

UNIVERSITE SAAD DAHLEB DE BLIDA

Faculté des Sciences de l'Ingénieur
Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : sciences des matériaux



L'INFLUENCE DES ELEMENTS D'ADDITION (Ti, B, Zr) SUR LES PROPRIETES
MECANIQUES ET LA RESISTANCE A LA CORROSION DES ALLIAGES
INTERMETALLIQUES FeAl B2

Par

Leila BELGACEM

Devant le jury composé de

M ^r M. HADJI	Professeur, U.S.D. Blida	Président
M ^r S. BOUYRAFAIA	Maitre de recherche COMMUNA/CRND, Alger	Examineur
M ^r D. SAIDI	Maitre de recherche COMMUNA/CRND, Alger	Examineur
M ^r A. BRAHIMI	Maitre de conférence, U.S.D. Blida	Examineur
M ^r N. BACHA	Professeur, U.S.D. Blida	Rapporteur

Blida, Mars 2011

RESUME

Les alliages FeAl ont fait l'objet d'importantes recherches dans les années 60 mais à cause de leur fragilité excessive, Le recours au dopage par éléments d'addition a redonné espoir à cette famille d'alliage et a relancé la recherche.

Dans le cadre du travail présenté ici nous avons étudié des alliages élaborés sur la base de l'intermétallique Fe-Al40 dans un four à arc avec l'ajout d'éléments d'addition (Ti,B,Zr). Les objectifs de cette étude ont consisté à chercher à améliorer la tenue mécanique de l'alliage, à l'ambiante, et la résistance à la corrosion.

Les microstructures des alliages élaborés ont été examinées par le microscope optique (MO), et le microscope électronique à balayage (MEB). Les différentes phases présentes dans le matériau ont été identifiées par diffraction aux rayons X (DRX). Les nombres des duretés ont été déterminés par l'essai de dureté Vickers (HV) et les mesures de microdureté Vickers. Les études électrochimiques ont été performé en utilisant les courbes de polarisation potentiodynamique et par la spectroscopie d'impédance électrochimique(EIS).

Les observations microstructurales ont indiqué la présence de précipités qui sont le résultat de l'introduction du B et du Zr. L'ajout du Bore à l'alliage FeAlTi a diminué la dureté, mais l'effet combiné du (Ti, B, Zr) a conduit à un durcissement structural à basse température. Il a été observé que tous les éléments ajoutés à l'alliage binaire FeAl ont amélioré la résistance à la corrosion, mais l'alliage FeAlTiB a présenté les meilleures caractéristiques de protection contre la corrosion.

ABSTRACT

FeAl alloys have been the subject of considerable research in the 60s, but because of their excessive fragility, the use of doping by alloying elements has given hope to this family of alloys and restarted the search.

As part of the work presented here we studied alloys developed on the basis of intermetallic Fe-AL40 in an arc furnace with the addition of alloying elements (Ti, B, Zr). The objectives of this study have been to seek to improve the mechanical strength of the alloy at room temperature, and corrosion resistance.

The microstructures of elaborated alloys were examined by scanning electron microscope and optical microscope. The different crystalline phases obtained in the alloys have been identified by X-ray diffraction (XRD). The numbers of dislocations were determined by Vickers hardness test (HV) and Vickers microhardness measurements. Electrochemical studies were performed using the potentiodynamic polarization curves and electrochemical impedance spectroscopy (EIS).

Microstructural observations indicated the presence of precipitates which are the result of the introduction of B and Zr. Adding boron to the alloy FeAlTi decreased the hardness, but the combined effect of (Ti, B, Zr) leads to a hardening at low temperature. It was observed that all elements added to the binary alloy FeAl have improved resistance to corrosion, but the alloy FeAlTiB presented the best characteristics of protection against corrosion.

ملخص

الخلانط الشبه معد نية FeAl كانت موضوع بحث كبير في الستينيات, ولكن بسبب صلابتها المفرطة، كان يجب اللجوء إلى إضافة عناصر صناعة السبائك التي أعطت الأمل لهذه العائلة من الخلانط وإعادة إطلاق البحث.

في إطار العمل المقدم هنا درسنا الخلانط الشبه معد نية $FeAl_{40}$ التي حضرت في فرن قطبي مع إضافة العناصر التالية (Zr, B, Ti). وكانت أهداف هذه الدراسة تسعى إلى تحسين القوة الميكانيكية للخلانط في درجة حرارة الغرفة، والمقاومة للتآكل.

لدراسة البنية المجهرية استعملنا المجهر الضوئي و المجهر الإلكتروني و كذا الأشعة السينية. تم قياس الصلابة بواسطة اختبار الصلابة فيكرز و اختبار الصلابة الجزئي فيكرز , وقمنا بالدراسة الكهروكيميائية باستخدام منحنيات الاستقطاب الكمون الحركي و الوشيعية الطيفية الكهروكيميائية .

أشارت الملاحظات المجهرية وجود رواسب التي هي نتيجة لإدخال عنصر Zr و B . إضافة البورون إلى الخليط FeAlTi أدى إلى نقص الصلابة، ولكن في حالة إضافة (Zr, B, Ti) نلاحظ زيادة في صلابته في درجات الحرارة المنخفضة، كما لوحظ أن جميع العناصر المضافة إلى الخليط الثنائي FeAl حسنت مقاومته للتآكل، ولكن الخليط FeAlTiB قدم أفضل خصائص الحماية ضد التآكل.

REMERCIEMENTS

Diverses personnes ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail de mémoire. Je tiens à leur exprimer mes sincères remerciements

Une passion pour la recherche, des idées pleines la tête, de larges compétences scientifiques, une grande patience et des conseils judicieux, telles sont les qualités que j'ai pu apprécier chez mon promoteur de mémoire le professeur Mr N. BACHA.

Il m'est impossible de ne pas remercier Mr. S. BOUTARFAIA, maître de recherche au COMENA/CRND de bien vouloir diriger la partie expérimentale de ce travail et qui m'a fait partager avec bonne humeur son savoir. Il sait déjà combien j'ai apprécié son soutien dans les moments difficiles de mon mémoire, mais je tiens à le remercier encore sincèrement.

Toute ma gratitude va bien sûr à Mr. B ZAID maître de recherche au COMENA/CRND, de m'avoir accueillie dans son laboratoire afin d'entamer une collaboration sur ce sujet de recherche, et de m'avoir fait bénéficier de ses connaissances scientifiques.

Je remercie Mr. M.HADJI, Professeur à l'université de Blida, pour l'honneur qu'il m'a fait de présider le jury.

Je tiens également à présenter mes remerciements à Mr. D.SAIDI, maître de recherche au COMENA/CRND et Mr. A. BRAHIMI, maître de conférence à l'université de Blida, d'avoir accepté d'examiner ce travail et de me faire l'honneur de participer au jury.

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

TABLE DE MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIERES

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

INTRODUCTION

1.	SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	12
1.1.	Généralités	12
1.2.	Caractéristiques des alliages intermétalliques FeAl	13
1.3.	Diagramme de phases et structure cristalline	16
1.4.	Alliage FeAl de structure ordonnée B2	18
1.5.	Intérêt des alliages intermétalliques B ₂	19
2.	COMPORTEMENT A LA FRAGILITE	21
2.1.	Fragilité des alliages intermétalliques FeAl	21
2.1.1.	Fragilisation par effet d'hydrogène (environnement)	21
2.1.2.	Durcissement et fragilisation lacunaire	24
2.1.3.	Conditions d'essais	26
2.1.4.	Les paramètres influençant le mode de rupture	28
2.2.	Conséquence d'ajout d'éléments d'addition	29
2.2.1.	L'effet du bore	29

2.2.2. L'effet du Ti	31
2.2.3. L'effet du Zr	33
3. TECHNIQUES EXPERIMENTALES	35
3.1 Elaboration des échantillons	35
3.1.1. Description du four à arc	35
3.1.2. Le bilan massique	36
3.1.3. Elaborations	38
3.2. Traitement thermique	38
3.3. Caractérisation microstructurale	39
3.3.1. Préparation métallographique	39
3.3.2. Examen au microscope optique (MO)	40
3.3.3. Examen au microscope électronique à balayage (MEB)	41
3.4. Diffraction aux rayons X	42
3.5. Essai de microdureté	43
3.6. Essai de dureté	44
3.7. Essai de corrosion	44
3.7.1. Les courbes de polarisations	45
3.7.2. Les mesures d'impédance	46
4. RESULTATS ET INTERPRETATIONS	48
4.1. Introduction	48
4.2. Analyse à la diffraction aux rayons X	49
4.3. L'analyse microstructurale	50
4.4. Dureté et microdureté	64
4.5. L'essai de corrosion	68
4.5.1. Les courbes de polarisation	68
4.5.2. Les mesures d'impédance	72

CONCLUSION	75
APPENDICE	77
REFERENCES	80

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Diagramme de phases du système Fe-Al	17
Figure 1.2	Structures cristallines désordonnées $A_2(a)$, ordonnées $B_2(b)$ et $DO_3(c)$	18
Figure 1.3	Structure cristallographique B_2 de FeAl.	18
Figure 2.1	L'effet des environnements sur la ductilité dans le FeAl à température ambiante	23
Figure 2.2	Concentration totale en lacunes et leur répartition sur les deux sous-réseaux (α : Fe, β : Al) dans FeAl _{49.5} .	25
Figure 2.3	Variation de la concentration de lacunes avec la teneur en aluminium	26
Figure 2.4	Faciès de rupture d'alliages FeAl après sollicitation en flexion quatre Points à température ambiante. a)FeAl ; b)FeAlB.	29
Figure 2.5	Evolution, à température ambiante, des modules d'Young et de cisaillement en fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout.	31
Figure 2.6	Évolution de la limite d'élasticité à température ambiante en Fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout.	32
Figure 2.7	Comparaison de la résistance à l'usure de FeAl ₂₈ et FeAl ₂₈ Ti.	33
Figure 3.1	Four à arc	36
Figure 3.2	Microscope optique.	41
Figure 3.3	Photo du diffractomètre Philips disponible au CRNA	42
Figure 3.4	Schéma du dispositif pour le tracé des courbes $i = f(E)$ en mode potentiodynamique.	45
Figure 3.5	Mesure de l'impédance à l'aide d'un analyseur de fonction de transfert, sous contrôle de potentiel.	46

Figure 4.1	Diffraction au rayon X des alliages étudiés.	50
Figure 4.2	Micrographie optique de l'alliage FeAl ₄₀ .	52
Figure 4.3	Micrographie en MEB de l'alliage FeAl ₄₀ .	52
Figure 4.4	L'analyse EDS de l'alliage FeAl ₄₀ de la phase (1).	52
Figure 4.5	L'analyse EDS de l'alliage FeAl ₄₀ dans la phase FeAl (2).	53
Figure 4.6	L'analyse EDS de la ségrégation d'Al aux joints de grain.	53
Figure 4.7	Micrographies optique de l'alliage FeAlTi.	54
Figure 4.8	Micrographie MEB de l'alliage FeAlTi.	55
Figure 4.9	L'analyse EDS de l'alliage FeAlTi (la phase gris foncé)	55
Figure 4.10	L'analyse EDS de l'alliage FeAlTi (la phase gris claire)	56
Figure 4.11	Micrographies optique de l'alliage FeAlTiB	57
Figure 4.12	Micrographie en MEB de l'alliage FeAlTiB	57
Figure 4.13	Microanalyse par EDS de l'alliage FeAlTiB	57
Figure 4.14	Micrographies optique de l'alliage FeAlTiBZr	58
Figure 4.15	Micrographie en MEB de l'alliage FeAlTiBZr	59
Figure 4.16	Microanalyse par EDS de l'alliage FeAlTiBZr	59
Figure 4.17	Micrographie optique de l'alliage FeAl homogénéisé	60
Figure 4.18	Micrographies optique de l'alliage FeAlTi homogénéisé	60
Figure 4.19	Micrographies optique de l'alliage FeAlTiB homogénéisé	61
Figure 4.20	Micrographies optique de l'alliage FeAlTiBZr homogénéisé	62
Figure 4.21	Histogrammes des duretés (HV) des alliages élaborés	65
Figure 4.22	Les courbes de duretés (HV) des alliages traités et non traités	66
Figure 4.23	Les courbes de polarisation potentiodynamique des alliages : 1)-Fe ₄₀ Al, 2)- Fe ₄₀ Al-03Ti,3)- Fe ₄₀ Ti-03Ti- 4)- Fe ₄₀ Ti-03Ti-0.04B-0.1Zr dans une solution 3.5M NaCl.	68
Figure 4.24	Les courbes de polarisation cyclique des alliages:a)- Fe ₄₀ Al, b)- Fe ₄₀ Al-03Ti, c)- Fe ₄₀ Al-03Ti-0.04B, d)- Fe ₄₀ Ti-03Ti-0.04B-0.1Zr dans une solution 3.5M NaCl.	70
Figure 4.25	Les digrammes de Nyquist des alliages :a)Fe ₄₀ Al, b)Fe ₄₀ Al3Ti c) Fe ₄₀ Al3Ti 0.04B, d) Fe ₄₀ Al3Ti0.04B0.1Zr.	73

Tableau 1.1	Propriétés physiques et mécaniques de l'alliage FeAl ₄₀ brut d'extrusions comparées à celle d'autres alliages industriels.	15
Tableau 2.1	Enthalpie de formation et de migration des lacunes dans les alliages.	25
Tableau 3.1	Les compositions chimiques des alliages élaborés. intermétalliques FeAl.	37
Tableau 3.2	Les caractéristiques physico-chimiques du Fe, Al, Ti, B, Zr.	38
Tableau 4.1	Résultats des essais de mesures de duretés et de microduretés des échantillons subissant le traitement d'homogénéisation et ceux subissant le traitement de recuit.	64
Tableau 4.2	Les caractéristiques électrochimiques obtenues à partir des courbes de polarisation.	69
Tableau 4.3	Les caractéristiques électrochimiques obtenues à partir des courbes polarisation cycliques.	71
Tableau 4.4	Les valeurs de résistance de polarisation.	72
Tableau 4.5	Les valeurs de résistance de polarisation par les mesures d'impédance.	72

INTRODUCTION

Au regard des exigences technologiques croissantes et le grand besoin de matériaux résistants à température élevée, les aluminures de fer ont attiré une considérable attention grâce à leur grand potentiel dans des applications structurale à haute température, attribuées à leur faible densité, point de fusion élevé [1, 2], excellente résistance à la dégradation environnementale, et une stabilité chimique et mécanique à haute température [3].

Ces composés FeAl ont été abondamment étudiés dans les années 60 [4] grâce à leur résistance à la corrosion même en milieu agressif et pour leur bonne transparence aux neutrons, en vue d'application dans l'industrie nucléaire. Cependant, leur fragilité excessive et leur mauvaise tenue au fluage ont porté un cout d'arrêt aux études qui leur étaient consacrées.

Les travaux de recherches sur ces alliages furent relancés début des années au milieu des années 80 lorsque Crimp et Vedula [5], mirent en évidence l'effet bénéfique du dopage en bore sur le comportement à la rupture à température ambiante.

L'objectif principal de notre travail est l'amélioration des propriétés mécaniques des alliages intermétalliques FeAl élaborés dans un four à arc, en réduisant leur fragilité par l'ajout des éléments d'addition tel que (Ti, B, Zr), et d'augmenter leur résistance à la corrosion.

La méthodologie appliquée pour le présent travail se divise en plusieurs chapitres :

Le chapitre 1 établit l'état d'art des alliages intermétalliques FeAl.

Le deuxième chapitre est consacré à documenter le problème de fragilité sous ces aspects intrinsèques et extrinsèques, ainsi que les conséquences d'ajout des éléments d'addition choisis pour notre étude.

Le chapitre 3 décrit l'ensemble des opérations suivies pour l'élaboration des alliages FeAl et les techniques expérimentales destinées à la caractérisation et les essais mécaniques.

Les résultats illustrés par différentes figures et tableaux sont interprétés dans le chapitre 4 et nous avons terminé le mémoire par une conclusion générale.

CHAPITRE 1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1 Généralités

Les intermétalliques peuvent être définis comme une phase ordonnée d'un alliage formé entre deux ou plusieurs éléments métalliques. Une phase d'alliage est ordonnée si deux ou plusieurs sous réseaux sont exigés pour décrire sa structure atomique. Cette structure ordonnée est avantageuse puisqu'elle possède un ordre à longue portée accompagné par des difficultés dans le mouvement des dislocations. Ces facteurs ont comme conséquence de bonnes propriétés à hautes températures, telle que la résistance et la dureté, mais cet ordre à longue portée a également comme conséquence de faibles propriétés à température ambiante, telle que la ductilité et la ténacité, en raison de la faible mobilité des dislocations [6]. Ces composés se forment lorsque les atomes de l'alliage ont une forte différence électronégativité. La densité électronique devenant alors hétérogène, n'est plus strictement métallique mais devient partiellement covalente ou ionique.

Leur stabilité dépend de différents facteurs [7]:

- facteur de valence (ou de concentration électronique).
- facteur de taille.
- facteur électronique (différence d'électronégativité).

Pour préciser les termes, nous parlerons de "composé intermétallique" quand la composition stœchiométrique est atteinte, et de "phase ou alliage intermétallique" s'il s'agit d'une solution solide sur la base du composé. [4]

Initialement les alliages intermétalliques étaient issus de précipités dans un alliage plus complexe (par exemple dans les superalliages à base de Ni comme les inconels). Ces précipités jouent un rôle important dans le renforcement mécanique des alliages (durcissement structural). Par la suite, ces phases ont été isolées et caractérisées, et ils ont commencé dans les années 1960 à les utiliser comme constituant massif de pièces et non plus comme phase mineure. [1]

Du fait de l'ordre chimique, ces alliages, se déformant mal plastiquement, ont souvent une très grande dureté, allée à une fragilité très marquée [7]. L'ordre chimique devant être conservé, le déplacement au niveau de la dislocation doit être de deux atomes au lieu d'une seule habituellement.

1.2 Caractéristiques des alliages intermétalliques FeAl

Les alliages intermétalliques riches en fer du système fer aluminium, ont des caractéristiques très intéressantes pour des applications à haute température grâce à leur structure ordonnée.

La présence de l'aluminium confère à ces alliages une bonne tenue à l'oxydation ainsi qu'une excellente résistance à la corrosion et ce même dans des milieux agressifs [8]. En effet, une couche de passivation adhérente d'alumine (Al_2O_3) se forme à leur surface et leur procure ainsi une protection efficace. Les études ont montré [9] que les teneurs d'Al doit être de l'ordre approximativement de 10% pour les alliages binaire Fe-Al et a démontré le comportement protecteur de corrosion dans les atmosphères contenant le soufre et l'oxygène à 500°C.

De plus, ils sont relativement légers (une densité entre 5,46 gcm^3 et 6 gcm^3) [6], ce qui les placent globalement 30% au deçà des matériaux de structure habituellement utilisés (10 gcm^3 pour les superalliages à base de Ni) et leur confère des propriétés spécifiques élevées [4] ainsi qu'une température de fusion élevée. Cette température augmente lorsque la teneur en fer augmente, de 1330°C pour le composé stœchiométrique à 1420°C pour l'alliage FeAl [10].

Ces alliages sont caractérisés par une bonne résistance à la carburation et à la sulfidation [11]. En outre, l'alliage FeAl présente une résistivité électrique

élevée ($130\text{--}170\mu\Omega/\text{cm}$), comparable à beaucoup d'éléments de chauffe métalliques commerciaux [6].

Cependant, ces alliages FeAl montrent quelques inconvénients, une fragilité excessive à température ambiante et une forte diminution de leur résistance à température supérieure à 600°C [12], ce qui les rends peu viable pour une application industrielle.

Par rapport aux autres alliages structuraux, les points forts des alliages FeAl sont [13]:

- ❖ Une faible densité et une résistance élevée comparée aux aciers et aux superalliages;
- ❖ Une rigidité spécifique élevée comparée aux alliages légers, aux aciers et superalliages;
- ❖ Une ductilité élevée comparée aux autres intermétalliques (NiAl, TiAl);
- ❖ Une résistance mécanique élevée jusqu'à 700°C par rapport, aux alliages d'aluminium et aux composites à matrice polymère;
- ❖ Une résistance à la corrosion sèche élevée comparée à la plupart des aciers et superalliage inoxydables.

Tableau 1.1 : Propriétés physiques et mécaniques de l'alliage FeAl₄₀ brut d'extrusion comparées à celle d'autres alliages industriels. [13]

	FeAl ₄₀ Grade 3	Alliage d'aluminium 2024 (T6)	Alliage de titane TA6V	Acier inox 316L	Alliage de nickel 625	Superaliage IN100
Densité	5,9	2,77	4,43	8	8,44	7,75
Temp. de fusion (°C)	1 310	502	1 600	1 375	1 290	n.c.
Coef. de dilatation th. (10 ⁻⁶ /°C)	25	22	9	15	12,8	13
Conductivité th. (W/mK)	12	151	7	16	10	17
20 °C						
R _e (MPa)	894	393	860	170-310	517	850
R _m (MPa)	1 147	476	930	480-620	930	1 010
A%	6,4	10	13	30-40	43	9
E (GPa)	200	72	114	190-215	208	215
Rigidité spécifique $\sqrt{E/\rho}$ (MPa·cm ³ /g) ^{1/2}	184	161	156	154-164	157	167
Résistance spécifique Re/p (MPa·cm ³ /g)	188	142	191	21-39	61	110
500 °C						
R _e (MPa)	663		500-550	108	405	885
R _m (MPa)	704		600-770		745	1 090
A%	32		22	50		
E (GPa)	110		91	155		158
Rigidité spécifique $\sqrt{E/\rho}$ (MPa·cm ³ /g) ^{1/2}	139		143	140		158
Résistance spécifique Re/p (MPa·cm ³ /g)	112		111-122			114

L'amélioration des propriétés mécaniques des composés fer-aluminium nécessite l'ajout d'éléments d'alliage, et/ou d'une dispersion d'oxydes, et la mise au point de procédés spéciaux d'élaboration.

Le chrome est l'élément d'addition qui améliore le plus efficacement la ductilité des alliages Fe_3Al , tandis que le molybdène augmente la résistance au fluage; l'addition de bore au FeAl améliore légèrement la ductilité en renforçant les joints de grains par ségrégation intergranulaire modifiant en conséquence le mode de rupture. D'autres éléments comme le Mo, le Ni et le Zr augmentent la ductilité à température ambiante et la résistance aux températures élevées.

La réduction de la taille de grain (de l'ordre de micron) et la dispersion de particules comme l'yttria contribuent aussi à l'amélioration des propriétés mécaniques du FeAl puisqu'elles augmentent la résistance au fluage [1].

La vitesse de refroidissement après traitement thermique, qui détermine la concentration de lacunes thermiques, est également un facteur important. Un refroidissement contrôlé peut améliorer la ductilité de l'alliage [1].

1.3 Diagramme de phases et structure cristalline

Les alliages FeAl riches en fer peuvent présenter une structure cristallographique ordonnée (B2 ou D03) ou désordonnée (A2), la structure cristallographique et/ou la proportion entre les deux phases étant fonction de la composition, de la température, et éventuellement des traitements thermiques.

La Figure (1.1) présente le diagramme de phases FeAl . La région du diagramme de phases d'intérêt dans cette étude est le côté riche en fer où les phases αFe , Fe_3Al et FeAl sont stables. La phase ordonnée FeAl de structure B2 est présente entre 23 et 52 % d'Al, la phase ordonnée Fe_3Al de structure D03 entre 23 et 36 % d'Al, tandis que le domaine de composition de la structure désordonnée αFe correspond aux basses teneurs en aluminium.

Les structures ordonnées peuvent être décrites par un paramètre d'ordre (L) qui varie de 1 à 0 en fonction de la température, des éléments d'addition et du traitement thermique de l'alliage. L vaut 1 quand la structure est complètement

ordonnée: dans un composé AB, les atomes A (B) occupent les sites du sous réseau A (B). En revanche, les atomes A et B présentent une distribution aléatoire sur les sites de la maille lorsque L vaut 0. Pour un alliage AB, L est défini par:

$$L = \frac{r_A - X_A}{1 - X_A} \text{ ou } \frac{r_B - X_B}{1 - X_B}$$

Où X_A (ou X_B) représente la fraction molaire de l'élément A (ou B) et r_A (ou r_B) est la probabilité qu'un site du sous réseau A (B) soit occupé par l'atome correct [1].

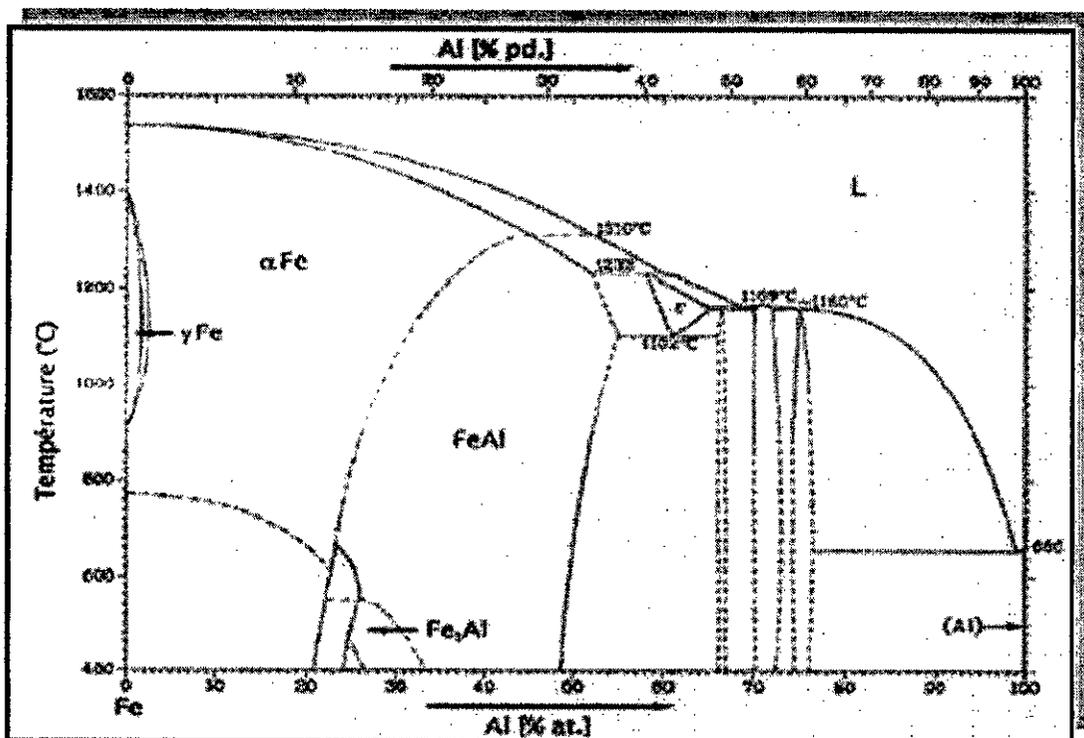


Figure 1.1: Diagramme de phases du système Fe-Al. [1]

Les structures cristallines A2, B2 et D03 sont schématisées sur la figure (1.2). La structure désordonnée A2 est une structure cubique centrée et possède un paramètre de maille a , les atomes de fer et d'aluminium sont distribués de manière aléatoire dans le réseau ainsi que schématisé sur la figure (1.2a). La structure ordonnée B2 est aussi cubique avec un paramètre identique à celui de la structure désordonnée, les atomes de fer étant situés sur les sommets et les atomes d'aluminium au centre de la maille (Figure (2. 2b)).

Enfin, la structure cristalline $D0_3$ possède un paramètre de maille $a_0 = 2a$. Dans l'alliage stœchiométrique Fe_3Al de structure $D0_3$ les sites α et β sont occupés par les atomes de fer tandis que les atomes d'aluminium occupent les sites γ tel que définis sur la figure (1.2).

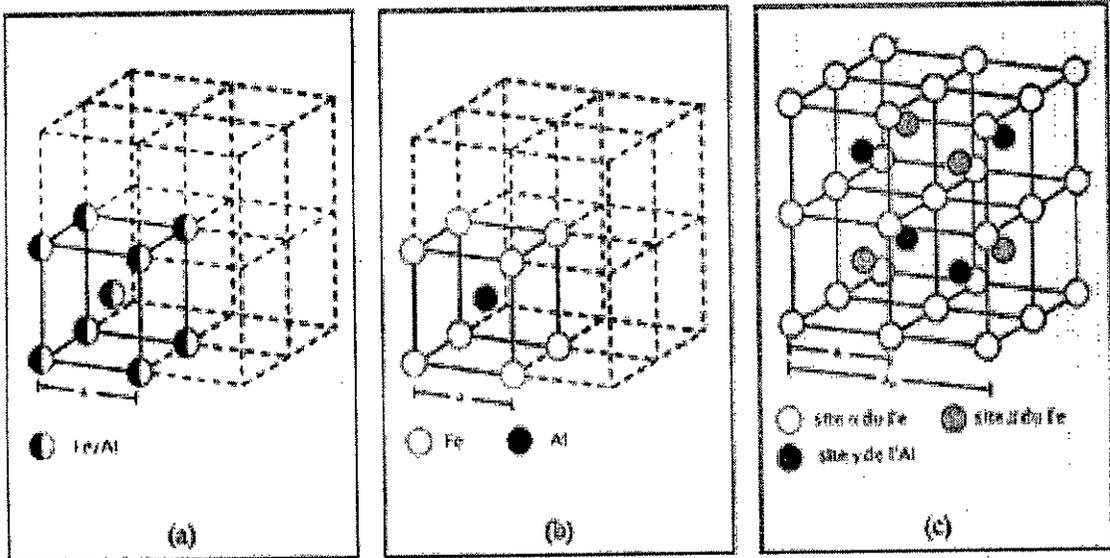


Figure 1.2 : Structures cristallines désordonnée A_2 (a), ordonnées B_2 (b) et DO_3 (c).[1]

1.4 Alliage FeAl de structure ordonnée B2

Les aluminures $FeAl$, $NiAl$, $CoAl$, et $PdAl$, entre autres, ont notamment en commun de cristalliser dans un même système cristallographique nommé B_2 .

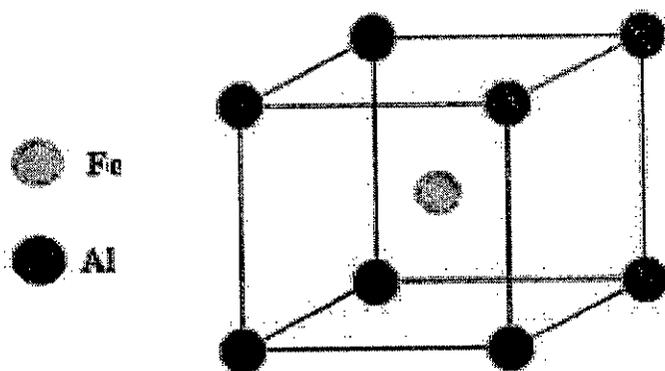


Figure 1.3 : Structure cristallographique B_2 de $FeAl$. [4]

Cette structure ordonnée (figure 1.3) correspond à celle du sel CsCl. Elle peut être décrite comme une maille cubique simple avec un motif de deux atomes $(0, 0, 0)$ et $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$. Les atomes du métal de transition occupent l'une de ces positions tandis que les atomes d'aluminium occupent l'autre. Ainsi chaque espèce d'atomes a huit atomes de l'autre espèce pour plus proche voisin. La conséquence de cet arrangement ordonné est un abaissement de la symétrie de la structure cubique centrée à la structure cubique simple [4].

Le paramètre de maille de FeAl varie assez faiblement ($< 1\%$) avec l'écart à la stoechiométrie : il présente un maximum correspondant à la composition stoechiométrique. Il augmente à mesure que la teneur en aluminium augmente jusqu'à la composition stoechiométrique, pour ensuite diminuer [6], passant ainsi de 2,8976 Å pour FeAl₄₀ à 2,9089 Å pour le composé stoechiométrique [14].

Les alliages ordonnés B2 FeAl ont fait l'objet de très nombreuses études. Des chapitres spécifiques leur sont consacrés dans l'ouvrage collectif dirigé par Westbrook et Fleischer [15]. Nous donnons ici un aperçu de l'état des connaissances en commençant par les faits bien établis que sont le diagramme de phases et la cristallographie de cet alliage.

1.5 Intérêt des alliages intermétalliques B₂

À la différence d'autres aluminures, les alliages intermétalliques B₂ présentent l'intérêt supplémentaire d'être composés d'éléments non stratégiques : ils sont abondants et peu cher.

Les aluminures de fer basé sur le composé ordonné équi-atomique FeAl (structure cubique centrée de type B2) possèdent une excellente résistance en environnement oxydant, sulfurant ou carburant jusqu'à 1000°C et une résistance à l'érosion. Ces propriétés associées à leur densité relativement faible ($< 6 \text{ g.cm}^{-3}$), et au coût réduit des matériaux de base [12, 16], leur procure un intérêt potentiel pour la fabrication de pièces structurales, y compris dans des environnements agressifs pour des applications telles que des échangeurs de chaleur ou encore des composants de moteur ou de turbines.

Il est possible de considérer ces matériaux comme des substituts possibles aux alliages légers, aux aciers ou aux superalliages pour des applications industrielles exploitant leurs propriétés particulières :

- La densité réduite de 25 % par rapport aux aciers et alliages de nickel, à propriétés et moyens de mise en œuvre comparables par ailleurs, permet d'envisager la réduction de poids de pièces structurales aéronautiques et spatiales : boulonneries, trains d'atterrissage, pièces de systèmes de freinage, ...
- la résistance spécifique élevée permet également d'envisager des applications en substitution d'alliages à haute résistance (aciers et superalliages) utilisés pour la fabrication de pièces critiques en mouvement de moteurs thermiques et de turbomachines, tels que les soupapes, les axes et arbres, les aubes de turbines ; la réduction de masse de tels composants réduit généralement les problèmes d'inertie, de frottement et de vibration et entraîne de ce fait la réduction de masse d'autres composants tels que les paliers, les ressorts, les systèmes d'attache et de refroidissement, par effet « boule de neige » ;
- la rigidité spécifique constitue une propriété particulièrement intéressante de ces matériaux ; elle est en effet 10 à 20 % plus élevée que celle des alliages structuraux utilisés actuellement (alliages légers, aciers et superalliages) pour la fabrication de pièces devant travailler dans des régimes vibratoires proches de limites de résonance, voire au delà, telles que certains arbres de puissance de turbines ou certaines buses ou canalisations d'injection de fluides ;
- les propriétés de résistance à la corrosion peuvent être utilisées dans la fabrication de résistors de fours ou de tubes d'échangeurs de chaleur. »

[13]

CHAPITRE 2

COMPORTEMENT A LA FRAGILITE

2.1 Fragilité des alliages intermétalliques FeAl

De nombreux travaux ont été et sont menés sur la caractérisation et la compréhension de la fragilité à température ambiante des alliages intermétalliques B2. Plusieurs hypothèses prévalent pour expliciter les origines de la fragilité de ces matériaux. Compte tenue de la structure C.C de ces alliages il pourrait s'agir d'une transition fragile /ductile qui aurait lieu à haute température. La fragilité pourrait aussi provenir du fait que ces matériaux sont ordonnés.

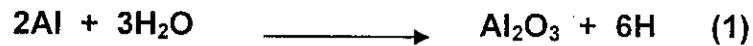
Il en ressort que la fragilité inter granulaire ne peut être attribué à une ségrégation d'impureté sur les joints de grains tandis qu'il est bien admis [15] que la fragilité intragranulaire trouve son origine dans l'effet d'environnement et dans les conditions d'essais. Ainsi le premier type de la fragilité est intrinsèque alors que le second est extrinsèque.

Deux hypothèses ont été proposées pour expliquer la fragilité inter granulaire. Succinctement il s'agirait soit de la faible cohésion des joints de grains soit de la difficile transmission du glissement, due à la structure ordonnée du matériau, au travers des joints de grains [4].

2.1.1 Fragilisation par effet d'hydrogène (environnement)

La sensibilité à l'hydrogène provoquant ce qu'on appelle la fragilisation environnementale est communément admise pour être l'une des principales raisons de la faible plasticité et la susceptibilité à la rupture fragile des aluminures de fer dans l'air à température ambiante [17].

L'effet peut être expliqué par la réaction chimique (1) des atomes d'aluminium dans les aluminures avec la vapeur d'eau dans l'air, qui résulte dans la génération d'hydrogène atomique [6].



L'hydrogène atomique ainsi produit diffuse en têtes de fissures et réduit la contrainte nécessaire au clivage [18].

Récemment, dans une étude menée sur des monocristaux du type FeAl40-43 orientés pour glissement simple, Baker et al [19] ont montré que la quantité d'hydrogène atomique générée en fond de fissure par la réaction (1) est suffisante pour fragiliser les alliages puisqu'un chargement en hydrogène réalisé sur ces alliages ne modifie pas l'ordre suivant : $A\%_{\text{air}} < A\%_{\text{vide}} < A\%_{\text{oxygène sec}}$ (en indice est précisé l'environnement dans lequel les monocristaux ont été testés). La sollicitation sous vide ou à l'air entraîne l'apparition d'une fissuration secondaire importante sur les nombreuses surfaces clivées obtenues [19], alors que sous oxygène sec la rupture est ductile à cupules. Cela amène les auteurs à penser que la propagation des fissures est le paramètre moteur de la fragilité, non leur nucléation.

Si l'environnement dans lequel l'essai est réalisé est dépourvu de vapeur d'eau, l'allongement à la rupture sera conséquent. Une présentation graphique de l'effet des différents environnements d'essai sur la ductilité est présentée sur la figure 2.1.

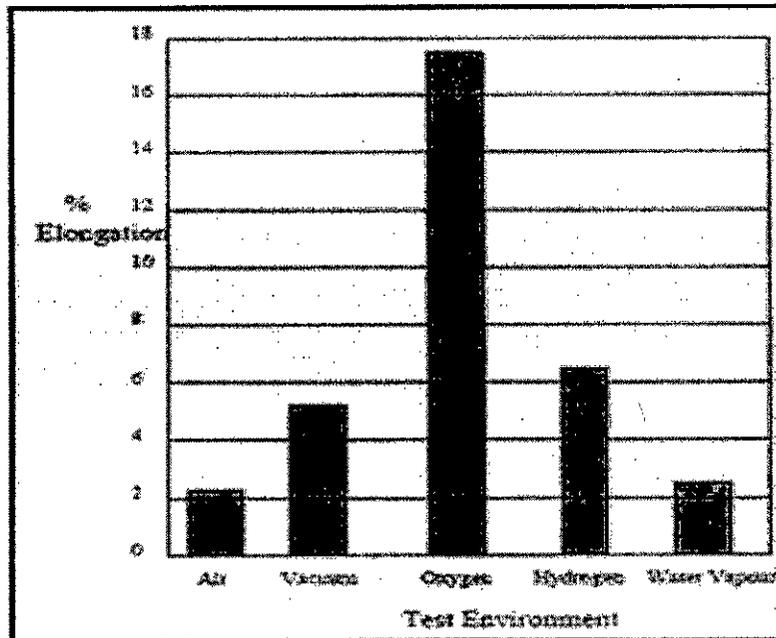


Figure 2.1 : L'effet des environnements sur la ductilité dans le FeAl à température ambiante.[19]

Cohron et al [20] ont noté par ailleurs que si la ductilité diminue quand la pression d' H_2 augmente, l'hydrogène moléculaire est cependant moins fragilisant que l'humidité atmosphérique.

La quantité de vapeur d'eau minimale nécessaire pour provoquer la fragilité des FeAl est aussi faible que quelques ppm [18]. L'influence d' H_2 est complexe et comprend l'adsorption produite sur l'interface métal – l'environnement environnant, et aussi les procédés produits dans le matériau tel que : la diffusion et l'interaction avec les atomes des éléments d'alliage, et les défauts des réseaux cristallins.

La présence des encoches sur la surface du matériau facilite la pénétration d'hydrogène dans l'alliage. La quantité de ce dernier pénétrant dans les aluminures de fer dépend des conditions suivant [18] :

- La condition de la couche superficielle d'alumine.
- Le temps d'exposition.
- La vitesse de diffusion.

Les cavités aux joints de grains dans les alliages ordonnés servent comme sites de piégeage d'H₂.

L'hydrogène ségrège largement aux joints de grains de l'alliage ordonné et réduit la cohésion des joints de grains. Une telle ségrégation ne peut se produire dans les alliages désordonnés où beaucoup moins de sites (cavités) sont disponibles pour la ségrégation d'hydrogène [18].

L'hydrogène possède un caractère ionique positive dans les métaux et agit comme un proton, parce qu'un électron de valence autour du noyau d'hydrogène (proton) est presque libre dans les métaux. Il est connu que la lacune possède une force ionique négative et les atomes d'hydrogène peuvent être piégés par les lacunes dues à l'interaction ionique [18].

Les alliages intermétalliques B₂ contenant 37 à 50at.% Al sont capables d'absorber l'hydrogène atomique à température ambiante, où la teneur d'élément absorbé (solubilité) croit avec la teneur en Al.

Les joints de grains de l'alliage stœchiométrique (Fe-50at.%Al) piège une quantité considérable d'hydrogène, qui peut provoquer la fissuration inter cristalline durant la déformation.

Pour Launois et Fraczkiewicz [21] la rupture se produit en deux temps, la fragilisation par effet d'environnement étant superficielle. L'amorçage de la rupture se ferait par propagation de fissures de corrosion sous contrainte alors que la propagation de la rupture aurait lieu sous la contrainte intrinsèque de rupture (1480 Mpa) [5].

La fragilité à température ambiante qui est principalement causée par la fragilisation d'hydrogène peut être résolue par la réduction de la taille des grains [2], ou par des ajouts d'éléments d'alliage qui doivent interférer avec la formation d'hydrogène atomique à la surface ou à empêcher sa diffusion [18].

2.1.2 Durcissement et fragilisation lacunaire

Les alliages FeAl, comme d'autres alliages, forment des lacunes thermiques pendant un traitement thermique. Cependant, à la différence d'autres métaux et

alliages intermétalliques, les composés FeAl peuvent contenir de grandes concentrations de lacunes (quelques %), et ce même après un refroidissement lent. Ceci est lié, d'une part, à une faible enthalpie de formation de lacunes (ΔH_f) et, d'autre part, à une enthalpie de migration ΔH_m plus élevée que ΔH_f (Tableau 2.1) qui gêne l'annihilation des lacunes.

Tableau 2.1: Enthalpie de formation et de migration des lacunes dans les alliages intermétalliques FeAl [22]

Alliage	Structure	Enthalpie de formation ΔH_f (eV)	Enthalpie de migration, ΔH_m (eV)
Fe ₃ Al	DO ₃	0.7-1.2	1.3-1.5
FeAl	B2	0.3-1.5	1.0-1.7

Les lacunes thermiques provoquent un durcissement qui peut accentuer la fragilité à l'ambiante de ces alliages. Le maximum de la concentration des lacunes thermiques retenues est atteint après un maintien à 950°C pour FeAl₄₀. [22]

Le site le plus probable pour la lacune est le site de fer, d'après les travaux de Paris et al [23] comme le montre la figure 2.2.

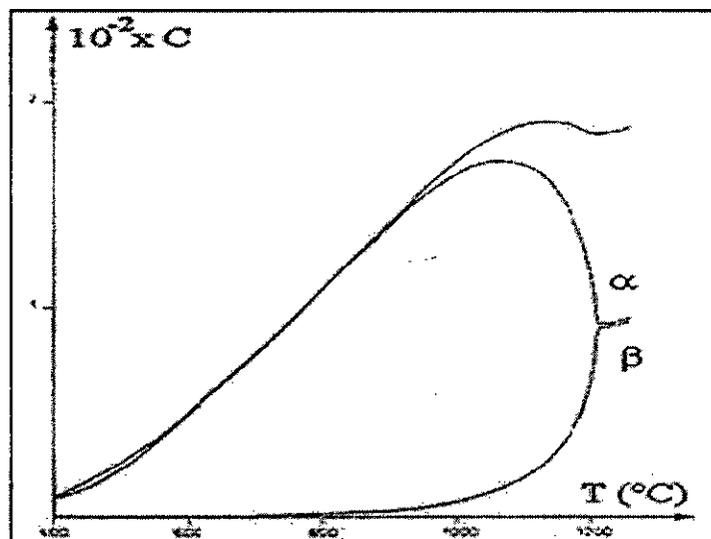


Figure 2.2 : Concentration totale en lacunes et leur répartition sur les deux sous-réseaux (α : Fe, β : Al) dans FeAl_{49.5}. [23]

La figure (2.3), montre que la concentration des lacunes en excès est sensiblement influencée par la concentration en aluminium et la température [24]. Les teneurs en lacunes ont été mesurées à température ambiante après une trempe depuis différentes températures (indiquées sur les courbes) pour des teneurs variables en aluminium. Ces mesures indiquent que la concentration en lacunes augmente avec la température et dans un certain domaine avec la teneur en aluminium. Cette dernière dépendance pourrait être associée à une augmentation de l'enthalpie de migration avec la teneur en aluminium.

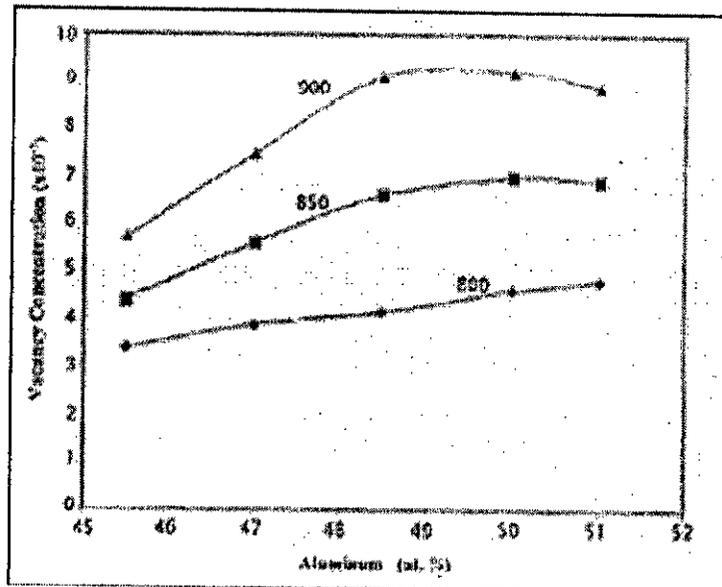


Figure 2.3 : Variation de la concentration de lacunes avec la teneur en Aluminium [24].

Ainsi les alliages hypostœchiométriques du type FeAl₄₀ retiennent environ dix fois moins de lacunes en excès, que les alliages stœchiométriques [25].

Les processus d'élimination des lacunes thermiques en excès ont été étudiés très tôt [22]. Le moyen le plus efficace pour les éliminer consiste à faire subir à l'alliage un recuit long à 400°C [22], typiquement une semaine.

2.1.3 Conditions d'essais

Les premiers travaux datent du début des années soixante [26] et s'intéressent essentiellement à la fragilité à chaud des alliages FeAl B2. Ils établissent les premières caractéristiques de cette fragilité, à savoir une faible

résistance aux chocs pour des températures supérieures à 700°C ainsi qu'une forte sensibilité à la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$).

De plus, la proportion de rupture intergranulaire augmente avec la température pour des vitesses de déformation ($\dot{\epsilon}$) élevées et avec la concentration en lacunes thermiques retenues dans le matériau [4, 26].

Dans une étude de la résilience de l'alliage FeAl40 pour considérer l'influence de la température, Pang et Kumar [27] distinguent deux régimes de température :

- A température ambiante A% augmente si la vitesse de déformation augmente,
- A plus haute température (873-973K) l'allongement à la rupture diminue si $\dot{\epsilon}$ augmente.

Le mode de rupture lui aussi change lorsque la température augmente ainsi que l'observent Baker et al [28] lors d'essais de traction sous vide à 10^{-4}s^{-1} jusqu'à 500 K. Ils rapportent que la proportion de clivage devient plus importante lorsque la température augmente pour FeAl45 tandis que pour FeAl₄₈ et FeAl₄₀ la rupture reste respectivement intergranulaire et mixte.

Nagpal et Baker [19] ont montré que l'allongement du Fe-45%Al sous air est indépendant de la vitesse de déformation jusqu'à 10^{-2}s^{-1} , mais augmente avec la vitesse de traction jusqu'à 1s^{-1} . Webb et Lefort ont étudié les effets couplés de la vitesse de déformation et de l'environnement sur la ductilité à l'ambiante d'un alliage Fe-40%Al à teneurs optimisées en Zr et B. Ils ont observé que la ductilité est considérablement améliorée avec l'augmentation de la vitesse de traction quand les essais sont réalisés à l'air. Au contraire, quand les essais sont réalisés sous vide, la ductilité ne dépend pas de la vitesse de déformation. Les fractographies montrent que la fragilité provient d'une rupture par clivage qui apparaît en premier lieu dans les grains affectés en périphérie des éprouvettes.

2.1.4 Les paramètres influençant le mode de rupture

En ce qui concerne le mode de rupture, il est à la fois influencé par l'écart à la stoechiométrie, les conditions d'essais (é, atmosphère...) et la procédure d'élaboration (rétention de lacunes...). Les grandes tendances qui peuvent en être extraites sont les suivantes :

- plus l'écart à la stoechiométrie augmente plus la rupture devient mixte puis complètement intragranulaire [4,29];
- l'effet d'environnement conduit préférentiellement à une rupture intragranulaire dans le cas d'alliages hypo-stoechiométriques [31,30]. Cet effet est particulièrement mis en évidence pour FeAl40 lorsque la vitesse de déformation diminue [21,31];
- les lacunes thermiques retenues en excès semblent provoquer une rupture intergranulaire pour FeAl40. Cela explique vraisemblablement pourquoi Sainfort et al [32], Liu et George [33] et Pang et Kumar [34] observent une rupture majoritairement intergranulaire, quelle que soit la vitesse de déformation ou l'environnement. En revanche les résultats de Gay [35] apportent une nuance aux travaux de Pike et Liu [36]. En effet, pour un alliage FeAl40 dont la concentration en lacunes est minimale (suivie par dilatométrie), Gay [35] met en évidence une rupture intergranulaire sous sollicitation à l'air à une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-6}s^{-1} . Comme le précise Gay [35], la taille de grain très importante peut nuire aux propriétés mécaniques des alliages étudiés.
- lorsque l'écart à la stoechiométrie est faible, les alliages rompent toujours de manière intergranulaire [37, 38].

Cependant, certains éléments d'addition peuvent modifier le mode de rupture. Ainsi les alliages FeAl40 étudiés par Sainfort et al [32] et Pang et Kumar [34] contiennent respectivement du zirconium et du carbone. Dans ce dernier cas

(0,04% at.C) aucun carbure n'a été rapporté par les auteurs. Pour l'alliage FeAl40C0.6, Pang et Kumar [34] constatent en effet que la présence de carbures modifie le mode de rupture, puisque la rupture évolue d'intergranulaire à mixte (majoritairement intragranulaire) lorsque la vitesse de déformation augmente. Les auteurs supposent que les carbures constitueraient des pièges à hydrogène qui limiteraient ainsi l'effet d'environnement à faible vitesse de déformation.

2.2. Conséquence d'ajout d'éléments d'addition

2.2.1 L'effet du bore

Plusieurs études ont prouvé l'action bénéfique du bore sur la fragilité à température ambiante d'alliages FeAl hypo stœchiométrique (riche en fer), le bore permet d'augmenter à la fois $A\%$ et σ_{rup} et simultanément (figure 2.4) de limiter la fragilité intrinsèque de l'alliage FeAl [1, 4].

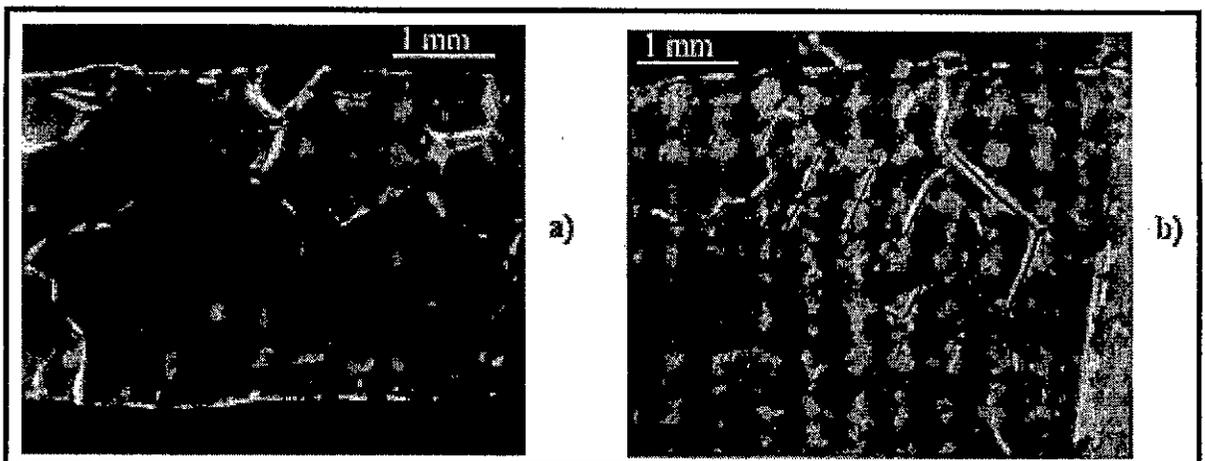


Figure 2.4 : Faciès de rupture d'alliages FeAl après sollicitation en flexion quatre points à température ambiante. a) FeAl ; b) FeAlB.[1]

Crimp et Vedula [5] était les premiers à mettre en évidence l'effet du bore sur le mode de rupture d'alliages FeAl aussi sur la limite d'élasticité, le bore renforce en effet les joints de grains faisant passer le mode de rupture d'inter-à intra granulaire [5].

Nombreuses études montrent ainsi que le bore :

- Renforce la matrice par effet de solution solide [[5, 35, 37],
- Diminue assez nettement la sensibilité d'alliage FeAl à l'effet d'environnement la faisant même disparaître des $10^{-2}s^{-1}$ [32], une petite quantité de B peut ralentir la diffusion d'hydrogène dans les intermétalliques [2].
- Diminue légèrement la température de transition fragile/ductile [5, 37],
- Stabilise les défauts plans et favorise l'apparition d'une structure de dislocations régulière et hétérogène [5, 39, 40].
- Accélère l'élimination des lacunes [35, 40],

La ségrégation inter granulaire du bore est le principal phénomène pouvant expliquer son effet bénéfique sur le mode de rupture de ces intermétalliques. Les études récentes [35, 40, 41] montrent qu'il s'agit d'une ségrégation relativement faible, limitée à quelques ppm, mais néanmoins suffisante pour améliorer le comportement mécanique. Les calculs récents de Lejcek et fraczkiwicz [42] indiquent que cette faible ségrégation inter granulaire du bore serait liée à un nombre limité de positions possibles pour le bore dans les joints de grains. Les auteurs précisent que cela pourrait être expliqué par le phénomène de la mise en ordre des plans de joints de grains.

Rappelons néanmoins que si la limite de solubilité du bore dans la matrice FeAl est dépassée, l'effet du bore s'atténue : en raison de la précipitation de borures intergranulaire, un retour de la rupture intergranulaire ainsi que celui d'un allongement inexistant sont observés [35, 43]. L'auteur montre par ailleurs que la structure cristallographique de borures correspond à celle Fe_2B .

L'effet du bore n'est pas aussi marqué pour les alliages ternaires que pour l'alliage binaire. En effet, bien que le dopage en bore améliore la contrainte à la rupture, il ne conduit pas à supprimer totalement la fragilité intrinsèque comme dans le cas du binaire. σ_{rup} pour un alliage dopé de (400 ppm at.B) est trois fois plus élevée pour FeAlB que pour FeAl pur.

2.2.2 L'effet du Ti

La recherche de meilleures propriétés mécaniques, notamment une plus grande résistance à la corrosion [44], a conduit à l'introduction de titane comme élément d'alliage dans FeAl. Zhu et al ont signalé que le titane favorise l'amélioration des propriétés mécaniques des aluminures de fer.

Parmi les travaux concernant l'addition d'un second métal de transition à FeAl montrent que dans les alliages ordonnés B2 les atomes de Ti occupent les sites d'aluminium, et que cette addition semble être, selon Zhu et al [45], un moyen potentiel pour l'amélioration des propriétés de fluage par le durcissement en solution solide (DSS).

Schneibal et al [46] ont mesuré les modules de Young et de cisaillement pour des alliages de type FeAl₄₅M₅B_{0.2}Zr_{0.1} (M=Ti, Cr, Mn, Fe, Co, Ni ou Cu) à température ambiante (Figure 2.5). Pour une addition de 5% at. de titane, les auteurs mesurent un module de Young de 174Gpa et un module de cisaillement de 65Gpa.

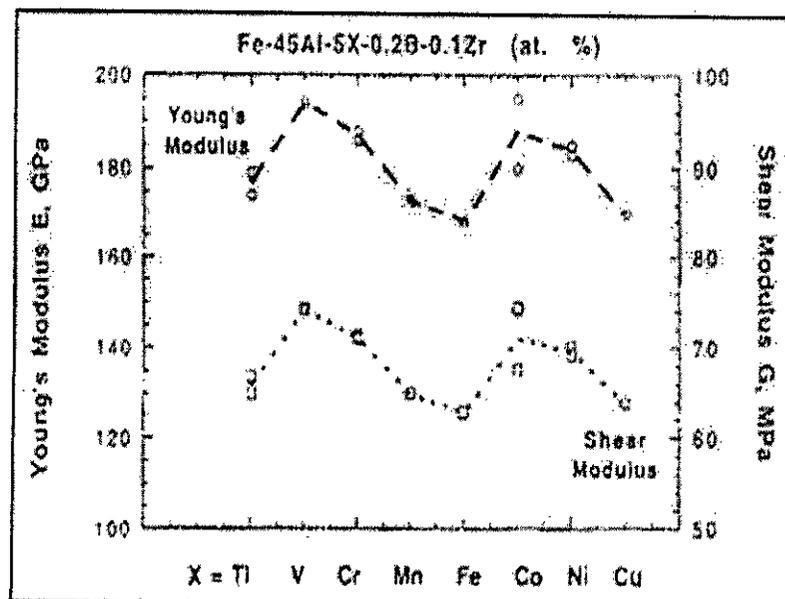


Figure 2.5 : Evolution, à température ambiante, des modules d'Young et de cisaillement en fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout. [46]

D'autres travaux de schneibal et al [4] confirment que Re à l'ambiante des alliages FeAl augmente après l'addition du Ti, et même que l'augmentation de cette limite d'élasticité est la plus élevée en comparaison de celle générée par l'addition de ces éléments de transition choisis (Cr, Mn, Co ou Cu), (figure 2.6).

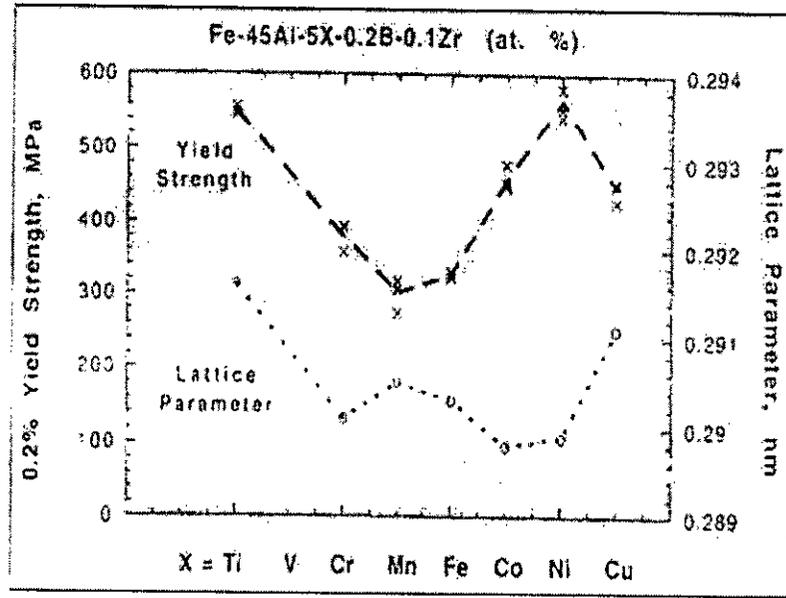


Figure 2.6 : Évolution de la limite d'élasticité à température ambiante en fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout.[46]

Plusieurs travaux [3], [45], [46] ont signalé que l'addition du Titane est très efficace dans l'amélioration de la résistance à l'usure, (figure 2.7). Comme il permet d'augmenter la dureté et la résistance à la flexion à température ambiante, ce qui est rapporté par Zhu et al [45], par effet de renforcement ordonné et durcissement en solution solide.

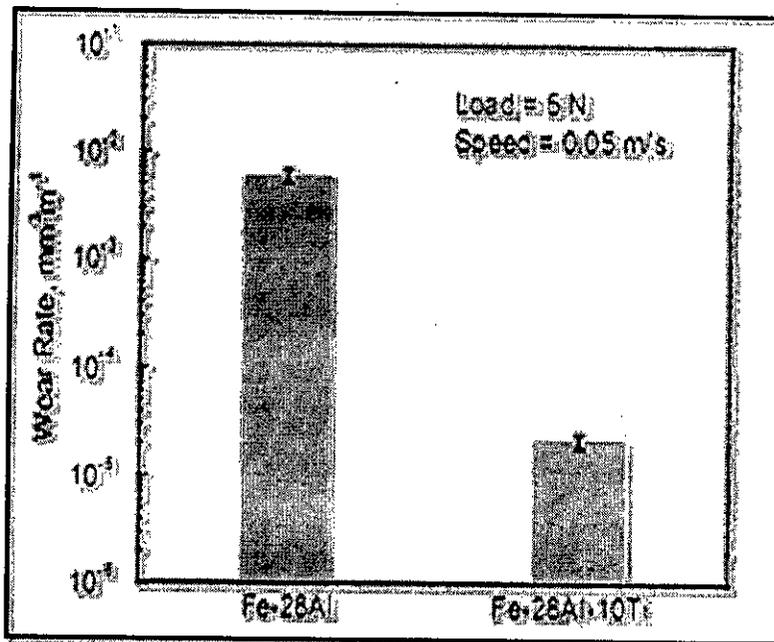


Figure 2.7 : Comparaison de la résistance à l'usure de FeAl28 et FeAl28Ti. [3]

2.2.3 L'effet du Zr

Le zirconium permet d'augmenter simultanément R_e et la ductilité du matériau à température ambiante comme il participe à l'amélioration de la résistance aux températures élevées [4].

Des traitements thermiques favorisant la formation de carbures ont permis d'améliorer la ductilité de ces intermétalliques en réduisant la ségrégation de carbone libre aux joints de grains. Sainfort et al [32] ont montré qu'un tel résultat était obtenu par une addition de Zr jusqu'à 0,1% en poids.

Parmi les éléments se substituant uniquement à l'aluminium nous pouvons citer Si, Ge, Ti, Zr, Hf, et Nb. Le durcissement en solution solide (DSS) consécutifs à ces additions ternaires varie sensiblement suivant l'écart à la stoechiométrie, le réseau d'occupation et le facteur de taille. Zr et Hf produisent un durcissement plus efficace. Il est cependant à noter que ce renforcement est plus conséquent à haute température.

L'effet bénéfique sur la ductilité et propriétés de traction et de fluage ont été observé dans les aluminures FeAl allié au Zr [2]. Cet effet positif du Zr peut être expliqué par durcissement en solution solide.

CHAPITRE 3

TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Dans ce chapitre, nous allons décrire les différentes opérations et techniques expérimentales utilisées lors de la réalisation de ce travail par ordre chronologique.

3.1 Elaboration des échantillons

Les alliages étudiés sont élaborés au laboratoire de métallurgie du Centre de Recherche Nucléaire de Draria (CRND) dans un four à arc de marque Centon sous atmosphère contrôlée.

3.1.1 Description du four à arc

Le four est constitué de quatre parties :

- Chambre de four.
- Générateur.
- Système de contrôle et de distribution d'eau et de gaz.
- Pompe à vide.

Le four est constitué d'une chambre en quartz dans laquelle se trouve un creuset en cuivre refroidit à l'eau, une électrode non consommables (tungstène) est articulée manuellement par levier. La fusion des éléments est faite dans le creuset en cuivre sous atmosphère neutre d'argon. Cette technique consiste à faire le vide dans une petite chambre refroidie à l'eau à l'aide d'une pompe à vide. La petite chambre est équipée d'une lunette au travers laquelle il est possible de visualiser les opérations de fusion et de coulée. La petite chambre est reliée par un générateur pour l'alimentation en courant électrique, (figure 3.1).

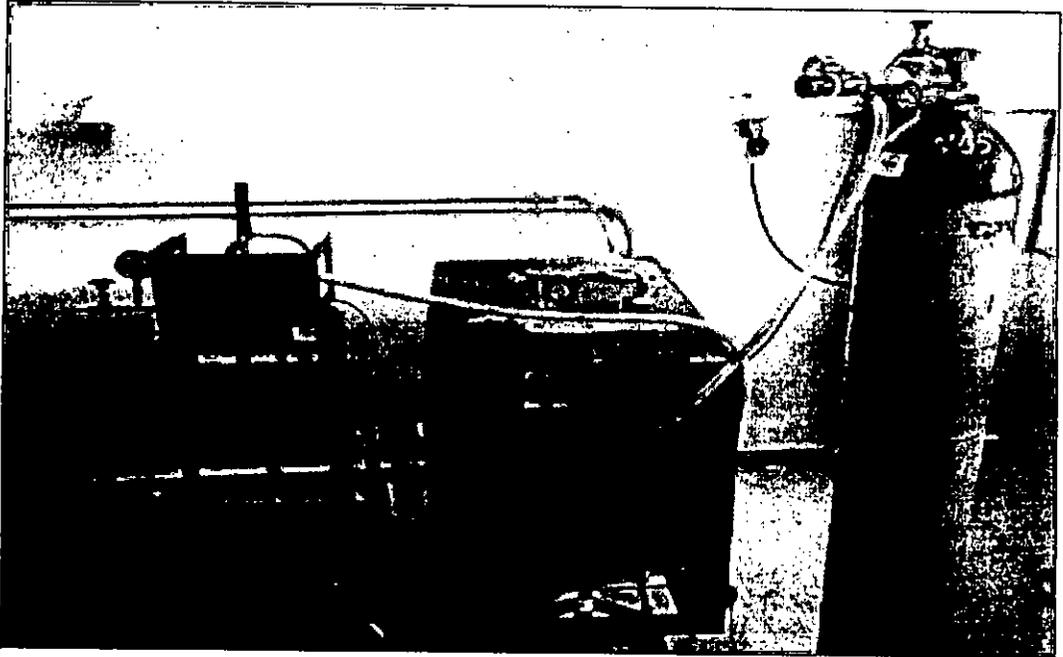


Figure 3.1 : Four à arc.

3.1.2 Le bilan massique

Avant chaque élaboration il est primordial de calculer d'une manière précise la quantité des éléments constituant la charge métallique pour atteindre une composition estimative finale. On s'est fait aider par l'utilisation d'un logiciel (PATP) de conversion Pds% → at% pour calculer la masse de chaque élément à ajouter. La composition chimique des alliages étudiés sont présentés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Les compositions chimiques des alliages élaborés.

Alliages	Element	Composition en at%	Composition en Wt%	Composition en g
FeAl	Fe	60	75.63	22.69
	Al	40	24.36	7.31
FeAlTi	Fe	57	72.24	21.67
	Al	40	24.49	7.35
	Ti	03	3.26	0.98
FeAlTiB	Fe	56.96	72.22	21.64
	Al	40	24.50	7.33
	Ti	03	3.26	0.98
	B	0.04	0.01	0.005
FeAlTiBZr	Fe	56.86	72.04	21.61
	Al	40	24.48	7.34
	Ti	03	3.26	0.98
	B	0.04	0.01	0.003
	Zr	0.1	0.21	0.062

3.1.3 Elaborations

Les échantillons étudiés ont été élaborés en utilisant les éléments (Fe, Al, Ti, B, Zr) de pureté 99.99% (la teneur de chaque élément est donné en at. %), à fin d'obtenir une teneur faible d'impuretés potentiellement nuisible (S <10ppm, P <10ppm, C <20ppm), dont chacun à une masse de 30g.

Le procédé comporte trois (03) refusions à fin d'obtenir une bonne homogénéisation de l'alliage. Les caractéristiques physico-chimiques des éléments utilisés comme matière première dans cette élaboration sont présentés dans le tableau 4.

Tableau 3.2 : Les caractéristiques physico-chimiques du Fe, Al, Ti, B, Zr.

	Nombre atomique	Masse atomique	Densité (g/cm ³)	Point de fusion (K)	Conductivité électrique	Conductivité Thermique w/(m k)
Fe	26	55.85	7.86	1808	9.93x10 ⁶	80.2
Al	13	26.98	2.701	1941	37.7x10 ⁶	237
Ti	22	47.86	4.51	1668	2,34x10 ⁶	21.9
B	5	10.811	2.34	2349	1.0x10 ⁻⁴	27.4
Zr	40	91.22	6.52	2128	6,32x10 ⁶	22.7

3.2 Traitement thermique

Après l'élaboration des échantillons, ces derniers subissent un traitement d'homogénéisation dans un four à moufle de type Thermolyne furnace 47900 à une température de 950 °C pendant 2h. Le four est ensuite éteint et laisser refroidir à la température ambiante.

Puis un traitement de recuit, dont ces paramètres sont connus depuis longtemps pour l'alliage binaire, un chauffage à 400°C pendant une semaine, mais ils sont affectés par l'addition des éléments d'addition. À partir des résultats des travaux antérieurs qui ont suivi l'élimination des lacunes thermiques par dilatométrie [4], on a fixé la température à 500°C et un maintien de 168 heures pour les alliages intermétallique FeAl alliés aux (Ti, B, Zr).

3.3 Caractérisation microstructurale

L'examen métallographique de nos échantillons n'est rendu possible qu'après préparation et attaque chimique.

3.3.1 Préparation métallographique

La préparation métallographique consiste en : les opérations de découpage, de polissage métallographique et attaque chimique.

3.3.1.1 Le prélèvement des échantillons

Les échantillons sont découpés des pièces élaborées, à l'aide d'une micro-tronçonneuse automatique avec disque diamanté. Le refroidissement de l'échantillon est impératif pour éviter une quelconque modification de la structure des échantillons.

3.3.1.2. Le Polissage mécanique

Il consiste à rendre la surface plane et brillante de façon à ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen microscopique. Cette opération se fait généralement en deux étapes: pré polissage et polissage de finition.

En premier, les échantillons sont polis mécaniquement par frottement sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus fine passant de 180 à 1200

A l'étape finale, le polissage se fait sur un disque de feutre, imbibé d'une suspension d'alumine de granulométrie 200 μm . L'objectif de cette étape est d'obtenir une surface avec un aspect miroir.

3.3.1.3. L'attaque chimique des échantillons

Les échantillons à l'état poli étant très difficilement observables, une attaque chimique est indispensable pour révéler la structure et contraster les différentes phases. La méthode la plus répandue consiste à tremper la face à observer dans le réactif choisi au préalable pendant un temps convenable. Nos échantillons se révèlent facilement à l'aide d'une solution de composition :

- H_2SO_4 à 45 % en volume,
- HNO_3 à 45 % en volume,
- H_2O à 10% en volume.

Les attaques sont réalisées à température ambiante avec un temps d'attaque qui varie entre 10 à 40s. Après l'attaque, les échantillons sont lavés soigneusement dans un courant d'eau, et séchés par un jet d'air sous pression.

3.3.2 Examen au microscope optique (MO)

L'examen métallographique des échantillons est effectué avec un microscope optique de marque Carl Zeiss type Axio teck 100 (figure 3.2). Le microscope autorise des grossissements allant jusqu'à 1000x.

Une caméra de marque Axio Cam équipe le microscope pour numériser des images observées au MO à travers une carte d'acquisition incorporée dans un micro-ordinateur.

La caméra fournit des images qui peuvent atteindre des résolutions de 1,2 Mpixels et des grossissements globaux allant jusqu'à 8000x, en utilisant un objectif de 100x. Le microscope permet des observations avec trois types de contrastes :

- **Fond clair** : C'est le mode le plus couramment utilisé en MO, il permet d'examiner des préparations opaques comme des coupes polies et des waters.
- **Fond noir** : Ce procédé se prête particulièrement à l'inspection des surfaces techniques. Il permet de discerner les parties les plus fines en dessous de la limite de résolution du microscope.
- **Contraste interférentiel différentiel (DIC)** : Ce procédé est basé sur des phénomènes de polarisations optiques et se prête ainsi fort bien à la visualisation d'infimes dénivelés de surfaces.

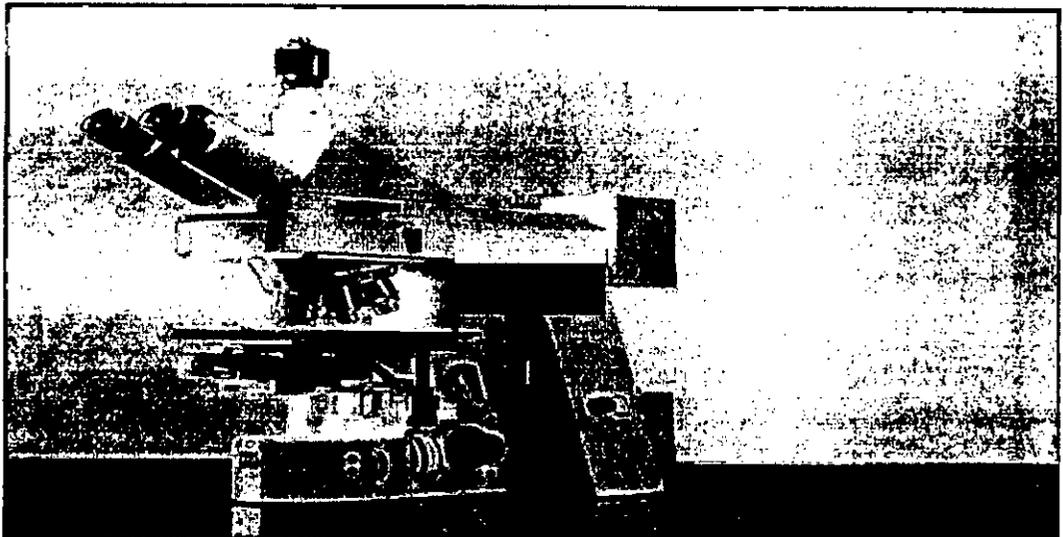


Figure 3.2: Microscope optique.

3.3.3 Examen au microscope électronique à balayage (MEB)

Le MEB ou SEM en anglais pour Scanning Electron Microscopy. Basé sur le principe d'un faisceau d'électrons moins énergétiques (1 à 40 keV) est balayé à la surface de l'échantillon à analyser. En chaque point, les électrons secondaires et/ou rétrodiffusés qui s'échappent de l'échantillon sont détectés. L'image est formée sur un écran image en balayage synchrone avec le balayage sur l'échantillon.

Le MEB est aussi un appareil destiné à la microanalyse X. Il est conçu autour de 3 à 5 spectromètres WDS, disposés autour de la colonne électronique.

Un microscope optique permet d'obtenir une image en lumière polarisée ou en DIC de la plage analysée, en même temps que l'image en électrons secondaires ou rétrodiffusés. En général un EDS permet de faire rapidement une mesure qualitative. Les mesures sont relativement longues mais très précises. L'image est de même qualité que celle obtenue sur un MEB de base.

La microsonde est une machine à produire de l'analyse quantitative de haut niveau, pour des majeurs aussi bien que pour des traces.

L'analyse de nos échantillons a été effectuée par un microscope électronique à balayage de marque PHILIPS 130 XL FEG au niveau du (CRNA).

3.4 Diffraction aux rayons X

3.4.1 Principe d'un diffractomètre

Un diffractomètre conventionnel est formé d'un tube à rayon X, d'un goniomètre, d'un système de fentes et de filtres, d'un détecteur et de platine qui reçoit l'échantillon. Il existe plusieurs configurations pour mettre en relation ces différents éléments. Sur la figure 3.3, est illustrée la photo du diffractomètre de marque Philips X'Pert Pro existant au CRNA.

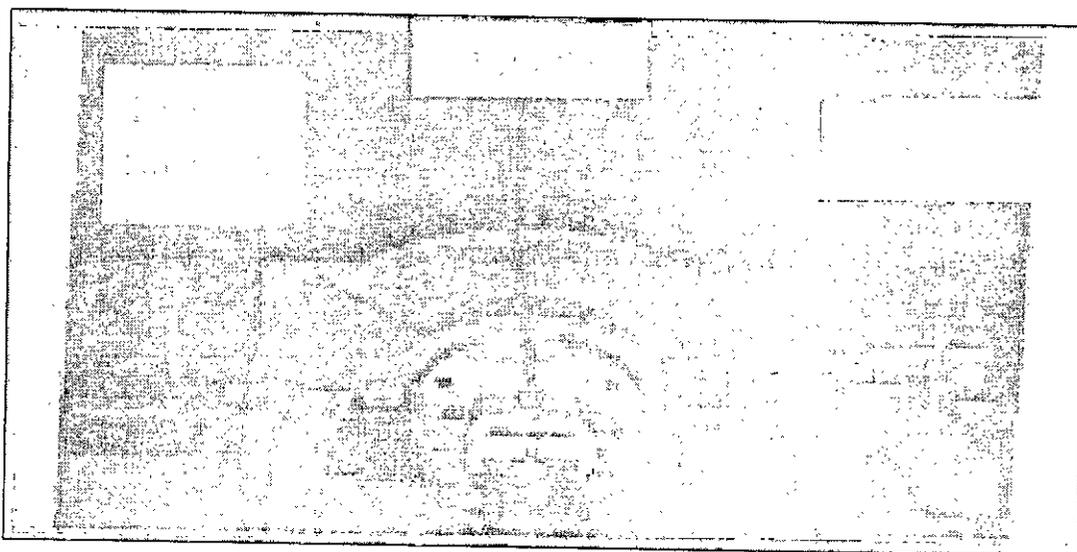


Figure 3.3: Photo du diffractomètre Philips disponible au CRNA

3.4.2 Enregistrement des spectres

Le spectre de diffraction aux rayons X est une mesure incontournable de l'état de cristallinité et d'équilibre des phases présentes dans nos échantillons.

L'indexation des spectres obtenus par cette technique conduit à l'identification des phases en présence et au calcul des paramètres de maille. L'évaluation des intensités des pics peut conduire au pourcentage volumique des phases en présence. Enfin, la largeur à mi-hauteur conduit à la mesure de la taille des grains.

3.5 Essai de microdureté

La caractérisation micromécanique des alliages étudiés est définie par un profil de micro indentation, disant à des intervalles plus ou moins réguliers de 10µm, et de la surface vers le cœur de l'échantillon.

Les essais sont réalisés par un microduromètre type MHT-10 de marque Zeiss, en utilisant une charge maximale de 5N.

L'essai consiste à imprimer sur la surface de la pièce un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet 136° sous une charge F , et à mesurer les empreintes des diagonales laissées sur la surface après suppression de la charge.

Les conditions opératoires de l'essai sont :

- Temps d'application de la charge.
- Vitesse de l'indenteur au contact de l'échantillon jusqu'à atteindre la charge utilisée : 70µm/s.
- La charge est appliquée avec une vitesse de 1N/s.

Le nombre de microdureté (Hv) est donné par la formule suivante :

$$HV = P / d^2 * 1854.4 \quad [A.S.T.M E384-99]$$

P : charge appliquée.

D : longueur moyenne des deux diagonales de l'empreinte (μm).

3.6 Essai de dureté

Les essais sont réalisés par un duromètre de marque Wolpert, en utilisant une charge de 49N.

La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{g \cdot d^2}$$

HV : Dureté Vickers.

F : Force appliquée [N]

d : Moyenne des diagonales de l'empreinte [mm]

g : Accélération terrestre. [m s^{-2}] (9.80665)

Le degré de dureté, noté Hv, est ensuite lu sur un abaque (une table) ; il y a un abaque par force d'appui.

3.7 L'essai de corrosion

Les techniques électrochimiques d'étude des processus de corrosion, sont particulièrement bien adaptées à l'étude des phénomènes évolutifs au cours du temps. Ces techniques ne sont pas seulement une méthode de mesure, mais aussi un moyen d'accélérer les phénomènes de dégradation, par rapport à l'évolution naturelle, permettant d'avoir ainsi une information plus rapide. Les grandeurs directement (ou non) mesurables sont le potentiel d'électrode, l'intensité du courant résultant des réactions d'électrodes (anode et cathode) et l'impédance électrochimique.

3.7.1 Les courbes de polarisation potentiodynamique

Tout dispositif expérimental utilisé pour le tracé des courbes de polarisation ; comprend aujourd'hui les éléments suivants, figure 3.4 :

- Une cellule de mesure à trois électrodes : travail (ou échantillon), référence et contre électrode (ou électrode auxiliaire) ;
- Un dispositif de régulation (potentiostat), permettant d'appliquer et de faire varier le potentiel entre l'électrode de travail et la référence.
- Un dispositif de commande : il pilote le système de régulation et permet l'acquisition des données, qui ont transcrites sous formes de tableaux de valeurs ou de graphes, et peuvent ensuite être imprimées.

Les courbes de polarisation sont déterminées en appliquant un potentiel de -0.25 à 0.4 Volt à une vitesse de 0.5mv/s entre une électrode de travail et une électrode de référence (ECS). Un courant stationnaire s'établit après un certain temps (quelques minutes à quelques heures). Il est mesuré entre l'électrode de travail et une contre-électrode (ou électrode auxiliaire).

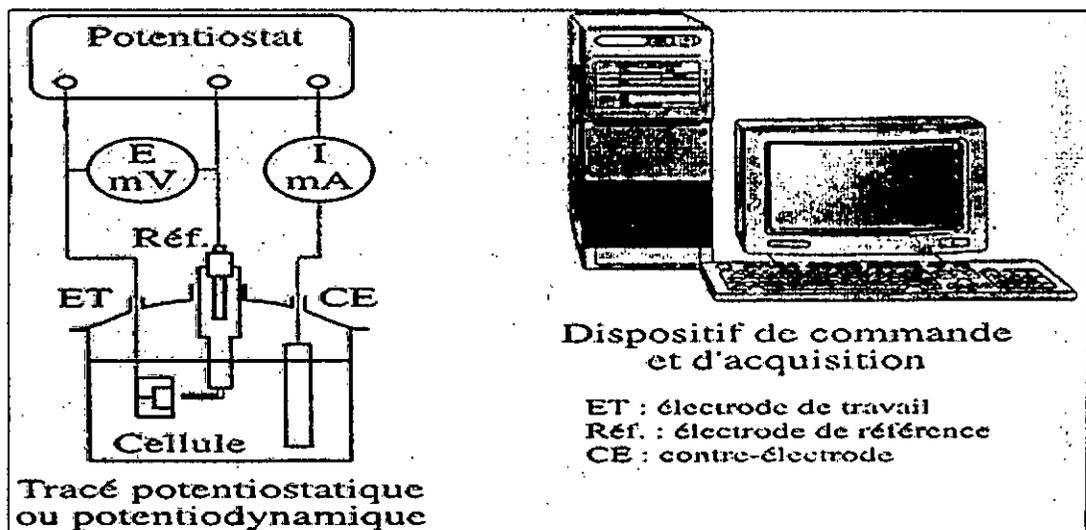


Figure 3.4 : Schéma du dispositif pour le tracé des courbes $i = f(E)$ en mode potentiostatique.[47]

3.7.2 Les mesures d'impédance

Lorsque les processus électrochimiques sont complexes, le tracé des courbes de polarisation n'est pas un indicateur suffisant du mécanisme réactionnel car il est limité par la mesure de la réaction la plus lente.

La technique d'impédance permet d'avancer des circuits électroniques équivalents représentatifs des processus électrochimiques complets aux électrodes. On l'applique, entre autres à l'étude de mécanismes réactionnels, à la caractérisation de couches superficielles et à la mesure de la vitesse de corrosion uniforme.

Pour mesurer l'impédance d'un système électrochimique, on utilise un potentiostat et on superpose au potentiel stationnaire une perturbation sinusoïdale fournie par un générateur programmable en fréquence, incorporé à l'analyseur de fonction de transfert, figure (3.5). Ce dernier possède deux canaux, permettant ainsi de mesurer simultanément le potentiel et le courant. L'analyseur détermine les parties réelles et imaginaires de ces deux quantités, puis, par division, calcule de l'impédance Z du système électrochimique. Les données sont transférées dans la mémoire d'un ordinateur ce qui permet ensuite de tracer les diagrammes d'impédance.

Les fréquences balayées lors de mesures d'impédance vont généralement de quelques millihertz à une centaine de kilohertz. À basse fréquence, la durée des essais devient très longue et on risque un changement de l'état de surface de l'électrode. Le temps de réponse du potentiostat et les capacités associées à la cellule ainsi qu'au circuit électrique déterminent la fréquence maximum utilisable.

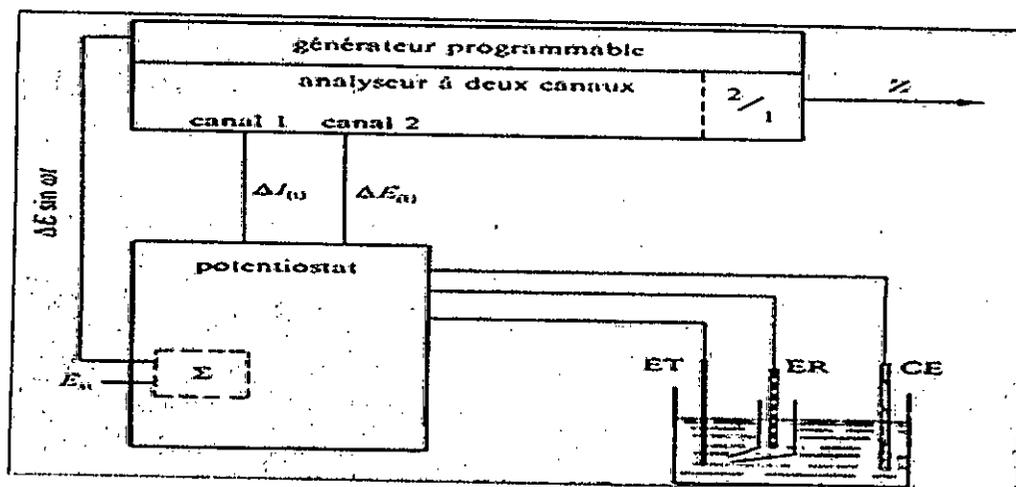


Figure 3.5 : Mesure de l'impédance à l'aide d'un analyseur de fonction de transfert, sous contrôle de potentiel.[47]

CHAPITRE 4

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

4.1 Introduction

Le matériau FeAl_{40} , alliage intermétallique faisant partie de la famille des aluminures, est considéré pour plusieurs applications parce qu'il offre une combinaison attractive de la résistance mécanique, faible densité, et la bonne résistance à la corrosion [1]. Cet alliage d'après son diagramme d'équilibre de phase FeAl , existe dans un large domaine de composition et de température.

Quoique ces matériaux aient été étudiés depuis de nombreuses années, leur utilisation a été jusqu'à présent retardée par deux inconvénients majeurs: leur fragilité à température ambiante, et leur faible résistance au fluage (commune aux structures cubiques centrées).

C'est à ces inconvénients que nous voudrions essayer de remédier en partie, en fixant notre objectif sur l'intérêt apporté par l'addition d'éléments (Ti, B, Zr) à ces matériaux.

Nous avons fait subir à ces matériaux un traitement d'homogénéisation puis un traitement de recuit à basse température à fin d'éliminer les lacunes thermiques en excès, que ces matériaux sont susceptible de retenir en grandes concentrations, pouvant accentuer la fragilité à l'ambiante de ces alliages.

Le cycle thermique utilisé:

1- Traitement d'homogénéisation:

- Temperature 950°C.
- Temps de maintien 2 heures.
- Refroidissement au four.

2- Traitement de recuit :

- L'alliage binaire :
 - Température recuit 400°C.
 - Temps de maintien à une semaine.
 - Refroidissement au four.

- L'alliage dopé :
 - Température recuit 500°C.
 - Temps de maintien 168h.
 - Refroidissement au four.

Dans ce chapitre nous allons présenter et discuter les résultats de caractérisations métallographique et micrométrique et celle de la résistance à la corrosion de nos échantillons.

4.2 Analyse à la diffraction aux rayons X

Pour connaître les structures cristallographiques, on procède à une comparaison entre les pics expérimentaux obtenus et les pics théoriques des fiches (ASTM) de façon que le spectre simulé coïncide le plus parfaitement possible avec le spectre expérimental.

La figure (4.1) donne les spectres DRX normalisés de nos échantillons qui présente l'existence d'une seule phase appartenant à un système cristallographique nommé B2. Cette structure ordonnée correspond à celle du sel Cscl. Elle peut être décrite comme une maille cubique simple avec un motif de deux atomes Fe (0, 0, 0) et Al (1/2, 1/2, 1/2), le paramètre de la maille est $A=2.89$ °A, elle croit avec la teneur en aluminium. Les atomes du métal de transition occupent l'une de ces positions tandis que les atomes d'aluminium occupent l'autre position.

Nous avons superposé nos pics pour montrer la coïncidence exacte des intensités diffractés suivant les directions [222], [220]...etc, et ça montre qu'il n'y a aucune autre existence de phases parasites.

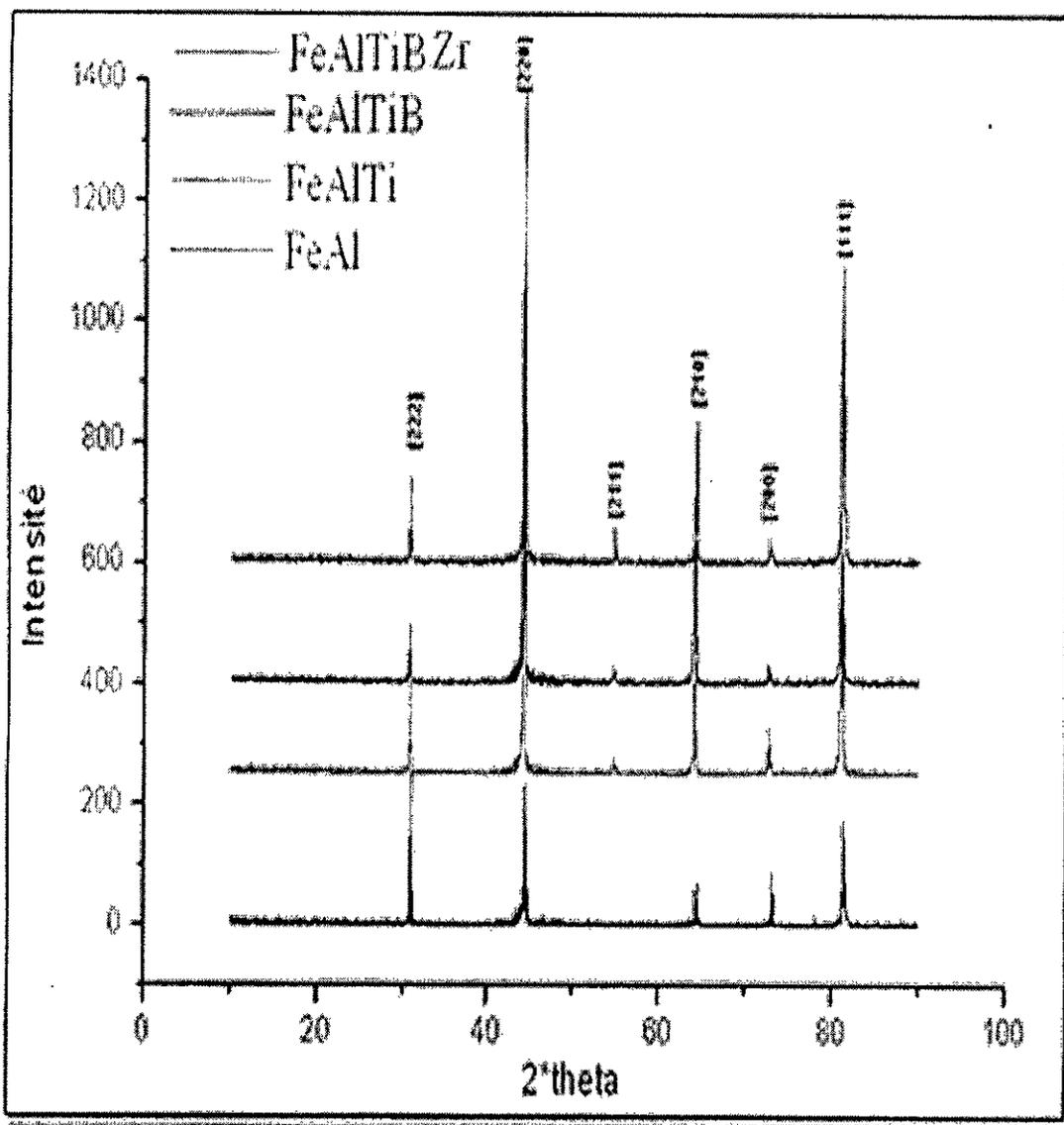


Figure 4.1 : Diffraction aux rayons X des alliages étudiés.

4.3 L'analyse microstructurale

La connaissance du grain et du joint de grain fait partie des connaissances fondamentales nécessaires pour interpréter le comportement des matériaux

métalliques, qui sont invoquées pour expliquer les mécanismes dans des domaines très différents, comme la corrosion ou les propriétés mécaniques.

Nous allons en première étape, décrire la morphologie des alliages élaborés, par une observation au microscope optique (MO), et en deuxième étape, une observation directe, en détection d'électron secondaire à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB), qui est un puissant outil d'investigation de l'état de particules, surtout de l'état de surface (topographie). Puis nous procéderons à la détection des rayons X (RX) à l'aide d'un montage annexe couplé au MEB servant à la microanalyse de l'échantillon.

4.3.1 Les alliages à l'état recuit

4.3.1.1 l'alliage binaire FeAl₄₀

La microstructure de l'alliage intermétallique Fe-40Al observée au microscope optique, est présentée dans la figure 4.2. Elle révèle la présence des grains de forme polygonale d'une couleur dégradée d'un grain à un autre.

L'analyse de la diffraction aux rayons X (DRX), (figure 4.1) et l'observation au MEB ont montré l'existence d'une seule phase FeAl, mais avec une concentration non homogène de fer et d'aluminium comme il est montré dans les figures (4.4, 4.5) en analyse EDS donnant une distribution des éléments Fe, Al correspondant à la composition nominale, ce qui explique la dégradation de couleur. De même, la représentation au MEB montre une légère ségrégation de l'aluminium aux joints de grains qui sont indiqués par la flèche dans la figure 4.3, et confirmé par l'analyse EDS (figure 4.6).

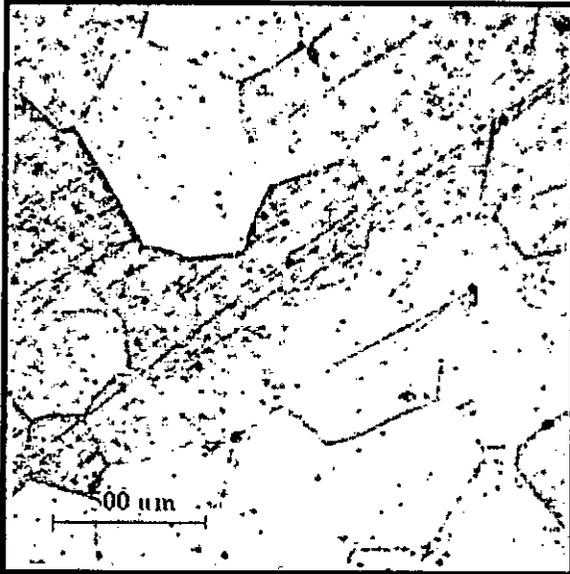


Figure 4.2 : Micrographie optique de l'alliage FeAl₄₀.

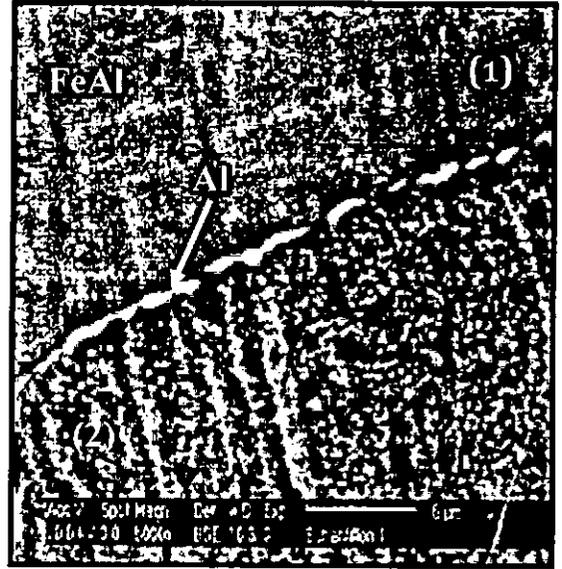


Figure 4.3: Micrographie en MEB de l'alliage FeAl₄₀.

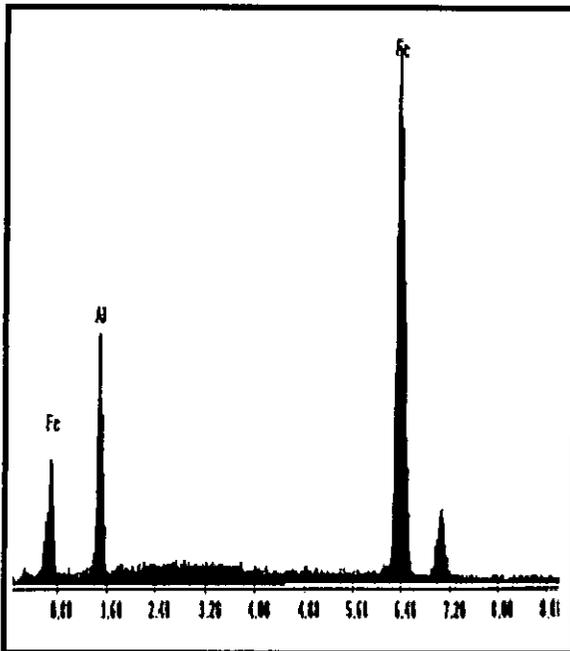


Figure 4.4 : L'analyse EDS de l'alliage FeAl₄₀ dans la phase FeAl (1).

Composition nominale

Elément	Wt%	at. %
Fe	76.82	61.55
Al	23.18	38.44

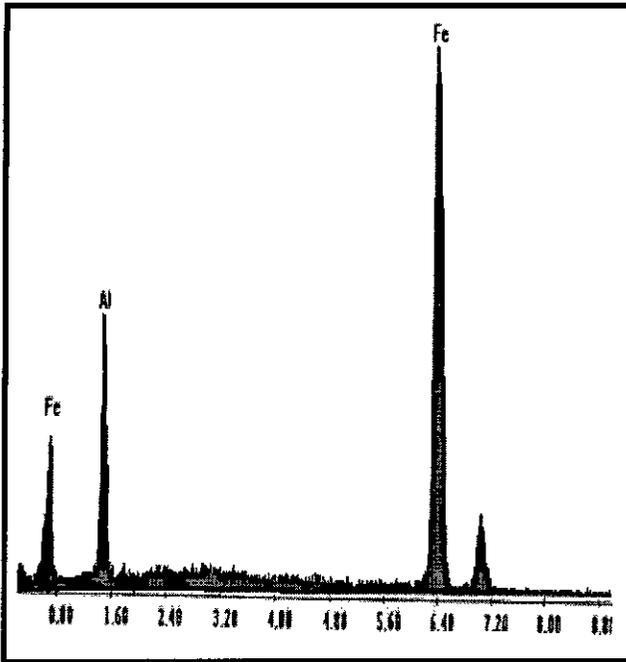


Figure 4.5 : L'analyse EDS de l'alliage FeAl_{40} dans la phase FeAl (2).

Composition nominale

Elément	Wt%	at. %
Fe	75.22	59.45
Al	24.78	40.54

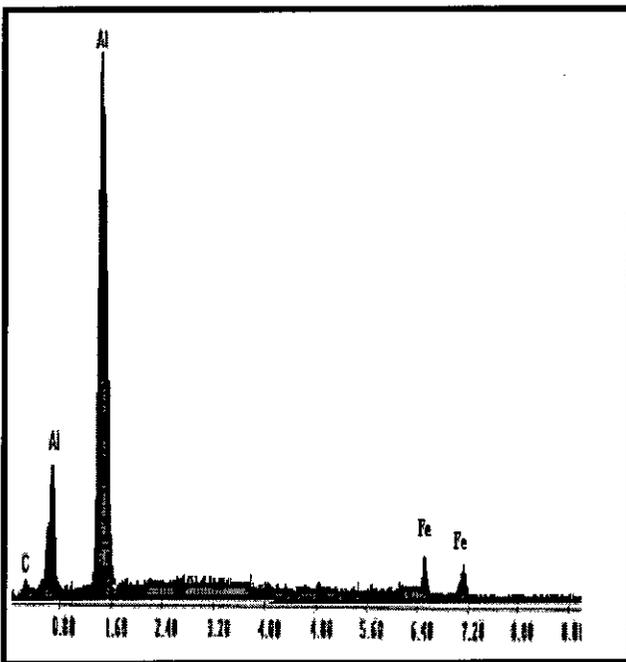


Figure 4.6 : L'analyse EDS de ségrégation d'Al aux joints de grains.

Composition nominale

Elément	Wt%	at. %
C	00.07	00.06
Al	97.02	97.91
Fe	02.91	02.03

4.3.1.2 l'alliage FeAl40Ti3

Les observations réalisées sur l'alliage Fe-40Al-3Ti présentées sur la figure (4.7) met en évidence une morphologie quasi similaire à l'alliage de base Fe-40Al.

Aucun changement microstructurale n'est visible, à moins qu'un changement de composition locale qui est justifié par la substitution du Ti dans la matrice FeAl, alors un dégradé devient observable. Comme déjà vue dans l'alliage de base, la concentration de Fer et de l'Al est non homogène, ce qui confirmé par les analyses EDS des figures (4,9) et (4,10).

Ceci est confirmé par l'analyse (DRX) et les observations au (MEB), figure (7.8) par l'existence d'une seule phase B2. Il n'y a pas présence d'une seconde phase ou de précipités, car il est bien connu que le Ti à une grande solubilité dans les matériaux intermétalliques FeAl par solution solide [45]. Le Ti à tendance à se substituer dans les sites d'aluminium ou dans les lacunes donc promettre une décohésion inter granulaire [2].

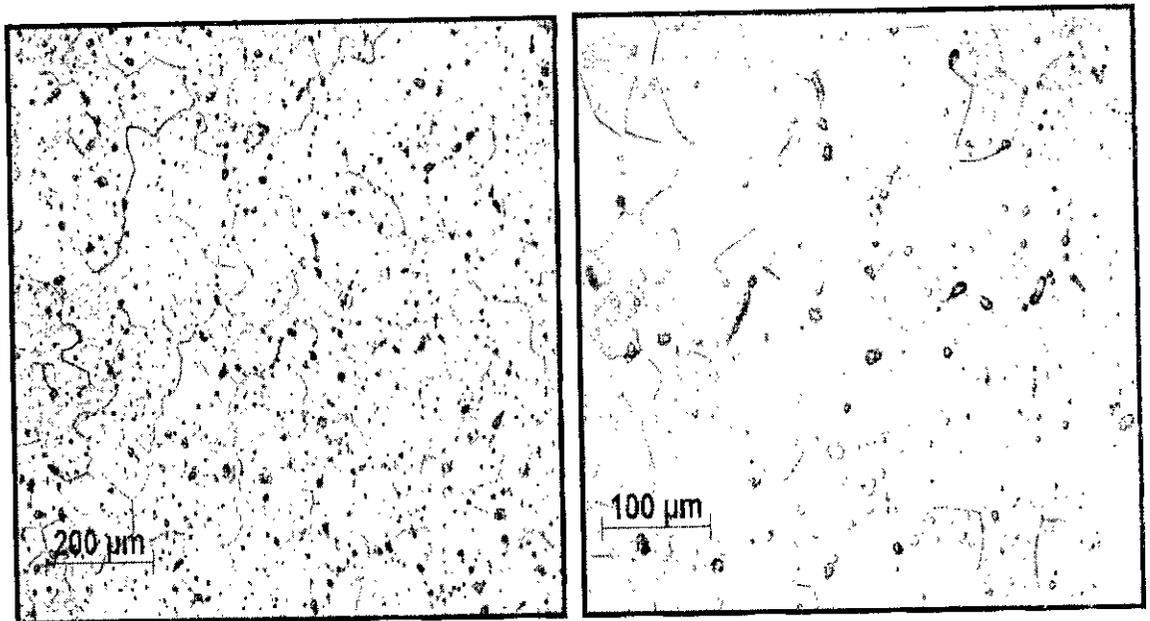


Figure 4.7: Micrographies optique de l'alliage FeAlTi:a) x10, b) x20.

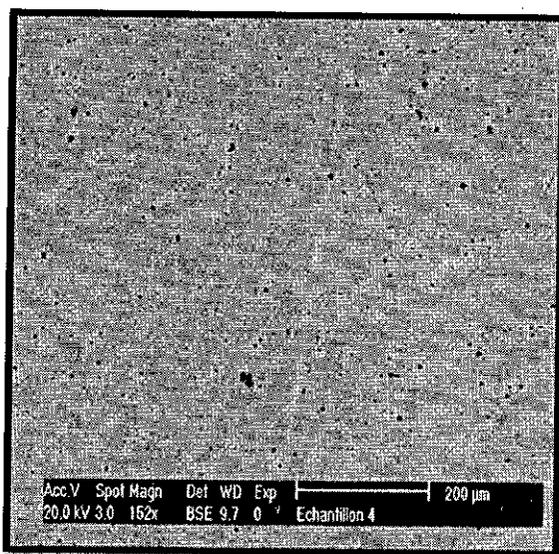


Figure 4.8 : Micrographie MEB de l'alliage FeAlTi.

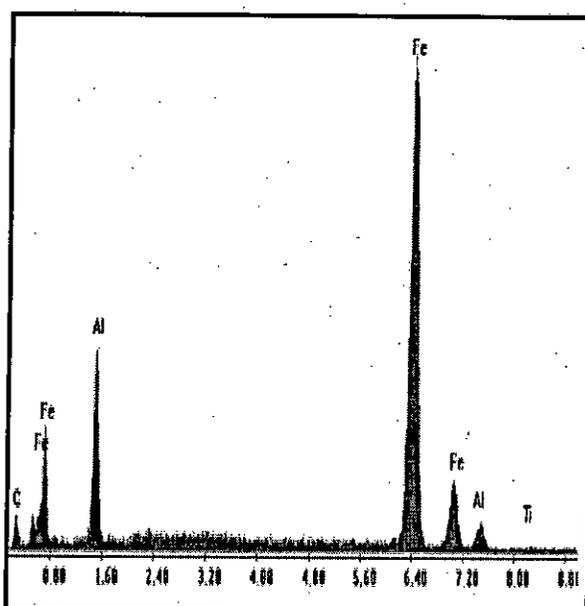


Figure 4.9 : L'analyse EDS de l'alliage FeAl₄₀Ti (phase gris foncé).

Composition nominale

Elément	Wt%	at. %
Ti	0.5	0.47
Al	22.11	36.98
Fe	77.39	62.54

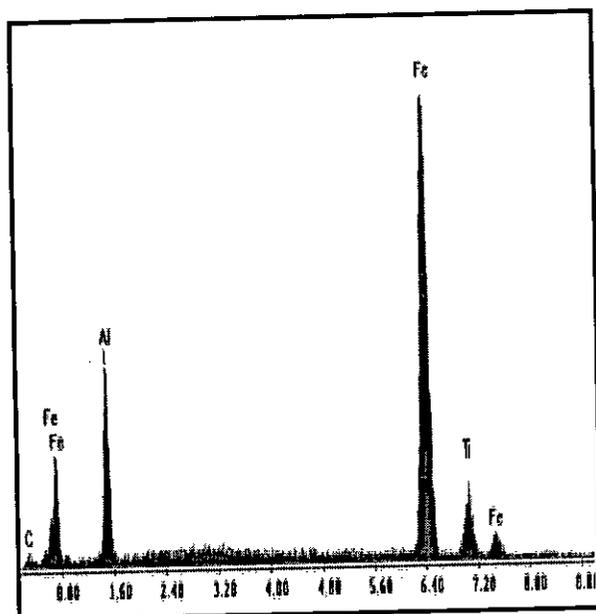


Figure 4.10 : L'analyse EDS de l'alliage $\text{FeAl}_{40}\text{Ti}$ (phase gris claire).

Composition nominale

Elément	Wt%	at. %
Ti	5.02	4.66
Al	23.11	38.09
Fe	71.87	57.24

4.3.1.3 l'alliage $\text{FeAl}_{40}\text{Ti}_{3\text{B}}$

L'examen au microscope optique (MO), en mode de contraste différentiel (DIC), à permis d'observer la probabilité d'existence de précipités au niveau des joints de grains, ce qui a été confirmé avec les observations à une échelle plus poussée. Cette précipitation est éventuellement causée par l'enrichissement du bore au joints des grains s'accompagnant par un rejet de l'élément de transition ternaire Ti, ce qui est conséquent d'une accumulation de ce dernier formant de fins particules riche en titane qui sont identifiées par la microanalyse (EDS) à des précipités de Ti.

Les analyses de la diffraction aux rayons, indique que la structure de cet alliage est une solution solide monophasé, figure (4.1). Le bore entre en solution solide par insertion au joint de grain qui améliore légèrement la ductilité [1, 4] en renforçant ces derniers par ségrégation intergranulaire modifiant en conséquence le mode de rupture. D'après les analyses de Cadel, Bavette et Fraczkiewicz [48] par la sonde tomographique, le taux d'enrichissement intergranulaire du bore dans les alliages intergranulaire semble dépendre de la géométrie de chaque grain. Ils

ont détecté également un enrichissement critique en bore au delà duquel la microstructure à proximité du plan du joint (à moins de 2nm) est bouleversée.

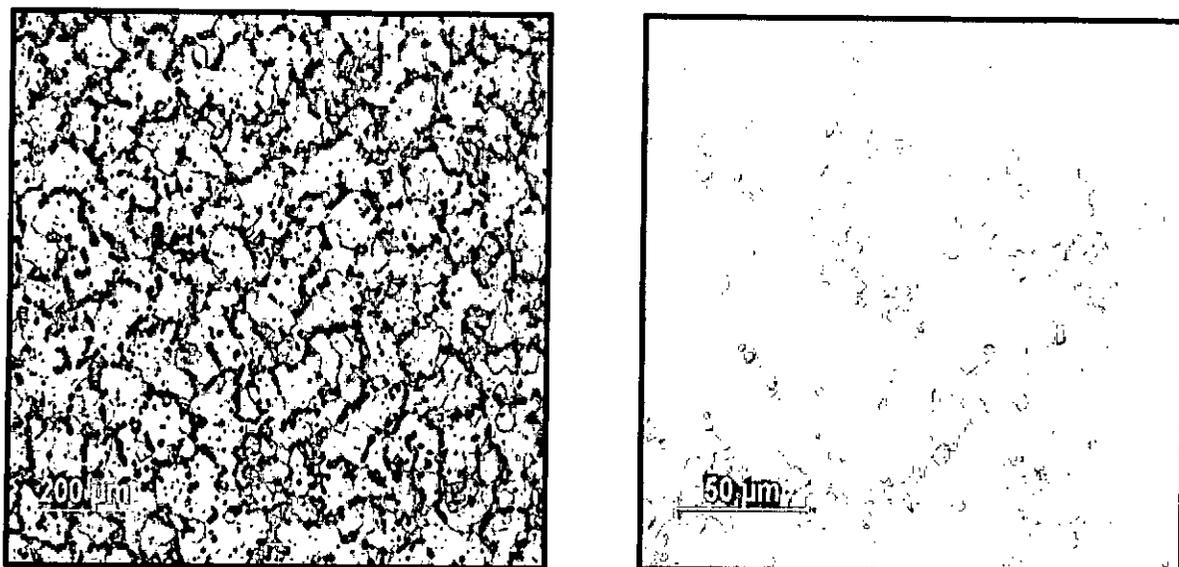


Figure 4.11: Micrographies optique de l'alliage FeAlTiB: a) x10, b) x50 en mode (DIC).

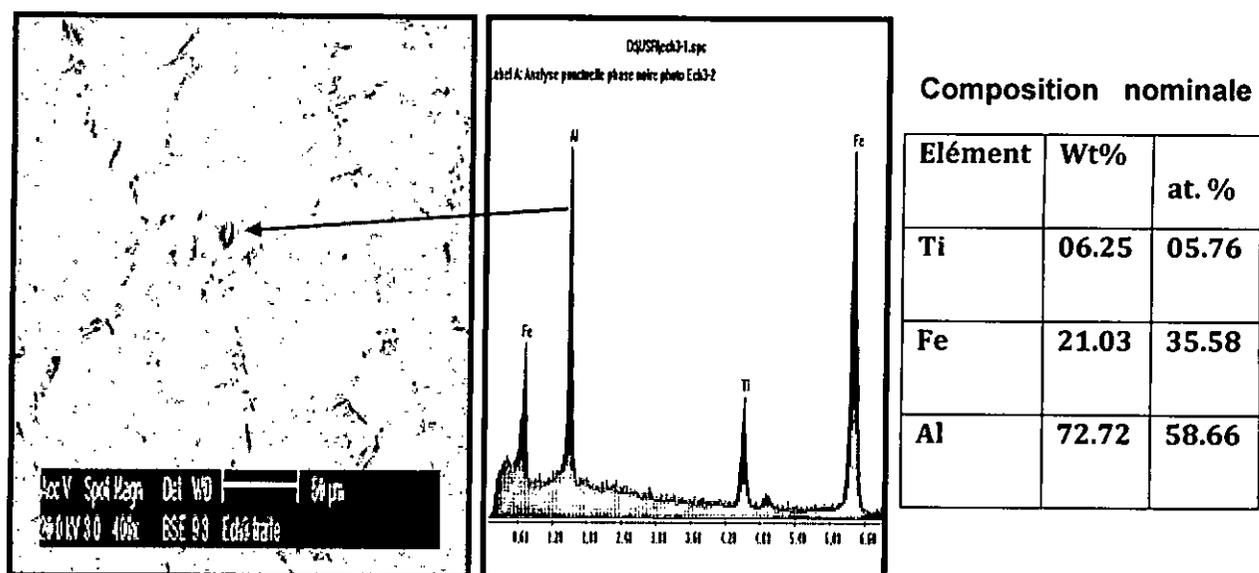


Figure 4.12 : Micrographie en MEB de l'alliage FeAlTiB

Figure 4.13 : Microanalyse par EDS de l'alliage FeAlTiB

4.3.1.4 l'alliage FeAl40Ti3BZr

Les micrographies observées au microscope optique (MO), en mode de contraste différentiel (DIC) et en mode à fond blanc, de l'alliage FeAlTiBZr (avec 40 at.% Al, 3 at.% Ti, 0.04at.% B, 0.1at.% Zr), révèlent la présence de grains fins.

Une observation plus poussée de ce dernier au microscope électronique à balayage (MEB), figure (4.15) a met en évidence l'existence des particules au niveau des joints de grains, L'analyse ponctuelle, de la composition chimique par spectromètre à sélection d'énergies (EDS), à permis d'identifier ces particules comme précipités riche en Ti et en Zr, comme montre la figure (4.16).

D'après la littérature [2], cette précipitation joue le rôle de freinage du grossissement du grain. Comme nous remarquons une discontinuité des joints de grains qui est due à l'effet du bore sur la cohésion de joints de grains (phénomène de la mise en ordre des plans de joints de grains) [4, 5, 7].

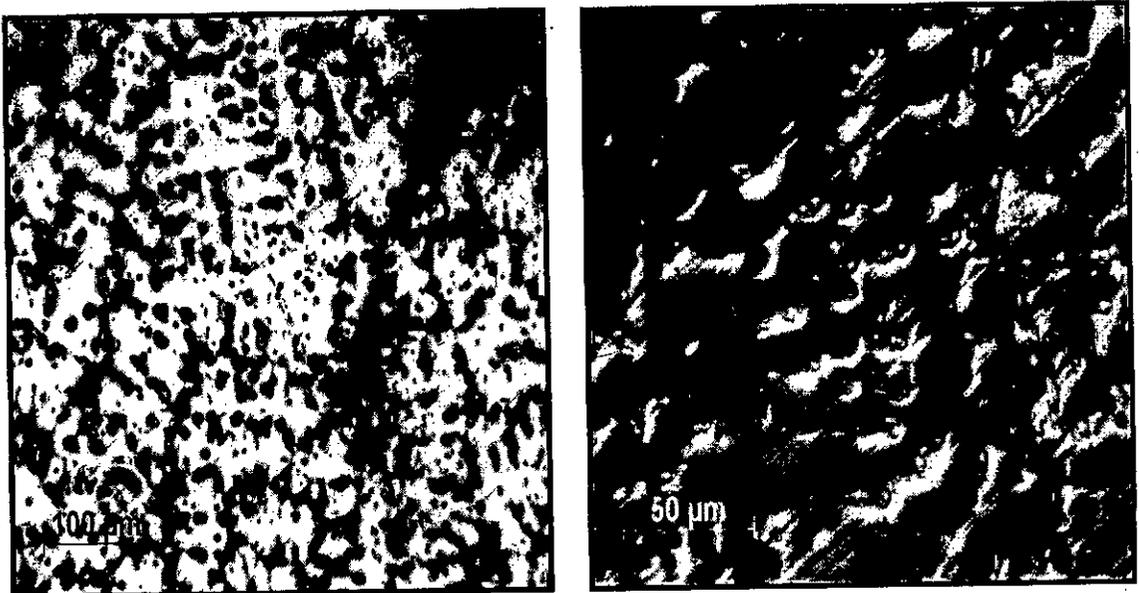


Figure 4.14 : Micrographies optique de l'alliage FeAlTiBZr:a) x10 en mode fond blanc, b) x50 en mode (DIC).

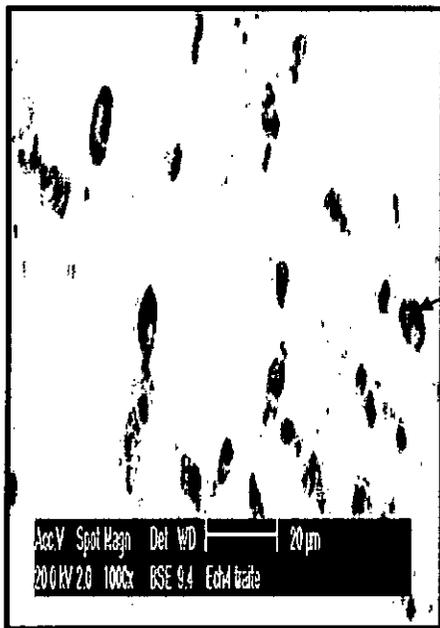


Figure 4.15 : Micrographie en MEB de l'alliage FeAlTiBZr.

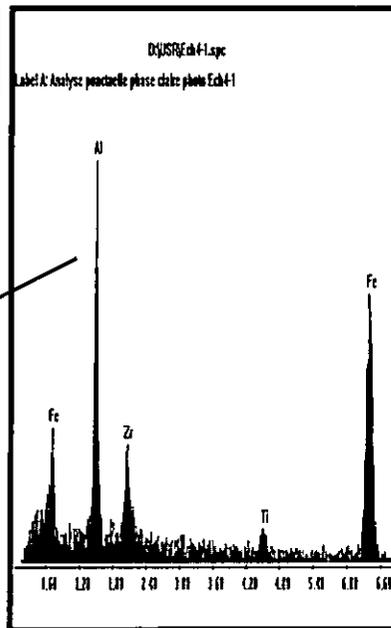


Figure 4.16 : Microanalyse par EDS de l'alliage FeAlTiBZr.

Composition nominale

Elément	Wt%	at. %
Ti	02.58	2.49
Fe	21.03	58.57
Al	70.72	36.05
Zr	05.67	2.87

4.3.2 Les alliages homogénéisés

4.3.2.1 l'alliage binaire FeAl40

L'observation métallographique par microscope optique de l'alliage Fe-40Al, nous donne des informations sur la morphologie de phase en présence. La microstructure est montrée dans la figure (4.17), elle révèle la présence de grains de taille moyenne et de forme toujours polygonale.

Une attaque chimique a permis de distinguer:

- Un contraste gris foncé : qui correspond à la phase FeAl ordonnée B2.
- Un contraste gris clair : qui correspond à la même phase FeAl mais avec une teneur élevée en aluminium par rapport au contraste foncé.

Ceci est confirmé par les spectres de la diffraction aux rayons X présentés dans la figure (4.1). Ils montrent clairement que tous les pics de diffraction correspondent bien à la phase cubique FeAl et aucune autre nouvelle phase n'a été détectée.

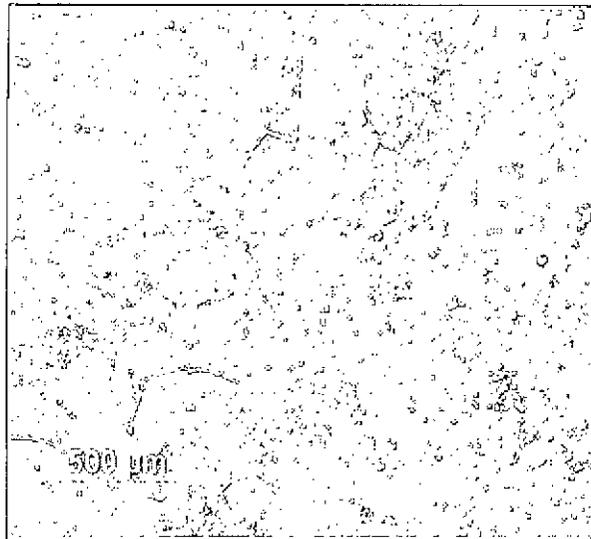


Figure 4.17: Micrographie optique de l'alliage FeAl homogénéisé: x5 en mode à fond

4.3.1.2 l'alliage FeAl40Ti3

L'aspect caractéristique de l'alliage à la composition nominale Fe-40Al-3Ti, observé au microscope optique, est représenté par la figure (4.18). La structure est composée d'une seule phase B2 comme il est montré dans l'analyse aux rayons X (DRX). Les pics de diffraction caractéristique du Ti ne sont pas présents dans la figure (4.1), indiquant que le Ti pourrait dissoudre dans la matrice FeAl, qui contribue au renforcement de ce matériau. Les grains sont d'une taille moyenne de morphologie polygonale.

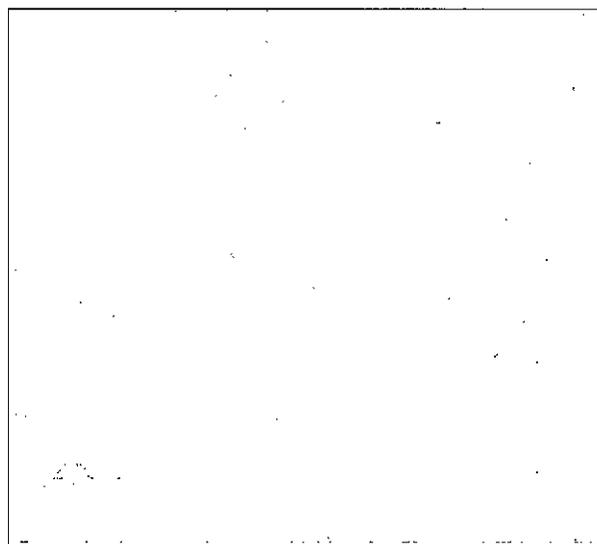


Figure 4.18 : Micrographies optique de l'alliage FeAl homogénéisé en mode fond

4.3.1.2 l'alliage FeAl40Ti3B

L'examen au microscope optique (MO), en mode de contraste différentiel interférentiel (DIC), de la surface polie et attaquée, a permis d'observer une structure cristalline B2 conformément au résultat des analyses de la diffraction aux rayons X. Les grains sont des polygones. On remarque une discontinuité de joints de grains due à la ségrégation du bore sur ces derniers qui contribue à leurs cohésions (phénomène de la mise en ordre des joints de grains).

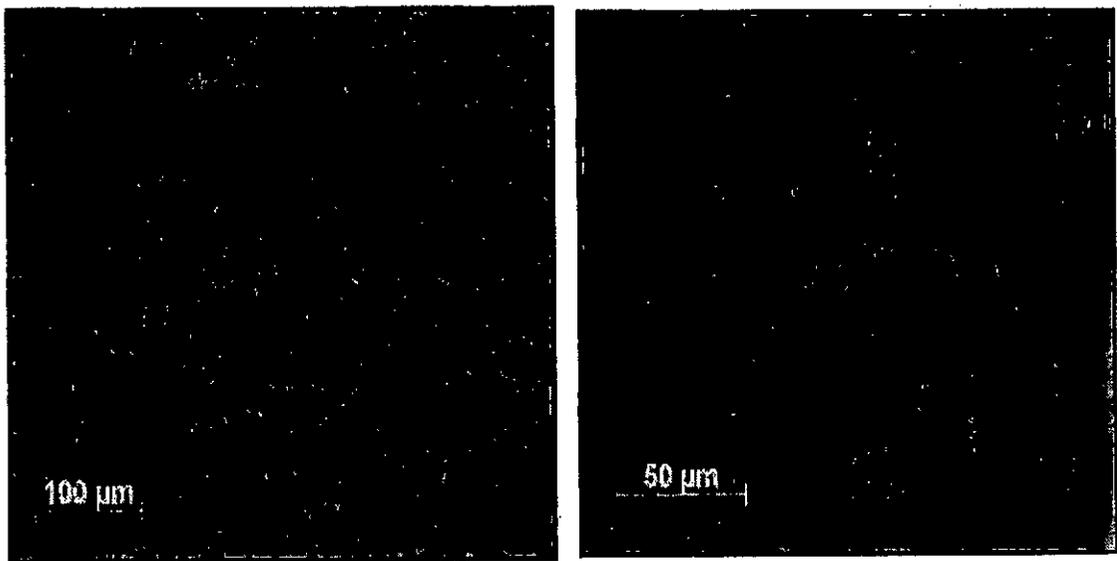


Figure 4.19: Micrographies optique de l'alliage FeAlTiB homogénéisé :a) x20, b) x50 en mode (DIC).

V.3.1.4 l'alliage FeAl40Ti3BZr:

Les micrographies de l'alliage FeAl40Ti3BZr examinées à l'optique sont représentées dans la figure (4.20) ont montré la présence de grains fins qui est due probablement à la présence de précipité qui freine leurs grossissement. Comme nous remarquons la discontinuité des joints de grains qui est due à la présence du bore qui à un effet sur la cohésion des joints de grain.



Figure 4.20 : Micrographies optique de l'alliage FeAlTiBZr homogénéisé: a) x20, b) x50 en mode (DIC).

Conclusion partielle :

Dans cette partie d'étude nous avons mis en évidence l'influence des éléments d'addition sur l'évolution microstructurale des différents alliages élaborés.

À partir des observations effectuées au microscope optique, microscope électronique à balayage (MEB) et des analyses de diffraction aux rayons X (DRX), nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- les microstructures Les alliages étudiés ont été évaluées en vue d'un renforcement par particule ou en solution solide dans la dépendance des éléments ajoutés aux alliages étudiés.
- Avec l'ajout du titane à l'alliage binaire, il n'y a pas présence d'une nouvelle phase. Il se met en solution solide pour renforcer la matrice, en occupant les sites d'aluminium en substitution.

➤ En dopant l'alliage intermétallique avec du bore, il y a présence de précipités de titane qui sont dues à l'effet du bore sur la diminution de sa solubilité dans la matrice FeAl, comme il contribue à la cohésion des joints de grains (phénomène de mise en ordre).

➤ Avec l'ajout du Zr, les grains sont devenus fins, révélant que la coalescence des grains est freinée par la présence de précipités localisés aux joints de grain. Cette précipitation est probablement due à une teneur élevée du Zr et\ ou du temps de maintien insuffisant pour leur dissolution.

4.4 Dureté et microdureté

Des essais de dureté et de microdureté sont effectués sur les échantillons subissant le traitement d'homogénéisation et ceux subissant le traitement de recuit pour:

- La détermination de la dureté HV.
- La mesure de la microdureté HV₃₀₀.

Les mesures sont faites sur une surface polie de l'échantillon prismatique de dimension 10x7x4. Une moyenne de 20 mesures a été prise et leurs résultats sont rassemblés au tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Résultats des essais de mesures de duretés et de microduretés des échantillons subissant le traitement d'homogénéisation et ceux subissant le traitement de

Alliage	Les alliages subissant le traitement d'homogénéisation		Les alliages subissant le traitement de recuit	
	Dureté HV	Microdureté HV	Dureté HV	Microdureté HV
FeAl	216.75	280	175.25	238
FeAlTi	257.25	330	220.25	300.5
FeAlTiB	217.12	288	183.62	256
FeAlTiBZr	211.25	343	203.25	279

On constate d'après l'analyse des histogrammes, (figure 4.21) que la dureté est décroissante respectivement pour l'alliage FeAlTiBZr, FeAlTi, FeAlTiB et enfin l'alliage FeAl qui semble le moins dur.

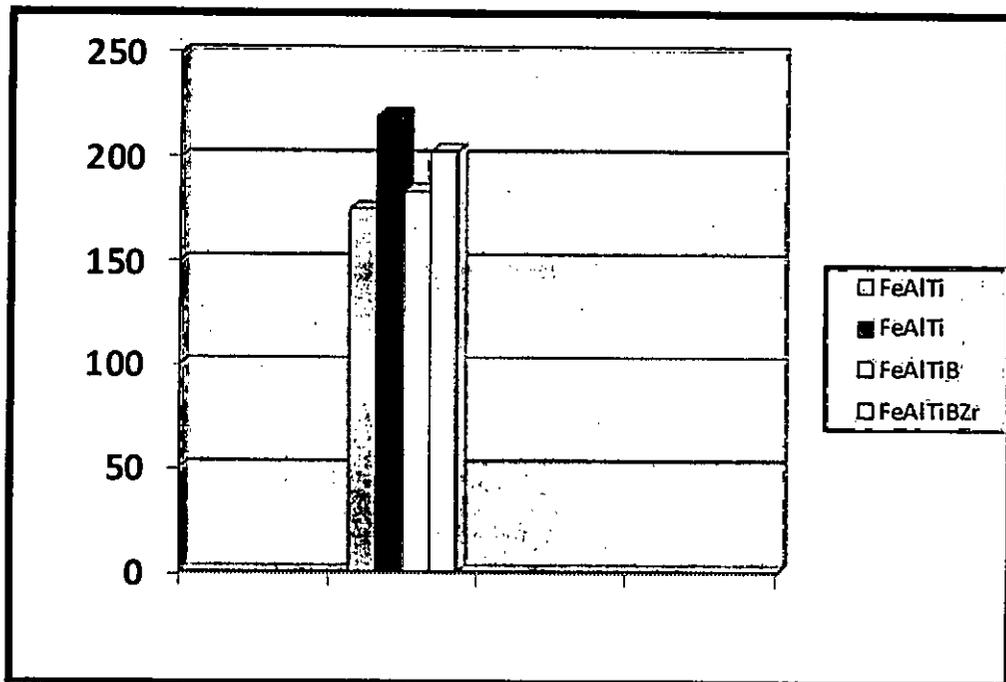


Figure 4.21: Histogrammes des duretés (HV) des alliages élaborés.

Les microstructures représentées ci haut semblent confirmer ce classement. Cependant il faut souligner l'influence des éléments d'addition ainsi du traitement de recuit sur la dureté.

➤ **Effet d'éléments d'addition :**

On remarque que la dureté de l'alliage intermétallique FeAl allié au Ti est nettement supérieure à la microdureté de l'alliage binaire FeAl, ceci peut expliquer le durcissement par solution solide de Ti. Ce dernier va augmenter la fragilité du matériau conformément à la littérature [2].

La chute de dureté en dopant l'alliage par le bore est dû à l'effet de la diminution de la solubilité de l'élément de transition ternaire Ti, permettant sa précipitation, concluant alors que le renforcement par solution solide est plus efficace que par précipitation.

L'addition du Zr à l'alliage Fe-40Al 3TiB conduit à la présence de fines particules aux niveaux des joints de grains qui se sont identifiées par des précipités de Zr et de Ti, qui agiront comme obstacles au mouvement de dislocation durant la déformation [2].

➤ **Effet du traitement de recuit :**

A partir de la courbe qui est représentés dans la figure (4.22), nous remarquons une diminution de la dureté des alliages subissant le traitement de recuit par rapport aux alliages subissant seulement le traitement d'homogénéisation. Ceci est expliqué par un durcissement lacunaire. Conformément au travail de Pike et Chang [14], qui ont montré que la dureté est proportionnelle à la racine carrée de la concentration des lacunes, avec les lacunes agissant comme un soluté.

La perte en dureté se traduit par un gain sur les autres propriétés mécaniques (résilience et ductilité de l'alliage).

Le durcissement des matériaux par ces défauts résulte de l'interaction entre le champ de contrainte du défaut ponctuel et le mouvement des dislocations. Ceci est produit comme effet de la taille élastique (dilatation ou contraction) parce que le défaut point a un rayon atomique différent à celui de l'atome remplacé. [49]

De plus, les valeurs expérimentales de concentrations lacunaires rapportées dans la littérature [49], indiquent que les alliages FeAl sont susceptibles à la création de lacune durant la solidification, et les défauts dominant dans les alliages FeAl riche en fer sont les atomes d'antisites de fer.

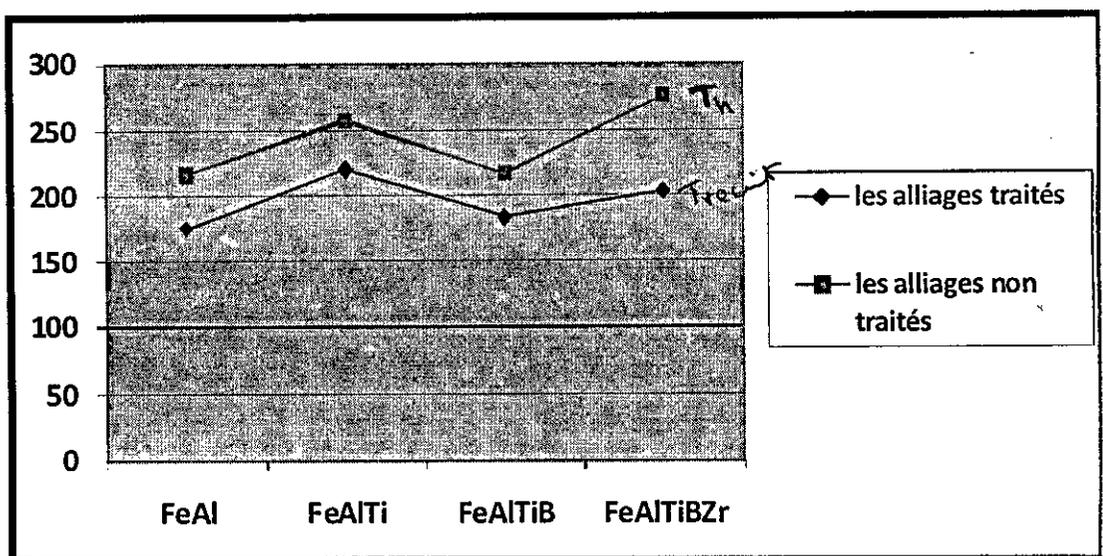


Figure 4.22 : Les courbes de duretés (HV) des alliages subissant le traitement d'homogénéisation et ceux subissant le traitement de recuit.

Conclusion partielle :

Les résultats de dureté obtenus conduit aux conclusions suivantes :

- Le titane contribue à un fort durcissement des alliages intermétalliques FeAl par effet de solution solide.
- La présence du bore a favorisé une légère diminution de dureté qui est due à la diminution de la solubilité de Ti dans la matrice FeAl, permettant sa précipitation.
- Le Zr a conduit au durcissement à température ambiante qui est due à la précipitation de cet élément favorisant l'affinement des grains.
- la diminution de la dureté après le traitement de recuit est due à l'élimination des lacunes thermiques en excès retenues par le matériau lors de la solidification, qui joue en faveur sur les autres propriétés mécanique (ténacité, résistance à la rupture) qui deviennent assez importantes, du au fait du renforcement de la solution solide.

4.5 L'essai de corrosion

4.5.1 Courbes de polarisation

4.5.1.1 Courbes de polarisation potentiodynamique

La figure (4.23) montre les courbes de polarisations potentiodynamique des alliages élaborés, immergés dans une solution 3.5M NaCl pendant 03 heures à température ambiante. Le potentiel a été balayé dans la direction -0.25 à 0.4 Volt d'une vitesse de 0.5mv/s.

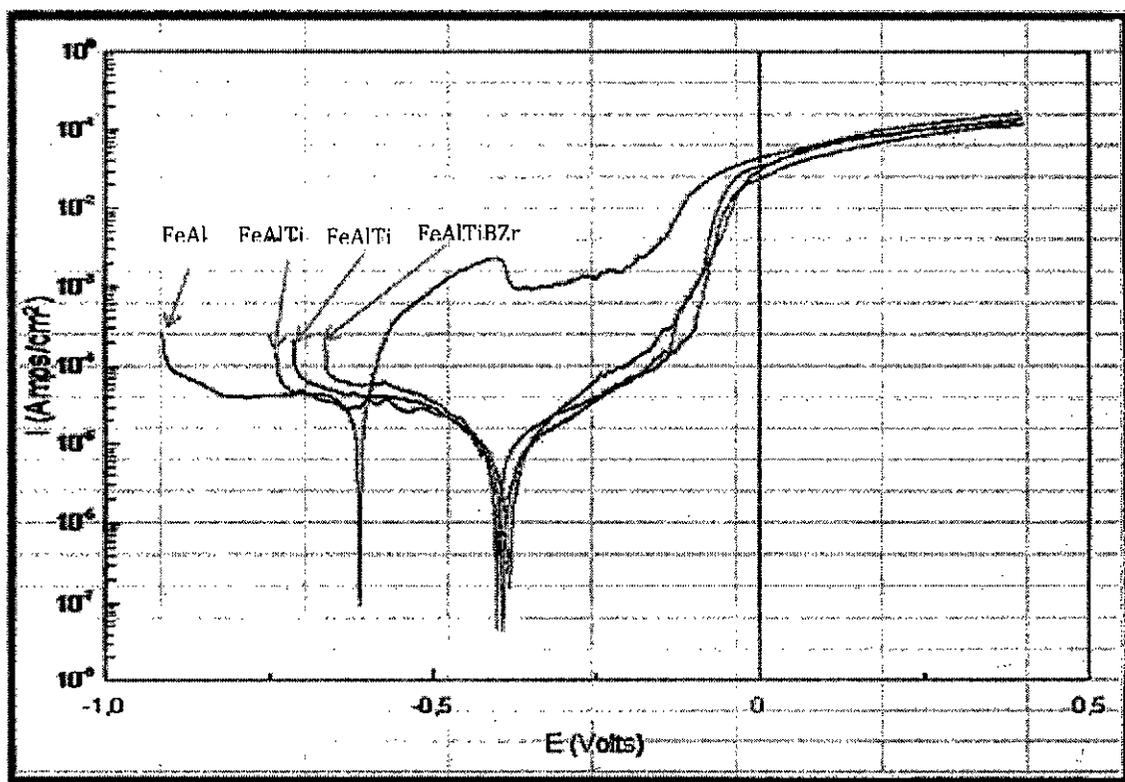


Figure 4.23 : Les courbes de polarisation potentiodynamique des alliages étudiés dans une solution 3.5M NaCl.

À partir des paramètres électrochimiques présentés dans le tableau 4.2, on remarque:

- Le potentiel de corrosion E_{corr} de l'alliage binaire est le plus négative, ainsi qu'une vitesse de corrosion la plus élevée comparativement aux autres alliages.

- L'alliage Fe-40Al-03Ti-0.04B-0.1Zr montre un potentiel de corrosion le plus faible, tandis que l'alliage dopé au Bore présente la plus faible vitesse de corrosion, par rapport aux autres alliages.
- Les alliages alliés aux B et Zr démontrent une diminution considérable de la densité du courant par rapport à l'alliage binaire et l'alliage Fe-40Al-03Ti, ce qui conduit à une diminution de leur vitesse de corrosion.

Tableau 4.2 : Les caractéristiques électrochimiques obtenues à partir des courbes de Polarisation.

Alliages	β_a (mv)	β_c (mv)	I_{Corr} (A/cm ²)	E_{Corr} (V)
FeAl	90.659	2.3439	5.4007E-5	-0.61207
FeAlTi	574.66	433.36	2.5006E-5	-0.39082
FeAlTiB	150.01	130.17	4.7502E-6	-0.40069
FeAlTiBZr	145.24	240.53	8.5355E-6	-0.38382

4.3.1.1 Les courbes de polarisation cyclique

La polarisation cyclique consiste à balayer une plage de potentiel dans les deux sens, elle permet la détermination de deux grandeurs caractéristiques du couple métal/milieu, (figure 4.24): le potentiel de germination de pique E_{gp} (correspondant à la rupture de la couche passive) et le potentiel de repassivation E_{rp} .

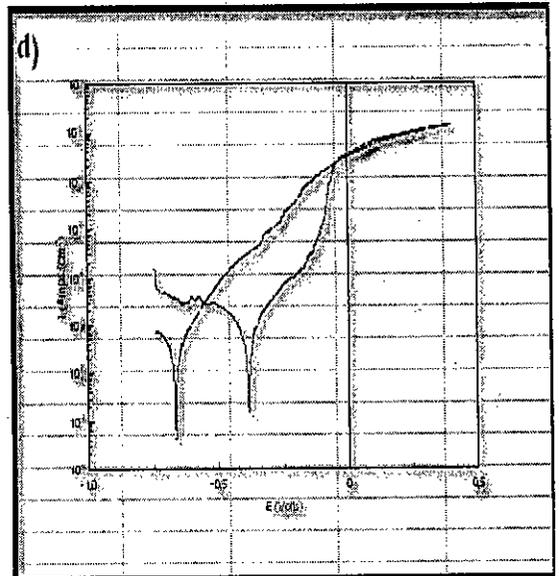
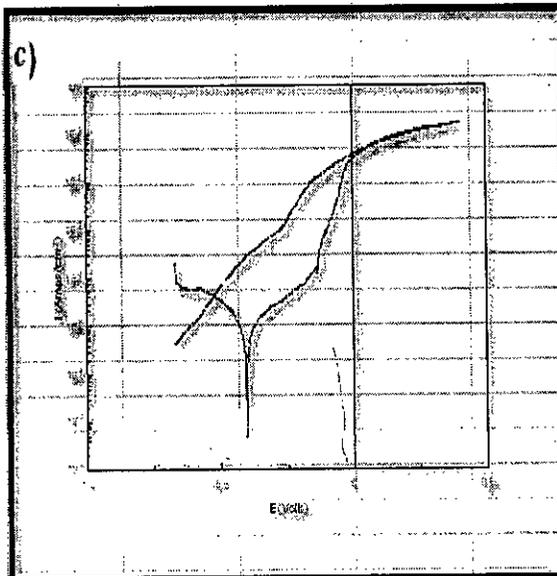
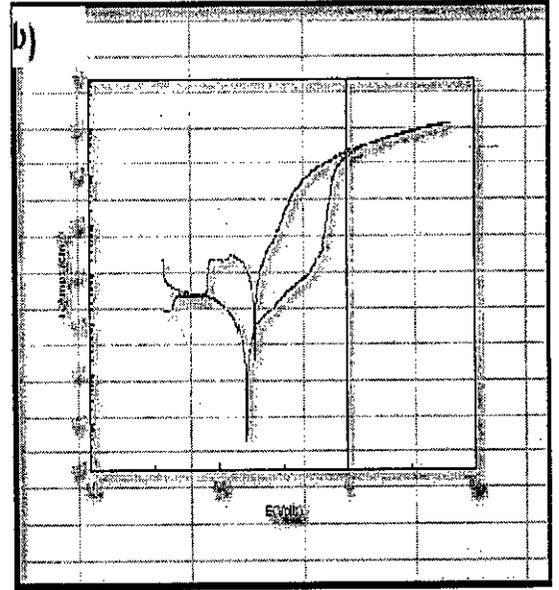
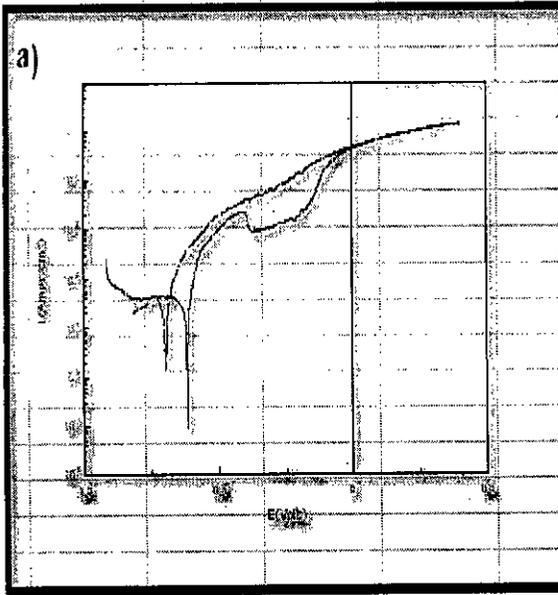


Figure 4.24: Les courbes de polarisation cyclique des alliages: a)- Fe40Al, b)- Fe40Al-03Ti, c)- Fe40Al-03Ti-0.04B, d)- Fe40Ti-03Ti-0.04B-0.1Zr dans une solution 3.5M NaCl.

D'après la figure (4.24) on constate:

- Le **E_{gp}** de l'alliage Fe-40Al-03Ti est le plus éloigné de **E_{corr}** par rapport aux autres alliages, c'est à dire qu'il représente la meilleure résistance à la piquuration.
- **E_{rep}** de l'alliage Fe-40Al-03Ti est le plus proche de **E_{gp}**, ce qui signifie que moins grave est l'amorce d'une piquure.
- Le **E_{gp}** de l'alliage binaire FeAl est le plus proche de **E_{corr}** que les autres alliages. Son **E_{rep}** est plus faible que **E_{corr}**, ceci correspond à une impossibilité de repassivation.

Tableau 4.3 : Les caractéristiques électrochimiques obtenues à partir des courbes de polarisation cycliques.

Alliages	E _{gp} (volt)	E _{rep} (volt)
FeAl	-0.207	-0.675
FeAlTi	-0.103	-0.283
FeAlTiB	-0.137	-0.273
FeAlTiBZr	-0.158	-0.327

Il est observé que la résistance à la polarisation (résistance à la corrosion) augmente avec l'ajout du Ti, B et Zr. La résistance de polarisation (R_p) dans $K\Omega cm^2$ Peut être calculé à partir de l'expression de Stern et Geary [47]:

$$R_p = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 (i_{corr}) (\beta_a + \beta_c)}$$

D'où i_{corr} est la densité du courant (A/cm^2), qui est obtenue par l'intersection de la droite de Tafel cathodique et de la verticale de tracée en E_{corr} , et β_a et β_c sont

les constantes de Tafel anodique et cathodique respectivement, qui sont déterminés à partir du graphe.

Il est bien clair que le matériau dopé au B présente la plus grande résistance à la polarisation alors que l'alliage binaire est le moins résistant.

Tableau 4.4 : Les valeurs de résistance de polarisation.

Alliages	FeAl	FeAlTi	FeAlTiB	FeAlTiBZr
Rp (ohms/cm ²)	441.95	1709.2	2895.5	1845.2

4.5.2 Mesure d'impédance

La figure (4.25) montre le comportement d'impédance de l'alliage FeAl/3.5M NaCl à la température ambiante après 03 heures d'immersion.

Le diagramme de Nyquist obtenu comprend un demi-cercle dû à l'effet d'activation et de la rugosité superficielle des oxydes [47], dont l'amplitude indique la résistance de transfert de l'électrode et la résistance de polarisation peut également être obtenue par lecture directe sur le diagramme. Plus la résistance de transfert est élevée et plus la vitesse de corrosion du matériau sera faible.

Tableau 4.5: Les valeurs de résistance de polarisation par les mesures d'impédance.

Alliages	FeAl	FeAlTi	FeAlTiB	FeAlTiBZr
Rp (ohms/cm ²)	1000	5100	5500	5000

D'après les valeurs de R_p représentées dans le tableau 4.5, obtenues des diagrammes de Nyquist (figure 4.25), on Remarque que l'alliage FeAlTiB est le plus résistant à la polarisation, tandis que le matériau de référence FeAl démontre la plus faible résistance à la polarisation.

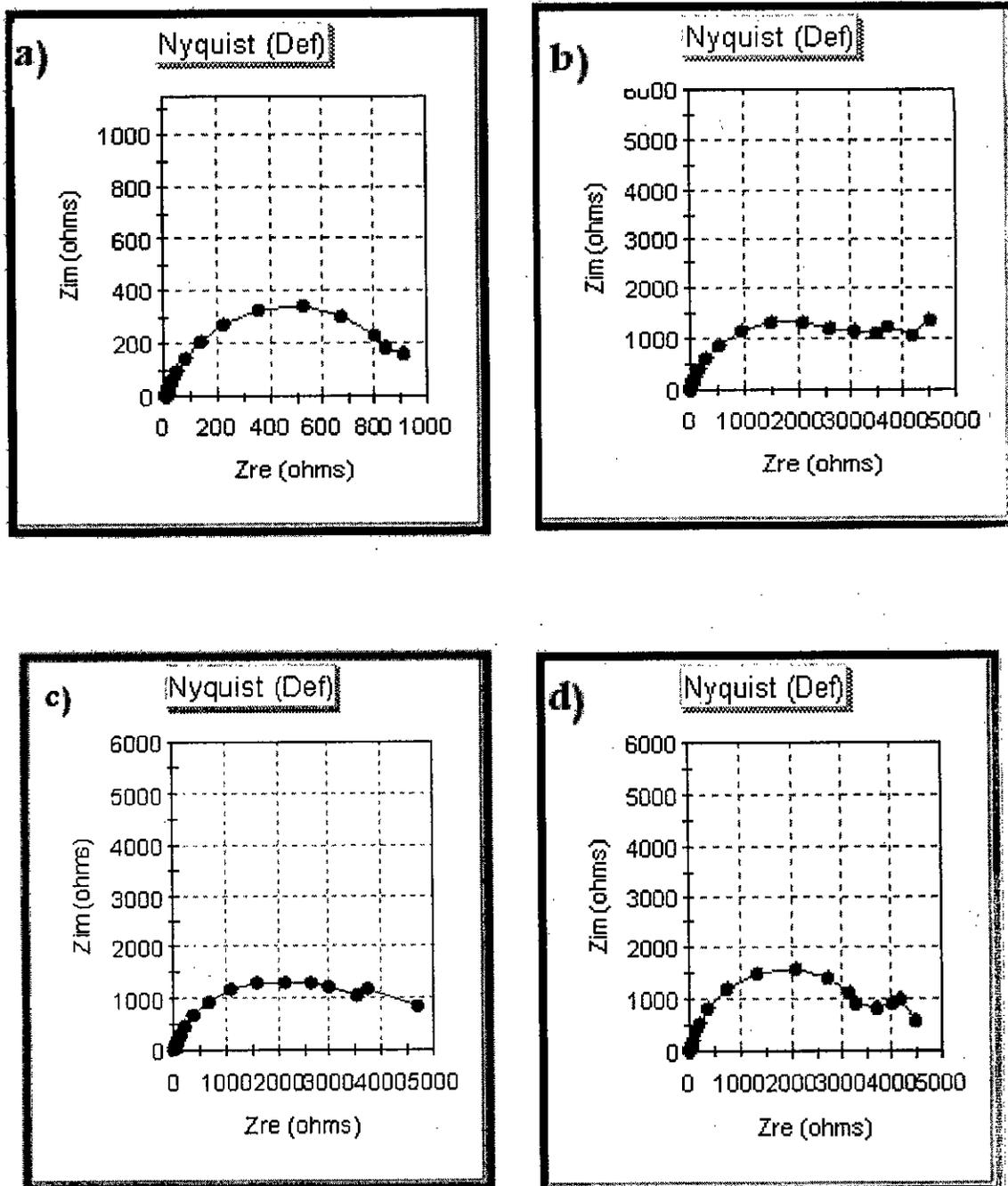


Figure 4.25 : les digrammes de Nyquist des alliages : a) Fe-40Al, b) Fe-40Al-3Ti, c) Fe-40Al-3Ti-0.04B, d) Fe-40Al-3Ti-0.04B-0.1Zr.

Conclusion partielle:

Dans cette partie d'étude nous avons mis en évidence l'influence des éléments d'addition sur la tenue à la corrosion de matériaux.

À partir des résultats obtenus des techniques de mesures expérimentales qui sont mises en œuvre pour déterminer la vitesse de corrosion, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- L'ajout des éléments d'addition (Ti, B, Zr) ont apportés une nette amélioration aux caractéristiques de la corrosion de l'alliage binaire Fe-40Al.

- L'alliage Fe-40Al-03Ti-B présente la plus faible vitesse de corrosion et, L'alliage Fe-40Al-03Ti est jugé meilleur, grâce à sa résistance à la piquuration supérieure aux autres.

CONCLUSION

Ce travail a pour but l'étude de l'effet des éléments d'addition tels que (Ti, B, Zr) sur les propriétés mécaniques ainsi sur le comportement à la corrosion du composé intermétallique FeAl dans la structure B2. Sur la base de nos résultats il peut être conclu :

- L'addition du titane à l'alliage binaire Fe-40Al a provoqué un fort durcissement des alliages intermétalliques FeAl par effet de solution solide en occupant les sites d'aluminium.
- L'effet combiné du Ti/B a favorisé une diminution de dureté qui est due à l'effet du bore sur la diminution de la solubilité du Ti dans la matrice FeAl, permettant sa précipitation, concluant alors que le renforcement par solution solide est plus efficace que par précipitation.
- L'ajout du Zr à l'alliage FeAl40Ti3B0.04 a conduit au durcissement à température ambiante qui est due à la précipitation de cet élément favorisant le freinage de la coalescence des grains.
- Les études électrochimiques ont prouvé que l'alliage Fe40Al3Ti0.04B a montré la meilleure résistance à la corrosion et, l'alliage Fe40Al3Ti est le plus noble à la repiquation.

L'ensemble des résultats de ce mémoire montre le potentiel de cette classe de matériaux pour des applications dans l'industrie aéronautique et automobile. Pour approfondir cette étude, différents axes de recherche peuvent être envisagés :

- (1) Une optimisation de traitement thermique, pour dissoudre tous les précipités présents dans nos matériaux, car leurs présences ont un

néfaste sur les propriétés mécanique ainsi que sur la résistance à la corrosion.

- (2) L'étude des propriétés mécaniques des matériaux intermétalliques envisagés, élaborés par le procédé de métallurgie des poudres, car l'affinement des grains de cette classe de matériaux joue un rôle important dans la diminution de la fragilité et l'augmentation de la ductilité.
- (3) La détermination des caractéristiques de traction ($A\%$, $R_{0.2\%}$, $E...$) ainsi que la résistance au choc et d'apporter des éléments à la compréhension des mécanismes microscopiques qui gouvernent ces propriétés.
- (4) L'étude du comportement à la corrosion à haute température de ces matériaux, car ils sont prometteurs d'être utilisé comme couche protectrice des turbines à vapeur ou des chaudières qui sont exposé à des températures entre 600 à 700°C, sous pression et des environnements corrosifs tels que les sels fondus [50].
- (5) L'influence des défauts lacunaires (lacune en fer, en aluminium et défauts d'antisite) sur la rigidité du composé FeAl.

LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS

Éléments chimiques et métaux

Al	: Aluminium
B	: Bore
C	: Carbone
Cr	: Chrome
Cu	: Cuivre
Fe	: Fer
H	: Hydrogène
Mn	: Manganèse
Mo	: Molybdène
Ni	: Nickel
O	: Oxygène
P	: Phosphore
S	: Soufre
Si	: Silicium
Ti	: Titane
Zr	: Zirconium

Composés

Al_2O_3	: Alumine
C_sCl	: Sel
FeAl	: Fer Aluminium

Fe₂B : Borures
 H₂O : L'eau

Abréviations

ASTM : American society testing material
 A% : L'allongement à la rupture
 BSE : Les électrons rétrodiffusés
 CRNA : Centre de recherche nucléaire d'Alger
 D : Longueur moyenne de deux diagonales de l'empreinte
 DIC : Contraste interférentielle différentiel
 DRX : Diffraction aux rayons X
 E : Module de Young
 EDS : Diffraction par électron secondaire
 ESC : Electrode de référence
 E₀ : Energie des électrons primaires
 E_{EQ} : Potentiel d'équilibre
 E_{corr} : Potentiel de corrosion
 E_{pp} : Potentiel de passivation
 E_{gp} : Potentiel de germination de pique
 E_{rp} : Potentiel de repassivation
 Hv : Dureté Vickers
 MEB : Microscope électronique à balayage
 MO : Microscope optique
 Rp : Résistance à la polarisation
 Re_{0.2%} : Limite conventionnelle d'élasticité
 Rm : Résistance maximale à la rupture
 SE : Les électrons secondaires
 X_a : Fraction molaire de l'élément A

X_b	: Fraction molaire de l'élément B
Z	: Impédance
a_0	: Paramètre de la maille
cc	: Cubique centré
coef	: Coefficient
i	: Densité de courant
r_a	: Probabilité qu'un site du sous réseaux A est occupé par l'atome A
r_b	: Probabilité qu'un site du sous réseaux B est occupé par l'atome B
ΔH_f	: Enthalpie de formation de lacunes thermiques
ΔH_m	: Enthalpie de migration de lacunes thermiques
δ	: Rendement des electrons rétrodiffusés
η	: La surtension
λ	: Longueur d'onde
$\dot{\epsilon}$: Vitesse de déformation

Unités de mesure

C^0	: Degrés celcus
H	: Heure
K	: Degrés kelvin
N	: Newton
Wt (%)	: Pourcentage en poids atomique
at (%)	: Pourcentage atomique
cm	: Centimètre
eV	: Electron volt
g	: Gramme
mA	: Milliampère
mV	: Millivolt
nm	: Nanomètre

s : Seconde

μm : micromètre

% : pourcent

REFERENCES

1. Mayerling Martinez Celis., « Transformation de phase et comportement à l'oxydation d'alliages Fe-Al ». Thèse Doctorat, L'institut national polytechnique de Toulouse. 2007
2. P. Hausild, J. Siegl, P. Malek, V. Sima., "Effect of C, Ti, Zr and B alloying on fracture mechanisms in hot-rolled Fe-40 (at %)Al". *Intermetallics* 17, p. 680-687. 2009
3. X. Guan, K. Iwasaki, K. Kishi, M.Yamamoto, R. Tanaka., "Dry sliding wear behavior of Fe-28Al and Fe-28Al-10Ti alloys". *Materials Science and Engineering A366*.p. 127-134. 2004
4. David Colas., "Renforcement d'alliages fer aluminium ordonné. Influence d'addition (Ni, B) et de la microstructure". Thèse Doctorat, Université Jean Monnet Saint-Etienne. 2004
5. M. Crimp, K. Vedula. "Effect of boron on the tensile properties of B FeAl". *Mat Sci. Eng*, p.193-200.1986
6. SI Abdelkader Hayet., " Développement d'un potentiel interatomique pour les systèmes Fe-Al-C et Fe-Al-B ». Mémoire de Magister, Université Abou Bakr Belkaïd Tlemcen. 2008
7. Metidji Nadia., "Elaboration d'un alliage Fe-Al et étude de l'influence des éléments d'addition sur ses propriétés physiques et mécaniques". Mémoire de Magister, Université Saad Dahlab Blida. 2007
8. E. Godlewska., "Effect of molybdenum on high-temperature corrosion of Fe-Al intermetallics". *Intermetallics* 14, p 280-286. 2006
9. J.R. Regina, J.N. DuPont, A.R. Marder., "Weldability of Fe-Al-Cr overlay coatings for corrosion protection in oxidizing/sulfidizing environments". Marder Lehigh University Energy Research Center Bethlehem. 2003
10. O.Ikeda, I.Ohnuma, R.Kainuma and K.Ishida, "Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe-Al system". *Intermetallics* 9, p. 755-761.2001

11. M. Martinez, B. Viguier, P. Maugis, J. Lacaze., "Relation between composition, microstructure and oxidation in iron aluminides". *Intermetallics* 14, p.1214-1220. 2006
12. C. Chiang, S. wang, J. Chen, J. Chu, Y. Hsu., "Bending embrittlement of as-welded FeAl alloys". *Intermetallics* 15, p. 564-570.2007
13. F. moret, R. Baccino, P. Martel et L. Guetaz., « Propriétés et applications des alliages intermétalliques B2-FeAl ». *journal de physique IV, colloque2, supplément au journal physique III, volume 6, 1996*
14. L. M. Pike, Y. A. Chang and C.T. Liu, "Point defect concentrations and hardening in binary B2 intermetallics". *Acta Mater.* Vol. 45, No 9, p. 3709-3719. 1997
15. Vedula K., "FeAl and Fe₃Al, in Intermetallic Compounds". Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 199-209. 1994
16. F. Stein, A. Schneider, G. Frommeyer., "Flow stress anomaly and order-disorder transitions in Fe₃Al- based Fe-Al-Ti-X alloys with X=V, Cr, Nb, or Mo". *Intermetallics* 11, p. 71-82. 2003
17. Liu C.T. et Kumar K.S., "Ordered intermetallic alloys, Part I: nickel and iron aluminides". *JOM*, May, p. 38-44. 1993
18. K. Stepien, M. Kupka; "Effect of hydrogen on room-temperature hardness of B2 FeAl alloys". *Scripta Materialia* 59, p. 999-1001. 2008
19. Baker I., Wu D., Kruijver S.O. et George E.P., "The effects of environment on the room-temperature mechanical behavior of single-slip oriented FeAl single crystals". *Mat. Sci. Eng. A*, 329-331: p. 729-733. 2002
20. Jonathan Willian Cohron., "the effects of boron and hydrogen on the room temperature ductility and fracture behavior of Ni₃Al and FeAl", These Doctorate, University Cincinnati . New York 1997
21. S. Launois et A. Fraczkiewicz, "Effect of environment on mechanical behavior of a reinforced FeAl alloy (40 at.% Al)". *J. de Physique*, 6 (C2), p. 223-228. 1996
22. Rieu J. et Goux C., « Etude du durcissement par trempe des alliages ordonnés Fe-Al de type L2o (B2??) ». *Mém. Sci. Rev. Métall*, LXVI (12): p. 869-880. 1969
23. D. Paris, P. Lesbats et J. Levy., « An investigation of the distribution of vacancies in ordered Fe-Al alloy by feild ion microscopy ». *Scripta Met* 9 , p.1373-1378. 1975

24. Rivière J.-P. et Grilhé J., « Influence de la concentration en aluminium sur l'énergie de migration des lacunes de trempe dans les alliages ordonnés Fe-Al ». *Phys. Stat. sol. (a)*, 25, p. 429-436. 1974
25. Kogachi M. et Haraguchi T., "Quenched-in vacancies in B2-structured intermetallic compound FeAl". *Sci. Eng.*, A230: p. 124-131. 1997
26. J. Herrmann, G. Inden, G. Sauthoff, « Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminium alloys at high temperature », *Acta Materialia*. P 3233-3242.2003
27. Pang L. et Kumar K.S., "On the impact toughness of Fe-40Al-based B2 aluminides". *Intermetallics*, 8: p. 157-163. 2000
28. I. Baker, P.R. Munroe., "Mechanical properties of FeAl". *Int. Mat. Rev.*, P. 181-205 1997
29. J.H. Schneibel., E.P. George., I.M. Anderson., "Tensile ductility , show crack growth, and fracture mode to ternary B2 iron aluminides at room temperature". *Intermetallics*, p. 185-193. 1997
30. Pike L.M. et Liu C.T., "Environmental and strain rate effects on the ductility and yield strength of Fe-40Al". *Scripta Mat.*, 38 (10): p. 1475-1480. 1998
31. L.M. Pike et C.T. Liu., "The effect of vacancies on the environmental yield strength dependence of boron free and boron-doped Fe-40Al". *Intermetallics*, 8:p.1413-1416.2000
32. G. Sainfort., P. Mouturat., Pépin P., Petit J., Cabane G. et Salesse M., « Propriétés mécaniques à chaud des alliages fer-aluminium à forte teneur en aluminium ». *Mém. Sci. Rev.Métall.*, LX (2): p. 125-134.1963
33. Liu C.T. et George E.P., "Intergranular fracture and microalloying effects in ordered intermetallics, in Structure and property relationships for interfaces". Walter J.L., King A.H., Alexander H. et Tangri K., Editors, p. 281-308. 1990
34. L. Pang ., K.S. Kumar K.S., "Tensile ductility of an Fe-40Al-0.6C alloy". *Intermetallics*, 8: p. 693-698. 2000
35. A.S. Gay-Brun., « Etude de l'effet du bore sur les alliages FeAl ordonnés de structure B2 ». Thèse de doctorat, St Etienne. 1998
36. L.M. Pike., C.T Liu., "The effect of vacancies on the environmental yield strength dependence of boron free and boron-doped Fe-40Al". *Intermetallics*, 8: p. 1413-1416. 2000
37. J.W. Cohron., Y. Lin Y., R.H. Zee et E.P George., "Room-temperature mechanical behavior of FeAl: effects of stoichiometry, environment, and boron addition". *Acta Mat.*, 46 (17): p. 6245-6256. 1998

38. I. Baker ., H. Xiao ., O. Klein ., C. Nelson . et J.D. Whittenberger., "The effect of temperature and FeAl ratio on the flow and fracture of FeAl". *Acta Metall. Mater.*, 43 (4): p. 1723-1730. 1995
39. L. Pang ., K.S. Kumar., « Complex faults in a B2 iron aluminide alloy ». *Acta Mat.*, 49 (12): p. 2215-2226. 2001
40. A. Fraczkiewicz., A.S. Gay., M. Biscondi., "On the boron effect in FeAl (B2) intermetallics alloys". *Mat. Sci. Eng. A*, A258: p. 108-114. 1998
41. A. Fraczkiewicz ., A.S. Gay., M. Biscondi., « Origines de la ségrégation intergranulaire du bore dans les alliages ordonnés FeAl (B2) », *J. de Physique IV*, 9 (Pr4): p. 75-80. 1999
42. P. Lejcek ., A. Fraczkiewicz ., "Boron segregation in intermetallics: on the possible origins of a low-level intergranular segregation". *Intermetallics*, 11 (10): p. 1053-1063. 2003
43. G. Webb ., P. Juliet ., A. Lefort., "Optimization of the boron content in FeAl (40 at.% Al) alloys". *Scripta Metall. Mater.*, 28: p. 769-772. 1993
44. M. Palm, G. Sauthoff., "Deformation behavior and oxidation resistance of single-phase and two-phase L2₁-ordered Fe-Al-Ti alloys". *Intermetallics* 12, p.1345-1359. 2004
45. F. Dobes, P. Kratochvil, K. Milicka., « Creep of cast Fe-36Al-2Ti alloy ». *Intermetallics* 14, p.1199-1203. 2006
46. J.H. Schneibel, Specht E.D. et Simpson W.A., "Solid solution strengthening in ternary B2 iron aluminides containing 3d transition elements". *Intermetallics*, 4, p. 581-583. 1996
47. G. Beranger, H. Mazille., « Corrosion des métaux et alliages ». *Hermes sciences*. 2002
48. E. Cadel, D. Bavette, A. Fraczkiewicz., "Quelques liens structure-chimie locale des défauts plans élucidés par tomographie atomique ». *journal physique IV (proceedings)*, V 106, Issue 4, p.23-32. 2003
49. Marian Kupka., "Can vacancies be the main reason of FeAl alloys hardening?". *Journal of alloys and compounds* 437, p.373-377. 2007