d'essai. Compte tenu de la taille de grains des alliages modèles FeAlB, ~ 500 μm, nous pouvons raisonnablement supposer que  $\sigma_0$  peut être assimilée à la limite d'élasticité de FeAlB à température ambiante. En outre, pour l'identification de la somme ( $\sigma_0 + \sigma_p$ ) nous pouvons considérer la taille de grains de FeAlB modèle comme étant infinie, c'est-à-dire comme correspondant à l'origine des abscisses sur la **Figure III.18**. La somme ( $\sigma_0 + \sigma_p$ ) vaut alors 465 et 365 MPa pour l'ambiante et 400°C respectivement. Ces hypothèses nous permettent donc d'avoir accès à la contribution ( $\sigma_p$ ) des précipités d'Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> au durcissement. Celle-ci diminue lorsque la température d'essai augmente : de 130 MPa à température ambiante elle n'est que de 35 MPa à 400°C. Le contournement d'Orowan étant athermique, l'explication réside probablement dans un glissement dévié thermiquement activé. En outre, la valeur de  $\sigma_p$  obtenue à température ambiante est assez cohérente avec l'évaluation qualitative que nous pouvons déduire de la distance entre les précipités à partir de la **Figure III.14**. En première approximation le durcissement théorique produit par les précipités peut s'écrire :

$$\sigma_p^{\text{th}} = \frac{\mu b}{\Lambda} \quad (\text{éq. III.2})$$

avec  $\mu$  le module de cisaillement de la matrice (75 GPa, d'après [171]),  $b$  le vecteur de Burgers ( $a\langle 111 \rangle \approx 5 \text{ \AA}$ ) et  $\Lambda$  la distance entre les précipités dans le plan de glissement ( $200 < \Lambda < 300 \text{ nm}$ , estimée à partir de statistiques issues de la **Figure III.14**) Ce durcissement théorique  $\sigma_p^{\text{th}}$  vaut alors entre 125 et 190 MPa. La valeur calculée à partir de l'identification avec les paramètres de la loi de Hall et Petch (130 MPa) est donc bien comprise dans l'intervalle théorique.

Dans un second temps, nous considérons l'alliage FeAlNiB SI. Puisque nous n'avons à notre disposition qu'une seule taille de grains, nous devons faire une hypothèse supplémentaire. Nous supposons en conséquence que la valeur de la pente  $k$  reste inchangée

après l'addition du nickel. L'identification des paramètres restants se fait selon la même procédure que pour les alliages sans nickel. Il vient alors pour  $\sigma_p$  les valeurs suivantes : 180 et 45 MPa à température ambiante et 400°C respectivement. Nous constatons que la contribution  $\sigma_p$  des précipités à la contrainte d'écoulement, à température ambiante ou à 400°C, n'est pas sensiblement modifiée par l'addition de nickel. En outre, cette contribution est comprise, à température ambiante, dans l'intervalle théorique calculé en première approximation.

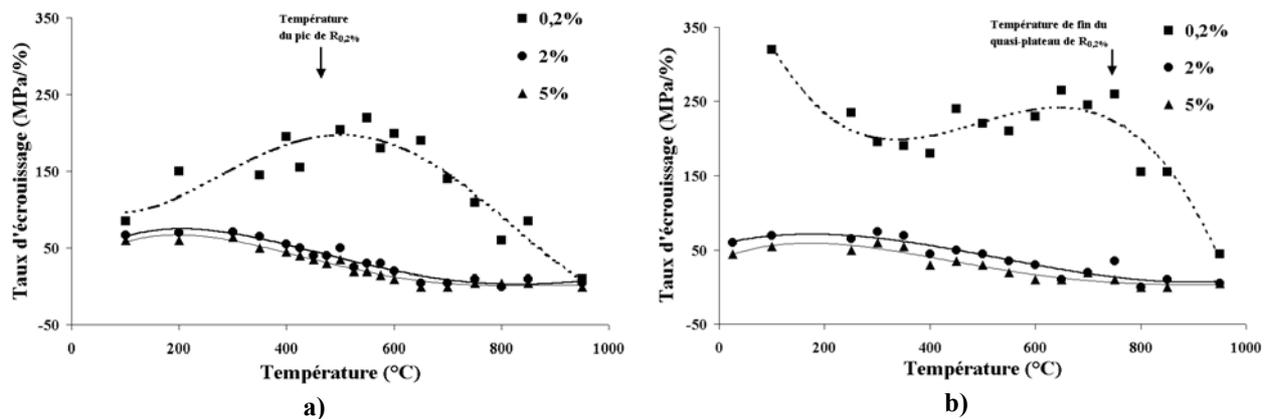
Des alliages similaires à ceux étudiés ici, ont fait l'objet de travaux afin de comprendre les différentes contributions à la limite d'élasticité [172, 173]. L'approche des auteurs concernant la contribution des particules d'oxyde d'yttrium se base sur le calcul d'une contrainte d'Orowan ( $\sigma_{OR}$ ) A température ambiante, les valeurs obtenues pour  $k$  vont de 70 à 260 MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ , [173] et [172] respectivement, tandis que  $\sigma_{OR}$  est compris entre 40 et 400 MPa selon la distribution des particules. La contribution des précipités ( $\sigma_p$ ) que nous avons calculée correspond en quelque sorte à une valeur moyennée de  $\sigma_{OR}$  et l'accord en terme d'ordre de grandeur est satisfaisant : la valeur de  $\sigma_{OR}$  obtenue par Morris et Gunther [172] étant d'environ 170 MPa à température ambiante. En revanche la pente de Hall et Petch que nous déduisons de nos mesures est sensiblement plus élevée que celles obtenues par Morris et Gunther [172] ou Muñoz-Morris *et al.* [173]. Elle est cependant nettement inférieure aux valeurs obtenues (700 MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ ) pour des alliages binaires non élaborés par métallurgie des poudres [86]. Muñoz-Morris *et al.* [173] envisagent deux explications pour rendre compte de la faible valeur de  $k$  (70 MPa. $\mu\text{m}^{-1/2}$ ) qu'ils obtiennent : elle pourrait être due à un écrantage des joints de grains par la dispersion des particules durcissantes ou bien à un effet de la texture ( $\langle 110 \rangle$ ) des alliages étudiés qui faciliterait la transmission du glissement aux joints.

Enfin, un dernier point à noter, à l'analyse de ces résultats, est que le renforcement produit par le raffinement de la taille de grains n'est conséquent que pour les températures inférieures à 500°C. Au-delà de cette température la limite d'élasticité des alliages semi-industriels est inférieure à celle des alliages modèles. De plus, la limite d'élasticité de FeAlNiB I est en effet équivalente à celle de l'alliage A5. Or les tailles de grains sont telles que  $d_{A5} \gg d_{4Ni SI}$ . Conformément à ce que nous avons constaté pour les alliages modèles, l'addition de nickel renforce FeAlB SI à 900°C .

Pour les alliages semi-industriels, l'effet renforçant du nickel a été confirmé, mais l'anomalie est vraisemblablement masquée par le durcissement lié au raffinement de la taille de grains. Ce durcissement peut être décrit de façon très satisfaisante par la loi de Hall et Petch et s'ajoute au renforcement BT. Enfin, le renforcement par le nickel et le durcissement de Hall et Petch sont additifs.

### III.2.4. Taux d'érouissage

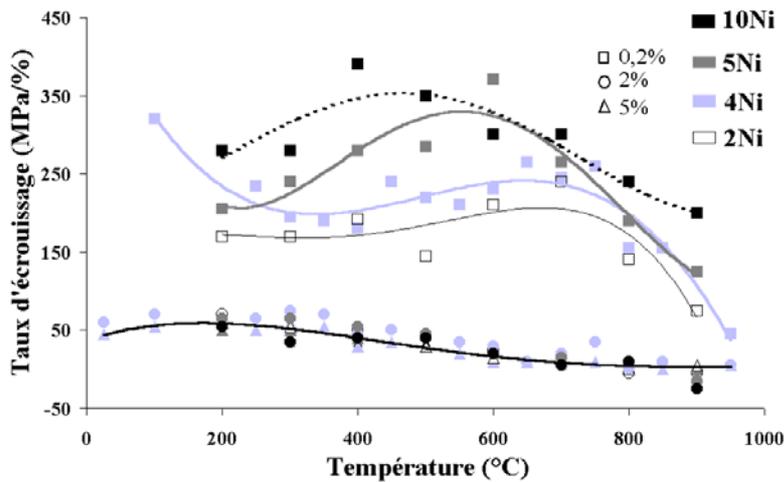
Conjointement à la confirmation de l'apparition du phénomène de l'anomalie de la limite d'élasticité, quelques auteurs [31, 35, 115] font mention d'un pic du taux d'érouissage, à 0,2 % de déformation plastique. Déterminer ce taux d'érouissage est cependant un exercice périlleux : il faut pour cela évaluer une pente dans une région de changement de pente. Le traitement des données (relativement bruitées) acquises lors des essais de compression, permet de limiter l'imprécision. Elle est cependant d'autant plus importante que la déformation plastique est faible :  $\pm 30 \text{ MPa}/\%$  à 0,2 %,  $\pm 10 \text{ MPa}/\%$  à 5 %.



**Figure III.19** : Taux d'érouissage en fonction de la température pour différents taux de déformation plastique (0,2%, 2%, 5%) a) FeAlNi4 et b) FeAlNi4B.

Pour les deux alliages ternaires (FeAlNi4 et FeAlNi4B) et à faible déformation plastique (0,2 %) le taux n'est pas constant en température (**Figure III.19**) Le fait le plus remarquable est la chute assez conséquente ( $\approx 200 \text{ MPa}/\%$ ) à partir d'une certaine température qui correspond à peu près à celle pic de  $R_{0,2\%}$  pour FeAlNi4 (**Figure III.19a**)), et à celle de la fin du quasi plateau pour FeAlNi4B (**Figure III.19b**)) Si la déformation plastique augmente (2 % et 5 %), le taux d'érouissage diminue nettement. En effet, que l'alliage ternaire soit dopé ou non au bore, nous obtenons une valeur d'environ  $50 \text{ MPa}/\%$  à comparer à  $200 \text{ MPa}/\%$  pour le taux d'érouissage à 0,2 %. De plus, bien que le taux d'érouissage, à ces déformations et pour les deux alliages, ne présente pas de pic en température, nous pouvons néanmoins (à partir de  $300^\circ\text{C}$  environ) en relever une diminution : de  $50\text{-}60 \text{ MPa}/\%$  à  $\sim 0 \text{ MPa}/\%$ .

Sur la **Figure III.20** nous présentons l'influence de la teneur en nickel sur l'évolution du taux d'érouissage en fonction de la température et de la déformation. Les conventions de symboles utilisées précédemment ont toujours cours : carrés pour une déformation plastique de 0,2%, cercles pour 2% et triangles pour 5%. Nous pouvons faire des constatations similaires à celles faites ci-dessus. De plus, nous observons une augmentation du taux d'érouissage à 0,2 % lorsque la teneur en nickel augmente.



**Figure III.20 :** Taux d'érouissage en fonction de la température et de la teneur en nickel pour les alliages modèles ternaires dopés. Les carrés, cercles et triangles correspondent respectivement à des taux de déformation plastique de 0,2%, 2% et 5%.

Une évaluation du comportement en température du taux d'érouissage en fonction de la déformation plastique a précédemment été menée au laboratoire pour l'alliage FeAl200B [97]. Le nickel modifie assez sensiblement ce comportement. Le taux d'érouissage à 0,2% de déformation n'est en effet pas constant avec la température en présence de nickel, mais décroît au-delà d'une température correspondant à la fin apparente du domaine d'anomalie. De plus, il s'avère que l'addition de nickel permet, en moyenne, de doubler le taux d'érouissage à 0,2 % de déformation plastique pour des températures comprises entre 200 et 600°C.

C'est cette dernière différence que nous retiendrons essentiellement de cette partie, avec le constat supplémentaire que la variation du taux d'érouissage à 0,2 % de déformation plastique semble liée à l'anomalie de la limite d'élasticité pour les alliages ternaires.

### III.2.5. Sensibilité à la vitesse de déformation

Il est possible de classer les anomalies de la limite d'élasticité en fonction des mécanismes étant à l'origine de l'augmentation anormale de la contrainte. Les raisonnements sont basés sur une déformation plastique décrite par la loi d'Orowan :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m(\sigma^*, T)b.v(\sigma^*, T) \quad (\text{éq. III.3})$$

avec  $\rho_m$  la densité de dislocations mobiles,  $\sigma^*$  la contrainte,  $T$  la température,  $b$  le vecteur de Burgers et  $v$  la vitesse moyenne des dislocations. Les essais sont, dans ce cadre, réalisés à  $\dot{\epsilon}$  constant. Les mécanismes mis en jeu peuvent être répartis en deux catégories [118]. La

première regroupe ceux agissant sur les dislocations à l'échelle individuelle (notamment sur leur vitesse) tandis que la seconde concerne ceux agissant sur les populations de dislocations (en particulier sur la densité de dislocations mobiles) De manière générique les anomalies sont donc soit des anomalies de vitesse (premiers types de mécanismes) soit des anomalies de densité (seconds types) Louchet [118, 140] montre que  $S$ , définie par :

$$S = \lim_{\delta\dot{\epsilon} \rightarrow 0} \left( \frac{\partial \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon} \approx \frac{\Delta \sigma}{\Delta \ln \dot{\epsilon}} \quad (\text{éq. III.4})$$

est un paramètre pertinent pour discriminer entre les deux familles d'anomalie. En effet,  $S$  sera nécessairement positive pour les anomalies de vitesse, mais nulle (ou très faible) pour les anomalies de densité.

Pour FeAl, il est maintenant bien établi que  $S$  est très faible, voire nulle, dans le domaine d'anomalie [35, 97, 174] et fortement positive au-delà du pic. Nous avons vu que l'anomalie de la limite d'élasticité semblait être masquée par l'addition de nickel (III.2.2) ou par le raffinement de la taille de grains (III.2.3) La détermination de  $S$  dans ces deux cas nous donnera des indices pour discriminer entre le masquage du phénomène d'anomalie ou sa disparition. Avec cet objectif et pour certains des alliages modèles et semi-industriels étudiés précédemment, nous avons réalisé des essais de compression uniaxiale à différentes vitesses de déformation ( $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$  et  $5 \cdot 10^{-4}$  s $^{-1}$ ) ainsi que des essais comprenant des sauts de vitesses.

### III.2.5.1. Alliages modèles

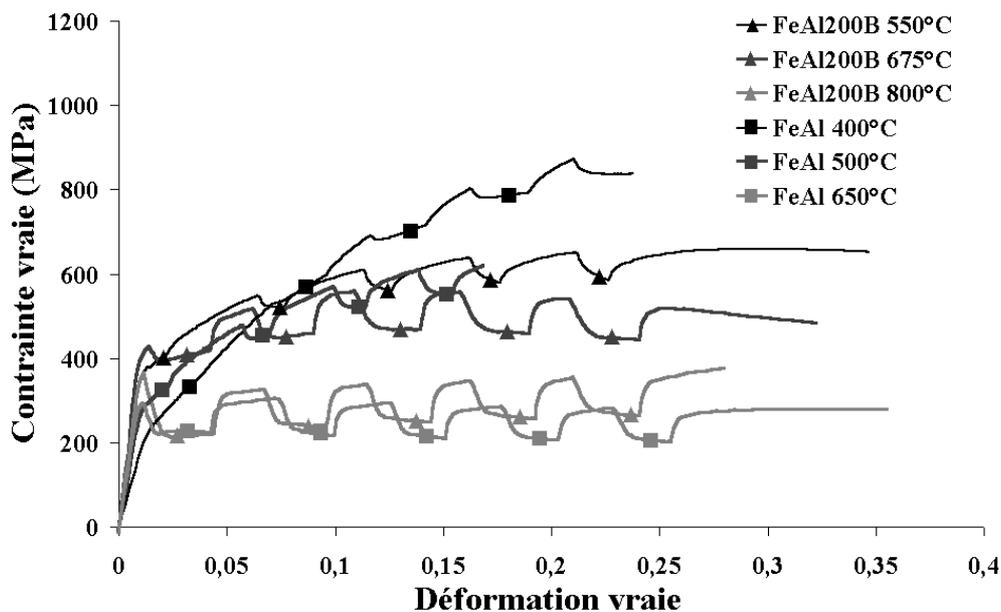


Figure III.21 : Evolution, en fonction de la température, de la réponse du matériau à des sauts de vitesse de déformation répétés vers le bas pour les alliages de type FeAl. Courbes contrainte-déformation.

Pour quantifier la sensibilité, nous normalisons  $S$  par la limite d'élasticité à  $10^{-2}s^{-1}$ . A partir de (éq.III.4) il vient donc :

$$\frac{S}{\sigma_{0,2\%}} = \frac{1}{\sigma_{0,2\%}} \frac{\Delta\sigma}{\Delta \ln \dot{\epsilon}} = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} = 1/m \quad (\text{éq.III.5})$$

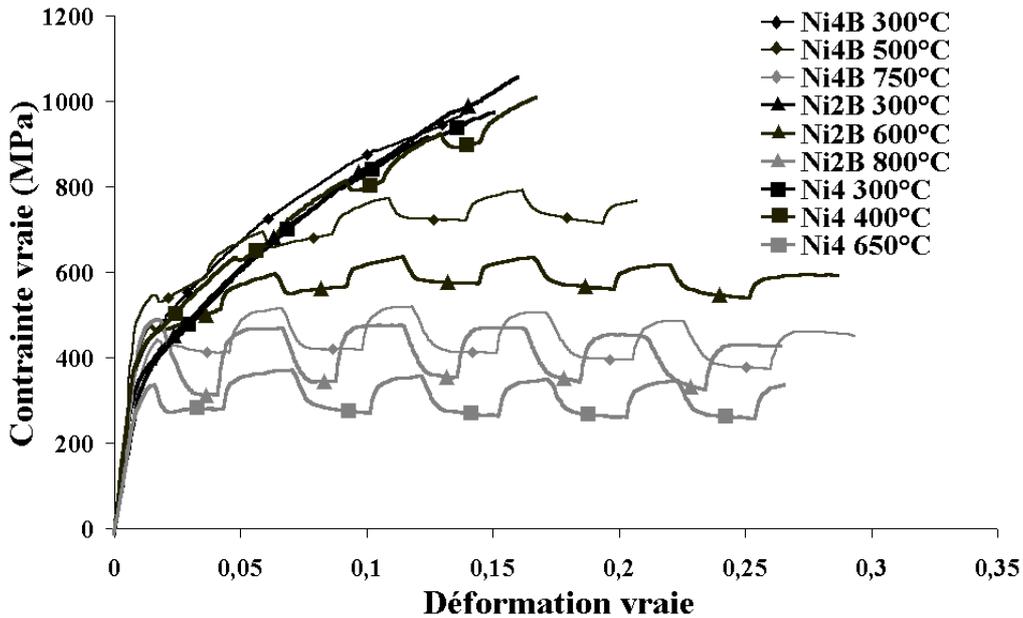


Figure III.22 : Evolution, en fonction de la température, de la réponse du matériau à des sauts de vitesse de déformation répétés vers le bas pour les alliages de type FeAlNi. Courbes contrainte-déformation.

Nous avons procédé à des essais de compression comprenant des sauts de vitesses répétés vers le bas, pour différents alliages (Figures III.21 et III.22) Les données issues de ces essais nous permettent d'avoir un aperçu précis de l'effet du bore et du nickel (Figures III.23 et III.24 respectivement) sur la variation de  $1/m$  en fonction de  $\epsilon$  et de la température. Quatre caractéristiques sont clairement identifiables.

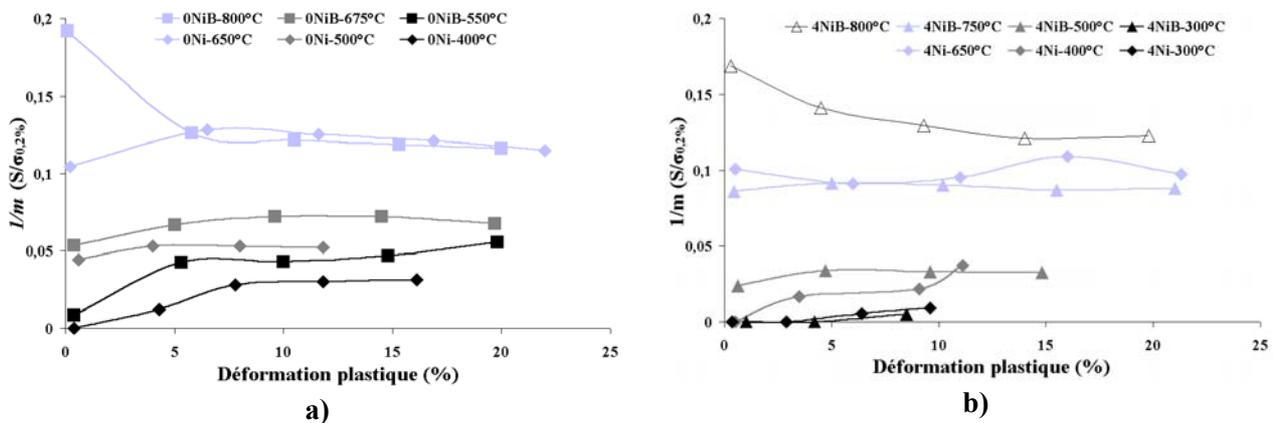


Figure III.23 :  $1/m$  en fonction de la déformation pour différentes températures mettant en évidence l'effet du bore sur, a) l'alliage binaire et b) l'alliage ternaire au nickel.

Premièrement, la sensibilité à la vitesse de déformation est bien nulle (ou très faible) dans une certaine gamme de températures pour tous les alliages. Le plateau de contrainte pour FeAlNi4B, III.2.1.3, reflète donc un masquage du phénomène d'anomalie, non sa disparition. Cette tendance est confirmée pour le plateau des alliages FeAlNi10B et FeAlNi5B :  $S$  y est nul.

Deuxièmement, tous les alliages présentent une sensibilité à la vitesse de déformation qui s'accroît avec la déformation pour le régime basses températures et jusqu'à l'apparition du pic (ou du maximum de  $R_{0,2\%}$ ). Au-delà de la température du pic,  $1/m$  reste élevé et relativement constant.

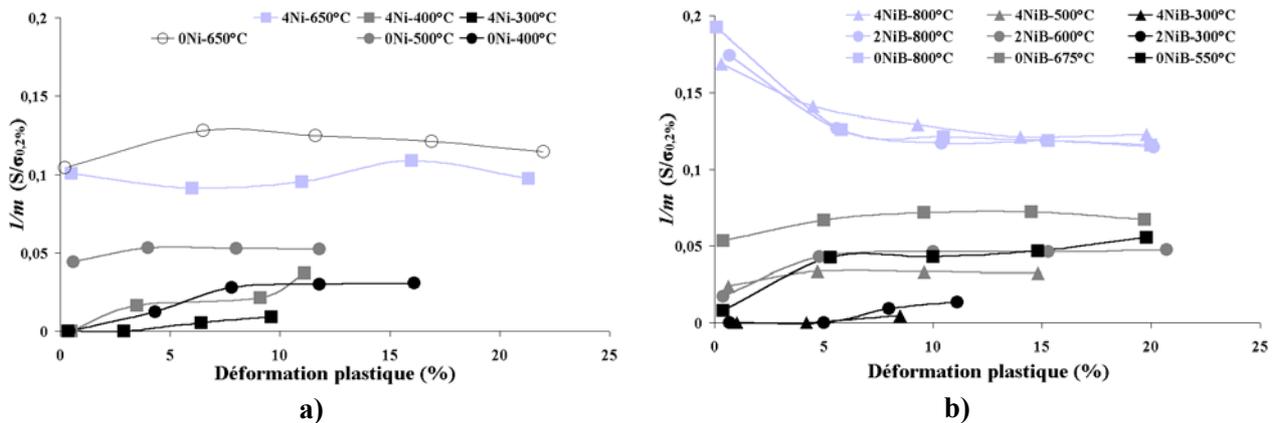


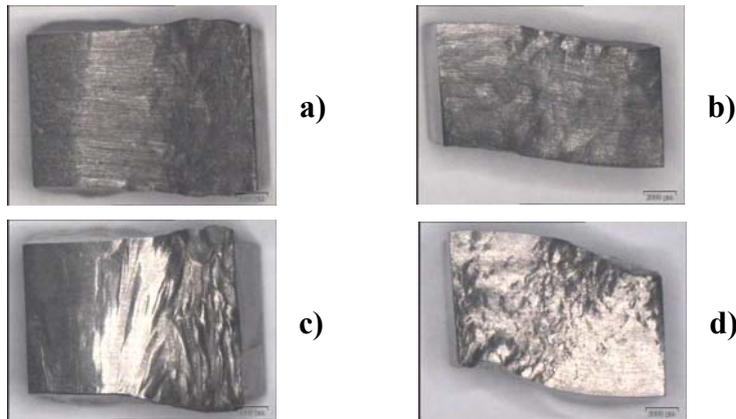
Figure III.24 :  $1/m$  en fonction de la déformation pour différentes températures mettant en évidence l'effet du nickel sur, a) l'alliage binaire non dopé, b) l'alliage binaire dopé.

Troisièmement, le dopage en bore semble rendre le matériau plus sensible à  $\dot{\epsilon}$ . En effet, si l'on se place à environ 80 % de la température du pic pour les alliages binaires, l'alliage dopé présente une sensibilité à la vitesse de déformation supérieure d'environ 20 % à celle de l'alliage non dopé. Le même constat peut être fait pour les alliages ternaires au nickel, FeAlNi4 et FeAlNi4B.

Quatrièmement, l'addition de nickel a tendance à diminuer la sensibilité de la contrainte d'écoulement de FeAl à la vitesse de déformation. En effet, à environ 90 % de  $T_{pic}$  la valeur de  $1/m$  pour FeAlNi4 est environ 75% plus faible que pour FeAl. Les comparaisons sont faites pour les valeur de  $1/m$  en début de déformation –  $\epsilon < 4 - 5$  %. Le même constat qualitatif peut être fait pour les alliages dopés au bore (FeAl200B et FeAlNi2B) :  $1/m$  diminue de 40 % environ dans cette situation.

Les résultats concernant l'effet du bore et de la déformation sont conformes aux études précédemment réalisées au laboratoire [35, 97] sur des alliages sans nickel. En outre nous avons noté, pour les alliages ternaires au nickel que, dans le domaine de très faible sensibilité (i.e. pour  $T \leq T_{pic}$ ), la déformation a fortement tendance à se localiser. Cette localisation peut conduire au flambage de l'éprouvette lorsque la déformation plastique est supérieure à 10 %,

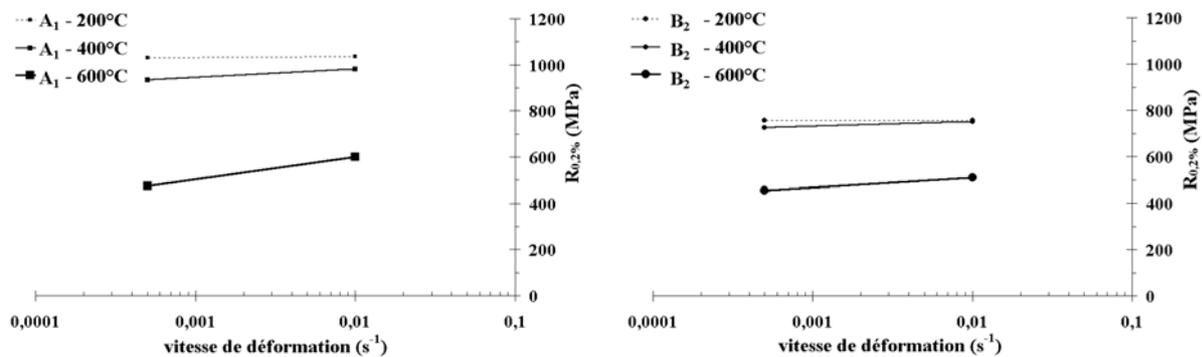
**Figure III.25.** Au-delà du pic, la déformation est plus homogène et les éprouvettes prennent la forme d'un tonneau.



**Figure III.25 :** Photographies d'éprouvettes après déformation plastique de plus de 10 %. **a)** FeAlNi4B, de face ; **b)** FeAlNi4B de profil ; **c)** FeAlNi2B, de face et **d)** FeAlNi2B, de profil.

### III.2.5.2. Alliages semi-industriels

Les alliages semi-industriels étudiés dans cette partie, A1 et B2, sont représentatifs des deux modes de consolidation mentionnés plus haut (**Chapitre II.1**) l'extrusion et la compression isostatique à chaud respectivement. En réalisant, sur ces deux alliages, des essais de compression uniaxiale à deux vitesses de déformation différentes ( $5 \cdot 10^{-3}$  et  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) nous cherchons à confirmer ou à infirmer l'absence d'anomalie.



**Figure III.26 :** Limite d'élasticité d'alliages semi-industriels en fonction de la vitesse de déformation et de la température, **a)** FeAlB I A1 et **b)** FeAlB I B2.

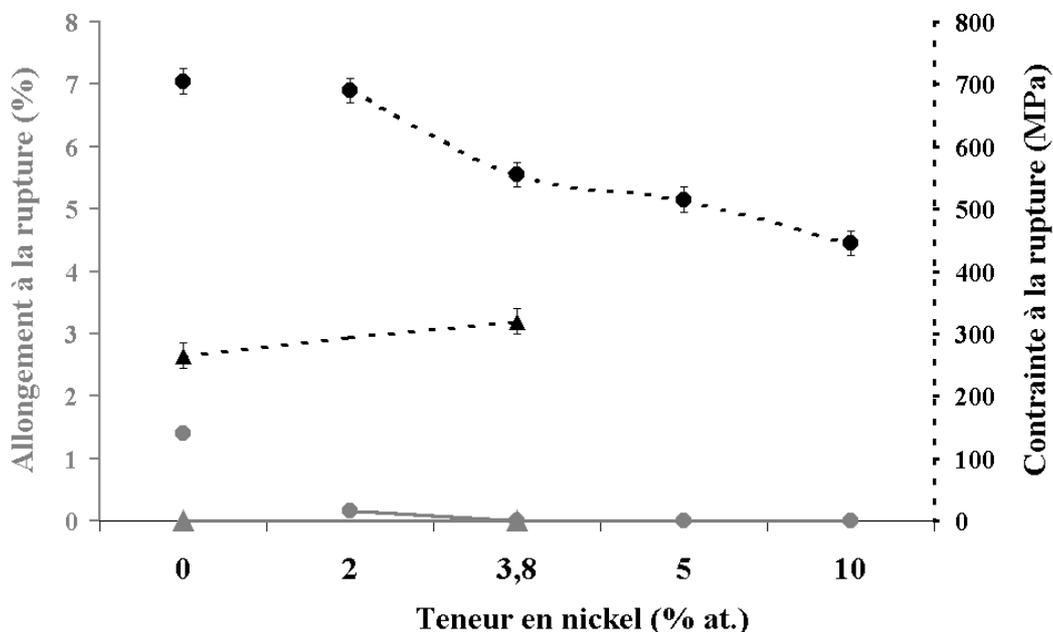
La **Figure III.26** présente l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la vitesse de déformation et de la température. Nous constatons que les deux alliages présentent une sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation nulle ou très faible pour 200 et 400°C. Pour l'alliage modèle équivalent cette gamme correspond au régime d'anomalie : il existe donc bien un domaine de températures ( $200 < T < 400^\circ\text{C}$ ) pour lequel les alliages semi-industriels sont insensibles à la vitesse de déformation. En revanche, la

sensibilité  $S$  devient positive pour  $600^{\circ}\text{C}$ , c'est-à-dire lorsque l'écart avec la température du pic diminue.

Il y a cohérence entre le comportement des alliages ternaires modèles et des alliages semi-industriels et celui des alliages binaires. En effet, l'anomalie est toujours opérationnelle mais est simplement masquée par le durcissement BT (dû au nickel et/ou au raffinement de la taille de grains) De plus, nous avons montré que l'addition de nickel a tendance à diminuer la sensibilité de la contrainte d'écoulement de FeAl à la vitesse de déformation.

### III.3. Comportement à la rupture, à température ambiante

Les principaux résultats quantitatifs (allongement et contrainte à la rupture,  $A\%$  et  $\sigma_{\text{rupt}}$  respectivement) issus des essais de flexion quatre points effectués sur les alliages modèles sont rassemblés sur la **Figure III.27**. Ils correspondent à des mesures moyennées sur trois essais au minimum.

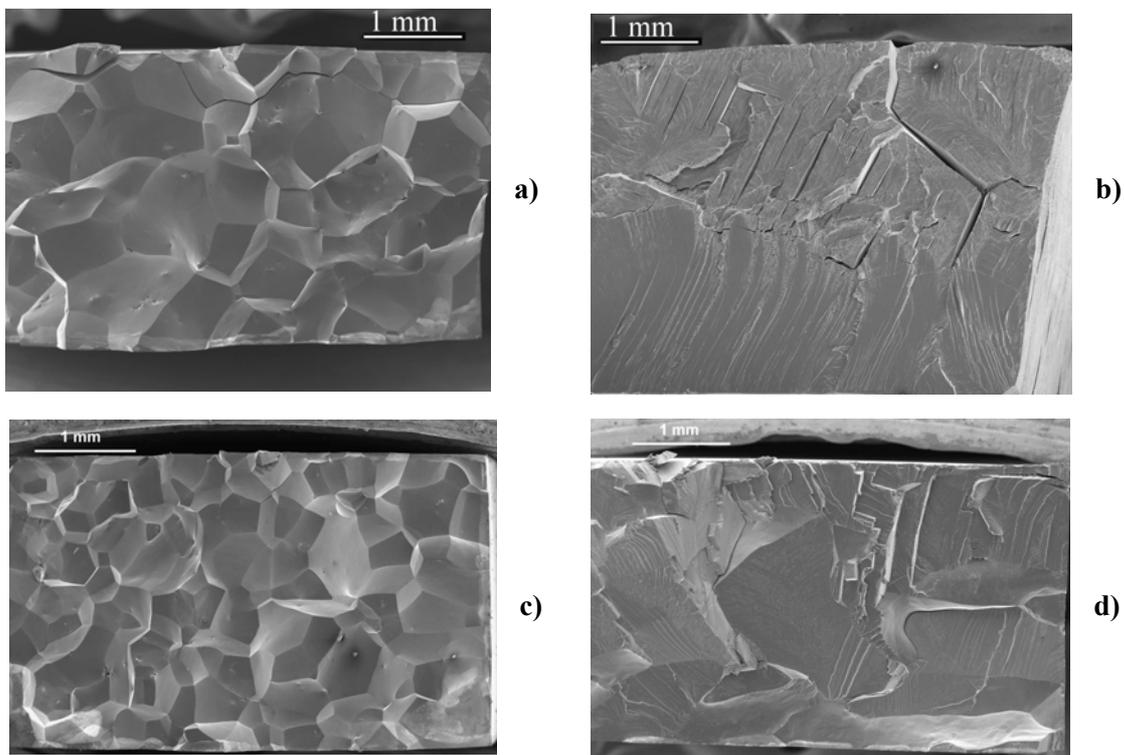


**Figure III.27** : Allongement (gris) et contrainte à la rupture (noir) des alliages modèles, binaires et ternaires, sollicités en flexion quatre points à température ambiante. Les triangles et les ronds correspondent respectivement aux alliages non-dopés et dopés au bore (400 ppm at.)

### III.3.1. Effet du nickel seul

Parmi les alliages ternaires étudiés, seul l'alliage FeAlNi4 ne contient pas de bore. C'est donc avec le comportement à la rupture de cet alliage que nous allons pouvoir comparer celui de FeAl.

D'un côté (**Figure III.27**) la contrainte à la rupture augmente d'environ 20 % après addition de 3,8 % at. de nickel. De l'autre, pour le binaire comme pour le ternaire, aucun allongement à la rupture n'est mesurable (**Figure III.27**) et le mode de rupture est complètement intergranulaire (**Figure III.28a** et **c**), pour FeAl et FeAlNi4 respectivement) : ils rompent tous les deux dans le domaine élastique. Ces deux derniers résultats sont conformes à ceux de Gay [72] concernant la rupture d'alliages FeAl binaires élaborés dans des conditions identiques. En terme de rupture, nos résultats montrent donc que l'addition de nickel contribue à renforcer la cohésion des joints de grains sans toutefois limiter la fragilité intrinsèque.



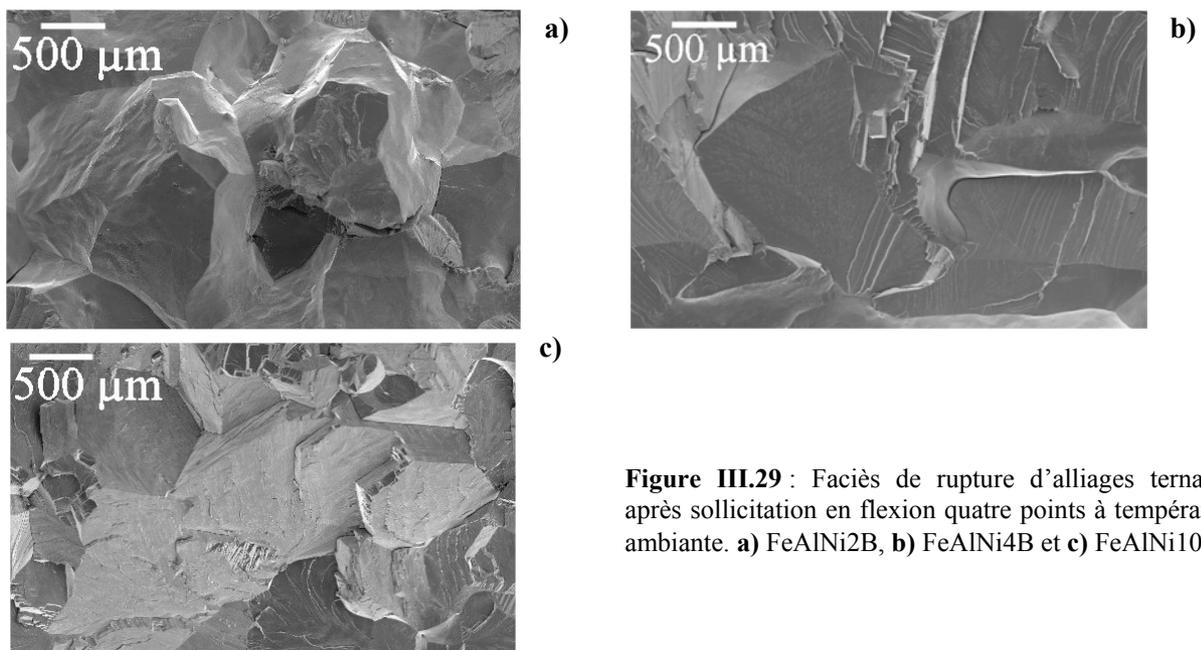
**Figure III.28** : Faciès de rupture d'alliages FeAl après sollicitation en flexion quatre points à température ambiante. a), FeAl ; b) FeAlB ; c) FeAlNi4 et, d), FeAlNi4B.

### III.3.2. Effet du bore seul

Conformément à la bibliographie, [7, 38, 72, 113, 116, 117], nos résultats montrent que le bore permet d'augmenter à la fois  $A\%$  et  $\sigma_{rupt}$  (**Figure III.27**) et, simultanément (**Figure**

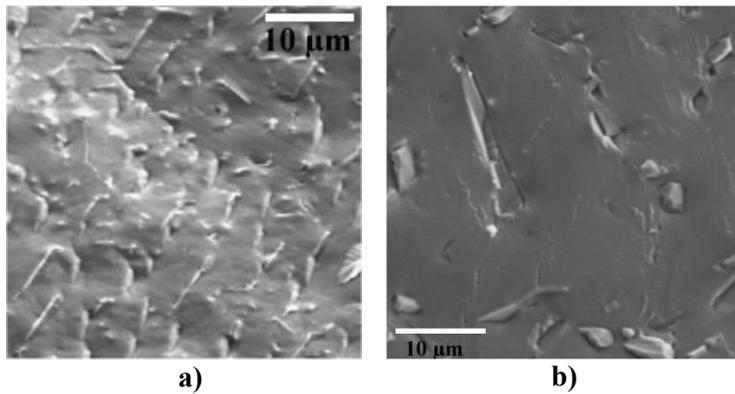
**III.28b**)), de limiter la fragilité intrinsèque de l'alliage FeAl. En effet, la rupture a lieu dans le domaine plastique pour l'alliage dopé (400 ppm at. B) et elle est devenue complètement intragranulaire (par clivage) Consécutivement,  $\sigma_{rupt}$  est près de trois fois plus élevée pour FeAlB que pour FeAl pur. Cependant, bien que la rupture ait lieu dans le domaine plastique, l'allongement à la rupture de FeAlB reste faible (estimé à 1,4 %) Aussi mis en évidence pour Ni<sub>3</sub>Al [39, 175], cet effet du bore est généralement attribué à un renforcement des joints de grains produit par sa ségrégation intergranulaire. [7, 38, 72, 113, 121, 122]. Rappelons néanmoins que si la limite de solubilité du bore dans la matrice FeAl est dépassée, l'effet du bore s'atténue : en raison de la précipitation de borures intergranulaires Fe<sub>2</sub>B, un retour de la rupture intergranulaire ainsi que celui d'un allongement inexistant sont observés [72, 125].

### III.3.3. Effets combinés B/Ni, influence de la teneur en nickel



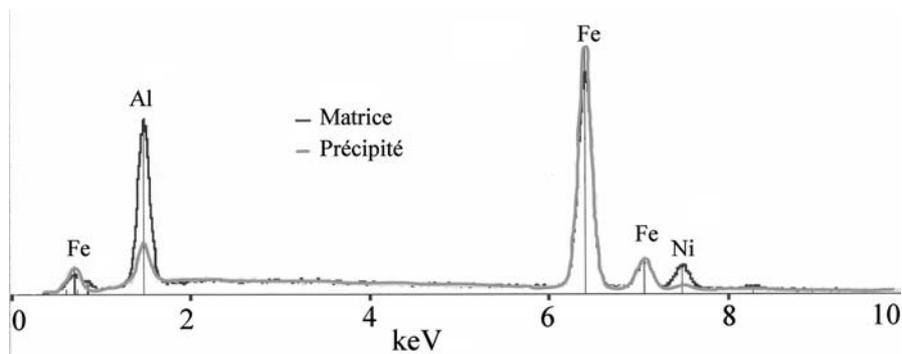
**Figure III.29** : Faciès de rupture d'alliages ternaires après sollicitation en flexion quatre points à température ambiante. **a)** FeAlNi2B, **b)** FeAlNi4B et **c)** FeAlNi10B.

L'effet du bore n'est pas aussi marqué pour les alliages ternaires que pour l'alliage binaire. En effet, bien que le dopage en bore améliore la contrainte à la rupture de FeAlNi4 (**Figure III.27**), il ne conduit pas à supprimer totalement la fragilité intrinsèque (**Figure III.28d**) et **III.29**) comme dans le cas du binaire. En outre, excepté FeAlNi2B, pour lequel A% est mesurable (bien que quasi nul, **Figure III.27**), tous les alliages rompent dans le domaine élastique. Par ailleurs, l'analyse des surfaces intergranulaires ouvertes après rupture de l'ensemble des alliages ternaires dopés révèle la présence de précipités de forme allongée,



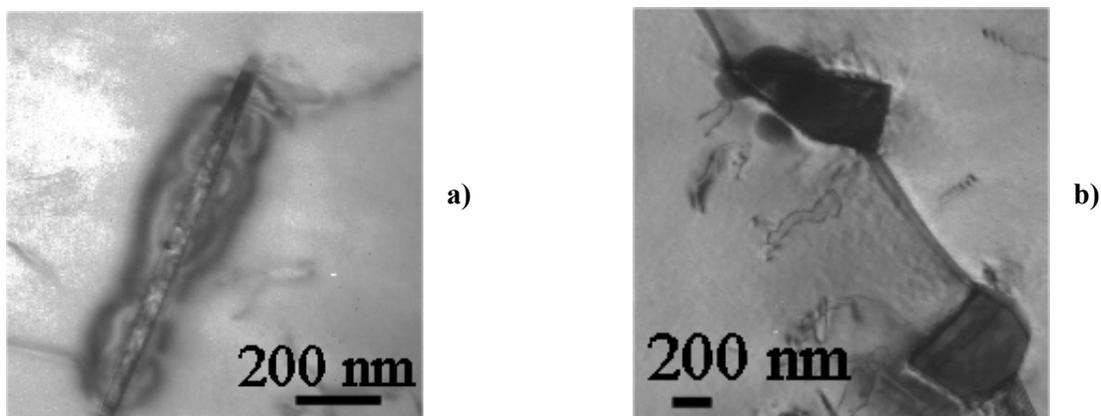
**Figure III.30** : Zones de rupture intergranulaire des alliages **a)** FeAlNi2B et **b)** FeAlNi10B.

**Figure III.30.** Une analyse par spectrométrie EDS couplée au MEB (**Figure III.31**) a permis de montrer que la teneur en aluminium et en nickel chute très fortement (dans un rapport 3) entre la matrice et le précipité. Ces résultats laissent penser à des borures de fer  $Fe_2B$ . L'étude



**Figure III.31** : Analyses (EDS) d'un précipité (courbe en gris) et de la matrice (courbe en noir), FeAlNi10B.

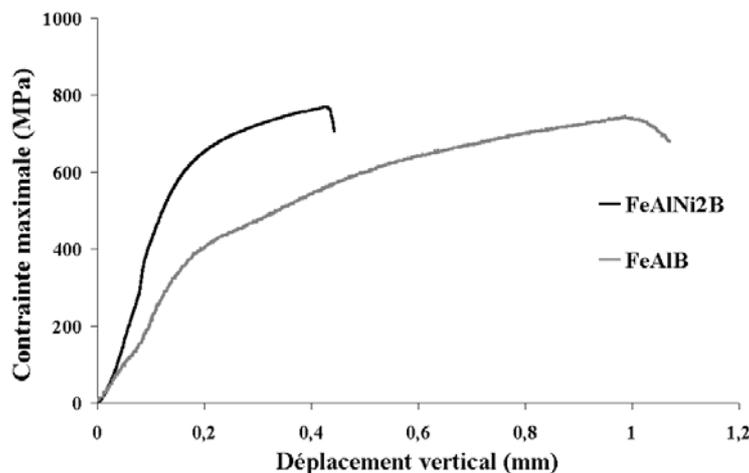
par MET (**Figure III.32**) a permis de révéler l'existence de précipités intragranulaires (**a**) d'une épaisseur d'environ 20 nm et de mettre en évidence le facettage des joints de grains par les précipités intergranulaires (**b**) Cette étude a en outre permis de confirmer l'hypothèse des borures de fer : les clichés de diffraction issu de ces précipités indiquent que leur



**Figure III.32** : Clichés réalisés en champ clair par MET de précipités représentatifs de ceux observés dans l'alliage FeAlNi10B. **a)** précipité intragranulaire et **b)** précipités intergranulaires.

cristallographie correspond à celle des borures de fer  $\text{Fe}_2\text{B}$  (structure tétragonale avec  $a = 5,08 \text{ \AA}$  et  $c = 4,22 \text{ \AA}$ ) Nous constatons aussi que les précipités croissent en épitaxie avec la matrice puisque les plans (111) de la matrice sont parallèles aux plans (101) des précipités. Il est donc patent que l'addition de nickel diminue la solubilité du bore dans la matrice FeAl et génère alors la précipitation de borures inter- et intragranulaires. Le retour simultané de la rupture intergranulaire nous suggère, conformément à la bibliographie [72, 125], que la précipitation des borures aux joints de grains est néfaste à leur tenue mécanique : l'effet du bore sur le comportement à la rupture des alliages ternaires est atténué.

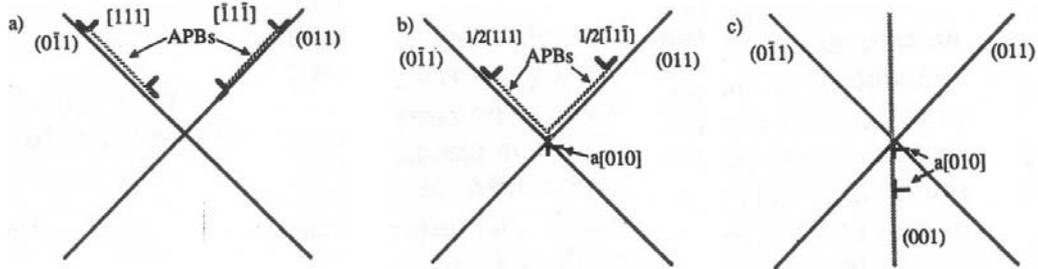
Cependant, ce comportement est un peu plus complexe qu'il n'y paraît pour les teneurs élevées en nickel. En effet, lorsque la concentration en nickel augmente nous observons que la contrainte à la rupture décroît (**Figure III.27**) et, conjointement, que la proportion de surfaces clivées augmente (**Figure III.29**) Il semble donc que la diminution de la contrainte de décohésion intergranulaire ( $\sigma_{\text{dec}}$ ) due aux précipités ne soit plus le paramètre qui contrôle la rupture pour les teneurs élevées en nickel : le nickel tend à faire diminuer la contrainte nécessaire au clivage ( $\sigma_{\text{cliv}}$ ) plus fortement que les borures n'abaissent  $\sigma_{\text{dec}}$ . De plus, en accord avec les résultats précédents (cf. **III.2**), nous constatons que la limite d'élasticité en flexion de l'alliage FeAlNi2B (le seul pour lequel nous puissions l'évaluer **Figure III.33**) est nettement supérieure à celle de l'alliage FeAlB. Or nous avons vu (cf. **III.2**) que la limite d'élasticité est une fonction croissante de la teneur en nickel à température. Donc pour les teneurs en nickel supérieures à 2 %, une limite d'élasticité plus élevée et une contrainte nécessaire au clivage plus faible permettent d'expliquer l'allongement à la rupture quasi nul de ces alliages ternaires.



**Figure III.33 :** Courbes contrainte-déplacement pour les alliages FeAlB et FeAlNi2B sollicités en flexion quatre points à température ambiante.

D'ailleurs, la tendance du nickel à faciliter le clivage est en accord avec les travaux de Munroe et Baker [98]. En effet, après déformation d'un alliage FeAl à température ambiante, ces auteurs ont observé des dislocations  $\langle 100 \rangle$  rectilignes connectées à des superdislocations. Ils ont suggéré qu'une réaction entre les superpartielles de deux superdislocations (glissant sur

des plans  $\{110\}$  sécants) puisse conduire à la formation de deux dislocations  $\langle 001 \rangle$  sessiles **Figure III.34**. Les auteurs ont alors montré qu'une telle réaction est énergétiquement



**Figure III.34** : Illustration schématique de la formation de dislocations  $a\langle 001 \rangle$ , d'après [98]. **a)** deux superdislocations dissociées glissent sur des plans  $\{011\}$  sécants. **b)** les superpartielles de tête réagissent pour former une dislocation  $a\langle 010 \rangle$  toujours connectée aux superpartielles de queue. **c)** ces dernières réagissent pour former une seconde dislocation  $a\langle 010 \rangle$ .

favorable et qu'elle l'est d'autant plus que l'énergie de paroi d'antiphase des superdislocations ( $E_{APB}$ ) est élevée. Le gain net entre la situation initiale (deux superdislocations) et la situation finale (deux dislocations  $\langle 010 \rangle$ ) vaut deux fois  $E_{APB}$ . Les auteurs, en référence à des travaux de Cottrell, ont proposé que cette réaction soit à l'origine du clivage observé pour les alliages FeAl très riches en fer. Dans le cadre de ces travaux [98] et puisque nous savons que le nickel augmente l'énergie d'APB des alliages FeAl [159, 161], le nickel aurait donc tendance à favoriser le clivage : c'est en accord avec nos observations.

Au bilan, le comportement à la rupture de nos alliages ternaires est donc fonction de la teneur en nickel. Lorsque celle-ci est faible la rupture s'explique par la précipitation massive de borures aux joints de grains (le nickel diminue la limite de solubilité du bore) En revanche, pour les teneurs plus élevées c'est la tendance du nickel à faciliter le clivage qui contrôle la rupture.

### III.3.4. Rôle de la taille de grains

Notons tout d'abord que les alliages semi-industriels présentent une texture de fibre, majoritairement  $\langle 110 \rangle$ , parallèle à l'axe de la barre (i. e. la direction d'extrusion) C'est pour cette raison que, pour FeAlB SI, des éprouvettes différentes ont donc été découpées : la mention « axiale » ou « radiale » (**Figure III.35**) signifie que le sens long de l'éprouvette est respectivement parallèle ou perpendiculaire à la direction d'extrusion (**Figure III.36**) Cette texture de fibre se traduit par une fragilité plus marquée si la direction de sollicitation est parallèle à l'axe d'extrusion : les éprouvettes dites « radiales » (directions //) présentent un

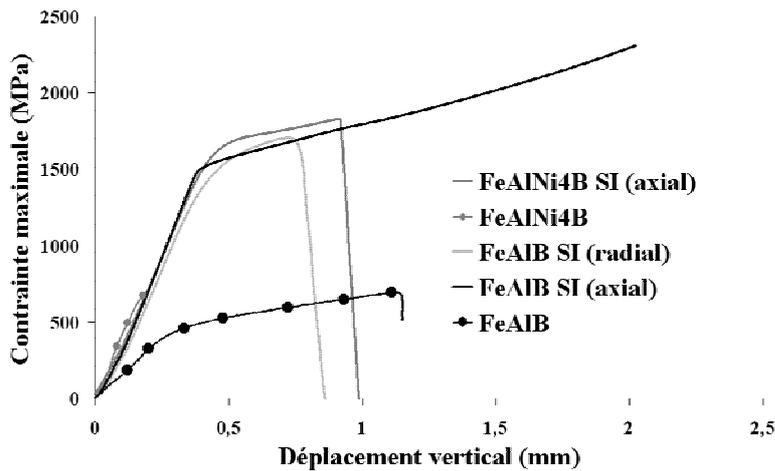


Figure III.35 : Comportement en flexion quatre points à température ambiante d'alliages fer-aluminium modèles (ronds fermés) ou semi-industriels (suffixe 'SI') dopés au bore.

allongement à la rupture estimé à 1 % alors qu'il est d'environ 6-8 % pour éprouvettes dites « axiales » (directions  $\perp$ ) Ainsi l'éprouvette de l'alliage noté FeAlB SI (axial) sur la Figure III.35 n'a pas rompu pendant l'essai. Enfin, le plan de rupture des éprouvettes dites « axiales » est de type  $\{100\}$  (il se trouve à  $45^\circ$  de la direction d'extrusion, Figure III.36a)) tandis qu'il est de type  $\{110\}$  pour les éprouvettes dites « radiales » (il contient la direction d'extrusion, Figure III.36b))

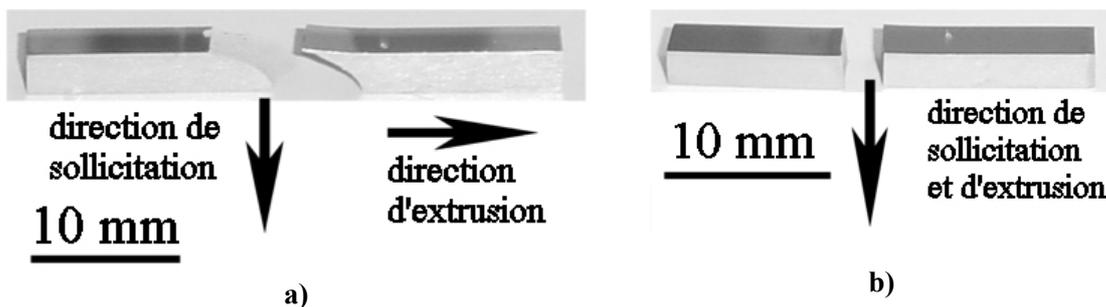


Figure III.36 : Alliages semi-industriels après rupture. a) FeAlNiB SI axial et b) FeAlB SI radial.

La diminution de la taille de grains, combinée à différents ajouts (B, Zr, et  $Y_2O_3$ ), est un procédé qui peut permettre d'augmenter significativement l'allongement à la rupture (I.1.2.2.) C'est ce que confirme la Figure III.37 : pour le ternaire comme pour le binaire l'allongement à la rupture des alliages semi-industriels est nettement plus élevé que pour les alliages modèles correspondant. Pour que le clivage puisse s'amorcer, une transmission du glissement à travers les joints de grains est nécessaire. Il faut un empilement de dislocations suffisamment important pour que la contrainte en tête d'empilement permette cette transmission. Le raffinement de la taille de grains contribue notamment à limiter l'extension des empilements de dislocations, rendant ainsi l'amorçage du clivage plus difficile : la résistance au clivage augmente. A faible grandissement (Figure III.38a) et c)) nous observons que la rupture des alliages semi-industriels est intergranulaire : l'effet de la taille de grain sur  $\sigma_{cliv}$  conduit à  $\sigma_{cliv} > \sigma_{dec}$ . Or, ces alliages semi-industriels contiennent entre autre du

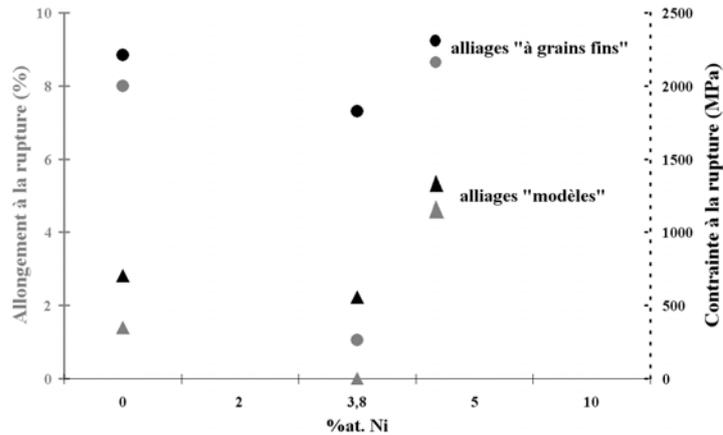


Figure III.37 : Allongement et contrainte à la rupture en flexion en fonction de la teneur en nickel (0 ou 4 %) et de la microstructure.

bore, dont l'addition renforce les joints de grains et peut permettre un gain de ductilité en augmentant l'écart entre  $\sigma_{dec}$  et la contrainte d'écoulement  $\sigma_y$ . C'est en effet ce que l'observation des faciès à un grandissement plus élevé permet de constater pour l'alliage FeAlB SI (Figure III.38b) : des microcupules sont présentes.

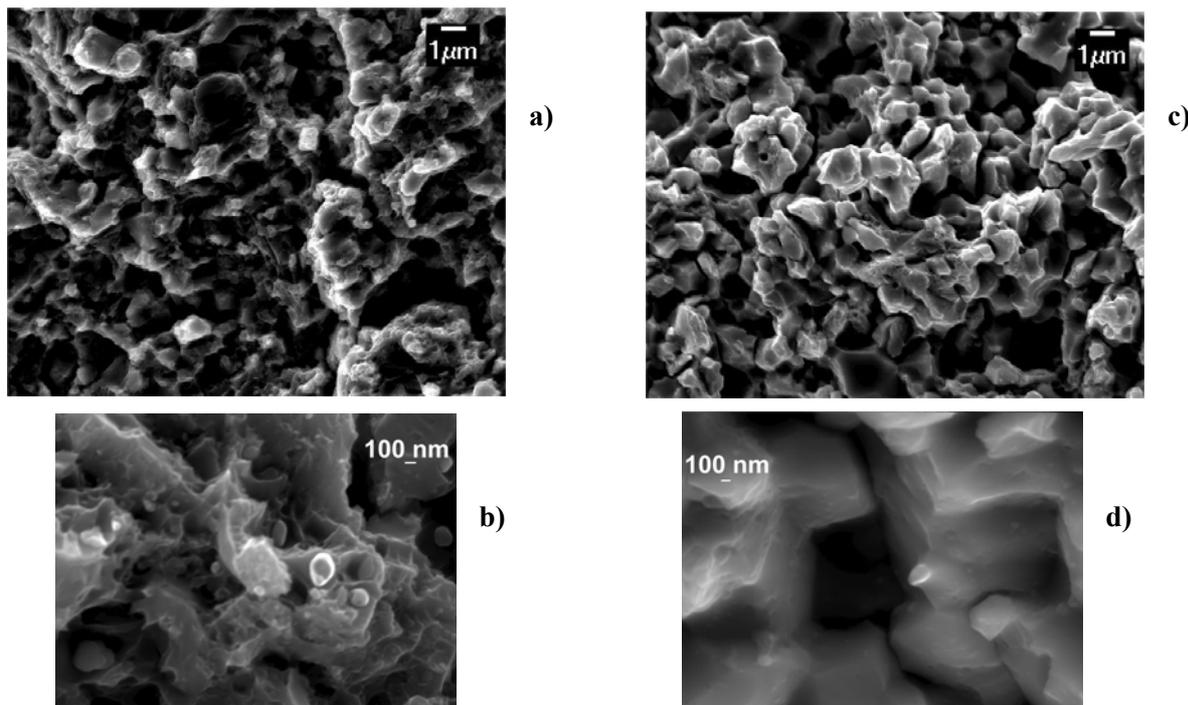


Figure III.38 : Faciès de rupture d'alliage semi-industriels après sollicitation en flexion quatre points à température ambiante a) et b) FeAlB SI ; c) et d) FeAlNiB SI.

En accord avec les résultats précédents (III.2), nous constatons que la limite d'élasticité en flexion de FeAlNi4B SI est environ 170 MPa supérieure à celle des alliages FeAlB SI et que celle des alliages semi-industriels est près de trois fois supérieure à celle des alliages modèles. Nous constatons de plus que les microcupules observées pour FeAlB SI sont absentes des faciès de rupture de l'alliage FeAlNiB SI (Figure III.38d) et que simultanément l'allongement à la rupture du premier est supérieur à celui du second. Comme la faible teneur

en bore (48 ppm at.) de ces alliages semi-industriels rend peu probable la précipitation des borures, nous pourrions alors conclure que le nickel fragilise les joints de grains. Or nous venons de conclure, **III.3.1**, que le nickel seul tend à les renforcer. La contradiction n'est qu'apparente si nous considérons que l'effet du nickel sur la matrice (augmentation de la limite d'élasticité) est plus fort que celui sur les joints de grains. Dans ce cas, l'écart entre la limite d'élasticité et la contrainte de décohésion intergranulaire est plus faible pour le ternaire que pour le binaire : la plastification du ternaire est donc très limitée et l'accommodation de la déformation doit pouvoir être assurée par le glissement aux joints de grains.

L'essentiel à retenir de cette partie est que si le nickel semble renforcer les joints de grains, il conduit simultanément à diminuer fortement la résistance au clivage. Cette dernière tendance ajoutée au durcissement BT implique que l'addition de nickel à FeAl doit être faible pour ne pas accroître exagérément la fragilité de ces alliages. Enfin, le comportement à la rupture ( $A\%$  et  $\sigma_{rupt}$ ) est nettement amélioré par la diminution de la taille de grains.

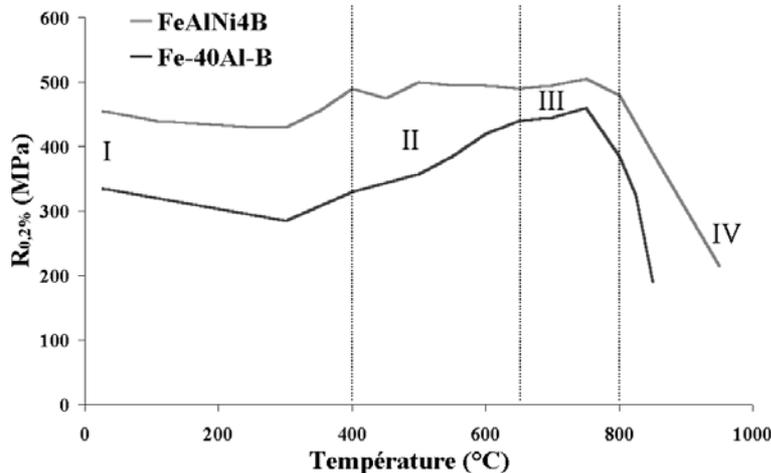
### ***III.4. Conclusions partielles***

Tout d'abord, le ralentissement de la cinétique d'élimination des lacunes thermiques par l'ajout de nickel, à hauteur de 3,8 %, a été confirmé. D'autre part, le nickel tend à diminuer la solubilité du bore dans la matrice FeAl : une précipitation massive de borures de fer est observée aux joints de grains de tous les alliages ternaires. Ces borures existent aussi sous forme de précipités intragranulaires d'environ 20 nm d'épaisseur.

Le nickel est à l'origine d'une augmentation conséquente de la limite d'élasticité à température ambiante pour les alliages modèles comme pour les alliages semi-industriels ; il s'ajoute à l'effet Hall et Petch pour ces derniers. Malgré l'amélioration de la cohésion des joints de grains qu'il engendre, le nickel accroît cependant la fragilité des alliages fer-aluminium en facilitant le clivage et en augmentant conjointement la limite d'élasticité à température ambiante. De plus, ce renforcement BT linéairement dépendant de la teneur en nickel masque l'anomalie de la limite d'élasticité pour les alliages modèles (> à 3,8 % Ni) et semi-industriels, sans toutefois la rendre inopérante. Le nickel semble aussi avoir un effet sur le mécanisme générateur de l'anomalie : dans le domaine d'anomalie, les alliages ternaires sont en effet moins sensibles à la vitesse de déformation que les alliages binaires.

Enfin, le nickel améliore le comportement hautes températures des alliages FeAl. Pour les alliages ternaires et pour  $T > 800^{\circ}\text{C}$ , l'augmentation à température fixée et la chute moins brusque en fonction de la température de la limite d'élasticité sont indéniables.

## IV - STRUCTURES DE DISLOCATIONS DANS LES ALLIAGES DEFORMES



**Figure IV.1** : Les différents domaines d'études de la microstructure de déformation en fonction de la température.

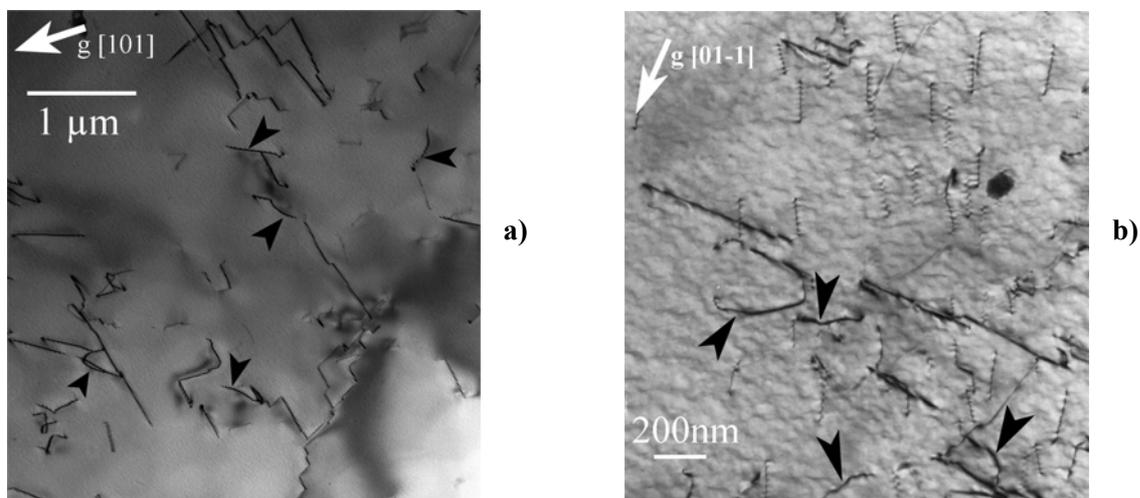
Nous nous intéressons, pour les mécanismes de déformation, à quatre domaines de températures (**Figure IV.1**) Le domaine I correspond à la déformation à température ambiante. Le domaine II, concerne le cœur du domaine d'anomalie, tandis que le domaine III, s'intéresse plus particulièrement à la zone du pic d'anomalie pour FeAlB et à la fin du pseudo-plateau pour FeAlNi4B. Enfin, le domaine IV est celui du régime hautes températures. Deux types d'essais ont été réalisés pour effectuer ces caractérisations microstructurales : compression uniaxiale et traction *in situ* (MET)

Précisons aussi une difficulté pour la comparaison des microstructures des alliages déformés. En effet, des températures identiques de compression uniaxiale et de traction *in situ* ne sont pas équivalentes du point de vue de la réponse du matériau puisque les alliages utilisés sont sensibles à la vitesse de déformation lorsqu'ils sont sollicités à des températures correspondant au pic d'anomalie. Or la vitesse de déformation du premier type d'essai ( $10^{-2}\text{s}^{-1}$ ) est deux ordres de grandeur supérieure à celle de la traction *in situ* ( $\sim 10^{-4}\text{s}^{-1}$ ) Pour des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$ , le domaine d'anomalie est compris entre 300 et 600°C. Or le pic d'anomalie se décale vers des températures plus élevées lorsque la vitesse de déformation augmente. Donc l'étendue du domaine d'anomalie croît si la vitesse de déformation augmente : il va jusqu'à 700°C pour  $\dot{\epsilon} = 10^{-2}\text{s}^{-1}$ . Les essais de traction *in situ* réalisés à 400 et 500°C et les essais de compression uniaxiale effectués à 550 et 600°C correspondent donc au domaine d'anomalie que nous avons ainsi défini. En revanche les

essais de traction *in situ* menés à 600°C sont situés au niveau de ce que nous avons appelé le pic d'anomalie.

### IV.1. Etat initial de la microstructure : alliages recuits

#### **IV.1.1. Les alliages non dopés au bore : FeAl et FeAlNi4**



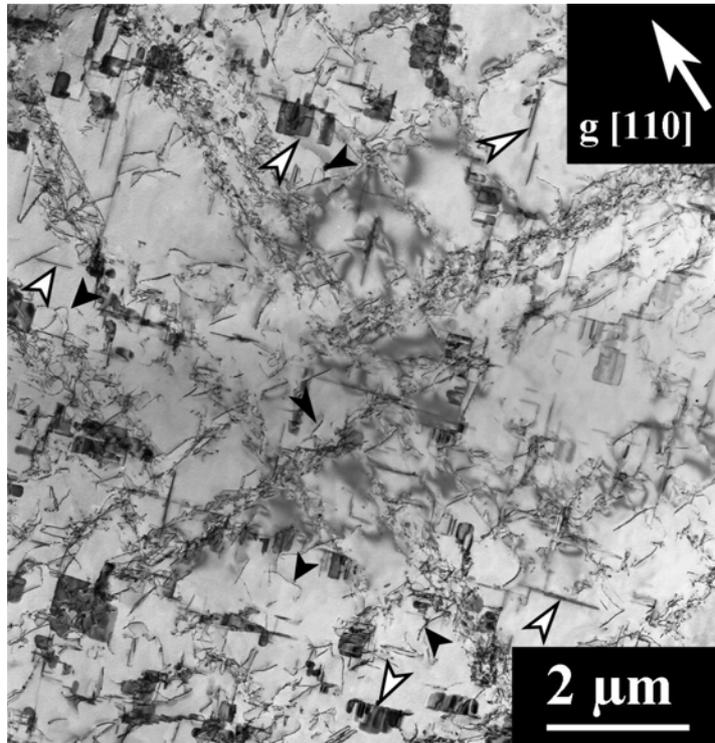
**Figure IV.2** : Microstructures des alliages non dopés après recuit. Champ clair, axe de zone [-111]. **a)** FeAl et **b)** FeAlNi4. Les superdislocations [111] sont repérées par des flèches noires. Les autres dislocations sont des <100> coins. Noter la différence d'échelle entre les deux clichés.

Après recuit basse température, les deux alliages non dopés présentent des distributions homogènes de dislocations dans la lame, **Figure IV.2**. Deux populations de dislocations sont observées, des dislocations <100> rectilignes, de caractère coin, et des superdislocations <111> courbes. Globalement, les premières sont nettement majoritaires par rapport aux secondes. Cette tendance s'accroît dans le cas de l'alliage FeAlNi4.

#### **IV.1.2. Les alliages dopés : FeAlB et FeAlNi4B**

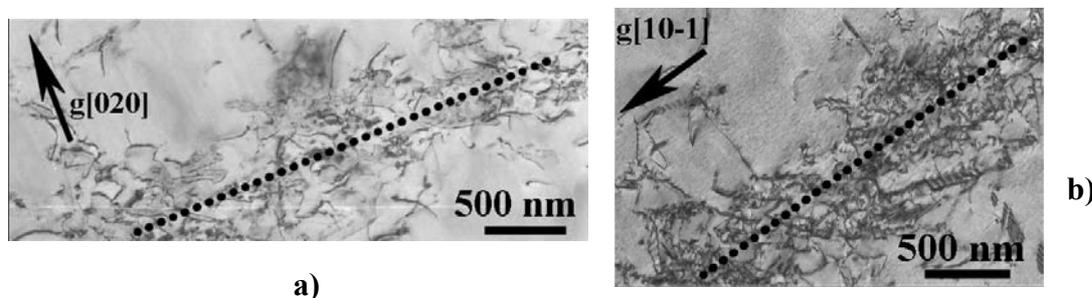
La microstructure observée après recuit des alliages dopés au bore diffère de celle des alliages non-dopés de façon frappante.

En effet, bien que les populations de dislocations en présence n'aient pas changé, leur répartition est hétérogène (**Figure IV.3**) : les dislocations sont organisées en enchevêtrements, s'interceptant à angles droits et délimitant ainsi des cellules rectangulaires de 1 à 3  $\mu\text{m}$  de côté. Ce type de microstructure peut faire penser à des « parois de dislocations ». Cette structure est observée aussi bien dans l'alliage binaire que dans l'alliage ternaire et uniquement dans les zones épaisses des lames.



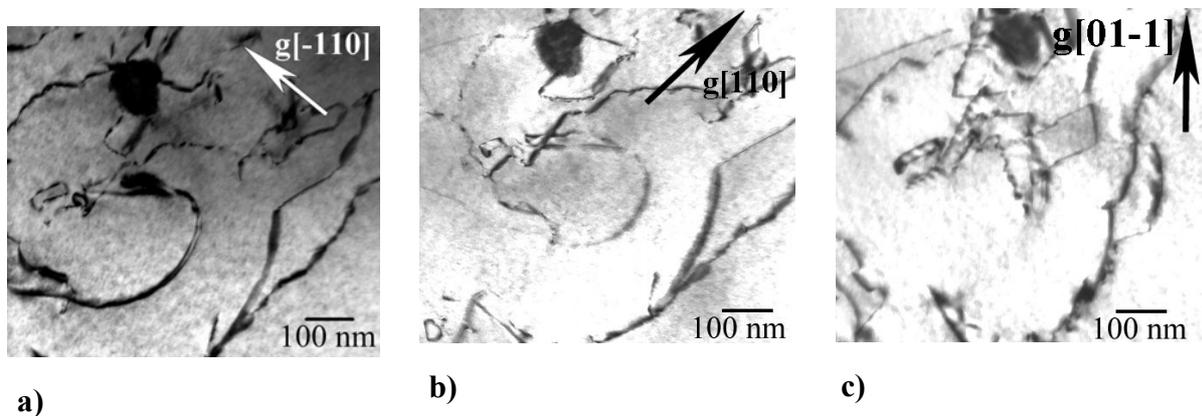
**Figure IV.3 :** Microstructure de l'alliage FeANi4B après recuit. Champ clair, axe de zone [001]. Structure en cellules de dislocations. Certaines des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  et quelques défauts plans sont indiqués par des flèches fermées et ouvertes, respectivement.

Les dislocations composant les enchevêtrements denses n'ont pu être indexées. Deux possibilités sont envisageables sur la géométrie de ces enchevêtrements : il peut s'agir de parois épaisses ou bien de « barreaux ». En effet, ces enchevêtrements ne sont pas planaires puisque quelle que soit l'orientation selon laquelle nous les observons, ils présentent toujours une épaisseur non négligeable de l'ordre de 50 à 100 nm. S'il s'agit de barreaux, nous pouvons déterminer l'axe le long duquel les dislocations se seraient agglomérées. Dans le cas



**Figure IV.4 :** Orientation des parois de cellules dans l'alliage FeAlB recuit. Champ clair, **a)** axe de zone [001] et **b)** axe de zone [111].

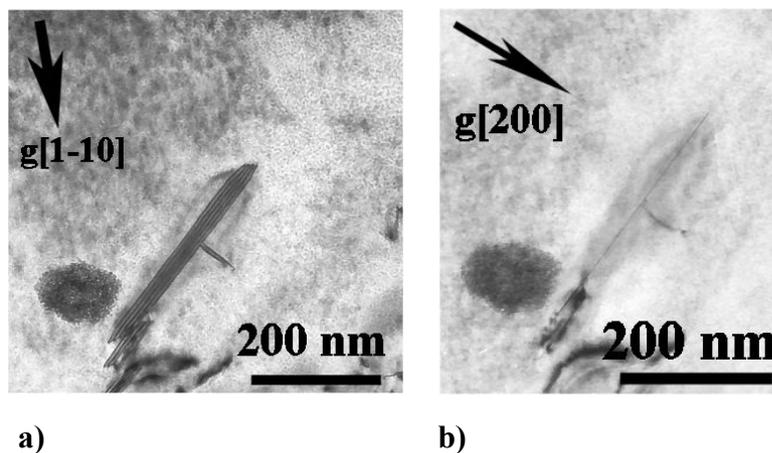
FeAlB, sur le cliché **a)** de la **Figure IV.4**, pris en axe de zone  $[001]$ , l'axe long du « barreau », matérialisé par les pointillés noirs, est perpendiculaire au vecteur de diffraction,  $[020]$ . En revanche, sur le cliché **b)**, pris en axe de zone  $[111]$ , il est parallèle au vecteur de diffraction  $[-101]$ . L'axe long du « barreau » serait donc, dans ce cas  $[10-1]$ . Une direction de type  $\langle 110 \rangle$  quel que soit l'alliage serait compatible avec l'observation faite pour FeAlNi4B **Figure IV.3**. En effet, la direction moyenne portée par ces enchevêtrements est de type  $\langle 110 \rangle$  dans le plan  $\{001\}$  concerné. En revanche, si ces enchevêtrements sont des parois épaisses, les observations de la **Figure IV.3** et de la **Figure IV.4** ne permettent pas une généralisation puisque en axe de zone  $\langle 100 \rangle$  ces enchevêtrements se projettent selon des directions différentes,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  respectivement.



**Figure IV.5** : Indexation d'une dislocation en bordure de cellule dans l'alliage FeAlNi4B recuit. Champ clair, **a)** et **b)** axe de zone  $[001]$ , **c)** axe de zone  $[011]$ .

Les superdislocations, qui sont minoritaires par rapport aux dislocations  $\langle 100 \rangle$ , se situent essentiellement en bordure des cellules. Par ailleurs, si la densité de dislocation est importante en bordure des parois et dans celles-ci, l'intérieur des cellules se trouve être au contraire relativement dépourvu en dislocations. L'indexation d'une de ces superdislocations en bordure de paroi est présentée sur la **Figure IV.5**. Le cliché **a)** suffit à lui seul à connaître la nature de la dislocation : puisqu'elle est dissociée, il doit s'agir d'une superdislocation  $\langle 111 \rangle$ . Néanmoins, il est nécessaire de prendre garde aux conditions dans lesquelles le cliché a été pris. En effet, pour un vecteur de diffraction de type  $\langle 020 \rangle$  un contraste double de la dislocation se produit dans la mesure où le produit  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b}$  vaut 2. Cependant, pour ce type de vecteur de diffraction, le contraste double est gras et un changement de signe de l'écart à Bragg génère un déplacement net des contrastes. Pour indexer précisément la dislocation qui nous intéresse, **Figure IV.5 a)** à **c)**, nous utilisons le critère d'invisibilité,  $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ . Le contraste ténu qui se manifeste en **b)** est dû au champ de contraintes résiduelles. Il faut donc considérer, dans ce cas ( $\mathbf{g} = [110]$ ), que la dislocation est hors contraste. Sur le cliché **c)**, pour lequel  $\mathbf{g} = [01-1]$ , la dislocation est clairement hors contraste. Nous sommes donc bien en présence d'une superdislocation et son vecteur de Burgers est  $[-111]$ .

Nous constatons enfin la présence de nombreux défauts plans, indiqués par des flèches sur la **Figure IV.3**. Sur ce cliché, trois familles de défauts plans sont présentes. Les deux premières correspondent à des défauts dont les plans d'habitat sont en zone autour de l'axe de zone dans lequel le cliché est réalisé et se trouvent à angle droit l'un de l'autre. La dernière famille est, quant à elle, inclinée par rapport au faisceau, ce qui confère aux défauts une certaine étendue. Pour les alliages dopés, binaire comme ternaire, la géométrie de ces défauts est toujours la même que celle présentée sur la **Figure IV.3** : leurs plans d'habitat sont systématiquement en zone autour des directions  $\langle 100 \rangle$ . Il s'agit donc de plans de type  $\{100\}$ . En outre, nous pouvons dire que les défauts de la troisième famille que nous mentionnions précédemment sont dans le plan  $\{001\}$  perpendiculaire à l'axe de zone  $\langle 001 \rangle$  autour duquel se trouvent les deux autres. C'est donc parce que le cliché n'est pas pris exactement en axe de zone  $\langle 001 \rangle$  qu'ils sont en contraste. En ce qui concerne la nature de ces défauts plans, les contrastes en franges, (**Figure IV.6 a**) indiquent que ce sont vraisemblablement des fautes d'empilement. En accord avec la bibliographie [38, 119, 127, 176], nous n'avons pas observé ces défauts dans les alliages non dopés : le bore les stabilise.



**Figure IV.6** : Détermination du plan d'habitat des défauts plans présents dans l'alliage FeAlNi4B. Champ clair, **a**) axe de zone  $[111]$  et **b**) axe de zone  $[001]$ .

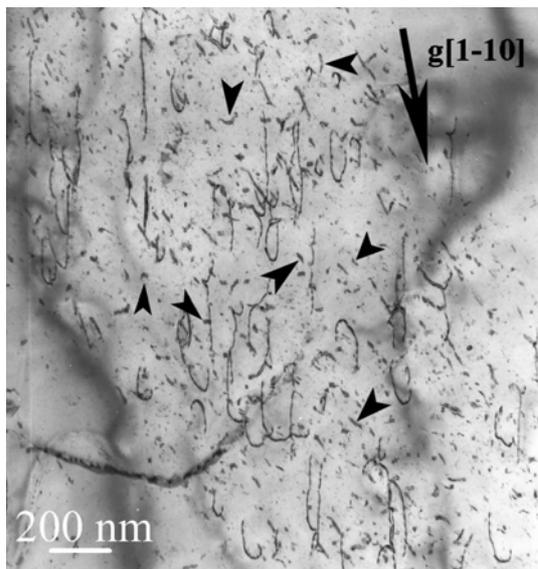
C'est sur cette question des défauts plans que la microstructure des alliages recuits dopés binaires et ternaires diffère. En effet, ils sont plus nombreux dans les seconds que dans les premiers. Notons à ce propos que Cadet *et al.* [127] ont montré que l'occurrence de ces défauts est concomitante avec un appauvrissement local en aluminium et un enrichissement en bore. Cela a conduit les auteurs à penser que la stabilisation de ces défauts par le bore pouvait en faire des germes pour la précipitation des borures de fer ( $\text{Fe}_2\text{B}$ ) lorsque la limite de solubilité est dépassée. Or nous avons constaté (cf. **Chapitre III**), que l'ajout de nickel conduit à une diminution sensible de la limite de solubilité du bore dans la matrice B2, générant ainsi une précipitation inter- et intragranulaire de  $\text{Fe}_2\text{B}$ . Ces deux résultats, défauts plans plus nombreux et limite de solubilité du bore plus faible en présence de nickel, sont donc tout à fait en cohérence l'un avec l'autre.

La structure de dislocations est homogène après recuit pour les alliages non dopés au bore (binaire et ternaire) En revanche, elle se présente sous la forme de parois de cellules dans les matériaux dopés au bore. Ceux-ci contiennent en outre de nombreux défauts plans dont la quantité augmente si l'alliage contient du nickel.

### IV.2. Déformation à température ambiante

Dans la gamme des températures inférieures à 300°C, dit « régime basses températures », les alliages FeAlB et FeAlNi4B ont une limite d'élasticité qui a un comportement normal : elle diminue légèrement lorsque la température augmente.

#### *IV.2.1. Mouvement des dislocations*

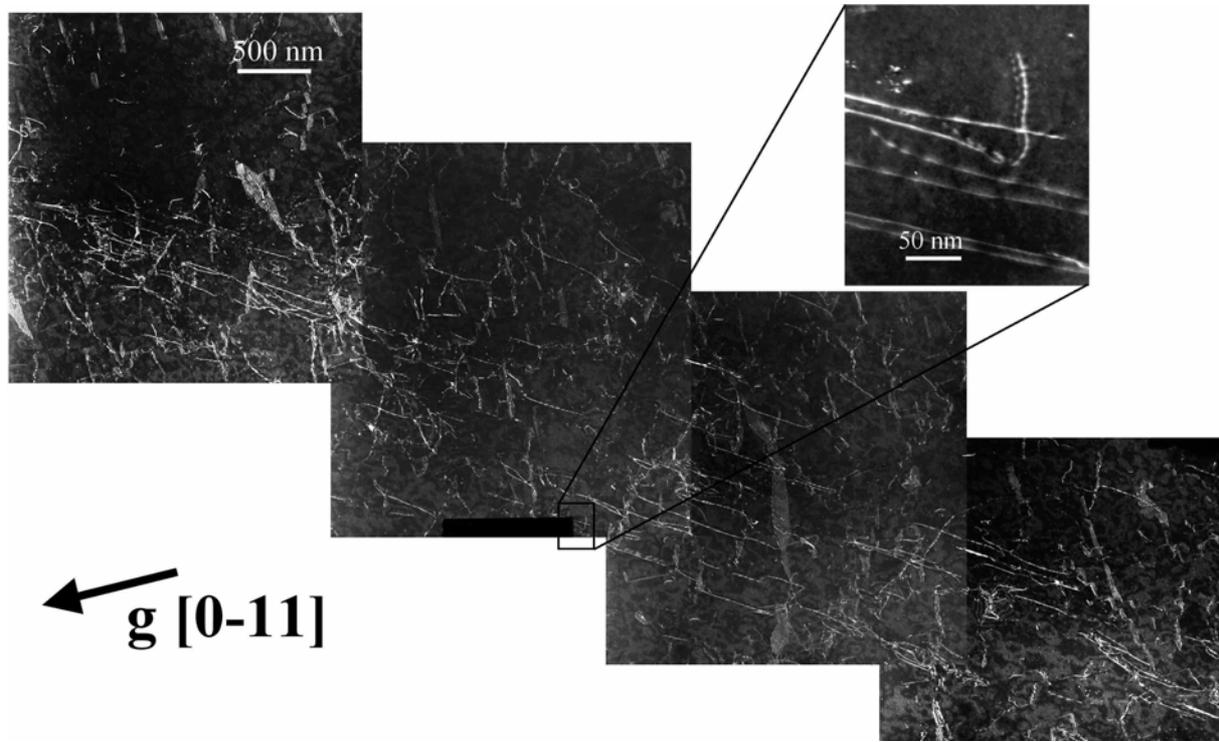


**Figure IV.7** : Structure de dislocations de l'alliage FeAlNi4B après traction *in situ* à température ambiante. Champ clair, axe de zone [001].

A température ambiante, les alliages binaire et ternaire dopés au bore (400 ppm) se déforment par une succession d'avalanches rapides de dislocations. Les enregistrements *in situ* montrent en effet que le glissement est saccadé. Pour les deux alliages monocristallins avec et sans nickel, les études *post mortem* des lames ayant subi l'essai de traction *in situ*, montrent la localisation de la déformation **Figure IV.7** : le glissement des dislocations se produit dans des bandes au sein desquelles de nombreux débris (flèches) sont observés. En outre les dislocations sont clairement étirées dans une direction privilégiée.

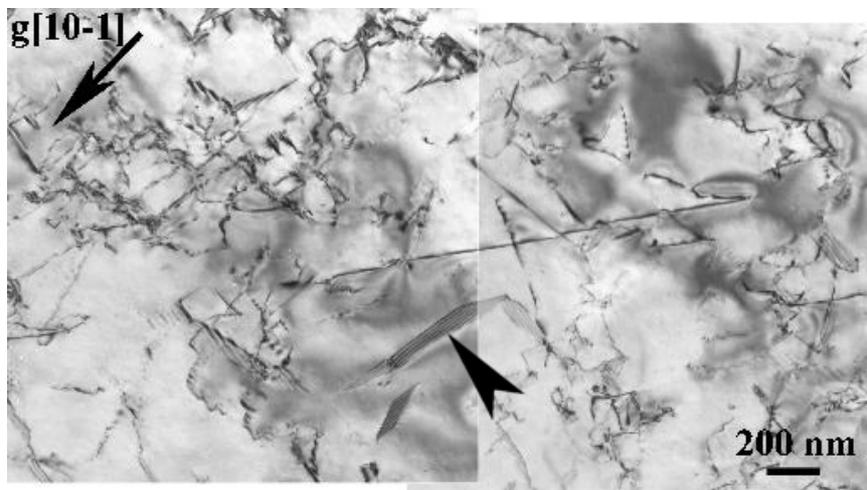
Nous pouvons compléter ces observations *in situ* ou issues des essais *in situ*, par l'étude *post mortem* de la microstructure de déformation obtenue après compression uniaxiale à température ambiante de l'alliage FeAlNi4B. Les éprouvettes dont sont extraites les lames étudiées ont subi une déformation permanente de l'ordre de 2 à 4 %. Nous constatons, conformément aux résultats exposés ci-

dessus, que la structure de dislocations résultante n'est pas plus homogène, **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** En effet le glissement s'est localisé dans des bandes au sein desquelles nous retrouvons des



**Figure IV.8:** Bande glissement observée dans FeAlNiB recuit déformé à température ambiante en compression uniaxiale. Champ sombre faisceau faible ( $g, 4g$ ) en axe de zone [011].

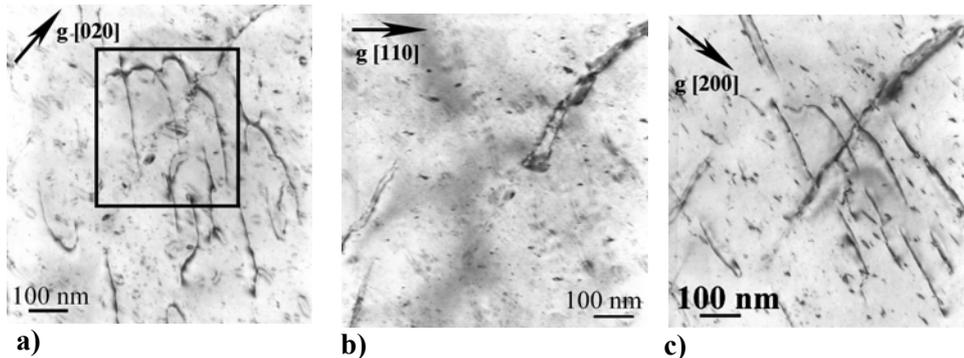
dislocations encore plus fortement allongées. En dehors de ces bandes, **Figure IV.9**, et dans des zones plus minces de la lame, la distribution de dislocations est plus homogène. A l'évidence il s'agit d'une zone où la déformation a été très limitée puisque la plupart des dislocations ne présentent pas de courbure caractéristique de leur ligne permettant de supposer qu'elles aient glissé.



**Figure IV.9:** Zone de non localisation de la déformation, alliage ternaire FeAlNi4B, sollicité en compression uniaxiale à température ambiante. Champ clair, axe de zone [101].

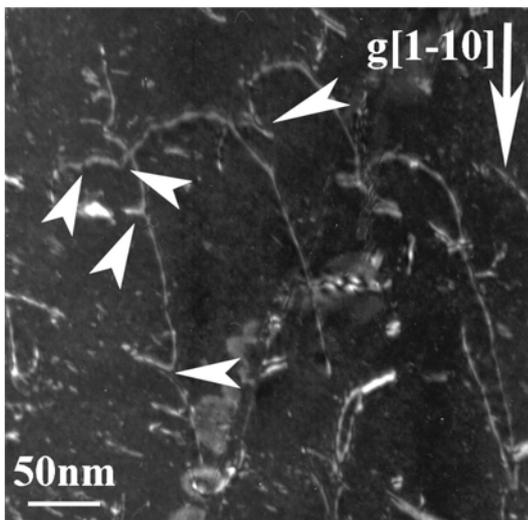
Notons enfin que l'existence de bandes de glissement mises en évidence sur les études *post mortem* confirme le caractère « avalancheux » du mouvement des dislocations observé sur les enregistrements *in situ*.

### IV.2.2. Caractérisation des dislocations



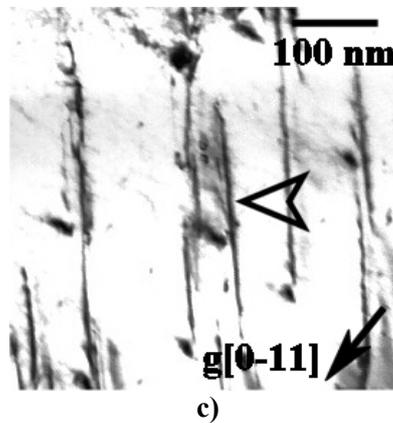
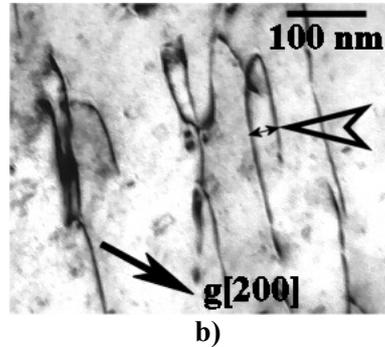
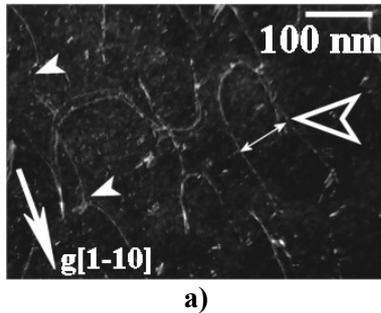
**Figure IV.10:** Localisation de la déformation à température ambiante pour l'alliage FeAlNi4B Champ clair, axe de zone [001]. Indexation des dislocations de la bande de glissement : superdislocations  $\langle 111 \rangle$  étirées selon leur caractère vis.

Après traction *in situ* ou compression uniaxiale et pour les deux alliages étudiés, l'indexation des dislocations montre que ce sont des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  qui accommodent la déformation. En accord avec la bibliographie [14, 31, 81, 97] elles sont étirées selon leur caractère vis et glissent préférentiellement dans des plans de type  $\{110\}$ . Un exemple d'indexation est donné sur la **Figure IV.10** pour l'alliage FeAlNi4B. Le critère d'invisibilité appliqué aux vecteurs de diffraction disponibles ne permet pas une identification immédiate. En revanche le complément d'information fourni par la **Figure IV.11** confirme qu'il s'agit bien de superdislocations  $\langle 111 \rangle$  : elles sont dissociées.



**Figure IV.11:** Dissociation des dislocations, agrandissement de la zone encadrée **Figure IV.10a)** FeAlNi4B sollicité en traction *in situ*. Champ sombre, faisceau faible ( $g, 3g$ ), axe de zone [001].

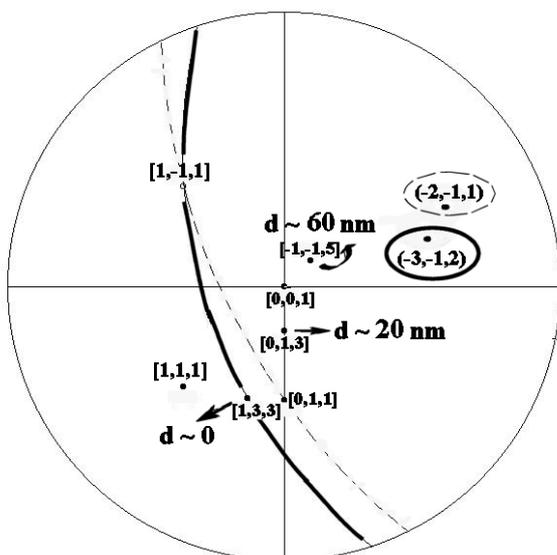
Les plans de glissement  $\{110\}$  ne sont pas les seuls, mais ils sont les plus fréquents. Beaucoup plus rarement le glissement sur des plans  $\{123\}$  ou  $\{112\}$  est observé. Par exemple dans le cas présenté **Figure IV.12**, pour déterminer le plan de glissement de la dislocation indiquée par une flèche ouverte, nous avons utilisé une méthode basée sur l'écartement entre les brins (annexe A.I) Cette dislocation est allongée selon son caractère vis avec pour vecteur



**Figure IV.12:** Détermination du plan de glissement. Alliage FeAlB sollicité en traction *in situ*. Champ clair, **a)** axe de zone  $[11-5]$ , **b)** axe de zone  $[013]$  et **c)** axe de zone  $[133]$ .

de Burgers  $[1-11]$ . Sur les trois plans de coupe utilisés, l'écartement entre les brins varie considérablement : de 60 nm environ (cliché **a**) en axe de zone  $[11-5]$ , à quasiment 0 nm (cliché **c**) en axe de zone  $[133]$ , en passant par 20 nm (cliché **b**) en axe de zone  $[013]$ . Sur la projection stéréographique **Figure IV.13** les différents plans de glissement possibles sont représentés. L'analyse de ces données montre que le plan de glissement de cette dislocation n'est pas de type  $\{110\}$ . Compte-tenu de nos

observations, deux plans de glissement peuvent être considérés :  $(21-1)$  et  $(31-2)$  Ce dernier est considéré comme un plan minoritaire de glissement, mais semble être le plus probable des deux dans la mesure où le cliché **c**) a été pris en axe de zone  $[133]$ .



**Figure IV.13:** Projection stéréographique présentant les différents plans compatibles avec le glissement d'une superdislocation  $\langle 111 \rangle$  et les écartements entre brins mesurés sur les différents plans de coupe étudiés.

En ce qui concerne les débris, nous avons observé qu'ils ne sont pas en contraste sur les enregistrements de la déformation *in situ* à température ambiante. Ils ne constituent pas des obstacles localisés en tant que tels mais semblent résulter du glissement des dislocations par double décrochement : les dislocations des bandes de glissement présentent en effet des festons caractéristiques (flèches blanches **Figures IV.11 et IV.12a**)

Conformément à ce que prédit la théorie élastique des dislocations (la répulsion entre deux dislocations de nature coin est supérieure à celle de deux dislocations vis), la dissociation des superdislocations est peu ou pas visible selon le caractère vis des superdislocations. De plus il semble que la distance entre superpartielles dissociées est plus importante dans l'alliage binaire que dans le ternaire. En effet d'un point de vue qualitatif et en projection, la largeur de dissociation est systématiquement plus grande pour les superdislocations de FeAlB que pour celles de FeAlNi4B, comme le montre la comparaison de la **Figure IV.11** avec la **Figure IV.12a**)

L'évaluation quantitative de la séparation entre superpartielles dans les deux alliages, nécessite au préalable de déterminer le plan de glissement des dislocations que nous allons étudier. A température ambiante, l'activation thermique n'est pas suffisante pour promouvoir la dissociation des superdislocations par montée : la dissociation a donc lieu dans le plan de glissement. Al'aide de considérations géométriques analogues celles présentées en annexe **A.I** (à propos de la détermination de plans de glissement par une méthode basée sur l'écartement entre les brins), il est possible de remonter à la largeur effective de dissociation **d** à partir de la largeur de dissociation **d<sub>m</sub>** mesurée dans le plan de projection: **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

$$\mathbf{d} = \mathbf{d}_m / (\sin\alpha \times \cos\beta) \quad (\text{éq.IV.1.})$$

où  $\alpha$  est l'angle entre la direction portée par **d** et la normale au plan de projection, et où  $\beta$  est l'angle entre la direction portée par la projection de **d** et la direction portée par **d<sub>m</sub>**. Dans l'alliage binaire FeAlB et pour les brins non-vis, nous obtenons une valeur moyenne de la largeur de dissociation de l'ordre de 12-14 nm lorsque les plans de glissement des superdislocations ont pu être déterminés. Dans les cas où ils ne l'ont pas été, nous remarquons qu'en nous plaçant systématiquement dans le plan de projection sur lequel la distance de dissociation projetée est maximale, **d'** est de l'ordre de 10-12 nm. Cela implique une distance réelle, dans le plan de dissociation, supérieure à 10 nm ; il paraît raisonnable de penser que la distance réelle de dissociation est de l'ordre de 12 à 14 nm. Cette valeur est assez conforme avec les déterminations expérimentales relevées dans la littérature, comme le montre la synthèse de ces valeurs dans le **Tableau IV.1**. Notons aussi que la dernière valeur du tableau, bien qu'inférieure aux précédentes, reste en accord qualitatif avec celles-ci puisqu'il s'agit

d'une mesure sur la partie vis des dislocations. Pour l'alliage FeAlNi4B, nous avons utilisé la

**Tableau IV.1** : Largeur de dissociation de superdislocations relevées dans la littérature.

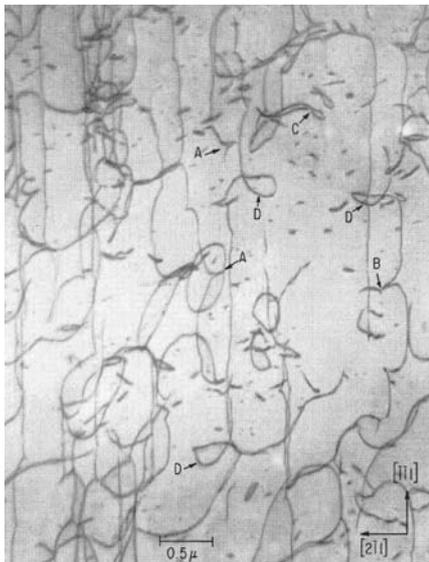
Alliage	Dislocation	$d_{APB}$	conditions	Ref.
FeAl35 B2	<111> coin	8 - 10	Température ambiante – n.p.	[177]
FeAl40	<111> coin	7	Température ambiante – n. p.	[178]
FeAl40-100B	<111> coin	10	300°C, régime basses températures - plan de dissociation	[97]
FeAl40	<111> vis	3,5	Température ambiante – n.p.	[159, 161]

« n.p. » : le plan dans lequel a été effectuée la mesure est non précisé

même procédure que précédemment et nous aboutissons à une largeur de dissociation effective de l'ordre de 7-9 nm<sup>\*</sup>. La conclusion que nous pouvons en tirer est que l'addition de 3,8 % de nickel à FeAlB conduit à une diminution sensible de la distance entre superpartielles :

$$\frac{d_{APB}^{0Ni}}{d_{APB}^{4Ni}} \approx 1,6 \quad (\text{éq.IV.2.})$$

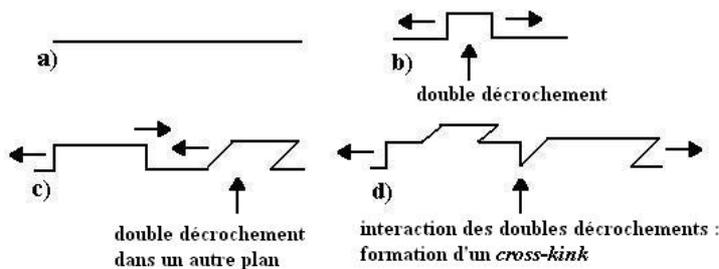
Les caractéristiques des dislocations accommodant la déformation, longues vis droites festonnées, ainsi que la présence de débris, rappellent tout à fait le glissement basses températures des métaux cubiques centrés [179-182]. Low et Turkalo [179] ont étudié la



**Figure IV.14** : Microstructure de déformation à température ambiante d'un alliage Fe-Si. Traînées de dipôles en A, constriction des brins de dipôles B et C, sources à un pôle issue de supercrans en D. Champ clair, axe de zone [011], g [0-11]. D'après [179].

\* Pour les plages où la détermination du plan de glissement n'a pas abouti, la largeur de dissociation en projection est, au maximum, sur les plans de coupe étudiés, de l'ordre de 4-5 nm.

structure de dislocations d'un mono-cristal Fe-Si déformé à température ambiante, **Figure IV.14**. Ils suggèrent que les débris et les festons qu'ils observent, sur les dislocations vis essentiellement, résultent (**Figure IV.15**) de la formation de crans (« *cross-kink* ») lorsque deux doubles décrochements, ayant eu lieu dans des plans différents, se rencontrent. Ce mécanisme a été confirmé depuis pour le glissement basses températures des **c.c.** à forte friction du réseau : ces crans agissent comme des obstacles au glissement des dislocations vis.

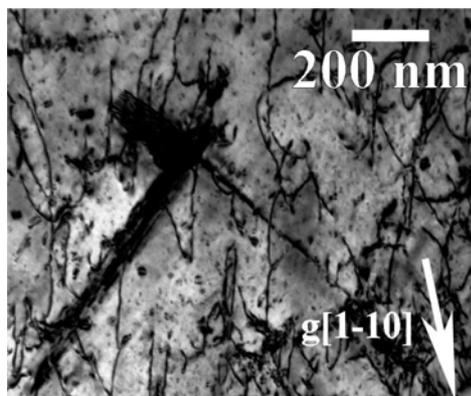


**Figure IV.15** : Formation et propagation de double décrochements et création de « *cross-kinks* ».

Compte-tenu de la structure cristallographique de nos alliages, ordonnée B2, et du fait que ces débris ne sont plus présents pour des températures supérieures à l'ambiante, nous pouvons raisonnablement conclure que les débris, crans et festons que nous observons résultent des mécanismes décrits par Low et Turkalo [179].

### IV.2.3. Autres défauts présents

Malgré leur caractère peu représentatif, notons la présence, dans l'alliage FeAlB déformé *in situ*, d'enchevêtrements de dislocations, **Figure IV.16**. Ceux qui sont illustrés sur



**Figure IV.16** : Enchevêtrements de dislocations dont la configuration rappelle celle des « parois » issues du recuit d'élimination des lacunes. Alliage FeAlB déformé en traction *in situ*.

cette figure constituent l'unique cas rencontré lors de l'étude de cette lame. De plus, quel que soit le plan de projection ces enchevêtrements conservent une épaisseur non-négligeable, c'est-à-dire que ce ne sont pas des configurations planaires. Selon la même procédure que celle utilisée plus haut, **IV.1.2**, nous pouvons déterminer la direction de l'axe longitudinal :

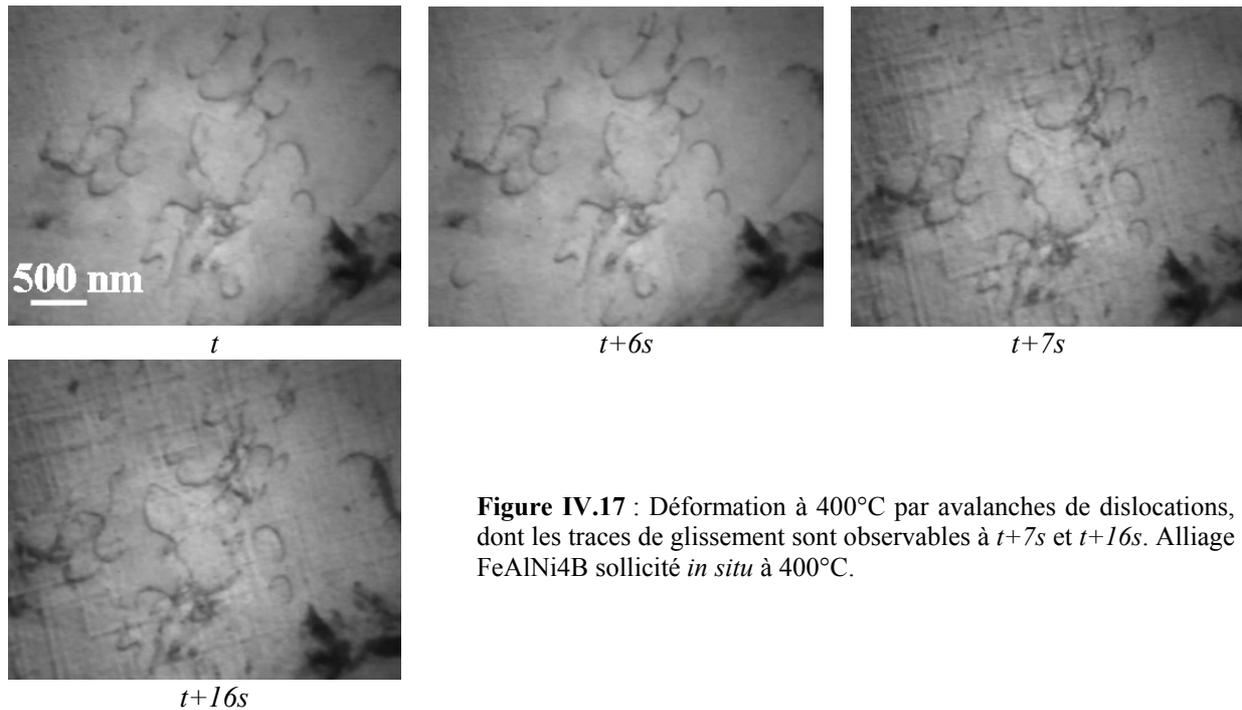
elle a pour vecteur [0-11]. Nous remarquons donc que ces configurations possèdent des caractéristiques similaires à celles des « parois » de cellules identifiées dans l'alliage recuit équivalent. Il s'agit probablement de résidus de ces parois. Nous n'avons pas identifié ce type de défauts lors de l'étude *post mortem* de la lame déformé *in situ* de l'alliage ternaire. Mais compte-tenu de la rareté de ceux que nous avons observés pour FeAlB, nous ne pouvons pas affirmer qu'ils n'existent pas dans l'alliage ternaire. Les défauts plans sont toujours présents dans l'alliage FeAlNi4B déformé par compression uniaxiale. Nous les observons tant dans les régions de localisation de la déformation qu'en-dehors de celles-ci. Ils sont caractérisés par un contraste en franges et un plan d'habitat de type {100} (**Figure IV.9**)

L'alliage binaire et le ternaire présentent tous deux une localisation de la déformation et un système de glissement actif mettant en jeu des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  étirées selon la direction vis dans des plans de type {110}. A l'échelle des dislocations cependant, une caractéristique différencie les deux alliages. En accord avec la bibliographie [159, 161], une distance entre superpartielles plus élevée pour FeAlB que pour FeAlNi4B a été observée.

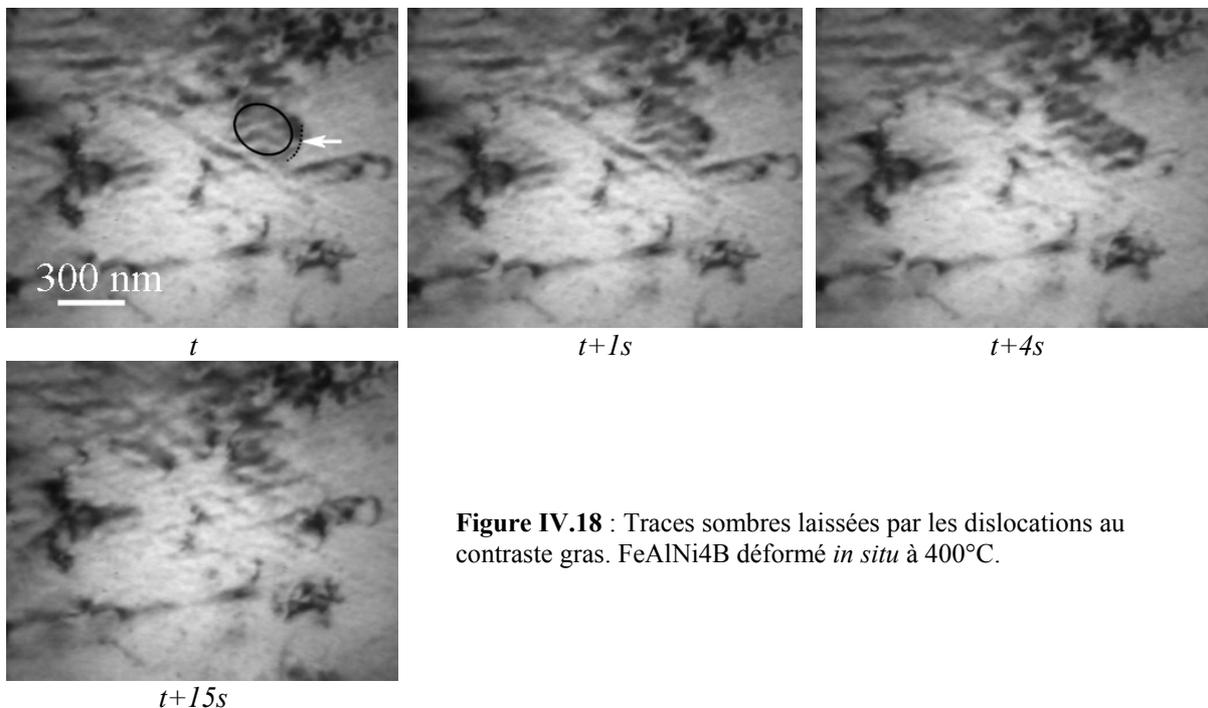
### **IV.3. Déformation dans le domaine d'anomalie**

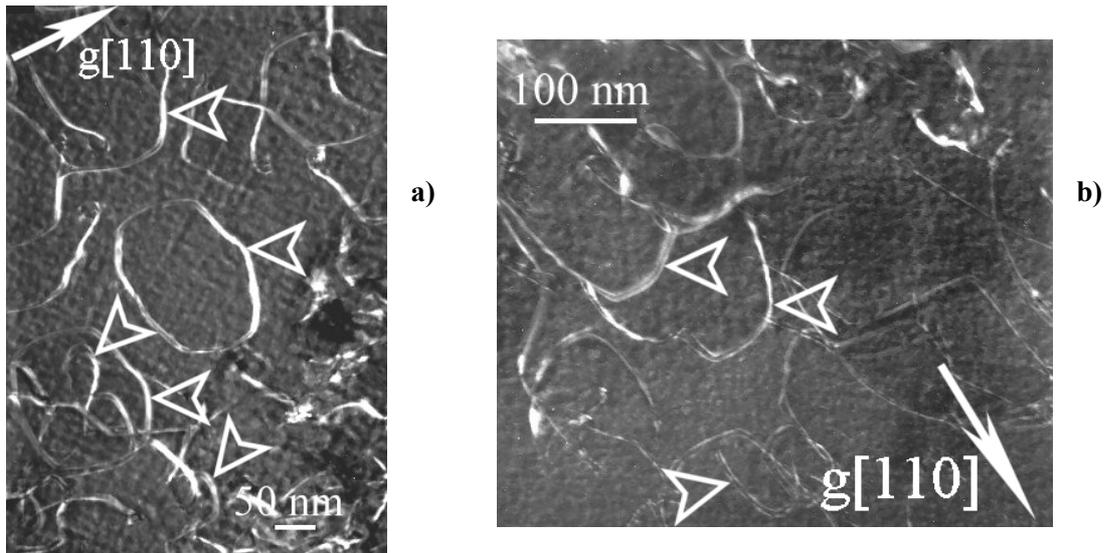
#### ***IV.3.1. Mouvement des dislocations***

A 400°C, pour l'alliage monocristallin FeAlNiB, les dislocations bougent de façon individuelle et la déformation par avalanches, observée à température ambiante, a quasiment disparu. A la différence de la déformation à température ambiante, les rares avalanches qui se produisent (**Figure IV.17**) n'ont pas lieu dès le début de l'essai, mais après un certain taux de déformation [144]. Dans l'intervalle des 6s qui séparent les deux premières images de la séquence ci-dessous (**Figure IV.17**), le mouvement des dislocations est très lent. Dans la seconde qui suit, une localisation de la déformation a lieu par le biais d'avalanches intenses qui se produisent sur deux systèmes de glissement. L'émergence des dislocations des avalanches à la surface de la lame produit deux systèmes de traces de glissement. Ces avalanches (localisations) peuvent être expliquées par une sensibilité très faiblement positive de la contrainte à la vitesse de déformation dans le domaine d'anomalie [144].



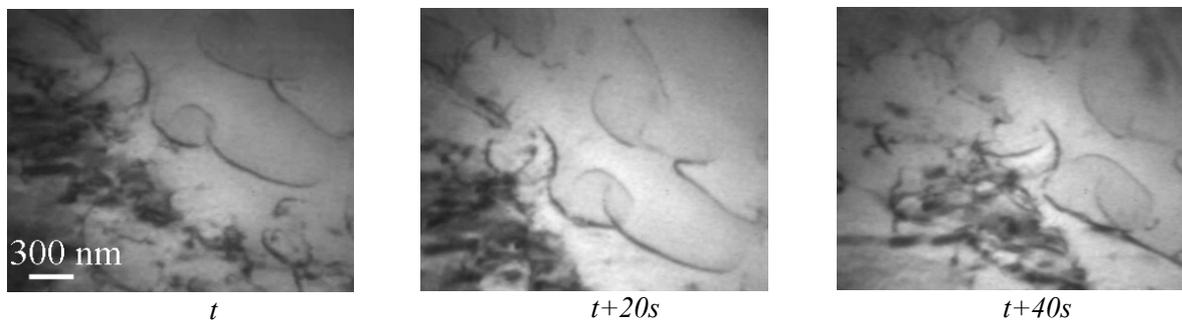
En début de déformation nous assistons à un glissement des dislocations par le biais de processions. Au sein de ces processions les dislocations se meuvent par une alternance de glissements visqueux et de sauts. Dans leur déplacement, les dislocations dont le contraste est très gras laissent de nombreuses traces sombres derrière elles, **Figure IV.18**. Ces traces ont une durée de vie de quelques secondes et ne sont donc pas observables *post mortem*. Le contraste très gras de ces dislocations suggère un caractère coin de la ligne.





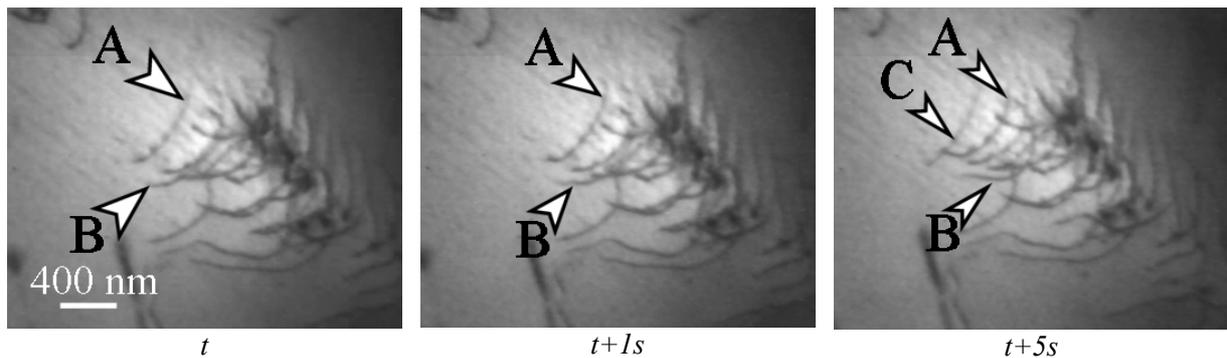
**Figure IV.19** : Boucles anisotropes de superdislocations dans l'alliage FeAlNi4B sollicité en traction *in situ* à 400°C. Champ sombre, faisceau faible ( $g$ ,  $4g$ ), axe de zone [001]. Clichés, **a)** *in situ* et **b)** *post mortem* (sur la même lame déformée au préalable *in situ*)

A 400°C toujours, nous avons aussi pu observer des boucles anisotropes (photographiées *in situ* et *post mortem*, **Figure IV.19 a)** et **b)** respectivement) Le vecteur de diffraction utilisé est de type  $\langle 110 \rangle$  : il ne s'agit donc pas d'un contraste double mais clairement d'une dissociation. Nous pouvons donc conclure que ce sont des boucles de superdislocations  $\langle 111 \rangle$ . La présence de boucles de diverses tailles, flèches ouvertes, indique qu'elles participent à la déformation en s'étendant sous l'action de la contrainte.



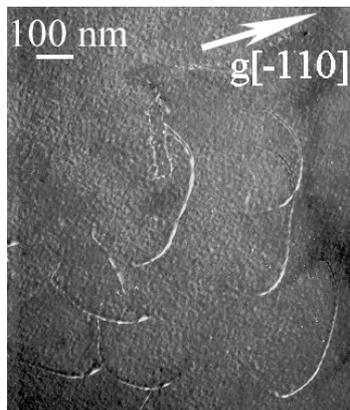
**Figure IV.20** : Extension de boucles anisotropes. Illustration pour FeAlB sollicité en traction *in situ* à 500°C.

A 500°C, nous avons une confirmation de la participation de ces boucles à la déformation, pour les deux alliages sollicités *in situ* (**Figure IV.20**) Cette séquence met aussi en évidence un changement au niveau du mode déformation : le glissement des dislocations est visqueux, les saccades encore observées à 400°C ou bien les avalanches de dislocations n'ont plus lieu. Nous assistons en effet à des processions de dislocations comme cela est illustré sur la **Figure IV.21**. Les dislocations issues des nombreuses sources que nous avons pu observer viennent peu à peu s'empiler. L'arrivée d'une première dislocation A au temps  $t$  provoque l'accentuation de la courbure d'une dislocation B en avant dans l'empilement aux



**Figure IV.21** : Procession de dislocations. Alliage FeAlNi4B sollicité en traction *in situ* à 500°C.

temps  $t+1s$  et  $t+5s$ . La dislocation C ( $t+5s$ ) ne glisse pas dans le même plan que A et B et l'effet qu'elle produit en avant dans l'empilement est masqué par la densité de dislocations. Grâce à une observation statique d'une autre procession (**Figure IV.22**) ces dislocations, clairement dissociées à proximité de la surface, ont pu être identifiées comme des superdislocations.



**Figure IV.22** : Procession de superdislocations (dissociées) analogue à celle observée **Figure IV.21**. Alliage FeAlNi4B sollicité en traction *in situ* à 500°C. Champ sombre, faisceau faible ( $g$ ,  $4g$ ), axe de zone  $[001]$ .

Enfin, après un certain taux de déformation à 500°C, nous observons la formation, la croissance et la propagation de boucles de dislocation très anisotropes, **Figure IV.23**. Ces dislocations ont l'aspect « d'épingles à cheveux » très allongées (« *hairpins* » dans la bibliographie) Une plastification importante semble être nécessaire à leur création puisque nous avons essentiellement observé la formation de ces *hairpins* à proximité de têtes de fissure. La séquence illustrée ici est prise sur un des côtés d'une fissure lors de l'essai de traction *in situ* effectué à 500°C sur l'alliage FeAlNi4B. Juste en avant d'une telle fissure, l'activité de ces dislocations est très intense. Le développement des *hairpins* se fait dans la direction et le sens d'ouverture de la fissure. Nous n'avons pas retrouvé ces « *hairpins* » lors des études *post mortem* sur cette même lame, mais ce sont vraisemblablement des dislocations  $\langle 110 \rangle$  fortement étirées selon leur composante coin. En effet, des dislocations en tout point similaires ont été observées et indexées comme telles à une température proche de celle du pic (section suivante, **IV.4.2**), conformément à des travaux antérieurs [35].

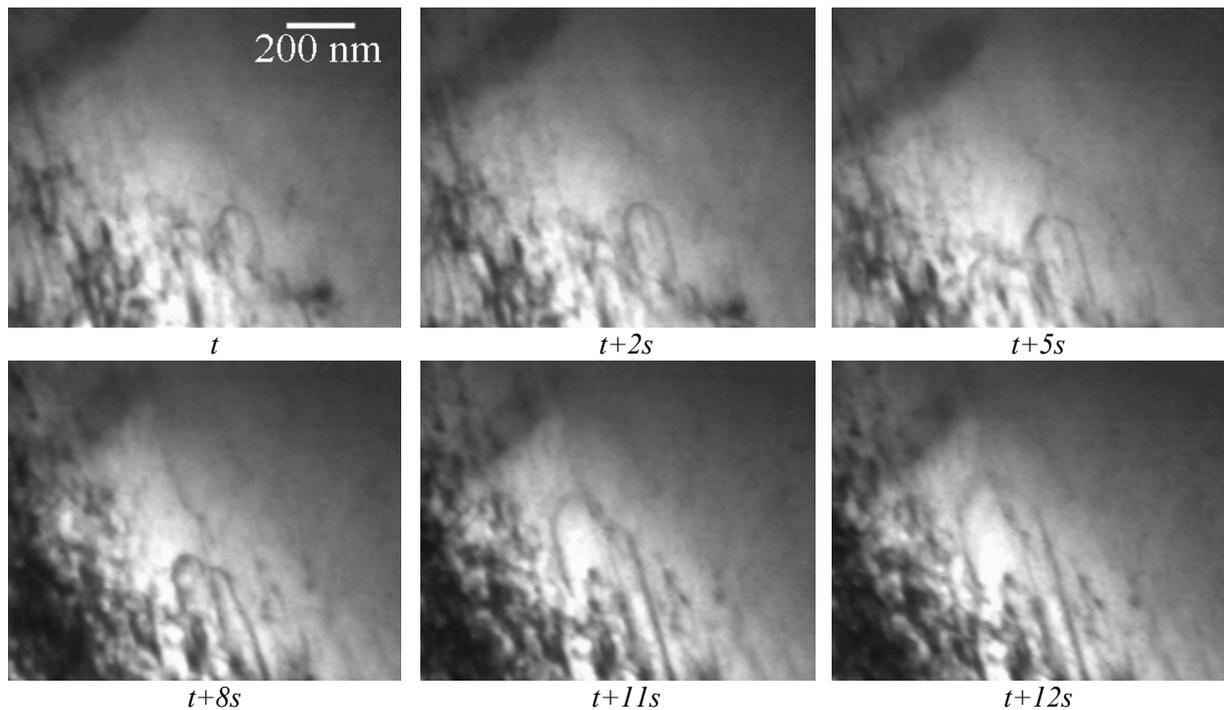


Figure IV.23 : Formation et propagation de boucles très anisotropes. Alliage FeAlNi4B déformé *in situ* à 500°C.

### IV.3.2. Caractérisation des dislocations

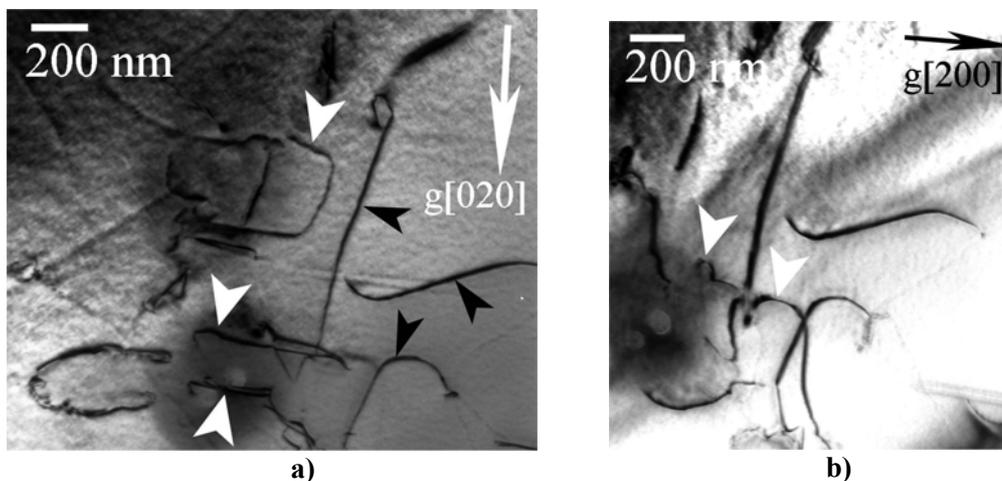


Figure IV.24 : Deux populations de dislocations accommodent la déformation à 500°C : des superdislocations et des ordinaires. Alliage FeAlB déformé en traction *in situ* à 500°C. Champ clair, axe de zone [001].

Si l'étude *post mortem* de la lame déformée *in situ* à 500°C de l'alliage FeAlB ne nous a pas permis de retrouver les configurations de boucles anisotropes, les zones accessibles à l'indexation montrent que les superdislocations ne sont plus les seules à accommoder la déformation, **Figure IV.24**. En effet, le critère d'invisibilité nous montre que les dislocations indiquées par des flèches blanches ne peuvent être des superdislocations : elles sont invisibles pour des vecteurs de diffraction de type  $\langle 020 \rangle$ . Sans pouvoir aller plus loin, nous pouvons

affirmer qu'à cette température la transition de système de glissement a lieu puisque des direction de glissement différentes de  $\langle 111 \rangle$  font leur apparition :  $\langle 100 \rangle$  et/ou  $\langle 110 \rangle$ .

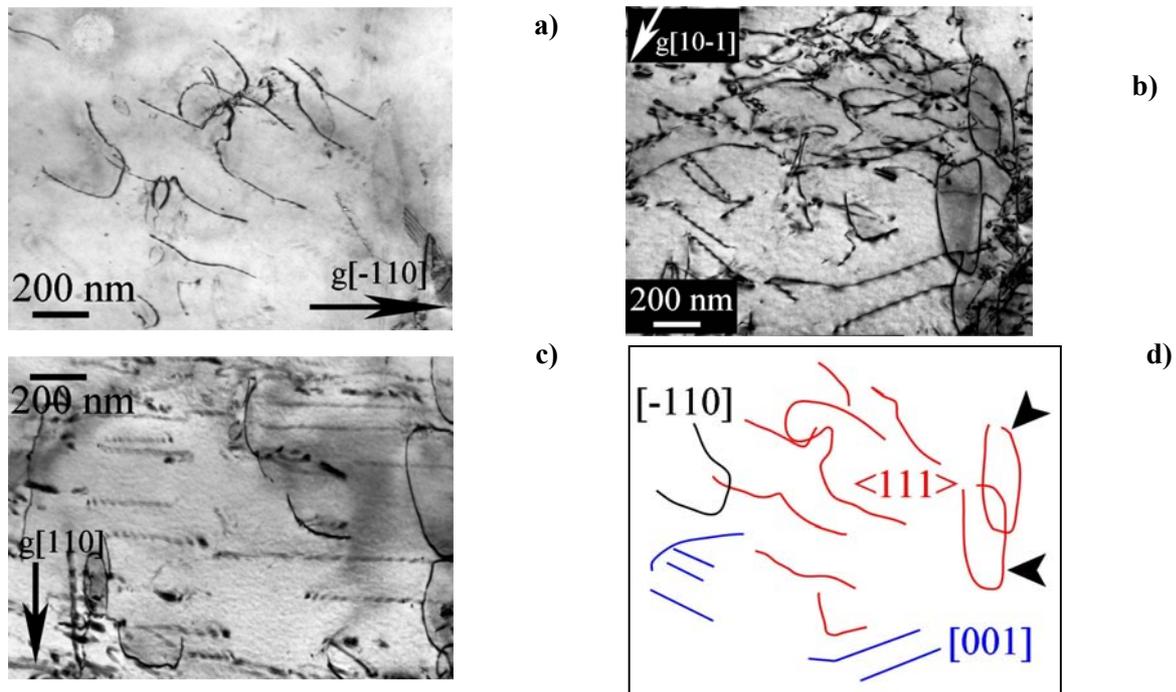
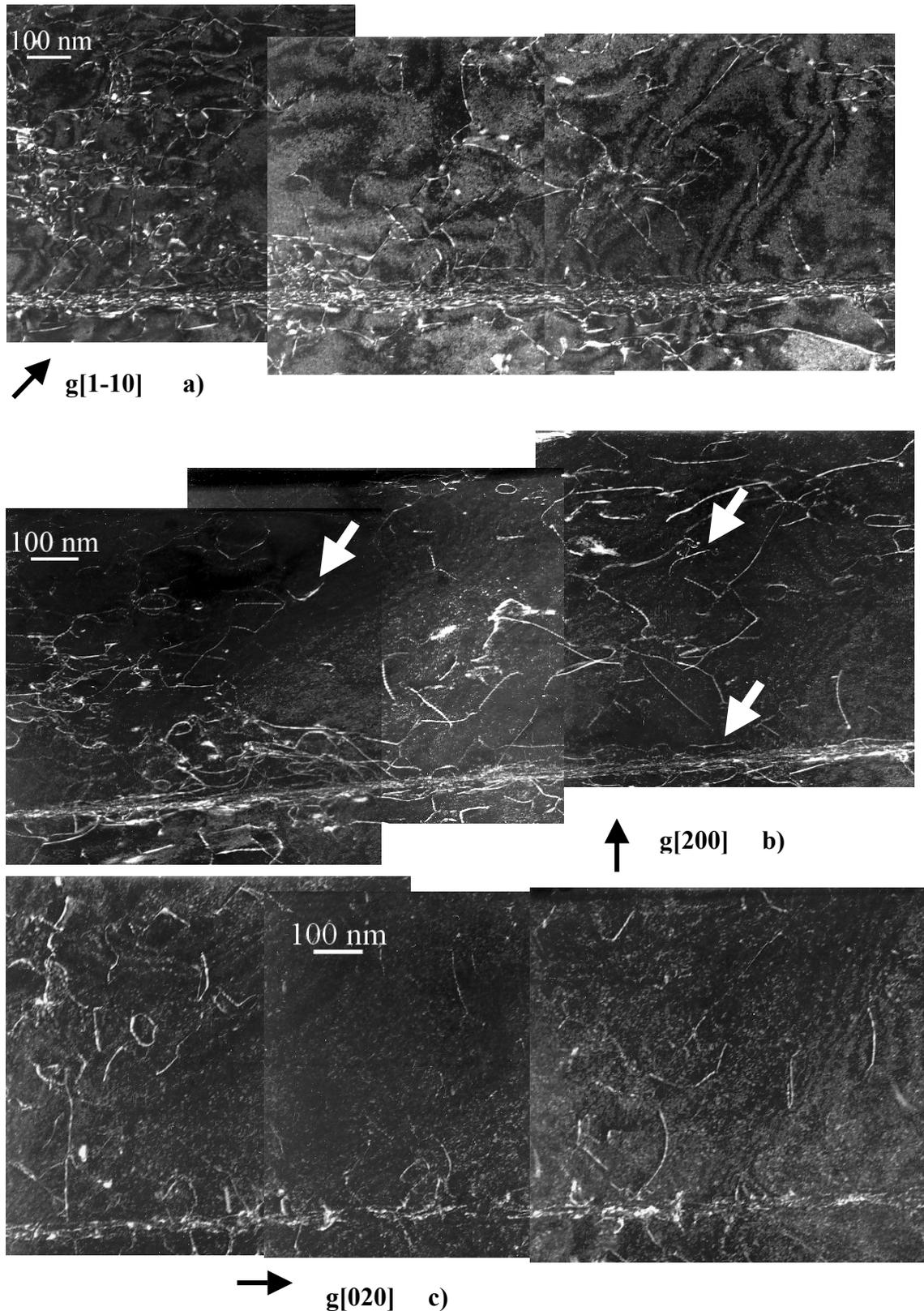


Figure IV.25 : Indexation de dislocations la zone encadrée Figure IV.27.

La microstructure de déformation de l'alliage FeAlNi4B après compression uniaxiale à 550°C (Figure IV.25) renforce la conclusion précédente : outre les superdislocations  $\langle 111 \rangle$ , des dislocations  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  sont présentes (schéma d)) En effet, les dislocations en contraste pour  $g = [-110]$  (a)), sont invisibles pour des vecteurs de diffraction égaux à  $[10-1]$  et  $[110]$  (b) et c) respectivement) Il s'agit donc bien de superdislocations de vecteur de Burgers  $[1-11]$ . Bien que courbes, signe de leur activation pendant la déformation, les  $\langle 111 \rangle$  sont plutôt étirées selon leur caractère vis : les boucles anisotropes allongées dans la direction vis indiquée par des flèches noires sur le schéma de la Figure IV.25 appartiennent à un autre système de glissement. En revanche, les dislocations rectilignes en contraste pour  $g = [10-1]$  sont hors contraste  $g = [-110]$  (a) et en contraste résiduel pour  $g = [110]$  (c) : ce sont donc des  $[001]$ . Les lignes des dislocations  $[001]$  rectilignes se trouvent à 40-45° de la direction coin. Ce ne sont vraisemblablement pas des dislocations issues de la condensation des lacunes lors du recuit puisque nous avons vu (IV.1) que les dislocations  $\langle 100 \rangle$  résultant de l'élimination des lacunes sont systématiquement de caractère coin pur.

A 600°C la microstructure de déformation subit une importante évolution : l'activation du glissement des dislocations  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  devient très nette, Figure IV.26. La plupart des dislocations de la zone étudiée sont en effet mises hors contraste par le vecteur de diffraction  $[200]$  et/ou celui d'indices  $[020]$ . Les quelques dislocations qui ne sont pas dans ce

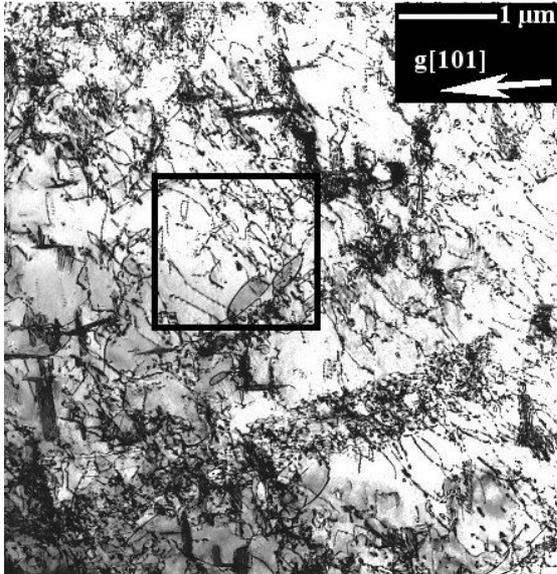


**Figure IV.26** : Microstructure de déformation de l'alliage FeAlNi4B, sollicité en compression uniaxiale à 600°C. Les dislocations ordinaires,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ , sont majoritaires. Champ sombre, faisceau faible ( $g$ , 4 $g$ ), axe de zone  $[001]$ .

cas, et dont l'indexation a montré que leur vecteur de Burgers est de type  $\langle 111 \rangle$ , sont indiquées par des flèches blanches. Les dislocations ordinaires sont nettement majoritaires sur

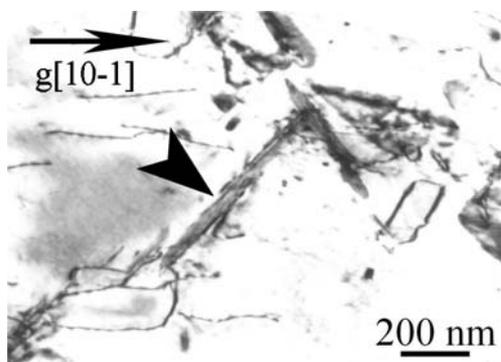
les plages étudiées, par rapport aux superdislocations  $\langle 111 \rangle$ . Parmi les dislocations ordinaires, nous retrouvons des  $\langle 100 \rangle$  et aussi, plus rarement, des  $\langle 110 \rangle$ .

### IV.3.3. Autres défauts présents



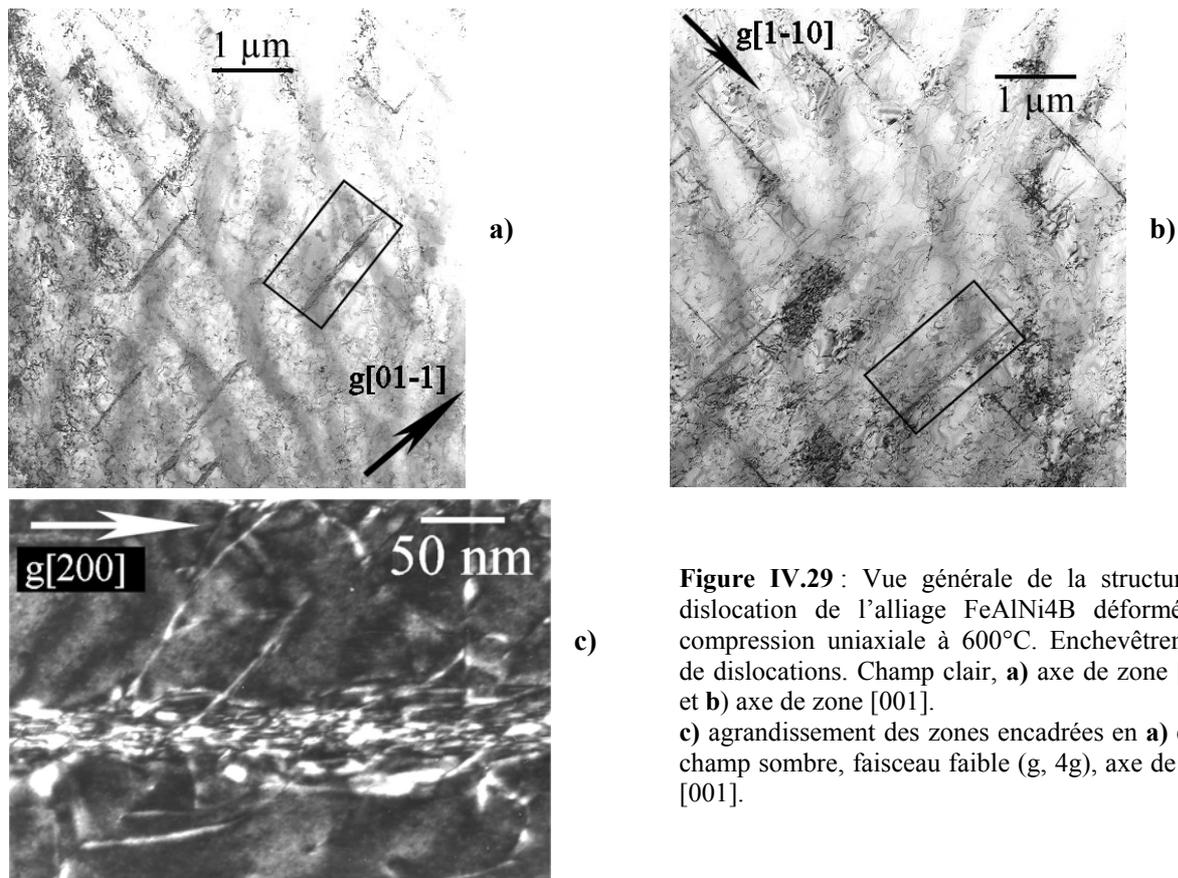
**Figure IV.27** : Microstructure de déformation de l'alliage FeAlNi4B déformé en compression uniaxiale à 550°C. Vue représentative à faible grandissement. Observation de résidus de parois de cellule issues du recuit soulignés par des traits noirs. Champ clair, axe de zone [101]. La zone encadrée correspond à l'indexation de la **Figure IV.25**.

Nous venons de voir que la déformation est accommodée de façon très différente dans cette gamme de température par rapport au régime basse température : le glissement des dislocations est moins saccadé et plus visqueux. Cependant, nous notons une similitude entre les deux microstructures. Elle concerne la présence des défauts mentionnés à la section **IV.1.2**. En effet, après déformation par compression uniaxiale à 550°C de l'alliage FeAlNi4B, nous constatons la permanence d'enchevêtrements denses de dislocations délimités par des traits noirs sur la **Figure IV.27**. Ces enchevêtrements sont très semblables à ceux qui constituent les parois de cellules observées après recuit. Il s'agit là, vraisemblablement, de résidus de ces parois qui n'ont pas été cisailés par la déformation. Nous pouvons aussi relever



**Figure IV.28** : Microstructure de déformation de l'alliage FeAlNi4B, sollicité en compression uniaxiale ( $10^{-2}\text{s}^{-1}$ ) à 550°C. Observation de défauts plans (flèche) probablement issus du recuit d'élimination. Champ clair, axe de zone (001),  $g[-110]$ .

la présence de défauts plans, avec leur contraste en franges caractéristique, dont les plans d'habitat sont de type  $\{100\}$ , **Figure IV.28**. De plus, dans les plages étudiées de l'alliage polycristallin FeAlNi4B après déformation à 600°C (**Figure IV.29**), des enchevêtrements de dislocations, qui diffèrent pourtant des précédents par au moins deux caractéristiques, sont présents. Tout d'abord, leur épaisseur limitée permet de les positionner, par rotation de la lame, parallèlement au faisceau : ils sont donc planaires. Leur plan d'habitat est d'ailleurs de type  $\{100\}$ . Si nous rapprochons la forme et les dimensions de ces défauts des caractéristiques morphologiques des précipités intragranulaires mis en évidence au chapitre précédent, l'hypothèse que nous pouvons émettre est que ces enchevêtrements pourraient être des dislocations géométriquement nécessaires à l'interface non-cohérente précipité-matrice. Bien que la coïncidence morphologique soit frappante, ce raisonnement reste cependant à l'état d'hypothèse.

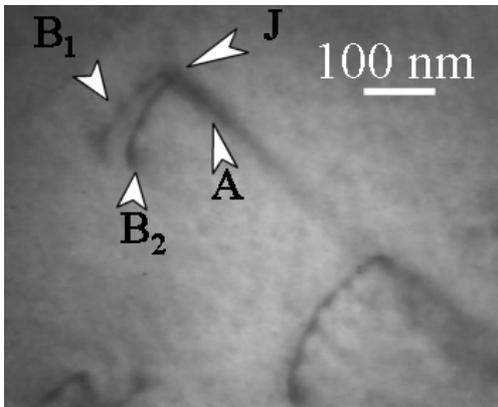


**Figure IV.29** : Vue générale de la structure de dislocation de l'alliage FeAlNi4B déformé par compression uniaxiale à 600°C. Enchevêtrements de dislocations. Champ clair, **a)** axe de zone [111] et **b)** axe de zone [001]. **c)** agrandissement des zones encadrées en **a)** et **b)**, champ sombre, faisceau faible ( $g$ ,  $4g$ ), axe de zone [001].

Les mécanismes de déformation semblent dépendre de l'avancement de la déformation et ne sont pas fondamentalement différents entre FeAlB et FeAlNi4B. En début d'essai, la déformation est assurée par des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  qui présentent souvent une forme anisotrope. Après un certain taux de déformation, à 500°C *in situ*, nous notons l'activation de « *hairpins* »  $\langle 110 \rangle$ . Les phénomènes de décomposition de superdislocations, dans les zones étudiées de l'alliage ternaire, n'ont pas été observés de façon flagrante. Cependant, l'activation massive de dislocations de type  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ , à mesure que la température de déformation s'approche de celle du pic, constitue un indice important de l'existence de la décomposition.

### IV.4. Déformation au niveau du pic

#### IV.4.1. *Mouvement des dislocations*

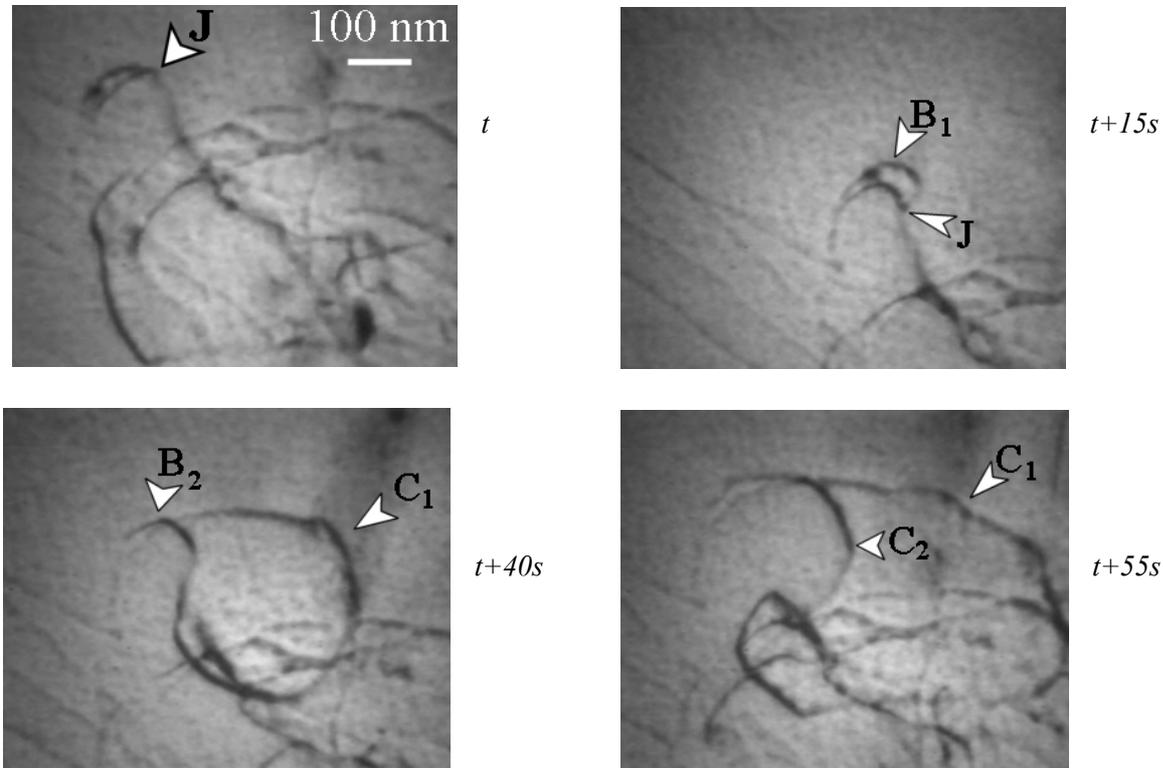


**Figure IV.30** : Configuration à 2 brins, FeAlNi4B sollicité *in situ* à 600°C.

A cette température, nous avons observé des configurations caractéristiques et plutôt inhabituelles : il s'agit de configuration à deux brins, **Figure IV.30**. Celle-ci est composée d'une partie longue au contraste gras et diffus (A) et de brins courts au contraste fin (B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub>). A, B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> sont joints au point J. Le contraste de la partie A est trop fort pour qu'il s'agisse d'une trace de glissement, c'est probablement la projection d'une ligne de dislocation. La propagation de B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> génère l'accroissement de la longueur de ligne de

la dislocation A. De plus, A est totalement sessile. Les deux brins B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> semblent glisser sur des plans sécants puisqu'ils laissent des traces de glissement différentes. En projection, B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> se trouvent parfois confondus l'un avec l'autre, parce qu'ils évoluent à des vitesses différentes et non constantes. Il arrive que l'un des brins, B<sub>1</sub> par exemple, s'ancre (pour des raisons pas toujours identifiées) Dans son mouvement, le second brin B<sub>2</sub> peut alors le débloquer en exerçant une forme de contrainte sur le point de jonction.

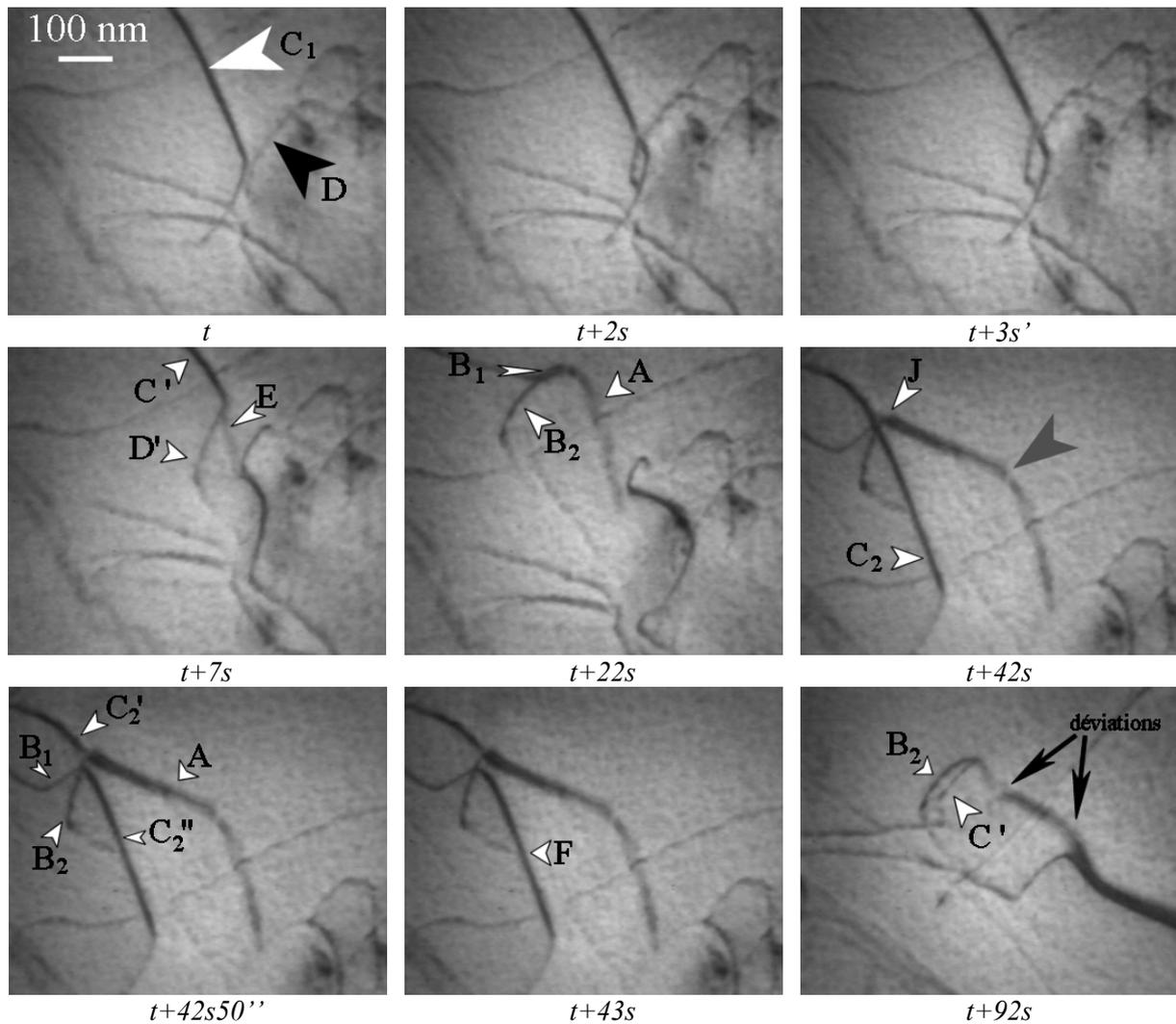
Plusieurs configurations du même type ont été observées ; cependant, dans la suite de cette section, les notations A (pour la dislocation sessile) et B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> (pour les deux brins) seront utilisées de manière représentatives pour clarifier le discours.



**Figure IV.31** : Blocage du point de jonction d'une configuration à deux brins puis déviation successive des deux brins : naissance de boucles anisotropes. Séquence de déformation *in situ* à 600°C de l'alliage FeAlNi4B.

Le mouvement d'une configuration à deux brins est présentée **Figure IV.31**. Cet ensemble se déplace jusqu'à ce que le point de jonction J se bloque. Ensuite, l'un des deux brins dévie (B<sub>1</sub> sur la **Figure IV.31** à  $t+15s$ ) et forme une boucle qui s'étend sous l'effet de la contrainte. Le brin B<sub>2</sub> reste quasiment immobile pendant toute la durée de la déviation de B<sub>1</sub> : ce n'est qu'à  $t+40s$  qu'il dévie à son tour pour former ensuite ( $t+55s$ ) une nouvelle boucle anisotrope. Nous noterons C<sub>i</sub> les boucles issues de la déviation des brins B<sub>i</sub>. Les lignes des dislocations C<sub>1</sub> et C<sub>2</sub> présentent des variations de contraste très marquées. Les parties des boucles ayant un contraste fin sont plus mobiles que celles au contraste gras. Les boucles prennent donc une forme anisotrope.

Si maintenant nous observons la propagation d'une boucle anisotrope analogue à C<sub>1</sub>, nous constatons qu'elle réagit souvent avec d'autres dislocations. L'exemple de la **Figure IV.32** montre deux types d'interactions possibles : (i) création d'une configuration à deux brins ; (ii) échange de brins avec une configuration à deux brins déjà existante. Au temps  $t$  sur la **Figure IV.32**, nous observons que la boucle C<sub>1</sub> s'approche progressivement d'une dislocation D, laquelle glisse nécessairement dans un plan sécant par rapport au plan de



**Figure IV.32** : Séquence illustrant une suite d'interactions entre boucles anisotropes ( $C_1$  et  $C_2$ ), dislocations isolées ( $D$ ) et configurations à deux brins ( $B_1$  et  $B_2$ ), voir le texte pour les détails. FeAlNi4B sollicité *in situ* à 600°C. Noter la différence contraste selon le caractère de la ligne des boucles.

glissement de  $C_1$ . En effet, elles n'interagissent pas au point où elles semblent se croiser en projection. Entre  $t+2s$  et  $t+3s$  les dislocations  $C_1$  et  $D$  interagissent. Leurs vecteurs de Burgers ne sont certainement pas égaux puisque leur réaction produit une nouvelle dislocation  $E$  au contraste gras et diffus, mieux visible à partir de  $t+7s$ . Le bilan des vecteurs de Burgers pour cette réaction nous conduit à l'égalité :

$$b_E = |b_{C_1} - b_D|.$$

Cette réaction entre  $C_1$  et  $D$  génère donc une configuration à deux brins, «  $C_1'$ - $D'$ - $E$  », bien visible pour  $t+22s$ . Bien que  $C_1'$  n'émerge pas à la surface de la lame, cette configuration est analogue à celles observées **Figures IV.31** et **IV.32**. Nous la noterons donc «  $B_1$ - $B_2$ - $A$  ».

Par la suite, nous remarquons l'augmentation de la longueur apparente de  $A$  par le glissement de  $B_2$  qui déplace donc le point de jonction  $J$ .  $A$  est sessile. Peu avant  $t+22s$   $B_2$  dévie dans le plan de glissement de la boucle  $C_1$  (le point de déviation est indiqué par une

flèche à  $t+42s$ ) Nous observons, en effet, entre  $t+22s$  et  $t+42s$ , que  $B_2$  « repousse »  $B_1$  par interactions élastiques.

Juste avant  $t+42s$ , une nouvelle boucle anisotrope  $C_2$  apparaît ; elle possède les mêmes caractéristiques de contraste et de forme que  $C_1$ . Entre  $t+42s$  et  $t+43s$ , une nouvelle réaction se produit entre  $C_2$  et «  $B_1$ - $B_2$ - $A$  ». Au niveau du point de jonction J,  $B_1$  réagit avec  $C_2$  pour donner une seule et même dislocation F. Simultanément  $C_2$  réagit avec A et forme une configuration à deux brins «  $C_2$ '- $B_2$ - $A$  » ( $C_2$ ' est analogue à  $B_1$ )  $B_2$  continue son mouvement en déviant à nouveau, dans le plan de glissement  $C_2$ .  $B_2$  interagit alors de façon élastique (effets de répulsions) avec  $C_2$ ' jusqu'à  $t+92s$ , moment où se produit une nouvelle déviation.  $C_2$ ' et  $B_2$  sont de nouveau dans des plans de glissement différents et nous observons que  $B_2$  glisse en tête de la configuration (en projection) Dans ce dernier mouvement,  $B_2$  d'une certaine façon « libère »  $C_2$ ' de sa boucle initiale. Cette réaction consiste donc en un simple échange de brins entre une configuration à deux brins et une boucle anisotrope.

Nous pouvons dire que chaque brin d'une configuration à deux brins peut (en tant que boucle anisotrope) potentiellement être à l'origine de la formation d'une nouvelle configuration à deux brins. Donc la suite d'évènements que nous avons mis en évidence ici, indépendamment du vecteur de Burgers des dislocations impliquées, constitue un mécanisme de multiplication de dislocations.

L'analyse des phénomènes mis en jeu dans ce processus nécessite l'indexation des vecteurs de Burgers. Or, les images provenant d'observations *in situ*, l'application du critère d'invisibilité n'a pas été possible. Nous ne pouvons donc que proposer une analyse basée sur les éléments qui sont à notre disposition. Rappelons tout d'abord la géométrie de l'essai. La lame analysée provient d'un monocristal et est orientée de manière à ce que l'axe de traction soit parallèle à  $\langle 110 \rangle$ . Le plan de la lame est perpendiculaire à  $\langle 001 \rangle$  : ainsi les conditions de diffraction correspondent à l'axe de zone  $\langle 001 \rangle$ . En outre les images ont été prises en conditions deux ondes, en excitant une onde  $\langle 110 \rangle$ . Ensuite, nous pouvons considérer que les plans de glissement des dislocations sont de type  $\{110\}$  qui sont les plans majoritairement observés dans les structures B2. Au vu de l'orientation de la lame seuls quatre plans de glissement, inclinés de  $45^\circ$  par rapport à l'axe de zone, sont envisageables : (101), (10-1), (011) et (01-1) Les deux restants, (110) et (-110), sont nécessairement exclus en raison d'un facteur de Schmid nul.

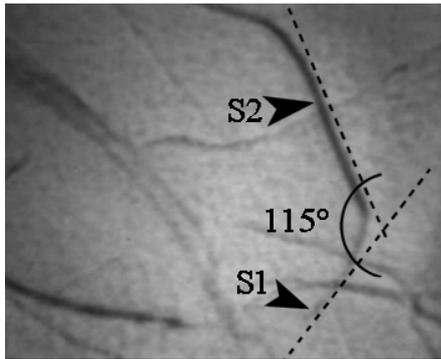


Figure IV.33 : Angle mesuré en projection sur la boucle C<sub>1</sub> de la Figure IV.32.

Enfin, certaines informations peuvent être obtenues grâce à l'image de boucles anisotropes en cours de glissement, Figure IV.33. C<sub>1</sub> présente d'une part une forme bien anisotrope, avec des segments bien rectilignes S1 et S2. D'autre part, le contraste de ces segments individuels les différencie fortement les uns des autres. Une telle configuration peut correspondre à une dislocation dont l'énergie est fortement dépendante de l'orientation de la

ligne. Il est alors raisonnable de supposer que les caractères vis et coin y seront bien marqués. Nous pouvons aussi supposer que, pour des conditions de diffraction équivalentes, le segment vis présenterait un contraste plus faible qu'un segment coin (de manière reproductible en MET *post mortem* nous avons constaté que les segments coin avaient effectivement un contraste plus large et gras que les segments vis) Ainsi, dans la suite de notre analyse, le segment S1 sera supposé de caractère vis et le segment S2, de caractère coin. Sur la Figure IV.33 nous mesurons, dans le plan de projection (001), un angle de 115° environ entre ces segments.

Nous allons maintenant chercher à identifier les vecteurs de Burgers ainsi que le caractère des segments S1 et S2 de la boucle C<sub>1</sub> (Figure IV.33), en utilisant les connaissances générales de la géométrie des dislocations dans le système B2. Rappelons que si  $\vec{b} [u,v,w]$  est le vecteur de Burgers d'une dislocation glissant dans un plan de normale  $\vec{n} [h,k,l]$ , alors le vecteur de ligne  $\vec{l}_v$  de sa partie vis est tel que :

$$\vec{l}_v // \vec{b},$$

tandis que le vecteur de ligne  $\vec{l}_c$  de sa partie coin est tel que :

$$\vec{l}_c // (\vec{n} \wedge \vec{b})$$

Par ailleurs, un vecteur  $[u,v,w]$  se projette sur le plan (001) selon la direction  $[u,v,0]$ .

Tableau IV.2 : Géométrie de glissement, dislocations <111>.

normale au plan de glissement	$\mathbf{b} = \mathbf{l}_v$	$\mathbf{l}_{vp}$	$\mathbf{l}_c$	$\mathbf{l}_{cp}$	$\alpha_{Th}$
101	11-1	110	-121	-120	109° ou 71°
	-111	-110	12-1	120	
011	11-1	110	2-11	2-10	
	1-11	1-10	21-1	210	
10-1	111	110	1-21	1-20	
	1-11	1-10	121	120	
01-1	111	110	-211	-210	
	-111	-110	211	210	

$\alpha_{Th}$  : angle entre segments vis et coin (S1 et S2) dans leur projection sur le plan {001} –  $\mathbf{b}$  : vecteur de Burgers de la dislocation –  $\mathbf{l}_v$  : vecteur de ligne de la partie vis –  $\mathbf{l}_{vp}$  :  $\mathbf{l}_v$  en projection sur (001) –  $\mathbf{l}_c$  : vecteur de ligne de la partie coin –  $\mathbf{l}_{cp}$  :  $\mathbf{l}_c$  en projection sur (001)

## Chapitre IV : STRUCTURES DE DISLOCATIONS

Analysons maintenant le glissement de la boucle  $C_1$ . Dans la structure B2 trois vecteurs de Burgers sont envisageables :  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ . Pour les quatre plans de glissement identifiés précédemment, un certain nombre de systèmes de glissement peuvent être envisagés. Pour chacun d'entre eux nous pouvons déterminer la géométrie d'une boucle dans son plan de glissement et en projection sur (001) Nous nous focaliserons particulièrement sur les valeurs de l'angle  $\alpha_{Th}$  que forment les segments S1 et S2 dans une boucle en glissement. Les **Tableaux IV.2 à IV.4** regroupent l'ensemble de ces données pour les directions de glissement  $\langle 111 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$ , respectivement.

Nous notons immédiatement que les directions de glissement  $\langle 110 \rangle$  et  $\langle 100 \rangle$  conduisent à une géométrie des boucles en projection sur (001) telle que les segments vis sont perpendiculaires aux segments coins. Or, la mesure expérimentale de cet angle est, dans nos observations, de l'ordre de  $115^\circ$ . Cette valeur est en revanche proche de celle attendue pour des segments vis et coin d'une dislocation dont le vecteur de Burgers est parallèle à  $\langle 111 \rangle$ , **Tableau IV.2**. L'écart entre la valeur mesurée et la valeur théorique (inférieur à  $10^\circ$ ) peut facilement être expliqué par des conditions d'observation s'écartant légèrement de l'axe de zone  $\langle 001 \rangle$ .

**Tableau IV.3** : Géométrie de glissement, dislocations  $\langle 110 \rangle$ .

normale au plan de glissement	$\mathbf{b} = \mathbf{l}_v$	$\mathbf{l}_{vp}$	$\mathbf{l}_c = \mathbf{l}_{cp}$	$\alpha_{Th}$
101	10-1	100	100	90°
011	01-1	010	010	
10-1	101	100	100	
01-1	011	010	010	

$\alpha_{Th}$  : angle entre segments vis et coin (S1 et S2) dans leur projection sur le plan {001} –  $\mathbf{b}$  : vecteur de Burgers de la dislocation –  $\mathbf{l}_v$  : vecteur de ligne de la partie vis –  $\mathbf{l}_{vp}$  :  $\mathbf{l}_v$  en projection sur (001) –  $\mathbf{l}_c$  : vecteur de ligne de la partie coin –  $\mathbf{l}_{cp}$  :  $\mathbf{l}_c$  en projection sur (001)

**Tableau IV.4** : Géométrie de glissement, dislocations  $\langle 100 \rangle$ .

normale au plan de glissement	$\mathbf{b} = \mathbf{l}_v = \mathbf{l}_{vp}$	$\mathbf{l}_c$	$\mathbf{l}_{cp}$	$\alpha_{Th}$
101	010	10-1	100	90°
011	100	01-1	010	
10-1	010	101	100	
01-1	100	011	010	

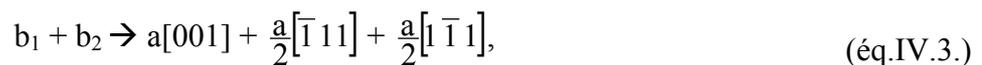
$\alpha_{Th}$  : angle entre segments vis et coin (S1 et S2) dans leur projection sur le plan {001} –  $\mathbf{b}$  : vecteur de Burgers de la dislocation –  $\mathbf{l}_v$  : vecteur de ligne de la partie vis –  $\mathbf{l}_{vp}$  :  $\mathbf{l}_v$  en projection sur (001) –  $\mathbf{l}_c$  : vecteur de ligne de la partie coin –  $\mathbf{l}_{cp}$  :  $\mathbf{l}_c$  en projection sur (001)

Le bilan de cette démarche nous conduit à conclure que le vecteur de Burgers le plus probable pour les boucles anisotropes serait de type  $\langle 111 \rangle$ . C'est en effet le seul qui assure une compatibilité entre les observations et les systèmes de glissement usuels. Comme ces boucles sont aussi les brins composant les configurations à deux brins de type «  $B_1$ - $B_2$  -A » (**Figure IV.30**), nous devons avoir :

$$\mathbf{b}_A = |\mathbf{b}_{B1} - \mathbf{b}_{B2}| \quad (\text{éq.IV.3.})$$

La dislocation A doit de plus être dans une configuration sessile. Par ailleurs, B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> sont dans des plans de glissement sécants tout en ayant des projections tout à fait identiques selon [001]. A l'aide du **Tableau IV.2** nous constatons qu'il peut exister quatre couples de systèmes de glissement dont les vecteurs de Burgers pour B<sub>1</sub> et B<sub>2</sub> satisfont à ces critères. Prenons l'exemple du système de glissement [-111]/(101), appelé B<sub>1</sub>, couplé avec [1-11]/(-101), nommé B<sub>2</sub>. Leur réaction conduit à la création de dislocations sessiles A,  $\vec{b}_A // [001]$ . Comme la démarche employée ne donne pas de valeur du module de b, nous ne disposons que de sa direction ; deux cas peuvent *a priori* se présenter. Premièrement, il pourrait s'agir du mouvement de superpartielles décorréliées de type  $\frac{a}{2} \langle 111 \rangle$ . Or, leur glissement à travers une matrice ordonnée B<sub>2</sub> induirait nécessairement l'extension d'un défaut d'ordre qui serait visible au MET par un contraste en franges. L'absence de tels contrastes dans nos observations permet d'exclure cette hypothèse et nous amène à considérer le second cas, c'est-à-dire le glissement de deux superdislocations. Dans ce cas, la réaction (1) impose  $b_A = a[002]$ . Une telle dislocation n'est pas stable du point de vue énergétique et se décomposerait en deux dislocations ordinaires  $2 \cdot a[001]$ , lesquelles devraient s'éloigner sous l'action de la force de répulsion élastique. Il n'existe pas non plus de raison pour qu'une telle configuration soit sessile.

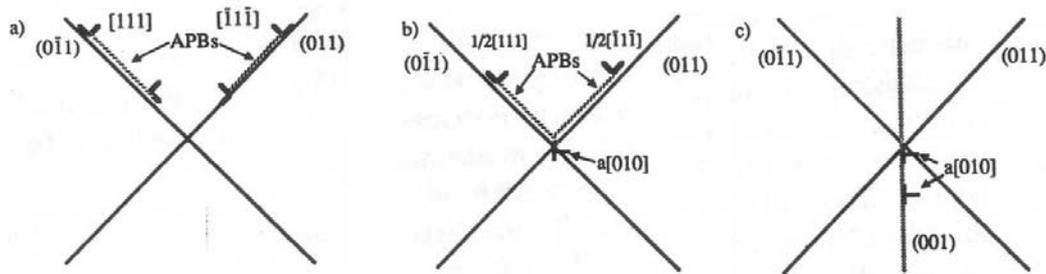
Or, la structure ordonnée du matériau et la géométrie spécifique du glissement analysé peuvent, en effet, introduire des éléments supplémentaires, conduisant à l'ancrage des dislocations. Premièrement, nous pourrions envisager la formation d'une configuration proche d'un verrou de Lomer-Cottrell observé dans les **c.f.c.**. Dans ce cas, seules les superpartielles de tête se recombinent, tandis que les superpartielles de queue restent sur leurs plans de glissement respectifs, la réaction prendrait alors la forme :



avec la dislocation  $a[001]$  connectée aux superpartielles de queue par l'intermédiaire des parois d'antiphase. L'énergie du système reste la même avant et après réaction. Une telle configuration n'est donc ni favorisée ni défavorisée. L'ensemble constitue une dislocation à cœur non-planaire complètement sessile.

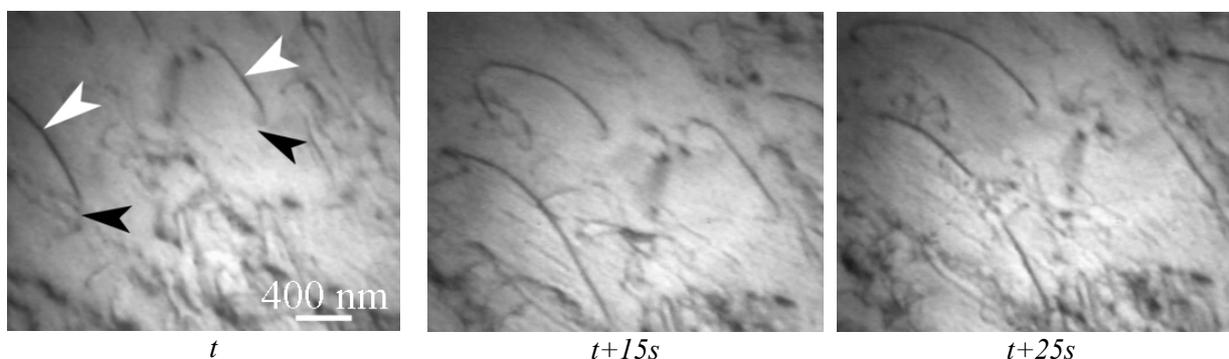
Une seconde possibilité a été proposée par Munroe et Baker [98] pour expliquer la présence de dislocations  $\langle 001 \rangle$  rectilignes dans FeAl déformé à température ambiante. Cette proposition a été présentée au chapitre précédent, mais pour clarifier l'exposé nous reproduisons ici le schéma de la réaction, **Figure IV.34** : la formation de ces dislocations  $\langle 001 \rangle$  pourrait se produire à la suite de la réaction de deux superdislocations dissociées glissant sur des plans  $\{110\}$  sécants. Les dislocations résultantes ont le même vecteur de Burgers mais sont toujours ancrées, à leurs extrémités, par la jonction des superdislocations : elles sont donc sessiles. Les auteurs précisent que la force de répulsion entre les deux

dislocations étant en compétition avec les forces qui tendent à minimiser leur énergie et leur longueur de ligne, elles se mettront vraisemblablement en configuration coin. Les auteurs montrent que la réaction est énergétiquement favorable : le gain net entre la situation initiale (deux superdislocations) et la situation finale (deux dislocations  $\langle 010 \rangle$ ) vaut deux fois l'énergie d'APB,  $E_{APB}$ . Les observations à l'origine de cette suggestion [98] montrent des dislocations  $\langle 010 \rangle$  séparées d'environ 100 nm et connectées à leurs extrémités avec des superdislocations.



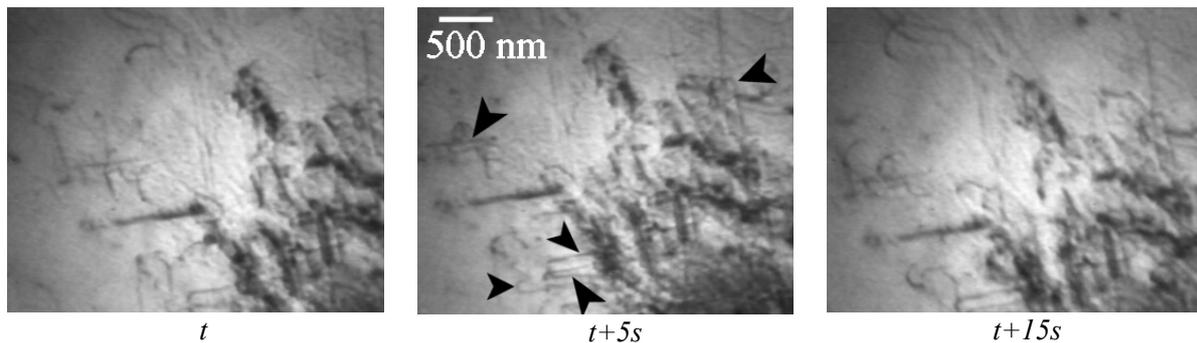
**Figure IV.34** : Illustration schématique de la formation de dislocations  $a\langle 001 \rangle$ , d'après [98]. **a)** deux superdislocations dissociées glissent sur des plans  $\{011\}$  sécants. **b)** les superpartielles de tête réagissent pour former une dislocation  $a\langle 010 \rangle$  toujours connectée aux superpartielles de queue. **c)** ces dernières réagissent pour former une seconde dislocation  $a\langle 010 \rangle$ .

Nos observations ne nous permettent pas de trancher en faveur de l'une ou l'autre de ces possibilités, la géométrie de la lame rend envisageable le fait que le plan de glissement des dislocations  $\langle 100 \rangle$  produites soient en zone avec l'axe du faisceau. Cependant, remarquons que nos observations sont issues de la sollicitation d'un alliage contenant du nickel (3,8 %), pour lequel nous avons constaté une énergie d'APB (diminution de la largeur de dissociation) plus élevée que dans FeAl binaire. La confirmation de l'augmentation de  $E_{APB}$  (IV.2) d'un côté et l'observation de la tendance au clivage des alliages ternaires de l'autre, vont dans le sens de l'hypothèse de Munroe et Baker [98] concernant les réactions décrites : elles sont d'autant plus faciles que  $E_{APB}$  est élevée et elles peuvent être à l'origine d'un clivage plus marqué. De plus, ces réactions n'ont pas été observées de façon patente pour FeAlB. Quoiqu'il en soit, les configurations à deux brins que nous avons mises en évidence constituent donc des verrous empêchant le glissement des dislocations  $\langle 010 \rangle$  résultantes.



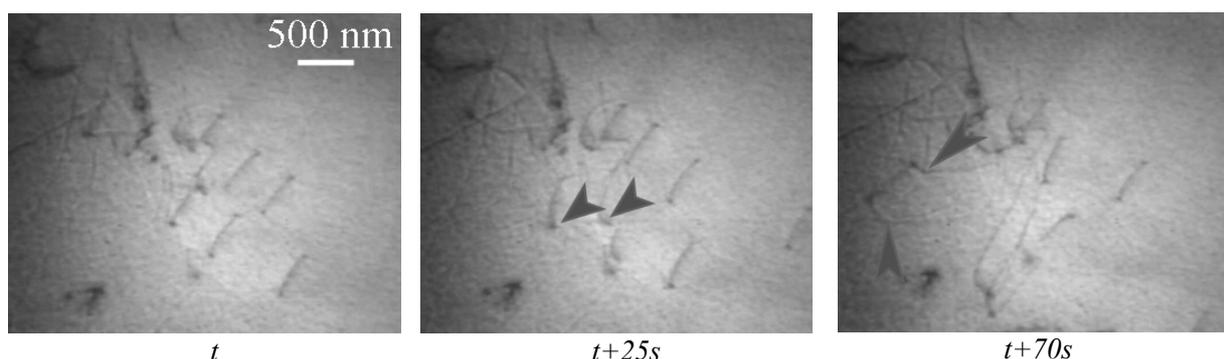
**Figure IV.35** : Observation *in situ* des boucles de dislocations de type  $C_i$ , à un grandissement plus faible, dans l'alliage FeAlNi4B déformé *in situ*, à 600°C.

Ces phénomènes, ainsi que nous l'avons dit au début de cette section, se produisent très souvent. La **Figure IV.35** montre l'extension de ces boucles anisotropes observées à un grandissement plus faible, confirmant ainsi le caractère représentatif du mécanisme de multiplication observé. En effet ces boucles présentent la même anisotropie de forme et de contraste que celles étudiées en détails ci-dessus : les flèches blanches et noires indiquent respectivement les parties des boucles avec un contraste gras et fin. En outre, ces boucles ne cessent, dans leur glissement, d'interagir entre elles pour s'annihiler ou donner naissance à de nouvelles boucles anisotropes. Les séquences présentées plus-haut (**Figures IV.32 et IV.33**) correspondent à des vues à plus fort grandissement que celui utilisé **Figure IV.35**.



**Figure IV.36** : Observation *in situ* de dislocations fortement anisotropes après un certain taux de déformation, dans l'alliage FeAlNi4B monocristallin, sollicité en traction *in situ* à 600°C.

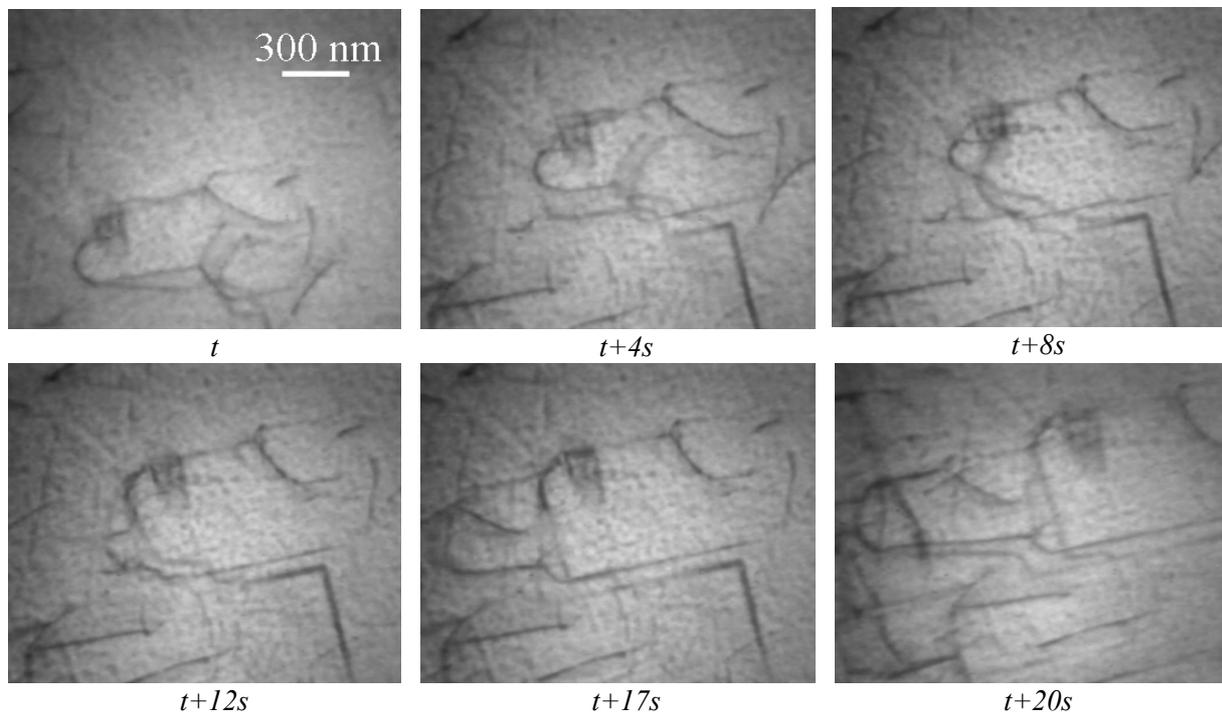
Au-delà d'un certain taux de déformation, des boucles fortement anisotropes du type *hairpins* (pointées par des flèches sur le cliché correspondant au temps  $t+15s$  de la **Figure IV.36**) apparaissent en périphérie de la pointe des fissures. Ces dislocations sont tout à fait similaires à celles que nous avons observées dans la section précédente **IV.3.1** : elles semblent donc être caractéristiques de la déformation dans cette gamme de températures (cœur et pic d'anomalie)



**Figure IV.37** : Observation *in situ* d'une procession de dislocations et de leur déviation dans l'alliage FeAlNi4B monocristallin, sollicité en traction *in situ* à 700°C.

Enfin pour en terminer avec la description du mouvement des dislocations qui accommodent la déformation au niveau du pic, nous avons été en mesure, pour l'alliage monocristallin FeAlNi4B, de procéder à un essai de traction *in situ* à une température proche de 700°C. Pour la vitesse de sollicitation utilisée en traction *in situ* ( $10^{-4}s^{-1}$  environ), cette

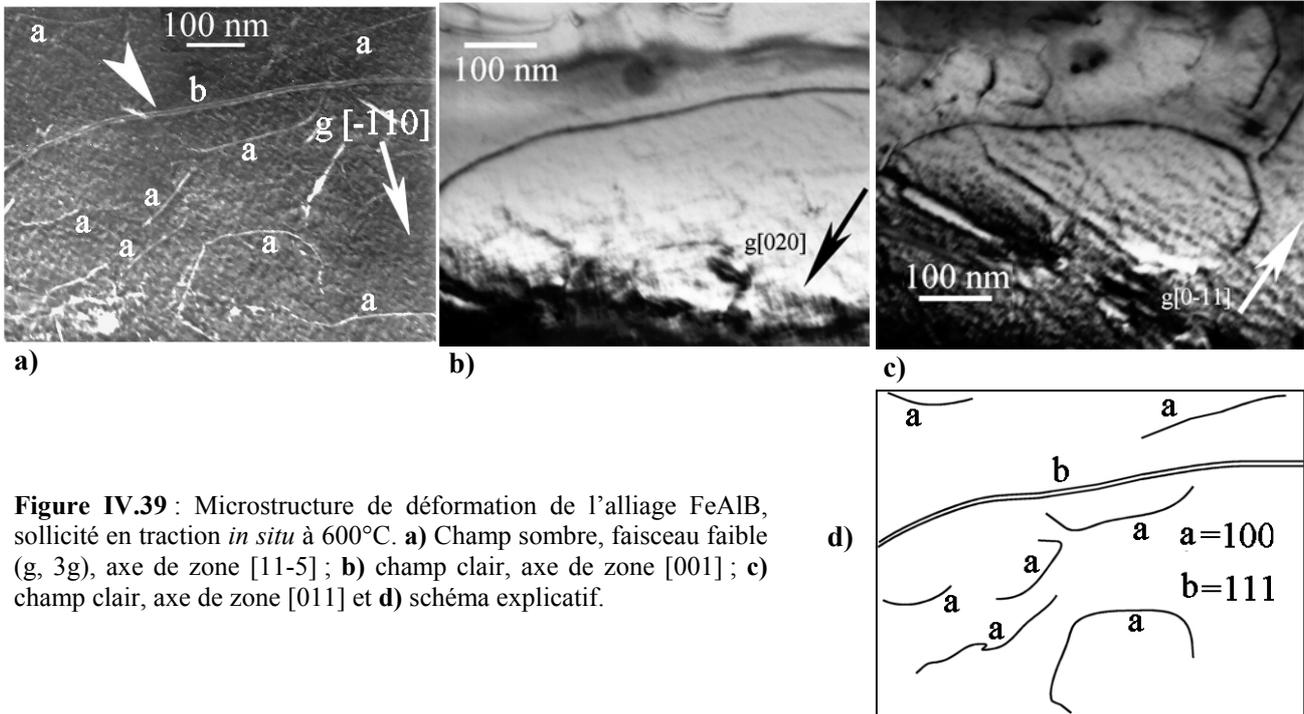
température se situe probablement un peu au-delà du pic. Nous observons, en début de déformation, des processions de dislocations qui dévient souvent. C'est ce que montre la **Figure IV.37**. Les déviations sont pointées à l'aide de flèches grises, aux temps  $t+25s$  et  $t+70s$ . A mesure que la contrainte augmente, nous notons que la déformation est massivement accommodée par la formation et le glissement de boucles de dislocations rectangulaires, **Figure IV.38**. La partie de ces boucles qui semble la moins mobile a un contraste plutôt gras : la ligne de dislocation correspondante est vraisemblablement de caractère coin. Cependant, le caractère anisotrope de ces boucles bien qu'encore visible n'est pas aussi marqué que pour les boucles de type *hairpins*. Il est raisonnable de penser que la température plus élevée de  $100^{\circ}\text{C}$  fournit le complément d'énergie nécessaire à la propagation des parties coins des boucles, amoindrissant ainsi l'anisotropie de forme.



**Figure IV.38** : Observation *in situ* du traînage très marqué d'une partie de la ligne de dislocation dans l'alliage FeAlNi4B sollicité en traction *in situ* à  $700^{\circ}\text{C}$ .

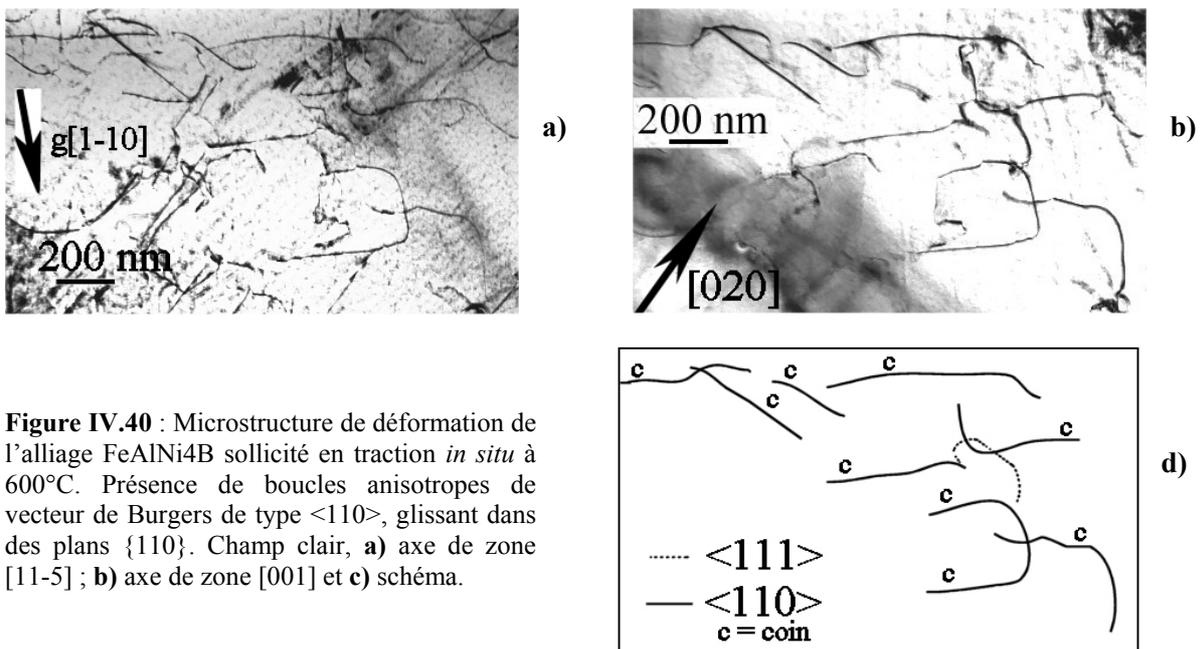
### IV.4.2. Caractérisation des dislocations

L'observation *post mortem* des lames déformées *in situ* nous renseigne sur les vecteurs de Burgers et la géométrie des dislocations qui ont glissé pendant la déformation. En fait, bien que nous ayons relevé ici ou là quelques superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées la déformation est majoritairement accommodée par des dislocations de type  $\langle 100 \rangle$  ou  $\langle 110 \rangle$ .



**Figure IV.39** : Microstructure de déformation de l’alliage FeAlB, sollicité en traction *in situ* à 600°C. **a)** Champ sombre, faisceau faible ( $g, 3g$ ), axe de zone  $[11-5]$  ; **b)** champ clair, axe de zone  $[001]$  ; **c)** champ clair, axe de zone  $[011]$  et **d)** schéma explicatif.

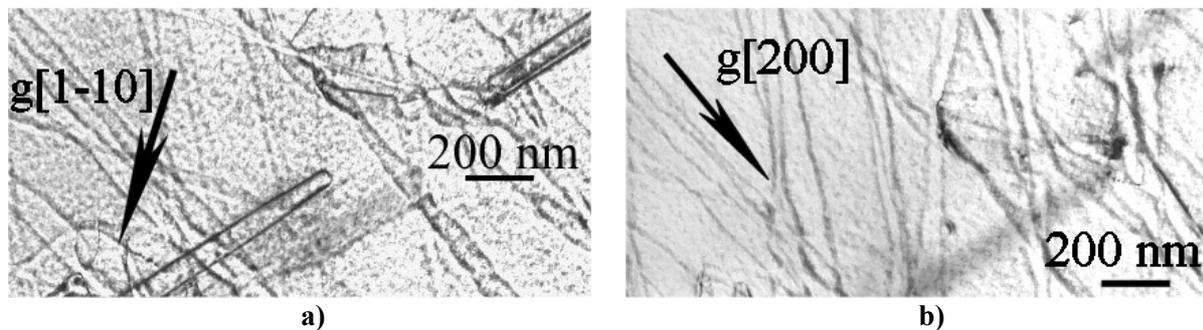
Pour illustrer ce constat, nous présentons sur la **Figure IV.39** les clichés qui ont permis l’indexation des dislocations de la zone étudiée ; il s’agit de l’alliage FeAlB. Puisque les vecteurs de diffraction  $[020]$  et  $[0-11]$ , clichés **b)** et **c)** respectivement, rendent invisibles la plupart des dislocations présentes dans la zone étudiée, à l’exception de la longue dislocation horizontale pointée par une flèche blanche sur le cliché **a)**, nous pouvons donc conclure que ces dislocations ont  $[100]$  pour vecteur de Burgers. La longue dislocation mentionnée ci-avant est caractérisée par une dissociation nettement visible sur le cliché **a)** ; c’est une superdislocation. En outre la détermination des plans de glissement indique que les



**Figure IV.40** : Microstructure de déformation de l’alliage FeAlNi4B sollicité en traction *in situ* à 600°C. Présence de boucles anisotropes de vecteur de Burgers de type  $\langle 110 \rangle$ , glissant dans des plans  $\{110\}$ . Champ clair, **a)** axe de zone  $[11-5]$  ; **b)** axe de zone  $[001]$  et **c)** schéma.

dislocations  $\langle 100 \rangle$  glissent dans des plans  $\{010\}$  tandis que la superdislocation a un plan de type  $\{110\}$  comme plan de glissement. Le brin dissocié de cette dernière est orienté selon une direction faisant un angle de  $20^\circ$  avec la direction coin. Pour une autre zone étudiée (**Figure IV.40**, alliage FeAlNi4B), ce sont les dislocations  $\langle 110 \rangle$ , de plan de glissement  $\{110\}$ , qui sont majoritaires. Elles sont allongées selon leur caractère coin. Nous notons cependant toujours la présence de rares superdislocations  $\langle 111 \rangle$  : une seule  $\langle 111 \rangle$  dissociée est, par exemple, observable dans la zone que nous venons d'indexer, **Figure IV.40d**)

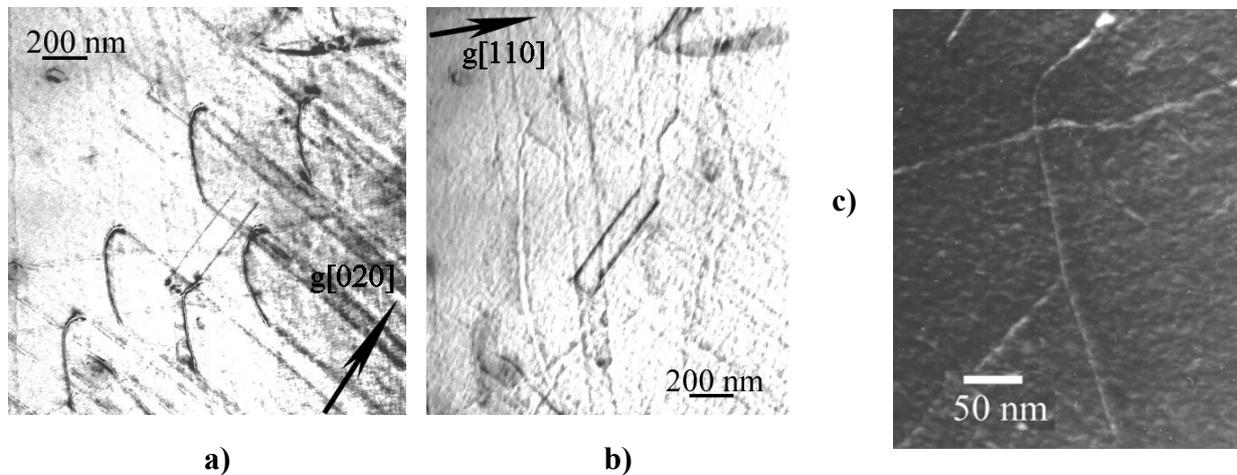
Compte-tenu de leur géométrie particulière aisément reconnaissable, nous nous sommes attachés à identifier les dislocations fortement anisotropes observées en formation dans la **Figure IV.36**. Comme nous le précisons déjà plus haut, **IV.3.1**, l'indexation et l'étude de la géométrie de ces dislocations (**Figure IV.41**) montrent que ce sont des dislocations  $\langle 110 \rangle$  fortement étirées selon leur composante coin et glissant dans des plans  $\{110\}$ .



**Figure IV.41** : Boucles très anisotropes ( $b = [011]$ ) Alliage FeAlB sollicité en traction *in situ* à  $600^\circ\text{C}$ . Champ clair, axe de zone  $[001]$ .

Enfin, il nous reste à caractériser les dislocations qui accommodent la déformation à une température un peu supérieure à celle du pic d'anomalie. Nous avons pu identifier une procession de dislocations assez similaire aux observations *in situ*, **Figure IV.42**. Les critères d'extinction que nous obtenons ne permettent pas de lever l'indétermination entre des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  ou des  $\langle 110 \rangle$ . En effet, le seul vecteur qui rende invisibles les dislocations de la procession est  $[110]$ , **Figure IV.42b**) Cependant ni les parties courtes des lignes de dislocations ni leur partie longue ne présentent de dissociation visible (**Figure IV.42c**) Notons que le contraste double (**Figure IV.42a**) est dû au vecteur de diffraction utilisé :  $[020]$  et  $g \cdot b = 2$ . Cette observation nous suggère que nous sommes en présence d'une procession de  $\langle 110 \rangle$  qui glisseraient donc sur des plans de type  $\{110\}$ . La partie longue de la ligne de dislocation se trouverait alors dans une direction à  $35^\circ$  de la direction vis. A  $700^\circ\text{C}$  et à mesure que la déformation augmente, nous avons constaté la formation de boucles de dislocations anisotropes de forme rectangulaire, voir la séquence de la **Figure IV.38**. Quoiqu'il en soit, c'est vraisemblablement un phénomène qui n'est pas propre à cette température ni à cet alliage, FeAlNi4B. C'est ce que nous incite effectivement à penser les observations de structures de dislocations très similaires faites lors d'études *post mortem* de l'alliage FeAlB

déformé à 600°C. D'ailleurs, il en va de même pour l'alliage FeAlNi4B déformé à 600°C (**Figure IV.40**) pour lequel l'indexation de ces boucles rectangulaires a montré qu'il s'agissait de dislocations  $\langle 110 \rangle$ .

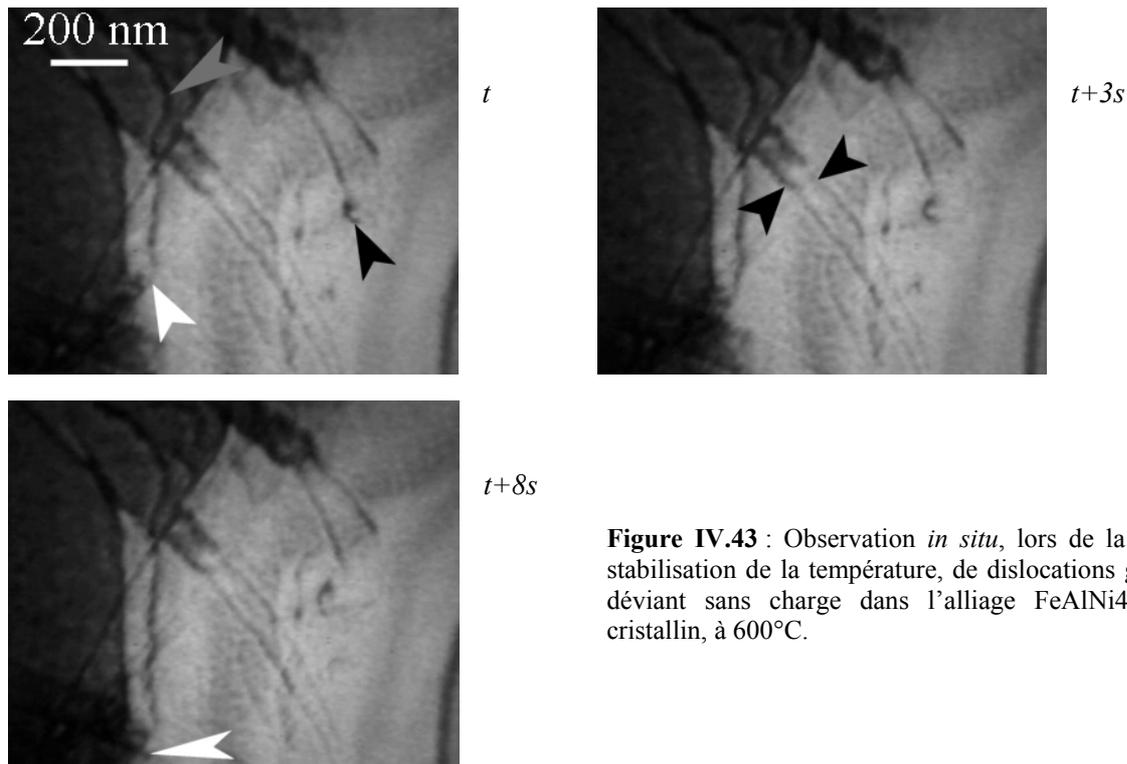


**Figure IV.42** : Procession de dislocations semblable à celle observée lors de l'enregistrement *in situ* (**Figure IV.37**) Alliage FeAlNi4B sollicité en traction *in situ* à 700°C. Les clichés sont pris en axe de zone [001]. **a)** contraste double car  $g \cdot b = 2$ ; **b)** seules conditions de diffraction permettant l'extinction des dislocations de la procession. **c)** champ sombre, faisceau faible ( $g, 4g$ ) : les dislocations de la procession ne présentent pas de dissociation.

### IV.4.3. Autres défauts présents

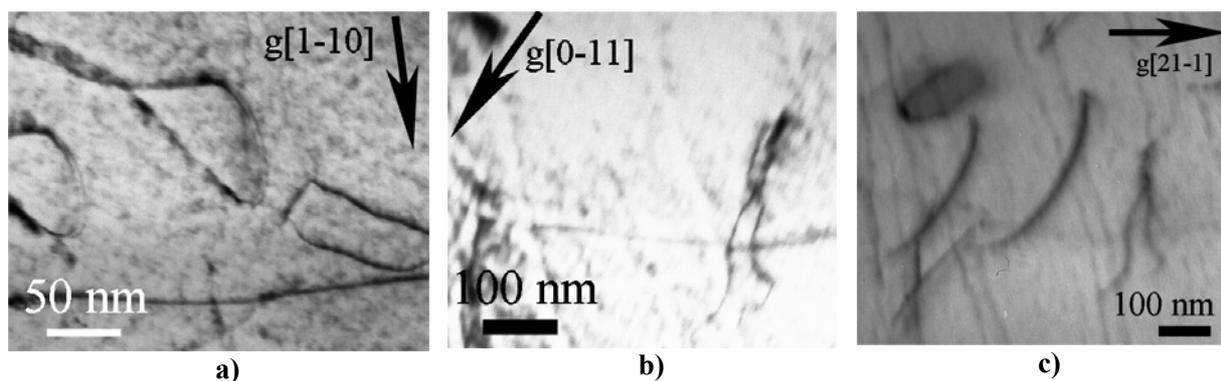
Nous allons ici aborder des défauts qui sont observés pendant la phase de stabilisation de la température mais avant que la charge ne soit appliquée. Il s'agit plus précisément de dislocations qui sont en mouvement, malgré l'absence de contrainte appliquée. Ces dislocations sont de deux sortes, et sont présentes dans les deux alliages monocristallins FeAlB et FeAlNi4B.

D'une part, nous mettons en évidence des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées qui ne cessent de dévier en laissant derrière elles des lignes de glissement qui zèbrent la surface de la lame, rendant parfois ainsi les observations postérieures plus difficiles. Une illustration de ces déviations est présentée sur la **Figure IV.43**, enregistrée avant application de la charge, à 600°C (alliage FeAlNi4B). La dislocation, indiquée par une flèche noire sur le cliché correspondant au temps  $t$ , est sur le point de dévier. Les traces de glissement qu'elle a laissées derrière elle indiquent le parcours qu'elle a suivi : la déviation anguleuse qu'elle amorce n'est pas la première. Une deuxième de ces dislocations est en contraste et en progression au cours de la séquence, ses positions initiale et finale sont repérées par des flèches blanches sur les clichés  $t$  et  $t + \delta s$ . Cette dislocation a, elle aussi, dévié avant de poursuivre son glissement de manière plus rectiligne : la déviation est indiquée par une flèche grise sur le premier cliché de



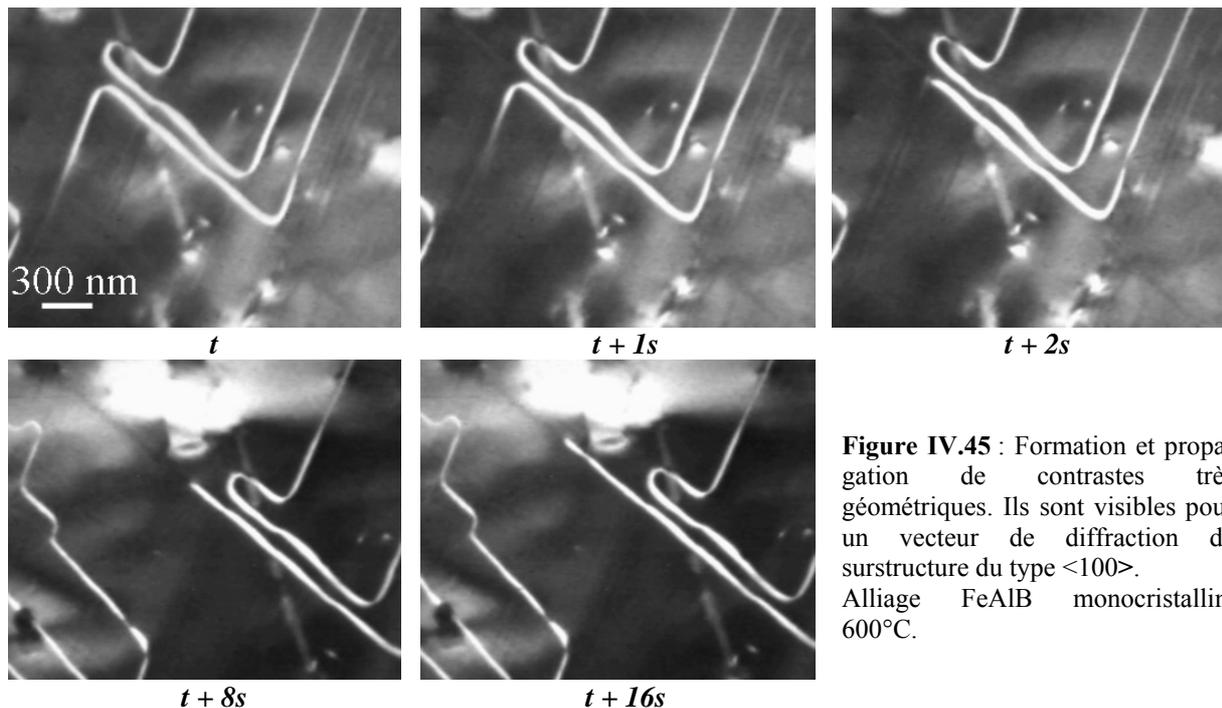
**Figure IV.43** : Observation *in situ*, lors de la phase de stabilisation de la température, de dislocations glissant et déviant sans charge dans l'alliage FeAlNi4B monocristallin, à 600°C.

la séquence. Ces deux dislocations laissent des traces de glissement dont le contraste et la morphologie est typique ; ainsi pouvons-nous affirmer avec certitude que les traces de glissement pointées par des flèches noires sur le deuxième cliché de la **Figure IV.43** sont issues de l'activation d'une dislocation du même type que les deux précédentes. L'indexation de ces dislocations lors de l'étude *post mortem* effectuée sur ces mêmes lames confirme que ce sont des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées. Cette dissociation est mise en évidence sur la **Figure IV.44a**), tandis que sur le cliché **b**) les dislocations sont invisibles. En outre, nous pouvons ajouter que leur plan de glissement est de type  $\{110\}$ .



**Figure IV.44** : Indexation des dislocations glissant et déviant sans charge, dans l'alliage FeAlNi4B monocristallin, à 600°C : superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées. Champ clair, axe de zone  $[11-5]$ .

D'autre part, dans des conditions de diffraction particulières nous pouvons imager l'apparition de contrastes très géométriques ainsi que leur propagation, comme illustré par la **Figure IV.45** enregistrée pour l'alliage monocristallin FeAlB. Rappelons que ces

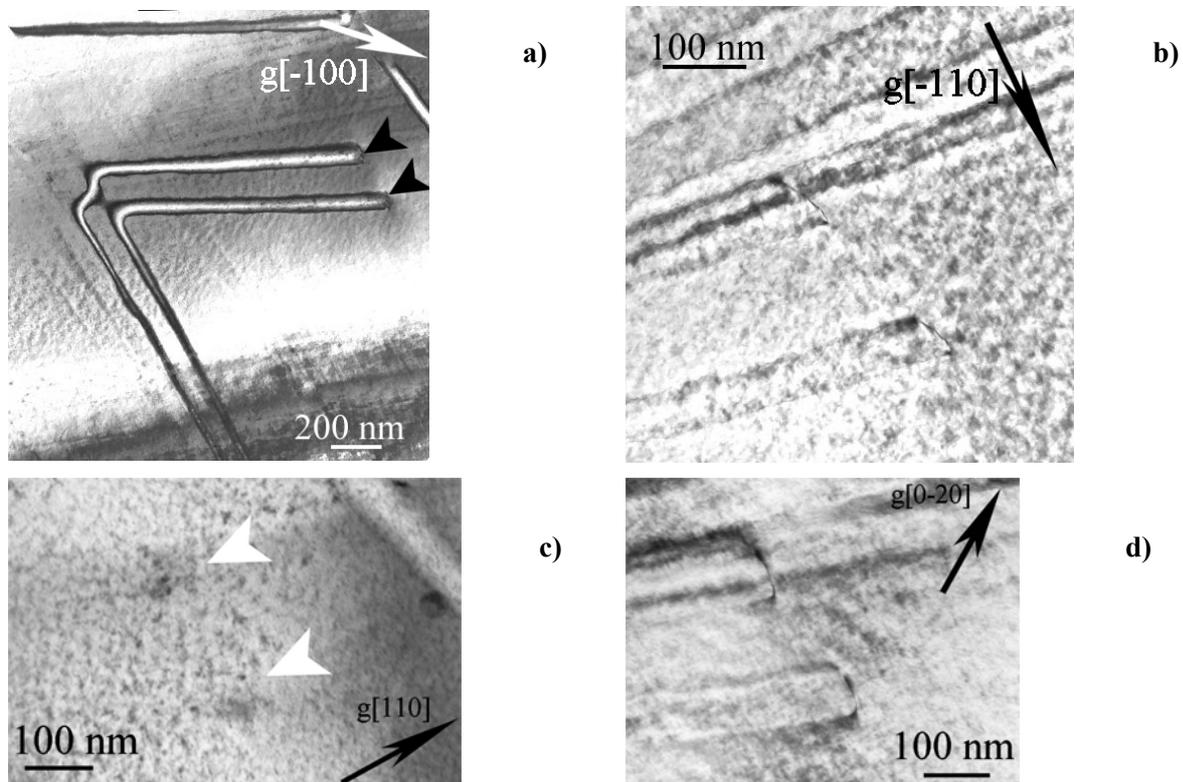


**Figure IV.45** : Formation et propagation de contrastes très géométriques. Ils sont visibles pour un vecteur de diffraction de surstructure du type  $\langle 100 \rangle$ . Alliage FeAlB monocristallin, 600°C.

phénomènes se produisent alors même que la lame n'est soumise à aucune charge. Il s'agit donc de conditions d'observations similaires à celles décrites dans le paragraphe précédent : la température est en phase de stabilisation et aucune contrainte n'est appliquée à la lame. Les conditions de diffraction sont en revanche différentes : nous excitons la tache de surstructure (010) Nous retrouvons ces contrastes géométriques lors de l'étude *post mortem* des lames déformées *in situ* à 600°C. Dans les deux alliages et les zones étudiées, ces contrastes sont généralement observés en bordure du trou, là où la lame est la plus fine. Le cliché **a)** de la **Figure IV.46** a été obtenu dans les mêmes conditions de diffraction que celles utilisées pour la **Figure IV.45**, c'est-à-dire que l'image est faite avec le faisceau transmis lorsque la tache de surstructure (010) est excitée. Sur ce cliché nous pouvons observer la présence de dislocations aux extrémités de ces contrastes, flèches noires. L'indexation de ces dislocations à l'aide des vecteurs de diffraction accessibles ne permet pas d'aboutir à une certitude. En effet, le seul vecteur de diffraction qui rende invisible les dislocations est  $[110]$ , cliché **c)** L'indétermination persiste puisqu'il peut s'agir du vecteur de Burgers  $[1-10]$  ou  $[1-11]$  ou encore  $[-111]$ .

Nous présentons en annexe, **A.II**, un scénario probable pouvant expliquer la séquence de la **Figure IV.45**. De plus, lors de la stabilisation à 600°C de la lame de l'alliage monocristallin FeAlB, nous avons enregistré des séquences, **cf. A.II**, qui reproduisent exactement les enchaînements d'évènements que ce scénario implique. Ce scénario nous conduit à conclure raisonnablement en faveur d'un vecteur de Burgers de type  $\langle 111 \rangle$  plutôt que de type  $\langle 110 \rangle$  comme étant celui des dislocations qui propagent les contrastes géométriques observés. Plus précisément, ce sont des superpartielles  $a/2\langle 111 \rangle$  non appariées qui sont à l'origine de la création de parois d'antiphase lorsqu'elles glissent. Cette conclusion est

cohérente avec le fait que le contraste que ces dislocations laissent derrière elles ressemble à un contraste de paroi d'antiphase et qu'il s'efface au passage d'une deuxième dislocation, (Figure IV.45)



**Figure IV.46** : Détermination de l'origine des contrastes très géométriques observés *in situ* à 600°C, sans application de charge, dans l'alliage FeAlNi4B. Champ clair, axe de zone [001]

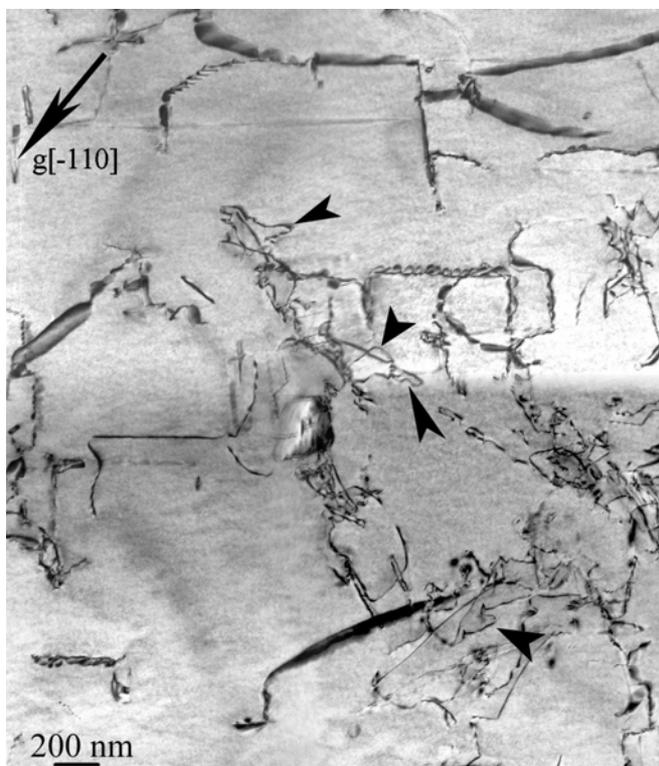
Cependant deux faits remarquables sont à prendre en compte à propos de ces parois d'antiphase supposées. Le premier concerne les conditions d'existence (de formation et de propagation) de ce type de défaut. Au moment de leur observation *in situ*, le matériau se trouve en effet « uniquement » soumis à une température de 600°C : aucune contrainte mécanique extérieure n'est appliquée. Ces phénomènes ont été aisément et de manière répétée mis en évidence à 600°C pour les deux alliages. En revanche, ces défauts n'ont pas été observés à des températures plus basses. Le second fait remarquable concerne la stabilité de ces défauts. Ainsi que nous l'avons précisé plus haut, les parois d'antiphase supposées ne sont observables *post mortem* que dans les zones les plus minces des lames déformées *in situ* à 600°C. Parmi les possibilités envisagées dans l'annexe A.II, nous pensons que l'apparition d'un gradient thermique stationnaire sous le faisceau, entre la zone mince éclairée et le reste de l'échantillon, peut générer des contraintes thermiques suffisantes pour permettre aux superpartielles de glisser.

Le mode de déformation au pic d'anomalie des alliages binaires et ternaires est relativement similaire. En effet, deux étapes, fonction du taux de déformation, se succèdent. Les premiers stades de la déformation semblent être accommodés par le mécanisme de multiplication des  $\langle 111 \rangle$  mis en évidence au travers des réactions impliquant les configurations à deux brins. A partir d'un certain taux de déformation, si de manière anecdotique des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées sont parfois activées, la déformation est majoritairement assurée par le glissement de boucles anisotropes  $\langle 110 \rangle$  (« *hairpins* » ou boucles rectangulaires) et de dislocations  $\langle 100 \rangle$  coins.

### IV.5. Déformation à 950°C

#### IV.5.1. Description de la microstructure

Pour ce régime, la microstructure observée présente les caractéristiques d'une structure de dislocations issue d'une trempe depuis une température élevée, **Figure IV.47**.



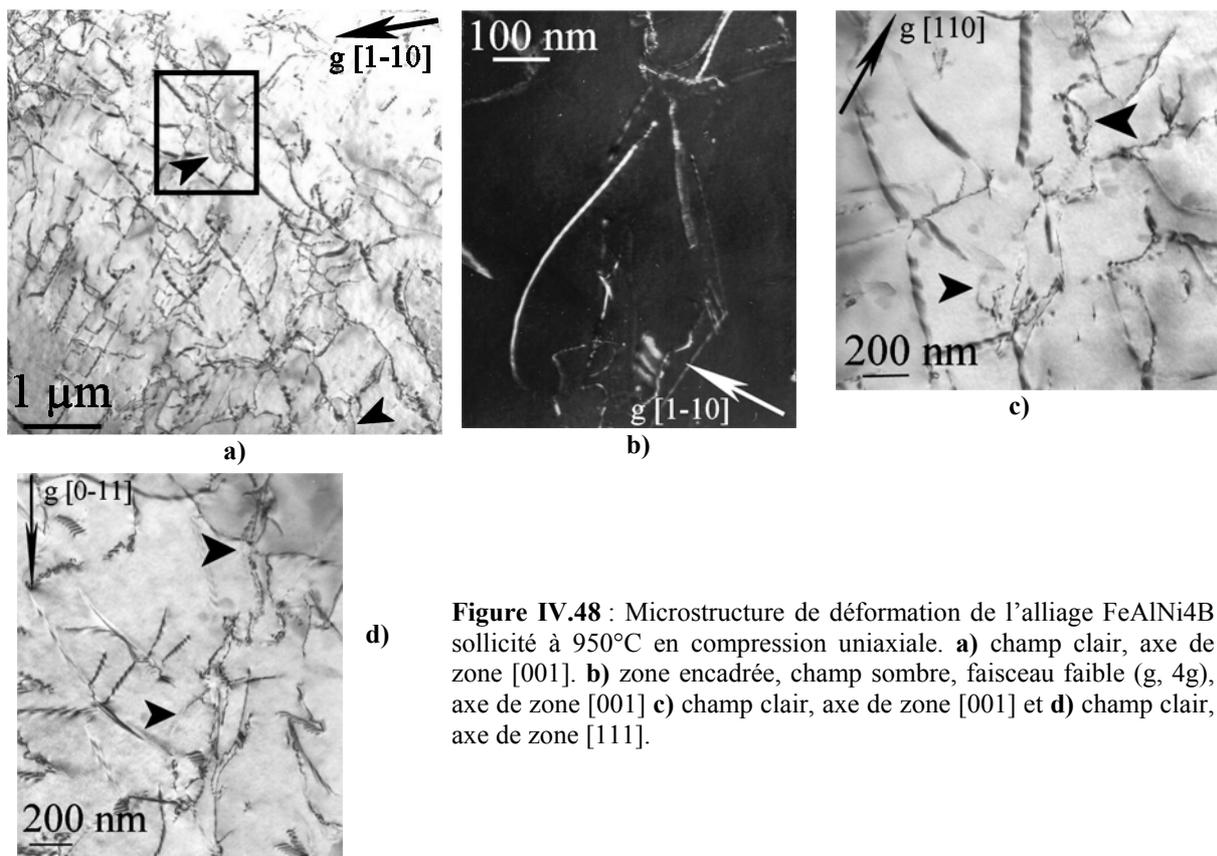
**Figure IV.47** : Structure *post mortem* de dislocations de l'alliage FeAlNi4B sollicité en compression uniaxiale à 950°C. Champ clair, axe de zone [001].

Cette structure contient deux catégories de défauts : des défauts planaires vraisemblablement issus de la trempe depuis 950°C et des dislocations ayant participé à la

déformation. Après déformation à cette température, la densité de dislocations est en net recul par rapport à celle générée dans le domaine d'anomalie ou au niveau du pic. D'ailleurs les dislocations se concentrent principalement à proximité des défauts planaires. En dehors de ces zones le matériau est quasiment vierge de dislocations.

### IV.5.2. Caractérisation des dislocations

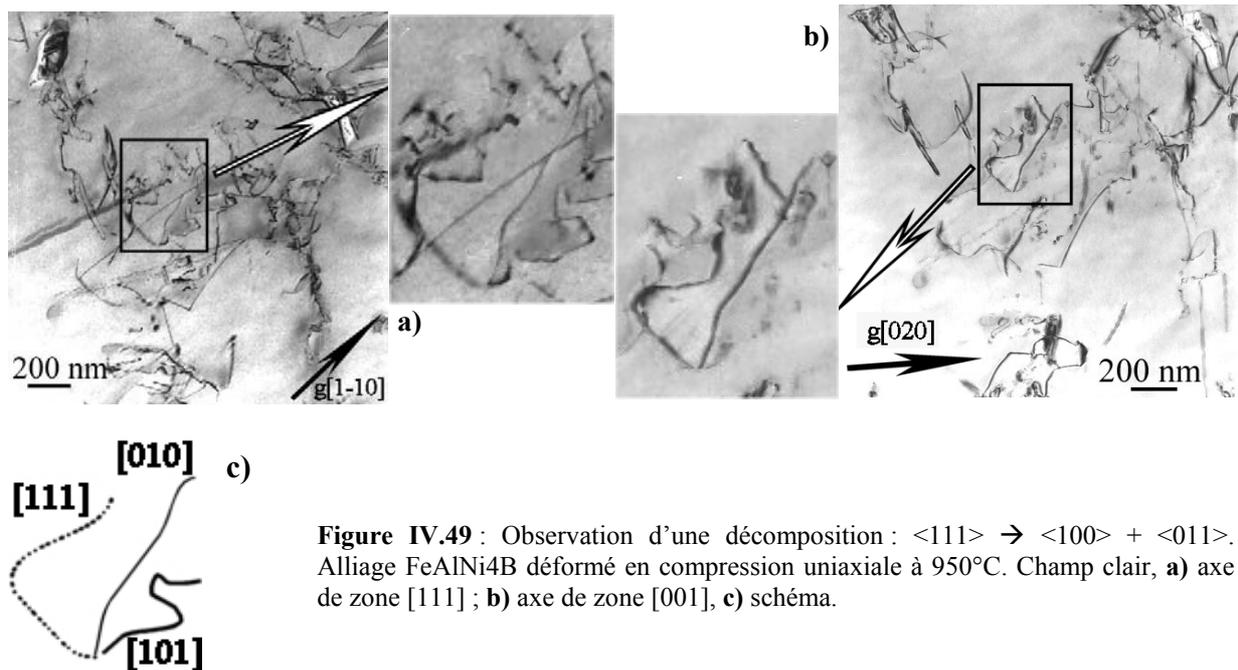
Selon l'orientation cristallographique du grain observé par rapport à l'axe de sollicitation, la répartition des populations de dislocations ayant accommodé la déformation varie sensiblement. Cependant, quelle que soit la plage d'observation, nous avons relevé à chaque fois la présence de superdislocations  $\langle 111 \rangle$  dissociées (flèches noires sur la **Figure IV.47**) Leur forme courbe indique qu'elles ont effectivement participé à la déformation. Dans certaines des zones étudiées, les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  semblent être les seules dislocations présentes (flèches noires sur la **Figure IV.48**) Les dislocations sont en contraste résiduel pour



**Figure IV.48** : Microstructure de déformation de l'alliage FeAlNi4B sollicité à 950°C en compression uniaxiale. **a)** champ clair, axe de zone [001]. **b)** zone encadrée, champ sombre, faisceau faible ( $g$ ,  $4g$ ), axe de zone [001] **c)** champ clair, axe de zone [001] et **d)** champ clair, axe de zone [111].

les conditions de diffraction des clichés **c)** et **d)** Nous pouvons considérer que le critère d'invisibilité s'applique, elles ont donc  $[-111]$  comme vecteur de Burgers. Dans d'autres grains cependant, les superdislocations  $\langle 111 \rangle$  ne représentent qu'un tiers des dislocations

ayant accommodé la déformation. En effet dans la zone d'étude présentée **Figure IV.47**, la majorité des dislocations ont des vecteurs de Burgers de type  $\langle 100 \rangle$ . Dans cette dernière zone nous avons pu observer une configuration de dislocations mettant en jeu une décomposition de type  $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 101 \rangle + \langle 010 \rangle$ , **Figure IV.49**. Bien que cette observation soit restée marginale, elle constitue la seule preuve de l'existence de la décomposition dans FeAlNi4B. Cette observation dénote un net report du phénomène en température, ce qui semblerait cohérent avec la persistance des superdislocations.



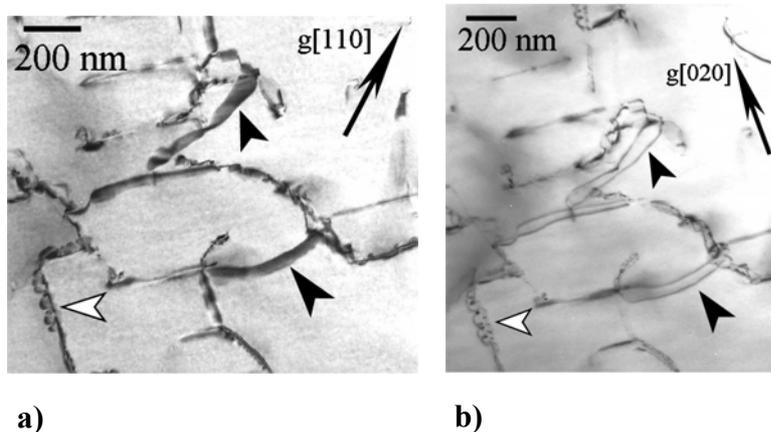
**Figure IV.49** : Observation d'une décomposition :  $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 100 \rangle + \langle 011 \rangle$ . Alliage FeAlNi4B déformé en compression uniaxiale à 950°C. Champ clair, **a)** axe de zone [111] ; **b)** axe de zone [001], **c)** schéma.

Le constat de la persistance des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  à cette température est plutôt en contradiction avec la majorité des études réalisées jusqu'à présent dans ce domaine de température : tous les auteurs s'accordent pour dire que les  $\langle 111 \rangle$  ne sont pas actives dans cette gamme de température, cf. **I.1.3.2.b)** Li *et al.* [33] et Kad et Horton [102], quant à eux, précisent que seules les  $\langle 111 \rangle$  sont présentes à ces températures. Nos résultats ne vont pas dans ce sens non plus. De plus, ils ont ceci de surprenant que les superdislocations ne semblent pas ou peu impliquées dans les mécanismes de déformation de cet alliage aux températures juste inférieures. Quoi qu'il en soit ce retour soudain mériterait d'être étudié plus en détails. D'autant que cette différence de comportement microscopique entre l'alliage ternaire, FeAlNi4B, et l'alliage binaire, FeAlB, semble se traduire au niveau macroscopique. En effet, nous avons vu que dans le régime hautes températures la chute de la limite d'élasticité lorsque la température augmente est moins brusque en présence de nickel (**Chapitre III**) Cet effet macroscopique doit pouvoir trouver sa (ou ses) cause(s) dans une différence au niveau des mécanismes microscopiques.

### IV.5.3. Autres défauts présents

Les défauts planaires (vraisemblablement issus de la trempe après essai) observés sur la **Figure IV.50** peuvent se classer dans deux catégories : les défauts avec festons et les défauts en forme de rubans. Comme nous pouvons le constater sur ces clichés, les deux sortes de

défauts coexistent à proximité les uns des autres. Au-delà de leur différence d'aspect, les défauts planaires, quels qu'ils soient, sont bordés par des dislocations  $\langle 100 \rangle$ . Dans tous les cas, les plans de glissement des dislocations coïncident avec le plan d'habitat du défaut : ils sont de type  $\{100\}$ . Ce type de structure a été rapporté dans la bibliographie [87, 88]. Ces défauts plans suggèrent une condensation de lacunes thermiques puis une montée de certaines parties des dislocations ainsi créées par absorption de nouvelles lacunes. Il peut aussi s'agir de l'élimination des lacunes thermiques sur les dislocations présentes au moment de la trempe. Nous pouvons donc envisager qu'une partie des dislocations mobiles aient été impliquées dans ces processus qui résulteraient ainsi à l'appauvrissement apparent des lames observées.



**Figure IV.50 :** Etude des défauts plans avec festons ou en forme de ruban (flèches ouvertes et fermées respectivement) Champ clair, axe de zone [001].

Bien que la déformation soit essentiellement accommodée par les dislocations ordinaires  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ , le fait marquant de nos observations pour ce régime hautes températures est la persistance de superdislocations  $\langle 111 \rangle$ .

### IV.6. Conclusions partielles

En premier lieu, il ressort de ce chapitre que la microstructure de déformation des alliages binaires et ternaires présente de nombreuses similitudes.

En effet, à température ambiante c'est le glissement des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  fortement étirées selon leur direction vis qui est actif. Le glissement est en outre localisé au sein de bandes et la déformation est accommodée par des avalanches rapides de dislocations.

La microstructure de déformation présente, pour les deux alliages, les caractéristiques typiques du glissement basse température des métaux cubiques centrés : de longues dislocations vis droites et festonnées et de nombreux débris.

Par ailleurs, des ressemblances ont été observées, entre les deux alliages, dans le domaine d'anomalie de la limite d'élasticité ainsi qu'au niveau du pic. Les avalanches laissent place au glissement individuel et visqueux des dislocations que l'alliage contienne du nickel ou non. Progressivement, une transition du système de glissement s'opère puisque les dislocations  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$  deviennent mobiles et participent de plus en plus activement à la déformation à mesure que la température s'élève. A partir d'un certain taux de déformation, nous avons notamment constaté que des « *hairpins* »  $\langle 110 \rangle$  se forment pour l'alliage binaire comme pour le ternaire.

Malgré ces nombreuses similitudes, trois différences importantes ont été cependant mises en évidence.

La première a trait à la dissociation des superdislocations à température ambiante puisque la largeur de dissociation diminue après addition de 3,8 % at. de nickel dans un rapport 1,6, en accord avec la bibliographie [159, 161]. Les auteurs de ces travaux attribuent cette tendance à une augmentation de l'énergie de paroi d'antiphase. Rappelons que celle-ci est globalement plus élevée dans NiAl que dans FeAl, respectivement de l'ordre de 500 mJ/m<sup>2</sup> [183] et 200-300 mJ/m<sup>2</sup> [79].

La deuxième différence concerne une non-observation surprenante. En effet, les nombreuses décompositions auxquelles nous aurions pu nous attendre, compte-tenu des indices de son occurrence (« *hairpins* »  $\langle 110 \rangle$  et dislocations  $\langle 100 \rangle$ ), n'ont pas été observées de façon patente lorsque la température de déformation approche celle du pic.

La dernière différence réside dans la persistance du glissement des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  lors de la déformation à 950°C, ce qui n'est pas le cas pour l'alliage binaire puisque la transition  $\langle 111 \rangle \rightarrow \langle 100 \rangle$  est complète à 900°C [97]. Il faut probablement mettre la meilleure tenue mécanique des alliages ternaires à ces températures en lien avec cette persistance du glissement des  $\langle 111 \rangle$ .

Enfin, un des faits marquants de cette étude des structures de dislocations est la mise en évidence d'un mécanisme de multiplication des dislocations  $\langle 111 \rangle$  par réactions entre configurations à deux brins dans la gamme de température du pic d'anomalie. Ces réactions produisent aussi des dislocations  $\langle 100 \rangle$  sessiles. De plus, elles ont été massivement observées dans FeAlNi<sub>4</sub>B et, bien que nous ne puissions pas affirmer que ce processus ne se produit pas dans l'alliage binaire, pourraient expliquer la tendance au clivage des alliages ternaires ainsi que la persistance des  $\langle 111 \rangle$  à 950°C.

## V - DISCUSSION

Le travail que nous avons effectué s'est articulé principalement autour des effets du nickel sur le comportement mécanique en température des alliages FeAl. A ce titre il nous semble pertinent de discuter plus particulièrement ces effets dans deux domaines de températures. Nous commencerons donc par le durcissement à température ambiante et nous aborderons ensuite la question du régime d'anomalie.

### ***V.1. Durcissement basses températures (BT)***

#### ***V.1.1. Contribution des lacunes thermiques***

Comme nous considérons dans cette partie l'augmentation de la limite d'élasticité ( $R_{0,2\%}$ ) à température ambiante, l'état d'équilibre lacunaire généré par le recuit est donc celui qui prévaut pendant le temps de l'essai. Puisque les alliages ternaires sont recuits à 500°C tandis que les binaires le sont à 400°C, la concentration d'équilibre en lacunes thermiques est donc vraisemblablement différente entre les deux types d'alliages. En effet, la concentration lacunaire  $C_v$  suit une loi d'Arrhénius du type :

$$C_v = \exp(-\Delta G_f/kT) = C_0 \cdot \exp(-\Delta H_f/kT) \quad (\text{éq.V.1})$$

où  $\Delta G_f$  est l'enthalpie libre de formation des lacunes,  $C_0$  une constante indépendante de la température contenant leur entropie de formation ( $C_0 = \exp(\Delta S_f/k)$ ) et où  $\Delta H_f$  est leur enthalpie de formation. Les grandeurs thermodynamiques de formation n'ont pas été déterminées, à notre connaissance, pour les alliages ternaires. Si nous supposons que ces grandeurs sont identiques à celles des binaires correspondants, nous constatons immédiatement que les alliages ternaires contiendront plus de lacunes thermiques d'équilibre que les binaires par le seul fait de la différence de température de recuit  $T$ .

Or le durcissement lacunaire est proportionnel à  $C_v^{1/2}$  selon une loi de type :

$$\Delta\sigma = \beta\mu\sqrt{C_v} \quad (\text{éq.V.2})$$

où  $\beta$  est une constante caractérisant le type d'interaction (ici lacunes-dislocations) et  $\mu$  est le module de cisaillement du matériau. Une augmentation de concentration lacunaire d'équilibre conduit donc à une augmentation de  $R_{0,2\%}$  : il est légitime de considérer que la différence de température de recuit puisse être à l'origine d'une contribution au durcissement BT.

En faisant l'approximation  $\Delta\sigma \approx R_{0,2\%}$ , nous pouvons déterminer si la différence de concentration lacunaire à équilibre peut générer le durcissement mesuré entre FeAlB et FeAlNi<sub>x</sub>B ( $x = 2$  à 10 %) En reportant (éq.V.1) dans (éq.V.2), il vient donc :

$$R_{0,2\%}^{xNi} - R_{0,2\%}^{0Ni} = \mu\beta \cdot \left\{ \sqrt{C_0^{xNi}} \exp\left[-\frac{\Delta H_f^{xNi}}{2kT^{xNi}}\right] - \sqrt{C_0^{0Ni}} \exp\left[-\frac{\Delta H_f^{0Ni}}{2kT^{0Ni}}\right] \right\} \quad (\text{éq.V.3})$$

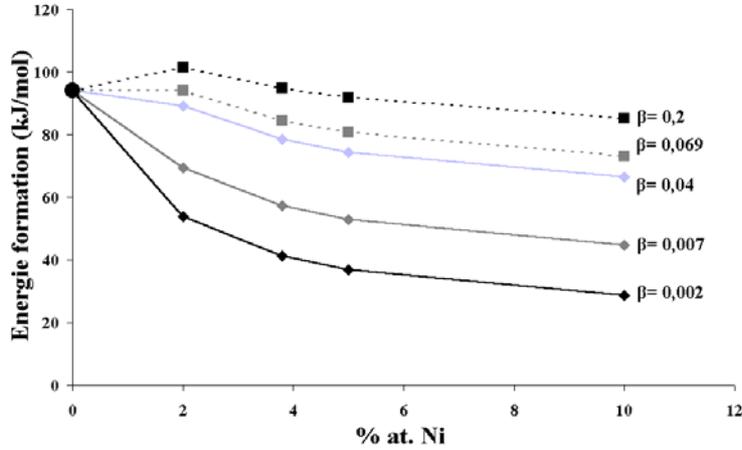
L'application numérique nécessite de connaître les valeurs des grandeurs thermodynamiques de formation, des températures de recuit, des modules de cisaillement et de la constante  $\beta$ . Pour les grandeurs thermodynamiques nous prenons les valeurs déterminées par Wurschum *et al.*[184] ( $\Delta H_f \approx 0,97$  eV/at. et  $\Delta S_f \approx 6k$ ) pour FeAl et considérons, dans un premier temps, qu'elles sont valables pour les alliages ternaires. Les températures  $T^{xNi}$  et  $T^{0Ni}$  correspondant aux températures de recuit des alliages FeAlNi<sub>x</sub>B et FeAlB sont connues : 773 et 673K respectivement. Nous utilisons la même valeur du module de cisaillement pour tous les alliages :  $\mu \approx 75$  GPa (d'après [171])\* . Enfin, les valeurs de  $\beta$  sont généralement comprises entre 0,002 (défaut en substitution) et 0,2 (défaut en insertion) Munis des valeurs ainsi choisies pour les différents paramètres, nous trouvons un durcissement théorique compris entre 1,5 ( $\beta = 0,002$ ) et 135 MPa ( $\beta = 0,2$ ) Or, le durcissement expérimental varie de 40 (2 % at. Ni) à 320 MPa (10 % at. Ni) L'accord entre la valeur calculée et la valeur expérimentale ne peut être satisfaisant dans la mesure où le durcissement théorique (que nous supposons dû aux lacunes) est indépendant de la teneur en nickel dans le calcul.

Dans le cadre du calcul, la dépendance se situe obligatoirement au niveau des grandeurs thermodynamiques. Nous pouvons inverser la relation (éq.V.3) afin d'évaluer, à partir de nos données expérimentales ( $R_{0,2\%}^{xNi} - R_{0,2\%}^{0Ni}$ ), la tendance de variation de la seule enthalpie de formation  $\Delta H_f^{xNi}$  (**Figure V.1**) en fonction de la teneur en nickel et de la valeur de  $\beta$  (pour limiter les paramètres variables, nous avons supposé  $C_0^{xNi} = C_0^{0Ni}$ ) Pour  $\beta \geq 0,069$ , l'enthalpie de formation présente une discontinuité entre FeAlB et FeAlNi<sub>2</sub>B qui conduit à n'envisager que les valeurs basses de l'intervalle de variation de  $\beta$ . Cette conclusion est assez cohérente avec le fait que les lacunes sont des défauts de substitution. Pour  $\beta < 0,069$ , le modèle de

---

\* Dans le cas présent, la variation de  $\mu$  avec la concentration en nickel a un impact négligeable sur le résultat. Ce n'est pas le cas dans la section V.1.2 : nous y déterminons donc cette variation de  $\mu$ .

durcissement lacunaire conduit logiquement à une diminution de l'enthalpie de formation des lacunes. Pour la valeur limite inférieure de  $\beta$  (0,002), la diminution de  $\Delta H_f$  entre 0 et 2 % at. Ni est très importante et paraît peu probable : la valeur de  $\beta$  se situe donc vraisemblablement entre 0,007 et 0,04.



**Figure V.1** : Enthalpies de formation des alliages ternaires en fonction de la teneur en nickel et de  $\beta$ , calculées à partir des mesures de limites d'élasticité à température ambiante et d'un modèle de durcissement lacunaire classique. Les données thermodynamiques de l'alliage binaire sont celles déterminées par Wurschum *et al.*[184] et l'entropie de formation est supposée indépendante de la teneur en nickel.

Au bilan et sans données complémentaires, la question du rôle des lacunes thermiques d'équilibre sur le renforcement BT reste ouverte : nos seuls résultats expérimentaux ne nous permettent pas de valider ou non l'hypothèse d'un durcissement lacunaire.

### V.1.2. Durcissement par atomes dispersés en solution solide

Le fait que le nickel soit en solution solide dans FeAl (en substitution de Fe) nous autorise à faire l'hypothèse d'un durcissement par atomes dispersés en solution solide. Dans ce cas, les théories classiques de durcissement en solution solide (DSS) s'articulent autour de trois composantes [185]. La première est l'analyse de l'interaction entre un segment de dislocation et un atome de soluté. La deuxième concerne le traitement statistique (ou moyenné) à 0K de l'interaction entre un segment de dislocation et une distribution aléatoire de solutés. La troisième composante des théories de DSS repose sur la détermination de la cinétique du glissement des dislocations à une température T supérieure à 0K.

La résolution de ces trois étapes a été réalisée pour un certain nombre de cas simples mais elle constitue toujours un enjeu scientifique majeur. Pour ces cas simples, les différents modèles qui ont été établis depuis les travaux de Mott et Nabarro [186, 187] montrent que le durcissement est proportionnel à la concentration en soluté élevée à la puissance  $n$  :

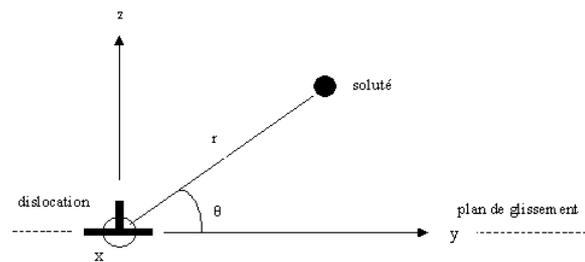
$$\Delta\tau \propto c^n. \tag{éq.V.4}$$

Ainsi que le précise Nabarro [165] les preuves expérimentales sont confuses pour justifier de la valeur de  $n$ . Quoiqu'il en soit, ces cas simples concernent des alliages binaires AB pour lesquels la concentration en soluté B varie des très faibles concentrations (domaine de validité pour  $n=1/2$ , [75, 167-169, 185]) aux concentrations plus élevées ( $n=2/3$ , [170]) en passant par des concentrations intermédiaires.

Or, les alliages que nous étudions sont ternaires, ordonnés et cubiques simples avec un motif de deux atomes en positions  $(0,0,0)$  et  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ . De plus, le durcissement expérimental que nous avons déterminé ( $n=1$ , cf. III.2.) est linéaire en fonction de  $c$ . Les différents modèles ( $n=1/2$  ou  $2/3$ ) sont les seuls à notre disposition : l'intérêt de cette section est donc de montrer en quoi ils ne sont pas pertinents en reprenant les deux premières étapes des théories de DSS. La dernière est celle qui fait le moins consensus et il n'est pas nécessaire que nous l'envisagions pour conclure.

### V.1.2.1. Interactions entre une dislocation et un soluté

La géométrie de l'interaction est représentée sur la **Figure V.2**. Il peut s'agir d'interactions élastiques du premier ordre (effet de taille et effet tétragonal), du second ordre (effet du module, de dissociation et effet anharmonique) et/ou d'interactions électrostatiques [188]. Notons que les expressions analytiques établies pour



**Figure V.2 :** Représentation schématique de la géométrie de l'interaction soluté/dislocation.

ces différentes contributions résultent d'approximations (modèle d'élasticité continue) difficilement applicables à la région de cœur de la dislocation : il faut donc être prudent pour l'application numérique. L'effet tétragonal se manifeste surtout pour des atomes en insertion dans les structures **c.c.** Or, le nickel est en substitution sur les sites de fer, donc nous n'avons pas à considérer l'effet tétragonal. De plus, comme le durcissement BT mesuré est très fort (34 MPa / at.%), nous négligeons l'effet de dissociation et l'effet anharmonique (en général très faibles par rapport à l'effet du module) Nous étudions donc spécifiquement les conséquences de l'addition de nickel sur les effets de taille et du module.

Ces effets sont évalués à partir de la force maximale d'interaction entre la dislocation et l'atome de soluté dans le cas de l'effet de taille et dans le cas de l'effet du module.

L'expression analytique de ces forces diffère un peu, mais il est possible d'obtenir une formulation générale<sup>1</sup> de la force maximale d'interaction :

$$F^{\max} = \frac{9}{8\pi} \mu b^2 \cdot \delta \quad (\text{éq.V.11})$$

où  $\delta$  permet de distinguer entre l'effet de taille et celui du module. L'application numérique<sup>1</sup> montre que la force maximale d'interaction pour l'effet du module est environ dix fois plus élevée que celle pour l'effet de taille. Dans le cadre de la formulation théorique des interactions dislocation-atome de soluté, la contribution de l'effet du module au DSS sera donc prépondérante par rapport à celle de l'effet de taille.

### V.1.2.2. Analyse du franchissement à 0K d'une distribution de solutés

Cette analyse est fortement dépendante de la distribution d'obstacles (type et concentration) Deux approches ont été formalisées<sup>1</sup> ; celle de Friedel [168] complétée par Fleischer [75, 169, 189] qui s'applique plutôt à des solutions solides diluées (i.e. pour les faibles concentrations en atomes de soluté) et celle de Labusch [170] qui est valable pour les solutions solides dites concentrées. La première correspond à une superposition moyennée et la seconde à un traitement statistique.

De plus, Labusch [170] est le premier à montrer que le déplacement d'une dislocation au travers d'une distribution aléatoire d'obstacles est contrôlée par un paramètre adimensionnel  $\eta_0$  qui permet de discriminer entre les solutions solides diluées ( $\eta_0 \ll 1$ ) et celles dites concentrées ( $\eta_0 > 1$ ) Ce paramètre s'écrit:

$$\eta_0 = \frac{z}{b} \left( \frac{4c\Gamma}{F^{\max}} \right)^{1/2} \quad (\text{éq.V.13})$$

A partir de ce critère, le calcul<sup>1</sup> montre que notre cas correspond au domaine de validité des solutions solides concentrées.

Dans le domaine des solutions solides concentrées, le modèle de Labusch [170] est le seul existant. Cependant, ce modèle ne résout pas tous les problèmes qui se posent pour ces concentrations et donne une dépendance de la contrainte critique de cisaillement en  $c^{2/3}$ . Cet exposant de  $c$  ne correspond pas à nos résultats expérimentaux ( $c^1$ ) Il en est de même pour le modèle de Friedel/Fleischer [75, 168, 169, 189] qui résulte en un exposant égal à  $1/2$ . Cette

---

<sup>1</sup> Les détails sont exposés en annexe A.III.

inadéquation des modèles classiques de DSS au cas du durcissement BT d'alliages FeAl par addition de nickel est conforme aux observations et analyses effectuées par d'autres auteurs, pour le cas du nickel dans des alliages fer-aluminium (B2) [132, 159] ou pour l'addition de béryllium dans des alliages nickel-aluminium (L1<sub>2</sub>) [190].

### *V.1.3. Hypothèse de l'augmentation de la contrainte de Peierls*

Toutes choses étant égales par ailleurs, une modification de la structure de cœur de dislocations se traduit en particulier par une modification des caractéristiques de glissement de ces dislocations. Brenner *et al.* [159] ont mis en évidence deux transitions particulières des caractéristiques des superdislocations en fonction de la teneur en nickel. Les alliages étudiés dans cette étude sont de type Fe<sub>60-x</sub>Al<sub>40</sub>Ni<sub>x</sub> (x = 10 à 50 % at.) et sont orientés de telle façon à inhiber le glissement des <100>. La première transition concerne le caractère des superdislocations : préférentiellement vis pour x < 30 %, elles deviennent coins au-delà. La seconde à trait au plan de glissement : les <111> glissent dans des plans {110} jusqu'à 10 % puis dans des plans {112}. Cette transition se produit pour 10 % < x < 30 %. Ces observations expérimentales [159, 161] de la modification des caractéristiques du glissement des superdislocations renvoient donc à l'hypothèse que la structure de cœur des superdislocations a été altérée par l'addition de nickel.

D'autres travaux, [84, 164] semblent indiquer que cette modification de la structure de cœur des superdislocations peut conduire à rendre plus difficile leur glissement. En effet, dans NiAl [84], le glissement des <111> n'est activé que si celui des <100> est inhibé et Patrick *et al.* [164] ont montré, pour Fe<sub>60-x</sub>Al<sub>40</sub>Ni<sub>x</sub> (x = 10 à 45 % at.), que la direction de glissement change de <111> à <100> pour 10 % < x < 30 % à température ambiante.

Par ailleurs, la déformation basses températures (0 < T < 200-300 K) des alliages c.c. est généralement contrôlée par la friction du réseau : les dislocations doivent franchir cette barrière de potentiel avant de pouvoir glisser puis retourner dans une vallée de potentiel. Cette barrière est appelée « potentiel de Peierls » ; l'intensité de la friction du réseau dépend de la forme (amplitude et longueur d'onde) du potentiel de Peierls. La contrainte à 0 K est dénommée « contrainte de Peierls ». Dans ce mode de déformation, dit « régime de Peierls », le glissement des dislocations présente des caractéristiques particulières. Les dislocations sont rectilignes, étirées selon leur caractère vis, festonnées et produisent de nombreux débris dans leur déplacement. Or, dans les alliages binaires et ternaires étudiés, dont la structure cristallographique est proche de celle des c.c., les superdislocations possèdent ces caractéristiques lors de la déformation à température ambiante, conformément à la

bibliographie [159]. Ces observations constituent donc des indices pour envisager une friction du réseau sur les  $\langle 111 \rangle$ .

Enfin, pour des alliages ternaires Brenner *et al.* [159] ont mis en évidence une augmentation de la limite d'élasticité lorsque la teneur en nickel augmente (jusqu'à 30 %), conjointement à l'observation des caractéristiques de glissement mentionnées ci-dessus. Si l'on ajoute à ce fait expérimental, que la forme du potentiel de Peierls est fonction de la structure de cœur des dislocations, que le nickel modifie vraisemblablement la structure de cœur des superdislocations et que le glissement de ces superdislocations est plus difficile en présence de nickel, alors l'ensemble de ces résultats rend probable l'hypothèse d'une augmentation de la contrainte de Peierls induite par le nickel.

Précisons cependant que, comme Brenner *et al.* [159], nous n'avons pas observé de décroissance marquée de la limite d'élasticité lorsque la température augmente entre 300 et 473 K environ, à teneur en nickel fixée. Il est alors probable qu'au-delà de la température ambiante un autre mécanisme de déformation prend le relais du régime de Peierls. Or, les alliages FeAl ont la particularité de présenter une anomalie de la limite d'élasticité aux températures intermédiaires. C'est la raison pour laquelle nous nous intéressons, dans la partie qui suit, au mécanisme à l'origine de l'anomalie : il est vraisemblablement celui qui prend le relais du régime de Peierls, dans le cadre de l'hypothèse formulée dans cette section.

La question de la validité de la contribution d'un durcissement lacunaire au renforcement BT reste ouverte. En revanche, les théories classiques de DSS ne permettent pas d'expliquer le durcissement dû au nickel. Malgré l'absence de preuves solides, l'hypothèse d'un durcissement par augmentation de la contrainte de Peierls reste donc la plus probable.

## **V.2. Régime d'anomalie de la limite d'élasticité**

### ***V.2.1. Liens entre durcissement BT et anomalie***

Le fait que nous ayons mesuré, à 200°C, une sensibilité  $S$  nulle de la contrainte à la vitesse de déformation sur les pseudo-plateaux et plateaux de contrainte (observés pour nos alliages ternaires à 5 et 10 % at. Ni), constitue une preuve que le mécanisme de durcissement BT (quel qu'il soit) ne contrôle plus la déformation : l'anomalie a pris le relais.

Pour autant, les contraintes issues de ces deux phénomènes ne sont pas additives. En effet dans le cadre des modèles d'anomalies de densité [118, 137, 140, 143, 191] et en ne considérant que les mécanismes de multiplication et d'épuisement, l'état stationnaire de la densité de dislocations mobiles  $\rho_m$  s'écrit :

$$\dot{\rho}_m = 0 \Leftrightarrow [M(\sigma^*) - E(T)]\rho_m V(\sigma^*) = 0 \Leftrightarrow M = E \quad (\text{éq.V.14})$$

où  $M$  est le facteur de multiplication de dislocations mobiles,  $E$  celui d'épuisement, et où  $V$  est la vitesse des dislocations. Pour simplifier, supposons que  $M$  est uniquement fonction de la contrainte effective  $\sigma^*$ , tandis que  $E$  l'est de la température  $T$ . Alors pour une température  $T$  donnée il correspond une contrainte  $\sigma^*$  bien définie. Celle-ci ne résulte pas de la superposition du durcissement BT à l'anomalie. Dans le domaine d'anomalie, si la contrainte de Peierls augmente (suite à l'addition de nickel par exemple), la vitesse des dislocations diminue et le régime stationnaire est maintenu (éq.IV.14) par une augmentation de la densité de dislocation mobiles : la contrainte effective est fixée par le mécanisme d'anomalie.

### ***V.2.2. Modèle de traînage de tubes de parois d'antiphase (APB) [97]***

Il s'agit d'un modèle d'anomalie de densité pour lequel les mécanismes d'annihilation et de remobilisation sont donc supposés négligeables au regard de la multiplication et de l'épuisement. Il est donc régi par la relation (éq.V.14)

Sur la base d'observations en MET *in situ* de traînées sombres laissées par les superdislocations coins, Calonne [97] a émis l'hypothèse de la formation de tubes d'APB par montée de la superpartielle de tête non suivie par celle de queue. Cette montée se produit consécutivement à l'absorption de lacunes thermiques par la superpartielle de tête. L'extension de l'APB génère une contrainte de traînage  $\sigma_t$  sur la dislocation  $\langle 111 \rangle$ ,

$$\sigma_t(x) = \gamma c_v x / b^2 \quad (\text{éq.V.15})$$

où  $\gamma$  est l'énergie d'APB,  $b$  le vecteur de Burgers de la dislocation,  $x$  la distance parcourue par la dislocation et où  $c_v$  est la concentration lacunaire. Comme celle-ci est fonction croissante de la température (éq.V.1),  $\sigma_t$  augmente avec la température jusqu'à atteindre la contrainte d'écoulement  $\sigma_y$ : la dislocation est alors bloquée (i.e. épuisée) Le taux d'épuisement est inversement proportionnel au libre parcours moyen  $\Lambda$  des dislocations mobiles (i.e.  $\Lambda$  est la distance parcourue avant le blocage définitif, donnée par (éq.V.15) quand  $\sigma_t = \sigma_y$ )

Par ailleurs, Calonne a observé des sources de Frank-Read ou à pôle simple et considère alors une multiplication classique, fonction croissante de la contrainte effective. Ce modèle [97] suppose donc  $M$  et  $E$  réduits à des fonctions croissantes de la contrainte et de la température, respectivement. Il conduit effectivement à une anomalie de la limite d'élasticité : l'épuisement thermiquement activé est compensé par une intensification de la multiplication, donc une augmentation de la contrainte. La sensibilité  $S$  nulle dans le cœur de l'anomalie s'explique simplement à partir du fait que la relation (éq.V.14) est indépendante de  $\rho_m$ .

Ce modèle constitue donc une approche intégrant les principales caractéristiques de la déformation des alliages fer-aluminium dans ce domaine de température : il prend en compte les lacunes thermiques, la spécificité du glissement des  $\langle 111 \rangle$  et la sensibilité  $S$  nulle.

### ***V.2.3. Effets du nickel***

#### **V.2.3.1. Au niveau macroscopique**

Le fait que la limite d'élasticité soit contrôlée par l'anomalie pour les températures correspondant aux plateaux et pseudo-plateaux ( $S = 0$ ) peut sembler mettre en défaut le modèle de traînage de tubes d'APB [97] qui ne prévoit, dans sa forme actuelle, qu'une augmentation de la contrainte lorsque la température augmente. Ce n'est qu'une apparence si nous rappelons qu'une des hypothèses formulées par l'auteur de ce modèle consiste à supposer  $M$  uniquement dépendant de  $\sigma^*$ . Or, la concomitance d'une sensibilité  $S$  nulle et d'un plateau suggère, pour que l'équation (éq.V.14) soit toujours valable, de modifier ce modèle [97] en considérant que  $M$  est aussi fonction de  $T$  et/ou que  $E$  est aussi fonction de  $\sigma^*$ . Alors, si  $M$  dépend autant de  $T$  que  $E$  en dépend, un plateau peut apparaître : une augmentation de la contrainte n'est plus nécessaire pour intensifier la multiplication lorsque la température augmente. Toutefois cette hypothèse de double dépendance reste à être confirmée

et les bases physiques à être déterminées, afin d'intégrer analytiquement cette modification au modèle.

A l'approche du pic d'anomalie pour les alliages étudiés et pour une température fixée, nous avons de plus montré (cf. **III.2.5.1.**) une diminution de la sensibilité **S** due au nickel. Conjointement, nous mesurons une augmentation de la limite d'élasticité. Ces résultats constituent donc une preuve que le nickel influence les mécanismes générateurs de l'anomalie. Le modèle décrit plus haut (**V.2.2**) permet de rendre compte de ces faits expérimentaux. En effet, si la remobilisation n'est plus négligée la relation (éq.V.14) devient :

$$\dot{\rho}_m = 0 \Leftrightarrow [M(\sigma^*) - E(T)]\rho_m V(\sigma^*) + R\rho_s = 0 \quad (\text{éq.V.16})$$

où **R** est le facteur de remobilisation des dislocations sessiles et  $\rho_s$  la densité de dislocations sessiles. Or, dans le cadre des anomalies de densité [118, 144], une sensibilité **S** qui diminue est le signe d'une remobilisation moins efficace des dislocations en phase d'épuisement : le terme  $R\rho_s$  diminue. Afin que l'état stationnaire soit maintenu à vitesse de déformation constante (i.e.  $\rho_m V(\sigma^*) = \text{constante}$ ), il faut nécessairement que  $[M(\sigma^*) - E(T)]$  augmente. A température fixée, cela signifie que la multiplication doit s'intensifier : la contrainte augmente. Ainsi, la tendance prédite par ce modèle [97] est compatible avec nos observations.

### V.2.3.2. A l'échelle des dislocations

Nous avons confirmé que l'addition de nickel diminue la largeur de dissociation à basse température. Supposons que l'énergie d'APB ait la même évolution en fonction de la température dans les deux types d'alliages, ainsi le rapport entre la largeur de dissociation des  $\langle 111 \rangle$  dans l'alliage ternaire et celle dans l'alliage binaire sera conservé (cf. **IV.2.2**) Le modèle envisagé [97] permet d'intégrer cette modification de l'énergie d'APB (par la contrainte de traînage dans (éq.V.15)) et d'obtenir une variation de la limite d'élasticité cohérente avec nos résultats expérimentaux. En effet, si  $\gamma = (\mu b^2)/(2\pi d)$  est l'énergie d'APB avec  $\mu$  la contrainte de cisaillement,  $b$  la norme du vecteur de Burgers et  $d$  la distance effective de dissociation, il vient que  $\gamma_{Ni}/\gamma_{0Ni} = d_{0Ni}/d_{4Ni} \approx 1,6$  (éq.IV.2), en considérant, comme précédemment (**V.1.1**) que la variation du module de cisaillement par ajout de nickel a peu d'effet dans les mécanismes mis en jeu ici. En supposant, sans information supplémentaire, le facteur de multiplication **M** directement proportionnel à  $\sigma^*$ , l'équation (éq.V.14) mène alors à une relation entre le libre parcours moyen  $\Lambda$  et la contrainte d'écoulement  $\sigma_y$  :

$$\Lambda \cdot \sigma_y = C^{te} \quad (\text{éq.V.17})$$

## Chapitre V : DISCUSSION

---

Or,  $\Lambda$  étant défini pour  $\sigma_t = \sigma_y$  dans (éq.V.15), on obtient alors, à partir de (éq.V.17) :

$$\gamma/\sigma_y^2 = C^{te} \quad \text{pour une concentration lacunaire fixée} \quad (\text{éq.V.18})$$

Donc si l'énergie d'APB augmente d'un facteur 1,6, la contrainte d'écoulement augmentera d'un facteur  $\sqrt{1,6}$  (éq.V.18), soit 1,26. Si nous comparons les limites d'élasticité, que nous avons mesurées au cœur de l'anomalie, pour FeAlB et FeAlNi4B nous obtenons une valeur moyenne d'environ 1,4. En considérant que la limite d'élasticité est peu différente de la contrainte d'écoulement  $\sigma_y$ , nous pouvons conclure que les ordres de grandeurs sont tout à fait compatibles.

Au bilan, nos résultats expérimentaux vont dans le sens d'une validation du modèle d'anomalie de traînage de tubes d'APB [97]. En effet, il peut expliquer le plateau de contrainte observé, via une modification de la formulation analytique de la multiplication qui reste cependant à trouver. En outre, ce modèle permet de prendre en compte les observations d'augmentation de l'énergie d'APB et de diminution de la sensibilité **S** (imputées au nickel) pour décrire le renforcement des alliages binaires par Ni pour les températures correspondant respectivement au cœur de l'anomalie (400-600°C) et à la zone du pic (600-700°C)



## CONCLUSION

Nous avons caractérisé certaines propriétés mécaniques d'alliages  $\text{Fe}_{60-x}\text{Al}_{40}\text{Ni}_x$  ( $x$  variant de 0 à 10 % at.) dopés ou non au bore, modèles ou semi-industriels. Leur microstructure, à gros grains (alliages modèles) ou à grains fins (alliages semi-industriels), est contrôlée par le mode d'élaboration. Deux échelles d'investigation ont été employées pour mener cette étude : l'échelle des essais mécaniques et celle de la structure de dislocations.

L'augmentation de la limite d'élasticité ( $R_{0,2\%}$ ) des alliages FeAl par addition de nickel a été confirmée sur toute la gamme des températures étudiées. Les observations effectuées montrent que des phénomènes distincts sont à considérer selon la température de sollicitation.

Le fort durcissement basses températures (BT) dû au nickel (34 MPa / %at. Ni,  $\sim 20\text{-}200^\circ\text{C}$ ) ne peut être expliqué par les théories classiques de durcissement en solution solide. Par ailleurs, les caractéristiques du glissement à température ambiante sont typiques de celles des métaux cubiques centrés à basse température : de longues dislocations vis droites et festonnées et de nombreux débris. Cela suggère que le durcissement observé pourrait résulter d'une augmentation de la contrainte de Peierls. Toujours pour ce domaine de températures, l'étude des alliages à grains fins a montré que le durcissement de type Hall et Petch s'ajoute au renforcement BT dû au nickel.

Dans la gamme de températures immédiatement supérieure ( $\sim 200\text{-}700^\circ\text{C}$ ), les alliages FeAl présentent une anomalie de la limite d'élasticité. Pour les alliages contenant plus de 3,8 % at. de nickel ou pour les alliages à grains fins, nos résultats montrent que l'anomalie est toujours opérationnelle bien que  $R_{0,2\%}$  ne soit pas fonction croissante de la température. De plus, nos observations macroscopiques et microscopiques permettent de valider le modèle d'anomalie dit « modèle de traînage de tubes de parois d'antiphase » : pour les alliages ternaires, il peut prendre en compte une sensibilité plus faible de la contrainte à la vitesse de déformation et une largeur de dissociation des superdislocations inférieure.

Entre 700 et 800°C, des réactions entre les superdislocations ont été observées pour FeAlNi4B. De telles réactions conduisent à l'apparition des paires de dislocations  $a\langle 100 \rangle$  sessiles. Dans la bibliographie, il a précédemment été proposé que de telles réactions puissent être responsables du clivage dans les alliages FeAl et qu'elles doivent être d'autant plus favorisées que l'énergie d'APB est élevée. Cette énergie est en effet plus élevée dans FeAlNi4B que dans FeAlB et il a été montré que la tendance au clivage augmente conjointement avec la teneur en nickel. A 950°C enfin, la persistance des superdislocations

## CONCLUSION

---

$\langle 111 \rangle$  en présence de nickel constitue une différence microstructurale supplémentaire par rapport aux alliages binaires, pour lesquels il est bien établi que les  $\langle 111 \rangle$  sont absentes. Cette différence est probablement une des origines de la meilleure tenue mécanique à ces températures des alliages ternaires par rapport aux binaires.

Notre étude a montré que l'effet renforçant consécutif à l'ajout de 4 % at. Ni à l'alliage modèle est qualitativement confirmé pour les alliages semi-industriels, à grains fins. Aussi, les alliages ternaires offrent-ils la possibilité d'optimiser leur résistance mécanique en faisant varier deux paramètres : la composition chimique et la microstructure. L'ajout de nickel a donc ceci d'intéressant qu'il permet d'augmenter sensiblement  $R_{0,2\%}$ . Cependant, cette addition doit être modérée dans la mesure où le clivage est facilité si la teneur en nickel augmente. Il faut aussi prendre garde au niveau de dopage en bore puisque nos observations ont montré que la présence de nickel engendre une diminution de la limite de solubilité du bore. Cette diminution peut notamment conduire à la précipitation de borures intergranulaires néfastes pour la cohésion des joints de grains.

Plusieurs questions restent ouvertes à l'issue de ce travail. Il serait intéressant de comprendre le rôle des lacunes thermiques dans le durcissement basses températures et dans les mécanismes responsables de l'anomalie pour en permettre une meilleure quantification : pour ce faire la détermination des grandeurs thermodynamique de formation des lacunes thermiques est incontournable (dilatométrie, résistivité...) Il paraît non moins nécessaire de confirmer le lien entre l'addition de nickel, la fragilité par clivage et les configurations à deux brins. De ce point de vue, il pourrait être pertinent de mener une étude de la déformation de mono- et de bi-cristaux. Enfin, une quantification de la précipitation des borures pourrait s'avérer utile pour préciser l'influence du nickel sur la fragilité des alliages FeAlB.

**ANNEXES**



## ANNEXE A.I

## Détermination du plan de glissement d'une dislocation

Soient  $\vec{b}$  et  $\vec{L}$ , les vecteurs de Burgers et de ligne de la dislocation étudiée.

A partir de la détermination du vecteur ligne de la dislocation

Pour déterminer  $\vec{L}$ , nous indexons, sur au moins deux plans de coupe différents ( $A_1$  et  $A_2$ ), les directions  $\vec{L}_1$  et  $\vec{L}_2$  de la ligne de dislocation en projection sur  $A_1$  et  $A_2$ , respectivement. Soient  $\vec{N}_1$  et  $\vec{N}_2$  les normales aux plans  $A_1$  et  $A_2$ , respectivement.  $\vec{L}$  est donc nécessairement à l'intersection des plans  $(\vec{N}_1 \wedge \vec{L}_1)$  et  $(\vec{N}_2 \wedge \vec{L}_2)$ , et est défini par :

$$\vec{L} = (\vec{N}_1 \wedge \vec{L}_1) \wedge (\vec{N}_2 \wedge \vec{L}_2)$$

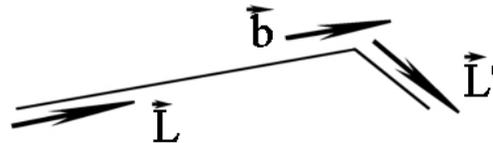
Si  $\vec{L}$  n'est pas colinéaire à  $\vec{b}$ , alors la normale au plan de glissement (PG), notée  $\vec{N}_{PG}$ , est donnée par :

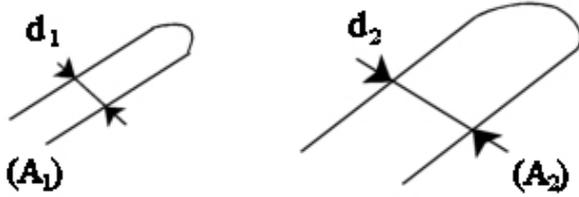
$$\vec{N}_{PG} = \vec{L} \wedge \vec{b}$$

Si le vecteur de ligne est colinéaire au vecteur de Burgers

La dislocation est donc vis sur la portion de ligne considérée et le plan de glissement ne peut être déterminé directement. Soit la dislocation présente, le long de sa ligne, un autre caractère marqué (c'est-à-dire que le vecteur ligne est, à cet endroit, différent du vecteur ligne correspondant à la direction principale, cf. schéma ci-dessous) et alors il suffit de déterminer  $\vec{L}'$  comme précédemment, et  $\vec{N}_{PG}$  vaudra alors :

$$\vec{N}_{PG} = \vec{L}' \wedge \vec{b}$$

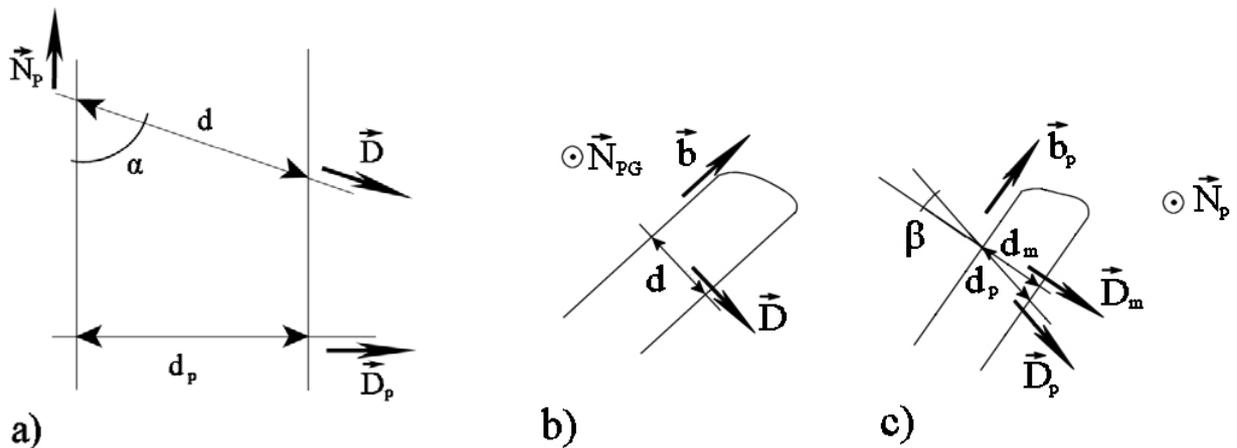




Si ce n'est pas le cas, la dislocation présente peut-être une configuration à deux brins parallèles, sur les plans de coupe  $A_1$  et  $A_2$ , (cf. ci-contre) L'écart entre les brins ( $d_1$  ou  $d_2$ ) varie selon le plan de projection, ( $A_1$ ) ou ( $A_2$ ) Connaissant les plans de glissement possibles ( $\{110\}$ ,

$\{121\}$ ,  $\{123\}$ , etc.) et les différents écarts en projection, nous pouvons (en utilisant une projection stéréographique) déduire les plans de glissement les plus probables. Il suffit alors de déterminer la distance réelle entre les brins (i.e. dans chaque plan de glissement probable) obtenue à partir de la connaissance de l'écart en projection sur chaque plan de coupe.

Soit  $\vec{N}_{PG}$  la normale au plan de glissement probable. Nous connaissons le vecteur de ligne de la dislocation : c'est le vecteur de Burgers puisque nous travaillons sur une dislocation vis. La distance réelle  $d$  entre les brins est portée par le vecteur  $\vec{D} = \vec{b} \wedge \vec{N}_{PG}$ . En projection, cf. schéma a) ci-dessous, cette distance, notée  $d_p$ , est portée par le vecteur  $\vec{D}_p = (\vec{D} \wedge \vec{N}_p) \wedge \vec{N}_p$ , où  $\vec{N}_p$  est la normale au plan de projection.  $\vec{D}_p$ ,  $\vec{D}$  et  $\vec{N}_p$  appartiennent donc nécessairement au même plan. Cependant, dans le plan de projection,  $\vec{D}_p$  ne correspond pas nécessairement au vecteur  $\vec{D}_m$  portant la distance  $d_m$ , mesurée expérimentalement, voir schémas b) et c) ci-dessous.



Notons respectivement  $\alpha$  et  $\beta$ , les angles entre  $\vec{N}_p$  et  $\vec{D}$ , et entre  $\vec{D}_p$  et  $\vec{D}_m$ . La distance réelle vaut donc :

$$d = d_m / (\sin \alpha \times \cos \beta)$$

Deux cas simples existent. On peut en effet considérer celui pour lequel  $\vec{b}$  est parallèle à l'intersection entre le plan de glissement et le plan de projection :  $\beta$  vaut alors 0, car  $\vec{D}_p$  et  $\vec{D}_m$  sont équivalents. Le second cas simple possible correspond à celui pour lequel  $\vec{b}$  est perpendiculaire à cette intersection :  $d$  est donc égal à  $d_m$  car  $\alpha$  et  $\beta$  valent respectivement  $\pi/2$  et 0. Pour un plan de glissement probable, le calcul de la distance réelle à partir de chaque plan de coupe mène à des valeurs  $d$  différentes

Le plan de glissement effectif est le plan de glissement probable pour lequel les distances  $d$ , issues des calculs menés à partir de chaque plan de coupe, sont les plus proches les unes des autres.

Cas particuliers : le plan de glissement probable est perpendiculaire à l'un des plans de coupe où se fait la mesure.

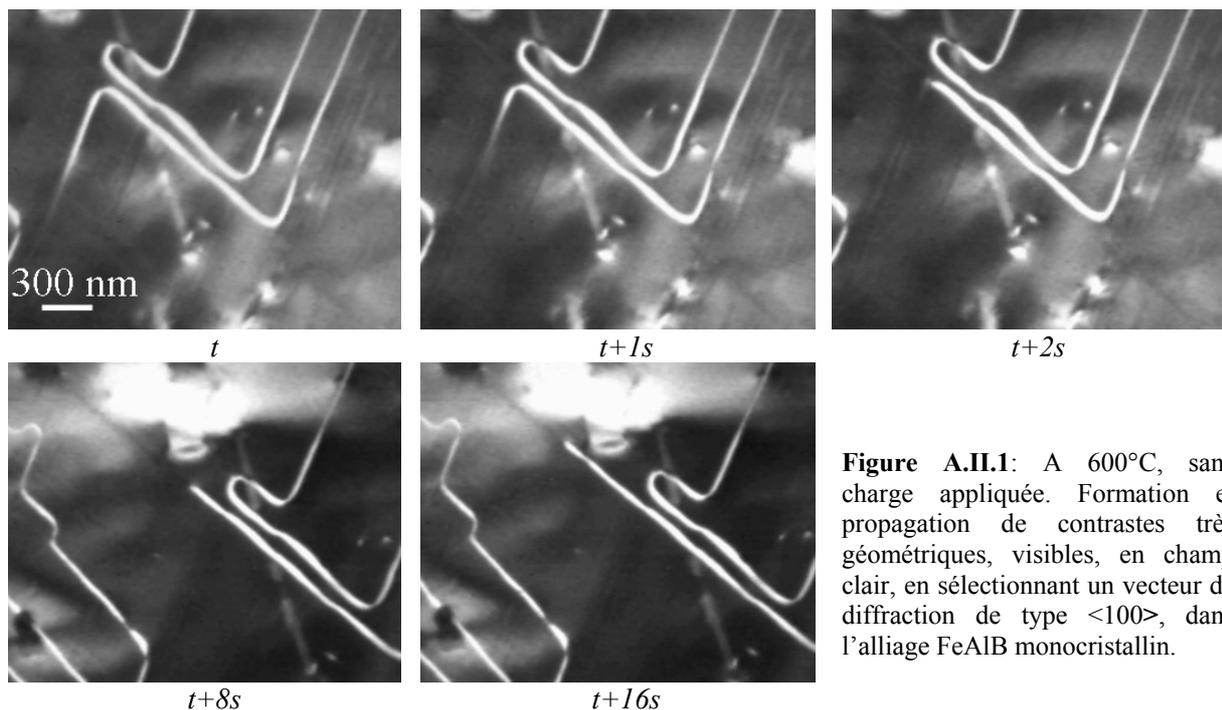
Si la distance projetée est, sur ce plan de coupe, très faible en comparaison de celles mesurées sur les autres plans de coupe, ce plan de glissement probable peut être le plan glissement effectif. Les clichés en mode image ne sont jamais réalisés parfaitement en axe de zone, pour des raisons de qualité d'image et de contraste. Ce décalage peut suffire à produire un écartement, même faible, des brins en projection puisque le plan de glissement probable (et initialement en zone autour de la normale au plan de projection) n'est plus perpendiculaire au plan de projection effectif.



## ANNEXE A.II

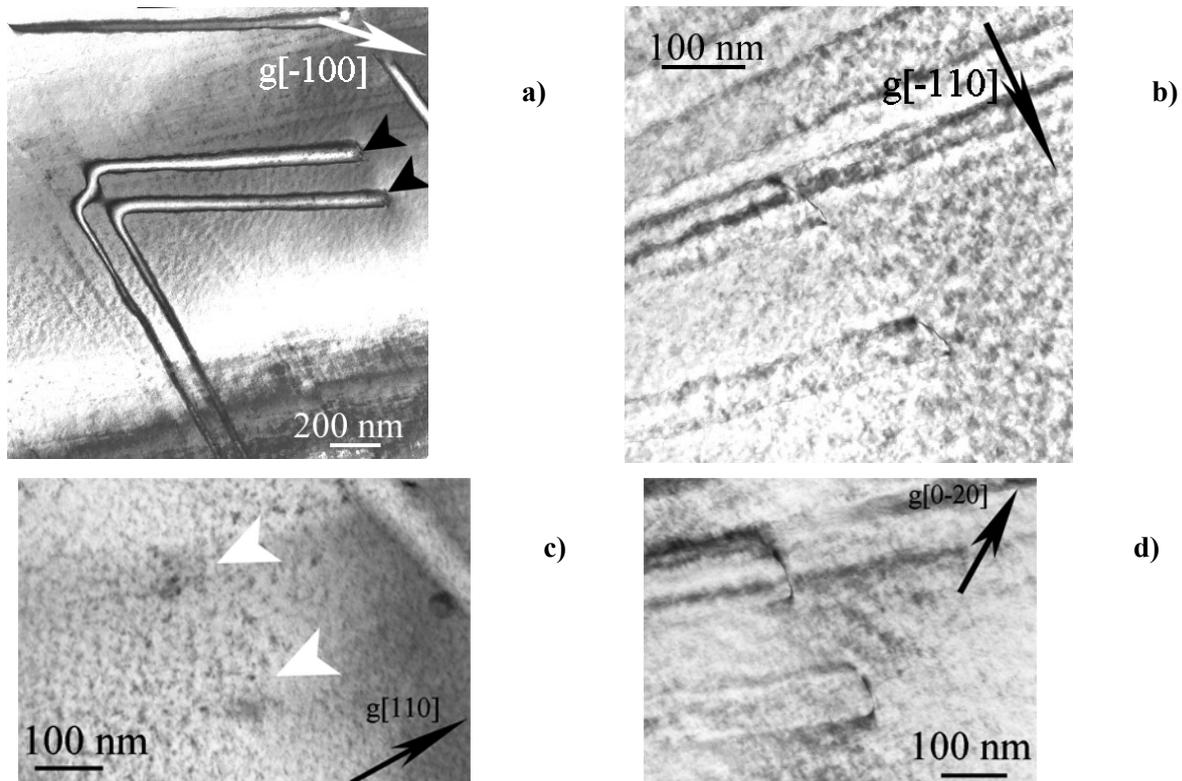
Scénario pour expliquer les contrastes très géométriques observés à 600°C *in situ* avant application de la charge

Comme nous l'avons vu dans le Chapitre IV (IV.4.2.) nous pouvons imaginer l'apparition de contrastes très géométriques ainsi que leur propagation, comme illustré par la **Figure A.II.1** enregistrée pour l'alliage monocristallin FeAlB. Rappelons que ces phénomènes se produisent alors même que la lame n'est soumise à aucune charge. Les conditions de diffraction sont les suivantes : il faut se placer en champ clair en excitant non pas la tache (200), mais la tache de surstructure (010)



Nous retrouvons ces contrastes géométriques lors de l'étude *post mortem* des lames déformées *in situ* à 600°C. Dans les deux alliages et les zones étudiées, ces contrastes sont généralement observés en bordure du trou, là où la lame est la plus fine. Le cliché **a)** de la **Figure A.II.2** a été obtenu dans les mêmes conditions de diffraction que celles utilisées pour la **Figure A.II.1**, c'est-à-dire que l'image est faite avec le faisceau transmis lorsque tache de

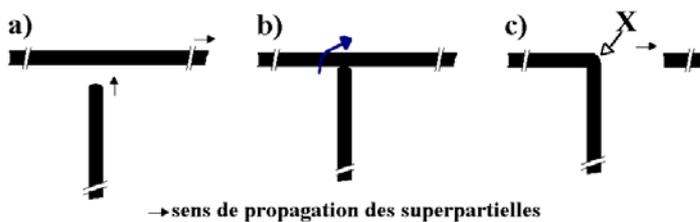
surstructure (010) est excitée. Sur ce cliché nous pouvons observer la présence de dislocations aux extrémités de ces contrastes, flèches noires.



**Figure A.II.2 :** Détermination de l'origine des contrastes très géométriques observés *in situ* à 600°C, sans application de charge, dans l'alliage FeAlNi4B monocristallin. Champ clair, axe de zone [001].

L'indexation de ces dislocations à l'aide des vecteurs de diffraction accessibles dont nous disposons ne permet pas d'aboutir à une certitude. En effet, le seul vecteur de diffraction qui rende invisible les dislocations est [110], cliché c) L'indétermination persiste puisqu'il peut s'agir du vecteur de Burgers [1-10] ou [1-11] ou encore [-111]. Cependant, comme nous l'avons vu précédemment dans la **Figure A.II.1**, le contraste géométrique peut disparaître lorsque deux de ces contrastes interagissent.

Le scénario vraisemblable qui se produit peut être le suivant. Supposons que les dislocations qui génèrent les contrastes géométriques soient des superpartielles indépendantes de vecteur de Burgers  $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle$ . En glissant, ces superpartielles créent derrière elles un désordre chimique, une paroi d'antiphase. Supposons qu'une de ces superpartielles crée une paroi d'antiphase, mise en contraste par un vecteur d'onde de surstructure.

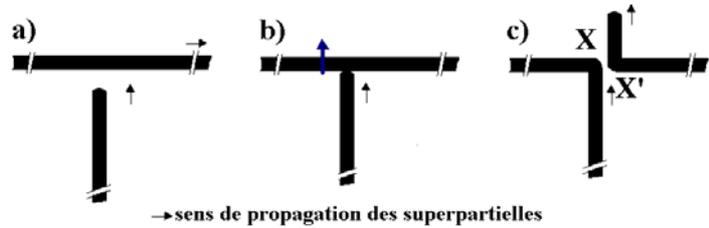


**Figure A.II.3 :** Schéma explicatif de l'effacement du contraste.

Imaginons, **Figure A.II.3 a) et b)**, une seconde superpartielle qui, dans son propre déplacement, viendrait au contact de cette paroi

d'antiphase. Si la seconde a le même vecteur de Burgers que la première, alors elle doit suivre « la trace » de la première en rétablissant l'ordre, donc en effaçant le contraste, et ainsi l'énergie du système diminuerait, **Figure A.II.3 c)** Une superdislocation  $\langle 111 \rangle$ , dissociée ou parfaite, serait ainsi reconstituée. En outre nous assisterions à la connexion de deux parois à l'endroit du contact, cela formerait un coude, noté **X**.

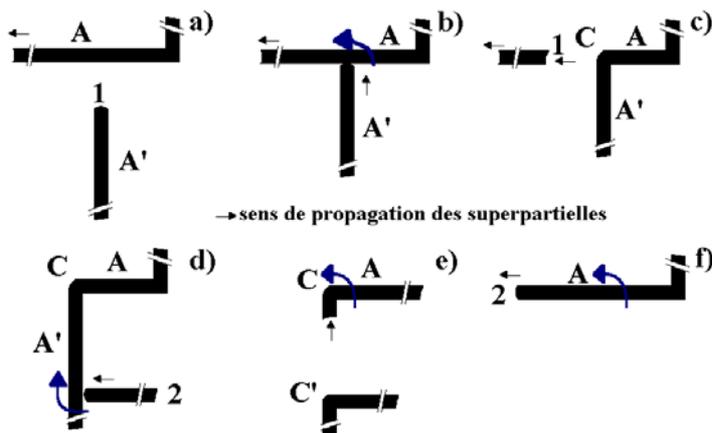
Si, en revanche, la seconde superpartielle n'a pas le même vecteur de Burgers que la première, alors la seconde continuerait dans sa direction initiale, **Figure A.II.4b)** De plus, la



**Figure A.II.4 :** Schéma explicatif du non-effacement du contraste.

paroi d'antiphase créée par la seconde superpartielle avant contact se connecterait à la paroi laissée par la première et ce, au niveau du contact : c'est l'origine du premier coude, **X** sur la **Figure A.II.4Figurec)** En revanche, en poursuivant son glissement la seconde superpartielle crée de nouveau une paroi qui se trouve elle aussi connectée à la paroi laissée par la première superpartielle : c'est l'origine du second coude, **X'** sur la **Figure A.II.4c)**

Nous pouvons maintenant expliquer la **Figure A.II.1** à la lumière de ce scénario. Les trois premiers clichés de cette séquence montrent l'effacement du contraste : il s'agit donc d'une superpartielle, que nous nommerons **2** qui rétablit l'ordre perturbé par la superpartielle précédente, nommée **1**, après être entrée en contact avec la paroi initiale. Le point de contact en question est hors-champ. **1** et **2** ont nécessairement le même vecteur de Burgers.

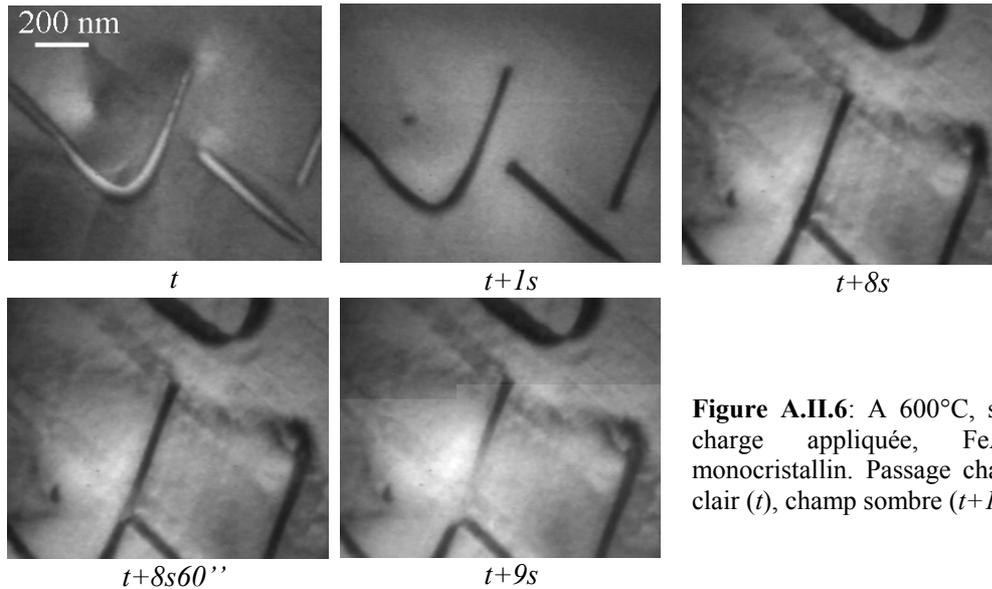


**Figure A.II.5 :** Schéma explicatif de la **Figure A.II.1**.

cette dernière afin de diminuer l'énergie du système en rétablissant l'ordre, **Figure A.II.5b)** Ce faisant la paroi initiale disparaît et le coude **C** est produit, **Figure A.II.5c)** Puis **2** vient au contact de **A'** et l'efface en produisant le coude **C'**, **Figure A.II.5d)** et e) Jusque là nous

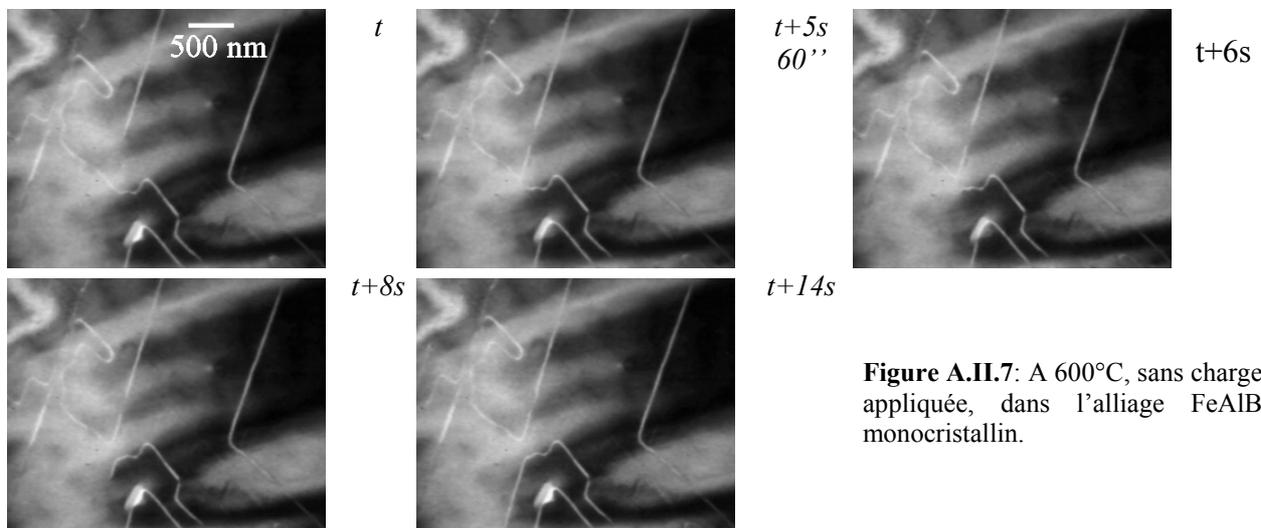
Si nous remontons dans le temps, voici ce qui s'est certainement passé avant ce premier contact, **Figure A.II.5**. **1** crée une paroi d'antiphase **A'** jusqu'au point de contact **C** où elle rencontre une paroi **A** préexistante **Figure A.II.5a)** et **b)** Comme **1** est de même vecteur de Burgers que la superpartielle qui a généré **A**, elle « entre dans la trace » de

sommes encore dans le passé de la **Figure A.II.1**. Bien que le coude **C'** appartienne au présent de cette séquence, il est cependant hors-champ. **A'** est donc la paroi d'antiphase qui est annihilée par **2** sur les trois premiers clichés de la séquence. Lorsque **2** arrive au niveau du coude **C**, elle suit nécessairement les deux superpartielles précédentes, **1** et l'initiale. Ainsi elle recrée la paroi d'antiphase **A**, **Figure A.II.5f**). Le scénario envisagé nous permet effectivement d'expliquer entièrement la **Figure A.II.1**.



**Figure A.II.6:** A 600°C, sans charge appliquée, FeAlB monocristallin. Passage champ clair ( $t$ ), champ sombre ( $t+1s$ )

De plus, lors de la stabilisation à 600°C de la lame de l'alliage monocristallin FeAlB, nous avons enregistré des séquences qui reproduisent exactement les schémas explicatifs présentés plus haut. D'un côté, la **Figure A.II.6** est en effet l'illustration du schéma de la **Figure A.II.3**. De l'autre la **Figure A.II.7** montre précisément l'enchaînement des phases du schéma de la **Figure A.II.4**.



**Figure A.II.7:** A 600°C, sans charge appliquée, dans l'alliage FeAlB monocristallin.

Nous pouvons donc raisonnablement conclure que les contrastes géométriques sont issus du glissement de superpartielles non appariées, selon le scénario explicité plus haut.

Une question reste pourtant posée : les contraintes existant au sein de l'échantillon sont-elles suffisantes pour propager les superpartielles ?

Munis de nos propres mesures de largeurs de dissociation des superdislocations, **Chapitre III**, nous pouvons commencer par estimer la contrainte nécessaire à la propagation d'une seule superpartielle. Lorsqu'elle glisse, elle désordonne le matériau et laisse derrière une APB. La superpartielle doit donc se mouvoir contre l'énergie d'APB, c'est-à-dire vaincre une contrainte  $\sigma_{APB}$  telle que :

$$\sigma_{APB} = \Gamma/b$$

où  $\Gamma$  est l'énergie d'APB et  $b$  le vecteur de Burgers de la superpartielle. Si nous tenons compte du fait que la dislocation considérée est une superpartielle,  $b$  vaut alors  $a\sqrt{3}/2$ . Le paramètre de maille  $a$  est supposé identique pour les deux alliages : 2,89 Å.

Lorsqu'une superdislocation est dissociée, l'équilibre des forces de répulsion entre superpartielles (de mêmes vecteurs de Burgers) et d'attraction (issue de l'énergie de surface d'APB créée) s'écrit :

$$\Gamma = \frac{\mu b^2}{2\pi d_{APB}}$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement et  $d_{APB}$  la largeur de dissociation.

Considérons le même module de cisaillement pour les deux alliages (100 GPa environ) Puisque l'énergie d'APB diminue lorsque la température augmente [81], les largeurs de dissociations déterminées à température ambiante (7 à 9 nm pour FeAlNi4B et 12 à 14 nm pour FeAlB) doivent être augmentées. Nous supposons par ailleurs que le rapport entre ces distances ( $d_{0Ni}/d_{4Ni} \approx 1.6$ , cf. **V.2.2.**) est conservé. Pour le calcul, supposons un doublement de ces distances entre 20°C et 600°C. Nous obtenons alors des énergies d'APB de l'ordre de 40 et 60 mJ/m<sup>2</sup> pour FeAlB et FeAlNi4B respectivement. Les contraintes à vaincre pour le mouvement des superpartielles sont donc de l'ordre de 160 et 240 MPa.

Pour générer de telles contraintes alors qu'aucune sollicitation mécanique extérieure n'est appliquée, nous pouvons envisager que le faisceau électronique – tension d'accélération de 300kV dans le MET *in situ* – crée des dégâts d'irradiation dont la conséquence pourrait être la relaxation de l'APB. Pour confirmer cela il faudrait mesurer la largeur de dissociation

d'une superdislocation reformée après une séquence du type de la **Figure A.II.6** et la comparer avec la largeur de dissociation à l'équilibre à 600°C, température d'observation de ces phénomènes. Comme nous n'avons pas, présentement, à notre disposition ces données, nous ne pouvons infirmer ou confirmer cette hypothèse. En revanche, puisque la force de traînage n'agit que vis-à-vis de l'APB nouvellement créée par la superpartielle, elle est donc complètement décorrélée de la relaxation que peut subir l'APB après sa création.

Une autre possibilité consisterait à considérer des effets de lame mince qui faciliteraient le traînage. En effet la relaxation peut être favorisée par la diffusion en surface. Cependant cette hypothèse nous paraît de nouveau difficilement conciliable avec l'argument ci-dessus, qui reste valable pour ce cas. Quant aux forces de Peach et Köler, elles ne dépendent que du vecteur de Burgers et ne sont pas affectées par les surfaces libres.

Nous pouvons aussi envisager l'explication suivante. Le faisceau électronique pourrait créer un gradient local de température, entre la zone « éclairée » et le reste de l'échantillon, générateur d'une contrainte thermique suffisante pour propager la superpartielle. La contrainte thermique résultant de la dilatation de la zone mince sous le faisceau vaut approximativement :

$$\sigma_T = E\alpha\Delta T \quad \text{où } E \text{ est le module d'Young du matériau, } \alpha \text{ son coefficient de dilatation thermique et } \Delta T \text{ le gradient de température entre la zone mince éclairée et le reste de l'échantillon.}$$

Avec une valeur du module d'Young et un coefficient de dilatation thermique identiques pour les deux alliages, de l'ordre de 200 GPa et  $25 \cdot 10^{-6}$  [25] respectivement, nous obtenons que les gradients de température nécessaires pour que  $\sigma_T = \sigma_{APB}$  doivent être d'environ 30 et 50 K pour FeAlB et FeAlNi4B respectivement. Ce sont des valeurs qui ne sont pas complètement déraisonnables. Cette hypothèse du gradient thermique peut donc sembler la plus probable au regard des données dont nous disposons.

## ANNEXE A.III

## Durcissement en solution solide : bases générales des modèles classiques et applications numériques

**Effet de taille**

Pour l'effet de taille, l'énergie d'interaction entre une dislocation coin et un atome de soluté s'écrit [185],

$$W_t = \frac{3 \cdot \mu \cdot b \cdot \eta_t \cdot \Omega}{\pi} \cdot \frac{z}{y^2 + z^2} \quad (\text{éq.1})$$

où  $\mu$  est le module de cisaillement de la matrice FeAl40,  $\Omega$  le volume atomique de la matrice et où  $\eta_t$  est le facteur de taille. Ce facteur est défini par la variation relative du paramètre de maille de l'alliage en fonction de la concentration en soluté :

$$\eta_t = \frac{d \ln a}{dc} \quad (\text{éq.2})$$

La force d'interaction correspondante  $F_t = -\partial W_t / \partial y$  est maximale pour  $\partial F_t / \partial y = 0$  (i.e. pour  $y/z = 1/\sqrt{3}$ ) Cette force maximale d'interaction s'écrit alors, à partir de (éq.1) :

$$F_t^{\max} = \frac{9\sqrt{3}}{8\pi} \frac{\mu b \cdot \Omega}{z^2} \cdot |\eta_t| \quad (\text{éq.3})$$

**Effet du module**

Si nous nous intéressons maintenant à l'effet du module, nous pouvons écrire l'énergie d'interaction entre une dislocation coin et un atome de soluté comme suit [185] :

$$W_\mu = \frac{\mu b^2 |\eta_\mu| \Omega}{8\pi^2 \cdot (1-\nu)^2} \cdot \frac{1}{y^2 + z^2} \quad (\text{éq.4})$$

où  $\nu$  est le coefficient de Poisson de la matrice FeAl40 et  $\eta_\mu$  le « facteur de module » défini de façon identique à  $\eta_t$ . Il s'écrit donc :

$$\eta_\mu = \frac{d \ln \mu}{dc} \quad (\text{éq.5})$$

A partir de la dérivation de l'énergie d'interaction (éq.4), la force d'interaction maximale pour l'effet du module s'écrit:

$$F_\mu^{\max} = \frac{9\sqrt{3}}{8\pi} \frac{\mu b \cdot \Omega}{z^2} \frac{|\eta_\mu|}{24\pi(1-\nu)^2 \cdot (z/b)} \quad (\text{éq.6})$$

### **Formulation générale pour les forces maximales**

En considérant la cristallographie de nos alliages (B2) et le système de glissement actif ( $\langle 111 \rangle / \{110\}$ ), nous pouvons exprimer le volume atomique  $\Omega$  et la distance  $z$  en fonction de  $b$ , soit  $b^3/(6\sqrt{3})$  et  $b/\sqrt{6}$  respectivement. Ainsi, à l'aide des relations (éq.3 et 6) nous obtenons une formulation générale de la force maximale d'interaction :

$$F_\mu^{\max} = \frac{9}{8\pi} \mu b^2 \cdot \delta \quad (\text{éq.7})$$

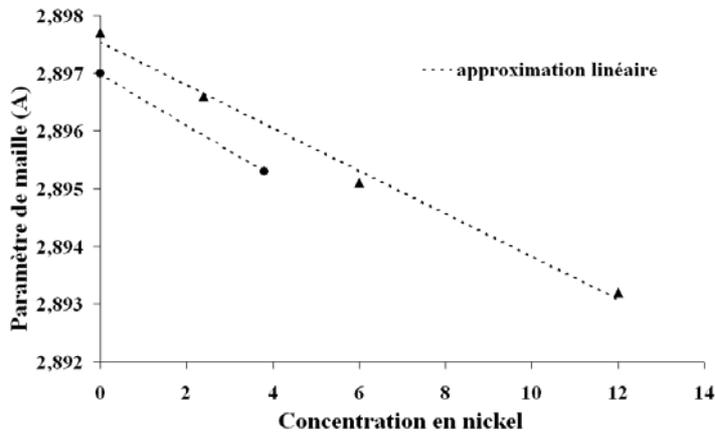
où  $\delta$  permet de distinguer entre l'effet de taille et celui du module, respectivement  $|\eta_t|$  ou  $|\eta_\mu|/\alpha$  avec  $\alpha = 4\pi\sqrt{6}(1-\nu)^2$ .

### **Forces maximales : applications numériques**

#### ***Détermination du facteur de taille $|\eta_t|$***

A partir de mesures du paramètre de maille par diffraction des rayons X sur deux de nos alliages (**Figure A.III.1**) nous obtenons une valeur de  $\eta_t$  égale à  $-0,0154$ . Cette valeur est compatible avec celle que nous avons calculée en utilisant les données de Pike *et al.* [147]

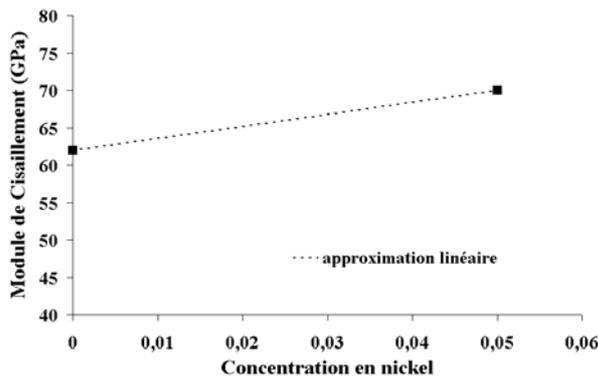
(Figure A.III.1) : -0,0129. C'est cette dernière valeur que nous utiliserons par la suite dans la mesure où elle est issue d'un plus grand nombre de points expérimentaux.



**Figure A.III.1 :** Variation du paramètre de maille d'alliages  $\text{Fe}_{60-x}\text{Al}_{40}\text{Ni}_x$  en fonction de la concentration  $c$  en nickel (% at.) Les ronds représentent des mesures effectuées dans le cadre de la présente étude, tandis que les triangles sont des données issues des travaux de Pike *et al.* [147].

### Détermination du facteur de module $|\eta_\mu|$

Nous avons besoin d'évaluer  $\eta_\mu$ , mais la littérature est très pauvre en données sur la variation du module de cisaillement de la matrice FeAl40 en fonction de la teneur en nickel. Schneibel *et al.* [132] (Figure A.III.2) ont mesuré les modules de cisaillement des alliages FeAl45 et FeAl45Ni5. La question est donc de savoir si ces données sont pertinentes pour notre étude.



**Figure A.III.2 :** Variation du module de cisaillement d'alliages  $\text{Fe}_{55-x}\text{Al}_{45}\text{Ni}_x$  en fonction de la concentration  $c=x/100$  en nickel. D'après [132].

Ces alliages, [132], ont été coulés puis mis en forme par extrusion ; leur taille de grains est de l'ordre de 20 à 40  $\mu\text{m}$ . Il contiennent en outre du bore et du zirconium, 0,2 et 0,1 % at. respectivement. La valeur de  $\mu$  pour FeAl45 mesurée par ces auteurs est de l'ordre de 60 GPa. Cette valeur est de l'ordre de celle proposée par Simmons et Wang [171], pour FeAl40 ( $\mu=75$  GPa), mais nettement plus faible que ce que nous pouvons déduire des mesures de module

d'Young (E) effectuées par Harmouche et Wolfenden [133] sur des alliages FeAl<sub>x</sub> (x = 40 à 48 %) de taille de grains équivalente, élaborés par métallurgie des poudres et extrudés. Le calcul nous donne en effet 100 GPa.

Par ailleurs, nous avons précédemment abordé (cf. **Chapitre I**) les questions de l'influence que pouvait avoir le procédé de fabrication sur la texture de l'alliage [48] et de la dépendance de E vis-à-vis de la température ou de la composition : les alliages étudiés par Harmouche et Wolfenden [133] ont une texture de type <111>, ce qui les renforce. Nous pouvons donc raisonnablement faire l'hypothèse que les alliages étudiés par Schneibel *et al.* [132] ne sont probablement pas texturés et que  $\mu$ , à l'instar de E (cf. **Chapitre I**), est peu dépendant de l'écart à la stœchiométrie (% at. Al)

Ainsi nous pouvons considérer que la variation relative de  $\mu$  avec la concentration en nickel mesurée par Schneibel *et al.* [132] est valable pour nos propres alliages. Il en est donc de même pour la valeur du « facteur de module » déterminée à partir de ces travaux, soit environ 2,43. C'est cette valeur que nous utiliserons par la suite.

### *Comparaison des forces maximales*

Pour faire l'application numérique dans le cas qui nous intéresse nous avons besoin de connaître les valeurs du module de cisaillement  $\mu$ , du vecteur de Burgers, des facteurs de taille et de module, ainsi que la valeur du coefficient de Poisson.

D'après Simmons et Wang [171], le module de cisaillement de FeAl<sub>40</sub> vaut environ 75 GPa. Le coefficient de Poisson de la matrice FeAl<sub>40</sub> est quant à lui égal à 0,3 [9, 171]. Le vecteur de Burgers des superdislocations  $a\langle 111 \rangle$  vaut  $a\sqrt{3}$  et pour FeAl<sub>40</sub> le paramètre de maille  $a$  est de l'ordre de 2, 897 Å. Compte-tenu des valeurs retenues plus haut pour les facteurs de taille et de module, l'application numérique donne que :

$$F_t^{\max} = 8,7 \cdot 10^{-11} \text{ N, et que}$$

$$F_\mu^{\max} = 108,8 \cdot 10^{-11} \text{ N.}$$

La contribution de l'effet du module au DSS sera donc nettement prépondérante en comparaison de celle de l'effet de taille.

### Deux approches du franchissement à 0K

Dans le cadre de l'analyse du franchissement à 0 K d'une distribution de solutés par un segment de dislocation, l'approche est fortement dépendante de la distribution d'obstacles (types et concentration)

En ce qui concerne le type d'obstacle, Fleischer a défini deux grandes catégories d'atomes durcissants [189]. Il s'agit de ceux produisant des défauts asymétriques (par exemple les solutés en insertion dans un **c.c.** générant un effet tétragonal) et de ceux produisant des défauts symétriques (par exemple les solutés en substitution dans un **c.f.c.**) Bien que la structure cristallographique des alliages FeAl soit proche de celle des **c.c.**, nous pouvons considérer que le nickel entre dans la deuxième catégorie : en effet, les atomes de nickel se placent en substitution sur les sites de fer (**Chapitre I**)

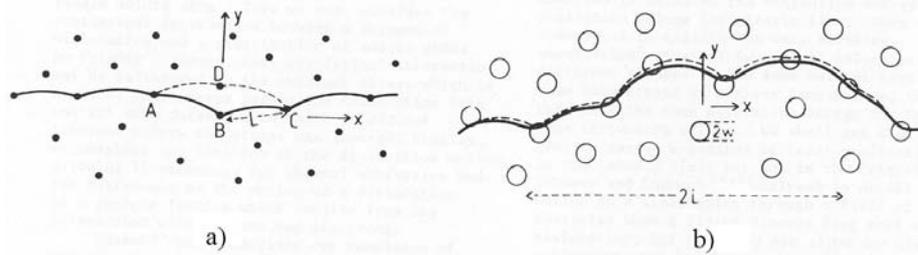
En outre ces obstacles peuvent être dits localisés ou diffus. Friedel [168] puis Fleischer [75, 169, 189] ont défini les obstacles dits localisés comme interagissant de façon ponctuelle avec la dislocation en exerçant chacun la force  $F^{\max}$ . La distance  $l$  entre obstacles au sens de Friedel ne correspond pas à la distance entre atomes de soluté plus proches voisins dans le plan de glissement, mais à la distance entre obstacles le long de la ligne de dislocation. Cette distance dépend de la tension de ligne  $\Gamma$  et de la contrainte appliquée  $\tau$  [185] :

$$l = \left( \frac{2\Gamma A}{\tau b} \right)^{1/3} \quad (\text{éq.8})$$

où  $A$  est l'aire occupée par un atome de soluté dans le plan de glissement ( $A = a^2\sqrt{2}/2$  ou  $b^2\sqrt{2}/6$ , dans notre cas) Il s'agit dans ce cas de quantités ( $\tau$ ,  $l$ ) moyennées.

Pour les obstacles dits diffus, Labusch [170] considère qu'un des effets de la tension de ligne est d'empêcher tous les atomes de soluté d'interagir simultanément avec la force maximale  $F^{\max}$  le long de la ligne de dislocation. Ainsi, la dislocation ne se courbe pas fortement pour interagir avec chacun des atomes de solutés. Pour faire le traitement statistique, Labusch utilise alors une fonction de distribution  $\rho(F)dF$  qui correspond au nombre d'interactions, par unité de longueur, pour lesquelles la force d'interaction est comprise entre  $F$  et  $F+dF$ . En conséquence, les obstacles ne sont plus ponctuels mais présentent une certaine extension spatiale ( $S_{\text{ext}}$ )

Le modèle de Friedel/Fleischer [75, 168, 169, 189] s'applique plutôt à des solutions solides diluées (i.e. pour les faibles concentrations en atomes de soluté) Dans ce cadre une dislocation ne se libère que d'un seul ancrage avec un soluté pour n'en rencontrer qu'un seul autre, **Figure A.III.3 a)** En revanche, le modèle de Labusch [170] est valable pour les solutions solides dites concentrées. La dislocation, dans ce cas, glisse en propageant un large front de sa ligne sur une distance  $w = \frac{1}{2}S_{\text{ext}}$ , **Figure A.III.b)**



**Figure A.III.3 :** Progression d'une dislocation à travers une distribution aléatoire d'obstacles, d'après [165]. **a)** limite de Friedel : le segment ABC avance à la position ADC. **b)** limite de Labusch : avancée sur un large front de ligne d'une distance w.

**Détermination de la concentration discriminante  $c^*$**

Labusch [170] a montré que le paramètre adimensionnel  $\eta_0$  contrôle le déplacement d'une dislocation au travers d'une distribution aléatoire d'obstacles ::

$$\eta_0 = \frac{z}{b} \left( \frac{4c\Gamma}{F^{\max}} \right)^{1/2} \tag{eq.9}$$

A partir de ce critère, il est possible de définir une concentration en soluté  $c^*$  qui permet de discriminer entre le domaine d'application du modèle des solutions solides diluées ( $\eta_0 \ll 1$ ) et celui du modèles des solutions dites concentrées ( $\eta_0 > 1$ )

Valeurs possibles de  $c^*$ , en fonction de la force maximale d'interaction  $F^{\max}$  et de la tension de ligne  $\Gamma$ .

$F^{\max}$	$c^*$ pour $\Gamma = \frac{1}{2} \mu b^2$	$c^*$ pour $\Gamma = \mu b^2$
$F_t^{\max} = 8,7 \cdot 10^{-11} \text{ N}$	0,016	0,008
$F_\mu^{\max} = 108,8 \cdot 10^{-11} \text{ N}$	0,172	0,086

Pour évaluer  $c^*$  pour nos alliages, nous avons besoin de la valeur de  $F^{\max}$  et de la tension de ligne  $\Gamma$ . Nous avons calculé la première plus haut et la théorie élastique des

dislocations [168] indique que  $\frac{1}{2} \mu b^2 < \Gamma < \mu b^2$  pour une dislocation à faible courbure. Suivant les différentes combinaisons possibles (cf. tableau ci-contre), la concentration discriminante  $c^*$  est comprise entre 0,8 et 17,2 %. Pour les concentrations en nickel qui nous concernent (2 à 10 %) et en faisant abstraction du caractère ternaire et ordonné de nos alliages nous pouvons donc considérer être dans le domaine de validité des solutions solides concentrées.

**BIBLIOGRAPHIE**

1. Bradley A.J. et Taylor A.H., *J. Iron and Steel Inst.*, **125**: p. 339. (1932)
2. Sainfort G., Mouturat P., Pépin P., Petit J., Cabane G. et Salesse M., *Propriétés mécaniques à chaud des alliages fer-aluminium à forte teneur en aluminium*. Mém. Sci. Rev. Métall., **LX** (2): p. 125-134. (1963)
3. Moine P., Cottu J.-P., Caisso J. et Jacquesson R., *Limite élastique du FeAl 40%*. C. R. Acad. Sci. Paris, **T. 261**: p. 3121-3124. (1965)
4. Cottu J.-P., Moine P., Grosbras P., Caisso J. et Jacquesson R., *Quelques aspects de la fragilité à chaud de l'alliage Fer-Aluminium à 40% at d'aluminium*. Mém. Sci. Rev. Métall., **LXIII** (9): p. 793-799. (1966)
5. Leamy H.J., Gibson E.D. et Kayser F.X., *The elastic stiffness coefficients of iron-aluminum alloys—I experimental results and thermodynamic analysis*. Acta Met., **15**: p. 1827-1838. (1967)
6. Rieu J. et Goux C., *Etude du durcissement par trempe des alliages ordonnés Fe-Al de type L2o (B2??)* Mém. Sci. Rev. Métall., **LXVI** (12): p. 869-880. (1969)
7. Crimp M.A. et Vedula K., *Effect of boron on the tensile properties of B2 FeAl*. Mat. Sci. Eng., **78**: p. 193-200. (1986)
8. Moret F., Baccino R., Martel P. et Guetaz L., *Propriétés et applications des alliages intermétalliques B2-FeAl*. J. de Physique, **6** (C2): p. 281-289. (1996)
9. Miracle D.B. et Darolia R., *NiAl and its alloys*, in *Intermetallic Compounds*, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 53-72. (1994)
10. Kong C.H. et Munroe P.R., *The effect of cooling rate and heat treatment on hardness across the FeAl-NiAl pseudobinary*. Scripta Metall. Mater., **28** (10): p. 1241-1244. (1993)
11. Kong C.H. et Munroe P.R., *The effect of ternary additions on the vacancy hardening of FeAl*. Scripta Metall. Mater., **30** (8): p. 1079-1083. (1994)
12. Munroe P.R., *The effect of nickel on vacancy hardening in iron-rich FeAl*. Intermetallics, **4**: p. 5-11. (1996)
13. Schneibel J.H., Munroe P.R. et Pike L.M. *Strength, thermal defects and solid solution hardening in nickel-containing B2 iron aluminides in "High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys VII"*, Boston. M.R.S. **460**. p. 379-384. (1996)
14. Baker I. et Munroe P.R., *Mechanical properties of FeAl*. Int. Mat. Rev., **42** (5): p. 181-205. (1997)
15. Liu C.T. et Kumar K.S., *Ordered intermetallic alloys, Part I: nickel and iron aluminides*. JOM, **May**: p. 38-44. (1993)
16. Liu C.T., Stringer J., Mundy J.N., Horton L.L. et Angelini P., *Ordered intermetallic alloys: an assessment*. Intermetallics, **5** (8): p. 579-596. (1997)
17. Liu C.T., George E.P., Maziasz P.J. et Schneibel J.H., *Recent advances in B2 iron aluminide alloys: deformation, fracture and alloy design*. Mat. Sci. Eng. A, **258** (1-2): p. 84-98. (1998)
18. Stoloff N.S., *Iron aluminides: present status and future prospects*. Mat. Sci. Eng. A, **258** (1-2): p. 1-14. (1998)
19. Vedula K., *FeAl and Fe3Al*, in *Intermetallic Compounds*, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 199-209. (1994)
20. Deevi S.C. et Sikka V.K., *Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing and applications*. Intermetallics, **4**: p. 357-375. (1996)

## BIBLIOGRAPHIE

---

21. Kruml T., Conforto E., Piccolo B.L., Caillard D. et Martin J.L., *From dislocation cores to strength and work-hardening: a study of binary Ni<sub>3</sub>Al*. Acta Mat., **50** (20): p. 5091-5101. (2002)
22. Stephens J.R. *The B<sub>2</sub> aluminides as alternative materials in "High-Temperature Ordered Intermetallics Alloys I"*, Boston. M.R.S. Materials Research Society Symposium Proceedings, **39**. p. 381-395. (1984)
23. Doychak J., *Oxidation behavior of high-temperature intermetallics*, in *Intermetallic Compounds*, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 977-1016. (1994)
24. Duquette D.J., *Corrosion of intermetallic compounds*, in *Intermetallic Compounds*, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 965-975. (1994)
25. Baccino R., Filippo D.S., Moret F., Lefort A. et Webb G. *Properties and applications of a high specific stiffness mechanically alloyed iron aluminide grade in "PM94, Powder Metallurgy World Congress"*, Paris. Editions de Physique, Les Ulis. **Vol. II**. p. 1239-1242. (1994)
26. Jiao S., Bird N., Hirsch P.B. et Taylor G., *Yield stress anomalies in single crystals of Ti-54.5at.%Al I. Overview and < 011] superdislocation slip*. Phil. Mag. A, **78** (3): p. 777-802. (1998)
27. Stoloff N.S. et Davies R.G., *The plastic deformation of ordered FeCo and Fe<sub>3</sub>Al alloys*. Acta Met., **12**: p. 473-485. (1964)
28. Morris D.G., *The yield stress anomaly in Fe-Al alloys : the local climb lock model*. Phil. Mag. A, **71** (6): p. 1281-1294. (1995)
29. Kratochvíl P., Kopecek J. et Pesicka J., *Order of Fe<sub>3</sub>Al alloys and their yield stress*. Mat. Sci. Eng. A, **234-236**: p. 142-144. (2001)
30. Carleton R., George E.P. et Zee R.H., *Effects of deviations from stoichiometry on the strength anomaly and fracture behavior of B-doped FeAl*. Intermetallics, **3** (6): p. 433-441. (1995)
31. Morris D.G. et Morris M.A., *Dislocation processes leading to the stress anomaly in B<sub>2</sub>-type Fe-40%Al single crystals*. Intermetallics, **5** (4): p. 245-263. (1997)
32. George E.P. et Baker I., *A model for the yield strength anomaly of Fe-Al*. Phil. Mag. A, **77** (3): p. 737-750. (1998)
33. Li D., Lin D. et Liu Y., *Effect of temperature on the tensile properties and dislocation structures of FeAl alloys*. Mat. sci. eng. A, **249** (1-2): p. 206-216. (1998)
34. Yang Y., Baker I., III G.T.G. et Cady C., *The yield stress anomaly in stoichiometric FeAl at high strain rate*. Scripta Mat., **40** (4): p. 403-408. (1999)
35. Calonne O., Fraczkiwicz A. et Louchet F., *Yield strength anomaly in B<sub>2</sub>-ordered FeAl alloys : role of boron*. Scripta Mat., **43**: p. 69-75. (2000)
36. Briant C.L., *Intergranular and cleavage fracture*, in *Intermetallic Compounds*, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 895-910. (1994)
37. Morris D.G., Chao J., Oca C.G. et Muñoz-Morris M.A., *Obtaining good ductility in an FeAl intermetallic*. Mat. Sci. Eng. A, **339** (1-2): p. 232-240. (2003)
38. Fraczkiwicz A., Gay A.-S. et Biscondi M., *On the boron effect in FeAl (B<sub>2</sub>) intermetallics alloys*. Mat. Sci. Eng. A, **A258**: p. 108-114. (1998)
39. White C.L., Padgett R.A. et Liu C.T., *Surface and grain boundary segregation in relation to intergranular fracture: Boron and sulfur in Ni<sub>3</sub>Al*. Scripta Met., **18** (12): p. 1417-1420. (1984)
40. George E.P., White C.L. et Horton J.A., *Grain boundary cohesion and fracture in ordered intermetallics*. Scripta Metall. Mater., **25** (6): p. 1259-1264. (1991)
41. Baker I., *Improving the ductility of intermetallic compounds by particle-induced slip homogenization*. Scripta Mat., **41** (4): p. 409-414. (1999)
42. Morris D.G., Gunther S. et Briguet C., *Thermomechanical processing of mechanically-alloyed Fe-40Al and the influence on mechanical properties*. Scripta Mat., **37** (1): p. 71-77. (1997)
43. Godlewska E., Szczepanik S., Mania R., Krawiarz J. et Koziński S., *FeAl materials from intermetallic powders*. Intermetallics, **11**: p. 207-312. (2003)

## BIBLIOGRAPHIE

---

44. Grosdidier T., Suzon E. et Wagner F., *Primary recrystallization in an ODS FeAl40 alloy: an effective way to tailor texture and microstructure*. Intermetallics, **12** (6): p. 645-654. (2004)
45. Morris D.G., Oca C.G., Chao J. et Muñoz-Morris M.A., *Influence of machining conditions on tensile stress and ductility of a mechanically alloyed Fe-40Al intermetallic*. Scripta Mat., **46** (12): p. 843-850. (2002)
46. Muñoz-Morris M.A., Oca C.G. et Morris D.G., *Microstructure and room temperature strength of Fe-40Al containing nanocrystalline oxide particles*. Acta Mat., **51**: p. 5187-5197. (2003)
47. Schlimbach K. et Lugscheider E. *Brazing technology for joining intermetallics in "Brazing Conference Loet'01"*, Aachen. (2001)
48. Noebe R.D., Bowman R.R. et Nathal M.V., *Physical and mechanical properties of the B2 compound NiAl*. Int. Mat. Rev., **38** (4): p. 193-232. (1993)
49. Ikeda O., Ohnuma I., Kainuma R. et Ishida K., *Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe-Al system*. Intermetallics, **9** (9): p. 755-761. (2001)
50. Mendiratta M.G. et Law C.C., *Dislocations energies and mobilities in B2 ordered Fe-Al alloys*. J. Mater Sci, **22** (May): p. 607-611. (1987)
51. Chang Y.A., Pike L.M., Liu C.T., Bilbrey A.R. et Stone D.S., *Correlation of the hardness and vacancy concentration in FeAl*. Intermetallics, **1**: p. 107-115. (1993)
52. Kogachi M. et Haraguchi T., *Quenched-in vacancies in B2-structured intermetallic compound FeAl*. Mat. Sci. Eng., **A230**: p. 124-131. (1997)
53. Pearson W.B., *A handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys*, in *International series of monographs on metal physics and physical metallurgy*, Raynor G.V., Editor - Pergamon Press. p. 343-345. (1958)
54. Haraguchi T. et Kogachi M., *Point defect behavior in B2-type intermetallic compounds*. Mat. Sci. Eng. A, **329-331**: p. 402-407. (2002)
55. Jordan J.L. et Deevi S.C., *Vacancy formation and effects in FeAl*. Intermetallics, **11** (6): p. 507-528. (2003)
56. Neumann J.P., *On the occurrence of substitutional and triple defects in intermetallic phases with the B2 structure*. Acta Met., **28** (8): p. 1165-1170. (1980)
57. Besson R. *Simulation à l'échelle atomique de quelques propriétés volumiques et interfaciales d'alliages ordonnés fer-aluminium*, Thèse de doctorat, St Etienne. (1997)
58. Besson R. et Morillo J., *Development of a semiempirical n-body noncentral potential for Fe-Al alloys*. Phys. Rev. B, **55** (1): p. 193-204. (1997)
59. Fu C.L., Ye Y.-Y. et Yoo M.H. *Bulk and defect properties of ordered intermetallics : a first-principles total-energy investigation in "High Temperature Ordered Intermetallics Alloys V"*, Boston. M.R.S. Materials Research Society Symposium Proceedings, **288**. p. 21-32. (1992)
60. Ho K. et Dodd R.A., *Point defect in FeAl*. Scripta Met., **12**: p. 1055-1058. (1978)
61. Mayer J. et Fähnle M., *AB-initio calculation of effective formation volumes for atomic defects in B2-FeAl*. Scripta Mat., **37** (2): p. 131-134. (1997)
62. Haraguchi T., Hori F., Oshima R. et Kogachi M., *A study of vacancy-type defects in the B2-phase region of the Fe-Al system by positron annihilation method*. Intermetallics, **9**: p. 763-770. (2001)
63. Bester G., Meyer B., Fähnle M. et Fu C.L., *Dominant thermal defects in B2-FeAl*. Mat. Sci. Eng. A, **323**: p. 487-90. (2002)
64. Besson R., Legris A. et Morillo J., *Comprehensive ab initio thermodynamic treatment of impurities in ordered alloys : application to boron in B2 FeAl*. Phys. Rev. Letters, **89** (225502) (2002)
65. Wolff J., Franz M., Broska A., Kerl R., Weinlagen M., Köhler B., Brauer M., Faupel F. et Hehenkamp T., *Point defects and their properties in FeAl and FeSi alloys*. Intermetallics, **7**: p. 289-300. (1999)
66. Kogachi M., Haraguchi T. et Kim S.M., *Point defect behavior in high temperature region in the B2-type intermetallic compound FeAl*. Intermetallics, **6** (6): p. 499-510. (1998)

## BIBLIOGRAPHIE

---

67. Paris D. et Lesbats P., *Vacancies in Fe-Al alloys*. J. Nuclear Materials, **69&70**: p. 628-632. (1978)
68. Paris D., Lesbats P. et Levy J., *An investigation of the distribution of vacancies in an ordered Fe-Al alloy by field ion microscopy*. Scripta Met., **9**: p. 1373-1378. (1975)
69. Rivière J.-P. et Grilhé J., *Influence de la concentration en aluminium sur l'énergie de migration des lacunes de trempe dans les alliages ordonnés Fe-Al*. Phys. Stat. sol. (a), **25**: p. 429-436. (1974)
70. Rivière J.-P., Zonon H. et Grilhé J., *Annealing kinetics of quenched-in vacancies in a Fe-40 at% Al ordered alloy*. Phys. Stat. sol. (a), **16**: p. 545-551. (1973)
71. Fourdeux A. et Lesbats P., *Annealing out of quenched-in vacancies in an ordered B2 type Fe-Al single crystal*. Phil. Mag. A, **45** (1): p. 81-93. (1982)
72. Gay-Brun A.-S. *Etude de l'effet du bore sur les alliages FeAl ordonnés de structure B2*, Thèse de doctorat, St Etienne. (1998)
73. Morris M.A., George O. et Morris D.G., *Vacancies, vacancy aggregates and hardening in FeAl*. Mat. Sci. Eng. A, **258**: p. 99-107. (1998)
74. Morris D.G. et Morris M.A., *Quenching and ageing effects on defects and their structures in FeAl alloys, and the influence on hardening and softening*. Scripta Mat., **38** (3): p. 509-516. (1998)
75. Fleischer R.L., *Solution hardening*. Acta Met., **9**: p. 996-1000. (1961)
76. Yang Y. et Baker I., *The influence of vacancy concentration on the mechanical behavior of Fe-40Al*. Intermetallics, **6**: p. 167-175. (1998)
77. Company R.G., Loretto M.H. et Smallman R.E., *The determination of the  $1/2 \langle 111 \rangle \{110\}$  antiphase boundary energy of NiAl*. Journal of Microscopy, **98** (July 1973): p. 174-179. (1973)
78. Hong T. et Freeman A.J., *Effect of stoichiometry on the structural properties and the electronic structure of intermetallics : anti-phase boundary energies in FeAl and NiAl*. J. Mater. Res., **7** (1): p. 68-79. (1992)
79. Morris D.G. et Morris M.A., *Strengthening at intermediate temperatures in iron aluminides*. Mat. Sci. Eng. A, **239-240** (1-2): p. 23-38. (1997)
80. Fu C.L. et Yoo M.H., *Deformation behavior of B2 type aluminides: FeAl and NiAl*. Acta Metall. Mater., **40** (4): p. 703-711. (1992)
81. Yoshimi K. et Hanada S. *Positive temperature dependance of yield stress in B2 FeAl in "Structural Intermetallics"*. The Minerals, Metals & Materials Society. p. 475-482. (1993)
82. Brown J., Srinivasan R., J M.J.M. et Daw M.S., *The mechanics of slip transition at intermediate temperatures in  $\langle 001 \rangle$ -oriented NiAl single crystals. II. A metastable state for  $a\langle 111 \rangle(110)$  dislocations in NiAl and its role in their decomposition*. Phil. Mag. A, **80** (12): p. 2855-2870. (2000)
83. Srinivasan R., Brown J., Daw M.S., Noebe R.D. et Mills M.J., *The mechanics of slip transition at intermediate temperatures in  $\langle 001 \rangle$ -oriented NiAl single crystals. I. Experimental observations of the decomposition of  $a\langle 111 \rangle$  dislocations in Ni-44 at.% Al*. Phil. Mag. A, **80** (12): p. 2841-2854. (2000)
84. Miracle D.B., *Review of the mechanical properties of NiAl*. Acta Metall. Mater., **41**: p. 649. (1993)
85. Takeuchi S., *Glide of interacting partial dislocations in the Peierls mechanism*. Phil. Mag. A, **71** (6): p. 1255-1263. (1995)
86. Baker I., Nagpal P., Liu F. et Munroe P.R., *The effect of grain size on the yield strength of FeAl and NiAl*. Acta Metall. Mater., **39** (7): p. 1637-1644. (1991)
87. Junqua N. *Etude des défauts obtenus par condensation des lacunes et des interstitiels créés par trempe ou irradiation dans un alliage cubique centré ordonné : le Fe-Al40*, Thèse de doctorat, Poitiers. (1981)
88. Junqua N., Desoyer J.C. et Moine P., *Electron microscopy observation of quenching defects in an ordered alloy of B2 type : Fe-40 at% Al*. Phys. Stat. Sol. (a), **18**: p. 387-395. (1973)
89. Crawford R.C., *Deformation of an ordered Fe-35.5 at.% Al alloy*. Philosophical Magazine, **33** (3): p. 529-555. (1976)
90. Umakoshi Y. et Yamaguchi M., *Deformation of FeAl single crystals at high temperatures*. Phil. Mag. A, **41** (4): p. 573-588. (1980)

## BIBLIOGRAPHIE

---

91. Umakoshi Y. et Yamaguchi M., *The effect of compositional deviations from stoichiometry on the transition in slip direction from  $\langle 111 \rangle$  to  $\langle 100 \rangle$  in FeAl at high temperatures.* Phil. Mag. A, **44**: p. 711. (1981)
92. Yoshimi K., Hanada S. et Yoo M.H., *Yielding and plastic flow behavior of B2-type Fe-39,5 mol.% Al single crystals in compression.* Acta Metall. Mater., **43** (11): p. 4141-4151. (1995)
93. Yoshimi K., Hanada S. et Yoo M.H., *Tensile properties of B2-type Fe-39mol% Al single crystals at elevated temperatures.* Intermetallics, **4**: p. 159-168. (1996)
94. Yoshimi K., Hanada S. et Yoo M.H., *On lattice defects and strength anomaly of B2-type FeAl.* Intermetallics, **4-S1**: p. 159-169. (1996)
95. Yoshimi K. et Hanada S., *The strength properties of iron aluminides.* JOM, **August**: p. 46-49. (1997)
96. Yoshimi K., Yoo M.H. et Hanada S., *Slip band propagation and slip vector transition in B2 FeAl single crystals.* Acta Mat., **46** (16): p. 5769-5776. (1998)
97. Calonne O. *Anomalie plastique de l'alliage Fe-40Al ordonné B2*, Thèse de doctorat, St Etienne. (2002)
98. Munroe P.R. et Baker I., *Observation of  $\langle 001 \rangle$  dislocations and a mechanism for transgranular fracture on  $\{001\}$  in FeAl.* Acta Metall. Mater., **39** (5): p. 1011-1017. (1991)
99. Morris D.G., Liu C.T. et George E.P., *Pinning of dislocations and the origin of the stress anomaly in FeAl alloys.* Intermetallics, **7**: p. 1059-1068. (1999)
100. Baker I. et Gaydos D.J., *Flow and fracture of Fe-Al.* Mat. Sci. Eng., **96**: p. 147-158. (1987)
101. Song Z.-Y., Hida M., Sakakibara A. et Takemoto Y., *Antiphase domain boundary tubes in plastically deformed Fe-Al alloys with B2 ordered structure.* Scripta Mat., **37** (11): p. 1617-1622. (1997)
102. Kad B.K. et Horton J.A., *Discrepancies between microscopic (TEM) and macroscopic (texture) observations in high temperature deformation of FeAl and Fe3Al-based alloys.* Mat. Sci. Eng. A, **239-240** (1-2): p. 118-125. (1997)
103. Liu C.T. et George E.P., *Intergranular fracture and microalloying effects in ordered intermetallics*, in *Structure and property relationships for interfaces*, Walter J.L., King A.H., Alexander H. et Tangri K., Editors. p. 281-308. (1990)
104. Stoloff N.S., Liu C.T. et Deevi S.C., *Emerging applications of intermetallics.* Intermetallics, **8**: p. 1313-1320. (2000)
105. Liu C.T., Lee E.H. et McKamey C.G., *An environmental effect as the major cause for room-temperature embrittlement in FeAl.* Scripta Met., **23**: p. 875-880. (1989)
106. Baker I., Wu D., Kruijver S.O. et George E.P., *The effects of environment on the room-temperature mechanical behavior of single-slip oriented FeAl single crystals.* Mat. Sci. Eng. A, **329-331**: p. 729-733. (2002)
107. Launois S. et Fraczkiewicz A., *Effet de l'environnement sur le comportement mécanique d'un alliage FeAl (40 at.% Al) renforcé {Effect of environment on mechanical behavior of a reinforced FeAl alloy (40 at.% Al)}.* J. de Physique, **6** (C2): p. 223-228. (1996)
108. Pike L.M. et Liu C.T., *Environmental and strain rate effects on the ductility and yield strength of Fe-40Al.* Scripta Mat., **38** (10): p. 1475-1480. (1998)
109. Bystrzycki J. et Varin R.A., *Environmental sensitivity and mechanical behavior of boron-doped Fe-45at.%Al intermetallic in the temperature range from 77 to 1000K.* Mat. Sci. Eng. A, **270** (2): p. 151-161. (1999)
110. Pang L. et Kumar K.S., *On the impact toughness of Fe-40Al-based B2 aluminides.* Intermetallics, **8**: p. 157-163. (2000)
111. Pang L. et Kumar K.S., *Tensile ductility of an Fe-40Al-0.6C alloy.* Intermetallics, **8**: p. 693-698. (2000)
112. Wu D. et Baker I., *The effect of environment and strain rate on the room temperature tensile properties of FeAl single crystals.* Intermetallics, **9**: p. 57-65. (2001)
113. Cohron J.W., Lin Y., Zee R.H. et George E.P., *Room-temperature mechanical behavior of FeAl: effects of stoichiometry, environment, and boron addition.* Acta Mat., **46** (17): p. 6245-6256. (1998)

## BIBLIOGRAPHIE

---

114. Wittmann M., Wu D., Baker I., George E.P. et Heatherly L., *The role of edge and screw dislocations on hydrogen embrittlement of Fe-40Al*. Mat. Sci. Eng. A, **319-321**: p. 352-355. (2001)
115. Baker I., Xiao H., Klein O., Nelson C. et Whittenberger J.D., *The effect of temperature and Fe:Al ratio on the flow and fracture of FeAl*. Acta Metall. Mater., **43** (4): p. 1723-1730. (1995)
116. Pike L.M. et Liu C.T., *The effect of vacancies on the environmental yield strength dependence of boron-free and boron-doped Fe-40Al*. Intermetallics, **8**: p. 1413-1416. (2000)
117. Liu C.T. et George E.P. *Effect of aluminum concentration and boron dopant on environmental embrittlement in FeAl aluminides in "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV"*, Boston. M.R.S. Materials Research Society Symposium Proceedings, **213**. (1990)
118. Louchet F., *Flow-stress anomalies, mobile dislocation exhaustion and strain-rate sensitivity*. Phil. Mag. A, **72** (4): p. 905-912. (1995)
119. Pang L. et Kumar K.S., *Complex faults in a B2 iron aluminide alloy*. Acta Mat., **49** (12): p. 2215-2226. (2001)
120. Deevi S.C., Sikka V.K., Inkson B.J. et Cahn R.W., *Effect of boron on the vacancy hardening of FeAl*. Scripta Mat., **36** (8): p. 899-904. (1997)
121. Fraczkiewicz A., Gay A.-S. et Biscondi M., *Origines de la ségrégation intergranulaire du bore dans les alliages ordonnés FeAl (B2)* J. de Physique IV, **9** (Pr4): p. 75-80. (1999)
122. Choudhury A., White C.L. et Brooks C.R., *The effect of thermal history on intergranular boron segregation and fracture morphology of substoichiometric Ni3Al*. Scripta Met., **20** (7): p. 1061-1066. (1986)
123. Lejcek P. et Fraczkiewicz A., *Boron segregation in intermetallics: on the possible origins of a low-level intergranular segregation*. Intermetallics, **11** (10): p. 1053-1063. (2003)
124. Pang L., Han S.M. et Kumar K.S., *Tensile response of an Fe-40Al-0.7C-0.5B alloy*. Acta Mat., **50** (14): p. 3623-3639. (2002)
125. Webb G., Juliet P. et Lefort A., *Optimization of the boron content in FeAl (40 at.% Al) alloys*. Scripta Metall. Mater., **28**: p. 769-772. (1993)
126. Baker I., Li X., Xiao H., Carleton R. et George E.P., *The room temperature strengthening effect of boron as a function of aluminum concentration in FeAl*. Intermetallics, **6** (3): p. 177-183. (1998)
127. Cadel E., Lemarchand D., Gay A.-S., Fraczkiewicz A. et Blavette D., *Atomic scale investigation of boron nanosegregation in FeAl intermetallics*. Scripta Mat., **41** (4): p. 421-426. (1999)
128. Cadel E., Launois S., Fraczkiewicz A. et Blavette D., *Investigation of boron-enriched Cottrell atmospheres in FeAl on an atomic-scale by a three-dimensionnal AP FIM*. Phil. Mag. letters, **80** (11): p. 725-736. (2000)
129. Morris D.G., *Possibilities for high-temperature strengthening in iron aluminides*. Intermetallics, **6** (7-8): p. 753-758. (1998)
130. Mehl M.J., Klein B.M. et Papaconstantopoulos D.A., *First-principles calculation of elastic properties, in Intermetallic Compounds*, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 195-210. (1994)
131. Schneibel J.H. et Jenkins M.G., *Slow crack growth at room temperature in FeAl*. Scripta Metall. Mater., **28**: p. 389-393. (1993)
132. Schneibel J.H., Specht E.D. et Simpson W.A., *Solid solution strengthening in ternary B2 iron aluminides containing 3d transition elements*. Intermetallics, **4**: p. 581-583. (1996)
133. Harmouche M.R. et Wolfenden A., *Temperature and composition dependence of Young's modulus for ordered B2 polycrystalline CoAl and FeAl*. Mater. Sci. Eng., **84** (1-2): p. 35-42. (1986)
134. Kupka M., *Temperature dependence of the yield stress of an FeAl base alloy*. Mat. Sci. Eng. A, **336** (1-2): p. 320-322. (2002)
135. Reimann U. et Sauthoff G., *Effects of deviations from stoichiometry on the deformation behaviour of FeAl at intermediate temperatures*. Intermetallics, **7**: p. 437-445. (1999)

## BIBLIOGRAPHIE

---

136. Li X. et Baker I., *On the effect of strain rate on the yield stress anomaly in Fe-40Al*. Scripta Mat., **36** (12): p. 1387-1390. (1997)
137. Louchet F., *Modelling strength anomalies in crystalline materials* in "Research Signpost", India. (1999)
138. Veysseyre P., *Yield stress anomalies in ordered alloys: a review of microstructural findings and related hypotheses*. Mat. Sci. Eng. A, **309-310**: p. 44-48. (2001)
139. Caillard D., *Yield-stress anomalies and high-temperature mechanical properties of intermetallics and disordered alloys*. Mat. Sci. Eng. A, **319-321**: p. 74-83. (2001)
140. Louchet F., *Intermetallics : anomalous yielding*, in *Encyclopedia of materials : science and technology*, Elsevier, Editor. p. 4158-4165. (2001)
141. Flinn P.A., *Theory of deformation in superlattices*. Tans. Met. Soc. AIME, **218**: p. 145-154. (1960)
142. George E.P. et Baker I., *Thermal vacancies and the yield anomaly of FeAl*. Intermetallics, **6** (7-8): p. 759-763. (1998)
143. Louchet F., *A classification of flow-stress anomalies, and the specific role of strain rate sensitivity*. J. de Physique IV, **6** (C2): p. 189-198. (1996)
144. Louchet F. et Lebyodkin M., *A general approach for stress anomalies and plastic instabilities in intermetallics*. Mat. Sci. Eng. A, **239-240** (1-2): p. 804-807. (1997)
145. Medvedeva N.I., Gornostyrev Y.N., Novikov D.L., Mryasov O.N. et Freeman A.J., *Ternary site preference energies, size misfits and solid solution hardening in NiAl and FeAl*. Acta Mat., **46** (10): p. 3433-3442. (1998)
146. Schneibel J.H., George E.P. et Anderson I.M., *Tensile ductility, slow crack growth, and fracture mode of ternary B2 iron aluminides at room temperature*. Intermetallics, **5**: p. 185-193. (1997)
147. Pike L.M., Anderson I.M., Liu C.T. et Chang Y.A., *Site occupancies, point defect concentrations, and solid solution hardening in B2 (Ni,Fe)Al*. Acta Mat., **50** (15): p. 3859-3879. (2002)
148. Anderson I.M., *Alchemi study of site distributions of 3d-transition metals in B2-ordered iron aluminides*. Acta Mat., **45** (9): p. 3897-3909. (1997)
149. Bozzolo G.H., Noebe R.N. et Amador C., *Site occupancy of ternary additions to B2 alloys*. Intermetallics, **10** (2): p. 149-159. (2002)
150. Banerjee R., Amancherlaa S., Banerjee S. et Fraser H.L., *Modeling of site occupancies in B2 FeAl and NiAl alloys with ternary additions*. Acta Mat., **50** (3): p. 633-641. (2002)
151. Kao C.R., Pike L.M., Chen S.-L. et Chang Y.A., *Site preference of substitutional additions to triple-defect B2 intermetallic compounds*. Intermetallics, **2**: p. 235-247. (1994)
152. Fu C.L. et Zou J., *Site preference of ternary alloying additions in FeAl and NiAl by first-principles calculations*. Acta Mat., **44**: p. 1471-1478. (1996)
153. Bozzolo G.H., Khalil J. et Noebe R.N., *Modeling of the site preference in ternary B2-ordered Ni-Al-Fe alloys*. Computational Materials Science, **24** (4): p. 457-480. (2002)
154. Schneibel J.H., *Strengthening of iron aluminides by vacancies and/or nickel*. Mat. Sci. Eng., **A258**: p. 181-186. (1998)
155. Schneibel J.H., Specht E.D. et Munroe P.R., *On the strength of nickel-containing B2 iron aluminides*. Mat. Sci. Eng. A, **239-240** (1-2): p. 245-250. (1997)
156. Pike L.M., Liu C.T. et Chang Y.A., *Effect of Ni on vacancy concentrations and hardness in FeAl alloys*. Metall. Mat. Transactions A, **29A** (July): p. 1911-1915. (1998)
157. *Phase Diagrams*, in *Aluminum and Aluminum Alloys*, Davis J.R., Editor. p. 567. (1993)
158. Raynor G.V. et Rivlin V.G., in *Phase Equilibria in Iron Ternary Alloys* - The Institute of Metals: London. (1988)
159. Brenner P.R., Srinivasan R., Noebe R.D., Lograsso T. et Mills M.J. *Dislocation Processes and deformation behavior in <001>-oriented Fe<sup>x</sup>-Ni<sup>60-x</sup>-Al<sup>40</sup> single crystals* in "High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys IX", Boston. M.R.S. Materials Research Society Symposium Proceedings, **646**. p. N6.1.1-N6.1.10. (2000)

## BIBLIOGRAPHIE

---

160. Munroe P.R. et Kong C.H., *The effect of ternary additions on vacancy hardening in near stoichiometric FeAl*. Intermetallics, **4**: p. 403-415. (1996)
161. Savage M.F., Srinivasan R., Daw M.S., Lograsso T. et Mills M.J., *Dislocation processes and deformation behavior in (Fe,Ni)-Al single crystals*. Mat. Sci. Eng., **A258**: p. 20-25. (1998)
162. Pike L.M., Chang Y.A. et Liu C.T., *Solid-solution hardening and softening by Fe additions to NiAl*. Intermetallics, **5**: p. 601-608. (1997)
163. Salazar M., Albiter A., Rosas G. et Pérez R., *Structural and mechanical properties of the AlFe intermetallic alloy with Li, Ce and Ni additions*. Mat. Sci. Eng. A, **351** (1-2): p. 154-159. (2003)
164. Patrick D.K., Chang K.-M., Miracle D.B. et Lipsitt H.A. *Burgers vector transition in Fe-Al-Ni alloys in "High Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV"*, Boston. MRS. **213**. p. 267-272. (1990)
165. Nabarro F.R.N. *Solution hardening in "Dislocations and properties of real materials"*, London. Institute of Metals. **323**. p. 152-169. (1984)
166. Suzuki H., *Solid solution hardening in b.c.c. alloys*, in *Dislocations in solids*, Nabarro F.R.N., Editor - North-Holland Publishing Company. p. 193-217. (1979)
167. Suzuki T., Takeuchi S. et Yoshinaga H., *Dislocation dynamics and plasticity*. Springer-Verlag ed. Springer Series in Materials Science, ed. Springer-Verlag. Vol. **12**, Berlin. (1991)
168. Friedel J., *Dislocations*. 1st ed. International Series of Monographs on Solid State Physics, ed. Smoluchowski R. et Kurti N. Vol. **3**: Pergamon Press. (1964)
169. Fleischer R.L., *Substitutional solution hardening*. Acta Met., **11**: p. 203-209. (1963)
170. Labusch R., *A statistical theory of solid solution hardening*. Phys. Stat. Sol., **41**: p. 659-669. (1970)
171. Simmons G. et Wang H., *Single crystals elastic constants and calculated aggregate properties : a handbook*. 2nd ed, ed. Press M., Cambridge, Mass. (1971)
172. Morris D.G. et Gunther S., *Strength and ductility of Fe-40Al alloy prepared by mechanical alloying*. Mat. Sci. Eng. A., **208** (1): p. 7-19. (1996)
173. Muñoz-Morris M.A., Oca C.G. et Morris D.G., *An analysis of strengthening mechanisms in a mechanically alloyed, oxide dispersion strengthened iron aluminide intermetallic*. Acta Mat., **50** (11): p. 2825-2836. (2002)
174. Louchet F. et Lebyodkin M., *Serrated flow associated with strength anomalies: a new type of plastic instability?* Intermetallics, **6** (7-8): p. 593-596. (1998)
175. Liu C.T. et George E.P., *Environmental embrittlement in boron-free and boron-doped FeAl (40 at. % Al) alloys*. Scripta Metall. Mater., **24**: p. 1285-1290. (1990)
176. Cadel E., Fraczkiewicz A. et Blavette D., *Quelques liens structure-chimie locale des défauts plans élucidés par tomographie atomique*. J. de Physique IV, **106**: p. 23-32. (2003)
177. Ray I.L.F., Crawford R.C. et Cockayne D.J.H., *The weak beam technique applied to superlattice dislocations in an Iron-Aluminum alloy*. Phil. Mag., **21**: p. 1022. (1970)
178. Crimp M.A. et Vedula K., *Room temperature deformation of single crystals B2 FeAl alloys : the effect of stoichiometry and cooling rate*. Phil. Mag. A, **63**: p. 559. (1991)
179. Low J.R. et Turkalo A.M., *Slip band structure and dislocations multiplication in silicon-iron crystals*. Acta Met., **10**: p. 215-227. (1962)
180. Lawley A. et Gaigher H.L., *Deformation structures in zone-melted molybdenum*. Phil. Mag., **10**: p. 15-33. (1964)
181. Keh A.S., Spitzig W.A. et Nakada Y., *Dislocation structures in deformed iron single crystals*. Phil. Mag., **23**: p. 829-846. (1971)
182. Saka H., Noda K. et Imura T., *Tensile test of foil specimens of iron single crystals at room temperature and low temperatures under observation in high voltage electron microscope*. Crystal Lattice Defects, **4**: p. 45-56. (1973)
183. Veysière P. et Noebe R., *Weak-beam study of <111> superlattice dislocations in NiAl*. Phil. Mag. A, **65**: p. 1. (1992)

## BIBLIOGRAPHIE

---

184. Würschum R., Grupp C. et Schaefer H.-E., *Simultaneous study of vacancy formation and migration at high temperature in B2-type Fe aluminides*. Phys. Rev. Letters, **75**: p. 97-100. (1995)
185. Haasen P., *Solution hardening in f.c.c. metals*, in *Dislocations in solids*, Nabarro F.R.N., Editor - North-Holland Publishing Company. p. 157-189. (1979)
186. Mott N.F. et Nabarro F.R.N., *An attempt to estimate the degree of precipitation hardening, with a simple model*. Proc. Phys. Soc. Lond., **52**: p. 86-89. (1940)
187. Mott N.F. et Nabarro F.R.N. *Dislocation theory and transient creep* in "Strength of metals", Bristol. The Physical Society. p. 1-19. (1947)
188. Guyot P. *Interactions des dislocations avec des impuretés fixes* in "Dislocations et déformation plastique", Yrivals. Les Editions de Physique. (1979)
189. Fleischer R.L., *Solid-solution hardening*, in *The strengthening of metals*, Peckner D., Editor - Reinhold Publishing Corp.: New York. p. 93-140. (1964)
190. Masahashi N., Takasugi T. et Izumi O., *Mechanical properties of Ni<sub>3</sub>Al containing C, B and Be*. Acta Met., **36** (7): p. 1823-1836. (1988)
191. Louchet F., Doisneau-Cottignies B., Calonne O., Fraczkiewicz A., Janecek M. et Guelton N., *Is plastic flow always controlled by dislocation mobility? An answer from in situ transmission electron microscopy straining tests*. J. of Microscopy (Oxford), **203**: p. 84-89. (2001)



## **Renforcement d'alliages fer-aluminium ordonnés B2. Influence d'additions (Ni et B) et de la microstructure.**

### **Résumé :**

Nous étudions les effets d'additions (Ni et B) et de la microstructure sur le comportement mécanique d'alliages fer-aluminium contenant 40 % at. Al.

Au niveau macroscopique, nous montrons que le nickel renforce les alliages FeAl sur toute la gamme de température, mais qu'il conduit simultanément à une diminution de la contrainte de clivage, accentuant ainsi la fragilité à l'ambiante de ces alliages. Nous confirmons l'intérêt du raffinement de la taille des grains, par métallurgie des poudres, pour améliorer la limite d'élasticité et la résistance à la rupture. Nous montrons alors le caractère additif de l'effet du nickel sur la limite d'élasticité par rapport au renforcement de type "Hall et Petch". Nous montrons aussi que les phénomènes de durcissement (nickel ou taille de grains) provoquent le masquage de l'anomalie de la limite d'élasticité que ces alliages présentent habituellement.

L'étude des mécanismes de déformation à l'échelle des dislocations nous permet de préciser que le durcissement en solution solide (DSS) dû au nickel à basse température ne peut être expliqué par les théories classiques de DSS mais plus vraisemblablement par un effet du nickel sur la contrainte de Peierls. En outre, nous montrons que nos résultats microscopiques et macroscopiques concernant l'anomalie peuvent être pris en compte par le modèle de traînage de tubes d'APB. Enfin, nous mettons en relation l'observation en dynamique (microscopie en transmission *in situ*) d'un mécanisme de multiplication des superdislocations, avec la tendance au clivage des alliages contenant du nickel.

**Mots-clés :** intermétallique, fer-aluminium B2, additions de nickel, déformation, rupture, dislocations, MET, durcissement en solution solide.

---

## **B2-ordered iron-aluminium alloys strengthening. Influence of additions (Ni and B) and microstructure**

### **Abstract :**

We study the effects of additions (Ni and B) and microstructure on the mechanical behaviour of 40 at. % Al iron-aluminium alloys.

From a macroscopic point of view, we show that nickel reinforces FeAl alloys over the whole temperature range, but that it simultaneously leads to emphasize the room temperature brittleness of these alloys through a cleavage stress decrease. We confirm powder metallurgy grain refining interest to enhance yield stress as well as fracture resistance. We show that nickel-induced yield stress effect is additive to "Hall-Petch" one. Also, we point out that the strengthening phenomena (nickel or grain size) cause the yield stress anomaly, which these alloys usually present, to be hidden.

Through a dislocation structures analysis of deformed materials we precise that low temperature nickel-induced solid solution hardening (SSH) can not be explained on the basis of classical SSH theories but more probably through nickel influence upon the Peierls stress. Moreover, we show that the APB tubes dragging model may be compatible with our microscopic and macroscopic results about the anomaly. Eventually, we put into relation a dynamic superdislocations multiplication process observation (*in situ* transmission microscopy) with the nickel-containing alloys tendency to cleavage.

**Keywords :** intermetallic, B2 iron-aluminium, nickel additions, deformation, fracture, dislocations, TEM, solid solution hardening.