

**Analyse du comportement en fluage  
d'un alliage Fe-40at%Al renforcé  
par dispersion d'oxydes d'yttrium**

Thèse présentée à l'Institut de Métallurgie Structurale  
Université de Neuchâtel

**Pour l'obtention du titre de Docteur ès Sciences**

par

**Emmanuel Vincent**

Diplômé en Physique et Analyse Microstructurale des Matériaux  
Laboratoire de Métallurgie Physique  
Université de Poitiers

Directeur de thèse : Prof. F. Stœckli

Jury : Dr. J. Bonneville  
Dr. M. Dadras  
Prof. G. Eggeler  
Prof. W. Form

Juin 1999

# IMPRIMATUR POUR LA THÈSE

Analyse du comportement en fluage d'un alliage  
Fe-40at%Al renforcé par dispersion d'oxydes  
d'yttrium  $Y_2O_3$

de M. Emmanuel Vincent

---

UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL

FACULTÉ DES SCIENCES

La Faculté des sciences de l'Université de  
Neuchâtel sur le rapport des membres du jury,

MM. F. Stoeckli (directeur de thèse), W. Form, M. Dadras,  
G. Eggeler (Bochum D) et J. Bonneville (EPF Lausanne)

autorise l'impression de la présente thèse.

Neuchâtel, le 27 août 1999

Le doyen:



F. Stoeckli

*A Yvonne et Clovis...*

# SOMMAIRE

## Liste des symboles

<b>1) INTRODUCTION</b>	p 1
<b>2) REVUE DE LITTÉRATURE</b>	p 5
2.1) Propriétés générales du FeAl	p 7
2.1.1) Définition d'un intermétallique	p 7
2.1.2) Diagramme de phase et caractéristiques générales	p 8
2.1.3) Propriétés mécaniques des FeAl B2	p 9
a) Renforcement par excès de lacunes	p 9
b) Incidence du rapport Fe/Al sur les propriétés mécaniques	p 10
c) Relation entre taille de grains et propriétés mécaniques	p 11
d) Anomalie de contrainte	p 12
e) Effet de l'environnement	p 13
f) Éléments d'addition	p 13
g) Déformation du FeAl à haute température	p 14
2.1.4) Fe-40wt%Al renforcé par dispersion d'oxydes $Y_2O_3$	p 15

2.1.5) Applications industrielles du Fe-40at%Al renforcé par $Y_2O_3$	p 16
<b>2.2) Description de la déformation en fluage</b>	<b>p 18</b>
2.2.1) La déformation par fluage	p 18
2.2.2) Influence de la température sur la vitesse de fluage	p 19
2.2.3) Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage	p 20
2.2.4) Relations prenant en compte la dépendance de la vitesse de fluage en fonction de la température et de la contrainte	p 21
2.2.5) Fluage par dislocations	p 22
2.2.6) L'énergie d'activation d'un processus thermiquement activé	p 23
2.2.7) Volume d'activation	p 27
<b>2.3) Fluage de matériaux renforcés par dispersion</b>	<b>p 27</b>
2.3.1) Aspects phénoménologiques du fluage de matériaux renforcés	p 27
2.3.2) Modification de la loi de Norton	p 29
a) Rationalisation des paramètres de fluage	p 29
b) Détermination des contraintes seuils	p 30
2.3.3) Origines des contraintes seuils	p 31
a) Mécanismes de contournement	p 31
b) Cisaillement des particules	p 33
c) Mécanismes de montée	p 33
2.3.4) Interaction dislocation/particule	p 39
a) Observation et explication de l'existence d'une interaction dislocation/particule	p 39
b) Utilisation de l'interaction dislocation/particule : le modèle de Arzi et al.	p 41

<b>3) TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES</b>	<b>p 49</b>
3.1) Le matériau étudié	p 51
3.2) Les essais de fluage	p 51
3.3) Mesure de l'énergie d'activation du fluage	p 53
3.4) Détermination du volume d'activation	p 54
3.5) Analyses microstructurales	p 56
3.5.1) Préparation des échantillons pour observation en microscopie électronique	p 56
3.5.2) Analyses par microscopie électronique à balayage	p 56
3.5.3) Analyses par microscopie électronique en transmission	p 56
3.5.4) Analyses microstructurales quantitatives	p 57
a) Taille de grains	p 57
b) Taille des particules	p 57
c) Fraction volumique des particules	p 57
d) Distance interparticulaire $\lambda$	p 59
e) Analyse des dislocations et des plans de glissement	p 59
<b>4) RÉSULTATS ET ANALYSES MICROSTRUCTURALES</b>	<b>p 61</b>
4.1) Résultats des essais de fluage	p 63
4.1.1) Aspect général des courbes de fluage	p 63
4.1.2) Vitesses de fluage stationnaire	p 66
4.1.3) Exposant de contrainte	p 69
4.2) Mesure des énergies d'activation	p 70
4.3) Mesure des volumes d'activation	p 73

4.4) Analyses microstructurales	p 76
4.4.1) Distribution des particules	p 76
4.4.2) Fraction volumique des particules - Distance interparticulaire	p 78
4.4.3) Taille de grains	p 79
4.4.4) Observations et analyses des dislocations	p 81
a) Matériau extrudé non déformé en fluage	p 81
b) Matériau déformé en fluage à 500 et 700°C	p 82
<b>5) DISCUSSION</b>	p 89
5.1) Analyse critique des résultats expérimentaux	p 91
5.1.1) Analyses microstructurales	p 91
5.1.2) Essais mécaniques	p 92
5.1.3) Démarches envisagées pour l'analyse de nos résultats	p 93
5.2) Interprétation des résultats en terme de fluage par restauration	p 94
5.2.1) Rationalisation de l'exposant de contrainte	p 94
5.2.2) Détermination des contraintes seuils	p 95
5.2.3) Comparaison des contraintes seuils expérimentales et théoriques	p 97
5.2.4) Rationalisation de l'énergie d'activation apparente	p 100
5.3) Fluage contrôlé par le franchissement des particules	p 102
5.3.1) Dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte	p 102
5.3.2) Franchissement des particules par un mécanisme de montée	p 105
5.3.3) Application du modèle de Arzt	p 105

5.3.4) Proposition d'un mécanisme de fluage p 107

**6) CONCLUSIONS** p 113

**7) RÉFÉRÉNCES** p 117

## Liste des symboles

$a_0$	Paramètre de maille
$c$	Concentration en lacunes
$H, H_0$	Dureté pour une concentration en lacunes respectivement égale à $c$ et 0
$\alpha_n$	Constante (Fig. 2.3)
$R_e, R_c^0$	Limite d'élasticité et contrainte de friction
$k_h$	Constante (§ 2.1.2.e)
$d$	Taille de grains
$n$	Exposant de contrainte
$E$	Module de Young
$\rho$	Masse volumique
$t$	Temps
$\epsilon$	Déformation
$\dot{\epsilon}$	Vitesse de déformation
$\epsilon_i$	Déformation instantanée
$S$	Paramètre définissant l'état microstructural
$T$	Température
$\sigma$	Contrainte appliquée
$\dot{\epsilon}_s$	Vitesse de déformation du stade stationnaire
$Q_f$	Énergie d'activation
$Q_A$	Énergie d'activation apparente
$k_B$	Constante de Boltzmann
$\dot{\epsilon}_n, \dot{\epsilon}_n^*$	Facteurs pré-exponentiels
$T_f$	Température de fusion
$A, A', A''$	Constantes (eq. 2.3, 2.4 et 2.5)
$B, B', B'', C$	Constantes (eq. 2.4, 2.5, 2.6 et 2.7)
$G$	Module de cisaillement
$\tau$	Contrainte appliquée en cisaillement
$D_v$	Coefficient d'auto-diffusion
$h$	Vecteur de Burgers
$\rho_m$	Densité de dislocations mobiles
$v$	Vitesse moyenne des dislocations
$L$	Distance parcourue par une dislocation lors de la phase de glissement
$t_g, t_0$	Temps mis par la dislocation pour glisser et franchir l'obstacle
$\lambda$	Distance entre obstacles soit distance interparticulaire dans le cas de particules
$\Delta G$	Variation d'énergie libre lors du franchissement thermiquement activé d'un obstacle
$\Delta G_p, \Delta g$	Variation d'énergie libre nécessaire au franchissement d'un obstacle, avec respectivement la contrainte appliquée et la contrainte effective comme variable
$\Delta H$	Variation d'enthalpie interne lors du franchissement thermiquement activé d'un obstacle
$\Delta H_p, \Delta h$	Variation d'enthalpie interne nécessaire au franchissement d'un obstacle, avec respectivement la contrainte appliquée et la contrainte effective comme variable
$l$	Longueur de dislocation mise en jeu dans un processus thermiquement activé

$x_0, x_1$	Positions d'équilibres de la dislocation lors du franchissement thermiquement activé d'un obstacle
$x, y, z$	Variables définissant la position d'une dislocation
$F_0, F_1, F$	Forces agissant sur une dislocation dues respectivement à l'obstacle, aux contraintes internes et à la contrainte appliquée
$F^*$	Force effective
$\tau_i, \tau$	Contrainte interne et effective
$X$	Distance d'activation
$\Delta S$	Variation d'entropie
$V$	Volume d'activation
$A$	Aire d'activation
$Q_v$	Énergie d'activation de l'auto-diffusion
$\sigma_0$	Contrainte seuil
$R_M$	Constante de gaz molaire
$n_0$	Exposant de contrainte dans le cas de matériaux renforcés par dispersoïdes
$K, \alpha$	Coefficients de proportionnalité (eq. 2.28 et 2.29)
$\sigma_{OR}$	Contrainte d'Orowan
$M$	Facteur de Taylor
$\nu$	Module de poisson
$\phi$	Diamètre des particules
$r$ ou $R$	Rayon des particules
$\gamma_0$	Énergie de paroi d'antiphase
$dE$	Variation d'énergie lors d'un processus de montée (eq. 2.31)
$T^*$	Tension de ligne d'une dislocation
$l_c$	Longueur de dislocation quittant le plan de glissement lors de la montée
$E_{el}$	Interaction élastique lors de la courbure d'une dislocation
$\tau_c^*$	Contrainte critique pour le processus de montée
$\alpha_c$	Paramètre de résistance à la montée
$x, y$	Paramètres géométriques dans le modèle de montée de Lagneborg (Fig. 2.27)
$v_c$	Vitesse de diffusion en présence d'une force de transport
$R_d$	Rayon de courbure d'une dislocation
$\tau_{ret}, F_{ret}$	Contrainte et force en "retour" dans le processus de montée de Lagneborg
$\sigma_p$	Contrainte en retour exercée par des particules (modèle de Lagneborg)
$C$	Constante (eq. 2.35)
$h$	Distance entre le plan de glissement de la dislocation et le plan équatorial de la particule
$x_0^*, z_0^*$	Paramètres géométriques dans le modèle de montée de Arzt et Rösler (Fig. 2.31)
$\mu_{AB}, \mu_{B1}$	Potentiel chimique des lacunes (modèle de Arzt et Rösler)
$t_c$	Temps nécessaire pour la réalisation d'un processus de montée
$t_c^*$	Constante (modèle de Arzt et Rösler - Fig. 2.32))
$h^*$	Hauteur des particules cubiques (modèle de Arzt et Rösler)
$\tau_0$	Contrainte seuil en cisaillement
$\tau_{OR}^*$	Contrainte d'Orowan "nominale" en cisaillement : $\tau_{OR}^* = Gb/\lambda$
$\mu_1, \mu_2$	Module de cisaillement respectivement pour la matrice et la particule
$\nu_1, \nu_2$	Module de poisson respectivement pour la matrice et la particule
$\eta, \zeta$	Coordonnées réduites définissant la position d'une dislocation

$\Gamma$	Rapport des modules de cisaillement ( $\mu_2/\mu_1$ )
$k$	Paramètre de relaxation
$E_{p0}, E_M$	Énergie de ligne d'une dislocation respectivement à l'interface particule/matrice et dans la matrice
$\tau_{01}$	Contrainte seuil de détachement en cisaillement
$a$	Paramètre géométrique pour le modèle de Arzi et Wilkinson (Fig. 2.36)
$f_v$	Fraction volumique des particules
$\tau_c$	Contrainte seuil de montée
$E_a$	Énergie d'activation du détachement définie par Arzi et Rösler
$x_{eq}$	Position d'équilibre de la dislocation dans le modèle de Arzi et Rösler
$w$	Espacement entre deux dislocations partielles
$\alpha^*/w$	Force d'interaction entre dislocations partielles
$x_A, x_B$	Position de détachement des dislocations partielles (Fig. 2.42)
$\tau_{d,nd}$	Contrainte de détachement dans le cas d'une superdislocation
$\vec{g}$	Vecteur de diffraction
$h, k, l$	Coordonnées du vecteur de diffraction
$\xi_g$	Distance d'extinction pour le vecteur $\vec{g}$
$V_m$	Volume de la maille
$\theta$	Angle d'incidence du faisceau
$F_p$	Facteur de structure pour le vecteur $\vec{g}$
$v_r$	Facteur de correction relativiste
$\lambda_e$	Longueur d'onde associée aux électrons
$f_{Fe}, f_{Al}$	Facteur de diffusion atomique pour le fer et l'aluminium
$d_{hkl}$	Distance réticulaire pour les plans $(hkl)$
$N_v, N_s$	Nombre de particules par unité de volume et de surface
$\Omega$	Volume atomique
$L_d$	Direction de la ligne de dislocation
$\beta$	Angle entre la ligne de dislocation et le vecteur de Burgers
$P$	Plan de glissement
$S_d$	Facteur de Schmid
$Q_{obs}$	Énergie à fournir pour franchir un obstacle
$Q_i$	Énergie pour l'auto-diffusion en volume
$Q_d$	Énergie pour l'auto-diffusion par le cœur des dislocations
$E_d$	Énergie de détachement
$\tau_{01}$	Contrainte effective proportionnelle à la contrainte appliquée
$V_{01}$	Volume d'activation effectif prenant en compte $\tau_{01}$
$\lambda^*$	Longueur effective de dislocation sur laquelle la contrainte travaille
$\kappa, \kappa_x$	Coefficients de proportionnalité (eq. 5.9 et § 5.3.4)

# **INTRODUCTION**

---

# 1) INTRODUCTION

Les intermétalliques sont des matériaux dont les propriétés spécifiques leur ont permis de recevoir un intérêt important, et d'être ainsi le sujet d'un grand nombre d'études et de programmes de développement. Le caractère mixte des liaisons dans ces matériaux induit une température de fusion et une résistance élevées, permettant d'envisager des applications à haute température. Néanmoins, leur faible ductilité limite leur champ d'applications potentielles.

Parmi l'ensemble des intermétalliques, les matériaux contenant de l'aluminium permettent d'obtenir une bonne résistance à l'oxydation grâce à la réaction de l'aluminium et de l'oxygène pour former une couche protectrice d'alumine. Cette caractéristique est essentielle pour l'utilisation de matériaux à haute température. L'association de titane et de nickel à l'aluminium a donné naissance à des matériaux utilisables pour la réalisation de pièces structurales. Si le FeAl a été moins étudié que ces matériaux, il n'en reste pas moins que l'ensemble de ses propriétés, couplé à un faible coût des matières premières, en fait un matériau pour lequel l'intérêt est croissant.

Depuis une dizaine d'années, de nombreuses recherches ont été consacrées au FeAl. Parmi celles-ci, un grand nombre s'est intéressé à la transition de la déformation par des dislocations  $\langle 111 \rangle$  à basse température pour des dislocations  $\langle 100 \rangle$  à haute température. Cette transition a été utilisée par certains auteurs pour expliquer l'apparition, vers 500-600°C, d'une augmentation de la limite d'élasticité suivie d'une rapide décroissance. Cette augmentation de la résistance à des températures intermédiaires renforce l'intérêt de ce matériau pour des applications à ces températures. Un autre axe de recherche largement étudié est lié à la présence d'une concentration importante de lacunes et à leurs implications sur les propriétés mécaniques. Très peu d'études se sont intéressées à la résistance au fluage du FeAl, et il en ressort essentiellement que sa résistance est faible.

L'introduction d'une dispersion de particules dans la matrice de FeAl est un moyen évoqué pour l'amélioration de la résistance au fluage. Un tel matériau a été développé par le Commissariat à l'Énergie Atomique (CEA/CEREM) de Grenoble. Il contient 40 at% d'aluminium et est donc renforcé par une dispersion d'oxydes d'yttrium. Son élaboration a été effectuée par broyage mécanique de poudres. La composition et le mode de fabrication de ce matériau ont été déterminés dans l'optique de réunir les meilleures caractéristiques mécaniques possibles. Si les études effectuées à ce jour sur ce matériau montrent des propriétés intéressantes, notamment au niveau de la ductilité à température ambiante, les caractéristiques de fluage restent inconnues.

Le but de ce travail de thèse est dans un premier temps de déterminer les caractéristiques de fluage de ce matériau ( $\text{FeAl}40+\text{Y}_2\text{O}_3$ ). Pour cela, au cours du second chapitre nous présenterons les caractéristiques du FeAl ainsi que celles de la déformation en fluage avec une attention particulière accordée au cas des matériaux renforcés. Nous détaillerons ensuite les techniques expérimentales mises en oeuvre pour mener notre étude : essais de fluage à 500 et 700°C, domaine de température envisagé pour diverses applications, mesure des énergies et volumes d'activation, et analyses microstructurales. La quatrième partie exposera alors les résultats de nos essais mécaniques et de nos observations. A la lumière de ceux-ci, et des résultats connus sur le fluage de matériaux renforcés, nous proposerons notre analyse dans le cinquième chapitre.

# **REVUE DE LITTÉRATURE**

---

## 2) REVUE DE LITTÉRATURE

### 2.1) Propriétés générales du FeAl

#### 2.1.1) Définition d'un intermétallique

Lorsque les éléments A et B d'un alliage forment, pour une composition donnée, un composé  $A_nB_p$  de structure cristallographique différente de celles des éléments constitutifs, nous obtenons un composé appelé composé intermédiaire. Ces composés peuvent parfois présenter un écart important avec la composition stoechiométrique  $A_nB_p$  et nous nous rapprochons alors d'une solution solide intermédiaire. Parmi ces composés, nous pouvons distinguer les composés interstitiels comme la cémentite, les composés valenciels comme la blende ZnS et les composés intermétalliques formés entre deux métaux [1]. La structure cristallographique des composés intermétalliques est gouvernée par divers facteurs (structure électronique, effets stériques, ...), mais l'ensemble des composés a été divisé en groupes suivant le facteur prédominant [2]. Nous pouvons en particulier nous intéresser au groupe où le facteur dominant est la structure électronique : nous parlons alors de composés électroniques ou phases de Hume-Rothery. Le principe repose sur l'observation qu'un grand nombre de composés cristallise dans la même structure s'ils possèdent le même nombre moyen d'électrons de valence (concentration électronique  $e/n$ ) par atome. Par exemple, pour une concentration électronique de  $3/2$ , nous pouvons avoir une structure du type B2, comme c'est le cas pour les intermétalliques FeAl, CoAl ou NiAl. Si, dans ces composés intermétalliques, la liaison entre éléments différents reste de nature métallique, un caractère ionique additionnel existe. Ce caractère ionique, dû à la différence d'électronégativité entre les éléments constitutifs, implique une liaison entre atomes différents plus forte qu'une liaison entre atomes identiques (liaison simplement métallique). Les intermétalliques forment donc des structures ordonnées. Ce caractère ionique des liaisons métalliques a permis aux intermétalliques de recevoir un intérêt considérable. Il paraît en effet évident de vouloir, en mixant la nature des liaisons, bénéficier des avantages des deux types de liaisons : d'un côté, la température de fusion élevée (permettant l'utilisation à haute température), la résistance et la dureté importantes des liaisons ioniques, et de l'autre côté, la ductilité et la conductivité des liaisons métalliques. Les qualités d'un type de liaison étant les défauts de l'autre, de nombreuses études ont été menées et continuent aujourd'hui pour que le caractère mixte de la liaison permette d'atteindre un bon compromis. Les intermétalliques étant appelés à travailler à haute température, une bonne résistance à l'oxydation est nécessaire. Pour cette raison, les aluminides sont particulièrement adaptés grâce à la formation d'une couche d'oxyde protectrice, dont l'addition de certains éléments comme le zirconium permet d'en améliorer l'efficacité [3].

## 2.1.2) Diagramme de phase et caractéristiques générales

Le diagramme de phase Fe-Al, figure 2.1 [4], permet d'observer l'existence de l'intermétallique FeAl pour une large gamme de compositions : d'environ 36 à 50 at% Al à température ambiante. Ce composé se présente sous la forme d'une structure cubique centrée ordonnée, communément notée B2 (figure 2.2), qui reste stable jusqu'à des températures de l'ordre de 1200 à 1300°C en fonction du taux d'aluminium. Néanmoins, le degré d'ordre diminue à partir de températures de l'ordre de 800°C [5]. Le paramètre de maille du Fe-40at%Al B2 est  $a_0=0,291\text{ nm}$  [6]. Le FeAl existant pour des compositions non stoechiométriques, des défauts constitutionnels permettent de conserver la structure B2. Dans le cas des compositions riches en fer, cette structure est préservée par un excès d'atomes de fer sur le sous-réseau de l'aluminium [7]. Les compositions comprises entre 25 et 36 at%Al peuvent présenter un ordre des seconds premiers voisins, en dessous d'environ 530°C (800°K), pour former une structure cubique complexe DO<sub>3</sub>, basée sur une stoechiométrie Fe<sub>2</sub>Al. La présence de l'aluminium permet d'obtenir des matériaux à faible densité, entre 5760 et 6320 kg.m<sup>-3</sup> suivant le rapport Fe/Al [7].

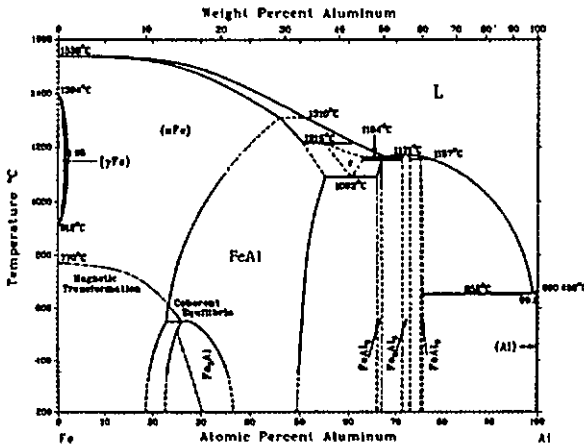


Fig. 2.1 : Diagramme de phase FeAl [4].

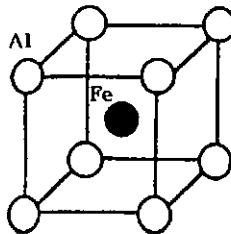


Fig. 2.2 : Structure B2.

### 2.1.3) Propriétés mécaniques des FeAl B2

Les propriétés mécaniques du FeAl B2 dépendent de paramètres métallurgiques usuels tels que la température, la taille de grain ou les éléments d'addition, mais elles dépendent également fortement du rapport Fe/Al, de l'environnement d'utilisation, qui peut conduire à une fragilisation par l'hydrogène, et des traitements thermiques antérieurs en raison du large excès de lacunes pouvant être retenu après refroidissement [7]. Dans les paragraphes suivants, nous allons présenter la variation des caractéristiques du FeAl en fonction de ces différents paramètres. Néanmoins, il est déjà possible de dire qu'un trait commun aux FeAl B2 est leur faible ductilité à température ambiante ainsi qu'une chute importante de leur résistance aux températures intermédiaires.

#### a) Renforcement par excès de lacunes

Les fer-aluminium contiennent une forte concentration lacunaire à haute température. Si l'enthalpie de formation des lacunes est similaire à celles de métaux purs, l'entropie de formation est, elle, particulièrement élevée [8]. Cette caractéristique explique les fortes concentrations en lacunes. Parallèlement, l'enthalpie de migration importante, et supérieure à celle de formation, permet aux lacunes d'être facilement retenues lors d'un refroidissement rapide. L'étude de l'incidence de la vitesse de refroidissement sur la dureté du FeAl a néanmoins montré qu'un refroidissement, même au four, permettait de conserver un excès de lacunes [9]. Cette caractéristique va grandement influencer les propriétés mécaniques à température ambiante. Le durcissement lacunaire augmente avec le taux d'aluminium [5,9], confirmant ainsi que la concentration de lacunes retenues après un traitement thermique est fonction du taux d'aluminium avec un maximum vers 51at%Al [10]. L'excès de lacunes, par rapport à la concentration d'équilibre, est donc fonction du taux d'aluminium et de la température de traitement [11], son impact sur la dureté du matériau étant bien mis en évidence par la dépendance linéaire de la dureté avec la racine carrée de la concentration en lacunes (figure 2.3 [12]).

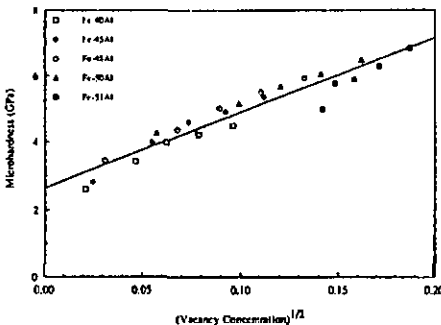


Fig 2.3 : Relation entre la microdureté et la racine carrée de la concentration en lacunes [12]. La linéarité obtenue montre qu'il est possible de relier la concentration  $c$  en lacunes et la dureté  $H$  du matériau par une relation du type :

$$H = H_0 + \alpha_0 c^{1/2}$$

où  $\alpha_0$  est une constante et  $H_0$  la dureté à  $c=0$ . Cette équation a été établie pour rendre compte de l'interaction de défauts ponctuels avec les dislocations, conduisant à un renforcement du matériau.

Parallèlement à l'augmentation de la dureté, l'augmentation de la concentration en lacunes influe sur les propriétés mécaniques de traction, à température ambiante, en augmentant la limite d'élasticité et en diminuant la ductilité du Fe-40at%Al [7,11,13] (figure 2.4). Ces fortes dépendances des propriétés mécaniques en fonction de la concentration en lacunes incitent à être prudent lors de la comparaison de FeAl ayant reçu différents traitements thermiques. Enfin, il faut noter que l'excès de lacunes peut être éliminé par l'intermédiaire d'un traitement thermique suivi d'un refroidissement lent [13,14].

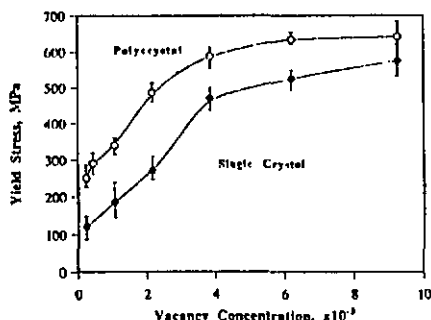


Fig 2.4 : évolution de la limite d'élasticité en fonction de la concentration en lacunes [11]. Les auteurs relient le changement de pente de la courbe, vers  $c=4 \times 10^{-3}$ , à un changement de plan de glissement.

### b) Incidence du rapport Fe/Al sur les propriétés mécaniques

Baker et al. [15] ont étudié l'évolution de la limite d'élasticité, en fonction de la température, de FeAl B2 pour des taux d'aluminium allant de 40 à 50at%. Chacun de ces matériaux a une taille de grains importante (de 230 à 300 $\mu$ m) et a subi un recuit pour éliminer l'excès de lacunes. Leurs résultats, présentés figures 2.5 et 2.6, montrent que la composition stoechiométrique est beaucoup plus résistante jusqu'aux températures intermédiaires, après quoi une chute importante de la limite d'élasticité est constatée. Les compositions non stoechiométriques présentent des résistances assez similaires jusqu'aux températures intermédiaires. Au delà, comme nous pouvons le voir sur la figure 2.6, la limite d'élasticité augmente avec la température pour passer par un maximum suivi d'une chute importante. La hauteur du pic est d'autant plus importante que la composition est riche en fer, et cette anomalie de contrainte disparaît pour la composition à 48at%Al. Comme nous le présenterons par la suite, l'anomalie de contrainte est liée à une transition entre la déformation par des dislocations  $\langle 111 \rangle$  aux basses températures et la déformation par des dislocations  $\langle 100 \rangle$  aux hautes températures. Cette transition, ayant également lieu pour les Fe-48at%Al et Fe-50at%Al, ne permet pas d'expliquer l'absence du pic pour ces compositions. Une explication avancée par les auteurs, pour rendre compte de la disparition du pic pour les compositions à 48 et 50at%Al, est que la concentration en lacunes supérieure pour les compositions proches de la stoechiométrie peut engendrer un durcissement du matériau pour les températures précédant le pic, le rendant par la suite indiscernable. Enfin, la chute importante de la limite d'élasticité après le pic est accompagnée d'une forte augmentation de la ductilité des matériaux.

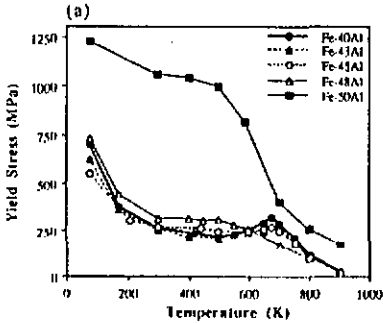


Fig 2.5 : Évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température [15].

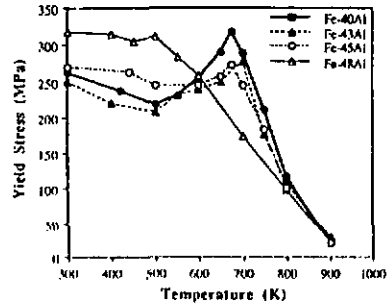


Fig 2.6 : Même représentation que la Fig 2.5 pour des échelles plus restreintes de contrainte et de température [15].

### c) Relation entre taille de grains et propriétés mécaniques

L'extrusion de poudres et de lingots coulés a permis à Gaydossh et al. [16] d'obtenir une variété importante de taille de grains (15 à 22  $\mu\text{m}$ ) pour le Fe-40at%Al. Pour des conditions de traitement thermique identiques, les auteurs ont montré que la ductilité diminue lorsque la taille de grains augmente (figure 2.7). Concernant l'évolution de la résistance en traction, la figure 2.8 montre que la limite d'élasticité suit la loi de Hall-Petch ( $R_c = R_c'' + k_b d^{-1/2}$  où  $R_c$  est la limite d'élasticité,  $R_c''$  la contrainte de friction,  $k_b$  une constante et  $d$  la taille de grains) ce qui n'est pas le cas pour la résistance maximale : la faible ductilité pour les grandes tailles de grains limite la résistance maximale.

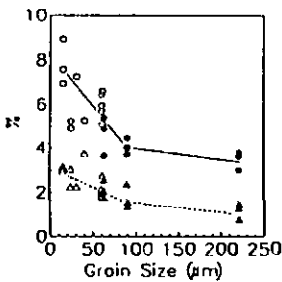


Fig 2.7

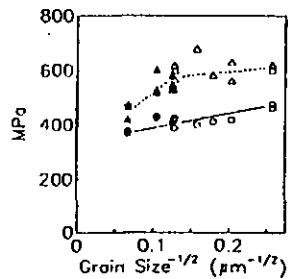


Fig 2.8

Figs 2.7 et 2.8 : propriétés en traction du Fe-40at%Al à température ambiante [16].

Fig 2.7 : ..... déformation et ——— striction.

Fig 2.8 : ..... résistance maximale et ——— limite d'élasticité.

Symboles blancs : poudres extrudées - Symboles noirs : lingots extrudés.

Baker et al. [17] ont de plus montré que cette relation entre la limite d'élasticité et la taille de grains est valable pour des compositions comprises entre 40 et 50at%Al. La pente de l'équation de Hall-Petch,  $k_h$ , est maximale pour la composition stoechiométrique et suit grossièrement l'évolution de la contrainte de friction,  $R_0^0$ , avec le taux d'aluminium. Enfin, les joints de grains ne semblent pas être affectés par la vitesse de refroidissement, à l'issue d'un traitement thermique, comme le montre Crimp et al. [13] en obtenant des pentes  $k_h$  similaires pour un Fe-40at%Al ayant subi différentes conditions de refroidissement.

#### d) Annullée de contrainte

Un trait caractéristique des propriétés des FeAl est l'apparition d'une augmentation de la limite d'élasticité pour des températures intermédiaires. L'évolution de la limite d'élasticité avec la température peut se décomposer en trois stades distincts. Lorsque la température augmente, la limite d'élasticité diminue dans le régime des basses températures, puis augmente aux températures intermédiaires avant de décroître de nouveau aux hautes températures. Une représentation schématique de ce comportement de la contrainte avec la température est présentée figure 2.9. L'augmentation de résistance avec l'augmentation de la température a suscité l'intérêt pour l'utilisation du FeAl à des températures élevées. De nombreuses études ont montré que la température du pic de contrainte est proche de la température où apparaît une transition de la déformation par glissement entre des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  et des dislocations  $\langle 100 \rangle$  [18,19]. Dans le cadre d'une étude de la déformation en traction du Fe-40at%Al, Morris et Morris [20] ont observé un pic de contrainte pour une température de l'ordre de 500°C. Des analyses de dislocations pour diverses températures proches du pic ont effectivement montré une correspondance entre le pic et la transition des dislocations  $\langle 111 \rangle$  pour des dislocations  $\langle 100 \rangle$ . Divers mécanismes ont été avancés pour tenter d'expliquer l'apparition de ce pic, et notamment comprendre l'augmentation de la résistance au glissement des dislocations  $\langle 111 \rangle$ . Parmi eux, nous pouvons citer le blocage par glissement dévié des dislocations  $\langle 111 \rangle$ , le blocage par montée d'une dislocation partielle  $1/2\langle 111 \rangle$ , ou bien encore la décomposition des dislocations  $\langle 111 \rangle$  en  $\langle 100 \rangle$  et  $\langle 110 \rangle$ . Une description détaillée de ces mécanismes est en dehors du cadre de notre étude et a fait l'objet d'articles spécifiques [7,21].

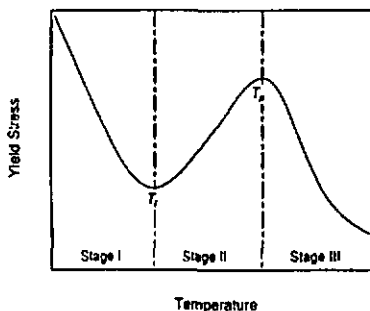
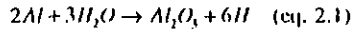


Fig 2.9 : Représentation schématique de la dépendance de la limite d'élasticité avec la température [19].

### c) Effet de l'environnement

Un des atouts majeurs du FeAl est sa bonne résistance à l'oxydation. Lors d'un traitement thermique à haute température, dans une atmosphère d'air, le Fe-40at%Al va s'oxyder avec une vitesse beaucoup plus lente qu'un acier inoxydable [22]. Cette bonne résistance à l'oxydation s'explique par la formation, en surface, d'une couche protectrice d'alumine  $Al_2O_3$  [23]. Cette réaction bénéfique, entre l'aluminium et l'oxygène, pour l'oxydation peut avoir des effets néfastes pour les propriétés mécaniques. En effet, si la réaction de l'aluminium s'effectue avec des molécules d'eau, il y aura libération d'hydrogène (eq. 2.1).



Cette libération d'hydrogène va fragiliser le matériau en diminuant fortement la ductilité à température ambiante [24]. Cependant, dans le cas du Fe-40at%Al cette fragilisation est beaucoup moins significative (figure 2.10) en raison de la faiblesse des joints de grains qui masque l'effet de l'hydrogène [25]. Différents mécanismes de fragilisation des métaux et alliages par l'hydrogène existent, mais dans le cas du FeAl, Stoloff et Liu [26] suggèrent que les atomes d'hydrogène diminuent les forces de cohésion à travers les plans de clivage ( $\{100\}$ ), conduisant à des fractures fragiles par clivage.

Al concentration (at. %)	Test environment	Strength (MPa)		Ductility (%)	Fracture mode <sup>a</sup>
		Field	Ultimate		
36.5	Air	360	412	2.2	TF
36.5	Oxygen <sup>b</sup>	360	405	17.6	GBF
40.0	Air	390	405	1.2	GBF
40.0	Oxygen <sup>b</sup>	402	537	3.2	GBF

<sup>a</sup>TF = grain-boundary fracture; GBF = unisgranular fracture (cleavage).

<sup>b</sup>Oxygen pressure:  $6.7 \times 10^4$  Pa.

Fig 2.10 : Effet de l'environnement et de la concentration d'aluminium sur la ductilité du FeAl [25].

### d) Éléments d'addition

De nombreuses études se sont intéressées à l'impact de l'ajout de bore au FeAl. Il apparaît que le bore permet de renforcer les joints de grains par ségrégation [25]. Dans le cas du Fe-40at%Al où les joints de grains sont fragiles (cf § précédent), l'ajout de 300wt ppm de bore permet de retrouver une sensibilité à l'environnement (figure 2.11). Gaydash et al. [27] ont étudié l'addition de petites quantités de C, Zr, Hf et B sur les propriétés mécaniques du Fe-40at%Al. La microstructure varie suivant les éléments ajoutés, et l'addition de Zr et de Hf se traduit par la précipitation de particules  $Fe_3Al_6Zr$  ou  $Fe_3Al_6Hf$ , augmentant la résistance du matériau à température ambiante. L'impact bénéfique de cette précipitation sur la limite élastique s'estompe à 1100°K mais l'addition de Hf permet, à cette température, d'améliorer sensiblement la ductilité. L'ajout supplémentaire de bore au matériau contenant du zirconium diminue la taille

des particules (0.25  $\mu\text{m}$  contre 2  $\mu\text{m}$ ). Concernant le rôle du bore sur le pic de contrainte, Klein et al. [28] ont montré que l'ajout de 0.05at% de bore à un Fe-45at%Al élève la température à laquelle l'annulation apparaît :  $\approx 530^\circ\text{C}$  (800°K) au lieu de  $\approx 400^\circ\text{C}$  (675°K).

Test environment	Strength (MPa)		Ductility (%)	Fracture Mode <sup>a</sup>
	Yield	Ultimate		
Air	390	<i>No boron</i> 405	1.2	GBF
Oxygen <sup>b</sup>	402	537	3.2	GBF
<i>Doped with 300 wt ppm boron</i>				
Air	391	577	4.3	TF
Oxygen <sup>b</sup>	392	923	16.8	TF

<sup>a</sup>GBF = grain boundary fracture; TF = mainly transgranular fracture (cleavage).

<sup>b</sup>Oxygen pressure:  $6.7 \times 10^{-4}$  Pa.

Fig. 2.11 : Effet de l'ajout de bore sur la ductilité du Fe-40at%Al [25].

### g) Déformation du FeAl à haute température

Très peu d'études se sont intéressées aux propriétés du FeAl lors d'une sollicitation à haute température et faible vitesse de déformation. A travers deux articles, Whittenberger [29,30] a étudié le comportement du FeAl à des températures comprises entre 827 et 1127°K (1100 et 1400°K). Les expériences ont été conduites en compression à vitesse de déformation imposée (entre  $2 \cdot 10^{-4}$  et  $2 \cdot 10^{-3}$  s<sup>-1</sup>). L'auteur s'est notamment attaché à déterminer l'incidence de la taille de grains sur la résistance du matériau. Pour des teneurs en aluminium allant de 39,8 à 48,7at%, deux régimes avec des exposants de contrainte différents ont été mis en évidence. L'observation de ces deux régimes est fonction de la taille de grains (celle-ci est comprise entre 9 et 185 $\mu\text{m}$ ). Des exposants  $n=6$  et  $n=3$  ont été trouvés pour, respectivement, les vitesses de déformation élevées et les vitesses de déformation faibles, la vitesse à laquelle la transition s'effectue étant dépendante de la taille de grains et de la température. Pour les deux régimes une énergie d'activation d'environ 460kJ.mol<sup>-1</sup> a été déterminée. Dans le régime où  $n=6$ , la contrainte d'écoulement dépend de la taille de grains suivant une loi de Hall-Petch tandis que, dans le cas où  $n=3$ , elle augmente avec la taille de grains. Whittenberger propose alors que, dans le cas des faibles vitesses de déformation ( $n=3$ ), l'exposant de contrainte diminue progressivement quand la température augmente pour supposer qu'une transition vers un fluage diffusion a lieu. Concernant la valeur importante de l'énergie d'activation en comparaison à l'énergie d'auto-diffusion (de l'ordre de 290kJ.mol<sup>-1</sup> pour le Fe-40at%Al [31,32]), l'auteur n'apporte aucune explication si ce n'est la dépendance des modules d'élasticité avec la température, mais il paraît peu probable que cette correction soit suffisante.

Récemment, Jimenez et al. [33] ont étudié le comportement de divers FeAl (taille de grains  $\approx 500\mu\text{m}$ ) contenant 25, 30 et 48at%Al à des températures comprises entre 750 et 1000°K. Les expériences ont également été conduites en compression à vitesse de déformation imposée (entre  $10^{-3}$  et  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup>). Au delà de 850°K, l'exposant de contrainte est égal à 3,5 et augmente pour une température de 750°K. Des énergies d'activation de 280, 360 et 395kJ.mol<sup>-1</sup> ont été déterminées

pour respectivement les taux d'aluminium de 25, 30 et 48at%. Sans apporter d'explication à ces valeurs d'énergie, les auteurs remarquent que le Fe-25at%Al est désordonné à la température de test et a une énergie d'activation similaire à celle de l'auto-diffusion, tandis que les deux autres matériaux sont ordonnés et possèdent une énergie voisine qui est largement supérieure à celle de l'auto-diffusion. Cette étude contredit le travail de Whittenberger puisqu'une taille de grain de 500 $\mu$ m devrait conduire à un exposant de contrainte de l'ordre de 6. L'addition de 10at%Cr permet d'observer une transition entre un exposant égal à 3.5 à faible vitesse de déformation et un exposant égal à 5 pour les vitesses de déformation élevées.

En poursuivant sur le rôle des éléments d'additions, nous pouvons nous intéresser à Whittenberger et al. [34] qui ont cherché à déterminer l'incidence de l'addition de 0.1at%Zr et de 0.4at%B sur les propriétés de fluage à 827°C (1100°K) d'un Fe-40at%Al. Les résultats montrent que l'addition de Zr et B renforce le matériau et, suivant la vitesse de déformation, un exposant de contrainte de l'ordre de 12 est observé. Les auteurs concluent finalement que la résistance en fluage, bien que renforcée, reste faible.

Wolski et al [35] ont montré qu'il est possible par oxydation *in situ* lors d'un broyage mécanique de poudres, de produire un FeAl renforcé par une dispersion d'oxydes nanométriques stable jusqu'à des températures de 1050°C. Suivant les conditions d'élaboration, la résistance au fluage du FeAl renforcé a pu être triplée par rapport au FeAl et l'exposant de contrainte a été doublé (13 contre 6.5). Néanmoins le FeAl renforcé par 15vol%FeAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtenu est limité par son manque de ductilité.

#### 2.1.4) Fe-40at%Al renforcé par dispersion de particules d'oxydes Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Comme nous l'avons présenté au paragraphe 2.1.3, les FeAl-B2 présentent des propriétés mécaniques intéressantes mais leur faible ductilité à température ambiante ainsi que leur faible résistance au fluage limitent leurs applications. L'introduction d'une dispersion de particules d'oxydes Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanométriques a permis d'améliorer ces points faibles [36] tout en conservant une bonne résistance à l'oxydation [37]. L'effet bénéfique de l'addition de bore et de zirconium sur la résistance des joints de grains a été mis à profit pour définir une composition permettant d'obtenir les meilleures valeurs de ductilité possibles [38]. L'ajout d'oxydes Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1%massique) permet d'augmenter la résistance du matériau et d'empêcher le grossissement des grains lors de la consolidation et des traitements thermiques du matériau. Le choix de l'oxyde Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vient de sa très grande stabilité, comparée à celle de nombreux autres oxydes [39]. Ce matériau, d'appellation "FeAl40 Grade 3", développé par le CEA/CEREM de Grenoble est produit par broyage mécanique de poudres suivi d'une extrusion à 1100°C [40]. Les premiers essais sur ce matériau ont révélé, à température et air ambiants, une résistance à la traction presque doublée par rapport au Fe-40at%Al non renforcé, et une ductilité qui est passée de 0.56 à 2.7%. La résistance au fluage, bien que non présentée explicitement, est annoncée supérieure de trois ordres de grandeur [38]. L'optimisation du processus d'élaboration a permis d'améliorer encore la résistance à la traction avec une ductilité à température et air ambiants de 6.4% [41]. L'évolution de la limite élastique du FeAl40 grade 3 a été représentée figure 2.12 à partir des données de [41]. Cette figure montre que la résistance du matériau chute lentement jusqu'à des températures intermédiaires, à partir desquelles la limite d'élasticité chute

rapidement. Morris et al. [42] ont montré pour ce matériau qu'une transition de dislocations  $\langle 111 \rangle$  pour des dislocations  $\langle 100 \rangle$  a bien lieu vers une température de 500°C. Cette transition a été confirmée par Briguelet et al. [43]. La présence des oxydes, en augmentant la limite d'élasticité du matériau, peut rendre le pic de contrainte observé pour le Fe-40at%Al (Fig 2.6) indiscernable et expliquer son absence sur la figure 2.12. Le pic peut également être rendu invisible de part la faible taille de grains du matériau (de l'ordre de 0.5- $\mu\text{m}$ ). La contribution des joints de grains à la limite d'élasticité décroît en effet avec la température pouvant alors compenser l'augmentation de résistance de la matrice. Il est à noter qu'au cours de leur étude, Morris et al. [42] ont déterminé une ductilité à température et air ambiants d'environ 1%.

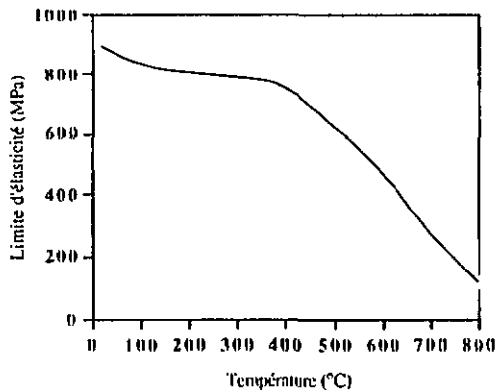


Fig 2.12 : Évolution de la limite d'élasticité du FeAl40 grade 3 avec la température [41].

### 2.1.5) Applications industrielles du Fe-40at%Al renforcé par $\text{Y}_2\text{O}_3$

Le Fe-40at%Al renforcé par dispersion de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  présente les avantages d'une faible densité ( $5,9\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ), d'un faible coût des matières premières, d'une bonne résistance à l'oxydation et de propriétés mécaniques supérieures, aux températures intermédiaires, au FeAl non renforcé. Ce matériau présente également une bonne résistance à la corrosion, un travail de recherche lancé au Laboratoire d'Étude des Matériaux en Milieux Agressifs (LEMMA) de La Rochelle étudie cette propriété. Le FeAl40 grade 3 a une rigidité spécifique élevée, supérieure à certains aciers et superalliages (fig 2.13). Ces caractéristiques en font un matériau de choix pour des applications spécifiques, et un nombre important d'applications potentielles est en cours d'étude [41]. Le FeAl grade 3 permet d'atteindre les caractéristiques principales requises pour la réalisation d'arbres de moteur d'hélicoptère. L'industrie aéronautique et aérospatiale étudie également l'utilisation de ce matériau pour réaliser différentes pièces de propulseur : aubes et ailettes de compresseur, arbres de transmission de puissance et buses d'injection. Des pièces de structures aéronautiques sont également à l'étude avec, en particulier, la triangulation de trains d'atterrissage, des robinets de vannes pour fluide chaud et de la boulonnerie. La faible densité du matériau permet aussi des applications où l'inertie mécanique doit être réduite, ce qui est le cas de pièces subissant des mouvements de haute fréquence. Il est alors possible de réaliser des

soupapes (fig 2.14), des axes de piston, des actionneurs de valves, etc... Le secteur automobile s'intéresse également au FeAl grade 3 pour la fabrication de pièces fonctionnant à haute température dans les turbos. Pour que ces possibilités d'utilisation se concrétisent, un certain nombre de paramètres sont encore à étudier, dont notamment les caractéristiques du matériau en fluage.

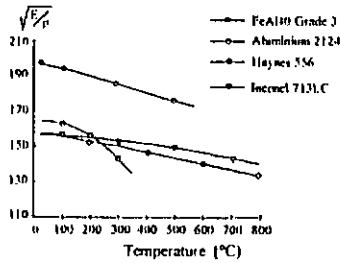


Fig 2.13 : Rigidité spécifique du FeAl10 grade 3 comparée à d'autres matériaux [38].

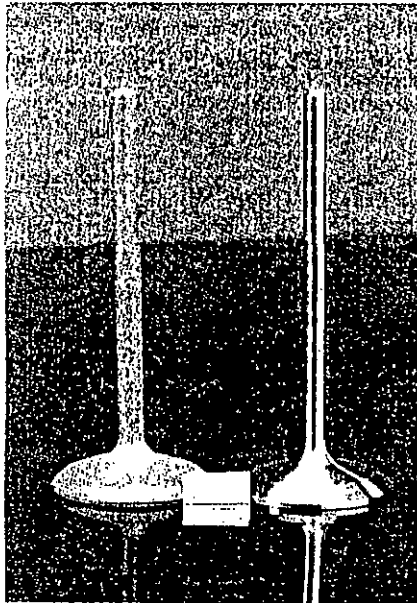


Fig 2.14 : Exemple de soupape réalisée en FeAl, à droite, comparée à une soupape en acier inox [23].

## 2.2) Description de la déformation en fluage

### 2.2.1) La déformation par fluage

Lorsqu'un matériau est soumis à une sollicitation statique à haute température, une déformation peut apparaître même si la contrainte appliquée est inférieure à la limite d'élasticité du matériau. Le fluage est alors défini comme la dépendance de la déformation en fonction du temps. Les courbes de fluage, illustrant la dépendance de la déformation en fonction du temps, présentent généralement trois stades distincts (fig 2.15) :

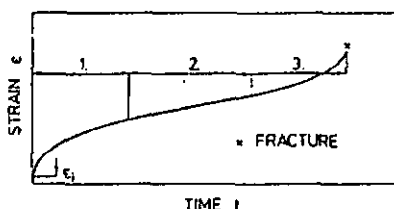


Fig 2.15 : Courbe de fluage [44].

- Un premier stade, où la vitesse de fluage ( $\dot{\epsilon} = d\epsilon / dt$ ) diminue en fonction du temps, après une déformation instantanée  $\epsilon_i$  au tout début de la sollicitation. Ce stade est appelé stade primaire, ou fluage transitoire. La déformation instantanée  $\epsilon_i$  peut contenir des composantes élastique, anélastique et plastique [45]. Si la contrainte appliquée est supérieure à la limite d'élasticité, les dislocations présentes à l'état initial peuvent se déplacer rapidement, avant que leur densité n'augmente pendant la mise en charge, contribuant ainsi à  $\epsilon_i$  [46].
- Un deuxième stade où la vitesse de fluage est constante en fonction du temps. Ce stade prend les appellations de stade stationnaire ou de fluage secondaire.
- Enfin un troisième stade se traduit par une accélération de la vitesse de fluage en fonction du temps conduisant finalement à la fracture du matériau. Il s'agit du fluage tertiaire.

Le fluage primaire est un régime transitoire au cours duquel la structure évolue pour arriver à celle caractéristique du stade secondaire. Si la contrainte reste constante, il est possible d'observer un régime stationnaire où la vitesse de fluage est indépendante du temps. Lorsque la contrainte augmente localement, ou en diverses régions de l'éprouvette, en raison de l'apparition d'une striction ou de la formation de cavités, la vitesse de fluage va alors augmenter jusqu'à la rupture finale de l'échantillon. Lors de la formation de cavités, différents paramètres peuvent être définis pour relier l'endommagement (quantité de cavités) du matériau et le temps restant avant sa rupture [47].

Dans son approche phénoménologique sur le fluage, Poirier [48] montre que le stade stationnaire observé sur les graphes  $\epsilon=f(t)$  peut être un artefact dû à ce type de représentation. En effet, si nous dilatoons ou comprimons l'échelle de temps sur le graphe de la figure 2.15, la linéarité de la partie 2 peut être mise en évidence ou disparaître. Il est cependant possible de remédier à cette incertitude en représentant l'évolution de la vitesse de déformation en fonction

de la déformation plutôt que l'évolution de la déformation en fonction du temps. Si la vitesse de déformation tend vers une valeur constante pour un certain taux de déformation, nous pouvons parler de stade stationnaire. Poirier précise cependant que l'appellation "quasi-stationnaire" serait plus appropriée que "stationnaire" dans la mesure où ce stade ne s'étend pas à l'infini et est généralement suivi du stade tertiaire. Néanmoins, comme nombre d'auteurs, nous continuerons à utiliser l'expression de stade stationnaire.

Lors d'une expérience de fluage, plusieurs phénomènes vont contribuer à la déformation plastique du matériau. En plus du glissement des dislocations, qui représente à basse température le principal mécanisme de déformation plastique, des mécanismes tels que le glissement aux joints de grains, la diffusion de lacunes, la montée des dislocations ou la nucléation et la croissance de cavités, peuvent apporter une contribution à la déformation totale pour des températures homologues supérieures à 0,4. Pour de telles températures, le phénomène de restauration dynamique va jouer un rôle important. En fonction de la vitesse de déformation et de la température, cette restauration dynamique peut compenser les effets du durcissement. La restauration dynamique au cours du fluage peut s'effectuer par plusieurs processus dont le plus important est le mouvement non conservatif des dislocations, la montée, permettant leur annihilation. Ce mouvement non conservatif implique la diffusion qui peut prendre place dans le volume du matériau ou par le cœur des dislocations. Ce phénomène de restauration dynamique permet d'expliquer le stade stationnaire du fluage, en considérant un équilibre entre le durcissement et la restauration.

Pour modéliser les caractéristiques de fluage d'un matériau, il est possible de définir une équation d'état,  $f(T, \sigma, \dot{\epsilon}, S) = 0$ , reliant les paramètres température ( $T$ ), contrainte ( $\sigma$ ), vitesse de déformation ( $\dot{\epsilon}$ ) et structure ( $S$ ). Dans le cas où un régime stationnaire est observé lors du fluage, il est raisonnable de supposer qu'au cours de ce stade la structure reste constante. Cela permet d'envisager la vitesse de fluage  $\dot{\epsilon}_s$ , en régime stationnaire, comme une fonction de la contrainte et de la température uniquement. Par la suite, nous ne considérerons plus que la vitesse de déformation relative au stade stationnaire soit :  $\dot{\epsilon}_s$ .

## 2.2.2) Influence de la température sur la vitesse de fluage

Une des caractéristiques importantes du fluage, pour des températures homologues supérieures à 0,4, est une forte dépendance de la vitesse de fluage en fonction de la température. Cette dépendance en température est décrite par une loi d'Arrhénius [49] :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(\frac{-Q_c}{k_b T}\right) \quad (\text{eq. 2.2})$$

où  $Q_c$  est l'énergie d'activation du fluage,  $k_b$  la constante de Boltzmann et  $\dot{\epsilon}_0$  est un facteur dépendant de la microstructure de dislocation et de la contrainte. Si le facteur  $\dot{\epsilon}_0$  dépend également de la température, comme cela peut être le cas par l'intermédiaire des modules d'élasticité, alors l'énergie d'activation définie par la relation 2.2 est une énergie d'activation apparente et est désignée par  $Q_A$ . La loi 2.2 n'est valable que si la représentation graphique de la courbe  $\ln \dot{\epsilon}_s = f(1/T)$  est une droite. Si la loi d'Arrhénius est applicable, alors nous pouvons

dire que le fluage implique un processus thermiquement activé dont l'énergie d'activation est  $Q_f$ , ou est en relation avec  $Q_d$ , si une dépendance de  $\dot{\epsilon}_n$  doit être considérée. En fonction des gammes de température étudiées, des processus thermiquement activés différents peuvent apparaître pour un même matériau (fig 2.16).

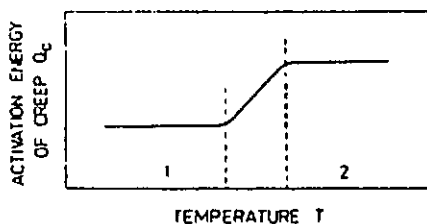


Fig 2.16 : Dépendance possible de l'énergie d'activation en fonction de la température [44].

Il faut également, pour déterminer  $Q_f$ , ne pas se trouver dans une région de transition entre les deux processus. Ce risque peut être évalué en effectuant la mesure de l'énergie d'activation sur une gamme de température pas trop restreinte.

Il est clair que les processus activés thermiquement les plus importants à haute température sont les processus diffusionnels. Pour de nombreux matériaux, l'énergie d'activation du fluage a souvent été trouvée égale à l'énergie d'auto-diffusion. Pour des températures intermédiaires ( $0,4-0,6T_f$ ), la diffusion par le cœur des dislocations peut s'avérer plus rapide que la diffusion en volume. Il est alors possible de trouver une énergie d'activation pour le fluage qui corresponde à ce processus.

### 2.2.3) Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage

Dans le régime allant des faibles contraintes jusqu'aux contraintes intermédiaires ( $\tau/G \approx 10^{-3}$ ), une loi semi-empirique, appelée loi puissance ou équation de Norton, est généralement utilisée pour rendre compte de la dépendance de la vitesse de déformation avec la contrainte :

$$\dot{\epsilon}_c = A \sigma^n \quad (\text{eq. 2.3})$$

où  $A$  est constant pour une température donnée, et  $n$  est défini comme étant la sensibilité de la vitesse de déformation à la contrainte appliquée [48].  $n$  peut être appelé "exposant de contrainte".

Lors du fluage à forte contrainte, la loi puissance précédente peut ne plus rendre compte de l'évolution de la vitesse de déformation avec la contrainte. Ce phénomène est connu sous le nom

de "rupture de la loi puissance". Pour ce régime de contrainte l'expression suivante est souvent utilisée :

$$\dot{\epsilon}_x = A' \exp(B\sigma) \quad (\text{eq. 2.4})$$

où  $A'$  et  $B$  sont constants pour une température donnée.

Il est bien sûr tentant de déterminer une même loi qui permettrait de décrire la dépendance de la vitesse de déformation avec la contrainte sur toute la gamme des contraintes appliquées. Garofalo [49,50] a défini une relation permettant d'atteindre cet objectif :

$$\dot{\epsilon}_x = A'' [\sinh(B'\sigma)]^n \quad (\text{eq. 2.5})$$

avec  $A''$  et  $B'$  constants pour une température donnée. A faible contrainte cette relation se réduit à la loi puissance (eq. 2.3), tandis qu'à forte contrainte elle correspond à la loi exponentielle (eq. 2.4).

Le régime des contraintes intermédiaires, le plus intéressant du point de vue des applications industrielles, est bien défini par la loi puissance et celle-ci est le plus souvent utilisée dans les études en fluage.

Pour les faibles valeurs de contrainte ( $\tau/G < 10^{-6}$ ) et les très hautes températures ( $T > 0.9T_s$ ), la déformation par fluage s'effectue par la diffusion (fluage de Nabarro-Herring) et la valeur de  $n$  est alors de l'ordre de 1.

Dans le cas opposé des fortes contraintes ou des faibles températures, la valeur de  $n$  augmente avec la contrainte et, comme décrit précédemment, la loi puissance est remplacée par la loi exponentielle. Pour le régime des contraintes et des températures intermédiaires, la valeur de  $n$  est typiquement de l'ordre de 3 pour les solutions solides et de l'ordre de 4 à 5 pour les métaux purs [45,46]. Sherby et al. [51] ont montré qu'un exposant égal à 8 permet d'expliquer les caractéristiques de fluage de matériaux où la structure de dislocation reste constante en fonction de la contrainte. Ils ont pour cela suivi l'évolution de la vitesse de déformation lors de sauts de contrainte avant que la structure n'ait le temps d'évoluer vers sa nouvelle configuration, relative à la nouvelle contrainte. Dans leur étude, l'évolution de la structure s'effectue par un changement de la taille des sous-grains. Cette valeur de  $n=8$  peut être utilisée dans le cas de l'étude de matériaux renforcés par dispersion de particules dans la mesure où, si une sous-structure se forme, sa taille peut être dictée par la distance interparticulaire [52]. Cette configuration s'apparente alors au fluage à structure constante en fonction de la contrainte.

#### 2.2.4) Relations prenant en compte la dépendance de la vitesse de fluage en fonction de la température et de la contrainte

En tenant compte de la dépendance en température et en contrainte de la vitesse de déformation, il est possible d'établir la relation suivante :

$$\dot{\epsilon}_x = B'' \sigma^n \exp\left(\frac{-Q}{k_b T}\right) \quad (\text{eq. 2.6})$$

où  $B''$  est une constante,  $n$  est l'exposant de contrainte et  $Q_c$  est l'énergie d'activation du fluage. Mukherjee et al. [53] mettent en avant la dépendance du terme  $B''$  de l'équation 2.6 en fonction du module de cisaillement, et le fait que la contrainte appliquée induit une force motrice pour le processus thermiquement activé, pour établir l'équation suivante :

$$\dot{\epsilon}_s = C' D_v \frac{Gb}{k_B T} \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (\text{eq. 2.7})$$

avec  $C'$  une constante,  $D_v$  le coefficient de diffusion,  $G$  le module de cisaillement et  $b$  le vecteur de Burgers. Cette formulation s'accorde bien avec les résultats de fluage de nombreux matériaux. Elle sous-entend néanmoins que l'énergie d'activation du fluage soit égale à l'énergie d'activation de la diffusion (terme  $D_v$ ). Le processus activé thermiquement est alors contrôlé par la diffusion.

### 2.2.5) Fluage par dislocations

Les expressions précédemment développées sont des relations empiriques. Pour leur accorder une réalité physique, il faut pouvoir valider ces relations par modélisation des mécanismes possibles. La plupart de ces modèles partent de l'idée que la déformation en fluage est réalisée par le mouvement des dislocations. Il faut cependant noter que d'autres phénomènes peuvent produire la déformation par fluage dans des conditions expérimentales particulières : c'est le cas du glissement aux joints de grains et du fluage diffusion [48]. Dans le cas le plus courant de la déformation par le mouvement des dislocations nous parlons de modèles liés au fluage par dislocations. La vitesse de déformation est alors donnée par l'équation d'Orowan :  $\dot{\epsilon} = \rho_m b v$ , où  $\rho_m$  est la densité de dislocations mobiles,  $b$  leur vecteur de Burgers et  $v$  leur vitesse moyenne. Si les dislocations glissent sur une distance  $L$  après avoir franchi l'obstacle à leur mouvement, la vitesse moyenne des dislocations,  $v$ , est donnée par le rapport  $L/(t_g + t_o)$ . Les temps  $t_g$  et  $t_o$  sont respectivement le temps mis par les dislocations pour glisser de  $L$ , et le temps pour franchir l'obstacle. En fonction de la nature de l'obstacle au mouvement des dislocations, deux cas distincts doivent être considérés [54] :

- 1) L'obstacle au mouvement de la dislocation est d'une taille comparable à celle du cœur des dislocations. Dans ce cas, l'agitation thermique peut aider la contrainte appliquée pour le franchissement de l'obstacle. Nous parlons alors de fluage contrôlé par le glissement, le glissement étant contrôlé par le franchissement thermiquement activé des obstacles. Si après avoir franchi l'obstacle, la dislocation glisse rapidement jusqu'à rencontrer un nouvel obstacle à une distance  $\lambda$ , alors  $L = \lambda$  et  $t_g \ll t_o$ . Parmi ce type d'obstacle, le franchissement de petites particules peut être envisagé. Si au contraire, après franchissement de l'obstacle, la dislocation glisse sur une distance égale à  $b$  (vecteur de Burgers) et rencontre immédiatement le prochain obstacle, alors le glissement est à la fois le facteur qui produit et qui contrôle la déformation. Il n'y a pas dans ce cas de différence entre  $t_g$  et  $t_o$ , et les obstacles sont les vallées de Peierls.

- 2) La seconde configuration consiste en des obstacles trop larges pour que l'agitation thermique puisse contribuer à leur dépassement. Cette situation se produit lorsque les obstacles sont les autres dislocations. Le champ de contrainte associé aux dislocations agit sur des distances importantes, ne permettant pas aux fluctuations thermiques de contribuer à leur franchissement. Ces obstacles peuvent disparaître par annihilation mutuelle des dislocations

grâce à un processus de montée et permettre alors à la dislocation bloquée de poursuivre son glissement :  $L = \lambda$  et  $t_p \ll t_0$ . Dans ce cas,  $t_0$  est lié à la vitesse de montée des dislocations. Nous parlons alors du fluage contrôlé par la restauration ou bien encore du fluage contrôlé par la montée.

Dans le premier cas nous pouvons véritablement parler de mouvement de dislocations thermiquement activé dans la mesure où il s'effectue grâce à une contribution mécanique et une contribution thermique. Dans le second cas, l'activation thermique n'intervient pas directement sur la dislocation en mouvement, mais sur l'obstacle lui-même pour permettre son annihilation : le mouvement des dislocations est indirectement activé.

Lorsqu'un stade stationnaire est observé, la vitesse de déformation de ce stade peut être contrôlée par l'un ou l'autre type d'obstacle. En effet, l'apparition du stade stationnaire permet de déduire qu'un équilibre entre durcissement et restauration est obtenu. Le cheminement suivi par une dislocation peut alors être décomposé en plusieurs étapes. Après avoir été émise, la dislocation va glisser et produire ainsi une déformation plastique. Pendant cette phase de glissement, elle va rencontrer certains obstacles. Puis, après avoir glissé, elle peut disparaître par un processus d'annihilation avec d'autres dislocations ou aux joints de grains. La génération de dislocations et les phases de glissement et d'annihilation sont liées, et doivent se produire pour l'observation du stade stationnaire. Il s'ensuit que des trois phases citées, la plus lente va dicter et donc contrôler la vitesse de déformation en fluage du matériau.

Un point important à considérer à ce stade est l'énergie d'activation des processus thermiquement activés. En effet, en fonction des caractéristiques de cette énergie d'activation, il peut être possible de tirer certaines informations utiles pour l'identification des obstacles et des mécanismes mis en jeux. Il faut alors définir l'énergie d'activation liée au mouvement des dislocations dû à la contrainte et à la température.

## 2.2.6) L'énergie d'activation d'un processus thermiquement activé

Dans les équations précédentes, reliant la vitesse de déformation à la température et à la contrainte, nous avons défini une énergie d'activation notée  $Q_p$ . Dans leur traitement thermodynamique de l'activation thermique, différents auteurs [48,55-57] ont déterminé les variations d'enthalpie d'activation  $\Delta H$  et d'énergie libre de Gibbs  $\Delta G$  mises en jeu lors du franchissement d'un obstacle au mouvement d'une dislocation. Nous allons, dans ce qui suit, rappeler les résultats obtenus par ces auteurs et montrer l'égalité entre  $Q_p$  et  $\Delta H$ .

Nous considérons pour cela une dislocation de longueur  $l$  qui rencontre un obstacle lors de son mouvement. La contrainte appliquée  $\sigma$  permet alors à la dislocation d'atteindre une position d'équilibre  $x_0$  devant l'obstacle. Après le passage de l'obstacle, la dislocation passe par une position d'équilibre instable notée  $x_c$ . Nous pouvons alors définir le changement d'énergie libre de Gibbs,  $\Delta G$ , lorsque la dislocation passe de la position  $x_0$  à la position  $x_c$ . L'obstacle est supposé rigide, c'est à dire que le profil de la force qu'il exerce sur la dislocation ne dépend pas de la contrainte appliquée (c'est le cas pour les intersections de dislocations et le mouvement non conservatif de crans, contrairement aux forces de Peierls-Nabarro ou au glissement dévié) [58].

Sur son plan de glissement la dislocation subit une force  $F$  due à la contrainte appliquée :

$$F = \tau b \ell \quad (\text{eq. 2.8})$$

avec  $\tau$  la contrainte de cisaillement dans le plan,  $b$  le vecteur de Burgers et  $\ell$  la longueur de dislocation mise en jeu dans le processus. Cette dislocation va subir également une force  $F_j$  résultant des contraintes internes dues à l'ensemble des défauts du cristal, autres que l'obstacle considéré. Enfin, nous considérons la force  $F_0$  que l'obstacle exerce sur la dislocation. Si la force appliquée dépend uniquement du choix de l'expérimentateur qui fixe la valeur de  $\sigma$ , les forces  $F_j$  et  $F_0$  dépendent de la température (par le biais du module de cisaillement pour  $F_j$ ) et de la position de la dislocation que nous notons  $x$ . La variation de l'énergie de Gibbs lors du franchissement de l'obstacle par la dislocation s'écrit [48,54-56] :

$$\Delta G = \int_{x_0}^{x_c} [F_0(T, x) + F_j(T, x) - F] dx \quad (\text{eq. 2.9})$$

Dans l'expression précédente, nous pouvons définir une force effective notée  $F^*$  qui traduit la différence entre la force appliquée  $F$  et la force interne  $F_j$  :  $F^* = F - F_j$ . Cette force exprime en fait la force "efficace" pour le franchissement de l'obstacle. De manière similaire, nous pouvons définir une contrainte effective  $\tau^*$  telle que :  $\tau^* = \tau - \tau_j$ . Si nous désignons la distance d'activation par  $X = x_c - x_0$ , l'expression 2.9 peut alors s'écrire :

$$\Delta G = \Delta g(T, \tau^*) - \tau^* \ell b X \quad (\text{eq. 2.10})$$

où  $\Delta g$  traduit l'énergie totale de l'obstacle à franchir lorsque la contrainte appliquée est égale à la contrainte interne :

$$\Delta g = \int_{x_0}^{x_c} F_0(T, x) dx \quad (\text{eq. 2.11})$$

Les bornes d'intégration étant dépendantes de la température et de la force appliquée,  $\Delta g$  est une fonction de la température  $T$  et de la contrainte effective  $\tau^*$ . Néanmoins, dans l'hypothèse d'un obstacle rigide, la dépendance des bornes d'intégration avec la contrainte est considérée comme minimale ou nulle.

L'équation 2.10 définit donc l'énergie libre de Gibbs d'un processus thermiquement activé comme la différence entre la barrière énergétique que représente l'obstacle et l'énergie fournie par la contrainte effective.

Une représentation très schématisée permet de visualiser les différentes contributions énergétiques définies précédemment. Il s'agit de diagrammes schématisant l'évolution de la force exercée par l'obstacle, sur la dislocation, en fonction de la distance [48,58,59]. La présence de l'obstacle se traduit par une barrière d'énergie au dessus du niveau de la contrainte interne  $\tau_j$ . Les figures 2.17 a et b illustrent ces représentations dans le cas où la force appliquée  $F$  est supérieure à la force interne  $F_j$ . Dans le cas où les bornes d'intégration sont considérées indépendantes de la contrainte, cela revient à représenter les obstacles par une barrière de forme rectangulaire plutôt que celle que nous avons schématisée.

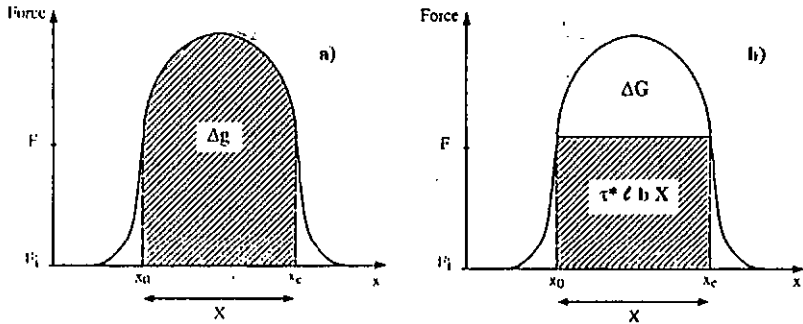


Fig 2.17 : Représentations schématiques des différentes contributions énergétiques.

a) Barrière énergétique que représente l'obstacle.

b) Représentation de l'énergie d'activation et de la contribution due à la contrainte effective.

Une autre expression de l'équation 2.10 consiste à regrouper sous la même contribution énergétique,  $\Delta G_{II}$ , la barrière d'énergie due à l'obstacle  $\Delta g$  et celle due à la contrainte interne. Nous pouvons alors écrire l'équation suivante :

$$\Delta G = \Delta G_{II}(T, \tau) - \tau l b X \quad (\text{eq. 2.12})$$

$\Delta G_{II}$  dépend de la température et de la contrainte par l'intermédiaire des bornes d'intégration :

$$\Delta G_{II} = \int_{x_0}^{x_c} [F_0(T, x) + F_i(T, x)] dx \quad (\text{eq. 2.13})$$

Pour reprendre la représentation schématique des contributions énergétiques dans ce cas, nous pouvons représenter  $\Delta G_{II}$  par la figure 2.18 suivante :

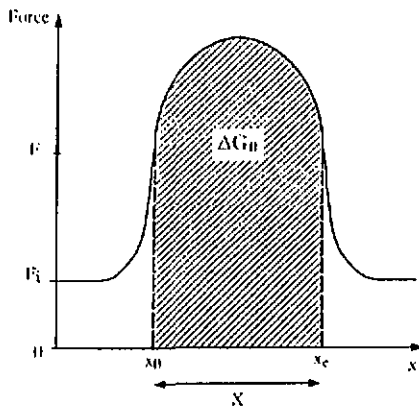


Fig 2.18 : Représentation schématique de la barrière énergétique totale  $\Delta G_{II}$  que la dislocation doit franchir.

Connaissant la variation d'énergie libre de Gibbs, il est alors possible d'exprimer la vitesse de fluage par :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(\frac{-\Delta G}{k_n T}\right) \quad (\text{eq. 2.14})$$

Cette relation est similaire à la loi d'Arrhénius évoquée au paragraphe 2.2.2 (eq. 2.2). Les deux coefficients  $\dot{\epsilon}_n$  et  $\dot{\epsilon}_n^*$  peuvent dépendre de la température par l'intermédiaire du module de cisaillement. Les dérivées de  $\ln \dot{\epsilon}_n$  et  $\ln \dot{\epsilon}_n^*$  en fonction de la température sont donc égales. Les lois de la thermodynamique permettent de relier les variations d'énergie libre de Gibbs  $\Delta G$ , d'enthalpie  $\Delta H$  et d'entropie  $\Delta S$  par les relations :

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (\text{eq. 2.15}) \quad \Delta S = \left(\frac{\partial \Delta G}{\partial T}\right)_\sigma \quad (\text{eq. 2.16})$$

L'ensemble de ces considérations nous permet d'établir le lien entre  $Q_c$  et  $\Delta H$  par l'égalité suivante :

$$Q_c = -k_n \frac{\partial \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}_s}{\dot{\epsilon}_n}\right)}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)} = \frac{\partial\left(\frac{\Delta G}{T}\right)}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)} = \Delta G - T \frac{\partial \Delta G}{\partial T} = \Delta G + T\Delta S = \Delta H \quad (\text{eq. 2.17})$$

L'énergie d'activation du fluage  $Q_c$  est donc une enthalpie d'activation dans la mesure où  $Q_c$  est égale à  $\Delta H$ . Nous pouvons de plus montrer que l'enthalpie d'activation  $\Delta H$  dépend de la contrainte comme l'énergie libre de Gibbs. Les relations précédentes permettent d'écrire :

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_s &= \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(-\frac{\Delta G}{k_n T}\right) \\ &= \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(-\frac{\Delta g}{k_n T}\right) \exp\left(\frac{\tau^* t b X}{k_n T}\right) \\ &= \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(-\frac{\Delta h - T\Delta s}{k_n T}\right) \exp\left(\frac{\tau^* t b X}{k_n T}\right) \end{aligned} \quad (\text{eq. 2.18})$$

$$\text{avec : } \Delta g = \Delta h - T\Delta s \quad (\text{eq. 2.19}).$$

Nous avons donc :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(\frac{\Delta S}{k_n}\right) \exp\left(-\frac{\Delta h - \tau^* t b X}{k_n T}\right) = \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(-\frac{\Delta H}{k_n T}\right) \quad (\text{eq. 2.20})$$

$$\text{avec : } \dot{\epsilon}_n^* = \dot{\epsilon}_n^* \exp\left(\frac{\Delta S}{k_n}\right) \quad (\text{eq. 2.21})$$

Nous pouvons donc définir la variation d'enthalpie interne de façon similaire à la variation d'énergie libre soit :

$$\Delta H = \Delta h - \tau^* f b X \quad (\text{eq. 2.22}) \quad \text{ou} \quad \Delta H = \Delta H_a - \tau^* f b X \quad (\text{eq. 2.23})$$

L'énergie d'activation du fluage  $Q_c$ , étant égale à  $\Delta H$ , nous avons montré que, dans le cas où elle est représentative d'un processus thermiquement activé, alors elle est dépendante de la contrainte comme défini par les équations 2.22 et 2.23. Des représentations schématiques similaires aux figures 2.17 et 2.18 peuvent ainsi être réalisées dans le cas de la variation d'enthalpie d'activation  $\Delta H$ .

### 2.2.7) Volume d'activation

La quantité  $f b X$  qui apparaît dans les équations précédentes, et en particulier dans les équations 2.22 et 2.23, est appelée volume d'activation ( $V$ ).

$$V = f b X \quad (\text{eq. 2.24})$$

Cette appellation de volume est purement dimensionnelle dans la mesure où il ne s'agit pas d'un changement du volume de l'échantillon mais de sa forme. De nombreux auteurs préfèrent alors parler d'aire d'activation  $\mathcal{A}$  [60], telle que  $\mathcal{A} = f X$ . Le volume d'activation traduit en fait la dépendance de la variation d'énergie libre de Gibbs  $\Delta G$ , ou de l'enthalpie  $\Delta H$ , en fonction de la contrainte. Le volume d'activation est défini par la relation :

$$V = - \left( \frac{\partial \Delta G}{\partial \sigma} \right)_T \quad (\text{eq. 2.25})$$

Le volume d'activation est un paramètre important pour l'étude des processus thermiquement activés puisque sa valeur (eq.2.24) peut permettre d'obtenir de précieux enseignements quant à la longueur de dislocation  $l$  et à la distance d'activation  $X$  mises en jeu dans le processus.

## 2.3) Fluage de matériaux renforcés par dispersion

### 2.3.1) Aspects phénoménologiques du fluage de matériaux renforcés

Par rapport aux courbes de fluage de matériaux non renforcés, celles de matériaux renforcés par dispersion présentent quelques singularités illustrées par la représentation schématique de la figure 2.19 [61]. En effet, si l'introduction d'une dispersion permet de diminuer la vitesse de fluage, la courbe  $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \sigma)$  peut éventuellement présenter trois stades distincts. Pour les vitesses de déformation élevées, le comportement du matériau renforcé se rapproche de celui de la matrice (Ø), tandis que pour des vitesses de déformation intermédiaires, correspondant aux gammes de contraintes couramment utilisées, le comportement du matériau renforcé exhibe un

exposant de contrainte  $n_{ij}$  et une énergie d'activation anormalement élevés (②). Cette région ② peut s'étendre sur plusieurs ordres de grandeur de la vitesse de déformation et constitue la partie traditionnellement étudiée lors d'investigations sur le fluage, car elle correspond à des gammes de vitesse de déformation couramment employées. Enfin, pour les hautes températures et les faibles vitesses de déformation, une troisième région peut apparaître, qui se caractérise par un exposant de contrainte décroissant (③). Le glissement aux joints de grains, la dissolution, la croissance ou la déformation des particules peuvent expliquer les caractéristiques de cette région.

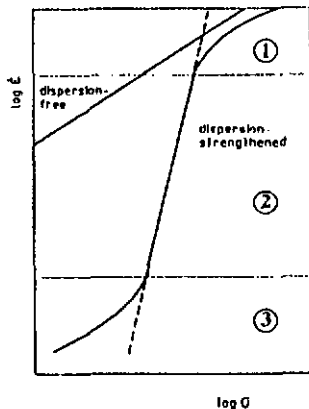


Fig 2.19 : Représentation schématique des courbes de fluage des matériaux renforcés par dispersion [61].

Comme nous l'avons précisé dans le paragraphe 2.2 pour la description de la déformation en fluage, le fluage par dislocation dans le cas de matériaux non renforcés peut être contrôlé par différents types d'obstacles : ceux pour lesquels la température ne peut contribuer à leur franchissement (champ de contrainte des dislocations) et ceux où la température apporte une contribution énergétique suffisante pour leur franchissement (force de Peierls, petites particules). Pour l'étude des matériaux renforcés par dispersion, ces deux types d'obstacles peuvent également intervenir pour contrôler la vitesse de déformation.

Pour l'interprétation des caractéristiques particulières du fluage de matériaux renforcés, deux raisonnements différents ont été suivis par le passé.

- Le premier consiste à considérer que l'obstacle qui gouverne les propriétés de fluage du matériau renforcé est le même que celui de la matrice (matériau identique sans dispersion). C'est notamment le cas rencontré lorsque le fluage des deux types de matériaux est contrôlé par la restauration dynamique. La dispersion n'a alors aucune incidence sur les paramètres de fluage ( $n$  et  $Q_a$ ) valables pour la matrice et ils sont donc directement transposables pour le cas du matériau renforcé. La seule incidence de la dispersion sur la loi de fluage est l'introduction

d'une contrainte seuil, due aux particules, en dessous de laquelle la déformation n'est pas possible. La déformation de la matrice du matériau renforcé s'effectue alors avec une contrainte égale à la contrainte appliquée diminuée de cette contrainte seuil. L'introduction d'une telle contrainte dans l'équation de Norton (eq 2.3), équation de Norton modifiée, permet d'expliquer les caractéristiques de fluage de certains matériaux renforcés, mais son utilisation doit être justifiée par un concept physique pour être validée.

- Le second envisage le contrôle du fluage par le glissement thermiquement activé des dislocations, soit par franchissement d'obstacles au glissement. Dans le cas précis de matériaux renforcés où l'observation de la microstructure révèle des interactions entre les dislocations et les particules, ces dernières peuvent être considérées comme les obstacles au mouvement des dislocations. Le procédé par lequel les dislocations vont franchir l'obstacle que représentent les particules peut alors être un mécanisme thermiquement activé. Les paramètres de l'activation thermique tels que l'énergie et le volume d'activation doivent alors être déterminés pour permettre l'investigation du mécanisme de franchissement.

Dans les trois paragraphes suivants, nous allons présenter comment la loi de Norton modifiée peut expliquer les caractéristiques de fluage de certains matériaux renforcés par dispersion, passer en revue les principaux modèles permettant de définir physiquement une contrainte seuil et enfin, nous nous intéresserons aux interactions dislocation/particule.

## 2.3.2) Modification de la loi de Norton

### a) Rationalisation des paramètres de fluage

Pour rationaliser les forts exposants de contrainte et les fortes énergies d'activation, la loi de Norton modifiée par le concept de contrainte seuil a été introduite. En utilisant l'équation de Mukherjee et al. [53] précédemment citée (eq. 2.7), cette modification permet d'écrire l'équation sous la forme :

$$\dot{\epsilon}_v = B \frac{D_v G b}{k_n T} \left( \frac{\sigma - \sigma_n}{G} \right)^n \quad (\text{eq. 2.26})$$

où B est une constante, n est l'exposant de contrainte valable pour la matrice et  $\sigma_n$  est la contrainte seuil. En utilisant la définition de l'énergie d'activation (eq. 2.17),  $Q_c$  est ici égale à  $Q_v$ . Cette même définition montre que la pente des courbes  $\ln \dot{\epsilon}_v = f(1/T)$  donne la valeur de  $Q_c$ . Cependant, le calcul de cette pente par l'équation 2.26 donne un résultat qui n'est pas égal à  $Q_v$  si nous considérons la variation du module de cisaillement et de la contrainte seuil avec la température. La valeur mesurée est alors une énergie d'activation apparente  $Q_A$  et il est possible d'établir une relation entre l'énergie d'activation vraie  $Q_v$  et l'énergie d'activation mesurée  $Q_A$  [61]:

$$Q_A = Q_v - R_M T + (n-1) \frac{R_M T^2}{G} \left( -\frac{dG}{dT} \right) + \frac{n R_M T^2}{\sigma - \sigma_n} \left( -\frac{d\sigma_n}{dT} \right) \quad (\text{eq. 2.27})$$

Ainsi, en tenant compte de la dépendance du module de cisaillement et de la contrainte seuil avec la température, il est possible de rationaliser des valeurs élevées d'énergie d'activation et de calculer une valeur corrigée correspondant à l'énergie d'activation de la diffusion. Nous pouvons remarquer que, dans le cas où la contrainte seuil est indépendante de la température, seule la correction liée au module de cisaillement intervient, comme c'est le cas pour le fluage de matériaux non renforcés. Récemment, une expression similaire a été obtenue avec, en plus, la prise en compte d'une éventuelle dépendance de  $n_0$ , l'exposant de contrainte du matériau renforcé, avec la température [62].

Parallèlement à cette correction de l'énergie d'activation, une rationalisation de l'exposant de contrainte mesuré,  $n_0$ , peut également être obtenue en utilisant l'équation modifiée. Nous pouvons en effet établir la relation [63]:

$$n_0 = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial \ln \sigma} = \frac{n\sigma}{\sigma - \sigma_0} \left( 1 - \frac{\partial \sigma_0}{\partial \sigma} \right) \Rightarrow \begin{cases} \rightarrow \sigma_0 = cte \Rightarrow n_0 = \frac{n\sigma}{\sigma - \sigma_0} \\ \rightarrow \sigma_0 = K\sigma \Rightarrow n_0 = n \end{cases} \quad (\text{eq. 2.28})$$

Ces relations permettent donc de constater qu'à moins d'une contrainte seuil proportionnelle à la contrainte appliquée, l'exposant de contrainte  $n_0$  est supérieur à l'exposant de contrainte de la matrice  $n$ .

Il apparaît donc possible, en modifiant la loi de fluage valable pour la matrice par l'apparition d'une contrainte seuil, de rationaliser les exposants de contrainte et les énergies d'activation des matériaux renforcés. Néanmoins, pour utiliser ce concept, les contraintes seuils obtenues doivent avoir une signification physique.

#### b) Détermination des contraintes seuils

Une première façon de procéder est d'utiliser pour le matériau renforcé une valeur connue de l'exposant de contrainte valable pour la matrice. En partant du contrôle par la restauration, Lagneborg et Bergman [64] ont démontré une valeur de 4 pour l'exposant de contrainte. En partant de cette valeur, il est possible d'écrire l'équation de fluage sous la forme :

$$\dot{\epsilon}_s \propto (\sigma - \sigma_0)^4 \quad (\text{eq. 2.29})$$

Par une représentation graphique de  $\dot{\epsilon}_s^{1/4} = f(\sigma)$  il est alors possible d'accéder à la valeur de  $\sigma_0$  [65,66]. Cette technique largement utilisée implique un exposant de contrainte  $n$ , pour la matrice de référence, identique sur toute la gamme de contrainte envisagée, ce qui n'est pas forcément le cas.

Une seconde méthode pour déterminer la contrainte seuil part du travail de Lagneborg et Bergman. La contrainte appliquée est égale à la somme de la contrainte nécessaire pour la

déformation de la matrice et de la contrainte liée à la présence des particules (la contrainte seuil). Ainsi, en comparant les courbes de fluage ( $\dot{\epsilon}_t^{1/n} = f(\sigma)$ ) de la matrice et du matériau renforcé, il est possible de suivre, en fonction de la contrainte, l'évolution de la contrainte seuil [67,68]. La contrainte seuil est en effet simplement la différence entre les deux courbes. L'avantage de cette méthode est que l'exposant de contrainte utilisé peut varier comme celui de la matrice de référence. Néanmoins, elle présente l'inconvénient de devoir disposer de résultats de fluage pour une matrice de référence appropriée.

Enfin, si la courbe  $\ln \dot{\epsilon} = f(\ln \sigma)$  est comme sur un intervalle important de vitesse et qu'elle présente les caractéristiques d'une contrainte seuil, courbe quasi verticale pour les faibles vitesses de déformation, il est possible de trouver directement  $\sigma_0$  par la contrainte à laquelle la courbe est considérée comme verticale [69].

### 2.3.3) Origines des contraintes seuils

*Pour pouvoir utiliser une loi de Norton modifiée par le concept de contrainte seuil, il est nécessaire de pouvoir donner une signification physique aux contraintes seuils obtenues. Ceci a fait l'objet de nombreuses études dont nous allons présenter les principaux résultats dans ce paragraphe. A basse température, les contraintes seuils ont été expliquées par des mécanismes de cisaillement des particules ou de contournement d'Orowan. A haute température, où les phénomènes de diffusion interviennent, nous pouvons définir de nouvelles contraintes seuils relatives à des processus de montée. Intéressons-nous alors aux différents mécanismes évoqués dans le cas des matériaux renforcés par dispersion de particules.*

#### a) Mécanismes de contournement

La figure 2.20 présente le mécanisme de contournement athermique d'Orowan. Sous l'action de la contrainte appliquée, la dislocation va se courber entre les particules pour arriver à une position critique, correspondant à un rayon de courbure égal à la moitié de l'espacement entre les particules, où les deux brins de dislocation opposés peuvent s'attirer. La dislocation peut ensuite continuer son déplacement en laissant autour de la particule, une boucle de dislocation.

Pour que ce mécanisme d'Orowan soit possible, une contrainte minimale est nécessaire pour courber la dislocation : la contrainte d'Orowan  $\sigma_{or}$ . Cette contrainte définit alors pour le fluage une contrainte seuil et est accessible par la relation [61,70,71] :

$$\sigma_{or} = \frac{0.84 M}{2\pi(1-\nu)^{1/2}} \frac{Gb}{(\lambda - \phi)} \ln\left(\frac{r}{b}\right) \quad (\text{eq. 2.30})$$

avec  $r$  le rayon des particules,  $\phi$  leur diamètre,  $\lambda$  la distance interparticulaire,  $M$  le facteur de Taylor et  $\nu$  le module de poisson.

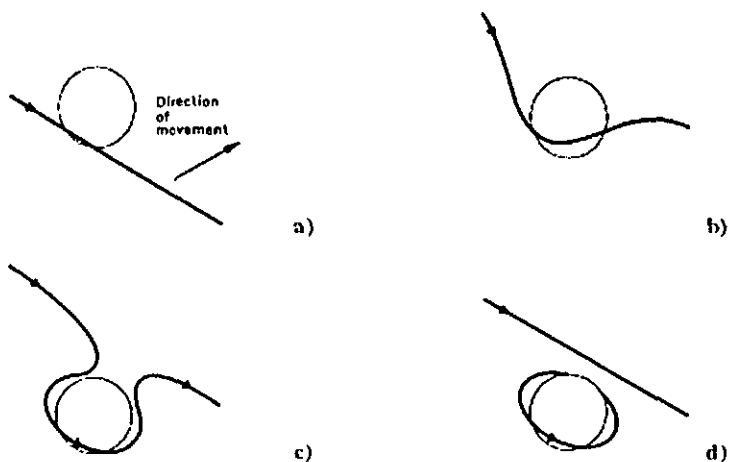


Fig 2.20 : Mécanisme de contournement d'Orowan [59].

Une alternative possible au mécanisme d'Orowan est le glissement dévié [59,72]. Le contournement de la particule peut s'effectuer par double glissement dévié si la dislocation a un caractère coin (figure 2.21) ou par triple glissement dévié si la dislocation est de caractère vis (figure 2.22). Ces mécanismes laissent autour de la particule une ou deux boucles prismatiques. La contrainte nécessaire pour ces contournements n'est pas quantifiée, néanmoins, si l'observation microstructurale révèle l'existence de boucles de dislocation autour des particules, il est nécessaire d'envisager ces deux possibilités.



Fig 2.21 : Contournement, avec glissement dévié, d'une particule par une dislocation coin [59].



Fig 2.22 : Contournement, avec glissement dévié, d'une particule par une dislocation vis [59].

### b) Cisaillement des particules

Dans le cas où les particules sont cohérentes et pas suffisamment résistantes pour qu'un mécanisme de contournement opère, la dislocation peut cisailer la particule (figure 2.23). La force nécessaire à la dislocation pour effectuer cette opération engendre une contrainte minimale à fournir pour la déformation du matériau, conduisant à l'apparition d'une contrainte seuil. Cette force nécessaire pour le cisaillement de la particule peut provenir de divers effets [44,73] :

- Effet de cohérence : les contraintes élastiques dues à la cohérence de la particule entraînent une déformation de la matrice avoisinante et, par conséquent, un renforcement du matériau.

- Effet chimique : ce renforcement est dû à l'énergie nécessaire pour l'augmentation de la surface de l'interface matrice/particule (figure 2.23).

- Effet d'ordre : dans le cas de particules ordonnées, il faut fournir l'énergie pour la création d'une paroi d'antiphase. La résistance que rencontre alors une dislocation est proportionnelle à l'énergie de paroi d'antiphase  $\gamma_p$ .

- Effet de faute d'empilement : l'énergie d'une dislocation dissociée peut diminuer dans la particule si l'énergie de faute d'empilement dans celle-ci est inférieure à celle de la matrice. Une contrainte locale est alors nécessaire pour que la dislocation puisse quitter la particule.

- Effet du module de cisaillement : cet effet est lié à la différence de module d'élasticité de la matrice et de la particule conduisant à une différence de l'énergie de ligne de la dislocation qui est proportionnelle à  $Gb^2$ . Suivant que le module de cisaillement de la particule est supérieur ou inférieur à celui de la matrice, la dislocation subira respectivement une force de répulsion ou d'attraction.

Les différentes contraintes dues à ces effets sont présentées par Martin [73].

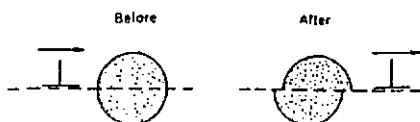


Fig 2.23 : Cisaillement d'une particule [70].

### c) Mécanismes de montée

Si nous considérons des particules impénétrables, celles-ci peuvent forcer les dislocations à monter. Le processus de montée seul ne permet pas d'expliquer la forte sensibilité à la contrainte observée pour les matériaux renforcés. Holbrook et al. [74] ont calculé une valeur théorique de  $n$  maximum de l'ordre de 4 en considérant la montée de l'ensemble d'une dislocation sur une particule de dimension infinie. Pour justifier l'existence d'une contrainte seuil dans le processus de montée, et pouvoir alors expliquer les valeurs de  $n$ , il faut considérer l'augmentation nécessaire de la longueur de la dislocation pour surmonter l'obstacle dans le cas de particules de dimension finie [61].

Blum et Reppich [75] ont déterminé le changement total d'énergie  $dE$  du système lorsqu'une dislocation se trouve dans la configuration de la figure 2.24 et qu'elle monte d'une quantité  $dy$  :

$$dE = d \int_0^l T^*(l) dl - \tau b l dx - \sigma_n b l_c dy - dE_n \quad (\text{eq. 2.31})$$

Le premier terme traduit l'augmentation d'énergie due à l'augmentation de longueur de la dislocation.

Le second représente le travail effectué par la contrainte de cisaillement.

Le troisième est le travail dû à la contrainte normale sur le segment de longueur  $l_c$  qui monte de  $dy$ .

Enfin le dernier terme tient compte de l'interaction élastique des parties de la dislocation proches de la particule. Son influence peut être significative dans un processus tel que celui d'Orowan.

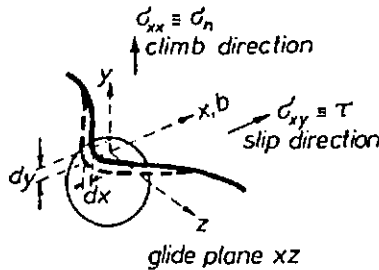


Figure 2.24 : Montée d'une dislocation coin par-dessus une particule sphérique [75].

Le troisième terme est souvent ignoré dans le cas des faibles fractions volumiques de particule car  $l_c$  est négligée devant  $l$  [61]. Le quatrième terme est surtout important dans le processus d'Orowan, et, dans les processus de montée où le rayon de courbure de la dislocation ne devient pas trop faible, il est également négligé [61]. En faisant l'hypothèse d'une tension de ligne constante sur toute la longueur de la dislocation, nous obtenons :

$$dE = T^* dl - \tau b l dx \quad (\text{eq. 2.32})$$

La montée ne s'effectue que si  $dE/dx \leq 0$ . Nous pouvons ainsi déterminer une contrainte critique pour la montée :

$$\left. \frac{dE}{dx} \right)_{\max} = 0 \quad \Rightarrow \tau_c^* = \frac{2T^*}{bl} \times 0,5\alpha_c \quad \text{avec } \alpha_c = \left. \frac{dl}{dx} \right)_{\max} \quad (\text{eq. 2.33})$$

$\alpha_c$  est la résistance à la montée et définit l'augmentation de la longueur de ligne pendant que la dislocation monte par-dessus la particule. Tout le problème consiste alors à déterminer ce paramètre  $\alpha_c$ . Dans le cas de matériaux renforcés, la longueur  $l$  de dislocation à prendre en compte dans l'équation 2.32 est égale à la distance interparticulaire  $\lambda$ .

Brown et Ham [76] ont suggéré une montée locale où seule la partie à proximité de la particule peut monter, alors que le reste ne bouge pas du plan de glissement. Ils se sont intéressés au cas d'une particule cubique (Figure 2.25).

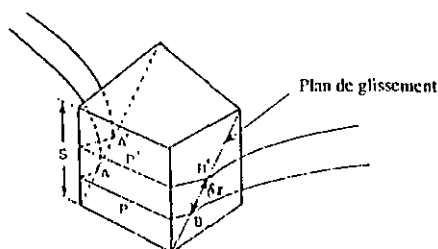


Fig 2.25 : Représentation schématique du processus de montée locale autour d'une particule cubique. La dislocation glisse dans le plan AA'B'B [76].

Brown et Ham trouvent dans ce cas précis une valeur de  $\alpha_c$ , égale à  $\sqrt{2}$ , soit pour la contrainte critique une valeur correspondant à environ  $0.7Gb/\lambda$ .

Shewfelt et Brown [77] ont étudié le cas de la montée locale pour une distribution de particules sphériques. Par modélisation numérique du déplacement d'une dislocation dans un réseau d'obstacles, les auteurs obtiennent une contrainte critique de  $0.32Gb/\lambda$ . La contrainte appliquée doit être supérieure à cette valeur pour que le mouvement de la dislocation soit possible. Elle représente donc, pour ce modèle, la contrainte seuil pour la montée locale sur des particules sphériques.

Il existe de sérieuses objections pour le possible processus de montée locale et notamment le problème de la forme que la dislocation acquière au voisinage de la particule. Lagneborg [78] argumente que le processus de montée locale constitue un mécanisme hors d'équilibre en raison de la courbure très prononcée de la dislocation dans ce cas. Le point de la dislocation qui est fortement courbé peut être rapidement relaxé par diffusion, conduisant à une montée plus générale. De plus, la longueur supplémentaire de dislocation diminue permettant à la montée de s'effectuer sous une contrainte inférieure (Figure 2.26). Pour Lagneborg, la configuration de Brown et Ham n'est avantageuse que dans le cas où la longueur du segment sorti du plan de glissement est inférieure à  $\sqrt{2}$  fois la distance d'avancement.

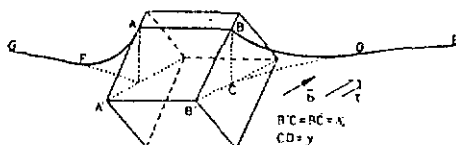


Fig 2.26 : Représentation schématique du processus de montée généralisée [78].

Lagneborg décrit son modèle de la façon suivante : la force de glissement due à la contrainte appliquée  $\tau$  est perpendiculaire à la ligne de dislocation et est contenue dans le plan de glissement. La partie qui a quitté le plan de glissement et celle qui y est restée vont réagir à cette force en se courbant dans une configuration où, en chaque point, cette force est équilibrée par la tension de ligne ainsi obtenue ( $R_0 = Gb^2/2\tau b$ ,  $Gb^2/2$  représentant la tension de ligne et  $R_0$  le rayon de courbure). Par l'intermédiaire de la tension de ligne, la force de glissement  $\tau b \lambda$  ( $\lambda$  distance interparticulaire) va être concentrée sur la dislocation en contact avec la particule (segment AB fig 2.26). De plus, quand la dislocation avance, elle doit augmenter sa longueur de ligne. Par des considérations géométriques sur la partie de la dislocation hors du plan de glissement, Lagneborg détermine les vitesses de montée du segment de dislocation (AB) en contact avec la particule et du segment de dislocation (BD) hors du plan de glissement, en utilisant l'équation de Nernst & Einstein qui donne la vitesse de diffusion des lacunes en présence d'une force :  $v_c = D_v F/k_B T$  [79]. En égalisant les vitesses de montée des deux segments (AB & BD), Lagneborg parvient à déterminer une contrainte en retour  $\tau_{\text{back}}$  (eq. 2.34) due au processus de montée générale. Cette contrainte dépend de paramètres géométriques définis à la figure 2.27.

$$\tau_{\text{back}} = \frac{F_{\text{back}}}{b\lambda} = \frac{Gb}{2\lambda} \frac{d}{d\chi} \left( \frac{2\chi^2}{\gamma(\chi)} \right) \quad (\text{eq. 2.34})$$

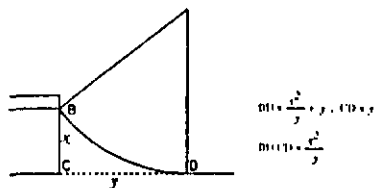


Fig 2.27 : définition des paramètres  $\chi$  et  $\gamma$  [78].

BD est obtenue avec l'hypothèse  $\chi \ll \gamma$ .

$\tau_{\text{back}}$  augmente monotonement avec  $\chi$  et sa valeur maximale est obtenue lorsque la dislocation arrive au sommet de la particule. Si le fluage s'effectue à faible contrainte, le segment entier entre deux particules a le temps de monter. Ceci a pour effet de diminuer  $\tau_{\text{back}}$  qui atteint sa valeur maximale dans ce cas quand  $\gamma = \lambda/2$ . Ainsi,  $\tau_{\text{back}} \text{ max}$  est obtenue, soit quand la dislocation est au sommet de la particule, soit quand  $\gamma = \lambda/2$ .

Les calculs montrent que  $\tau_{\text{back}}^{\text{max}}$  dépend peu des caractéristiques des particules (figure 2.28) et qu'il existe un facteur de proportionnalité entre  $\tau_{\text{back}}^{\text{max}}$  et  $\tau$  :  $\tau_{\text{back}}^{\text{max}} = 0,7\tau$ . Lagneborg rapproche son modèle de l'équation de Norton modifiée pour les matériaux renforcés par particules :  $\dot{\epsilon}_i = A(\sigma - \sigma_p)^n$ . Dans cette équation,  $\sigma_p$  représente la contrainte en retour que les particules exercent sur les dislocations. Dans le régime des faibles contraintes où les particules peuvent être dépassées par montée,  $\sigma_p$  doit être à rapprocher de  $\tau_{\text{back}}^{\text{max}}$ . Quand ce régime est dépassé, nous pouvons alors arriver au mécanisme d'Orowan et la représentation schématique de  $\sigma_p$  en fonction de  $\sigma$  est donnée figure 2.29. Par cette représentation, Lagneborg explique les changements de pente observés dans les courbes de fluage de certains matériaux.

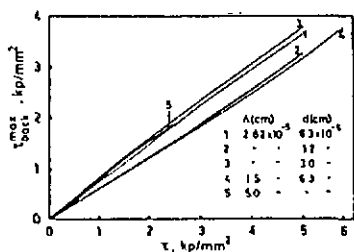


Fig 2.28 : Évolution de la contrainte en retour maximale en fonction de la dispersion et de la contrainte [78].

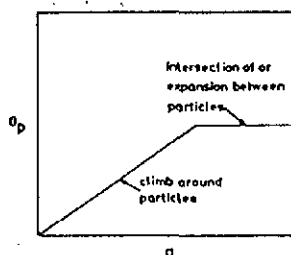


Fig 2.29 : Évolution de la contrainte seuil en fonction de la contrainte et des mécanismes [78].

Lagneborg et Bergman [64,80] ont utilisé ce modèle pour expliquer les courbes de fluage de certains matériaux renforcés par particules et en particulier la rupture observée sur ces courbes entre les régimes des faibles et des fortes contraintes. En partant du principe que le fluage dans ces matériaux est contrôlé par la restauration, et en utilisant le concept de contrainte seuil, soit l'équation de Norton modifiée (eq. 2.26), ils ont pu confirmer l'évolution de la contrainte seuil avec la contrainte appliquée comme définie par la figure 2.29. En traçant l'évolution de  $\dot{\epsilon}_s^{1/4}$  en fonction de la contrainte  $\sigma$ , ils ont en effet obtenu la figure 2.30 permettant de constater que :

- la pente de la partie correspondant au régime des faibles contraintes confirme l'existence d'une contrainte seuil proportionnelle à la contrainte appliquée avec un facteur de 0.75 qui confirme la valeur théorique de 0.7.

- L'intersection de la droite relative au régime des fortes contraintes, avec l'axe des contraintes pour une vitesse nulle, donne une valeur de contrainte seuil similaire à la contrainte d'Orowan ou à la contrainte relative à un processus de cisaillement des particules.

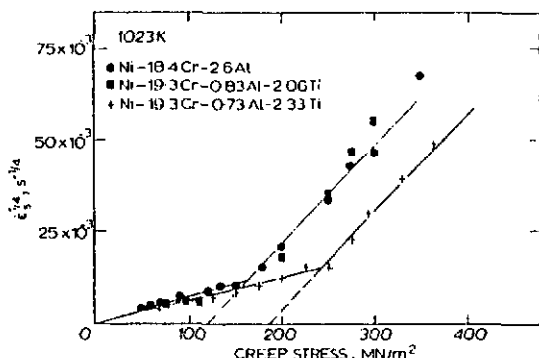


Fig 2.30 : Évolution de  $\dot{\epsilon}^{1/4}$  en fonction de la contrainte appliquée [64].

Si, avec son modèle, Lagneborg peut expliquer les courbes de fluage de certains matériaux renforcés par dispersion de particules (figure 2.30), il faut noter qu'il ne peut donner d'explications satisfaisantes que dans les cas où :

- La courbe  $\ln \dot{\epsilon}_p = f(\ln \sigma)$  du matériau renforcé a une pente ( $n_p$ ) égale à celle de la matrice ( $n$ ) dans le régime des faibles contraintes où le processus de montée générale est possible. L'équation 2.28 montre en effet que dans le cas d'une contrainte seuil proportionnelle à la contrainte appliquée, nous avons l'égalité :  $n_p = n$ .
- La transition évoquée entre le processus de montée générale et un mécanisme de contournement athermique d'Orowan, ou de cisaillement, implique donc que la contrainte seuil déterminée à partir de la courbe  $\dot{\epsilon}_p^{1/4} = f(\sigma)$  soit représentative de ces processus.

En partant de l'égalité entre le nombre de montées possibles et le nombre de montées nécessaires pour la déformation, Arzi et Ashby [81] présentent une contrainte seuil fixe qui est fonction du facteur de la résistance à la montée  $\alpha_c = d/d\lambda$  et de la contrainte d'Orowan :

$$\sigma_n = \frac{\alpha_c}{2C + \alpha_c} \sigma_{OR} \text{ avec } \sigma_{OR} = CGb/\lambda \quad (\text{eq. 2.35})$$

où C est une constante égale à 0.84. En tenant compte de la distribution possible des valeurs de  $\alpha_c$ , qui dépendent du rapport  $h/r$  ( $h$  est la distance entre le plan de la dislocation et le plan équatorial de la particule de rayon  $r$ ) et de la distribution des espacements entre les particules, ils obtiennent les contraintes seuil suivantes :

$$\sigma_n = 0.3 \frac{Gb}{\lambda} \text{ pour le processus de montée locale}$$

$$\sigma_n = 0.04 \frac{Gb}{\lambda} \text{ pour le processus de montée générale (le facteur numérique dépend ici de la fraction volumique des particules).}$$

Ainsi, contrairement à Lagneborg, Arzi et Ashby déterminent pour le processus de montée générale une contrainte seuil indépendante de la contrainte appliquée. Concernant la contrainte seuil pour le processus de montée locale, la valeur trouvée correspond assez bien à celle déterminée par Shewfelt et Brown ( $0.32Gb/\lambda$ ).

Arzi et Rösler [82] ont établi un modèle pour la cinétique de la montée des dislocations sur des particules dures (figure 2.31). Pour établir le profil d'équilibre de la dislocation, ils égalisent le potentiel chimique des lacunes  $\mu_{AB}$  le long de AB au potentiel chimique  $\mu_{BD}$  le long de BD (fig 2.31). Ils obtiennent ainsi une fonction  $x_n^*(z_n^*)$  (fig 2.31) qui permet finalement d'obtenir une expression pour le calcul du temps  $t_c$  qui est le temps pour que le processus de montée soit complet. L'évolution de la vitesse des dislocations, proportionnelle à  $1/t_c$ , en fonction de la contrainte a ainsi pu être représentée (figure 2.32).

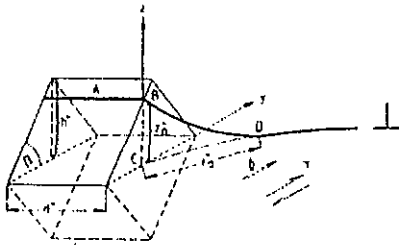


Fig 2.31 : Représentation des paramètres utilisés et du mécanisme envisagé dans la modélisation de Arzi et Rösler [82].

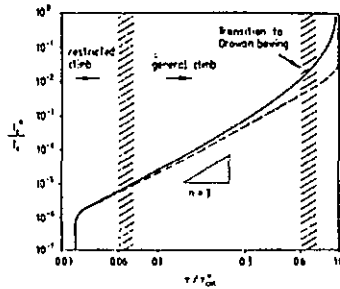


Fig 2.32 : Vitesse des dislocations normalisée  $(v/v_0)$  en fonction de  $\tau/\tau_0$  [82].  $v_0$  est une constante et  $\tau_0$  est la contrainte d'Orowan "nominale"  $(G/b\lambda)$ .

Arzi et Rösler constatent une contrainte seuil qu'ils attribuent à un processus qu'ils nomment "montée restreinte" (Fig 2.32). Ce processus est lié au fait que le paramètre  $x_n^*$  ne peut augmenter indéfiniment car la dislocation peut monter sur des particules voisines. La contrainte seuil est alors due à la faible augmentation de longueur de ligne nécessaire pour la suite de la montée. Par leur modèle, ils calculent une valeur pour cette contrainte seuil  $\tau_0$  qui dépend de la distribution des particules par les paramètres  $h$  (hauteur des particules) et  $\lambda$  (1/2 espacement moyen entre les particules) :  $\tau_0/\tau_{OR}^* = h/\lambda$ . Les résultats de ce modèle permettent d'obtenir un exposant de contrainte  $n$  maximum de 6 et il ne peut donc rendre compte que des matériaux qui montrent une transition entre un mécanisme d'Orowan aux fortes contraintes et un mécanisme de montée pour des contraintes plus faibles. Arzi et Rösler rejoignent ici les conclusions de Lagneborg. Néanmoins leur développement prouve que le processus de montée locale est instable et que le degré de localisation de la montée est fonction de la contrainte appliquée. En considérant une interaction dislocation/particule, Arzi et Rösler [83] ont montré, par la suite, que le processus de montée locale pouvait alors être stabilisé, mais le fluage du matériau est, dans ce cas, contrôlé par le détachement dislocation/particule que nous allons traiter dans le paragraphe suivant.

#### 2.3.4) Interaction dislocation/particule

##### a) Observation et explication de l'existence d'une interaction dislocation/particule

Lors du paragraphe précédent (2.3.3.c), les particules ont été traitées comme des obstacles impénétrables, qui forcent simplement les dislocations à monter autour d'eux. Or différentes études [84-87] ont mis en évidence l'existence d'une interaction dislocation/particule pouvant sensiblement modifier les processus de montée. Il apparaît en effet que les dislocations se trouvent épinglées par les particules, entraînant la formulation d'hypothèses concernant une relaxation de l'énergie de ligne des dislocations à l'interface particule/matrice.

L'ensemble de ces observations, montrant les dislocations à l'interface des particules, diffère de l'étude de Holbrook et Nix [74] qui, dans le cas d'une interface particule/matrice adhérente (l'ensemble des contraintes est transmis entre la matrice et l'inclusion à travers l'interface), ont montré que les interactions particule/dislocation sont répulsives (dans le cas où le module de cisaillement de la particule est supérieur à celui de la matrice). Leurs calculs permettent de définir les trajectoires des dislocations lorsqu'elles approchent des particules (figures 2.33 et 2.34) et montrent que les forces répulsives qui agissent sur la dislocation ne permettent pas à celle-ci de venir au contact de la particule.

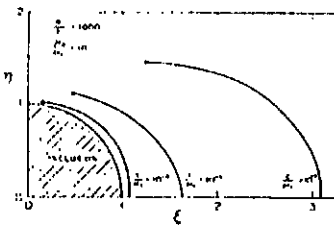


Fig 2.33 : Trajectoires des dislocations en fonction de la contrainte appliquée [74].  
R : rayon de la particule;  $\eta=y/R$  et  $\xi=x/R$ .

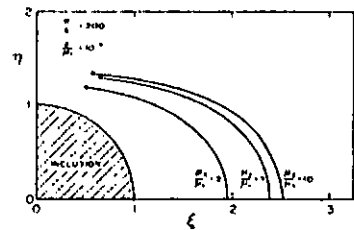


Fig 2.34 : Trajectoires des dislocations en fonction du rapport des modules ( $\mu_1$  matrice et  $\mu_2$  particule) [74].

En faisant l'hypothèse d'une interface glissante, Srolovitz et al. [88,89] ont permis de comprendre la possible émergence de forces attractives entre dislocations et particules. Ils valident cette hypothèse en considérant qu'à partir de températures de l'ordre de 0,5Tf, des interfaces incohérentes peuvent être définies avec succès comme des couches fluides visqueuses. Les contraintes de cisaillement à l'interface particule/matrice sont alors relâchées et seules les tractions normales à l'interface sont transmises. L'application des équations développées pour le calcul des interactions élastiques particule/dislocation, dans ce cas de figure, permet aux auteurs de présenter des courbes de niveau pour les forces de glissement et de montée agissant sur la dislocation. Pour que le problème puisse être traité numériquement, le cas d'une dislocation coin parallèle à une particule cylindrique de longueur infinie a été envisagé. Les résultats montrent qu'une dislocation, glissant dans un plan de glissement coupant la particule, terminera sa trajectoire à l'interface, même si, pour environ la moitié de ces plans (ceux proches du plan équatorial), des forces de glissement répulsives existent. Dans ce dernier cas, soit la répulsion est relâchée par diffusion, soit la dislocation suit un processus de montée pour arriver dans un plan où l'interaction sera attractive, ce qui conduit à représenter les trajectoires des dislocations par la figure 2.35. L'existence d'une ligne de niveau, où les forces d'interaction s'annulent, explique l'arrivée des trajectoires en un point précis de l'interface. La comparaison des figures 2.33, 2.34 et 2.35 permet d'observer l'influence de l'interface glissante sur la trajectoire des dislocations.

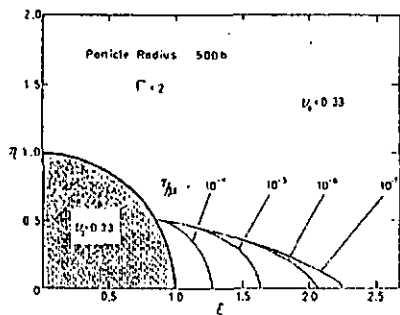


Fig 2.35 : Trajectoires des dislocations en fonction de la contrainte dans le cas d'une interface glissante [89].

$\Gamma$  : rapport des modules de cisaillement

R : rayon de la particule

$\zeta = x / R$

$\eta = y / R$

Après avoir utilisé le concept d'interface glissante, Srolovitz et al. [90] ont étudié le cas d'une interface complètement relaxée où, en plus des contraintes de cisaillement, le gradient des tractions normales à l'interface est rapidement relaxé. Cette nouvelle hypothèse repose sur la rapidité, dans le cadre de la déformation par fluage, de la diffusion à l'interface sur des distances comparables au rayon de la particule. Cela conduit pour la dislocation à des forces de glissement attractives pour tous les plans coupant la particule, ainsi qu'à des forces de montée dirigées vers le centre de la particule. Les auteurs montrent, de plus, qu'une dislocation glissant dans un plan qui n'intercepte pas la particule, peut ressentir une attraction et voir ainsi sa trajectoire modifiée. Bien que les calculs présentés soient effectués pour un modèle à deux dimensions, les auteurs considèrent qu'ils restent qualitativement valables dans le cas d'une interaction dislocation/particule en trois dimensions.

Srolovitz et al. [88-90] précisent enfin qu'une fois arrivé à l'interface, le cœur de la dislocation va se trouver délocalisé en raison de la faible symétrie de l'interface. Cette délocalisation peut conduire à la répartition du cœur de la dislocation sur l'ensemble de l'interface, ce qui aura pour effet de rendre cette partie de la dislocation invisible lors d'observations par microscopie électronique. Cette délocalisation du cœur peut conduire à l'apparition de nouvelles forces de montée sur la partie de dislocation qui n'est pas en contact avec l'interface, pour maximiser la longueur de dislocation à l'interface (forces dirigées vers le centre de la particule). Pour que la dislocation puisse se détacher de la particule, les auteurs calculent une contrainte nécessaire par analogie au cas d'une interaction dislocation/trou. Le résultat donne des contraintes de détachement du même ordre de grandeur, mais légèrement inférieures, à la contrainte d'Orowan. De telles contraintes seuils ont été obtenues expérimentalement pour quelques matériaux [91].

#### b) Utilisation de l'interaction dislocation/particule : Le modèle de Arzi et al.

En partant des observations effectuées et des calculs de Srolovitz et al., Arzi et Wilkinson [92] se sont intéressés à modéliser l'influence d'une interaction dislocation/particule attractive, sur la contrainte seuil pour la montée. Ils partent de l'idée qu'il existe à l'interface une relaxation partielle de l'énergie de ligne car, contrairement aux conclusions de Srolovitz et al., le

coeur de la dislocation reste visible à l'interface lors d'observations au microscope électronique en transmission (MET). Les auteurs définissent alors un nouveau paramètre: le paramètre de relaxation  $k$ . Ce facteur définit simplement le rapport entre  $E_I$ , l'énergie de ligne à l'interface, et  $E_M$ , l'énergie de ligne dans la matrice.

$$k = \frac{E_I}{E_M} \quad (\text{eq. 2.36})$$

La description du processus de franchissement d'une particule par une dislocation peut alors être représentée comme la figure 2.36, et décrit de la façon suivante : après être arrivée au contact de la particule, la partie de la dislocation restée dans la matrice continue d'avancer, entraînant avec elle la partie à l'interface par un processus de montée locale (phase ① de la fig 2.36). Cette phase va être énergétiquement facilitée jusqu'à ce que la partie à l'interface soit arrivée au pôle, car la longueur de ligne à l'interface augmente et son énergie de ligne est inférieure à celle de la matrice. Le pôle passé, de l'énergie va devoir être fournie pour que la dislocation puisse continuer d'avancer, car la longueur de ligne à l'interface ( $E_I$ ) va diminuer au profit de l'augmentation de celle contenue dans la matrice ( $E_M$ ) (phase ② de la fig 2.36). Cette énergie est fournie par le travail de la contrainte appliquée  $\tau$ . Le bilan énergétique, entre l'énergie nécessaire et l'énergie fournie par la contrainte appliquée, permet de déterminer une contrainte  $\tau_d$ , dite contrainte seuil de détachement, pour que la dislocation puisse finalement arriver dans la configuration ③ de la fig 2.36 permettant son détachement.

La contrainte de détachement  $\tau_d$  est alors définie par la relation :

$$\tau_d = \frac{Gb}{2\lambda} \sqrt{1-k^2} \quad (\text{eq. 2.37})$$

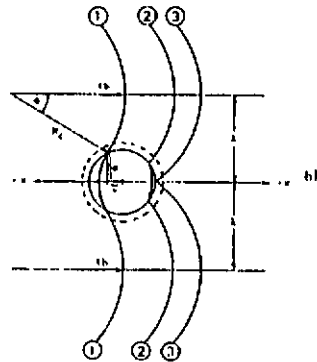
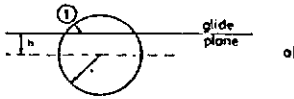


Fig 2.36 : Interaction pendant la montée entre une particule et une dislocation [92].

a) Vue de côté

b) Vue de dessus pour trois positions de la dislocation :

- 1- sur le côté d'arrivée
- 2- sur le côté de détachement
- 3- au point de détachement.

$\tau$  : contrainte appliquée

$R_d$  : rayon de courbure de la dislocation dans la matrice

$2\lambda$ ,  $h$ ,  $r$ ,  $a$  et  $x$ , sont des paramètres liés aux particules et définis sur la figure.

Le calcul du bilan énergétique permet d'obtenir, en fonction du paramètre de relaxation  $k$ , de la fraction volumique des particules  $f_v$  et de la position de la dislocation à l'interface (repérée par la coordonnée  $x$ ), la contrainte nécessaire pour l'avancement de la dislocation. L'évolution de cette contrainte en fonction de la position de la dislocation est présentée figure 2.37 dans le cas limite d'une fraction volumique proche de zéro ( $\lambda \gg r$ ) et pour deux élévations de plan différentes (pour la définition des paramètres géométriques, voir figure 2.36). L'observation de ces figures, où la valeur  $x/r=0$  définit le pôle de la particule, montre qu'en fonction de  $k$ , le maximum de contrainte à fournir peut être relatif au processus de montée ( $x/r < 0$ ) ou au processus de détachement ( $x/r > 0$ ). La barrière, que représente la montée, prend une importance relative plus grande lorsque la fraction volumique augmente, demandant alors un paramètre  $k$  plus faible (relaxation plus grande) pour que la contrainte de détachement soit plus grande que la contrainte  $\tau_c$ , nécessaire au processus de montée.

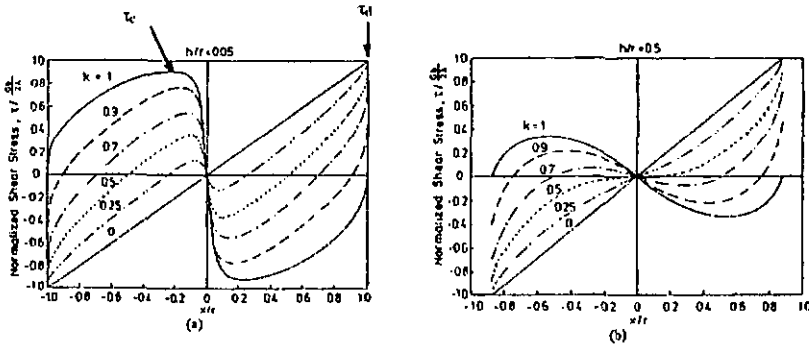


Fig. 2.37 : Évolution de la contrainte en fonction de la position de la dislocation et du paramètre de relaxation dans le cas limite d'une fraction volumique proche de zéro. a)  $h/r=0.005$  - b)  $h/r=0.5$  [92].

La résistance maximale à la montée  $\tau_c$  est fonction du paramètre de relaxation et de l'élévation du plan de glissement. Par calcul numérique, les auteurs parviennent à obtenir la valeur moyenne de cette contrainte :

$$\bar{\tau}_c = 0.4 k^{5/3} \tau_{cr}^* \quad (\text{eq. 2.38})$$

avec  $\tau_{cr}^* = Gb/2(\lambda-r)$ . La contrainte seuil pour le franchissement de la particule par la dislocation sera finalement donnée par la valeur la plus grande entre le processus de montée ( $\tau_c$ ) et le processus de détachement ( $\tau_d$ ). Les expressions de ces deux contraintes permettent de calculer une valeur critique,  $k_{crit}$ , du paramètre de relaxation, au dessus de laquelle le processus de montée sera prédominant :

$$k_{crit} = 0.94 \left( 1 - \frac{r}{\lambda} \right)^{0.071} \quad (\text{eq. 2.39})$$

Cette valeur de  $k_{crit}$  sera de l'ordre de 0.94 pour le cas limite de la fraction volumique proche de zéro, et de l'ordre de 0.85 pour une fraction volumique de 13%. La figure 2.38 permet d'observer l'évolution parallèle des contraintes  $\tau_c$  et  $\tau_d$  en fonction de  $k$  dans le cas où  $\lambda \gg r$ , et de constater qu'une relaxation, même minime, conduit à un contrôle du franchissement des particules par le mécanisme de détachement.

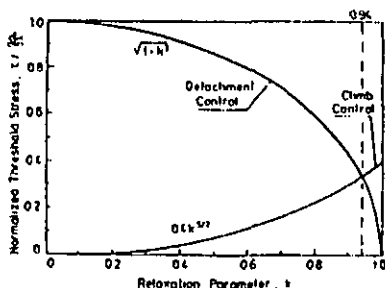


Fig 2.38 : Comparaison des contraintes seuils pour les processus de montée locale et de détachement en fonction de  $k$  dans le cas limite de  $\lambda \gg r$  [92].

Arzt et Rösler [93] ont repris le modèle précédent de franchissement contrôlé par le détachement, afin d'expliquer le fluage de matériaux renforcés par dispersion. Les auteurs proposent alors que l'activation thermique contribue au franchissement des particules lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte seuil de détachement. Cette contribution thermique permet de définir une énergie d'activation  $E_d$  pour le processus de détachement et d'écrire une équation de fluage sous la forme :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{E_d}{k_p T}\right) \quad (\text{eq. 2.40})$$

Lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte de détachement, la dislocation va stopper son avancée pour une position d'équilibre  $x_{eq}$ . La figure 2.39 montre comment doit évoluer la contrainte appliquée en fonction de la position d'équilibre. Dans le cas où  $\tau < \tau_d$ , la dislocation stoppe à la position P (fig 2.39) et le détachement n'est possible que si l'agitation thermique fournit le complément d'énergie nécessaire, représenté figure 2.39 par la surface hachurée. Les auteurs définissent la contribution thermique pour le détachement en considérant d'une part, une énergie  $E_d$  pour contre le bilan énergétique défavorable dû à la diminution de la longueur de ligne à l'interface au profit de l'augmentation de la longueur de ligne dans la matrice ( $E_p < E_M$ ), et d'autre part, l'énergie de diffusion  $Q_d$  pour permettre le mouvement de la dislocation à l'interface qui s'apparente à un processus de montée.

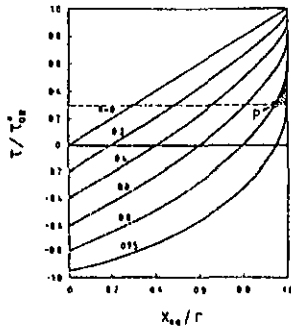


Fig 2.39 : Valeur de la contrainte appliquée en fonction de la position d'équilibre définie par  $x_{eq}/r$ , dans le cas limite où  $h=0$ . La partie hachurée est proportionnelle à l'énergie d'activation du détachement  $E_d$  dans le cas d'une contrainte appliquée  $\tau$  inférieure à la contrainte de détachement  $\tau_d$  (pour  $k=0.8$ ) [93].

Arzi et Rüsler utilisent finalement leur modélisation du bilan énergétique pour calculer l'expression de l'énergie d'activation du détachement. Cette énergie est décrite par la relation :

$$E_d = Gb^3 r^2 [(1-k)(1 - \tau/\tau_d)]^{1/2} \quad (\text{eq. 2.41})$$

Ce modèle permet de rendre compte des caractéristiques de fluage de différents matériaux. Il permet notamment de rationaliser les fortes valeurs des exposants de contrainte et des énergies d'activation communément rencontrées pour les matériaux renforcés par dispersion. Néanmoins, un aspect critique à l'utilisation de ce modèle, est le paramètre de relaxation  $k$  qui est obtenu par calculs numériques et ne découle donc pas de l'application de principes physiques. Certains recoupements sont cependant possibles, permettant d'apporter ainsi une certaine crédibilité à cette modélisation.

Plus tard, Arzi et al. [94,95] se sont intéressés à l'interaction entre particules et superdislocations (figure 2.40). Les contraintes qui agissent sur chacune des deux dislocations partielles,  $\tau(x_1)$  et  $\tau(x_2)$ , sont, en plus d'être fonction de la contrainte appliquée, fonction de l'énergie d'interaction entre les dislocations partielles et de l'énergie de la paroi d'interface. Le développement de ce modèle permet aux auteurs de montrer que la contrainte appliquée  $\tau$ , pour une position donnée de la superdislocation par rapport à la particule, est la moyenne arithmétique des deux contraintes calculées pour chacune des dislocations partielles :

$$\tau = \frac{\tau(x_1) + \tau(x_2)}{2} \quad (\text{eq. 2.42})$$

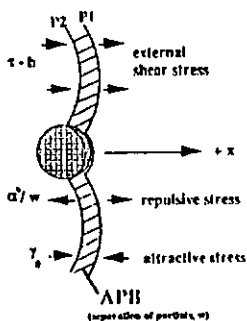


Fig 2.40 : Interaction entre une superdislocation et une particule selon [94].

- $\gamma_s$  : Énergie de paroi d'antiphase par unité de surface.
- $\alpha' / w$  : Force d'interaction par unité de longueur entre les dislocations partielles ( $\alpha' = Gb^2/2\pi\kappa$ ).

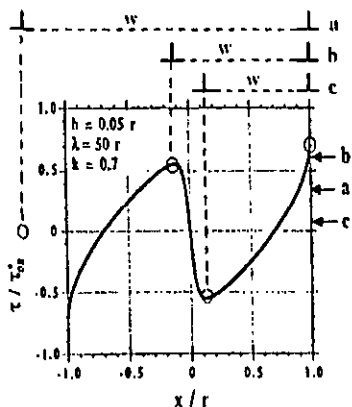


Fig 2.41 : Évolution de la contrainte de détachement (a,b,c) de la dislocation partielle de tête, en fonction de l'espacement,  $w$ , des dislocations partielles [94].

L'effet de la largeur de dissociation  $w$ , entre les dislocations partielles, sur la contrainte de détachement de la dislocation de tête est présenté figure 2.41. La courbe tracée est ici représentative d'une interaction entre une particule et une dislocation ordinaire. Trois cas distincts sont montrés :

- a : l'espacement des dislocations partielles excède le diamètre de la particule. La contrainte de détachement de la dislocation de tête est réduite de moitié par rapport à la valeur calculée pour une dislocation ordinaire.
- b : la seconde dislocation partielle est située au maximum de la barrière du processus de montée. La contrainte de détachement n'est réduite que d'une faible quantité.
- c : la seconde dislocation partielle est située au minimum de l'interaction particule/partielle de tête. La contrainte de détachement de la dislocation partielle de tête se trouve largement diminuée.

La présence d'une superdislocation modifie donc considérablement la valeur de la contrainte de détachement nécessaire. La figure 2.41, même si elle ne s'intéresse qu'à la dislocation partielle de tête, montre qu'une superdislocation franchit plus facilement une particule qu'une dislocation "simple". Les interactions élastiques qui existent entre les deux dislocations partielles permettent, lorsqu'une particule rencontre un obstacle à son mouvement, de produire une force motrice supplémentaire pour la poursuite de son déplacement.

Ce modèle a permis d'expliquer le comportement en fluage d'un composé  $Ni_3Al$  renforcé par dispersion d'oxydes d'yttrium [96]. Dans cet article, Klotz et al. présentent en particulier l'évolution de la contrainte de détachement pour les deux dislocations partielles (figure 2.42).

Nous pouvons constater que la dislocation partielle de tête peut se détacher (à la position notée  $x_A$ ) sans contrainte appliquée ni activation thermique, tandis que la seconde dislocation partielle peut se libérer (à la position  $x_B$ ) de la particule avec une contrainte de détachement,  $\tau_{d,d}$ , réduite.

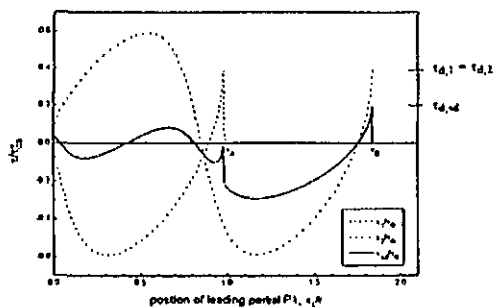


Fig 2.42 : Évolution des contraintes nécessaires au franchissement de la particule en fonction de la position par rapport à la particule [96]. Les courbes relatives aux deux parties sont décalées d'une valeur égale à la largeur de la paroi d'antiphase entre les deux dislocations.

- ..... : Évolution de la contrainte nécessaire dans le cas d'une dislocation "simple".
- : Évolution de la contrainte nécessaire dans le cas d'une superdislocation.

# **TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES**

---

## 3) TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

### 3.1) Le matériau étudié

Le matériau dont nous disposons, nous a été fourni par le CEA/CEREM de Grenoble. Il s'agit d'un FeAl contenant les éléments d'addition zirconium et bore, d'appellation "FeAl40 grade 3". Certaines de ses caractéristiques essentielles ont déjà été présentées au paragraphe 2.1.4 et peuvent être également trouvées dans les références [38,41]. Sa composition chimique est donnée par le tableau 3.1.

	Fe	Al	Zr	B
% massique	bal.	24	0.11	0.0025
%atomique	bal.	39.5	0.05	0.01

Tableau 3.1 : composition du FeAl40 grade 3

L'élaboration par broyage mécanique de poudres a permis d'ajouter au matériau une fine dispersion d'oxydes  $Y_2O_3$ . Cette étape a été accomplie avec un mélange de poudre pré-alliée (composition donnée par Tab 3.1) et de poudre d'oxyde  $Y_2O_3$  (1%massique) [38]. Les poudres mélangées ont ensuite été extrudées à 1100°C. Le matériau se présente alors sous la forme d'un barreau de 16mm de diamètre.

### 3.2) Les essais de fluage

Au cours d'un essai de fluage, l'échantillon est soumis à une contrainte constante. Or dans le cas de notre machine, l'application de la charge s'effectue par une masse inerte qui, par gravitation, va créer une force et, par suite, une contrainte sur la section de l'éprouvette. La masse appliquée devant restée constante au cours de l'essai, un dispositif adéquat est nécessaire pour contrebalancer la réduction de la section de l'éprouvette au cours de la déformation. Les figures 3.1 et 3.2 donnent une représentation schématique de la machine de fluage que nous avons utilisée. Le dispositif utilisé sur notre machine de fluage consiste en une came (2) dont le profil a été calculé pour faire varier le bras de levier de la force en fonction de la déformation de l'éprouvette [97]. Une deuxième came identique permet de corriger l'influence possible du

pois de la première came. Au fur et à mesure de la déformation, et donc de la rotation des cames, les moments respectifs des deux cames s'annulent. Enfin, un contrepois (3) permet de compenser exactement le poids de l'ensemble des éléments qui permettent d'appliquer la force voulue à l'éprouvette. Cette conception permet de garantir que seule la masse appliquée agit pour la déformation et que la contrainte résultante qu'elle exerce reste constante au cours de la déformation.

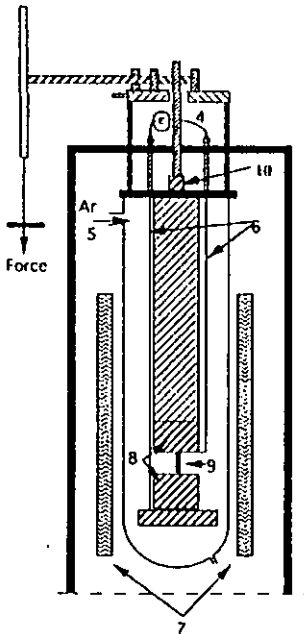


Fig. 3.1

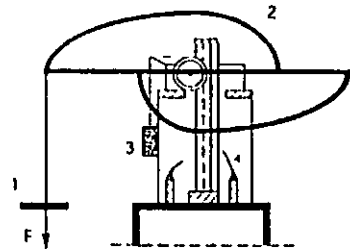


Fig. 3.2

Figs 3.1 & 3.2 : Représentation schématisée de la machine de fluage.

Avec :

- 1 : masse appliquée
- 2 : came
- 3 : contrepois
- 4 : palpeurs Sylvac
- 5 : circulation d'Argon
- 6 : tiges en Alumine
- 7 : four
- 8 : mordaches
- 9 : éprouvette
- 10 : capteur de force.

La déformation de l'éprouvette (9) est mesurée par l'intermédiaire de deux tiges en alumine (6) reliées à des palpeurs Sylvac P25 (4). La précision de ces palpeurs est de  $1.5\mu\text{m}$  pour une course totale qui est de 25mm. Ces palpeurs transmettent un signal à un système de mesure électronique Sylvac qui affiche le déplacement des tiges en alumine. Ce même signal est simultanément utilisé par un programme développé sur LabView qui permet de tracer, en temps réel, l'évolution de la déformation en fonction du temps, et par suite, l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation. Un capteur de force (10) permet d'observer la diminution progressive de la force appliquée (1) grâce à la came (2) et il est alors possible de vérifier, à tous moments, que la contrainte appliquée sur l'éprouvette reste constante. Le dispositif est porté à la température de l'essai par un four elliptique (7), Quad Elliptical, composé de quatre réflecteurs elliptiques en aluminium permettant de focaliser le rayonnement

infra-rouge émis par chaque filament de tungstène sur l'échantillon. La température est maintenue constante avec une précision de  $\pm 0,5^\circ\text{C}$ . Le dispositif particulier de l'installation permet, à la fin de l'essai, de rapidement retirer le four pour accélérer le refroidissement. Pour conserver la microstructure de déformation, la charge appliquée est maintenue sur l'éprouvette lors du refroidissement. Les essais sont effectués sous une atmosphère contrôlée d'Argon (5) pour éviter l'oxydation du matériau.

Les éprouvettes de fluage utilisées sont des éprouvettes cylindriques dont la longueur utile est de 28mm et la section a un diamètre de 3mm (figure 3.3). Le profil de la came a été calculé pour cette longueur utile. Pour éliminer les aspérités de surface, la partie utile de l'éprouvette est polie mécaniquement avec différents papiers abrasifs.

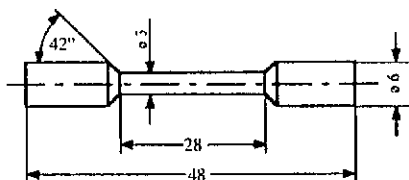


Fig 3.3 : Dessin des éprouvettes de fluage. Les dimensions sont données en mm.

### 3.3) Mesure de l'énergie d'activation du fluage

La détermination expérimentale d'une énergie d'activation en fluage,  $Q_c$ , résulte de l'utilisation d'une équation de type Arrhénius pour décrire la vitesse de déformation plastique (eq.2.6) :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{Q_c}{k_B T}\right)$$

Ainsi, en étudiant la variation de la vitesse de déformation avec la température, à contrainte  $\sigma$  et structure  $S$  constantes, il est possible d'accéder à la mesure de l'énergie d'activation par la relation [55] :

$$Q_c = -k_B \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial (1/T)} \right)_{\sigma, S} \quad (\text{eq. 3.1})$$

Si  $\dot{\epsilon}_0$  est fonction de la température, l'équation 3.1 donne une valeur de l'énergie d'activation apparente  $Q_A$ . L'énergie d'activation du fluage peut alors être déterminée en effectuant des sauts de température au cours d'un essai de fluage (permettant de garder  $\sigma$  constante). La structure devant rester constante, ces sauts de température doivent être exécutés lors du fluage stationnaire

et de façon instantanée. Dans le cadre de notre étude nous avons, pour mesurer l'énergie d'activation à 700°C, effectué des sauts de température pour obtenir la vitesse de déformation à 700, 710, 720, 690 et 680°C (500, 510, 520, 490 et 480°C pour le fluage à 500°C). La nécessité de travailler à structure constante implique donc de passer instantanément de 700°C (ou 500°C) à l'une ou l'autre des autres températures. Malheureusement, l'inertie liée aux changements de température ne permet pas de garantir que la structure reste constante jusqu'à ce qu'une vitesse représentative de la nouvelle température soit mesurable. Un délai d'environ un quart d'heure est nécessaire avant que la température soit stabilisée. De plus, pour pouvoir déterminer une vitesse de déformation, un certain nombre de points sont nécessaires, ce qui, ajouté à l'inertie du four, ne permet pas d'exclure une possible évolution de la structure. Aussi, pour nos mesures, nous avons effectué sur une même éprouvette des sauts de température successifs sans revenir à chaque fois à 700°C et en laissant le temps nécessaire pour obtenir, à chaque nouvelle température, une vitesse de déformation constante. L'ensemble des sauts a été effectué au cours du stade stationnaire du fluage. Notre démarche s'apparente donc à celle qui consisterait à faire, dans notre cas, 5 essais de fluage aux cinq températures citées avec, dans chaque cas, une contrainte identique. Notre méthode présente l'intérêt de n'utiliser qu'une seule éprouvette là où l'autre technique en utiliserait 5. Il se pose donc le problème de la dépendance du terme pré-exponentiel  $\dot{\epsilon}_0$  en fonction de la température, et ce point devra être discuté lors de l'analyse des résultats.

### 3.4) Détermination du volume d'activation

Par définition, le volume d'activation traduit la dépendance en contrainte de l'énergie d'activation, à température et structure constantes [55] :

$$V = - \left( \frac{\partial Q_c}{\partial \tau} \right)_{T,S} \quad (\text{eq. 3.2})$$

Cette équation est en fait identique à l'équation 2.24. Expérimentalement cette grandeur est accessible en suivant l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte, à température et structure constantes. En effet les équations 2.6 et 3.2 permettent d'écrire la relation :

$$V = M k_B T \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_c}{\partial \sigma} \right)_{T,S} \quad (\text{eq. 3.4})$$

où  $M$  est le facteur de Taylor. Il est donc possible au cours du fluage d'effectuer des changements de charge, conduisant à des changements de contrainte, et de suivre l'évolution de la vitesse de déformation. Néanmoins, pour les mêmes raisons que lors de la mesure de l'énergie d'activation, il est difficile de pouvoir mesurer une vitesse de déformation instantanée. En effet, les valeurs brutes de déformation enregistrées par notre acquisition de données peuvent présenter une forte dispersion. Pour calculer une vitesse de déformation en un point donné, notre programme prend alors en compte les six mesures qui précèdent et qui suivent ce point.

En fonction du temps d'acquisition, un certain temps est nécessaire à cette opération, ne permettant donc pas de garantir une mesure instantanée. Aussi, dans ce cas précis, nous avons préféré effectuer des sauts de vitesse de déformation au cours d'essais de traction en suivant l'évolution de la contrainte. S'il ne s'agit pas d'essai à contrainte constante, mais à vitesse de déformation imposée, un parallèle avec le fluage peut être fait si la courbe de traction obtenue ne présente pas d'écroutissage ( $\sigma = \text{cte}$ ). Ces essais ont bien sûr été réalisés à 500 et 700°C et conduits sur une machine de traction universelle Schenck RSA 10, équipée d'un four identique à celui de la machine de fluage. Les sauts de vitesse de déformation étant instantanés, cette technique permet d'envisager que la structure au cours du saut reste constante. La rapidité de ces sauts autorise de plus à réaliser plusieurs sauts au cours de la déformation permettant d'établir la dépendance du volume d'activation en fonction de la déformation. La figure 3.4 donne une représentation schématique d'un saut et permet de visualiser la façon de procéder pour mesurer la variation de contrainte. Lorsque le matériau est déformé à une vitesse  $\dot{\epsilon}_1$ , et qu'il présente un écroutissage nul, une microstructure de dislocation représentative de  $\dot{\epsilon}_1$  s'est développée. Lors du changement instantané de vitesse de déformation, la réponse sur le graphique  $\sigma$ - $\epsilon$  se traduit par une partie linéaire suivie d'un écroutissage, lui-même pouvant être suivi d'un nouveau stade à contrainte constante si la nouvelle vitesse de déformation le permet. La partie linéaire est une déformation élastique, la contrainte correspondant à la fin de cette phase donne la valeur nécessaire pour mettre en mouvement les dislocations sous la nouvelle vitesse de déformation  $\dot{\epsilon}_2$ , avec la microstructure de dislocation encore caractéristique de l'ancienne vitesse  $\dot{\epsilon}_1$ . La partie d'écroutissage qui suit est liée au développement d'une microstructure de dislocation pour la vitesse  $\dot{\epsilon}_2$ . Pour la mesure du volume d'activation, nous souhaitons déterminer la variation de contrainte suite à un changement de vitesse de déformation. Cette détermination devant s'effectuer à structure constante, nous mesurons la contrainte pour  $\dot{\epsilon}_2$  à la fin de la partie linéaire de la réponse (fig 3.4).

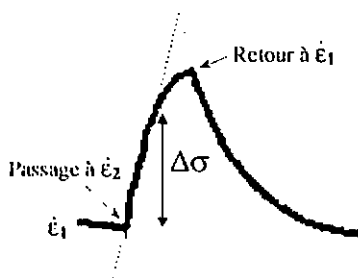


Fig 3.4 : Représentation schématique d'un saut de vitesse de déformation : mesure de  $\Delta\sigma$ .

### 3.5) Analyses microstructurales

Les observations de notre matériau ont été effectuées par microscopie électronique à balayage (MEB) et par microscopie électronique en transmission (MET) sur des échantillons électropolis. A partir de ces observations, des résultats qualitatifs et quantitatifs pourront être obtenus.

#### 3.5.1) Préparation des échantillons pour observation en microscopie électronique

Le prélèvement des échantillons pour observation par microscopie électronique a été effectué par découpage à l'aide d'une scie diamantée isomet Buchler. Ce prélèvement a été réalisé dans la partie utile des éprouvettes de fluage pour l'observation du matériau déformé, et dans des cylindres de 3mm de diamètre, obtenus par électroérosion dans les têtes d'éprouvettes, pour le matériau non déformé. Les lames sont découpées de façon à ce qu'elles soient orthogonales à l'axe de déformation en fluage, qui correspond à la direction d'extrusion. Les échantillons ainsi obtenus ont une épaisseur d'environ 250 $\mu$ m pour un diamètre de 3mm.

Le polissage (MEB) et l'aminçissement pour l'obtention de lames minces (MET) ont été réalisés par polissage électrolytique grâce à un système Tenupol. L'électrolyte utilisé est composé de 33% d'acide nitrique HNO<sub>3</sub>, de 10% de buthanol et de 57% de méthanol. Les paramètres utilisés pour obtenir un bon polissage sont une température de -10°C, une intensité de 200mA et une tension d'environ 11V.

#### 3.5.2) Analyses par microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage utilisé est un microscope Cambridge Stereoscan 360 permettant de réaliser des images avec les électrons secondaires ou rétrodiffusés. Un détecteur de rayons X (EDX) est utilisé pour l'identification des éléments. Cette technique d'analyse nous a permis d'observer la taille et la morphologie des grains dans des coupes transverses pour les matériaux de base et déformés. Des observations en coupe longitudinale ont également été effectuées afin de déterminer le rapport entre la taille des grains dans le sens longitudinal et dans le sens transversal (Grain Aspect Ratio).

#### 3.5.3) Analyses par microscopie électronique en transmission

Un microscope Philips CM200 travaillant à 200kV, également équipé d'un système EDX, a été utilisé pour les analyses par microscopie électronique en transmission. Un porte échantillon double inclinaison permet d'incliner de  $\pm 45^\circ$  et  $\pm 30^\circ$  la lame mince suivant deux axes orthogonaux. Il est alors possible de réaliser des observations suivant plusieurs axes de zone et différents vecteurs de diffraction  $\vec{g}$ , permettant l'analyse des dislocations et des plans de glissement. Des micrographies en champ clair et en champ sombre ont été réalisées pour caractériser notre matériau. L'utilisation du MET nous a permis d'observer la microstructure des

matériaux de base et déformés. L'analyse des dislocations a été effectuée ainsi que la caractérisation de la distribution de particules.

### 3.5.4) Analyses microstructurales quantitatives

Les observations précédemment exposées nous ont permis de quantifier un certain nombre de paramètres. Nous nous sommes en effet intéressés à déterminer la taille de grain dans les coupes transverse et longitudinale pour les matériaux de base et déformés, ainsi que la distribution en taille et la fraction volumique des particules permettant d'accéder à la distance interparticulaire.

#### a) Taille de grains

La taille de grains est mesurée à partir de photographies obtenues par MEB. Les contours des grains sont reproduits sur un transparent qui est ensuite scanné. L'image obtenue est alors utilisée par un programme d'analyse d'image ETC3000 qui permet d'accéder au diamètre de chacun des grains mesurés. Il est alors possible de déterminer la taille moyenne des grains dans le sens transversal et longitudinal et de suivre son éventuelle évolution au cours de la déformation en fluage. Pour avoir un résultat reproductible un grand nombre de grains ont été analysés pour chaque cas.

#### b) Taille des particules

La taille des particules a été obtenue par l'intermédiaire d'observations et de photographies MET. La procédure est similaire à celle utilisée pour la détermination de la taille de grains dans le sens où les particules sont reproduites sur un transparent qui est ensuite utilisé par le programme d'analyse d'image ETC3000. Cette analyse a été conduite sur le matériau de base et également sur les matériaux déformés pour déterminer l'impact du long maintien en température, et sous contrainte, au cours de l'essai de fluage.

#### c) Fraction volumique des particules

A partir de l'analyse de la taille des particules, il est possible de déterminer leur fraction volumique. Pour cela, il faut déterminer le volume du grain à l'intérieur duquel la mesure des particules a été effectuée. La surface du grain est facilement accessible tandis que la détermination de l'épaisseur est réalisée par le calcul des distances d'extinction. Le contraste donné par un joint de grains produit des franges dont la périodicité dans le cristal est égale à la distance d'extinction. En déterminant le nombre de franges, il est alors possible d'estimer l'épaisseur du grain. La distance d'extinction varie avec le milieu étudié et la réflexion considérée, et elle est donnée par la relation [98] :

$$\xi_g = \frac{\pi V_m \cos \theta}{\lambda_e F_g C_g} \quad (\text{eq. 3.5})$$

avec :

$V_m$  volume de la maille utilisée pour le calcul du facteur de structure

$\theta$  angle d'incidence ( $\cos\theta=1$ )

$\lambda_e$  longueur d'onde associée aux électrons ( $\lambda_e=2.508 \cdot 10^{-12}$ m pour des électrons d'énergie 200kV)

$F_g$  facteur de structure

$c_r$  facteur de correction relativiste ( $c_r=1.3914$  pour des électrons d'énergie 200kV).

Le facteur de structure  $F_g$  est donné par la relation :

$$F_{hkl} = \sum_j f_j \exp\{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)\} \quad (\text{eq. 3.6})$$

avec :

$h, k, l$  indices de la réflexion  $\vec{g}$  considérée (dans notre cas  $\vec{g}$  est principalement du type  $\langle 110 \rangle$ )

$j$  nombre d'atomes par maille

$f_j$  facteur de diffusion atomique de l'atome  $j$

$x_j, y_j, z_j$  coordonnées de l'atome  $j$ .

Dans le cas du réseau cubique centré, il y a deux atomes par maille avec les coordonnées (0,0,0) et (1/2,1/2,1/2). Si nous plaçons les atomes de Fer en position (0,0,0), étant donné que notre matériau contient 40at% d'aluminium, 20% des sites (1/2,1/2,1/2) seront occupés par des atomes de fer et 80% par des atomes d'aluminium. Le facteur de structure s'écrira donc :

$$F_{hkl} = f_{Fe} + (0.8 f_{Al} + 0.2 f_{Fe}) \exp\left[2\pi i\left(\frac{h+k+l}{2}\right)\right] \quad (\text{eq. 3.7})$$

$$\text{soit : } \begin{cases} F_{hkl} = 0.8(f_{Fe} - f_{Al}) & \text{pour } h+k+l \text{ impaire} \\ F_{hkl} = 1.2 f_{Fe} + 0.8 f_{Al} & \text{pour } h+k+l \text{ paire} \end{cases}$$

Les facteurs de diffusion atomique  $f_{Fe}$  et  $f_{Al}$  sont déterminés à partir de valeurs de la littérature où celles-ci sont données en fonction de  $\sin\theta/\lambda_e$ , soit  $1/2d_{hkl}$ . Dans notre cas, le paramètre de maille  $a_0$  de la structure B2 est de 0.291nm, ce qui permet de calculer pour les plans (110) une distance réticulaire de :  $d_{110}=a_0/\sqrt{2}=0.206$ nm. Nous avons :  $\sin\theta/\lambda_e=2.43\text{nm}^{-1}$ , soit pour la réflexion 110 [99] :

$$\begin{aligned} - f_{Fe} &= 0.299 \text{ nm} \\ - f_{Al} &= 0.181 \text{ nm}. \end{aligned}$$

Le facteur de structure pour la réflexion 110 est donc égal à :

$$F_{110} = 1.2 f_{Fe} + 0.8 f_{Al} = 0.504 \text{ nm}$$

$$\text{correspondant à la distance d'extinction : } \left[ \frac{a_0}{\sqrt{2}} \approx 44 \text{ nm} \right] \quad (\text{eq. 3.8})$$

#### d) Distance interparticulaire $\lambda$

La fraction volumique  $f_v$  de particules sphériques est liée au diamètre moyen  $\phi$  des particules et à leur nombre par unité de volume  $N_v$  suivant la relation :

$$f_v = \frac{4}{3} \pi \left( \frac{\phi}{2} \right)^3 N_v \quad (\text{eq. 3.9})$$

Le nombre de particules par unité de surface  $N_s$  et le nombre de particules par unité de volume  $N_v$ , sont liés par la relation [73] :

$$N_s = \phi N_v \quad (\text{eq. 3.10})$$

Il est alors possible de déterminer la distance moyenne  $\lambda$  entre une particule et ses plus proches voisins coupées par un plan quelconque :

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{N_s}} = \frac{1}{\sqrt{\phi N_v}} = \phi \sqrt{\frac{\pi}{6 f_v}} \quad (\text{eq. 3.11})$$

#### e) Analyse des dislocations et des plans de glissement

La détermination des vecteurs de Burgers des dislocations est effectuée en utilisant l'extinction du contraste dû au défaut lorsque l'image est réalisée avec un vecteur de diffraction  $\vec{g}$  tel que :

$$\vec{g} \cdot \vec{b} = 0 \quad (\text{eq. 3.12})$$

En observant la dislocation avec plusieurs vecteurs de diffraction différents, il est alors possible d'obtenir une combinaison de contrastes visibles et invisibles permettant de déterminer le vecteur de Burgers. En particulier, si le contraste est invisible pour deux vecteurs de diffraction  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$ , le vecteur de Burgers peut simplement être calculé par le produit vectoriel des deux vecteurs  $\vec{g}_1$  et  $\vec{g}_2$  :

$$\left. \begin{array}{l} \vec{g}_1 \cdot \vec{b} = 0 \\ \vec{g}_2 \cdot \vec{b} = 0 \end{array} \right\} \Rightarrow \vec{b} = \vec{g}_1 \wedge \vec{g}_2 \quad (\text{eq. 3.13})$$

L'analyse des plans de glissement s'effectue en utilisant la projection de la dislocation suivant différents axes de zone. Pour chaque axe, l'angle entre le vecteur de diffraction et la direction projetée de la dislocation est mesuré puis reporté sur une projection stéréographique. Le plan contenant la direction projetée et l'axe de zone est ensuite tracé car la direction réelle de la dislocation se situe quelque part dans ce plan. Cette opération répétée pour plusieurs axes de zone permet de tracer autant de plans qui doivent être concourants en un point définissant la direction réelle de la dislocation. Alors, à moins que la dislocation ne soit vis, le plan de glissement est déterminé aisément en connaissant deux de ses directions : celle du vecteur de Burgers et celle de la ligne de dislocation. La normale au plan est en effet définie par le produit vectoriel de ces deux directions.

# **RÉSULTATS ET ANALYSES MICROSTRUCTURALES**

---

## 4) RÉSULTATS ET ANALYSES MICROSTRUCTURALES

### 4.1) Résultats des essais de fluage

#### 4.1.1) Aspect général des courbes de fluage

Une courbe complète de fluage est présentée sur la figure 4.1. Nous distinguons bien sur celle-ci les trois stades classiques du fluage :

- un stade primaire au cours duquel nous observons une rapide déformation initiale suivie d'une diminution de la vitesse (pente de la courbe)
- un stade secondaire ou stationnaire qui est caractérisé par une pente, donc une vitesse de déformation, constante (ce stade s'étend sur quelques % de déformation)
- un stade tertiaire durant lequel la vitesse augmente progressivement pour finalement aboutir à la rupture de l'éprouvette.

Un exemple de courbe  $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$  est présenté figure 4.2. La figure 4.3 présente ces courbes sur une échelle restreinte de déformation. Ces figures permettent d'observer qu'au cours du stade primaire la vitesse de déformation décroît pour arriver à une valeur stationnaire représentative du stade secondaire. Ainsi, l'allure des courbes obtenues est similaire à celle obtenue pour les matériaux purs.

Si certains de nos essais ont été conduits jusqu'à la rupture de l'éprouvette, la plupart ont été stoppés pour une déformation de 3%. ceci dans le but de pouvoir par la suite observer par microscopie électronique la microstructure des échantillons au cours du stade secondaire.

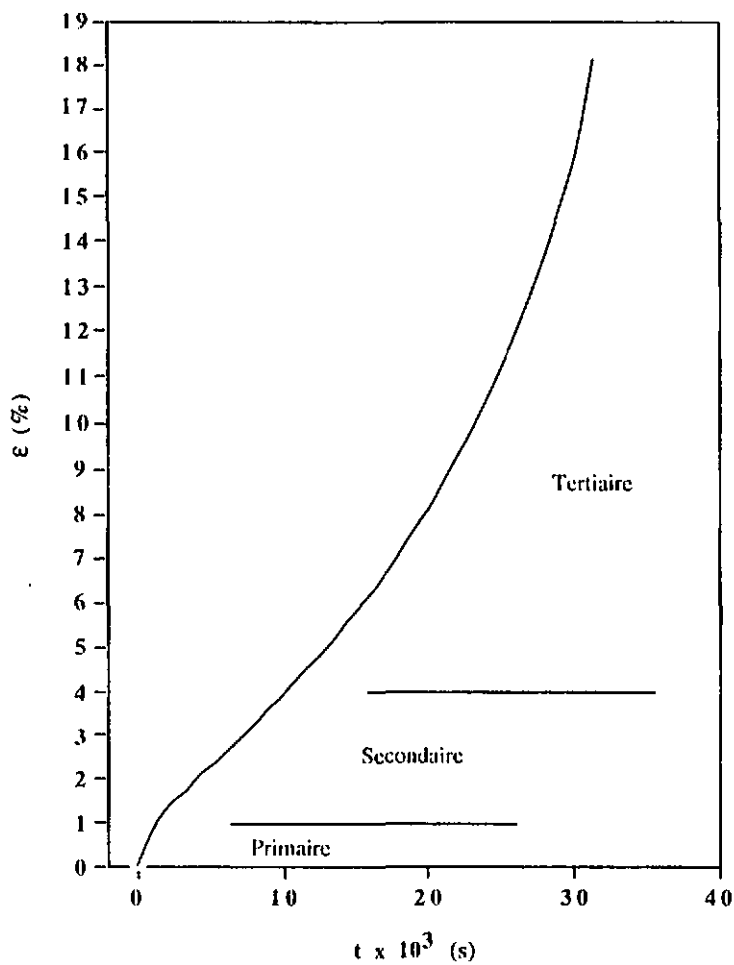


Fig 4.1 : Courbe de fluage  $\epsilon=f(t)$ .  $T=700^\circ\text{C}$ ,  $\sigma=150\text{MPa}$ .

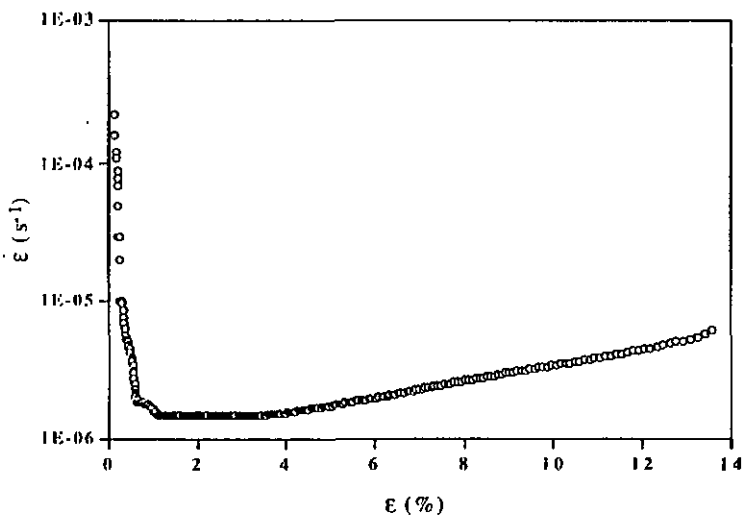


Fig 4.2 : Évolution de la vitesse de déformation en fonction de la déformation pour un essai mené jusqu'à la rupture.  
 $T=700^{\circ}C$ ,  $\sigma=138MPa$ .

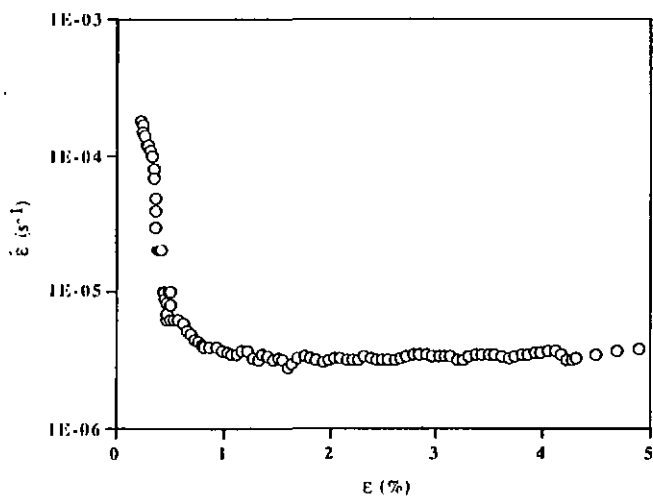


Fig 4.3 : Courbe de fluage  $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$  pour une échelle restreinte de déformation.  
 $T=700^{\circ}C$ ,  $\sigma=150MPa$ .

#### 4.1.2) Vitesses de fluage stationnaire

Pour étudier le fluage du Fe-40at%Al, nous avons effectué 5 essais de fluage à 700°C et 4 à la température de 500°C. Les tableaux 4.1 et 4.2 donnent les contraintes  $\sigma$  utilisées et les vitesses de déformation du stade secondaire obtenues,  $\dot{\epsilon}_s$ , pour respectivement, les températures de 700 et 500°C.

$\sigma$ (MPa)	100	114	125	138	150
$\dot{\epsilon}_s$ ( $s^{-1}$ )	$3.05 \cdot 10^{-8}$	$1.55 \cdot 10^{-7}$	$4.6 \cdot 10^{-7}$	$1.5 \cdot 10^{-6}$	$3.2 \cdot 10^{-6}$

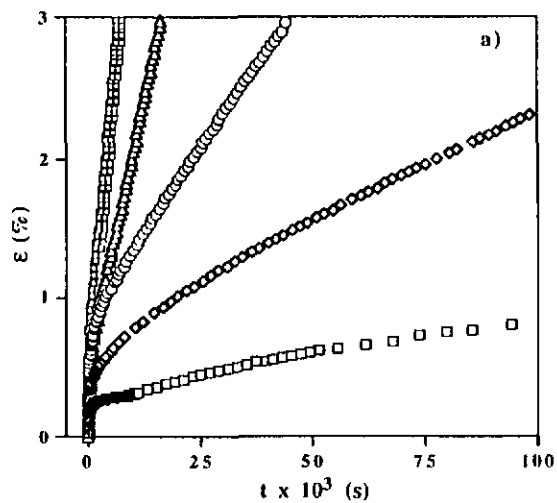
Tableau 4.1 - Fluage à 700°C - Évolution de la vitesse de déformation avec la contrainte

$\sigma$ (MPa)	300	330	360	400
$\dot{\epsilon}_s$ ( $s^{-1}$ )	$9.6 \cdot 10^{-9}$	$2.9 \cdot 10^{-8}$	$7.1 \cdot 10^{-8}$	$1.8 \cdot 10^{-7}$

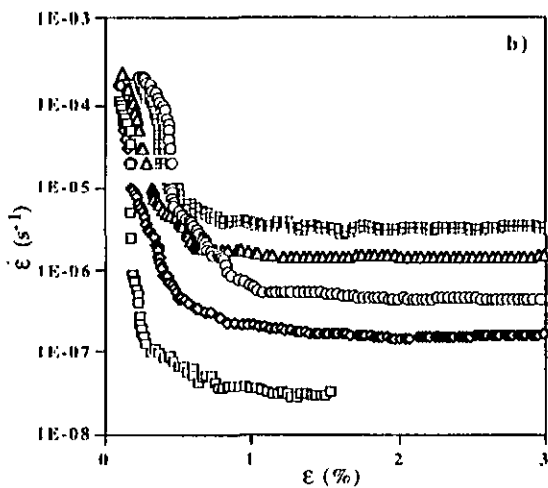
Tableau 4.2 - Fluage à 500°C - Évolution de la vitesse de déformation avec la contrainte

Les figures 4.4 et 4.5 permettent, pour chacune des températures, de comparer les différentes courbes de fluage pour  $\epsilon=f(t)$  et  $\dot{\epsilon}=f(\epsilon)$ .

L'ensemble des courbes obtenues montre qu'il existe bien un stade secondaire pour le fluage de Fe-40at%Al à 500°C comme à 700°C. L'essai à 700°C, sous une contrainte  $\sigma$  de 100MPa, fait partie des essais longs et a été interrompu à un taux de déformation d'environ 1.5%. La déformation instantanée lors de la mise en charge de l'éprouvette peut être composée de parties élastique, anélastique et plastique (§ 2.2.1). Cette déformation est fonction de la contrainte appliquée ce qui devrait, sur les graphes  $\dot{\epsilon}=f(\epsilon)$ , se traduire par un décalage successif des courbes lors du fluage primaire. L'observation des figures 4.4b et 4.5b ne permet pas de voir cette évolution successive de la déformation instantanée. La mise en charge de l'éprouvette au début de l'essai étant effectuée manuellement, il est probable que la reproductibilité de cette manoeuvre ne soit pas très satisfaisante. De plus, lors de cette opération, il est possible qu'il y ait un ajustement de l'éprouvette dans les mordaches de la machine ce qui fausserait également les mesures au tout début de l'essai. Une fois le stade secondaire atteint, ces problèmes n'ont plus d'incidence sur la position relative des courbes les unes par rapport aux autres.



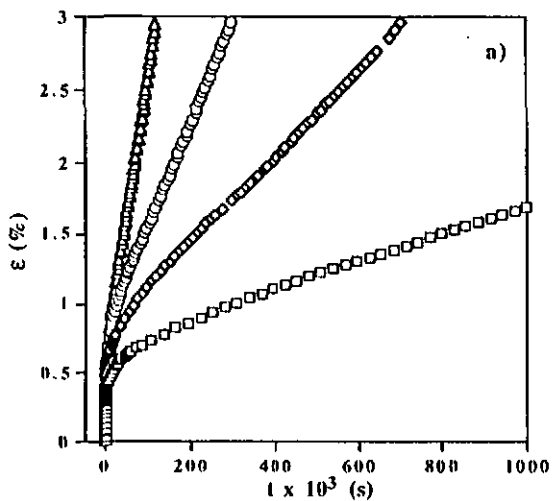
Fluage à 700°C	
□	100 MPa
◇	114 MPa
○	125 MPa
△	138 MPa
⊠	150 MPa



Figs 4.4 a&b : Courbes de fluage à 700°C.

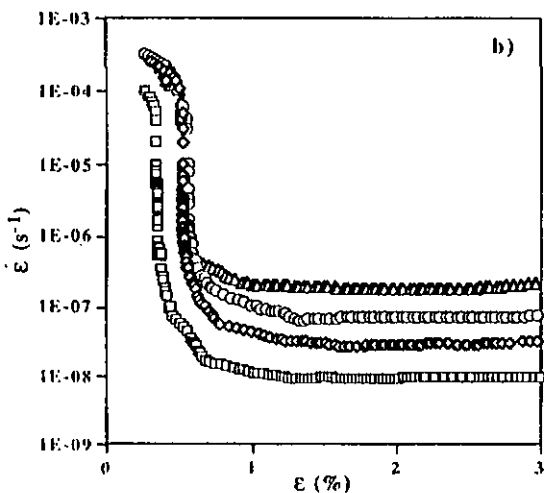
a) Déformation en fonction du temps :  $\epsilon = f(t)$ .

b) Vitesse de déformation en fonction de la déformation :  $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ .



Fluage à 500°C

- 300 MPa
- ◇ 330 MPa
- 360 MPa
- △ 400 MPa



Figs 4.5 a&b : Courbes de fluage à 500°C.

a) Déformation en fonction du temps :  $\epsilon = f(t)$ .

b) Vitesse de déformation en fonction de la déformation :  $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ .

### 4.1.3) Exposant de contrainte

Traditionnellement, les essais de fluage sont analysés par la loi de Norton, ou loi puissance, qui définit la dépendance de la vitesse de déformation au cours du stade secondaire  $\dot{\epsilon}_s$  en fonction de la contrainte  $\sigma$  par (eq. 2.3) :

$$\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n$$

L'exposant de contrainte  $n$  est un paramètre important dans le cadre de la modélisation du fluage, puisque, suivant sa valeur, différents modèles sont disponibles pour expliquer les résultats obtenus. La détermination de  $n$  s'effectue en mesurant la pente du graphe  $\ln \dot{\epsilon}_s = f(\ln \sigma)$ . Par souci de commodité, nous notons l'exposant de contrainte  $n$  dans le cas général et  $n_0$  dans le cas particulier des matériaux renforcés. La figure 4.6 illustre les graphes  $\ln \dot{\epsilon}_s = f(\ln \sigma)$ , aux températures de 500 et 700°C, desquels les exposants  $n_0$  sont déduits. Un calcul d'erreur sur la pente pour un intervalle de confiance de 90% a été effectué.

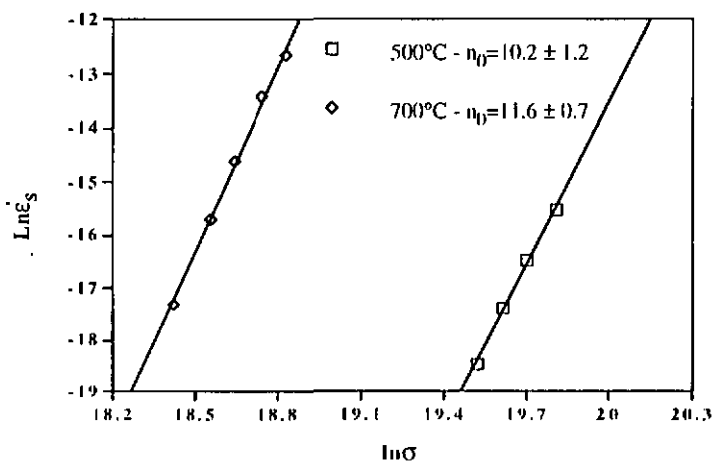


Figure 4.6 : Détermination de  $n_0$  pour le fluage à 500 et 700°C.

La figure 4.6 révèle, pour les deux températures de fluage, des exposants de contrainte assez proches : 10.2 à 500°C et 11.6 à 700°C. Ces exposants sont élevés comparés aux valeurs pour lesquelles des modélisations ont été développées ( $1 \leq n \leq 8$ ). Enfin, si la figure 4.6 montre une relation linéaire entre  $\ln \dot{\epsilon}_s$  et  $\ln \sigma$ , il faut cependant remarquer que nous avons exploré environ trois ordres de grandeur pour la vitesse de déformation. Il faut donc garder à l'esprit que la bonne linéarité observée est peut être due à la gamme restreinte de vitesse de déformation obtenue.

## 4.2) Mesure des énergies d'activation

Comme nous l'avons précisé au paragraphe 3.3), la mesure de l'énergie d'activation a été réalisée par des sauts de température au cours d'essais de fluage. Un exemple de courbe  $\epsilon=f(t)$  et  $\dot{\epsilon}=f(\epsilon)$  est présenté figures 4.7 et 4.8 pour divers sauts de température. Pour chaque mesure de l'énergie d'activation, les sauts de température ont été effectués pendant le stade stationnaire du fluage, comme nous pouvons le voir sur la figure 4.8.

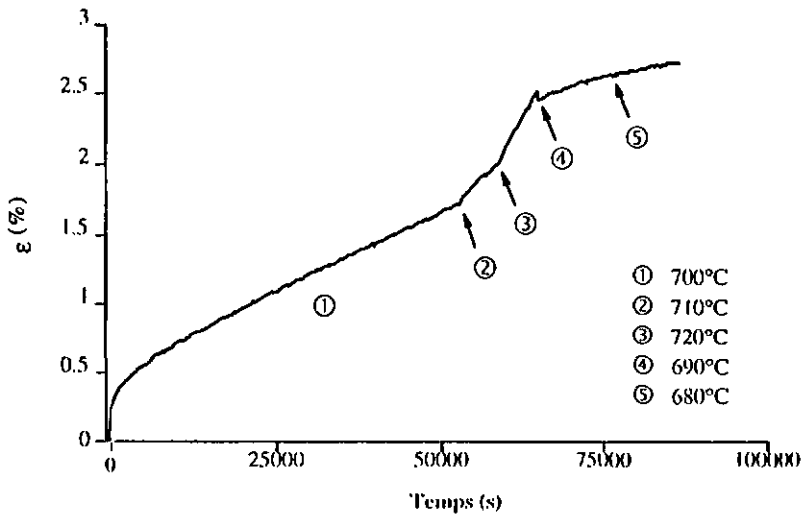


Fig 4.7 : évolution de la déformation avec le temps au cours d'un essai pour la mesure de l'énergie d'activation ( $T=700^\circ\text{C}$  et  $\sigma=115\text{MPa}$ ).

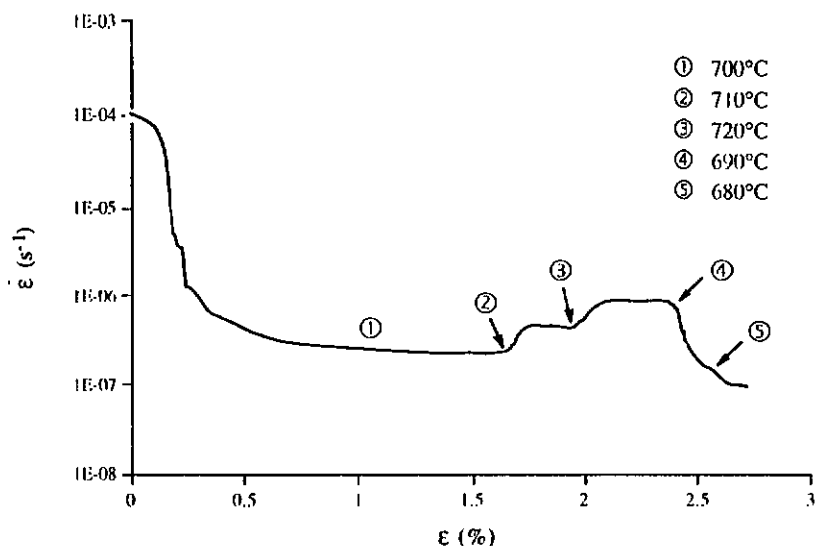


Fig 4.8 : Vitesse de déformation en fonction de la déformation lors de sauts de température pour la mesure de l'énergie d'activation ( $T=700^{\circ}\text{C}$  et  $\sigma=115\text{MPa}$ ).

En reportant, pour chaque contrainte, l'évolution du logarithme de la vitesse de déformation en fonction de l'inverse de la température, il est alors possible de déterminer par la pente la valeur de l'énergie d'activation apparente qui est définie par la relation (eq. 3.1) :

$$Q_A = -k_B \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial (1/T)} \right)_{\sigma, s}$$

A chacune des températures, 700 et 500°C, nous avons mesuré l'énergie d'activation pour deux contraintes différentes : 115 et 160MPa à 700°C, 330 et 400MPa à 500°C. La figure 4.9 présente les graphes  $\ln \dot{\epsilon}_s = f(1/T)$  obtenus dans chaque cas. Le tableau 4.3 présente, quant à lui, les valeurs des énergies d'activation déterminées pour chaque contrainte et température. Un calcul d'erreur sur la pente pour un intervalle de confiance de 90% a également été effectué.

$\sigma$ (MPa)	115	160	330	400
T (°C)	700	700	500	500
$Q_A$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	445 ± 20	425 ± 20	280 ± 20	250 ± 15

Tableau 4.3 : Énergie d'activation du fluage pour différentes contraintes et températures.

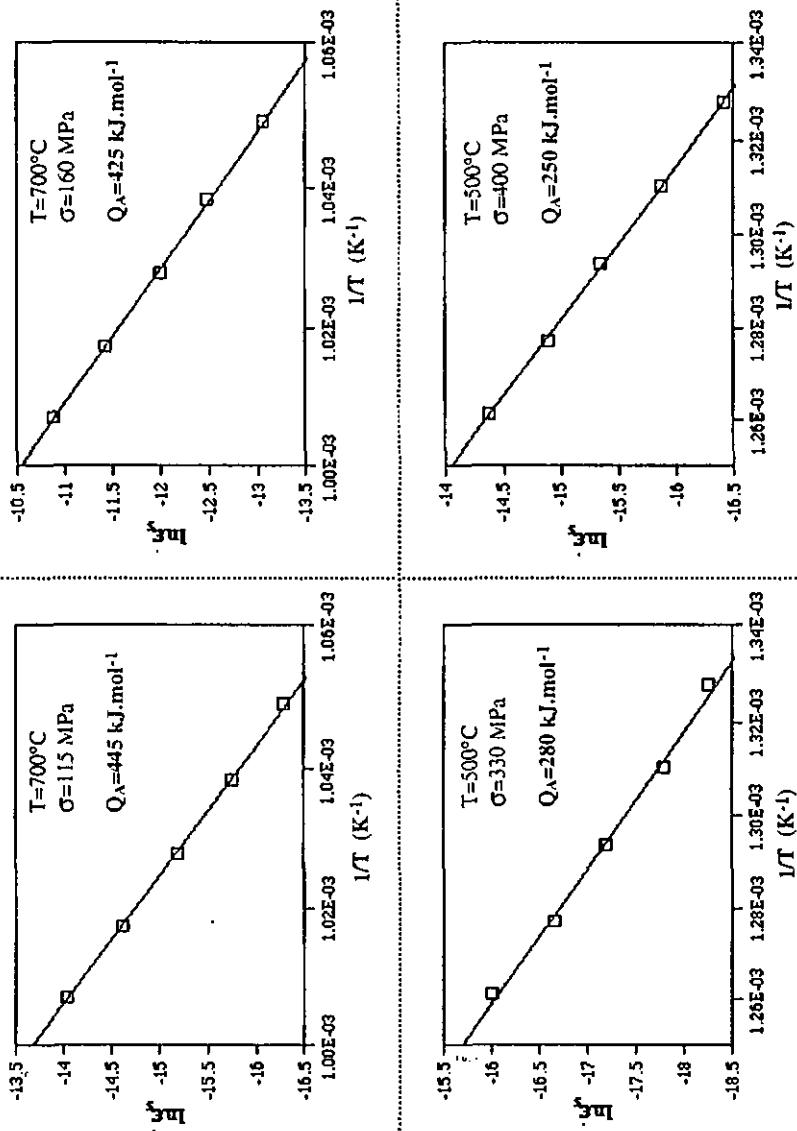


Fig. 4.9 : Ensemble des courbes  $\ln \dot{\epsilon}_i = f(1/T)$  utilisées pour la détermination des énergies d'activation.

Les résultats obtenus montrent une dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte appliquée et la température de l'essai de fluage. Les variations sont cependant assez faibles ( $20\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  à  $700^\circ\text{C}$  pour  $\Delta\sigma=45\text{MPa}$  et  $30\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  à  $500^\circ\text{C}$  pour  $\Delta\sigma=70\text{MPa}$ ). Il convient de noter que ces variations d'énergie d'activation sont voisines des erreurs calculées. Il paraît cependant difficile d'attribuer la variation d'énergie d'activation avec la contrainte observée, à la précision expérimentale, dans la mesure où il apparaît clairement que l'énergie diminue avec l'augmentation de contrainte et ceci pour les deux températures de 500 et  $700^\circ\text{C}$ . Cette variation de l'énergie d'activation avec la contrainte et la température de fluage sera discutée par la suite.

### 4.3) Mesure des Volumes d'activation

Les volumes d'activation ont été déterminés à partir d'essais de traction en effectuant des sauts de vitesse de déformation à température constante. A 500 comme à  $700^\circ\text{C}$ , les sauts de vitesse ont été effectués en faisant passer la vitesse de déformation de  $\dot{\epsilon}_1=6\cdot 10^{-5}\text{ s}^{-1}$  à  $\dot{\epsilon}_2=6,6\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  et vice versa. Une dizaine de sauts de vitesse ont été effectués pour suivre l'évolution éventuelle du volume d'activation avec la déformation. Le volume d'activation est alors calculé en utilisant la relation (eq. 3.4) :

$$V = Mk_p T \left( \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \right)_{T,S}$$

La procédure utilisée pour mesurer la variation de contrainte lors d'un saut de vitesse de déformation a été décrite au paragraphe 3.4. Les figures 4.10 et 4.11 présentent les courbes de traction obtenues lors de ces essais à 500 et  $700^\circ\text{C}$ .

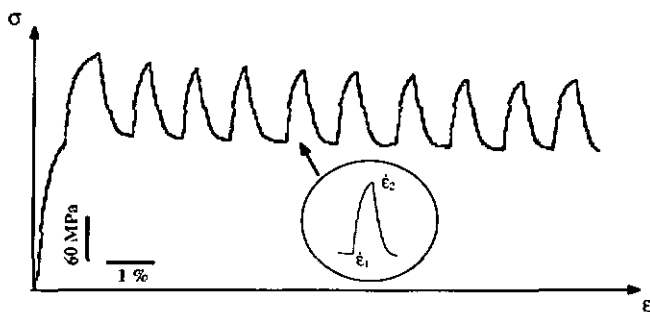


Fig 4.10 : Courbe de traction pour le calcul du volume d'activation à  $700^\circ\text{C}$ .  
 $\dot{\epsilon}_1 = 6\cdot 10^{-5}\text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon}_2 = 6,6\cdot 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ .

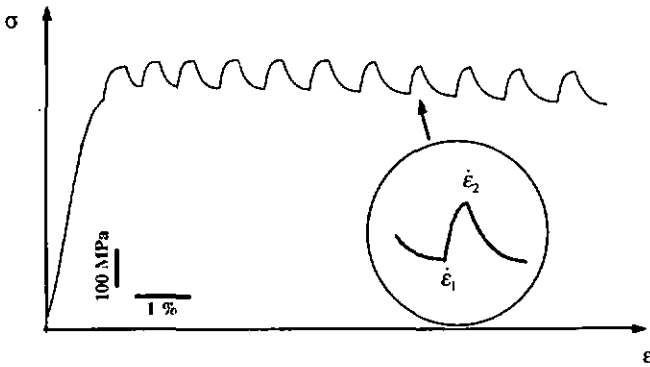


Fig 4.11 : Courbe de traction pour le calcul du volume d'activation à 500°C.  
 $\dot{\epsilon}_1 = 6.10^{-5} \text{ s}^{-1}$  et  $\dot{\epsilon}_2 = 6.6.10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

Les figures 4.10 et 4.11 montrent qu'il n'y a pas d'érouissage au cours de ces essais de traction effectués avec changement de vitesse de déformation. Cela permet de ne pas considérer une éventuelle variation de la contrainte interne et de la densité de dislocations qui peuvent altérer les mesures, même si les sauts sont instantanés. Viguiet et al. [100] ont montré la validité de cette technique de mesure du volume d'activation dans le cas d'un érouissage nul. Dans le cas contraire, des procédures existent pour déterminer la valeur effective du volume d'activation [101]. Les limites d'élasticité obtenues sont de 190MPa à 700°C et de 610MPa à 500°C.

Pour chacune des températures, nous avons dressé un tableau où, pour chacun des sauts, est précisé le taux de déformation, la variation de contrainte ainsi que le volume d'activation calculé en  $\text{m}^3$ , en  $b_{\langle 100 \rangle}^3$  et en  $\Omega$  ( $\Omega$  étant le volume atomique), avec le vecteur de Burgers des dislocations  $\langle 100 \rangle$  égal à :  $b_{\langle 100 \rangle} = 0.291 \text{ nm}$ . Pour la structure B2 et le vecteur de Burgers  $b_{\langle 100 \rangle}$ ,  $\Omega$  est très différent de  $b^3$  ( $\Omega = b_{\langle 100 \rangle}^3 / 2$ ) et pour estimer le nombre d'atomes concernés par l'activation les résultats donnés en  $\Omega$  sont préférables. Les tableaux 4.4 et 4.5 résument ces résultats.

**700°C**

Saut	$\epsilon$ (%)	$\Delta\sigma$ (MPa)	V (m <sup>3</sup> )	V (b <sup>3</sup> )	V ( $\Omega$ )
1	0.2	58.9	1.64 10 <sup>-27</sup>	66	33
2	1.6	58.9	1.64 10 <sup>-27</sup>	66	33
3	2.65	54.5	1.77 10 <sup>-27</sup>	72	36
4	3.7	48.6	1.99 10 <sup>-27</sup>	81	40.5
5	4.85	47.1	2.05 10 <sup>-27</sup>	83	41.5
6	5.95	53.0	1.82 10 <sup>-27</sup>	74	37
7	7.2	47.1	2.05 10 <sup>-27</sup>	83	41.5
8	8.3	47.1	2.05 10 <sup>-27</sup>	83	41.5
9	9.4	47.1	2.05 10 <sup>-27</sup>	83	41.5
10	10.5	47.1	2.05 10 <sup>-27</sup>	83	41.5

Tableau 4.4 : Calcul du volume d'activation à 700°C.

**500°C**

Saut	$\epsilon$ (%)	$\Delta\sigma$ (MPa)	V (m <sup>3</sup> )	V (b <sup>3</sup> )	V ( $\Omega$ )
1	0.2	39.9	1.92 10 <sup>-27</sup>	78	39
2	0.85	38.7	1.98 10 <sup>-27</sup>	80	40
3	1.45	42.2	1.82 10 <sup>-27</sup>	74	37
4	2.2	43.3	1.77 10 <sup>-27</sup>	72	36
5	3	41	1.87 10 <sup>-27</sup>	76	38
6	3.8	46.7	1.64 10 <sup>-27</sup>	66	33
7	4.65	38.7	1.98 10 <sup>-27</sup>	80	40
8	5.5	38.2	2.01 10 <sup>-27</sup>	82	41
9	6.35	41.6	1.85 10 <sup>-27</sup>	75	37.5
10	7.2	43.3	1.77 10 <sup>-27</sup>	72	36
11	8.15	37.6	2.04 10 <sup>-27</sup>	83	41.5

Tableau 4.5 : Calcul du volume d'activation à 500°C.

Les résultats présentés dans les tableaux 4.4 et 4.5 permettent de constater plusieurs choses essentielles. D'une part, pour les deux températures la valeur du volume d'activation ne varie pas avec le taux de déformation. D'autre part, les volumes d'activation paraissent identiques pour la déformation à 500 et 700°C. Un calcul des valeurs moyennes permet de trouver des volumes d'activation quasiment identiques :

$$- \bar{V}_{700} = (77 \pm 5)b^3 = (38.5 \pm 2.5)\Omega$$

$$- \bar{V}_{500} = (75 \pm 4)b^3 = (37.5 \pm 2)\Omega.$$

Les erreurs ont été calculées par une analyse statistique élémentaire pour un intervalle de confiance de 95%. Le volume d'activation est un paramètre important pour comprendre le mécanisme mis en jeu au cours de la déformation, aussi ces deux caractéristiques énoncées précédemment seront mises à profit lors de la discussion.

## 4.4) Analyses microstructurales

### 4.4.1) Distribution des particules

Nous avons dans un premier temps déterminé, à partir des observations effectuées au MET, la distribution en taille des particules. La répartition des particules à l'intérieur des grains est assez homogène avec parfois, dans certains grains, des zones sans particule résultant probablement d'un mélange insuffisant lors de l'étape du broyage mécanique. La grande majorité des particules ont une taille inférieure à 50nm. Pour vérifier la stabilité supposée de la distribution des oxydes  $Y_2O_3$ , nous avons étudié le cas du matériau non déformé tel que nous l'avons reçu et le cas du matériau déformé en fluage de 1.5% sous une contrainte de 100MPa à la température de 700°C. Ce dernier cas correspond au maintien en température le plus long lors de la déformation. La figure 4.12 montre une micrographie représentative pour le cas du matériau non déformé, et les histogrammes montrant la distribution en taille sont présentés figures 4.13 et 4.14.

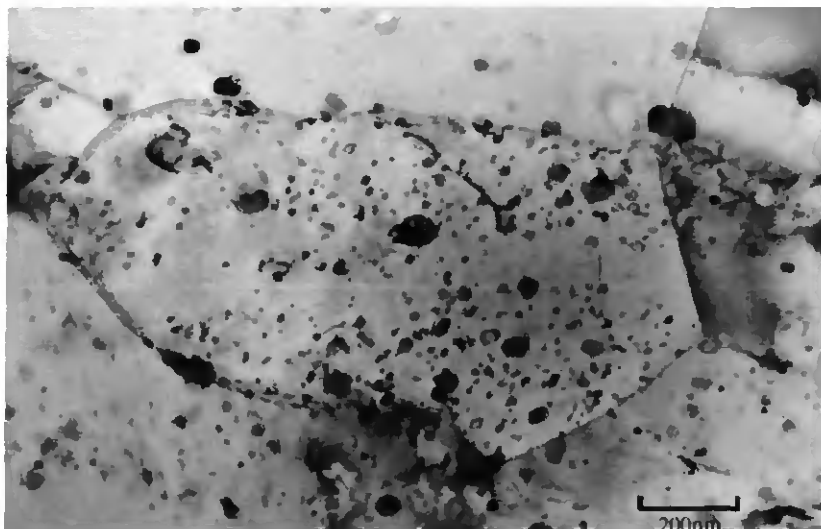


Fig 4.12 : Micrographie représentative de la distribution en taille des particules - Cas du matériau non déformé.

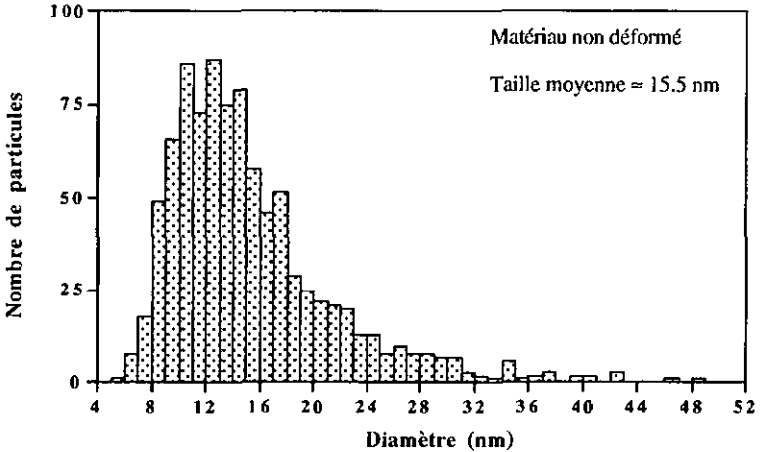


Fig 4.13 : Histogramme de la taille des particules dans le cas du matériau non déformé.

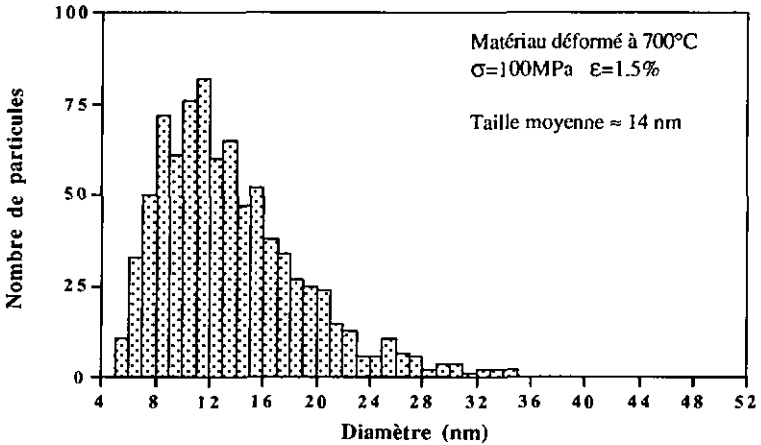


Fig 4.14 : Histogramme de la taille des particules dans le cas du matériau déformé à 700°C sous une contrainte de 100MPa.

L'observation des histogrammes, figures 4.13 et 4.14, montre que la taille des particules n'évolue pas au cours de la déformation et donc au cours du maintien en température. La quantité de particules d'une taille supérieure à 52nm est très faible, aussi les histogrammes présentés ont été limités à 52nm. Le diamètre moyen  $\phi$  des particules est donc de :

$$\phi = 14 \text{ nm}$$

#### 4.4.2) Fraction volumique des particules - Distance interparticulaire

La distance interparticulaire  $\lambda$  est une caractéristique importante pour l'étude des mécanismes qui peuvent être avancés en fluage. Comme nous l'avons présenté au paragraphe 3.5.4.d, cette distance interparticulaire est définie par la relation (eq. 3.11) :

$$\lambda = \phi \sqrt{\frac{\pi}{6f_v}}$$

où  $\phi$  est le diamètre des particules et  $f_v$  est leur fraction volumique. La détermination de  $f_v$  est donc essentielle pour arriver au calcul de  $\lambda$ .

Une première façon de procéder pour la détermination de  $f_v$  est d'effectuer un calcul à partir des caractéristiques du matériau. Nous savons en effet que le matériau contient 1% massique d'oxydes  $Y_2O_3$ . De plus, la densité du Fe-40at%Al est de l'ordre de  $5.9 \text{ g.cm}^{-3}$  [41] tandis que celle de l'oxyde  $Y_2O_3$  est de l'ordre de  $5 \text{ g.cm}^{-3}$  [102]. Un rapide calcul permet d'obtenir :  $f_v = 1.2 \%$ . Cette valeur est à prendre avec précaution dans la mesure où une précédente étude sur ce matériau [42] a montré que les grosses particules (Figs 4.16 et 4.18) sont probablement des restes des poudres  $Y_2O_3$  de départ, tandis que les petites particules (Fig 4.12) semblent contenir de l'aluminium et du fer.

Pour obtenir une valeur correcte, nous avons cherché à déterminer expérimentalement cette fraction volumique. Le matériau non déformé a été utilisé pour effectuer ces mesures. Nous avons, sur une plage de huit grains choisie arbitrairement, mesuré plus de 2500 particules. Le volume total de ces particules a alors été comparé à celui de l'ensemble des huit grains. Le volume des grains a pu être estimé grâce au calcul de la distance d'extinction donné au paragraphe 3.5.4.c. La figure 4.15 montre une micrographie où nous pouvons, au joint de grain, compter trois franges d'extinction. Tous les grains ont été photographiés avec un vecteur de diffraction  $\vec{g} \langle 110 \rangle$ . Le résultat de ces investigations donne une fraction volumique de l'ordre de 1.25%, proche de la précédente valeur calculée.

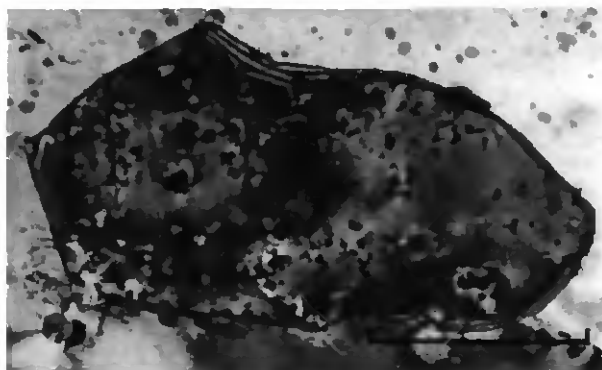


Fig 4.15 : Micrographie présentant les franges d'extinction au joint de grain.

En considérant donc une fraction volumique de particules de l'ordre de 1.25%, et un diamètre moyen des particules de 14nm, l'utilisation de l'équation 3.11 permet de calculer la valeur de la distance interparticulaire :

$$\lambda = 90 \text{ nm.}$$

#### 4.4.3) Taille de grains

Similairement à la détermination de la distribution en taille des particules, nous avons, pour la taille de grains, effectué des mesures sur le matériau non déformé et sur celui déformé ayant été le plus longtemps maintenu en température. Dans les deux cas les observations que nous avons effectuées en coupe transverse révèlent des grains équiaxes. Les tailles de grains sont semblables avec une taille moyenne de l'ordre de 650nm. Comme pour la taille des particules, le maintien en température sous contrainte n'affecte pas la taille de grains. La figure 4.16 montre une micrographie MEB concernant le matériau non déformé et la figure 4.17 présente l'histogramme correspondant.

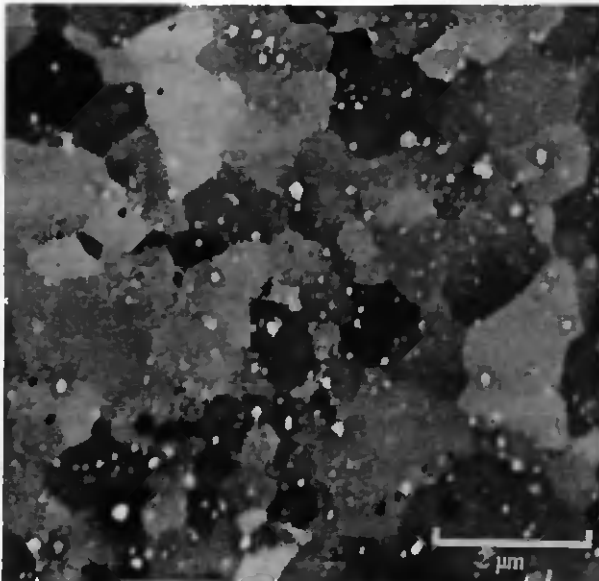


Fig 4.16 : Micrographie MEB d'une coupe transverse du matériau non déformé.

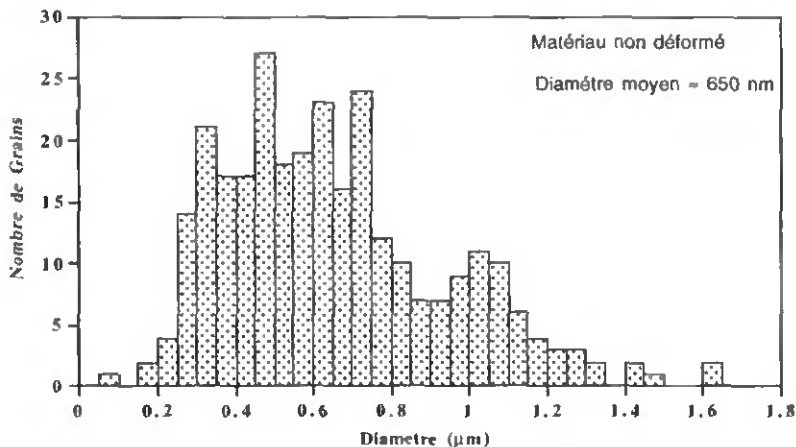


Fig 4.17 : Histogramme de la distribution en taille des grains pour le matériau non déformé.

Parallèlement à la quantification de la taille de grain dans le sens transverse, nous avons également réalisé des observations en sens longitudinal (dans le sens de l'extrusion). Dans ce cas de figure les grains ne sont plus équiaxes mais allongés dans la direction de l'extrusion, qui correspond à la direction de la déformation en fluage. Le rapport entre le grand et le petit diamètre des grains (GAR) est de l'ordre de 2. La figure 4.18 montre une micrographie du matériau observé dans le sens longitudinal.

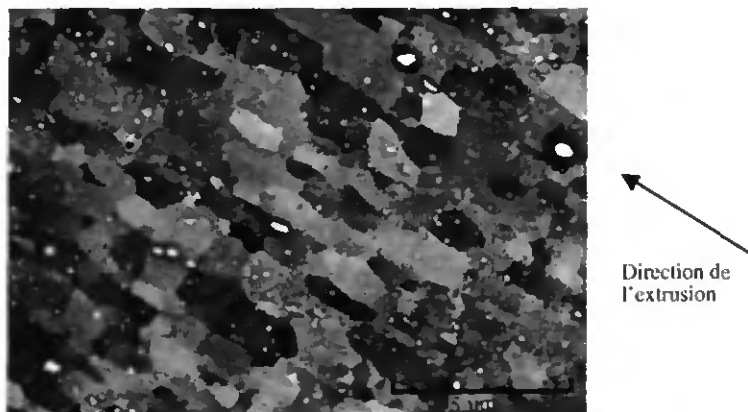


Fig 4.18 : Micrographie d'une coupe longitudinale du matériau non déformé.

#### 4.4.4) Observations et analyses des dislocations

##### a) Matériau extrudé non déformé en fluage

Le matériau que nous avons reçu à l'état extrudé présente des grains contenant un certain nombre de dislocations. L'origine de ces dislocations est très certainement à relier avec l'opération d'extrusion. La figure 4.19 présente une micrographie représentative après extrusion. La répartition des oxydes dans le grain est hétérogène. Ce phénomène résulte probablement d'un mélange incomplet lors du broyage mécanique des poudres. L'analyse des vecteurs de Burgers révèle une quantité importante de dislocations du type  $\langle 100 \rangle$  et quelques super-dislocations  $\langle 111 \rangle$ . Beaucoup plus rarement, certaines dislocations sont du type  $\langle 110 \rangle$ . Comme le montre la figure 4.19, les dislocations paraissent interagir avec les particules.

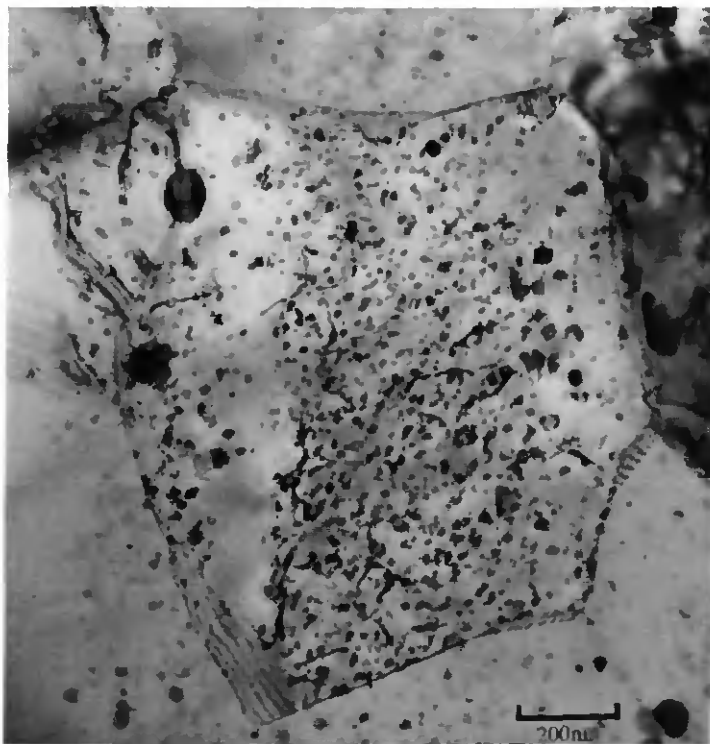


Fig 4.19 : Micrographie du matériau brut d'extrusion ( $\bar{g} = 110$ ).

b) Matériau déformé en fluage à 500°C et 700°C

Les figures 4.20 et 4.21 montrent les micrographies obtenues pour les matériaux déformés à 500 et 700°C. Les analyses conduites aux deux températures de déformation donnent des résultats similaires avec une présence majoritaire de dislocations du type  $\langle 100 \rangle$ , même si à 500°C des dislocations  $\langle 111 \rangle$  sont plus fréquemment observées qu'à 700°C. Les dislocations  $\langle 100 \rangle$  présentent un caractère coin dominant et glissent sur des plans  $\{001\}$ ,  $\{011\}$  et  $\{012\}$ . Les super-dislocations  $\langle 111 \rangle$  visibles, se décomposent parfois en dislocations  $\langle 100 \rangle + \langle 011 \rangle$ . La figure 4.20 montre que les dislocations sont réparties de manière homogène dans les grains et ne conduisent pas à la formation de sous-joints. L'interaction entre les dislocations et les particules est plus particulièrement visible sur les micrographies 4.21a et b.

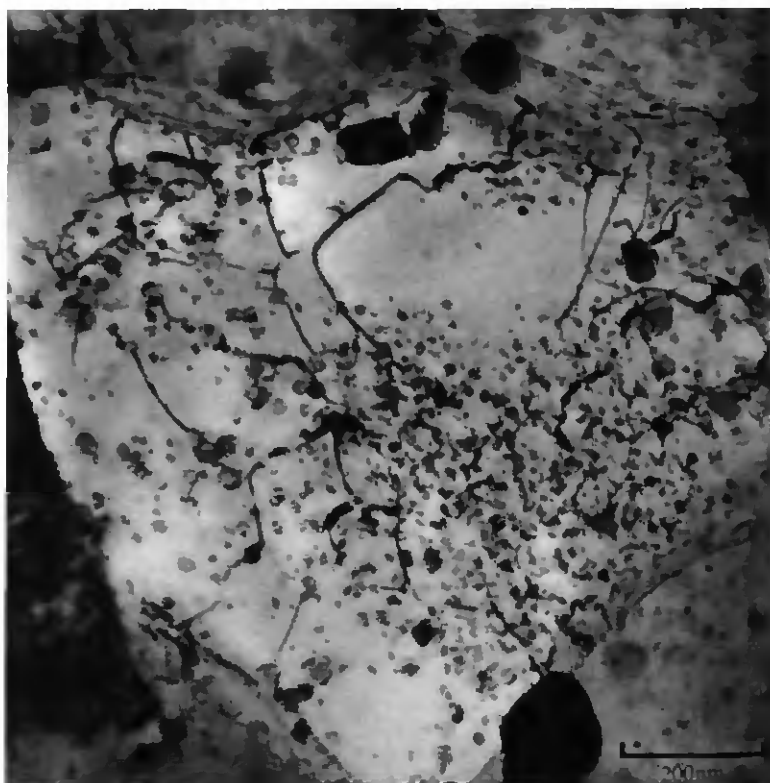
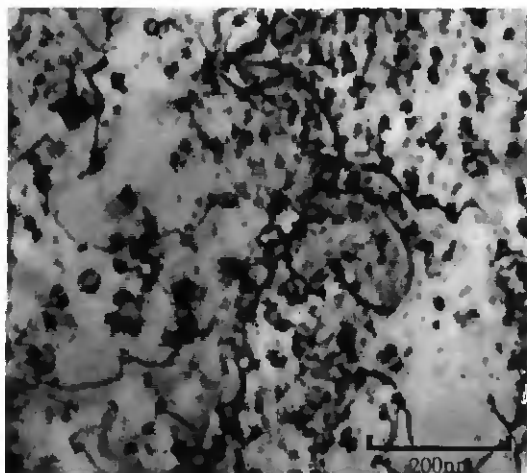
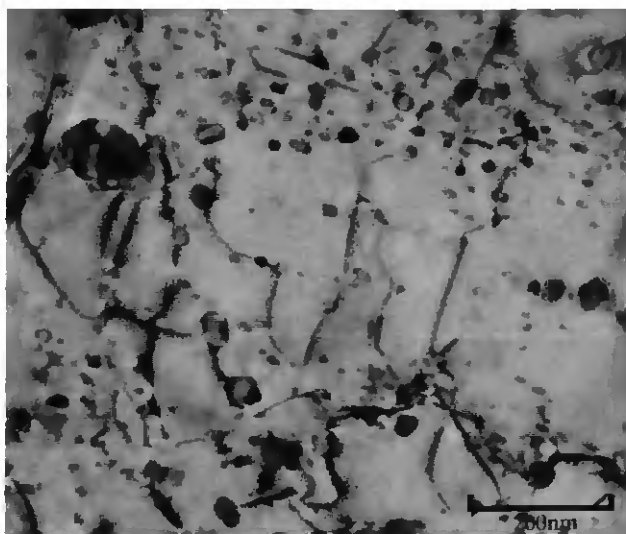


Fig. 4.20 : Micrographie du matériau déformé à 500°C sous une contrainte de 300MPa. Le vecteur de diffraction est du type :  $\bar{g} = 110$ .



a)



b)

Fig 4.21 : - a : Micrographie du matériau déformé à 500°C sous une contrainte de 300MPa.  
- b : Micrographie du matériau déformé à 700°C sous une contrainte de 150MPa.  
Pour a et b le vecteur de diffraction est du type :  $\vec{g} = 110$ .

Un point particulièrement intéressant est que la courbure des dislocations n'apparaît pas régulière, mais est en fait généralement constituée d'une suite de segments. L'analyse de ces segments montre qu'ils sont dans des plans de glissement différents ce qui, lorsque la dislocation est projetée dans le plan de la micrographie, conduit à l'observation de courbures constituées d'une suite de segments. Les figures 4.22 et 4.23 présentent une plage où deux interactions dislocation/particule révèlent des courbures irrégulières dans le cas du fluage à 500°C sous une contrainte de 400MPa. Les deux dislocations notées A et B sur la figure 4.22a, ont un vecteur de Burgers  $\vec{b} = [100]$  et sont décomposées en six segments pour la première et en cinq pour la seconde. L'ensemble des micrographies (figures 4.22 et 4.23) permet de déterminer les plans de glissement grâce à l'utilisation de différents vecteurs de diffraction et de trois axes de zones : (101), ( $\bar{1}\bar{1}$ ) et (111). L'orientation du grain est proche de la direction [10]. Les tableaux 4.6 et 4.7 récapitulent différentes caractéristiques de ces dislocations, où  $L_d$  est la direction de la ligne de dislocation,  $\beta$  est l'angle entre  $\vec{b}$  et  $L_d$ , P est le plan de glissement et  $S_d$  est le facteur de Schmid. L'orientation des grains est déterminée par l'axe de zone observé sans inclinaison de la lame dans le microscope. Les lames ayant été prélevées perpendiculairement à la direction de déformation, le facteur de Schmid peut alors être calculé. Les symboles notés (-) correspondent à une indétermination de la direction de la ligne de dislocation, ce qui peut se produire lorsque les trois axes de zones accessibles sont coplanaires. Les trois axes de zones cités précédemment appartiennent en effet au même plan ( $\bar{1}01$ ).

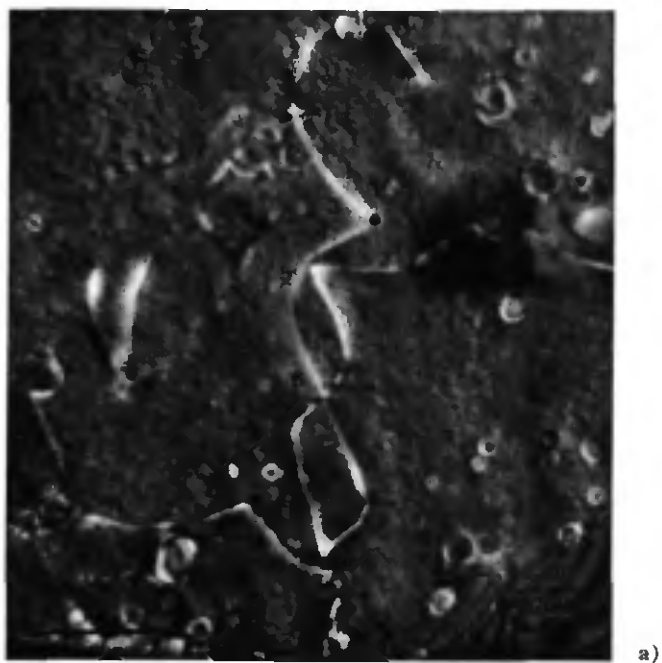
Dislocation A					
	$\vec{b}$	$L_d$	$\beta$	P	$S_d$
1	[100]	$[\bar{2}\bar{2}1]$	48°	(012)	0.44
2	[100]	-	-	-	-
3	[100]	[021]	90°	(0 $\bar{1}\bar{2}$ )	0.44
4	[100]	$[\bar{1}01]$	45°	(010)	0
5	[100]	-	-	-	-
6	[100]	-	-	-	-

Tableau 4.6 : Analyse des plans de glissement de la dislocation A de la figure 4.22a.

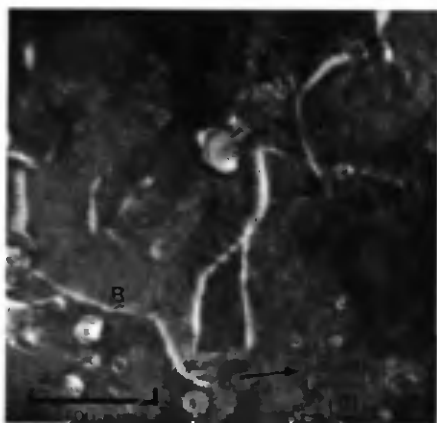
Dislocation B					
	$\vec{b}$	$L_d$	$\beta$	P	$S_d$
1	[100]	$[\bar{1}\bar{1}1]$	54.7°	(01 $\bar{1}$ )	0.35
2	[100]	$[\bar{1}\bar{1}2]$	66°	(02 $\bar{1}$ )	0.22
3	[100]	$[\bar{1}01]$	45°	(010)	0
4	[100]	-	-	-	-
5	[100]	$[\bar{1}\bar{1}1]$	54.7°	(01 $\bar{1}$ )	0.35

Tableau 4.7 : Analyse des plans de glissement de la dislocation B de la figure 4.22a.

Si certaines indéterminations n'ont pu permettre l'analyse de certaines parties des dislocations, il est néanmoins intéressant de constater le changement de plan de glissement, accompagné d'un changement du facteur de Schmid le long de la courbure des dislocations.



a)



b)

Fig 4.22 : Micrographies du matériau déformé à 500°C sous une contrainte de 400MPa.

a)  $\vec{g} = \bar{1}01$  - Axe de zone (101). A et B visibles.

b)  $\vec{g} = 10\bar{1}$  - Axe de zone ( $1\bar{1}1$ ). A et B visibles.

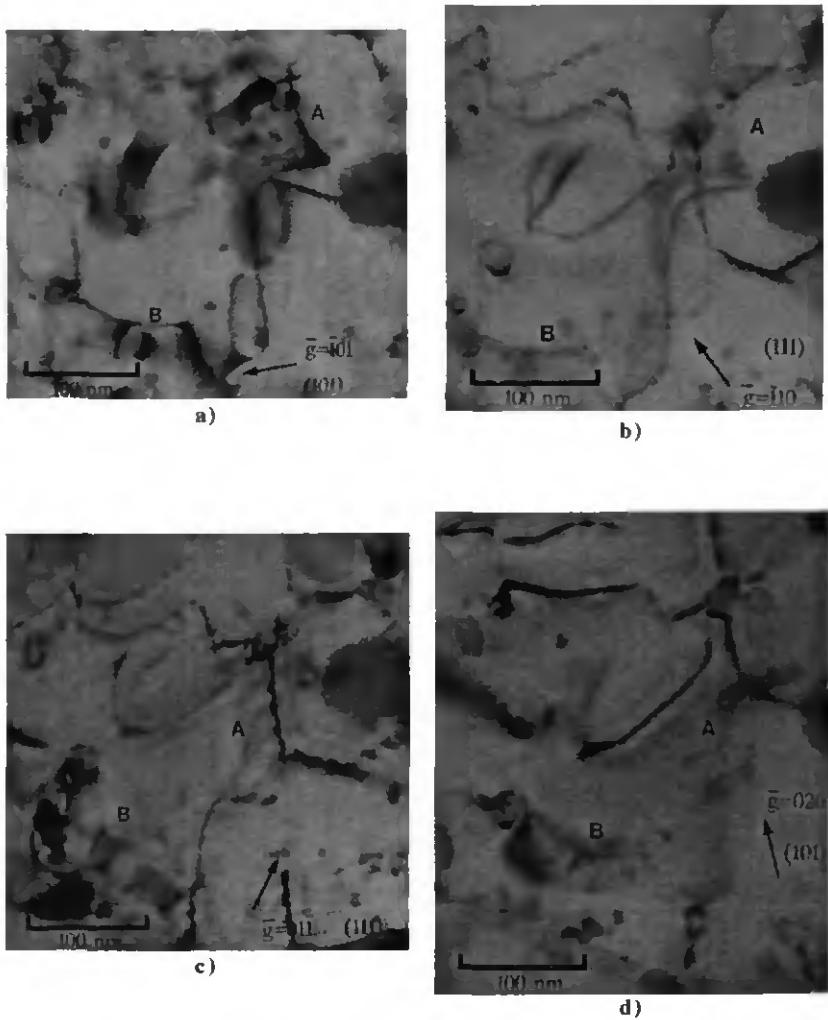


Fig 4.23 : Micrographies du matériau déformé à 500°C sous une contrainte de 400MPa.

- a)  $\vec{g} = \bar{1}01$  - Axe de zone (101). A et B visibles.
- b)  $\vec{g} = \bar{1}10$  - Axe de zone (111). A et B visibles.
- c)  $\vec{g} = 01\bar{1}$  - Axe de zone (111). A et B invisibles.
- d)  $\vec{g} = 020$  - Axe de zone (101). A et B invisibles.

Les figures 4.24 et 4.25 montrent une autre interaction où deux dislocations C et D, présentées figure 4.24, ont été analysées. Ces deux dislocations ont pour vecteur de Burgers :  $\vec{b}=[001]$  et sont décomposées en cinq parties pour la dislocation C et en trois pour la D. Le matériau a été déformé à 700°C sous une contrainte de 100MPa. L'orientation du grain est proche de la direction  $[011]$ . Comme précédemment, les micrographies ont été réalisées pour trois axes de zones différents : (011), (010) et (001). Le tableau 4.8 présente l'analyse des plans de glissement des différentes parties des deux dislocations, les symboles utilisés ayant les mêmes significations que celles définies pour les tableaux 4.6 et 4.7. Les résultats confirment à nouveau une courbure des dislocations constituée de plusieurs parties, chacune étant contenue dans un plan de glissement différent. Malgré l'invisibilité des dislocations pour les vecteurs de diffraction de l'axe de zone (001), il est possible de discerner la position des dislocations pour l'analyse des plans de glissement.

		Dislocations C et D				
		$\vec{b}$	$L_{ij}$	$\beta$	P	$S_j$
Dislocation C	1	[001]	[100]	90°	(010)	0.5
	2	[001]	[1 $\bar{1}$ 1]	54°	(110)	0.35
	3	[001]	[1 $\bar{2}$ 5]	24°	(2 $\bar{1}$ 0)	0.22
	4	[001]	[1 $\bar{1}$ 1]	54°	(110)	0.35
	5	[001]	[2 $\bar{1}$ 2]	48°	(1 $\bar{2}$ 0)	0.44
Dislocation D	6	[001]	[1 $\bar{1}$ 1]	54°	(1 $\bar{1}$ 0)	0.35
	7	[001]	[1 $\bar{1}$ 00]	90°	(010)	0.5
	8	[001]	[010]	90°	(100)	0

Tableau 4.8 : Analyse des plans de glissement des dislocations C et D de la figure 4.24.

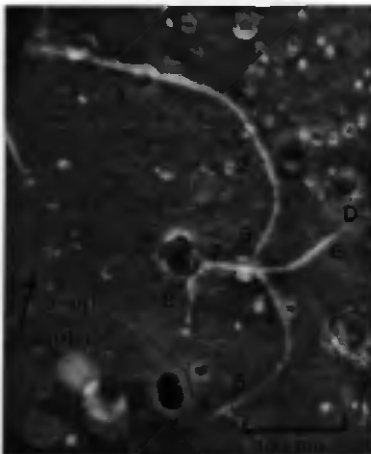


Fig 4.24 : Micrographie du matériau déformé à 700°C sous une contrainte de 100MPa.  $\vec{g} = 01\bar{1}$  - Axe de zone (011). C et D visibles.

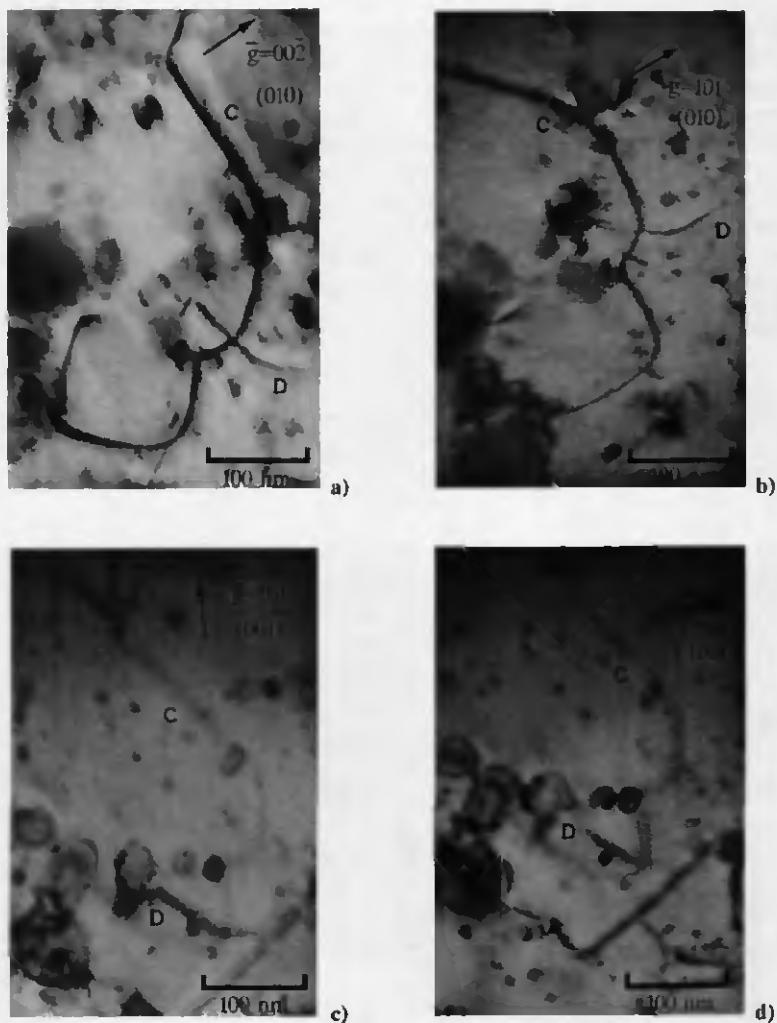


Fig 4.25 : Micrographies du matériau déformé à 700°C sous une contrainte de 100MPa.

- a)  $\vec{g} = 00\bar{2}$  - Axe de zone (010). C et D visibles.
- b)  $\vec{g} = 10\bar{1}$  - Axe de zone (010). C et D visibles.
- c)  $\vec{g} = 1\bar{1}0$  - Axe de zone (001). C et D invisibles.
- d)  $\vec{g} = 110$  - Axe de zone (001). C et D invisibles.

# **DISCUSSION**

---

## 5) DISCUSSION

*L'analyse de nos résultats expérimentaux révèle un certain nombre d'informations qui permettent d'obtenir des renseignements primordiaux pour l'explication du comportement en fluage de notre matériau. Dans cette optique, la première partie de notre discussion va présenter les enseignements généraux déductibles des résultats. A partir de ces premières conclusions, nous verrons alors que deux interprétations peuvent être suivies pour expliquer le fluage du FeAl, chacune d'elles fera l'objet d'un paragraphe de la discussion.*

### 5.1) Analyse critique des résultats expérimentaux

#### 5.1.1) Analyses microstructurales

Un premier point révélé par nos analyses de dislocations est la présence majoritaire, à 500°C comme à 700°C, de dislocations du type  $\langle 100 \rangle$ . Ce résultat, notamment à 500°C, est particulièrement intéressant. En effet, Morris et Morris [20] ont observé pour le Fe-40at%Al une transition entre des superdislocations  $\langle 111 \rangle$  à basse température et des dislocations du type  $\langle 100 \rangle$  à haute température. Cette transition s'effectue, d'après leur étude, aux alentours de 500°C pour une vitesse de déformation de  $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Un travail de thèse effectué dans notre institut par Zhao [103], a montré que lors d'une déformation par forgeage, où les vitesses de déformation sont très élevées (de l'ordre de  $10^1$  à  $1 \text{s}^{-1}$ ), cette transition se déplace vers de plus hautes températures (environ 650°C), confirmant une étude précédente [104]. Ainsi la température de transition augmenterait avec la vitesse de déformation et inversement. Donc, si à des vitesses de déformation de  $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ , la transition s'effectue vers 500°C, nous pouvons raisonnablement supposer que dans le cadre de nos fluages, où la vitesse maximum mesurée est  $3 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$ , la transition s'effectue à une température inférieure à 500°C. Ceci conforte l'observation d'une majorité de dislocations de type  $\langle 100 \rangle$ . Par la suite, lors du calcul de certaines valeurs où le vecteur de Burgers va intervenir, nous utiliserons donc celui des dislocations du type  $\langle 100 \rangle$  soit  $b_{\langle 100 \rangle} = 0.291 \text{nm}$ .

Pour les deux températures, ces dislocations  $\langle 100 \rangle$  sont généralement mixtes avec cependant un caractère coin prépondérant. Les dislocations interagissent avec les particules : nos observations montrent des dislocations ancrées à celles-ci. La courbure des dislocations, lorsqu'elles sont épinglées par les particules, n'est pas contenue dans un seul plan. En effet,

nous observons des courbures constituées de suites de segments qui sont, chacun, contenus dans des plans différents.

L'arrangement des dislocations dans les grains ne conduit pas à la formation de sous-joints. La faible taille de grains peut en être la raison. La taille des sous-grains est en effet fonction de la contrainte, et si leur formation est possible, il est évidemment nécessaire que la taille de grains soit supérieure à la taille des sous-grains.

Enfin, un dernier point intéressant à noter est la stabilité de la microstructure avec la température de déformation. La taille de grains et la distribution des oxydes restent inchangées même après être resté sous contrainte à 700°C pendant près de trois semaines. L'ajout d'oxydes d'yttrium au matériau prouve ici son efficacité grâce à sa grande stabilité. Celle-ci intervient directement en évitant la croissance des oxydes et indirectement en évitant le grossissement de la taille de grains par la présence des particules. Cette stabilité de la microstructure confirme une précédente étude sur ce matériau [105]. L'observation de particules au niveau des joints de grains permet, de plus, d'envisager que celles-ci limitent un éventuel glissement aux joints de grains.

⇒ **En résumé** : La présence majoritaire de dislocations  $\langle 100 \rangle$  à caractère coin prépondérant permet d'écarter un certain nombre de modèles liés aux dislocations vis tels que le contrôle du fluage par glissement dévié ou par le traînage de crans [106]. Un mécanisme lié au cisaillement des particules peut également être repoussé dans la mesure où les particules sont incohérentes et n'apparaissent donc pas cisillées. Le contournement des particules par le mécanisme d'Orowan est lui aussi improbable car aucune boucle de dislocation n'a été observée autour des particules, ce qui constituerait une signature de ce mécanisme. Les observations et analyses identiques à 500 et 700°C semblent indiquer un mécanisme similaire pour ces deux températures.

### 5.1.2) Essais mécaniques

Les essais mécaniques montrent certains points communs entre les fluages à 500 et 700°C. La représentation de l'évolution de la vitesse de déformation du stade secondaire en fonction de la contrainte en coordonnées logarithmiques révèle, pour les deux températures, des exposants de contrainte  $n_p$  voisins (10,2 & 11,6). Ces exposants sont supérieurs à ceux classiquement obtenus pour les métaux purs. Un second point commun est la dépendance de l'énergie d'activation apparente,  $Q_A$ , avec la contrainte. Cette dépendance, définie par le volume d'activation  $V$ , est similaire pour les deux températures et constante en fonction de la déformation. Ces deux traits communs viennent renforcer les conclusions faites suite aux observations microstructurales où nous avons envisagé un mécanisme identique à 500 et 700°C.

L'aspect général des courbes de fluage  $\dot{\epsilon} = f(\epsilon)$ , quelles que soient la température et la contrainte, révèle l'existence d'un stade stationnaire sur quelques pour cent de déformation précédé d'un stade primaire au cours duquel la vitesse de déformation chute de plusieurs ordres de grandeur. Ce type d'évolution de la vitesse de déformation au début de la déformation est traditionnellement expliqué par l'augmentation importante de la densité de dislocations. Cette densité augmentant, la contrainte interne qu'elle induit croît également, diminuant ainsi la vitesse

de déformation. Au cours du stade stationnaire, un équilibre est obtenu entre sources et puits, et la densité des dislocations reste constante.

⇒ En résumé : Ces résultats viennent renforcer les hypothèses faites pour les observations microstructurales où nous avons envisagé un même mécanisme de déformation à 500 et 700°C. Les volumes d'activation assez peu élevés et constants avec l'évolution de la déformation éliminent un contrôle possible de la déformation plastique par le franchissement des arbres de la forêt de dislocations [65]. La chute de  $\dot{\epsilon}$  au cours du stade primaire exclut un mécanisme similaire au traînage de soluté comme c'est le cas pour certaines solutions solides. Les solutés opposent une forte résistance au mouvement des dislocations et la vitesse initiale de fluage est faible. Par la suite, une augmentation progressive de la vitesse de déformation apparaît, due à l'augmentation de la densité de dislocations mobiles [46].

### 5.1.3) Démarches envisagées pour l'analyse de nos résultats

Les deux paragraphes précédents nous ont permis d'éliminer un certain nombre de mécanismes parfois évoqués afin d'expliquer la déformation en fluage de matériaux renforcés par dispersion de particules. A ce stade de notre étude, il semble raisonnable de supposer que la déformation de notre matériau s'effectue par le glissement de dislocations qui, au cours de leur déplacement, rencontrent des obstacles symbolisés par les particules d'oxydes d'yttrium. Deux démarches sont alors envisageables.

La première consiste à considérer que le matériau renforcé suit la même loi de fluage que la matrice, soit le matériau non renforcé. En d'autres termes, les mécanismes qui contrôlent le fluage du matériau renforcé et de la matrice sont identiques. La présence de particules dans le matériau renforcé n'est là que pour introduire une contrainte seuil en dessous de laquelle la déformation est impossible. Comme nous l'avons précisé lors de notre revue de littérature, il existe très peu de résultats sur le fluage de FeAl pur et aucun à notre connaissance dans la gamme de température que nous étudions. Nous pouvons néanmoins, avec nos résultats, proposer un mécanisme de déformation pour le FeAl non renforcé. En effet, il apparaît clairement après nos observations microstructurales, que l'obstacle au glissement des dislocations n'est autre que les particules. De plus, l'aspect des courbes de fluage laisse supposer l'existence d'un équilibre de la structure des dislocations permettant l'apparition du stade stationnaire. Cet équilibre est obtenu grâce à la restauration dynamique des dislocations et, en l'absence d'obstacles au glissement des dislocations (pas de particules), ce processus de restauration dynamique peut être considéré comme le mécanisme contrôlant le fluage. Ce type de mécanisme a souvent été démontré dans le cas de métaux purs et également dans le cas de matériaux renforcés où la dispersion n'intervient donc que par l'émergence d'une contrainte seuil. Nous allons donc, dans un premier temps, analyser nos résultats en considérant que le fluage du FeAl renforcé est contrôlé par la restauration dynamique moyennant l'introduction d'une contrainte seuil.

La seconde démarche que nous pouvons suivre est très différente de la première. Si nous considérons toujours qu'il existe un équilibre de la structure de dislocations au niveau du stade

stationnaire, le processus gouvernant le fluage du matériau renforcé est cette fois-ci considéré comme étant le franchissement des particules par les dislocations.

En résumé, nous décrivons le mouvement d'une dislocation dans notre matériau de la façon suivante : une fois émise la dislocation va glisser produisant ainsi une déformation plastique; au cours de cette phase de glissement, la dislocation rencontre des obstacles constitués par les particules qu'elle franchit; finalement, par un mécanisme de montée, la dislocation peut entrer dans un processus d'annihilation et permettre la restauration. La première démarche que nous allons suivre au cours du paragraphe 5.2) consiste à considérer la phase de restauration comme mécanisme de contrôle du fluage, tandis que la seconde, abordée dans le paragraphe 5.3), considère comme mécanisme le franchissement des particules.

## 5.2) Interprétation des résultats en terme de fluage par restauration

*De nombreuses études [63] considèrent la déformation en fluage de certains matériaux renforcés comme étant contrôlée par la restauration dynamique. Les particules ne sont là que pour augmenter la contrainte nécessaire à la déformation sans que leur franchissement ne soit le facteur contrôlant. La rationalisation des forts exposants de contrainte rencontrés lors de l'étude de ces matériaux est réalisée par l'introduction du concept de contrainte seuil. L'énergie d'activation doit, dans le cas d'un contrôle par restauration, être égale à l'énergie d'auto-diffusion. Or, les énergies d'activation sont souvent largement supérieures à celles de l'auto-diffusion. Ces valeurs peuvent également être rationalisées en prenant en compte les variations du module de cisaillement et de la contrainte seuil avec la température. Dans ce paragraphe nous allons confronter nos résultats avec ceux attendus lors d'un fluage contrôlé par la restauration pour valider ou rejeter ce processus.*

### 5.2.1) Rationalisation de l'exposant de contrainte

Au cours du § 4.1.3, nous avons appliqué la loi de Norton pour effectuer une première analyse de nos résultats. Les représentations graphiques  $\ln \dot{\epsilon}_s = f(\ln \sigma)$  nous ont permis de déterminer les exposants de contrainte pour le fluage à 500 et 700°C. Les valeurs obtenues ont été:

$$- n_0 = 10,2 \text{ à } 500^\circ\text{C}$$

$$- n_0 = 11,6 \text{ à } 700^\circ\text{C.}$$

Ces valeurs sont élevées, comme traditionnellement observé lors du fluage de matériaux renforcés. Ces valeurs élevées ne sont pas explicables par les théories classiques du fluage et pour les rationaliser, le concept de contrainte seuil a été introduit. Cependant, pour que ce concept soit validé, il faut pouvoir accorder aux valeurs de contrainte seuil une signification physique. Il faut, de plus, parvenir à expliquer les valeurs de l'énergie d'activation.

Le concept de contrainte seuil explique le fluage du matériau renforcé en lui attribuant la même loi que le matériau non renforcé, la matrice, modifiée simplement par l'introduction d'une contrainte seuil  $\sigma_0$ . Ainsi, pour obtenir la même vitesse de déformation, le matériau renforcé a besoin d'une contrainte égale à  $\sigma + \sigma_0$  quand le matériau non renforcé a seulement besoin d'une contrainte égale à  $\sigma$ . En prenant pour la matrice une loi du type  $\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n$ , la loi de fluage pour le matériau renforcé peut s'écrire :

$$\dot{\epsilon}_s = A(\sigma - \sigma_0)^n \quad (\text{eq. 5.1})$$

L'exposant de contrainte  $n_0$  déterminé pour le matériau renforcé est donc automatiquement ramené à la valeur  $n$  de la matrice. L'exposant de contrainte est ainsi directement rationalisé.

### 5.2.2) Détermination des contraintes seuils

Une façon de procéder pour déterminer la contrainte seuil est de comparer les courbes donnant la vitesse de déformation du stade secondaire en fonction de la contrainte pour la matrice et le matériau renforcé [67]. La contrainte seuil se déduit alors par la différence entre les courbes (§ 2.4.2.b). Cette technique n'a pu être utilisée dans notre cas, dans la mesure où aucune étude sur le fluage du Fe-40at%Al à 500 et 700°C n'a été effectuée. Nous avons donc déterminé la contrainte seuil par une autre représentation graphique. En effet, le concept de contrainte seuil permet d'écrire, pour le matériau renforcé, la relation 5.1 précédemment introduite, où  $n$  est l'exposant de contrainte relatif à la matrice. La représentation graphique de  $\sigma = f(\dot{\epsilon}_s^{1/n})$  permet de déterminer  $\sigma_0$  par l'ordonnée à l'origine. Avec cette méthode, nous déterminons donc une contrainte seuil qui est constante en fonction de la contrainte, tandis que par la comparaison des courbes relatives à la matrice et au matériau renforcé il est possible de distinguer une éventuelle évolution de  $\sigma_0$  avec  $\sigma$ . De nombreuses théories prédisent, pour l'évaluation de la contrainte seuil, une valeur indépendante de la contrainte et nous pouvons alors comparer nos résultats avec ces mécanismes.

Avant de déterminer  $\sigma_0$  par cette méthode, il faut préalablement définir l'exposant de contrainte  $n$  pour la matrice. Nous avons choisi de prendre deux valeurs pour  $n$ . La première,  $n=4$  est souvent utilisée pour le fluage de métaux purs et notamment dans le cadre d'une étude sur le FeAl [107]. Les courbes de fluage, et précisément lors du stade primaire, sont représentatives du comportement des métaux purs, ce qui rend cette valeur de  $n$  envisageable. La deuxième,  $n=8$  a été proposée par Sherby et al. [51] pour expliquer les caractéristiques de fluage de matériaux où la structure de dislocations (taille des sous-grains) reste constante en fonction de la contrainte. Dans le cadre des matériaux renforcés, la structure de dislocations (sous-joints ou réseau de Franck), peut être dictée par la distance interparticulaire et ainsi être considérée constante en fonction de la contrainte. Nos observations microstructurales n'ayant pas révélé de variation de la taille des particules et des grains, ni donc de variation de la distance interparticulaire, il paraît possible d'envisager cette valeur de  $n$ . Celle-ci a été utilisée avec succès pour l'étude d'un alliage d'aluminium renforcé par dispersion [108].

Le choix des exposants de contrainte, relatifs à la matrice, étant fixé, nous pouvons représenter graphiquement les courbes  $\sigma = f(\dot{\epsilon}_s^{1/4})$  et  $\sigma = f(\dot{\epsilon}_s^{1/8})$  et déterminer les valeurs de  $\sigma_0$ . Les courbes sont présentées figures 5.1 et 5.2 et les résultats sont synthétisés dans le tableau 5.1. Un calcul d'erreur sur l'ordonnée à l'origine a été effectué pour un intervalle de confiance de 90%.

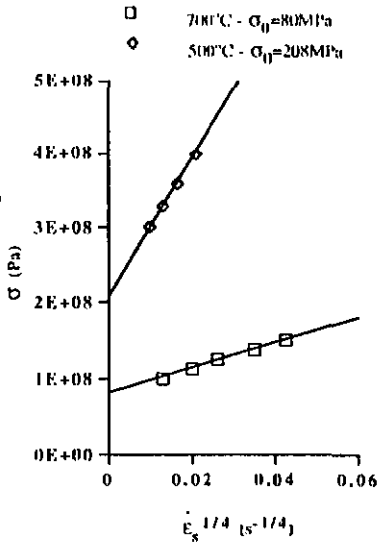


Fig 5.1 : Détermination de la contrainte seuil pour  $n=4$ .

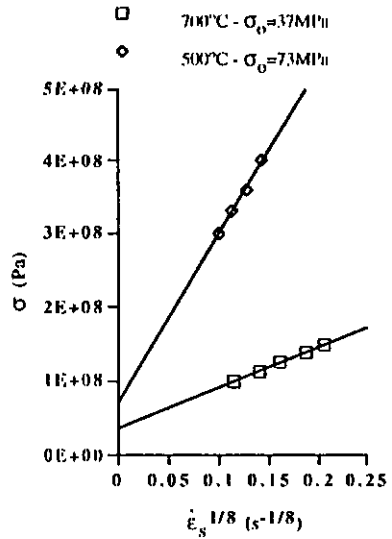


Fig 5.2 : Détermination de la contrainte seuil pour  $n=8$ .

	$n=4$	$n=8$
Fluage à 500°C	$\sigma_0 \approx (208 \pm 2)$ MPa	$\sigma_0 \approx (73 \pm 2)$ MPa
Fluage à 700°C	$\sigma_0 \approx (80 \pm 4)$ MPa	$\sigma_0 \approx (37 \pm 3)$ MPa

Tableau 5.1 : Valeurs des contraintes seuils déterminées suivant le choix de  $n$ .

Pour être validées, les valeurs de contraintes seuils présentées dans le tableau 5.1 sont comparées, dans le paragraphe suivant, aux valeurs prévues par les différents modèles présentés au paragraphe 2.4.3. Malgré les interactions dislocation/particule révélées par les observations microstructurales, un mécanisme de montée ne peut être écarté pour expliquer nos valeurs de contraintes seuils.

### 5.2.3) Comparaison des contraintes seuils expérimentales et théoriques

Lagneborg et al. [64] ont déterminé, pour des alliages à base de nickel, un régime de contrainte pour lequel la contrainte seuil est constante et égale à la contrainte athermique d'Orowan  $\sigma_{OR}$ . Même si nos observations microstructurales réfutent cette hypothèse, avant de nous intéresser à des mécanismes de montée nous pouvons, dans un premier temps, calculer, pour notre distribution de particules, la contrainte d'Orowan correspondante. Cette valeur représente en effet une contrainte de "référence" pour l'étude de matériaux renforcés par dispersion. Pour la calculer, nous utilisons la relation 2.30 :

$$\sigma_{OR} = \frac{0,84M}{2\pi(1-\nu)^{1/2}} \frac{Gb}{(\lambda-\phi)} \ln\left(\frac{r}{b}\right)$$

Pour obtenir les valeurs de G à 700 et 500°C, nous avons utilisé le travail de Leamy et al. [109]. Nous avons obtenu les valeurs :  $G_{500} \approx 49 \text{ GPa}$  et  $G_{700} \approx 41,5 \text{ GPa}$ .

Nous obtenons donc : -  $\sigma_{OR} \approx 285 \text{ MPa}$  à 500°C  
 -  $\sigma_{OR} \approx 240 \text{ MPa}$  à 700°C

Quelle que soit la valeur de l'exposant de contrainte n, la contrainte d'Orowan calculée est supérieure aux contraintes seuils obtenues (voir tableau 5.1). De plus, à 700°C, les contraintes appliquées en fluage sont inférieures à  $\sigma_{OR}$ , ce qui rend par définition ce mécanisme impossible. Il est donc clair qu'un mécanisme tel que le mécanisme d'Orowan ne peut être responsable de notre fluage.

Concernant la contrainte seuil pour le processus de détachement modélisé par Arzt et al. [92], il faudrait pouvoir disposer de la valeur du paramètre de relaxation k pour utiliser la relation 2.37. Si Arzt et al. [93] ont défini une méthode pour le calcul de k, il est important de noter qu'elle n'est utilisable que dans le cas où l'activation thermique contribue au détachement, c'est à dire que la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte seuil de détachement. Cette condition n'est évidemment pas remplie s'il faut considérer une contrainte seuil pour le fluage égale à la contrainte seuil de détachement. Si la valeur de k n'est pas accessible par une modélisation, en considérant les valeurs de contraintes seuils du tableau 5.1 comme les valeurs des contraintes seuils de détachement, la relation 2.37 permet de calculer les valeurs de k suivantes :

- n=4 : k=0,9 à 500°C et k=0,98 à 700°C  
 - n=8 : k=0,98 à 500°C et k=0,99 à 700°C.

A part pour n=4 à 500°C, les valeurs de k ne sont pas très favorables à un contrôle par un processus de détachement (§ 2.3.4.b). Quoiqu'il en soit, nous allons par la suite estimer si des contraintes seuils telles que celles définies par le tableau 5.1 sont compatibles avec l'ensemble de nos résultats. Si cela s'avère être le cas, il sera alors utile d'étudier plus en détail la possibilité d'une contrainte seuil liée au processus de détachement.

Nous allons maintenant nous intéresser à des mécanismes où la température intervient dans le dépassement des particules. En effet, un des paramètres importants dont la mobilité d'une dislocation dépend, est la température. Celle-ci joue un rôle essentiel en fournissant de l'énergie thermique pouvant faciliter le déplacement des dislocations. Les mécanismes de déformation

peuvent ainsi être différents de ceux agissant à basse température : montée des dislocations, fluage diffusion, etc... Dans la gamme de températures qui nous intéresse ( $0.48T_f$  et  $0.59T_f$ ), la montée des dislocations est un mécanisme de déformation envisageable. Beaucoup d'études ont été réalisées pour modéliser ce mécanisme lors du franchissement de particules en faisant apparaître des contraintes seuils pour la montée (§ 2.4.3).

Brown et Ham [76] ont modélisé la montée locale autour de particules cubiques. Leurs résultats conduisent à une contrainte seuil égale à environ 70% de la contrainte d'Orowan. Plus tard, Shewfelt et Brown [77] se sont intéressés à ce même mécanisme dans le cas cette fois de particules sphériques. Ils obtiennent alors une contrainte seuil de l'ordre de  $\tau_0=0.32Gb/\lambda$ . Lagneborg [78] s'est, lui, intéressé au processus de montée généralisée en mettant en avant le fait que la montée locale constitue un mécanisme hors d'équilibre du fait du fort rayon de courbure de la dislocation dans ce cas. Il définit, lors du mécanisme de montée générale, une contrainte seuil  $\sigma_0$  qui dépend de la contrainte appliquée  $\sigma$  :  $\sigma_0=0.7\sigma$ . Ce coefficient de proportionnalité a été confirmé par Lagneborg et Bergman [64]. Il est clair que, dans ce cas de figure, la contrainte seuil mesurée à l'ordonnée à l'origine d'un graphe  $\sigma = f(\dot{\epsilon}_s^{1/n})$  doit être nulle. En prenant d'autres hypothèses initiales, Arz et Ashby [81] ont obtenu deux nouvelles valeurs de contrainte seuil pour les processus de montée locale et de montée générale :  $\tau_0=0.3Gb/\lambda$  pour la montée locale et  $\tau_0=0.03Gb/\lambda$  pour la montée générale. Arz et Rösler [82], en étudiant la cinétique de la montée des dislocations sur des particules, ont montré que le processus de montée locale n'est pas un processus d'équilibre. Ils calculent une contrainte seuil égale à :  $\tau_0=(h^*/\lambda)(Gb/\lambda)$ . Dans le cas de particules sphériques, ils rapprochent le rapport  $(h^*/\lambda)$  de  $r/\lambda$ , soit, dans notre cas, un rapport d'environ 0.07. (Dans ces relations,  $h^*$  définit la hauteur des particules, cf fig 2.31).

Afin de comparer l'ensemble des prévisions de ces modèles à nos valeurs de contrainte seuil, nous avons regroupé tous les résultats en unité  $Gb/\lambda$  dans le tableau 5.2, sauf pour le modèle de Lagneborg. Il est à noter que les contraintes données dans ce tableau sont toutes des contraintes de cisaillement, et que les variations du module de cisaillement avec la température sont prises en compte.

Le tableau 5.2 ne permet pas de mettre en évidence une relation directe de nos valeurs de contrainte seuil avec un processus de montée locale ou un processus de montée généralisée. L'ordre de grandeur des contraintes seuils obtenues avec un exposant  $n=4$  est néanmoins plus en liaison avec un processus de montée locale qu'un processus généralisé. Le processus de montée généralisée, tel que défini par Lagneborg [78], est lui à éliminer. En effet, la proportionnalité entre la contrainte seuil et la contrainte appliquée doit conduire à une ordonnée à l'origine (donc une contrainte seuil) nulle sur les graphes  $\sigma = f(\dot{\epsilon}_s^{1/n})$  (fig 2.30), et les exposants de contrainte  $n$  et  $n_0$  doivent être égaux (§ 2.3.2a). La valeur  $n=8$  implique des contraintes seuils qui, cette fois-ci, sont plus en rapport avec un processus de montée générale. La contrainte seuil obtenue à  $700^\circ\text{C}$  ( $0.09Gb/\lambda$ ) est même assez proche de la valeur définie par Arz et Rösler [82] ( $0.07Gb/\lambda$ ). Quoi qu'il en soit, l'accord entre l'ensemble nos valeurs et celles des modèles n'est pas probant. Nous allons néanmoins poursuivre ce développement afin d'affiner l'étude de nos essais de fluage avec le concept de contrainte seuil.

n=4	Fluage à 700°C	0.2Gb/λ
	Fluage à 500°C	0.44Gb/λ
n=8	Fluage à 700°C	0.09Gb/λ
	Fluage à 500°C	0.15Gb/λ
Shewfelt et Brown [77]	montée locale	0.32Gb/λ
Lagneborg [78]	montée générale	$\tau_n=0.7\tau$
Arzt et Ashby [81]	montée locale	0.3Gb/λ
	montée générale	0.04Gb/λ
Arzt et Rösler [82]	montée générale	0.07Gb/λ

Tableau 5.2 : Comparaison de nos contraintes seuils avec celles prévues par différents processus de montée.

Un point intéressant à considérer ici est l'impact d'une contrainte seuil constante sur l'exposant de contrainte  $n_0$  du matériau renforcé. En effet, l'utilisation de la loi de Norton modifiée par le concept de contrainte seuil, implique une dépendance de l'exposant de contrainte  $n_0$  en fonction de la contrainte dans le cas où  $\sigma_n = \text{cte}$ . Comme nous l'avons précisé au § 2.3.2a, le lien entre les exposants de contrainte  $n_0$  et  $n$  avec la contrainte appliquée est donné par la relation 2.28 :

$$n_0 = \frac{n\sigma}{\sigma - \sigma_n}$$

En prenant pour  $n$  les deux valeurs précédemment envisagées et les contraintes seuils correspondantes, nous pouvons calculer l'évolution de  $n_0$  dans la gamme de contraintes utilisée. Les résultats sont présentés dans le tableau 5.3.

	Fluage à 700°C		Fluage à 500°C	
	$\sigma=100\text{MPa}$	$\sigma=150\text{MPa}$	$\sigma=300\text{MPa}$	$\sigma=400\text{MPa}$
n = 4	$n_0=20 \pm 5$	$n_0=8.5 \pm 1$	$n_0=1.3 \pm 2$	$n_0=8.5 \pm 1$
n = 8	$n_0=12.5 \pm 1$	$n_0=10.5 \pm 1$	$n_0=10.5 \pm 1$	$n_0=10 \pm 1$

Tableau 5.3 : Évolution de  $n_0$  avec la contrainte

En observant la figure 4.6 du § 4.1.3, le choix d'une contrainte seuil constante, déterminée avec  $n=4$ , peut être écarté pour le fluage à 700°C. En effet, malgré l'échelle de vitesse de déformation restreinte présentée figure 4.6, une variation de  $n_0$  comprise entre 20 et 8.6 paraît impossible.

Dans les autres cas de figure, les résultats du tableau 5.3 ne peuvent être clairement validés en comparaison avec les courbes de la figure 4.6.

Si l'utilisation du concept de contrainte seuil dans notre cas donne des valeurs de  $\sigma_0$  qui n'apportent pas de corrélations très satisfaisantes, nous allons dans le paragraphe suivant évaluer si la rationalisation de l'énergie d'activation apparente du fluage est, elle, plus convaincante.

#### 5.2.4) Rationalisation de l'énergie d'activation apparente

Dans le cadre de la déformation en fluage contrôlée par la restauration dynamique, l'énergie d'activation du fluage doit être comparée aux énergies d'activation des mécanismes de diffusion : diffusion en volume ou diffusion par le creux des dislocations. L'énergie d'activation de ce dernier mécanisme est souvent prise égale à la moitié de l'énergie pour la diffusion en volume. Les valeurs d'énergie d'activation déterminées au § 4.2 sont, pour la déformation à 700°C, supérieures à l'énergie d'auto-diffusion : 445 kJ.mol<sup>-1</sup> pour  $\sigma=115$  MPa et 425 kJ.mol<sup>-1</sup> pour  $\sigma=160$  MPa contre 290 kJ.mol<sup>-1</sup> pour l'auto-diffusion. Dans le cas de la déformation à 500°C, les énergies trouvées sont légèrement inférieures à l'auto-diffusion. Une première correction à apporter aux mesures d'énergie d'activation, et que nous avons effectuée, est de prendre en considération la dépendance du module de cisaillement avec la température. L'énergie d'activation mesurée est une énergie d'activation apparente  $Q_A$  et la valeur corrigée est nommée  $Q_C$ . En partant de l'équation de Dorn et al. [53] établie pour la restauration, il est possible d'établir la relation suivante entre  $Q_A$  et  $Q_C$  :

$$Q_C = Q_A + R_M T^2 - (n-1) \frac{R_M T^2}{G} \left( \frac{-dG}{dT} \right) \quad (\text{eq. 5.2})$$

De la même façon que pour déterminer les valeurs de  $G$  pour les températures de 500 et 700°C, la variation de  $G$  avec la température ( $dG/dT$ ) a été déduite du travail de Leamy, Gibson et Kaysers [109] :  $dG/dT \approx -37,5$  MPa.K<sup>-1</sup>. Le tableau 5.4 donne les valeurs corrigées  $Q_C$ .

	500°C		700°C	
$\sigma$ (MPa)	330	400	115	160
$Q_A$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	280	250	445	425
$Q_C$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	251	221	378	358

Tableau 5.4 : Correction de l'énergie d'activation en tenant compte de la dépendance du module de cisaillement avec la température.

Cette correction n'apparaît pas suffisante pour ramener les valeurs d'énergie d'activation  $Q_A$  à 700°C vers la valeur de l'auto-diffusion. De plus, cette correction ne donne pas d'explication à la dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte. A la dépendance des modules d'élasticité avec la température, nous pouvons ajouter une correction liée à la dépendance de la

contrainte seuil avec la température. Le lien entre  $Q_A$  et  $Q_C$  est alors donné par la relation 2.27 préalablement introduite au § 2.3.2a :

$$Q_A = Q_C - R_M T + (n_0 - 1) \frac{R_M T^2}{G} \left( -\frac{dG}{dT} \right) + \frac{n_0 R_M T^2}{\sigma - \sigma_0} \left( -\frac{d\sigma_0}{dT} \right)$$

Avec cette relation, il est alors possible d'expliquer une dépendance de  $Q_A$  avec la contrainte alors que  $Q_C$  peut être constante comme cela doit être le cas pour la restauration. Le dernier terme à droite de l'égalité est en effet fonction de la contrainte. La difficulté, dans notre cas, est la détermination de la variation de la contrainte seuil avec la température. Nous pouvons calculer cette variation par les valeurs de contraintes seuils obtenues à 500 et 700°C (tableau 5.1), mais nous obtenons alors des variations très importantes. En procédant de la sorte, l'idéal serait en fait de disposer de contraintes seuils pour des températures plus proches [108]. Certains auteurs [63] attribuent à  $\sigma_0$  la même dépendance en température que celle du module de cisaillement. Cette dernière possibilité a également été testée. Le tableau 5.5 donne, d'une part, une vue synthétique des valeurs de  $Q_A$  obtenues et, d'autre part, la valeur calculée de la dépendance de  $Q_A$  avec la contrainte,  $\Delta Q_A'$ , donnée par le dernier terme à droite de l'équation 2.27. Cette valeur est à comparer avec la dépendance observée de  $Q_A$  :  $\Delta Q_A$ .

T	n=4				n=8				
	700°C		500°C		700°C		500°C		
$\sigma$ (MPa)	115	160	330	400	115	160	330	400	
$Q_A$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	445	425	280	250	445	425	280	250	
$\Delta Q_A$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	20		30		20		30		
$Q_C$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	162		70		258		291		①
$\Delta Q_A'$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	325		139		53		6		
$Q_C$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	369		384		251		229		②
$\Delta Q_A'$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	35		8		10		1		

Tableau 5.5 : Présentation de la correction de l'énergie d'activation en tenant compte des variations de la contrainte seuil et du module de cisaillement avec la température.

$$\textcircled{1} \rightarrow \frac{d\sigma_0}{dT} \text{ calculée à partir des valeurs de } \sigma_0 \text{ (tableau 5.1)} \Rightarrow \begin{cases} \rightarrow d\sigma_0/dT \approx -0,64 \text{ MPa.K}^{-1} \text{ pour } n = 4, \\ \rightarrow d\sigma_0/dT \approx -0,18 \text{ MPa.K}^{-1} \text{ pour } n = 8. \end{cases}$$

$$\textcircled{2} \rightarrow \frac{d\sigma_0}{dT} \text{ calculée à partir de } \frac{dK}{dT} \Rightarrow \begin{cases} \rightarrow d\sigma_0/dT \approx -0,07 \text{ MPa.K}^{-1} \text{ pour } n = 4 \text{ et } T = 700^\circ\text{C}, \\ \rightarrow d\sigma_0/dT \approx -0,035 \text{ MPa.K}^{-1} \text{ pour } n = 8 \text{ et } T = 700^\circ\text{C}, \\ \rightarrow d\sigma_0/dT \approx -0,15 \text{ MPa.K}^{-1} \text{ pour } n = 4 \text{ et } T = 500^\circ\text{C}, \\ \rightarrow d\sigma_0/dT \approx -0,055 \text{ MPa.K}^{-1} \text{ pour } n = 8 \text{ et } T = 500^\circ\text{C}. \end{cases}$$

Le tableau 5.5 permet de constater qu'en prenant pour la variation de  $\sigma_0$ , en fonction de la température, la variation mesurée ou une variation proportionnelle à celle du module de cisaillement, l'énergie corrigée  $Q_c$  obtenue reste différente des énergies de diffusion et fonction de la contrainte. Un point également particulièrement important est que la dépendance de  $Q_A$  avec la contrainte reste inexpliquée. Les résultats obtenus peuvent même parfois apparaître incohérents.

Si la comparaison des contraintes seuils obtenues avec celles prévues par les modèles laissait, grâce à des ordres de grandeur comparables, une possibilité au concept de contrainte seuil d'expliquer nos résultats de fluage, les valeurs d'énergie d'activation permettent de rejeter définitivement cette hypothèse. Ces dernières ne peuvent être expliquées, que l'on s'intéresse à leur valeur ou à leur dépendance avec la contrainte. Le fluage du FeAl renforcé n'est donc pas contrôlé par la restauration. Nous pouvons alors nous orienter vers la deuxième possibilité d'interprétation envisagée au paragraphe 5.1.3), c'est à dire le contrôle du fluage par le franchissement des obstacles au glissement des dislocations : les particules d' $Y_2O_3$ .

### 5.3) Fluage contrôlé par le franchissement des particules

*Nous allons dans ce chapitre examiner la deuxième possibilité d'interprétation évoquée au paragraphe 5.1.3). La vitesse de fluage est alors contrôlée par le franchissement des particules. Nos essais de fluage étant effectués à 500 et 700°C, une contribution de la température doit être prise en compte pour le franchissement des particules : le franchissement est thermiquement activé. Les premières idées sur le dépassement thermiquement activé de particules ont donné lieu à des modèles où la montée de la dislocation sur la particule était le mécanisme prépondérant. Plus récemment, des observations et des considérations théoriques ont mis l'accent sur l'existence d'une interaction attractive entre dislocation et particule à haute température. Arzt et al. ont développé un modèle où le détachement de la dislocation de l'interface matrice/particule est le facteur contrôlant la vitesse de déformation. Avant d'étudier plus en détail ces possibilités pour expliquer le fluage de notre matériau, nous pouvons dans un premier temps nous intéresser aux paramètres d'activation que nous avons déterminés pour évaluer leur cohérence les uns par rapport aux autres.*

#### 5.3.1) Dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte

Le formalisme de l'activation thermique permet d'introduire une variation éventuelle de l'énergie d'activation  $Q_c$  (enthalpie interne) avec la contrainte. L'énergie d'activation apparente  $Q_A$  étant différente de  $Q_c$ , en raison de la dépendance de  $\dot{\epsilon}_0$  avec la température, il est raisonnable de supposer pour  $Q_A$  et  $Q_c$  une dépendance identique avec la contrainte. Le formalisme de l'activation thermique décompose l'énergie à fournir pour le franchissement de l'obstacle,  $Q_{obs}$ , en deux parties : l'une est l'énergie d'activation  $Q_c$  correspondant à la contribution thermique, et l'autre correspond au travail de la contrainte appliquée  $\tau V$  pour le franchissement. La vitesse de déformation en fluage est en effet exprimée par la relation (§ 2.2.6) :

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{Q_c}{k_B T}\right) = \dot{\epsilon}_0 \exp\left(-\frac{Q_{00} - \tau V}{k_B T}\right) \quad (\text{eq. 5.3})$$

La dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte est définie par le volume d'activation donné par la relation :

$$V = -\left(\frac{\partial Q_c}{\partial \tau}\right)_{T,s} \quad (\text{eq. 5.4})$$

Un premier point est donc de vérifier si la dépendance de l'énergie d'activation apparente avec la contrainte est correctement décrite par le volume d'activation. Pour cela, nous pouvons comparer les volumes d'activation déterminés de deux manières différentes :

- la première consiste à utiliser l'équation 5.4 en prenant les valeurs d'énergie déterminées expérimentalement (voir tableau 4.3 §4.2). Il faut noter qu'avec deux valeurs de  $Q_A$  par température, nous sommes amené à supposer que la dépendance de  $Q_A$  avec la contrainte est linéaire. En d'autres termes, le volume d'activation est supposé indépendant, ou peu dépendant, de la contrainte. Le calcul des volumes d'activation nous donne les résultats suivants :

$$\Rightarrow V = 89b^3 = 44,5\Omega \text{ à } 700^\circ\text{C}$$

$$\Rightarrow V = 86b^3 = 43\Omega \text{ à } 500^\circ\text{C}.$$

- La seconde méthode consiste à faire une mesure directe du volume d'activation par des sauts de vitesse de déformation en cours de déformation (§4.3). Nous avons obtenu les résultats suivants :

$$\Rightarrow V = 77b^3 = 38,5\Omega \text{ pour la déformation à } 700^\circ\text{C}$$

$$\Rightarrow V = 75b^3 = 37,5\Omega \text{ pour la déformation à } 500^\circ\text{C}.$$

Le bon accord entre les valeurs des volumes d'activation obtenues par les deux méthodes supporte fortement l'hypothèse que l'énergie d'activation apparente du fluage (et  $Q_A$ ) est dépendante de la contrainte appliquée. Notre hypothèse quant à une dépendance linéaire de  $Q_A$  avec la contrainte paraît également raisonnable dans la mesure où, lors des sauts de vitesse de déformation, les volumes ont été mesurés pour des niveaux de contrainte de l'ordre de 190 MPa à 700°C et 610 MPa à 500°C (§ 4.3). Le volume d'activation semble donc relativement indépendant de la contrainte. L'égalité des volumes pour les deux températures permet de penser que l'obstacle qui gouverne la vitesse de déformation en fluage du matériau est identique à 500 et 700°C. Cette conclusion confirme nos observations expérimentales en MET où nous avons constaté que pour les deux températures les dislocations sont majoritairement ancrées aux particules. Dans les deux cas, les particules semblent donc bien être l'obstacle contrôlant le fluage du matériau. Enfin, le bon accord entre la dépendance de  $Q_A$  en contrainte et le volume d'activation mesuré par sauts de vitesse conforte la validité de notre procédure pour la détermination de l'énergie d'activation. La mesure de  $Q_A$  par sauts de température ne garantissait pas une mesure à structure constante dû à l'inertie des sauts de température, contrairement à la mesure des volumes qui, elle, a pu être effectuée instantanément. L'évolution possible de la

structure au cours des sauts de température n'a donc apparemment pas affecté les valeurs d'énergie d'activation.

Il existe une troisième possibilité pour évaluer le volume d'activation. En effet, la combinaison des équations 2.3 et 3.4 permet de relier le volume d'activation  $V$  à l'exposant de contrainte  $n$  par la relation :

$$V = \frac{nk_n T}{\tau} \quad (\text{eq. 5.5})$$

En prenant pour  $n$  les valeurs de  $n_0$ , cette relation permet immédiatement de voir que la condition  $n_0$  constant implique un volume d'activation inversement proportionnel à la contrainte, ce qui est contraire à nos précédentes conclusions. Le tableau 5.6 présente les valeurs de  $n_0$  prévues par la relation 5.5 si le volume est pris constant, et égal aux valeurs mesurées, et réciproquement, les valeurs du volume d'activation également prévues par la relation 5.5 si  $n$  est pris constant et égal à  $n_0$ . Cette troisième possibilité pour le calcul de  $V$  donne des résultats très différents de ceux obtenus précédemment. Les valeurs de l'exposant de contrainte sont très éloignées de celles que nous avons obtenues soit 10,2 à 500°C et 11,6 à 700°C. En prenant ces valeurs de  $n_0$ , les volumes d'activation calculés deviennent, comme prévu, dépendants de la contrainte. Néanmoins, si nous considérons l'ensemble des valeurs possibles pour le volume d'activation en fonction des mécanismes, les valeurs trouvées restent de l'ordre de grandeur de celles obtenues par les deux autres méthodes. Cette différence dans les valeurs du volume d'activation peut s'expliquer en reconsidérant les conditions dans lesquelles  $n$  et  $V$  sont mesurés. La valeur de l'exposant de contrainte  $n$  donne l'évolution de la vitesse de fluage en fonction de la contrainte, pour une température donnée. Cette valeur englobe à la fois la dépendance en contrainte du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation, et la dépendance en contrainte de la structure de dislocation : la loi puissance (eq. 2.3) prend en compte tous les paramètres dépendant de la contrainte. Parallèlement, le volume d'activation est un paramètre qui détermine également la dépendance de la vitesse de déformation avec la contrainte, mais les conditions dans lesquelles il est mesuré (sauts de vitesse de déformation instantanés) donnent une valeur à température et structure de dislocation constantes. Seule la dépendance en contrainte du mécanisme contrôlant la vitesse de déformation est prise en compte. Ces différences de conditions pour les mesures de  $n$  et  $V$  permettent d'envisager que l'égalité 5.5 peut ne pas être vérifiée.

	700°C		500°C	
$\sigma$ (MPa)	100	150	300	400
$\tau$ (MPa)	33,3	50	100	133,3
$n_0$ pour $V=77b^3=38,5\Omega$	4,6	7	17,6	23,5
$V$ pour $n$ cte ( $= n_0$ )	$189b^3$	$126b^3$	$44b^3$	$33b^3$
$V = \frac{n_0 k_n T}{\tau}$	94,5 $\Omega$	63 $\Omega$	22 $\Omega$	16,5 $\Omega$

Tableau 5.6 : Calcul des valeurs de  $n_0$  et  $V$  à partir de la relation 5.5.

Il n'en reste pas moins que l'ensemble de nos résultats sur les paramètres d'activation est cohérent et permet d'affirmer que les énergies d'activation  $Q_A$  et  $Q_i$  sont dépendantes de la contrainte, cette dépendance étant correctement décrite par le volume d'activation. Nous allons, dans la suite de ce chapitre, exploiter les valeurs des paramètres d'activation afin d'identifier le mécanisme par lequel les dislocations franchissent les particules.

### 5.3.2) Franchissement des particules par un mécanisme de montée

Au paragraphe 5.2.3, nous avons considéré la vitesse de fluage comme étant contrôlée par la restauration dynamique, les particules étant franchies par un mécanisme de montée, donnant lieu à l'apparition d'une contrainte seuil. Dans le cas où la vitesse de fluage est contrôlée par le franchissement des particules par les dislocations, les mécanismes de montée peuvent-ils expliquer nos résultats ?

Rösler et Arzt [82] ont montré que le processus de montée générale conduit à des exposants de contraintes maximum de l'ordre de 6. Cette valeur maximale est de beaucoup inférieure aux exposants de contrainte déterminés et un contrôle de la vitesse de déformation par un tel processus semble peu envisageable. Concernant le mécanisme de montée locale, Arzt et Rösler [83] précisent qu'il peut être stabilisé par l'existence d'une relaxation de l'énergie de la dislocation à l'interface. Cependant, dans ce cas, en plus du processus de montée un processus de détachement apparaît. Or, l'obstacle que constitue le détachement pour le mouvement de la dislocation est le plus important des deux, ne permettant pas à la montée locale d'être considérée comme un processus pouvant contrôler la vitesse de déformation.

Par conséquent, ni un processus de montée générale, qui conduit à des exposants de contrainte maximum de 6, ni un processus de montée locale, qui lorsqu'il est envisageable devient négligeable devant le détachement, peuvent être évoqués pour notre matériau.

### 5.3.3) Application du modèle de Arzt

En partant des analyses de Srolovitz et al. [88-90], Arzt et al. [92,93] ont développé un modèle de fluage où la vitesse de déformation est contrôlée par le détachement de la dislocation de la particule. Ce processus de détachement dépend de la relaxation de l'énergie de la dislocation à l'interface matrice/particule. Contrairement à Srolovitz et al., Arzt et al. ne considèrent qu'une relaxation partielle de cette énergie. Ils définissent un paramètre de relaxation  $k$  qui traduit une énergie de ligne, par unité de longueur, de la dislocation à l'interface  $E_A$  inférieure à celle de la matrice  $E_M$  :  $E_A = kE_M$ . Leur modélisation conduit à une contrainte  $\tau_d$  nécessaire au détachement de la dislocation de la particule (eq. 2.37) :

$$\tau_d = \frac{Gb}{\lambda} \sqrt{1-k^2}$$

Lorsque la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte de détachement  $\tau_d$ , l'activation thermique fournit alors l'énergie nécessaire au processus. Leurs calculs définissent cette énergie

$E_d$  comme (eq. 2.41) :

$$E_d = Gb^2r[(1-k)(1-\tau/\tau_d)]^{1/2}$$

L'énergie d'activation du fluage est égale à la somme de l'énergie d'activation du détachement  $E_d$ , et de l'énergie d'auto-diffusion permettant la montée de la dislocation à l'interface.

Enfin, ils définissent une valeur critique de  $k$  en dessous de laquelle le processus lié au détachement de la particule est dominant par rapport au mécanisme de montée locale (eq. 2.39) :

$$k_{crit} = 0.94 \left(1 - \frac{2r}{\lambda}\right)^{0.0173} \quad \text{soit dans notre cas : } k_{crit} = 0.93.$$

Ainsi, même pour une très faible relaxation à l'interface, le contrôle du fluage par le processus de détachement est prédominant devant le processus de montée locale. De plus, si le mécanisme de montée est général, ce qui est d'autant plus envisageable que le facteur de relaxation  $k$  est proche de 1, la valeur de  $k_{crit}$  est encore plus proche de 1. Le processus de détachement est alors toujours dominant même pour des valeurs de  $k$  proches de l'unité [92].

Plusieurs relations permettent d'accéder aux valeurs du paramètre de relaxation  $k$  et de la contrainte de détachement  $\tau_d$ . Nous avons effectué ces calculs en supposant que l'auto-diffusion est liée à la diffusion en volume  $Q_v$  pour le fluage à 700°C, et à la diffusion par le cœur des dislocations  $Q_p$  pour le fluage à 500°C. En effet, la modélisation ne peut être appliquée que dans les cas où l'énergie d'activation du fluage est supérieure à l'énergie d'auto-diffusion. Considérer la diffusion en volume à 500°C ne permettrait pas de remplir cette condition. Le tableau 5.7 donne les contraintes de détachement et les paramètres de relaxation dans les quatre cas où nous avons déterminé l'énergie d'activation apparente  $Q_A$ .

Fluage à 700°C		Fluage à 500°C	
$\sigma = 115\text{MPa}$	$\sigma = 160\text{MPa}$	$\sigma = 330\text{MPa}$	$\sigma = 400\text{MPa}$
$\sigma_d = 265\text{MPa}$	$\sigma_d = 340\text{MPa}$	$\sigma_d = 970\text{MPa}$	$\sigma_d = 1000\text{MPa}$
$k = 0.93$	$k = 0.94$	$k = 0.95$	$k = 0.95$

Tableau 5.7 : Calcul de la contrainte de détachement et du paramètre de relaxation.

Nous constatons que les valeurs de  $k$  sont égales ou légèrement supérieures à celle de  $k_{crit}$ . A partir de ces valeurs, et en raison de l'incertitude sur la nature exacte du processus de montée, il n'est pas possible d'affirmer ou d'infirmer que le processus de détachement, modélisé par Arzt et al., soit effectivement le mécanisme à mettre en avant. Cependant, il est possible par la relation 2.37 de vérifier la cohérence des résultats. Ceux-ci doivent en effet vérifier la relation :

$$\frac{\tau_d}{\sqrt{1-k^2}} = \frac{Gb}{\lambda} \quad (\text{eq. 5.6})$$

A 700°C le rapport  $Gb/\lambda$  vaut 135 MPa tandis qu'à 500°C il est de l'ordre de 160 MPa. Or, pour le terme à gauche de l'égalité 5.6, les quatre cas du tableau 5.7 pris dans l'ordre donnent une valeur de : 240 MPa, 330 MPa, 1035 MPa et 1070 MPa. Ces résultats ne sont guère en bon accord, et le modèle défini précédemment ne semble pas être applicable dans notre cas même si nos observations ont révélé des dislocations retenues côté détachement. Dans leur modélisation, Arzt et al. considèrent que la partie de la dislocation à l'interface matrice/particule revient progressivement dans le plan de glissement originel où le reste de la dislocation continue d'avancer. La phase ultime où le détachement se produit consiste en une dislocation retenue en un point à l'interface. Cette configuration est observable sur la fig 2.36 du paragraphe 2.3.4b (cas ④). L'apport de l'énergie thermique, en plus de l'énergie mécanique, permet de diminuer la longueur de ligne à l'interface, d'énergie par unité de longueur  $k\Gamma_{\text{M}}$  (avec  $k$  le paramètre de relaxation :  $k < 1$ ), au profit d'une augmentation de la longueur de ligne contenue dans la matrice, d'énergie par unité de longueur  $E_M$ . Nous allons dans le paragraphe suivant exposer une autre possibilité qui nous permettra d'exploiter nos résultats.

#### 5.3.4) Proposition d'un mécanisme de fluage

Au paragraphe 5.3.1, nous avons montré que le formalisme de l'activation thermique permet d'introduire une dépendance de l'énergie d'activation avec la contrainte. En prenant en compte la relaxation de l'énergie de ligne à l'interface particule/matrice, le modèle de Arzt et al. permet d'apporter une explication aux valeurs de l'énergie d'activation et de l'exposant de contrainte. Cependant l'utilisation de ce modèle au paragraphe 5.3.3 a montré qu'il ne permettait pas, dans notre cas, d'expliquer nos résultats. Cependant, l'idée d'une relaxation des forces de répulsion entre dislocation et particule paraît compatible avec nos observations au MET et nos résultats. En effet, l'analyse microstructurale réalisée par MET montre des dislocations ancrées aux particules témoignant d'une interaction particule/dislocation. Certaines micrographies présentent de plus des dislocations retenues côté détachement. Afin d'essayer de comprendre le franchissement des particules par les dislocations, il faut dans notre cas revenir à l'étude de Srolovitz et al. [88-90] sur la modélisation de l'interaction dislocation/particule. Des conclusions de Srolovitz et al., Arzt et al. [92-93] ont utilisé l'existence d'une interaction attractive particule/dislocation, c'est à dire le fait que la dislocation soit à l'interface de la particule. Une fois à l'interface, l'énergie de ligne est relaxée conduisant à un contrôle du franchissement des particules par un processus de détachement.

Srolovitz et al. [90] définissent trois composantes pour la force qui s'exerce sur une dislocation au voisinage d'une particule. Ils distinguent en effet la force due à la contrainte appliquée, la force due à la concentration de la contrainte par la particule, et la force due à l'interaction du champ de contrainte lié à la dislocation avec la particule. Dans le cas particulier d'une interface complètement relaxée (§ 2.3.4.a), le bilan de ces composantes conduit à une force de glissement attractive et une force de montée dirigée vers le centre de la particule. Une fois à l'interface, Srolovitz et al. [90] supposent que le cœur de la dislocation va être complètement relaxé ce qui le rendra invisible par observation en MET. Dans notre cas, la dislocation reste visible à l'interface, figure 4.24, conduisant à ne considérer qu'une relaxation partielle. Cette relaxation de l'énergie de la dislocation à l'interface peut conduire à l'apparition d'une nouvelle force de montée, sur la partie de la dislocation proche de l'interface, également dirigée vers le centre de la

particule pour maximaliser la longueur de dislocation à l'interface. A partir de ces résultats présentés par Srolovitz et al., nous proposons que le franchissement de la particule par la dislocation peut être qualitativement décrit de la façon suivante :

- la première étape amène la dislocation à l'interface grâce aux forces d'interaction attractives.
- à l'interface, l'énergie de la dislocation est relaxée et des forces de montée dirigées vers le plan équatorial de la particule agissent sur la dislocation.
- en réponse à la contrainte appliquée, la dislocation dans la matrice va se courber entre les particules jusqu'à finalement forcer la partie de dislocation à l'interface à surmonter la particule, malgré l'existence de forces de montée dirigées vers le centre de la particule. La tension de ligne permet en effet à la force de glissement, agissant sur la dislocation dans la matrice, d'être transmise à la partie à l'interface. Si la dislocation à l'interface ne pouvait monter, un mécanisme d'Orowan devrait opérer pour franchir l'obstacle que constitue la particule.
- une fois le pôle passé, la force de montée dirigée vers le plan équatorial due à l'interaction dislocation/particule, pousse la dislocation dans la matrice à quitter son plan pour se rapprocher du centre de la particule. La partie de la dislocation qui est à l'interface va alors également rapidement se déplacer vers le centre de la particule pour minimiser la longueur totale de dislocation. La partie de dislocation à l'interface est donc positionnée à proximité du centre de la particule, et, si le plan de glissement originel de la dislocation n'est pas le plan équatorial de la particule, la dislocation à l'interface et la partie proche de l'interface sont hors du plan de glissement originel.
- Srolovitz et al. [90] montrent de plus que la force de montée qui agit sur la dislocation en raison de l'interaction dislocation/particule décroît en s'éloignant de la particule pour finalement être sans incidence sur la partie de la dislocation éloignée de la particule. Le lien entre cette partie de la dislocation et celle à l'interface peut alors être décomposé en une suite de segments, chacun contenu dans un plan différent.

Cette interprétation diffère de celle présentée par Arzt et al. [92-93] qui considèrent qu'une fois passé le pôle, la dislocation à l'interface revient progressivement dans son plan de glissement originel en fonction de l'avancement de la dislocation dans la matrice (figure 2.36). Ils ne prennent pas en compte les forces d'interaction dislocation/particule qui peuvent s'exercer sur la dislocation contenue dans la matrice. Ces forces peuvent cependant être importantes et dans le cas du FeAl renforcé par  $Y_2O_3$ , où le rapport des modules d'élasticité n'est pas fortement supérieur à 1 [110], une force de montée attractive peut agir sur des distances allant de 2 à 5 fois le rayon de la particule [90]. Sur les figures 4.25 e et d, où le vecteur de Burgers de la dislocation C est perpendiculaire au plan de la feuille, la prise en compte d'une telle force, agissant sur des distances égales à plusieurs fois le rayon de la particule, permet de comprendre la configuration de la dislocation C.

En résumé, la configuration de la dislocation dans sa phase de détachement peut être résumée de la manière suivante :

- la partie de dislocation dans la matrice, éloignée de la particule, est dans son plan de glissement originel
- la partie à l'interface est dans une position proche du plan équatorial de la particule
- la liaison entre ces deux parties de la dislocation est une suite de segments hors du plan de glissement originel glissant chacun dans des plans différents.

Ces hypothèses permettent alors d'apporter une explication possible aux observations microstructurales qui ont révélé des dislocations ancrées aux particules du côté détachement, avec une courbure de la partie restée dans la matrice constituée d'une suite de segments glissant dans des plans différents.

Le détachement de la dislocation à l'interface peut alors s'effectuer par un processus de montée, ce qui permet à la dislocation d'innocier un retour vers son plan de glissement originel en se détachant. Le détachement sera effectif lorsque la dislocation ne sera plus retenue que par un point (un atome) et que l'absorption d'une dernière lacune permettra finalement d'éliminer tous contacts entre la particule et la dislocation. A l'instar de Arzt et Rösler [93], la probabilité de détachement dépend de la probabilité d'absorption de la dernière lacune et de la probabilité d'être arrivé à la configuration critique de détachement (retenu de la dislocation en un point). La probabilité d'absorption d'une lacune, pour supprimer le dernier point de contact entre la dislocation et la particule, dépend de la probabilité de présence d'une lacune en proche voisin du point considéré et de la probabilité de migration de cette lacune. Cette probabilité est donc à relier avec l'énergie d'auto-diffusion  $Q_v$ . La probabilité d'être arrivé à la configuration critique de détachement est, elle, liée à une énergie de détachement  $E_d$  due à la relaxation de l'énergie de ligne de la dislocation à l'interface. Cette énergie de détachement  $E_d$  correspond à l'énergie totale à fournir pour que le processus de détachement, moyennant l'apport de lacunes, soit opérationnel. En appliquant une contrainte au matériau, nous fournissons une certaine quantité de cette énergie par le biais d'une contribution mécanique égale à  $\tau V$ . Le solde de l'énergie à fournir doit alors être apporté par une contribution énergétique thermique. L'énergie de l'obstacle  $Q_{obs}$  s'écrit donc :

$$Q_{obs} = Q_v + E_d \quad (\text{eq. 5.7})$$

Cette valeur de  $Q_{obs}$  est accessible expérimentalement par la relation :

$$Q_{obs} = Q_f + \tau V \quad (\text{eq. 5.8})$$

où  $Q_f$  est l'énergie d'activation de fluage et définit la contribution énergétique thermique et  $\tau V$  est la contribution énergétique mécanique pour le franchissement de l'obstacle.

En utilisant pour  $Q_f$  les valeurs de  $Q_A$  présentées par le tableau 4.3, il est possible d'estimer la valeur de  $Q_{obs}$ . La variation du terme pré-exponentiel  $\dot{\epsilon}_0$  de l'équation 2.2 avec la température, principalement due à la variation du module de cisaillement, est la source possible d'écart entre les valeurs de  $Q_f$  et  $Q_A$ . S'il est difficile de calculer précisément la correction, que cette dépendance du module de cisaillement avec la température entraînerait sur les valeurs de  $Q_A$ , nous supposons qu'elle doit être du même ordre de grandeur que la correction calculée au paragraphe 5.2.4, et nous la négligerons pour le calcul de  $Q_{obs}$ . Les résultats du calcul de  $Q_{obs}$  sont présentés dans le tableau 5.8 suivant :

	700°C		500°C	
$\sigma$ (MPa)	115	160	330	400
$\tau$ (MPa)	38.3	53.3	110	133.3
$Q_v$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	445	425	280	250
$Q_{obs}$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	488	485	405	401

Tableau 5.8: Calcul de la barrière énergétique constituée par l'obstacle au mouvement des dislocations.

Le tableau 5.8 permet de constater que l'énergie de l'obstacle  $Q_{obs}$  est plus élevée à 700°C qu'à 500°C. De plus, pour une température donnée, cette valeur ne semble pas dépendre de la contrainte appliquée. Cela nous conforte pour la décomposition de  $Q_{obs}$  en une partie liée à l'auto-diffusion et une liée au processus de détachement, toutes deux étant indépendantes de la contrainte appliquée. En s'intéressant aux valeurs inférieures de  $Q_{obs}$  à 500°C, comparées à celles obtenues à 700°C, nous pouvons relever un point intéressant. Nous avons vu, à travers nos résultats, que l'obstacle aux dislocations était sensiblement identique pour les deux températures. L'énergie de détachement  $E_d$ , a alors probablement la même expression pour les deux températures. Il paraît également évident que cette énergie va dépendre de paramètres liés au matériau et notamment le module de cisaillement. Aussi, l'énergie  $Q_{obs}$  doit être supérieure à 500°C. La valeur inférieure de  $Q_{obs}$  à 500°C peut alors être due à un changement de processus de diffusion, soit à une variation de l'énergie  $Q_v$ . En considérant que  $Q_v$  doit être reliée à la diffusion en volume à 700°C et à la diffusion par le cœur des dislocations à 500°C, il est possible d'estimer la valeur de l'énergie de détachement  $E_d$  par la relation 5.7. Le calcul est effectué en prenant, pour l'énergie de diffusion par le cœur des dislocations, une valeur égale à la moitié de celle pour la diffusion en volume (soit environ 150kJ.mol<sup>-1</sup>). Les résultats donnent pour  $E_d$  des valeurs de l'ordre de 200kJ.mol<sup>-1</sup> à 700°C et de 250kJ.mol<sup>-1</sup> à 500°C. Nous obtenons bien alors une énergie de détachement supérieure à 500°C, avec un écart entre les deux températures de l'ordre de 50kJ.mol<sup>-1</sup>. Une variation proportionnelle à celle du module de cisaillement donnerait un écart d'environ 40kJ.mol<sup>-1</sup> ( $G=41.5\text{GPa}$  à 700°C et 49GPa à 500°C). Les suppositions concernant une énergie de détachement proportionnelle au module de cisaillement et un changement du processus de diffusion entre les deux températures paraissent donc justifiées.

Il est donc possible d'interpréter les observations microstructurales et d'apporter une explication aux valeurs d'énergie d'activation en mettant en avant un contrôle du fluage par un processus de détachement dû à l'existence d'une interaction attractive entre la dislocation et la particule. Concernant les volumes d'activation, les valeurs obtenues ne sont pas très élevées. Pour s'en convaincre, il est possible d'estimer la valeur du volume en considérant le travail de la contrainte sur une longueur de dislocation égale à la distance interparticulaire  $\lambda$ . Le volume d'activation est donné par la relation  $V=\lambda bX$ , et en prenant une distance d'activation égale à  $1$  ou  $2b$ , des valeurs de 300 à 600b<sup>3</sup> sont obtenues. Si ces valeurs sont supérieures à celles mesurées, les dislocations apparaissent néanmoins courbées entre les oxydes, témoignant du travail de la

contrainte sur cette partie de la dislocation. A partir de ces considérations, deux possibilités peuvent être envisagées pour expliquer les valeurs inférieures obtenues.

La première consiste à supposer qu'une contrainte effective  $\tau_{eff}$ , proportionnelle à la contrainte appliquée  $\tau$ , agit sur la dislocation :  $\tau_{eff} = \kappa\tau$  (avec  $\kappa < 1$ ). La définition du volume d'activation permet alors d'écrire la relation :

$$V = -\left(\frac{\partial Q_c}{\partial \tau}\right) = -\left(\frac{\partial Q_c}{\partial \tau_{eff}}\right)\left(\frac{\partial \tau_{eff}}{\partial \tau}\right) = \kappa V_{eff} \quad (\text{eq. 5.9})$$

où  $V_{eff}$  définit le volume effectif, soit le volume sur lequel une force effective intervient. La relation 5.9 permet alors d'expliquer la mesure d'un volume d'activation inférieur au volume d'activation effectif dans l'hypothèse d'une contrainte effective proportionnelle à la contrainte appliquée.

La seconde possibilité est d'envisager que la contrainte appliquée n'agit pas sur la totalité du segment de dislocation de longueur  $\lambda$ . Si elle intervient sur une longueur  $\lambda' = \alpha_\lambda \lambda$  (avec  $\alpha_\lambda < 1$ ), le volume d'activation devient :  $V = \lambda' bX$ , soit  $V = \alpha_\lambda \lambda bX$ . Cette supposition permet, elle aussi, de considérer un volume inférieur à  $\lambda bX$ .

Si deux possibilités ont été évoquées pour expliquer les volumes d'activation mesurés, il faut maintenant s'intéresser à leur validité. A partir des résultats de Srolovitz et al. [90], certains éléments peuvent être mis en avant pour apporter une crédibilité aux suggestions précédentes. L'interaction dislocation/particule fait apparaître des forces de glissement dont le bilan donne une force attractive au voisinage de la particule. La composante attractive de la force de glissement est en effet importante au voisinage de l'interface et diminue ensuite rapidement. Sur une distance de 2 à 3 fois le rayon de la particule, la force de glissement attractive peut être supérieure à la force de glissement produite par la contrainte appliquée. Il y a alors compétition entre la force appliquée qui pousse la dislocation et la force attractive qui la retient. La force résultante ne contribuera donc au glissement de la dislocation qu'à partir d'une certaine distance de l'interface, permettant, pour le volume d'activation, d'envisager une longueur de dislocation inférieure à la distance interparticulaire. Parallèlement, lorsque la force résultante permet le glissement de la dislocation, son intensité continue d'être affectée par l'interaction attractive même si celle-ci n'est plus dominante par rapport à la force appliquée. La supposition qu'une contrainte efficace, inférieure et proportionnelle à la contrainte appliquée, agit sur la dislocation peut alors être considérée.

Ainsi, les deux hypothèses introduites précédemment pour expliquer les volumes d'activation peuvent toutes deux trouver une justification par l'interaction dislocation/particule. Pour quantifier et entériner ces hypothèses, il faudrait pouvoir disposer d'une modélisation de l'interaction entre une dislocation et une particule sphérique, ce qui est considéré comme insoluble par Srolovitz et al. Néanmoins ces auteurs précisent que leur modèle en deux dimensions reste qualitativement valable en trois dimensions et les deux hypothèses formulées peuvent alors être retenues.

En résumé, nous proposons que le détachement de la dislocation de la particule est responsable des caractéristiques de fluage de notre matériau aux températures de 500 et 700°C. A l'approche de la particule, la dislocation subit des forces attractives qui vont lui permettre d'arriver à

l'interface matrice/particule. Parallèlement, une force de montée dirigée vers le plan équatorial de la particule pousse la dislocation à l'interface hors de son plan de glissement originel. Le détachement s'effectue alors par absorption de lacunes qui va permettre, en plus du détachement, d'amorcer un retour vers le plan de glissement originel. La probabilité de détachement sera alors égale à la probabilité d'absorption de la dernière lacune nécessaire et à la probabilité d'être parvenu à la configuration critique de détachement. La probabilité d'absorption de la lacune est égale à  $Q_v$ , que nous définissons égale à l'énergie de diffusion en volume à  $700^\circ\text{C}$  et à l'énergie de diffusion par le cœur des dislocations à  $500^\circ\text{C}$ . La probabilité d'être arrivé à la configuration critique de détachement est fonction de l'énergie  $E_p$ , qui trouve son origine dans la relaxation de l'énergie de ligne de la dislocation à l'interface. La dislocation étant à l'interface dans une position énergétiquement favorable, une énergie ( $E_1$ ) doit être fournie pour que le détachement de la dislocation puisse s'effectuer. Cette énergie  $E_1$  se retrouve dans l'énergie d'activation du fluage diminuée de la contribution due à la contrainte appliquée. Cette contribution s'effectue par le travail de la contrainte appliquée qui doit, en plus de participer au détachement, contre les forces d'interaction qui s'exercent sur la dislocation contenue dans la matrice.

## **CONCLUSIONS**



## 6) CONCLUSIONS

L'étude du comportement en fluage du Fe-40at%Al grade 3 développé par le CERIM/CEA de Grenoble a été effectuée à 500 et 700°C. Pour chaque température, une série d'essais en fluage a été conduite et des essais avec sauts de température et sauts de vitesse de déformation ont permis la détermination des énergies et volumes d'activation. L'analyse des propriétés de fluage de ce matériau a été complétée par une caractérisation microstructurale. La taille de grains a été déterminée, tout comme les caractéristiques de la dispersion de particules : taille moyenne, fraction volumique et distance interparticulaire. Concernant les dislocations, leur vecteur de Burgers, leur arrangement et leur plan de glissement ont été évalués. De l'ensemble de ces résultats, nous avons déduit les points essentiels suivants :

- 1) Le matériau présente une microstructure avec une petite taille de grains ( $\approx 650\text{nm}$ ) à l'intérieur desquels une dispersion de particules homogène est observable. Le diamètre moyen de ces particules est de 14nm et l'ensemble de la microstructure, grains et particules, n'est pas affecté par le maintien à la température de déformation.
- 2) Les résultats de fluage donnent des caractéristiques classiquement observées dans les matériaux renforcés : l'exposant de contrainte  $n_p$  est anormalement élevé et l'énergie d'activation du fluage, à 700°C, est largement supérieure à l'énergie de la diffusion en volume.
- 3) L'énergie d'activation du fluage est dépendante de la contrainte appliquée. Cette dépendance est définie par le volume d'activation qui est similaire à 500 et 700°C.
- 4) Les dislocations sont majoritairement du type  $\langle 100 \rangle$  avec un caractère coin dominant. Elles sont ancrées aux particules, témoignant d'une interaction. La courbure des dislocations entre les particules n'est pas régulière et peut être décomposée en différentes parties étant chacune contenue dans un plan de glissement différent.

L'ensemble de ces résultats nous a conduit à envisager deux possibilités pour expliquer le comportement en fluage du matériau. Nous avons, dans un premier temps, suivi une démarche couramment employée pour l'étude des matériaux renforcés. Celle-ci consiste à attribuer au matériau renforcé une loi identique à celle valable pour une matrice de référence moyennant l'introduction d'une contrainte seuil due à la présence des particules. Pour étudier cette possibilité, nous nous sommes intéressés aux différents modèles permettant de tenir compte de la présence des particules. Notre travail a alors montré que le concept de contrainte seuil n'était pas applicable au matériau. Les contraintes seuils obtenues ne correspondent pas à des valeurs

modélisées et les énergies d'activation mesurées n'ont pu être expliquées. Aussi, dans un second temps, l'interaction dislocation/particule observable en microscopie a été envisagée pour comprendre les résultats. Dans ce cas, la loi de fluage est propre au matériau renforcé et est liée au franchissement des particules par les dislocations. Le modèle de Arzt et al. faisant référence dans le cadre des études sur l'interaction dislocation/particule, les résultats de cette modélisation ont été appliqués au matériau. Si les paramètres obtenus ne sont pas satisfaisants, l'idée d'une interaction attractive et d'une relaxation de la dislocation à l'interface matrice/particule peut néanmoins être conservée pour proposer une nouvelle configuration de détachement. En repartant des résultats de Srolovitz et al., il est possible que les parties de dislocation à l'interface et proche de l'interface ne soient pas dans le plan de glissement originel, en raison de forces de montée dirigées vers le plan équatorial de la particule. La dislocation peut alors se détacher de la particule par l'absorption d'une lacune, à condition qu'une lacune soit en proche voisin et que la dislocation soit parvenue à la configuration critique de détachement. Pour parvenir à cette configuration, nous définissons une énergie  $E_1$  qui résulte de la position énergétiquement favorable de la dislocation à l'interface. Cette énergie est indépendante de la contrainte et rentre en compte dans l'expression de l'énergie d'activation du fluage tout comme la contribution énergétique de la contrainte appliquée. Nous écrivons alors l'énergie d'activation sous la forme :

$$Q_f = Q_v + E_1 - \tau V$$

où  $Q_f$  est l'énergie d'activation du fluage,  $Q_v$  est l'énergie d'activation de l'auto-diffusion permettant l'apport de lacunes,  $E_1$  est l'énergie dite de "détachement" et  $\tau V$  est la contribution énergétique de la contrainte appliquée  $\tau$  par l'intermédiaire du volume d'activation  $V$ . Le développement de cette idée conduit à postuler une variation du mécanisme de diffusion entre les deux températures : diffusion en volume à 700°C et diffusion par le cœur des dislocations à 500°C. La considération des forces d'interaction au voisinage de la particule peut expliquer les valeurs de volumes d'activation obtenues. Finalement, le lien entre la dislocation à l'interface, hors de son plan de glissement, et la partie contenue dans la matrice, s'effectue par une succession de changement de plan permettant d'expliquer nos analyses de plans de glissement.

Si notre description du mécanisme de détachement reste somme toute assez qualitative, elle a néanmoins le mérite de prendre en compte l'ensemble de nos résultats et de nos analyses et d'en donner un bilan cohérent.

## **RÉFÉRENCES**

---

- [1] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade, *Métallurgie du Minéral au Matériau*, Masson, 1997.
- [2] R.W.Cahn and P. Haasen, *Physical Metallurgy*, North-Holland Physics Publishing, Elsevier Science Publishing B.V., 1983.
- [3] G. Sauthoff, *Intermetallics*, VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1995.
- [4] T.B. Massalski, *Binary Alloy Phase Diagrams*, Vol. 1, American Society for Metals, p. 112, 1986.
- [5] J.Rieu et C.Goux, *Rev. Métallurg.* LXVI, No.12, pp.869, 1969.
- [6] Michael F. Bartholomewsz and John A. Wert, *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No 4, Apr 1992.
- [7] I. Baker and P.R. Munroe, *Inter. Mat. Reviews*, Vol. 42, No.5, 181, 1997.
- [8] Kyosuke Yoshimi and Shuji Hanada, *JOM*, p46, August 1997.
- [9] P. Nagpal and I. Baker, *Metall. Trans.*, Vol. 21A, 2281, August 1990.
- [10] D. Paris and P. Lesbats, *Journal of Nuclear Materials* 69&70, 628-632, 1978.
- [11] Y. Yang and I. Baker, *Intermetallics*, 6, 167-175, 1998.
- [12] Y.A. Chang, L.M. Pike, C.T.Liu, A.R. Bilbrey and D.S Stone, *Intermetallics*, 1, 107-115, 1993.
- [13] M.A. Crimp and K.M. Vedula, *Mat. Sci. Eng.*, A165, 29-34, 1993.
- [14] M.A.Morris and D.G.Morris, *Scripta Mater.*, Vol. 38, No. 3, 509-516, 1998.
- [15] I. Baker, H. Xiao, O. Klein, C. Nelson and J.D. Whittenberger, *Acta metall.* Vol.43, No4 pp.1723-1730, 1995.
- [16] D.J. Gaydos, S.L. Draper, R.D. Noche and M.V. Nathal, *Materials Science and Engineering*, A150, 7-20, 1992.
- [17] I.Baker, P.Nagpal, F.Liu and P.R.Munroe, *Acta metall. mater.* Vol.39, No.7, pp. 1637-1644, 1991.
- [18] I. Baker and D.J. Gaydos, *Mat. Sci. Eng.*, 96, 147-158, 1987.
- [19] K.Yoshimi, S.Hanada, M.H.Yoo, *Intermetallics* 4, S159-S169, 1996.

- [20] D.G.Morris and M.A.Morris, *Intermetallics* 5, 245-263, 1997.
- [21] D.G. Morris and M.A. Morris, *Mat. Sci. Eng.*, A239-240, 23-38, 1997.
- [22] B. Schmidt, P. Nagpal and I. Baker, *Materials Research Society Symposium Proceedings*, Vol. 133, *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys III*, p755.
- [23] S.C. Deevi and V.K. Sikka, *Intermetallics*, 4, 357-375, 1996.
- [24] C.T. Liu, E.H. Lee and C.G. McKamey, *Scripta Met.*, Vol. 23, 875-880, 1989.
- [25] C.T.Liu and E.P.George, *Scripta Materialia*, Vol.24, pp. 1285-1290, 1990.
- [26] N.S.Stoloff and C.T.Liu, *Intermetallics* 2, 75-87, 1994.
- [27] D.J. Gaydos, S.L. Draper and M.V. Nathal, *Metall. Trans.*, Vol. 20A, 1701-1714, 1989.
- [28] O. Klein and I. Baker, *Scripta Met. et Mat.*, Vol. 30, No. 11, 1413-1417, 1994.
- [29] J.Daniel Whittenberger, *Materials science and engineering*, 57, pp.77-85, 1983.
- [30] J.D. Whittenberger, *Mater. Sci. Eng.*, 77, 103-113, 1986.
- [31] Landolt and Börnstein, *Diffusion in Solid Metals and Alloys*, Springer-Verlag, 1990.
- [32] L.N. Larikov, V.V. Geichenko and V.M Fal'chenko, *Diffusion Processes in Ordered Alloys*, Naukova Dumka Publishers, 1981.
- [33] J.A.Jimenez, G.Frommeyer, *Materials Science and Engineering*, A220, 93-99, 1996.
- [34] J. Daniel Whittenberger, Michael V. Nathal & Darrell J. Gaydos, *Intermetallics* 2, 193-200, 1994.
- [35] K. Wolski, F. Thévenot & J. Le Coze, *Intermetallics* 4, 299-307, 1996.
- [36] J.H. Schneibel, P. Grable and J. Rösler, *Mater. Sci. Eng.*, A153, 684-690, 1992.
- [37] A. Mignone, S. Frangini, A. La Barbera and O. Tassa, *Corrosion Science*, Vol. 40, No. 8, 1331-1347, 1998.
- [38] R. Baccino, D. San Filippo, F. Moret, A. Lefort and G. Webb, *Proc. PM'94, Powder Metallurgy World Congress, Paris, June 1994*, Vol. II, Editions de Physique, Les Ulis, 1239-1242, 1994.

- [39] C.J. Smithells, *Metals Reference Book*, 6<sup>th</sup> édition, ed. E.A. Brandes, Butterworth, 1983.
- [40] K.Vedula and J.R. Stephens, *Materials research society symposia proceedings*, Vol.81, pp. 381, 1986.
- [41] Colloque FeAl, Ecole des Mines de St-Etienne, 25 Mars 1997.
- [42] D.G. Morris, S. Gunther, *Materials Science and Engineering A208*, 7-19, 1996.
- [43] C. Brugnet and D.G Morris, *Acta. Mater.*, Vol. 45, No 12, 4939-4951, 1997.
- [44] J. Cadek, *Creep in Metallic Materials*, *Materials Science Monographs* 48, Elsevier, 1988.
- [45] F.R.N. Nabarro and H.L. de Villiers, *The Physics of Creep*, Taylor and Francis Publishers, 1995.
- [46] W.D. Nix and B. Ilsechner, *Proc. 5th Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys, IC SMA 5*, P. Haasen, V. Gerold and G. Kostorz, Pergamon Press Oxford, Vol. 3, 1503, 1979.
- [47] G. Eggeler, *Acta metall. mater.*, Vol. 39, No. 2, 221-231, 1991.
- [48] J-P. Poirier, *Plasticité à Haute Température des Solides Cristallins*, Eds Eyrolles, 1976.
- [49] Rune Lagneborg, *International Metallurgical Reviews*, Vol 17, 1972.
- [50] F. Garofalo, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 227, 351, April 1963.
- [51] O.D. Sherby, R.H. Klumdt and A.K. Miller, *Met. Trans.*, Vol. 8A, 843, June 1977.
- [52] J. Lin and O.D. Sherby, *Res. Mechanica*, 2, 251-293, 1981.
- [53] A.K. Mukherjee, J.E. Bird and J.E. Dorn, *Transaction of the ASM*, Vol. 62, 155, 1969.
- [54] J-P. Poirier, *Creep of Crystals*, Cambridge University Press, 1985.
- [55] M. Cagnon, *Dislocations et Déformations Plastiques*, ed. P. Groh, L.P. Kublin and J.L. Martin, Les éditions de Physique, 53-65, 1979.

- [56] G.Schoeck, *Phys.stat.sol.*, 8, pp. 499, 1965.
- [57] A.G.Evans and R.D.Rawlings, *Phys.stat.sol.*, 34, pp. 9, 1969.
- [58] H.Conrad, *Journal of metals*, pp.582, 1964.
- [59] D. Hull and D.J. Bacon, *Introduction to Dislocations*, 3<sup>rd</sup> Edition, International Series on Materials Science and Technology, Vol. 37, Pergamon Press, 1984.
- [60] N. Balasubramanian and J.C.M. Li, *Journal of Materials Science*, 5, 434-444, 1970.
- [61] E. Arzt, *Res. Mechanica*, Vol. 31, 399-453, 1991.
- [62] C.S. Liao and J.C. Huang, *Scripta Mat.*, Vol. 39, No. 7, 873-879, 1998.
- [63] J. Cadek and B. Ilshner, *Acta Technica CSAV*, No. 3, 280, 1984.
- [64] R.Lagneborg and B.Bergman, *Metal Science*, 20, January 1976.
- [65] M.A. Morris and J.C. Joyce, *Acta metall. mater.* Vol. 43, No 1, pp. 69-81, 1995.
- [66] C. Dubois and M.A. Morris, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol 30, No 7, pp. 827-832, 1994.
- [67] B. Reppich, F. Brungs, G. Hümmer and H. Schmidt, *Proc. 4th Int. Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, eds B. Wilshire and R.W Evans, 131, Swansea 1990.
- [68] M. Heilmaier and B. Reppich, *Proc. 5th Int. Conf. on Creep and Fracture of Eng. Materials and Structures*, eds. B. Wilshire and R.W. Evans, 231, 1993.
- [69] Y.Li and T.G.Langdon, *Scripta Materialia*, Vol.36, No.12, pp.1457-1460, 1997.
- [70] T. Gladman, *Mat. Sci. Tech*, Vol. 15, 30., January 1999.
- [71] M.F. Ashby, *Oxide Dispersion Strengthening*, Metallurgical Society Conferences, Vol. 47, 143, 1968.
- [72] G.S. Ansell, *Oxide Dispersion Strengthening*, Metallurgical Society Conferences, Vol. 47, 61, 1968.
- [73] J.W. Martin, *Micromechanisms in Particle-Hardened Alloys*, Cambridge University Press, 1980.
- [74] J.H. Holbrook and W.D. Nix, *Metall. Trans.*, Vol. 5, 1033, May 1974.

- [75] W. Blum and B. Reppich, *Progress in Creep and Fracture*, Vol. 3, ed. B. Wilshire and R.W. Evans, Pineridge Press, Swansea, p 83, 1985.
- [76] L.M. Brown and K. Ham, *Strengthening Methods in Crystals*, ed. A. Kelly and R.B. Nicholson, Elsevier, p 12, 1971.
- [77] R.S.W. Shewfelt and L.M. Brown, *Phil. Mag.*, Vol. 35, No. 4, 945-962., 1977.
- [78] R. Lagneborg, *Scripta. Metal.*, Vol. 7, 605-614, 1973.
- [79] J. Philibert, *Diffusion et Transport de Matière dans les Solides*, Monographies de Physique, Les éditions de Physique, 1990.
- [80] R. Lagneborg and B. Bergman, *Proceedings of the International Conference on the Strength of Metals and Alloys*, 3, 316, 1973.
- [81] E. Arzt and M.F. Ashby, *Scripta. Metal.*, Vol. 16, 1285-1290, 1982.
- [82] J.Rösler and E.Arzt, *Acta metall. mater.* Vol.36, No.4, pp. 1043-1051, 1988.
- [83] J.Rösler and E.Arzt, *Acta metall. mater.* Vol.36, No.4, pp. 1053-1060, 1988.
- [84] J.H. Schröder and E. Arzt, *Scripta Met.*, Vol. 19, 1129-1134, 1985.
- [85] V.C. Nardone and J.K. Tien, *Scripta Met.*, Vol. 17, 467-470, 1983.
- [86] R.S. Herrick, J.R. Weertman, R. Petkovic-Luton and M.J. Luton, *Scripta Metal.*, Vol. 22, 1879-1884, 1988.
- [87] V.C. Nardone, D.E. Matejczyk and J.K. Tien, *Acta. Metall.*, Vol. 32, No. 9, 1509-1517, 1984.
- [88] D.J.Srolovitz, R.A.Petkovic-Luton and M.J.Luton, *Acta Metall.*, Vol.31, pp.2151-2159, 1983.
- [89] D. Srolovitz, R.Petkovic-Luton and M.J. Luton, *Scripta Met.*, Vol. 16, 1401-1406, 1982.
- [90] D.J.Srolovitz, M.J.Luton, R.Petkovic-Luton, D.M.Barnett and W.D.Nix, *Acta Metall.*, Vol.32, pp.1079-1088, 1984.
- [91] S. Goto, *Proc. 4th Int. Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, eds B. Wilshire and R.W Evans, 131, Swansea 1990.
- [92] E. Arzt and D.S. Wilkinson, *Acta metall.* Vol 34, No 10, pp. 1893,1898, 1986.

- [93] J. Rösler and E. Arzt, *Acta metall. mater.* Vol. 38, No 4, pp. 671-683, 1990.
- [94] E. Artz and E. Gohring, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol.28, pp.843-848, 1993.
- [95] E. Arzt, E. Göhring and P. Grahle, *High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys V*, Materials Research Society Symposium Proceedings, Vol. 288, p 861, 1992.
- [96] U.E.Klotz, R.P.Mason, E.Gohring, E.Artz, *Materials Science and Engineering*, A231, 198-205, 1997.
- [97] *Metals Handbook Ninth Edition*, American Society For Metals, Vol. 8, p 299, 1985.
- [98] *Méthodes et Techniques Nouvelles d'Observation en Métallurgie Physique*, ed. B. Jouffrey, Société Française de Microscopie Electronique, p. 463, 1972.
- [99] P. Hirsch, A. Howie, R. Nicholson, D.W. Pashley and M.J. Whelan, *Electron Microscopy of Thin Crystals*, R.E. Krieger Publishing, 1965.
- [100] B. Viguier, J. Bonneville and J.L. Martin, *Acta mater.*, Vol. 44, No. 11, 4403-4415, 1996.
- [101] J. Bonneville, B. Viguier and P. Spätig, *Scripta Mat.*, Vol. 36, No. 3, 275-281, 1997.
- [102] M.O. Marlowe and D.R. Wilder, *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 48, No. 5, May 1965.
- [103] Zhao Pingshun, Thesis presented at the Institut de Métallurgie Structurale, "High strain rate deformation, slip systems and textures as a function of deformation temperature in a B2 FeAl Alloy", Université de Neuchâtel, Suisse, 1998.
- [104] X.Li and I.Baker, *Scripta Materialia*, Vol.36, No.12, pp.1387-1390, 1997.
- [105] D.G.Morris, S.Gunther and C.Brignet, *Scripta Materialia*, Vol.37, No.1, pp.71-77, 1997.
- [106] C.R. Barrett and W.D. Nix, *Acta metall*, Vol. 13, p 1247, 1965.
- [107] M.A. Morris and D.G. Morris, *Acta metall. mater.* Vol 38, No 4, pp. 551-559, 1990.
- [108] Gaspar Gonzalez-Doncel, *Phil. Mag. Letters*, Vol. 67, No. 3, pp. 173-177, 1993.

- [109] H.J.Leamy, E.D.Gibson and F.X.Kayser, *Acta Metall*, Vol.15, pp.1827-1838, 1967.
- [110] W.R. Manning and O. Hunter JR., *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 52, No. 9, September 1969.

## Remerciements

Le présent travail a été effectué à l'Institut de Métallurgie Structurale de l'Université de Neuchâtel, et a été rendu possible grâce au concours et au soutien de nombreuses personnes que je tiens ici à remercier.

Je remercie particulièrement Monsieur le Professeur F. Stœckli, Doyen de la Faculté des Sciences de Neuchâtel, pour la confiance qu'il m'a témoignée et le travail qu'il a accompli pour me permettre de réaliser mon étude.

Je remercie Monsieur le Docteur M. Dadras de l'Université de Neuchâtel pour l'aide continue que qu'il m'a apportée et pour avoir accepté de juger mon travail.

Je remercie également les membres du jury, Monsieur le Docteur J. Bonneville de l'EPF de Lausanne, Monsieur le Professeur G. Eggeler de l'Université de Bochum et Monsieur le Professeur W. Form de l'Université de Neuchâtel pour le temps qu'ils m'ont accordé et les nombreux conseils qu'ils m'ont apportés.

Je remercie Monsieur le Professeur R.J. Gaboriaud de l'Université de Poitiers pour son aide, son soutien et l'attention qu'il manifeste à l'égard de ses anciens étudiants.

Je remercie tous les membres de l'Institut de Métallurgie Structurale pour leur accueil et leurs contributions à mon travail.

Je remercie également le Fonds National Suisse pour la Science d'avoir participé au financement de ce projet.

Enfin, j'adresse un remerciement tout particulier à Carole pour son soutien et l'aide précieuse qu'elle m'a apportée tout au long de cette étude.