

## Comportement mécanique de nanopoudres métalliques consolidées et impactées à vitesse intermédiaire

<sup>1</sup>Guy Dirras, <sup>1</sup>Aziz Hocini, <sup>1</sup>Thierry Chauveau, <sup>1</sup>Quang-Hien Bui,  
<sup>1</sup>Salah Ramtani, <sup>2</sup>Akrum Abdul-Latif.

<sup>1</sup>Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux, CNRS UPR 9001  
Université Paris 13, 99 avenue J.B. Clément 93430 Villetaneuse, France.

<sup>2</sup>Laboratoire de Mécanique, Matériaux et Modélisation- L3M  
I.U.T. de Tremblay-en –France – Université Paris 8  
Rue de la Râperie  
93290 Tremblay-en –France, France.

### Résumé :

*Un procédé d'élaboration combinant la métallurgie des poudres et la déformation plastique sévère en régime dynamique intermédiaire a été mise au point pour élaborer des matériaux à grains ultrafins. Le matériau massif résultant de la compaction isostatique à chaud d'une poudre d'aluminium de pureté commerciale montre une microstructure homogène de grains équiaxes, dont la taille moyenne = 2µm, sans orientation préférentielle. La microstructure après impact d'un poids tombant à la vitesse de 100s<sup>-1</sup> induit une légère anisotropie de forme des grains et une texture cristallographique marquée. La taille moyenne des grains, mesurée par microscopie électronique en transmission et par diffraction des rayons X est de 500 nm et 80 nm respectivement. Des éprouvettes prélevées dans les directions parallèle (DN) et perpendiculaire (DT) à la direction de l'impact ont été déformées à la température ambiante, en compression uniaxiale à 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>. Par rapport au matériau initial, un gain important en terme de limite d'élasticité est observé, s'accompagnant toutefois d'un adoucissement marqué après quelques % de déformation. Des différences notables de comportement sont aussi observées entre les échantillons DN et DT. Ces résultats sont discutés en relation avec la microstructure.*

### Abstract :

*A process combining the powder metallurgy and the dynamic severe plastic deformation in intermediate regime was worked out to elaborate materials with ultrafine grains structure. The bulk material resulting from hot isostatic of aluminium powder of commercial purity exhibits a texture-free homogeneous microstructure of equiaxed grains, of average size of 2µm. The microstructure after impacting with a falling weight at a strain rate of 100s<sup>-1</sup> infers a slight anisotropy of grains shape along with a fiber-like cristallographic texture parallel to the impact direction. Average grain sizes of about 500nm and 80nm have been measured by transmission electron microscopy and X-ray diffraction respectively. Uniaxial compression tests have been conducted at room temperature at a strain rate of 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> on samples which were cut-off the impacted material both parallel (DN) and perpendicular (DT) to the impact direction. With regard to the as- HIPed material, an important gain in term of yield stress is observed, coming along however with a marked softening. In addition, differences in the mechanical behaviour are also observed between DN and DT samples. These results are here discussed in connection with the respective microstructures.*

### Mots-clefs :

Grains ultrafins ; HIP ; Dynamique à vitesse intermédiaire ; Hall-Petch

## 1 Introduction

Les matériaux nanocristallins ( $d < 1000$  nm) connaissent un regain d'attention depuis les travaux de Gleiter (Gleiter, 1995). Ces travaux ont montré d'une façon générale, que la nanostructuration s'accompagne d'une modification importante des propriétés physico-chimiques et mécaniques par rapport au matériaux dits conventionnels (tailles de grains supérieures au micromètre). En ce qui concerne les propriétés mécaniques, une diminution du diamètre moyen des grains jusqu'à environ la dizaine de nanomètres conduit à une augmentation (jusqu'à 10 fois) de la contrainte d'écoulement. Ce qui s'exprime au travers de la loi de Hall -Petch (Hall, 1951 ; Petch, 1953). En dessous, nombre d'études indiquent une diminution de la contrainte d'écoulement, signe d'un changement dans les mécanismes de déformation, lesquels passent d'une plasticité intragranulaire, à un comportement dominé par des mécanismes de déformation liés aux joints (glissement, endommagement, diffusion...).

Traditionnellement trois familles de procédés sont fréquemment utilisées pour l'élaboration de structures à grains ultrafins: (i) la consolidation - compaction de nano poudres métalliques obtenus par différents procédés (broyage, chimie douce, pulvérisations...) (Tjong et al., 2004) ; (ii) la déformation plastique sévère (SPD) de matériaux conventionnels massifs (Valiev et al., 2000) ; (iii) dépôt électrolytique.

Chacune de ses méthodes présente des avantages et des inconvénients, qui sont d'une façon sommaire, liées à la présence de la porosité et à la contamination (métallurgie des poudres) ; à l'instabilité des microstructures et densité élevée des défauts structuraux, nécessitant des recuits intermédiaires (SPD) ; impuretés issues de la composition des bains d'électrodéposition et présence de bulles (dépôts électrolytiques).

Le présent travail a été initié en parallèle du projet AGUF (Aciers à Grains Ultrafins), dans lequel le laboratoire LPMTM est actif, et dont l'objet est l'élaboration par différents procédés, d'aciers à microstructures ultrafines et l'étude de leurs propriétés mécaniques pour des applications structurales [Cao et al, Chevalier et al]. Plus particulièrement, ce travail porte sur la mise au point d'un procédé d'élaboration qui combine à la fois la compaction isostatique à chaud (CIC) de poudres métalliques conventionnelles, plus faciles à manipuler que les nanopoudres et la déformation plastique sévère en dynamique intermédiaire (DPSDI) du matériau issus de la CIC pour une fragmentation encore plus poussée. Cette combinaison a permis à la fois l'obtention de microstructures ultrafines et la prise en compte d'un jeu complémentaire de paramètres microstructuraux incluant la morphologie des grains et la texture cristallographique. Par ailleurs, l'analyse la microstructure modifiée après impact, laisse penser que l'énergie emmagasinée durant la déformation joue le rôle de force motrice pour assurer la réorganisation de la microstructure d'une manière dynamique, sans avoir recours à un traitement thermique intermédiaire. L'influence de cette microstructure (au sens large) sur les propriétés mécaniques à température ambiante est étudiée à l'aide d'essais de compression uniaxiale, à des vitesses de déformation de l'ordre de  $10^{-4}$  s<sup>-1</sup> sur des échantillons prélevés parallèlement (DN) et perpendiculairement (DT) à la direction de l'impact.

## 2. Procédure expérimentale

### 2.1. Compaction isostatique à chaud

La CIC consiste à soumettre la poudre, située dans une capsule (BILLARD, 2003), à un cycle thermique (montée en température, palier et refroidissement) et à une pression hydrostatique au travers d'un gaz (inerte). Le matériau constituant l'enveloppe doit résister à une température pouvant aller jusqu'à 2000°C et une pression de 400MPa, tout en transmettant de manière optimale la pression à la poudre. Le matériau étudié dans cette contribution est élaboré, au LPMTM, à partir d'une poudre d'aluminium de pureté commerciale. La durée de la compaction est de quatre heures, la pression est de 200MPa et la température du palier de 450°C. Une fois la CIC terminée, les deux extrémités de la capsule sont découpées à l'aide

d'une scie à disque diamanté, puis l'enveloppe externe de la capsule est retirée. Dans le cas présent, le matériau massif obtenu mesure 70 mm de longueur et 12 mm de diamètre.

## 2.2. Essai d'impact

Le banc d'essai relatif au DPSDI a été entièrement conçu et réalisé au laboratoire L3M de l'IUT de Tremblay. La vitesse d'impact maximale est de l'ordre de 10 m/s. La masse d'écrasement est de 50 Kg et la hauteur de chute maximale est de 5,75 m. Deux colonnes de guidage permettent une chute quasiment sans frottement de cette masse, qui est en outre munie d'un percuteur cylindrique plat de 70 mm de diamètre. Ce dispositif d'essai comporte également une partie électronique permettant le suivi et l'enregistrement en temps réel des grandeurs physiques gouvernant le processus d'écrasement (Baleh and Abdul-Latif, 2007). Le taux de déformation atteint dans ce travail est d'environ 300%.

## 3. Résultats et Discussion

### 3.1. Microstructure

La taille moyenne des grains, déterminée par microscopie électronique en transmission (MET) MET, est de 2  $\mu\text{m}$  pour l'échantillon brut de CIC. Après impact, des observations ont été réalisées par MET sur des lames minces prélevées parallèlement et perpendiculairement à la direction de l'impact. Un résumé de la démarche expérimentale et des observations est présenté FIG. 1. D'une manière générale, les observations indiquent une diminution de la taille des cristallites de 2  $\mu\text{m}$  en moyenne dans le matériau brut de CIC à 500nm après impact. Ces observations montrent en outre une différence de morphologie des cristallites, suivant qu'on observe parallèlement ou perpendiculairement à la direction de l'impact : dans le cas DN les grains apparaissent équiaxes, avec un fort contraste de dislocations dans certains grains. Dans la direction DT par contre la microstructure est composite, constituée de grains équiaxes et de grains allongés (FIG. 1C). La différence de contraste de grain à grains suggère que des désorientations importantes existent entre ces derniers du fait d'une restauration dynamique particulièrement.

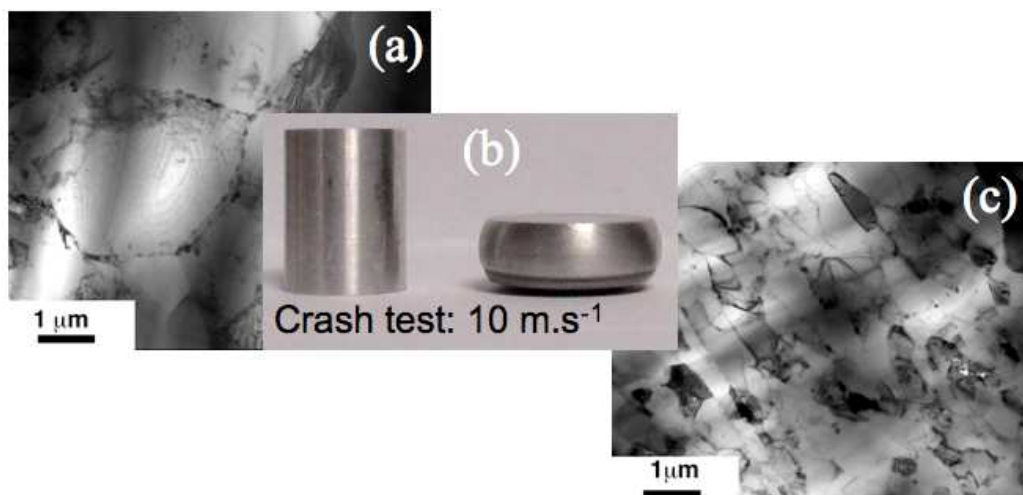


FIG. 1 – (a): Microstructure brute de CIC ; (b) : échantillon de CIC avant et après impact ; (c) microstructure après impact (DT).

Des expériences de diffraction des rayons X (DRX) conduites en parallèle indiquent une forte texture de type fibre parallèlement à la direction de l'impact. En outre une analyse de type CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile) a permis de déterminer d'autres caractéristiques de la microstructure (Hungar et al., 2001). Ainsi, la méthode donne une taille moyenne de cristallites (domaines cohérents de diffraction) de l'ordre de 80nm. Comparativement, le MET donne 500nm. Une telle différence entre les mesures en MET et en DRX est également rapportée par Zhilyaev (Zhilyaev et al., 2003). Dans le même temps, la densité des dislocations et l'énergie stockée lors de l'impact ont été estimées. Les valeurs suivantes ont été obtenues pour la densité de dislocations :  $\rho_{DN} = 1.711 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$  et  $\rho_{DT} = 3.656 \cdot 10^{16} \text{ m}^{-2}$ . Une estimation du nombre de segments de dislocations de longueur  $d = 80\text{nm}$  (taille des domaines cohérents de diffraction) est d'environ 13 suivant DN et 230 suivant DT. Pour l'énergie stockée, l'analyse donne:  $\bar{E}_{DN} = 1.925 \text{ J/mol}$  et  $\bar{E}_{DT} = 31 \text{ J/mol}$ . Ces mesures montrent qu'il y a globalement un ordre de grandeur entre ces différentes valeurs. L'absence d'une texture de recristallisation confirme l'idée d'une minimisation de l'énergie stockée par des mécanismes de restauration dynamique.

### 3.2. Réponse macroscopique

Les caractéristiques mécaniques initiales à température ambiante du matériau obtenu après CIC sont mesurées en compression uniaxiale à une vitesse de déformation de  $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . La limite élastique  $\sigma_y = 75 \text{ MPa}$ , et le module d'Young  $E = 65 \pm 7 \text{ GPa}$ . Ce qui est proche de la valeur standard de  $70 \text{ GPa}$ . Après impact, des éprouvettes prismatiques de dimensions  $3 \times 3 \times 5 \text{ mm}^3$  sont prélevées suivant DN et DT et déformées à température ambiante en compression uniaxiale à une vitesse de déformation de  $1.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Les résultats sont reportés sur la FIG. 2 :

- les deux échantillons ont quasiment la même limite élastique autour de 120 MPa, ce qui est environ 50MPa de plus que le matériau brut de CIC ;
- l'échantillon DN présente un durcissement régulier, avec une contrainte maximale de l'ordre de 150 MPa, qui marque le début d'un plateau et donc d'une saturation
- l'échantillon DT présente un fort durcissement très bref. La contrainte maximale atteinte est de 140 MPa, marquant le début d'un adoucissement.

Les comportements observés ici à savoir stagnation de l'écrouissage pour DT, fort et bref durcissement suivi d'un adoucissement sont des constantes du comportement macroscopique des matériaux à grains ultrafins (Billard et al., 2006 Cao et al., 2006). Les mécanismes de déformation à la base de ces comportements impliquent à la fois des mécanismes intra et inter granulaires, ainsi que l'endommagement. Dans le cas présent, la différence de comportement entre les échantillons DN et DT est lié aussi bien à la différence des densités des dislocations initialement présent dans le matériaux qu'à la nature du trajet de la déformation quasi statique. Dans ce dernier cas en effet pour l'échantillon DN la déformation quasi statique se fait dans la direction de l'impact, alors que pour DT la déformation quasi statique a lieu dans la direction orthogonale. Les études sont en cours pour mesurer de manière quantitative l'impact respectif de ces différents paramètres sur les comportements observés.

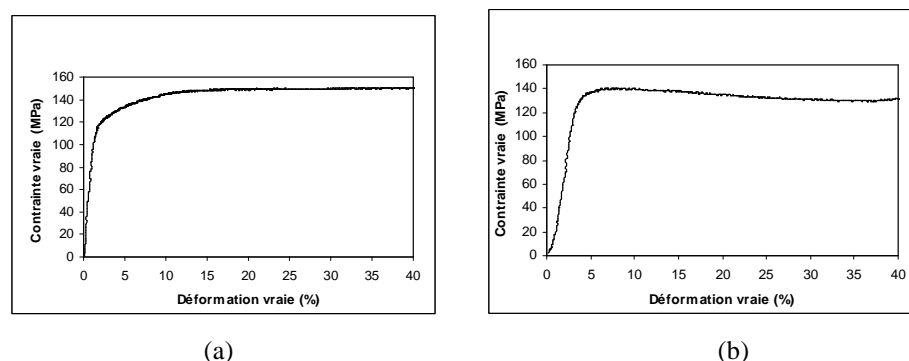


FIG. 2 – Courbes contrainte vraie - déformation vraie après compression quasi statique. (a) : échantillon DN ; (b) échantillon DT.

#### 4 Conclusions

Dans ce travail, nous avons présenté des résultats préliminaires en matière d'élaboration de microstructures ultrafines. Il est montré pour la première fois que la combinaison CIC + DPSDI conduit à une fragmentation poussée des grains et induit en même temps une restauration dynamique de la structure.

Ce procédé permet également d'avoir accès à un jeu de paramètres supplémentaires comme par exemples la morphologie des grains, la texture cristallographique dont on peut, à l'aide de moyens de mesures adaptés, en extraire les effets sur le comportement mécanique macroscopique.

#### Références

- Gleiter H. 1995 Nanostructured Materials: State of the Art and Perspectives. *Nanostructured Materials*, 6, 3-14
- Hall, E.O., 1951 *Proc. Phys. Soc. London.* **B-64**: p. 747-753.
- Petch, N.J., J. 1953 *Iron Steel Inst.* **174**: p. 25-28.
- Tjong, S.G. and Chen H, 2004 *Mater. Sci. Eng. R.* **45**: p. 1-88.
- Valiev, R.Z., R.K. Islamgaliev, and I.V. Alexandrov, 2000 *Prog. Mater. Sci.* **45**: p. 103.
- Cao, W.Q., Dirras G.F., Benyoucef M., Bacroix B. 2006, *Mat. Sci. Engng.*
- Billard, S., Fondère J.P. Bacroix B., Dirras G.F. 2006 *Acta Mater.* **54** 411-421.
- T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik and A. Borbély, *J. Appl. Cryst.* **34** (2001), pp. 298–310
- Zhilyaev, A.P. 2003 *Phys. Stat. Sol. (a)*. **198**: p. 263-271.
- Baleh, R., and Abdul-Latif, A., 2007, *J. of Applied Mechanics* (in press).