Effet de l'environnement sur le comportement mécanique d'un alliage FeAl (40 at. % Al) renforcé

S. Launois, A. Fraczekiewicz

► To cite this version:

S. Launois, A. Fraczekiewicz. Effet de l'environnement sur le comportement mécanique d'un alliage FeAl (40 at. % Al) renforcé. Journal de Physique IV Proceedings, 1996, 06 (C2), pp.C2-223-C2-228. 10.1051/jp4:1996231 . jpa-00254209

HAL Id: jpa-00254209

<https://hal.science/jpa-00254209>

Submitted on 1 Jan 1996

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

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

Effet de l'environnement sur le comportement mécanique d'un alliage FeAl (40 at. % Al) renforcé

S. Launois et A. Fraczekiewicz

Ecole des Mines, 158 cours Fauriel, 42023 St-Etienne Cedex 2, France

Abstract. Room temperature tensile tests at different humidity rates have shown that the FeAl40 Grade 3 alloy - a P/M alloy reinforced by 10 weight ppm of boron and by a fine Y_2O_3 dispersion - is susceptible to the environmental effect caused by the water vapour of the atmosphere. The relative elongation obtained in air corresponds to 35 % of the one obtained in dry argon (3 vol. ppm H_2O). The embrittlement remains superficial and is revealed by a lot of cracks (of irregular shape). They appear when the stress reaches the cleavage strength whose value depends on humidity and strain rate. However, in all conditions, the heart of the specimens breaks in a ductile manner at 1480 MPa. The formation of a thick oxide layer by a heat treatment in air could be an efficient mean of protection against the environmental effect, since it limits the reaction at the origin of the embrittlement and seems to have a high tensile strength.

1. INTRODUCTION

La faible ductilité à température ambiante des alliages intermétalliques FeAl constitue le principal obstacle à leurs applications industrielles. Pour les alliages FeAl B2, cela résulte dans un premier temps d'une faible cohésion intrinsèque des joints de grains, qui peut toutefois être renforcée par une faible addition de bore [1]. Cependant la ductilité n'est guère améliorée, car la rupture se fait alors par clivage. Liu et al. [2] ont montré que ce clivage résulte d'un effet d'environnement lié à la présence de vapeur d'eau dans l'atmosphère, qui induirait à la surface libre du matériau la réaction :

L'hydrogène ainsi produit diffuse à l'intérieur du matériau et le fragilise. Fu et Painter [3] expliquent cette fragilisation par la diminution de la résistance au clivage pour les plans {100}, due à un affaiblissement des liaisons atomiques entre les atomes Fe et Al par transfert d'électrons du fer vers l'hydrogène occupant les sites interstitiels.

Une solution pour augmenter la résistance au clivage est de diminuer la taille de grains du matériau : en effet, des alliages élaborés par mécanosynthèse ("mechanical alloying") et renforcés par une fine dispersion d'oxyde présentent une ductilité nettement supérieure [4]. Cependant ce type de structure reste sensible à l'effet d'environnement. L'objectif de cette étude est de caractériser la fragilisation par l'effet d'environnement sur un alliage Fe-40 % at. Al renforcé par de fines particules d' Y_2O_3 .

2. TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

L'alliage étudié, nommé FeAl40 Nuance 3, est élaboré au CENG¹. Sa composition nominale est (en masse) : Fe, Al 23.7 %, Zr 0.09 %, O 300 ppm, B 10 ppm, C 50 ppm, Y_2O_3 1 %. Les conditions d'élaboration ainsi que les caractéristiques générales du matériau, sont présentées dans ce volume par F. Moret et coauteurs [5].

Un traitement thermique à 1000°C pendant 1 heure avec refroidissement lent, a été réalisé. La microstructure de l'alliage a été caractérisée au MET, et sa texture cristallographique par RX avec le système DOSOPHATEX

¹ CEA/CEREM, Département d'Etude des Matériaux, CENG, 38054 Grenoble Cedex 9, France

[6]. Dans la section perpendiculaire à l'axe d'extrusion, les grains sont équiaxes et ont une taille moyenne d'environ 1 μm . De nombreuses particules d' Y_2O_3 , de taille moyenne 0,2 μm , sont observées aux joints de grains. L'alliage possède une texture de fibre avec la direction $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe d'extrusion.

L'effet d'environnement sur les caractéristiques mécaniques de l'alliage a été évalué à température ambiante par des essais de traction à vitesse lente ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ et $3 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$), dans trois atmosphères à différentes teneurs en vapeur d'eau : air (1,5 % vol.), argon (140 ppm vol.) et argon sec (3 ppm vol.). Après rupture, les faciès ont été observés au MEB, et la fissuration secondaire (i.e. ne participant pas à la rupture) analysée au microscope optique. Afin d'éviter la rupture à la tête des éprouvettes, celles-ci (initialement cylindriques de longueur calibrée 20 mm et de diamètre calibré 4 mm), ont dû être amincies pour atteindre un diamètre minimal de 3,2 mm dans leur partie centrale. L'amincissement induit une déformation hétérogène localisée dans la partie amincie, réduisant ainsi l'allongement relatif d'un facteur voisin de 3, et ce quels que soient les paramètres du test (humidité, vitesse de déformation). Les éprouvettes n'ont été polies que mécaniquement.

3. RÉSULTATS

3.1 Influence de l'environnement sur la ductilité et sur le mode de rupture

La Figure 1 montre l'influence de la vitesse de déformation et de l'humidité de l'environnement sur l'allongement relatif à la force maximale de traction. Les éprouvettes testées à $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ont un allongement relatif qui est presque trois fois plus important dans l'argon sec que dans l'air. Ce rapport est conservé lorsque la vitesse de déformation est de $3 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$, mais les valeurs des allongements sont légèrement plus faibles. L'alliage est donc bien sujet à l'effet d'environnement, et est très sensible à l'humidité de l'atmosphère.

Fig. 1. Influence de la vitesse de déformation et de l'humidité sur l'allongement relatif à la force maximale de traction.

Toutes les surfaces de rupture présentent une zone centrale et des zones périphériques (Fig. 2a). Dans la zone centrale la rupture est ductile (Fig. 3a). Cependant, deux modes de rupture sont observés dans la couronne (ensemble des zones périphériques) : une rupture par clivage (Fig. 3b) et une rupture d'aspect ductile (Fig. 3c). Les zones ductiles de la couronne sont uniformément réparties sur la périphérie (Fig. 2b), tandis que les zones clivées sont réparties plutôt localement et peuvent atteindre 300 μm de profondeur lorsque l'essai a lieu sous air. En fait, la part de surface clivée augmente avec le taux d'humidité de l'atmosphère, au détriment de la zone ductile périphérique.

Trois types de fissures ont été observés sur la surface des éprouvettes. Des fissures rectilignes, perpendiculaires à l'axe de traction, semblent être d'origine mécanique. L'origine des fissures parallèles à l'axe de traction - visibles aussi sur les surfaces de rupture (Fig. 2a) - n'a pas pu être déterminée. Par contre, la présence du troisième type de fissures est clairement associé à l'environnement. Ces fissures sont de forme irrégulière, mais elles sont globalement perpendiculaires à l'axe de traction (Fig. 4a). L'influence de l'humidité sur le nombre et la longueur de ces fissures (Fig. 4b), indique que leur germination et leur propagation sont nettement

favorisées par l'accroissement de l'humidité. Il semble donc s'agir de fissures de "corrosion sous contrainte" résultant de la réaction entre la vapeur d'eau et les atomes d'aluminium du matériau. Cette hypothèse est renforcée par le fait que ces fissures semblent se propager en zig-zag selon des directions à 45 ou 90° par rapport à l'axe de traction, comme l'indique notamment la ramification de leurs extrémités (Fig. 4a). Étant donné la texture de fibre <110> du matériau, ces directions pourraient être en réalité les traces des plans {100}, qui sont les plans de clivage dans la structure ordonnée B2 de FeAl.

3.2 Du caractère superficiel de la fragilisation

Les zones périphériques (clivées et ductiles) qui constituent la couronne sont responsables d'une baisse non négligeable de la force de traction avant la rupture. La section réelle au moment de la rupture correspond donc à la superficie de la région centrale, que nous avons pu déterminer à l'aide d'un projecteur de profil. D'autre part, en supposant que le volume de matière reste constant au cours de la fissuration, la section apparente de rupture (mesurée à partir du diamètre extérieur) est donc égale à la section relative à la force maximale (i.e. correspondant au début de la fissuration). Ainsi, nous pouvons définir :

- une contrainte de fissuration (σ_f) comme la force maximale divisée par la section apparente de rupture ;
- une contrainte réelle de rupture (σ_r) comme la force à rupture divisée par la section réelle de rupture ;
- et les déformations correspondantes (ε_f , ε_r), équivalentes aux allongements relatifs correspondants.

La Figure 5 représente le comportement mécanique du matériau dans le domaine plastique, pour tous les essais effectués. Dans tous les cas, la limite d'élasticité est de 780 MPa. Sur l'ensemble des essais, la contrainte et la déformation à fissuration semblent être liées par une relation de type puissance analogue à une courbe d'écrouissage partant de la limite d'élasticité. L'humidité et la vitesse de déformation ne semblent donc pas modifier le coefficient d'écrouissage, mais elles influent sur la contrainte de fissuration. Par contre, la valeur de la contrainte réelle de rupture (correspondant à la rupture ductile dans la partie centrale de l'éprouvette) est de 1480 MPa (± 40 MPa) quelles que soient les conditions d'environnement. Dans la plupart des cas, la déformation à rupture est à peine supérieure à la déformation à fissuration. Cependant, lorsque l'effet d'environnement est trop important (humidité élevée et faible vitesse de déformation), l'écart entre les deux déformations augmente nettement.

Fig. 5. Influence de l'humidité et de la vitesse de déformation sur l'ensemble des caractéristiques mécaniques relatives au comportement en traction de l'alliage FeAl40 Nuance 3. Chaque essai est représenté par une paire de points reliés, dont celui du bas (resp. du haut) correspond à la contrainte et la déformation auxquelles apparaît la fissuration (resp. la rupture).

La contrainte de fissuration, qui correspond à l'apparition de la première fissure, n'est autre que la résistance au clivage du matériau, compte tenu des paramètres environnementaux, qui influent sur la concentration d'hydrogène à l'intérieur du matériau. L'influence de l'environnement sur la déformation à fissuration (ou sur l'allongement relatif à la force maximale, cf § 3.1) n'est alors qu'une conséquence directe, par le biais de la loi d'écrouissage, des variations de la contrainte de clivage. Il semble donc que la loi d'écrouissage du matériau soit

respectée jusqu'à ce que la contrainte de fissuration soit atteinte. La vitesse d'allongement étant constante (contrairement à la vitesse de déformation), et les allongements relatifs étant assimilables aux déformations, l'écart entre ε_r et ε_f est proportionnel à la durée de la période de fissuration. Durant cette période, la contrainte augmente très vite jusqu'à atteindre la valeur de la contrainte de rupture intrinsèque du matériau. Les concentrations de contraintes en tête de fissures, qui peuvent être élevées en raison de la taille des zones clivées ($> 50 \mu\text{m}$ en profondeur), pourraient expliquer l'augmentation quasi instantanée de la contrainte de σ_f à σ_r , lorsque l'écart entre ces valeurs n'est pas trop important.

La fragilisation par l'effet d'environnement pour cet alliage n'est donc que superficielle, puisque la rupture à coeur est toujours ductile, et qu'elle a lieu à une contrainte indépendante des paramètres environnementaux. Elle se manifeste cependant par une fissuration plus ou moins étendue selon l'écart entre la contrainte intrinsèque de rupture et la contrainte de clivage abaissée par l'effet d'environnement.

3.3 Influence d'une couche épaisse d'oxyde

Comme l'effet d'environnement résulte d'une réaction ayant lieu à la surface libre du matériau, la rupture de la couche d'oxyde naturelle est donc nécessaire pour que la fragilisation ait lieu. Afin de déterminer l'efficacité d'une couche épaisse d'oxyde comme moyen de protection, deux éprouvettes ont été traitées thermiquement à 800°C pendant 1 heure sous air, puis refroidies lentement. Elles ont été testées sous air à 3.10^{-4} s^{-1} , mais l'une d'entre elles a été préalablement polie mécaniquement pour supprimer la couche d'oxyde, afin de distinguer l'effet du traitement thermique de celui de la couche d'oxyde. La Figure 6 montre les allongements relatifs et les contraintes de fissuration de ces éprouvettes ; à titre de comparaison, les valeurs correspondantes aux éprouvettes non oxydées, testées à la même vitesse de déformation dans les trois types d'atmosphères, ont été ajoutées.

L'allongement obtenu sous air avec l'éprouvette oxydée est nettement supérieur à celui obtenu sous argon sec avec une éprouvette non oxydée, et la contrainte de fissuration se situe au niveau de la contrainte réelle de rupture des éprouvettes non oxydées. L'observation du faciès de rupture révèle que la rupture est presque exclusivement ductile, mis à part deux zones clivées de faible étendue (largeur et profondeur inférieures à $50 \mu\text{m}$). De plus, il n'y a pas de fissures secondaires. La couche d'oxyde est donc suffisamment étanche pour empêcher les molécules d'eau d'atteindre la surface FeAl, et suffisamment résistante pour assumer son rôle de protection jusqu'à la contrainte de rupture intrinsèque de l'alliage.

L'éprouvette oxydée et polie présente un allongement nettement plus faible que celui de l'éprouvette avec la couche d'oxyde, cependant il est deux fois plus important que l'allongement d'une éprouvette non oxydée testée sous air. Le faciès de rupture est identique à celui d'une éprouvette non oxydée testée sous argon sec, cependant les fissures irrégulières sont beaucoup plus nombreuses (> 100) mais toutes de taille inférieure à $50 \mu\text{m}$.

Fig. 6. Allongement relatif et contrainte (en MPa) de fissuration des éprouvettes oxydée ($800^\circ\text{C}/1\text{h}$) et oxydée-polie, testées sous air à 3.10^{-4} s^{-1} . Les valeurs obtenues avec les éprouvettes non oxydées, testées à la même vitesse de déformation, dans les trois types d'atmosphères, sont ajoutées à titre de comparaison.

Le traitement thermique sous air semble donc réduire la sensibilité à l'environnement de l'alliage. Ceci pourrait s'expliquer par un appauvrissement en aluminium de la couche superficielle ayant participé à la formation de la couche d'oxyde. La probabilité de réaction entre la vapeur d'eau et les atomes d'aluminium et, par conséquent, l'introduction d'hydrogène à l'intérieur du matériau en seraient ainsi réduites. Une autre explication possible serait liée à la modification de l'état de surface de l'éprouvette.

4. CONCLUSIONS

La ductilité à température ambiante de l'alliage FeAl40 Nuance 3 est affectée par la teneur en vapeur d'eau de l'atmosphère de test. En traction, l'allongement relatif obtenu sous air n'est que 35% de la valeur obtenue dans une atmosphère sèche (3 ppm vol. H_2O). Ce rapport des valeurs d'allongement est observé pour deux vitesses de déformation différentes (3.10^{-4} and $3.10^{-6} s^{-1}$), avec des valeurs absolues légèrement inférieures dans le dernier cas. Dans la région centrale de la section de l'éprouvette, la rupture est d'aspect ductile, indépendamment de l'humidité et de la vitesse de déformation. En périphérie, des zones clivées ont été observées et leur taille augmente avec le taux d'humidité de l'atmosphère.

La fragilisation par l'effet d'environnement de l'alliage étudié est seulement superficielle, ce qui conduit à une rupture du matériau fragilisé en deux temps. Tout d'abord, l'amorçage de la rupture a lieu par propagation de fissures de corrosion sous contrainte, résultant de la fragilisation par hydrogène induite par la vapeur d'eau. Puis, la propagation de la rupture se produit pour une valeur de la contrainte réelle de traction correspondant à la résistance intrinsèque de l'alliage ; dans le cas des éprouvettes utilisées, cette valeur est de 1480 ± 40 MPa.

La formation d'une couche épaisse d'oxyde par un traitement thermique sous air pourrait être un moyen de protection efficace contre l'effet d'environnement. La couche ainsi produite est suffisamment étanche pour empêcher la réaction à l'origine de la fragilisation et suffisamment résistante pour assumer son rôle de protection jusqu'à la contrainte de rupture intrinsèque de l'alliage. Le traitement semble aussi contribuer à limiter la réaction entre la vapeur d'eau et l'alliage, en diminuant en surface sa teneur en aluminium.

Remerciements

Les auteurs remercient F. Moret, R. Baccino, D. San-Filippo du groupe CEA/CEREM pour la mise à disposition du matériau et pour les discussions fructueuses tout au long de ce travail.

L'étude présentée a été réalisée dans le cadre de l'action européenne CEASI (Concerted European Action on Structural Intermetallics).

Les auteurs tiennent à remercier M. Biscondi et Th. Magnin pour leurs précieuses critiques de ce manuscrit.

Bibliographie

- [1] C. T. Liu and E. P. George, *Scripta Met.* **24** (1990) pp. 1285-1290
- [2] C. T. Liu, E. H. Lee and C. G. Mc Kamey, *Scripta Met.* **23** (1989) pp. 875-880
- [3] C. L. Fu and G. S. Painter, *J. Mater. Res.* **6** (1991) pp. 719-723
- [4] A. Lefort, "Development of Dispersion Strengthened FeAl Composites for High Temperature Applications", European exposition MAT-TEC 92, Grenoble 14-16 October 1992 (IITT International, Paris)
- [5] F. Moret, *ce volume*
- [6] R.Y. Fillit, "Accurate structural characterization of ZrN coatings and epitaxial layers by X-ray diffraction using the DOSOPHATEX system", Non Destructive Characterization of Material IV, C.O. Ruud et al. Eds. (Plenum Press, New York, 1991) pp. 1-8