

## Shock + Rolling Tests on Fe-Co-V Alloy. Further Recovery Behaviour.

ETUDE DE L'ALLIAGE Fe-Co-V DEFORME PAR CHOC OU PAR LAMINAGE.  
INFLUENCE DE REVENUS ULTERIEURS\*

J. C. DESOYER,† J. P. EYMERY† et P. MOINE†

Les auteurs ont soumis à un choc de pression 260 kb des échantillons polycristallins de Fe-Co-V initialement désordonnés ou ordonnés. Dans l'alliage désordonné (cubique centré) le choc crée des mâcles du type classique (112) et la répartition des dislocations d'écroutissage est à peu près uniforme. Dans l'alliage initialement ordonné, le choc crée des parois d'antiphases et détruit partiellement l'ordre à longue distance; quelques mâcles très fines peuvent être observées mais leur système n'est pas encore déterminé; aucune structure cellulaire de dislocations n'est apparue. Les auteurs ont également effectué des comparaisons avec des échantillons laminés; ce dernier mode de déformation ne désordonne pratiquement pas l'alliage; la répartition des dislocations qui en résulte est uniforme dans les échantillons désordonnés, et prend l'aspect cellulaire dans les échantillons ordonnés faiblement déformés.

L'influence de revenus d'ordre a été également étudiée sur les échantillons initialement désordonnés puis écroutés par choc ou par laminage. Il est apparu que, dans les deux cas, la dureté et la taille des domaines antiphases croissaient tandis qu'apparaissait un état polygonisé; l'augmentation de dureté est d'autant plus importante que le taux d'écroutissage initial est plus élevé. Au contraire, sur les échantillons ordonnés puis choqués, un revenu entraîne une diminution de la dureté et une augmentation de la taille des domaines antiphases.

## SHOCK AND ROLLING TESTS ON Fe-Co-V ALLOY. FURTHER RECOVERY BEHAVIOUR

260 kb pressure shock tests on disordered or ordered polycrystalline Fe-Co-V specimens were carried out. In disordered alloy (b.c.c.), the shock resulted in classical (112) twins and work hardening dislocations were distributed nearly uniformly. In ordered alloy, the shock created antiphase boundaries and partially destroyed long range order; some very thin twins could be observed, but their type is not yet determined; no cellular structure appeared. Comparisons with rolled specimens were made; the alloy was nearly not disordered by rolling, dislocations were uniformly distributed in disordered specimens and a cellular structure appeared in slightly strained ordered specimens.

Furthermore, the effect of ordered recovery was investigated in specimens first disordered and then work hardened by shock or rolling. In both conditions, it appeared that the hardness and the size of antiphase boundaries increased while a polygonized structure appeared; the more important was the hardness increase, the higher was the initial work hardening rate. On the contrary, in specimens ordered then shocked, a recovery resulted in a decrease of hardness and an increase of antiphase boundary size.

## SCHOCK- UND WALZVERFORMUNG EINER Fe-Co-V-LEGIERUNG. ERHOLUNGSVERHALTEN

Geordnete und ungeordnete polykristalline Fe-Co-V-Proben wurden schockverformt (260 kb). Die Schockverformung erzeugte in der ungeordneten Legierung (b.c.c.) klassische Zwillinge (112) und die Versetzungen waren nahezu homogen verteilt. In der geordneten Legierung entstanden durch die Schockverformung Antiphasengrenzen und die Fernordnung wurde teilweise zerstört. Einige sehr dünne Zwillinge, deren Typ noch nicht bestimmt werden konnte, wurden beobachtet. Vergleiche mit gewalzten Proben wurden angestellt. Durch das Walzen wurde die Ordnung praktisch nicht zerstört. In ungeordneten Proben waren die Versetzungen gleichmäßig verteilt; in den schwach verformten geordneten Proben zeigte die Versetzungsanordnung eine Zellstruktur.

Außerdem wurde die Erholung der Ordnung an zunächst ungeordneten und dann schock- bzw. walzverformten Proben untersucht. In beiden Fällen nahmen die Festigkeit und die Größe der Antiphasendomänen zu, wobei gleichzeitig eine Polygonisation eintrat. Je größer die Anfangsverfestigung war, umso stärker war die Festigkeitszunahme. Im Gegensatz dazu nahm in den zunächst geordneten Proben nach der Schockverformung die Festigkeit ab und die Größe der Antiphasendomänen nahm zu.

## 1. INTRODUCTION

Les effets d'une onde de choc sur un alliage ordonné n'ont fait jusqu'à présent l'objet que de peu de recherches. L'étude la plus détaillée a été réalisée par Mikkola et Cohen<sup>(1)</sup> qui, à la suite de Beardmore *et al.*,<sup>(2)</sup> se sont intéressés à la sous-structure de Cu<sub>3</sub>Au écrouti par choc dans le domaine de pressions compris entre 290 et 370 kb; ces auteurs ont en particulier

constaté que le passage de l'onde dans l'alliage initialement ordonné créait des mâcles et des frontières antiphases tout en diminuant la valeur du degré d'ordre à grande distance. D'autres études plus brèves ont été effectuées sur Fe<sub>3</sub>Al par Kressel et Brown<sup>(3)</sup> ainsi que sur Cu-Znβ par Rinnovatore et Brown.<sup>(4)</sup>

Pour notre part, nous nous sommes intéressés aux effets d'une onde de choc sur l'alliage Fe-Co-V (49% Fe-49% Co-2% V) qui est du type L2<sub>0</sub> et dont la température critique de la transformation

\* Received July 9, 1971; revised January 14, 1972.

† Laboratoire de Métallurgie Physique, Faculté des Sciences, 40, Avenue du Recteur Pineau, 86-Poitiers, France.

FEB 1 1973

ordre-désordre se situe vers 725°C. Nous nous sommes essentiellement attachés à étudier sur cet alliage les points suivants:

—écrouissage crée par l'onde dans des échantillons initialement ordonnés et des échantillons initialement désordonnés;

—comparaison de cet écrouissage avec celui obtenu par un laminage unidirectionnel réalisé à la température ordinaire;

—évolution de la structure d'écrouissage obtenue par choc ou laminage au cours de revenus ultérieurs.

L'état structural de l'alliage a été caractérisé par des mesures de dureté et étudié par microscopie optique et électronique et par diffraction des rayons X.

## 2. METHODES EXPERIMENTALES

### 2.1 Traitements thermiques

**2.1.1 Recuit.** Après usinage, les éprouvettes subissent un recuit d'une heure à 800°C sous vide secondaire; la montée en température dure 1 hr et demie et le refroidissement environ 15 hr. Ce traitement permet d'obtenir une structure homogène et un degré d'ordre à longue distance maximum et égal à 0,92 d'après Stoloff et Davies.<sup>(5)</sup>

**2.1.2 Trempe.** Les éprouvettes recuites sont portées directement de l'ambiante à la température choisie dans un four vertical; elles y sont maintenues 15 min avant l'opération de trempe qui est réalisée par la chute de l'échantillon dans l'eau. Ce traitement permet, sur l'alliage étudié, de retenir un degré d'ordre variable avec la température de trempe et en particulier une trempe effectuée aux environs de 800°C conduit à un degré d'ordre à longue distance pratiquement nul.

**2.1.3 Revenu.** Les revenus de durée supérieure à 1 hr sont effectués à l'air; ceux de courte

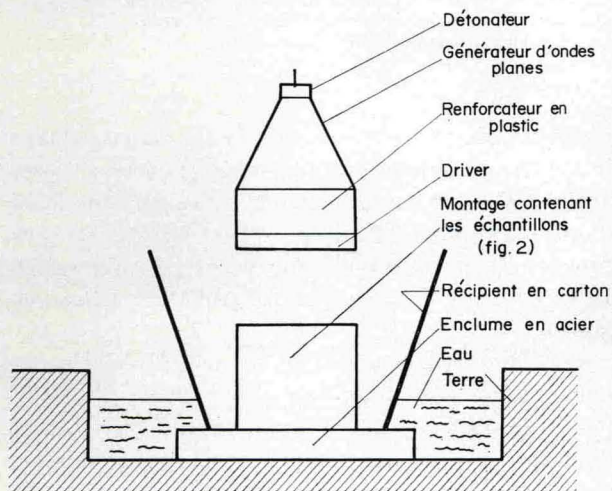


FIG. 1. Dispositif expérimental de choc.

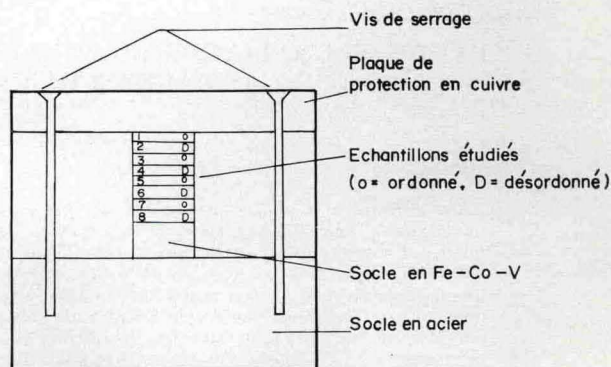


FIG. 2. Assemblage des échantillons.

durée (moins d'une heure) sont réalisés dans un bain d'étain liquide placé dans une étuve. Les températures de ces traitements ont été prises entre 400 et 500°C car elles permettent une restauration relativement rapide de l'ordre dans les échantillons initialement écrouis et désordonnés sans qu'il ne se produise aucune recristallisation.

### 2.2 Choc

Nous avons soumis une série de huit pastilles cylindriques (épaisseur 3 mm, diamètre 15 mm) à un choc plan dont la pression sera évaluée au paragraphe 3. Le procédé expérimental utilisé est inspiré de celui de Holtzman et Cowan<sup>(6)</sup> et schématisé sur la Fig. 1. L'utilisation de ce type de montage présente les avantages suivants:

—le choc est plan, ce qui permet de retrouver les pastilles entières;

—la récupération des éprouvettes dans l'eau permet de réduire au minimum la durée du revenu causé par l'échauffement de l'alliage consécutif au passage de l'onde.

Lorsque l'onde de choc se propage, son profil se déforme et son amplitude diminue. La disposition alternée des pastilles (ordonnée, désordonnée, ordonnée, etc. . . .) que nous avons utilisée (cf. Fig. 2) permet d'obtenir à chaque interface deux surfaces contiguës, l'une ordonnée et l'autre désordonnée, sur lesquelles on pourra faire des comparaisons significatives puisqu'elles ont été soumises sensiblement à la même pression et au même profil de choc.<sup>(7)</sup> Il faut enfin noter que le montage contenant les pastilles a été assemblé avec précision afin d'éviter au maximum les discontinuités et que les échantillons ont été numérotés de 1 à 8 de haut en bas, les numéros pairs correspondant aux échantillons désordonnés et les numéros impairs correspondant aux échantillons ordonnés; les éprouvettes ordonnées ont subi le traitement de recuit décrit au paragraphe 2.1.1 et les éprouvettes désordonnées le traitement de trempe décrit au paragraphe 2.1.2.

### 2.3 Essais de dureté

On mesure la dureté Vickers des échantillons sous charge de 20 kg appliquée pendant 15 sec. Les valeurs données par la suite sont les moyennes d'une dizaine de mesures effectuées de part en part lorsque l'échantillon ne présentait pas de fissures; le nombre d'essais était souvent inférieur sur les échantillons ordonnés choqués.

### 2.4 Diffraction des rayons X

On utilise un montage par réflexion du type Bragg-Brentano réalisé avec un tube Cristallobloc et un goniomètre du type Berthold; un monochromateur à lame de quartz isole la raie  $K\alpha$  du cobalt; les intensités sont mesurées avec un compteur proportionnel et enregistrées au moyen d'un potentiomètre.

Pour un état d'ordre donné, on enregistre les raies (100) de surstructure et (200) fondamentale; la valeur du paramètre d'ordre à grande distance est obtenue en comparant le rapport  $I_{100}/I_{200}$  de l'état étudié à celui de l'état qui correspond au degré d'ordre maximum [ $I_{100}$  désigne l'intensité de la raie (100) et  $I_{200}$  celle de la raie (200)]. La taille des domaines antiphases  $d$  est calculée par la formule de Scherrer:

$$d = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta}$$

où:  $\lambda$  est la longueur d'onde de la raie  $K\alpha$  du cobalt;  
 $\theta$  est l'angle de Bragg;

$\beta$  est la largeur angulaire de la raie de surstructure considérée;  $\beta$  est égal à la largeur  $B$  de la raie mesurée à mi-hauteur en degré  $2\theta$  et corrigée pour tenir compte de la largeur instrumentale  $b$ , suivant la relation de Taylor:

$$\beta = [(B - b)[B^2 - b^2]^{1/2}]^{1/2}$$

### 2.5 Microscopie électronique

Les échantillons destinés à être observés par microscopie électronique sont polis mécaniquement puis électrolytiquement par jet jusqu'à ce qu'un trou soit percé; les bords de ce trou sont généralement assez minces pour être observables. Les examens sont effectués sur un microscope OPL sous une tension de 100 kV; ils nécessitent l'emploi d'un piège anti-contamination refroidi à l'azote liquide.

## 3. ETUDE DE L'ALLIAGE DEFORME PAR CHOC OU LAMINAGE

### 3.1 Evaluation des taux de déformation

Pour caractériser la déformation d'échantillons choqués, Holtzman et Cowan<sup>(6)</sup> proposent le coefficient:

$$\alpha = \frac{4}{3} \ln \frac{V}{V_0}$$

où  $V_0$  et  $V$  représentent respectivement les volumes massiques à la pression atmosphérique et à la pression  $P$  du choc. La relation entre pression et volume massique est donnée par la courbe d'Hugoniot du corps; en l'absence de résultats expérimentaux sur les alliages Fe-Co, nous avons fait une estimation à partir des Hugoniot du fer pur et du cobalt pur (cf. Rice *et al.*<sup>(8)</sup>). Cette estimation nous a permis d'avoir un ordre de grandeur de la pression  $P$  au niveau de la première pastille compte tenu de la pression dans la plaque de protection en cuivre; le calcul résumé dans l'appendice nous a conduit à la valeur  $P \approx 260$  kb; il en résulte un taux d'écroûissage pour la première pastille  $\alpha = 16\%$ . La pression dans les autres pastilles ne pouvant être calculée que par la connaissance de l'amortissement compte tenu du montage utilisé, il ne nous a pas été possible d'évaluer  $\alpha$  pour ces échantillons. Il est certain que l'écroûissage diminue lorsqu'on s'éloigne du choc, aussi l'avons-nous caractérisé dans la suite par la distance au choc.

Du point de vue expérimental, nous avons constaté qu'après le choc toutes les pastilles avaient subi un tassement; leur épaisseur initiale de 3 mm est passée à des valeurs comprises entre 2,55 et 2,65 mm; leurs surfaces se sont légèrement courbées et ont pris un aspect granuleux, ce qui conduit à des imprécisions sur la mesure des épaisseurs. Il faut enfin noter que nous n'avons pas constaté de différences d'épaisseur systématiques entre les pastilles ordonnées et les pastilles désordonnées, mais simplement une fissuration beaucoup plus importante des premières.

La déformation des échantillons laminés a été caractérisée par le coefficient:

$$\beta = \frac{e_0 - e}{e_0}$$

où  $e_0$  et  $e$  sont respectivement l'épaisseur initiale et l'épaisseur finale de l'éprouvette. Tous les échantillons destinés à subir le traitement de laminage étaient des pastilles cylindriques de 12 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur. Un laminage supérieur à 4% désagrège l'alliage lorsque celui-ci a subi le traitement de recuit décrit au paragraphe 2.1.1. Pour obtenir des taux de déformation supérieurs, nous avons trempé les échantillons de façon qu'ils aient un degré d'ordre à longue distance plus faible.

### 3.2 Dureté des échantillons déformés

3.2.1 *Etude de la dureté en fonction de la distance au choc.* Les deux courbes de la Fig. 3 donnent les variations de la dureté en fonction de la distance  $D$  au choc pour les deux sortes d'échantillons (ordonnés

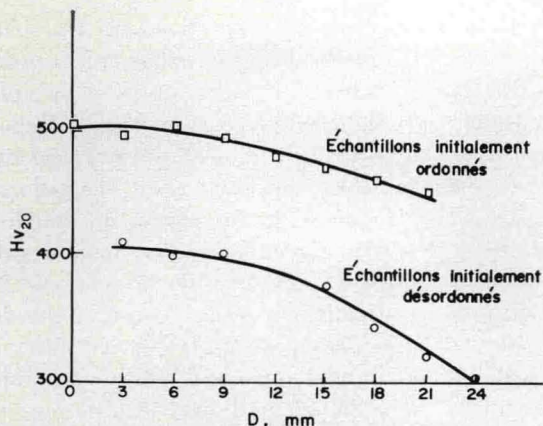


FIG. 3. Variation de la dureté en fonction de la distance au choc.

et désordonnés). On remarque que, sur les deux courbes, la chute de dureté n'est nette que pour une abscisse voisine de 12 mm et que cette chute est plus prononcée pour les échantillons désordonnés. La dureté étant sensiblement la même sur les deux faces des pastilles 1 et 3 ainsi que sur celles des pastilles 2 et 4, nous avons retenu uniquement ces quatre échantillons pour nos études ultérieures et compte tenu de la nature destructrice de certains essais, nous avons réparti nos investigations selon le tableau :

TABLEAU 1

Echantillons	Investigations
1er tiers de l'échantillon 1	Microscopie électronique
1er tiers de l'échantillon 2	
2° tiers de l'échantillon 1	Revenu à 400°C; mesures de dureté et observations au microscope électronique après 500 hr de revenu.
2° tiers de l'échantillon 2	
3° tiers de l'échantillon 1	Revenu à 480°C; mesures de dureté et observations au microscope électronique après 15 hr de revenu
3° tiers de l'échantillon 2	
Echantillons 3 et 4	Revenu à 408°C; mesures de dureté, de degré d'ordre et de taille des domaines antiphases.

**3.2.2 Etude de la dureté en fonction du taux de laminage.** La Fig. 4 donne les variations de la dureté en fonction de la température de trempage à l'eau pour des échantillons laminés à des taux compris entre 0 et 60%; la gamme de température de trempage s'étend de 500 à 800°C, elle contient la température

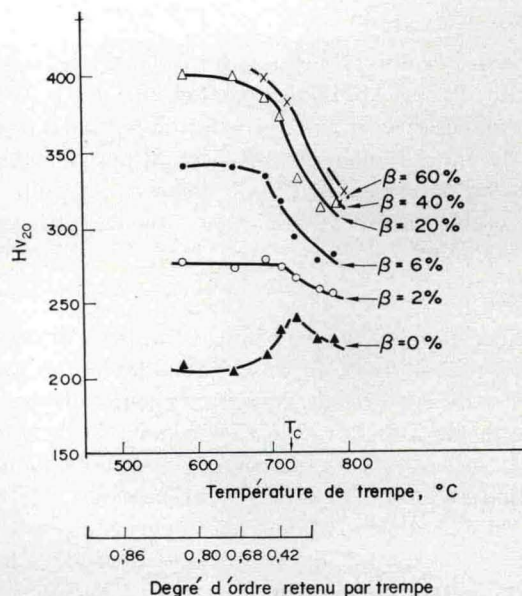


FIG. 4. Variation de la dureté en fonction de la température de trempage et du taux de laminage.

critique ( $T_c \approx 725^\circ\text{C}$ ) et permet d'obtenir des échantillons dont le degré d'ordre à longue distance initial est compris entre 0,86 et 0; les courbes indexées par  $\beta = 40-60\%$  sont incomplètes du côté des plus basses températures à cause de la fragilité de l'alliage.

On constate qu'immédiatement après trempage ( $\beta = 0\%$ ), la dureté présente un maximum pour une température voisine de  $T_c$ ; on remarque d'autre part que la dureté des échantillons désordonnés est supérieure à celle des échantillons ordonnés. Ce dernier résultat est inversé dès que  $\beta$  atteint 2% et l'augmentation de dureté des échantillons ordonnés par rapport à celle des échantillons désordonnés s'accroît avec la déformation; le maximum de dureté observé après trempage est alors remplacé dans le cas des échantillons laminés par un brusque changement de pente.

**3.2.3 Comparaison.** La comparaison des effets du choc et du laminage est la plus significative sur des échantillons ayant subi le même taux de déformation. Les valeurs de la dureté en fonction de l'état initial et en fonction de la nature de l'écroutissage sont consignées dans le tableau ci-dessous dans le cas d'une déformation de 16%:

TABLEAU 2

Etat initial	Dureté initiale	Dureté après 16% de déformation par choc	Dureté après 16% de déformation par laminage
Désordonné	225	405	305
Ordonné	205	500	380

On peut alors constater que le choc produit un durcissement plus important que le laminage à la fois sur les échantillons ordonnés et sur les échantillons désordonnés.

### 3.3 Etat d'ordre des échantillons écrouis

Rappelons qu'avant le choc, les échantillons ordonnés possédaient un degré d'ordre à longue distance évalué à 0,92 [cf. paragraphe (2.1.1)]. La détermination de la taille des domaines antiphases de ces échantillons n'a pas été possible par diffraction des rayons X. En effet, la largeur à mi-hauteur de la raie de surstructure (100) est sensiblement égale à la largeur instrumentale correspondant à l'angle de Bragg de la raie (100); il s'en suit donc que la relation de Scherrer, tenant compte de la correction de Taylor, donne une taille de domaines infinie (ou très grande). Nous avons effectué la détermination de la taille des domaines antiphases des échantillons ordonnés précités par microscopie électronique et trouvé la valeur de 3800 Å (moyenne effectuée sur un grand nombre de micrographies).

Nous avons étudié l'influence du choc sur l'état d'ordre de la pastille numéro 3 (cf. Tableau 1). Pour cela nous avons effectué des mesures relatives de degré d'ordre à longue distance et de taille des domaines antiphases par diffraction des rayons X. D'après ce que nous avons signalé au paragraphe 2.4, nous avons été amenés à choisir un état de référence correctement ordonné. Nous avons pris celui correspondant à la fin de la cinétique de remise en ordre du même échantillon (cf. Tableau 1). Il n'est en effet pas possible de prendre comme état de référence l'état ordonné des échantillons recuits 1 hr à 800°C car une telle éprouvette subit au cours du choc des changements de géométrie et de texture qui perturbent le rapport des intensités des raies fondamentale et de surstructure indépendamment de l'état d'ordre. Les mesures de degré d'ordre à longue distance  $S$  effectuées dans ces conditions ont donné les résultats suivants: l'échantillon observé a été partiellement désordonné, sa face supérieure plus que sa face inférieure, ce qui laisse à penser que l'échantillon numéro 1 devait l'être encore davantage; si l'on appelle  $S_{\max}$  la valeur du degré d'ordre correspondant à la fin d'une cinétique d'ordre à 408°C (cf. paragraphe 4), les valeurs des rapports  $S/S_{\max}$  trouvées sont 0,55 pour la face supérieure et 0,65 pour la face inférieure; en supposant  $S_{\max}$  égal au degré d'ordre d'équilibre à 408°C (soit  $S_{\max} = 0,85$  d'après la théorie de Bragg et Williams<sup>(9)</sup>), on est conduit à des valeurs de 0,47 et 0,55 pour le paramètre  $S$ . La taille des domaines antiphases a été trouvée de l'ordre de 100 Å sur les

deux faces de l'échantillon étudié, ce qui met en évidence une forte diminution par rapport à l'état recuit (3800 Å); elle est due à la création de nombreuses frontières antiphases par les dislocations d'écrouissage. La destruction de l'ordre à longue distance et la diminution de la taille des domaines antiphases que nous venons de signaler dans le Fe-Co-V sont des phénomènes comparables à ceux observés par Mikkola et Cohen<sup>(1)</sup> dans Cu<sub>3</sub>Au. Toutefois, contrairement à ces auteurs, nous ne pensons pas que seule la création de frontières antiphases soit responsable de la diminution du degré d'ordre à longue distance car les domaines ont encore une taille notable ( $\approx 100$  Å); il semble qu'on soit obligé d'admettre que le choc désordonne également l'alliage à l'intérieur des petits domaines.

En ce qui concerne l'écrouissage par laminage, nous avons effectué des expériences de diffraction X sur les échantillons trempés les mieux ordonnés; nous n'avons observé qu'une très faible diminution de l'ordre sur les éprouvettes dont le taux de déformation était inférieur à 20%; à cause de la fragilité de l'alliage, nous n'avons pu obtenir d'éprouvettes massives pour faire des essais correspondants à  $\beta > 20\%$ .

### 3.4 Observations aux microscopes optique et électronique

3.4.1 *Micrographies optiques.* L'étude des échantillons laminés n'a rien révélé d'original. Sur les échantillons ordonnés choqués (numéros 1 et 3) on a pu observer des lignes de glissement ondulées; sur les échantillons désordonnés choqués (numéros 2 et 4), on a rencontré un grand nombre de traces entrecroisées qui ont l'aspect de mâcles.

3.4.2 *Micrographies électroniques.* Les mâcles signalées au paragraphe précédent ont été observées par microscopie électronique (Fig. 5); toutes celles



FIG. 5. Mâcles dans l'alliage désordonné choqué.

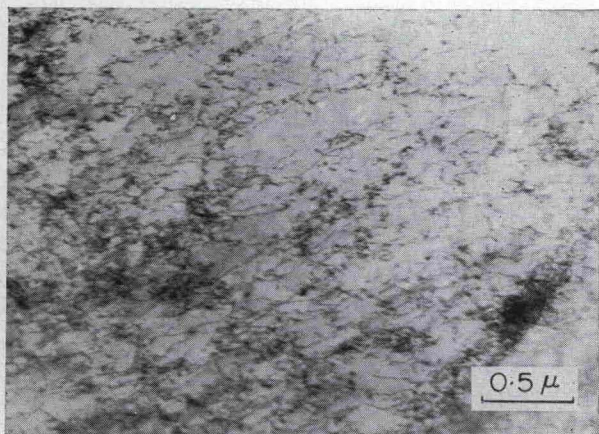


FIG. 6. Configuration des dislocations dans l'alliage désordonné et laminé de 20%.

que nous avons dépouillées étaient du type (112) qui est le type caractéristique des structures c.c. Sur les échantillons ordonnés choqués nous avons rencontré quelques mâcles très fines; pour l'instant, nous n'en avons observé aucune du type (112), ce qui est conforme aux affirmations de Laves<sup>(10)</sup> et de Cahn et Coll<sup>(11)</sup> concernant les structures ordonnées; cependant, l'insuffisance de la platine orientable dont nous disposions ne nous a pas permis de déterminer les systèmes de celles que nous avons trouvées; nous continuons actuellement cette étude dans de meilleures conditions expérimentales.

Nous avons également étudié par microscopie électronique la configuration des dislocations d'écroutissage. Sur les échantillons choqués, nous avons observé des enchevêtrements très denses de dislocations, mais jamais de structure en cellules quel que soit l'état initial (ordonné ou désordonné) de l'alliage. Sur les éprouvettes laminées désordonnées, la répartition des dislocations est dans l'ensemble assez

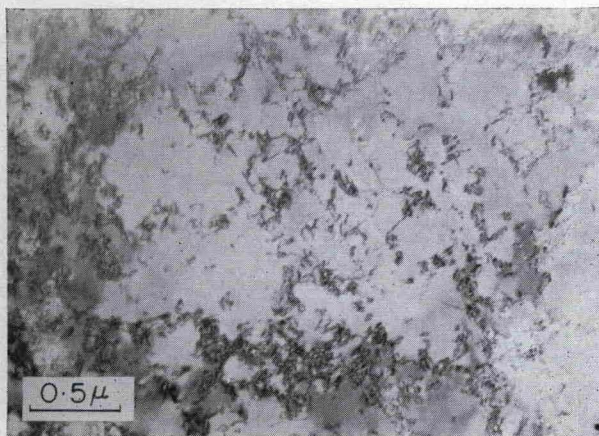


FIG. 7. Configuration des dislocations dans l'alliage ordonné et laminé de 3%.

uniforme (Fig. 6) malgré la présence çà et là de quelques écheveaux; sur les éprouvettes laminées ordonnées, la répartition est moins uniforme et prend parfois un aspect cellulaire; ce caractère est d'autant mieux marqué que le taux d'écroutissage est plus faible (Fig. 7).

L'absence de structure cellulaire dans les éprouvettes désordonnées choquées est conforme aux constatations de Kressel et Brown<sup>(3)</sup> sur les métaux et alliages c.c.; ces auteurs ont lié le phénomène à la mobilité relative des dislocations vis et des dislocations coins dans les structures c.c.; d'après Hirsch<sup>(12)</sup> les cellules sont constituées par des dislocations vis qui ont subi des glissements déviés; or, au cours d'un écroutissage par choc, ce sont les parties coins des dislocations qui se déplacent le

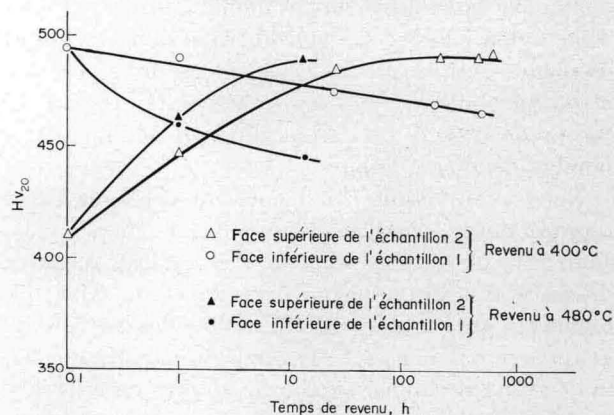


FIG. 8. Variation de la dureté en fonction du temps de revenu (échantillons choqués).

plus vite et qui participent à la déformation. Sachant que la possibilité de glissement dévié est encore plus faible dans l'alliage ordonné que dans l'alliage désordonné, il semble donc normal que la structure cellulaire n'ait pas été observée non plus dans l'alliage ordonné choqué.

#### 4. EVOLUTION DE LA STRUCTURE ECROUÏE AU COURS DE REVENUS D'ORDRE

##### 4.1 Cinétiques de remise en ordre et mise en évidence d'un phénomène de durcissement

4.1.1 Cas des éprouvettes choquées. Nous avons suivi, au cours de revenus d'ordre, l'évolution de la dureté, du degré d'ordre à longue distance, de la largeur des raies de diffraction (100) et (200) et de la taille des domaines antiphases sur les éprouvettes initialement ordonnées ou désordonnées puis choquées. Le Tableau 1 indique les conditions de revenu choisies pour les différents échantillons utilisés.

La Fig. 8 donne l'évolution de la dureté en fonction

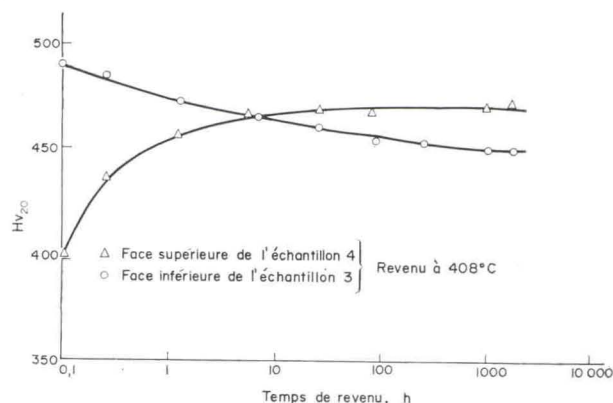


Fig. 9. Variation de la dureté en fonction du temps de revenu (échantillons choqués).

du temps de maintien à 400°C et à 480°C des faces voisines des échantillons numérotés 1 et 2. On constate que la dureté de l'échantillon initialement désordonné (numéro 2) croît, puis atteint un palier; au contraire, la dureté de l'échantillon initialement ordonné (numéro 1) diminue; nous n'avons pas prolongé les mesures au-delà des temps qui figurent sur les courbes car les échantillons ont été découpés pour faire des observations au microscope électronique. On peut remarquer également que la température accélère les phénomènes de durcissement de l'échantillon désordonné et d'adoucissement de l'échantillon ordonné.

La Fig. 9 donne les résultats d'expériences analogues aux précédentes; les mesures de dureté ont été réalisées cette fois sur les faces en contact des échantillons numérotés 3 et 4, la température de revenu était de 408°C. Les variations de dureté de l'alliage sont les mêmes que précédemment; il est à noter toutefois que l'augmentation de dureté entre le début de la cinétique et le palier est plus forte pour l'échantillon 2 que pour l'échantillon 4, ce dernier étant moins écroui que le précédent.

L'évolution de l'état d'ordre des échantillons 3 et 4 en fonction du temps de revenu à 408°C est représentée sur les Figs. 10 et 11; la Fig. 10 correspond à

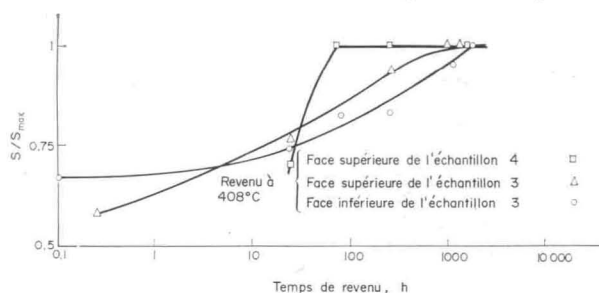


Fig. 10. Variation du degré d'ordre à longue distance en fonction du temps de revenu (échantillons choqués).

la variation du rapport  $S/S_{\max}$  où  $S$  désigne la valeur du paramètre d'ordre à grande distance à un instant donné et  $S_{\max}$  la valeur d'équilibre de  $S$  à la température de 408°C; la Fig. 11 concerne l'évolution de la taille des domaines antiphases. Les résultats que nous donnons sur ces deux figures ont été calculés en prenant comme état de référence celui qui correspond à la fin de la cinétique pour les raisons exposées au paragraphe 3.3. Comme les raies fondamentales (200) n'évoluaient que très faiblement au cours du revenu, nous avons attribué les variations importantes de la largeur des raies de surstructure (100) uniquement à l'augmentation de la taille des domaines antiphases. L'examen des Figs. 10 et 11 permet de faire les remarques suivantes:

—à taux d'écrouissage égal, le degré d'ordre maximum est atteint plus rapidement pour l'échantillon initialement désordonné (numéro 4) que pour l'échantillon initialement ordonné (numéro 3);

—la taille des domaines après choc est de l'ordre de 100 Å pour l'échantillon 3 (cf. paragraphe 3.3) alors

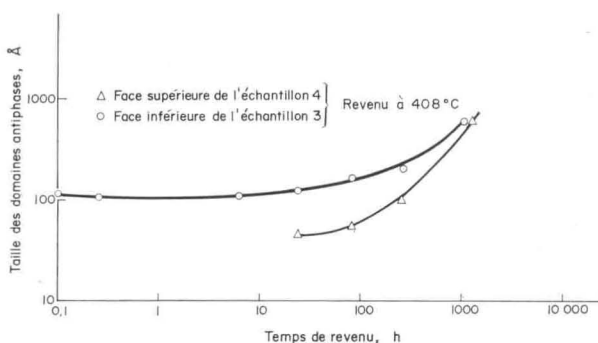


Fig. 11. Variation de la taille des domaines antiphases en fonction du temps de revenu (échantillons choqués).

que pour l'échantillon 4 les premières valeurs calculées sont de 40 Å;

—pour l'échantillon 4, les domaines croissent seulement quand  $S$  a atteint sa valeur maximum alors que, sur l'échantillon 3, la remise en ordre et la croissance des domaines antiphases sont deux phénomènes concomitants.

Enfin l'observation simultanée des Figs. 9 et 10 montre que pour l'échantillon 3 (initialement ordonné puis partiellement désordonné par choc) le palier de dureté est atteint bien avant que  $S$  soit égal à  $S_{\max}$ .

**4.1.2 Cas des éprouvettes laminées.** Une étude analogue à celle décrite au paragraphe précédent a été effectuée sur des échantillons désordonnés par trempe puis laminés; cette étude a déjà fait l'objet d'une récente publication<sup>(13)</sup> dont nous ne rappellerons ici que les principaux résultats:

—la dureté de l'alliage désordonné puis laminé

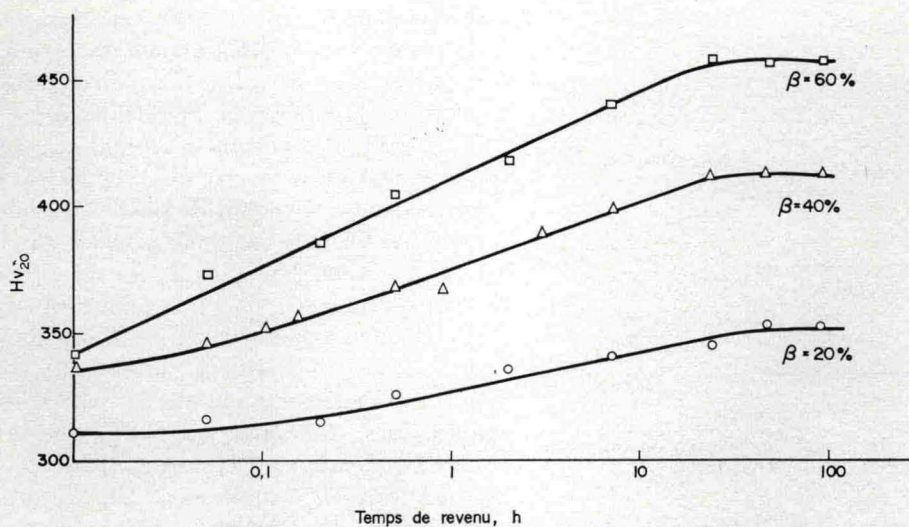


FIG. 12. Variation de la dureté en fonction du temps de revenu à 400°C et du taux de laminage.

d'au moins 20% croît au cours de la restauration de l'ordre puis atteint un palier avant que le degré d'ordre à longue distance soit maximum;

—l'accroissement de dureté pendant le revenu augmente avec le taux de laminage initial (Fig. 12);

—la phase de coalescence des domaines antiphases ne débute que lorsque le degré d'ordre à longue distance a atteint sa valeur maximum.

On peut constater dès maintenant l'analogie de comportement entre les échantillons désordonnés puis choqués et les échantillons désordonnés puis laminés. L'étude n'a pas été effectuée sur des éprouvettes ordonnées laminées à cause de la fragilité de l'alliage.

#### 4.2 Observation des dislocations au microscope électronique

Des observations ont été effectuées sur les échantillons choqués 1 et 2 dont les cinétiques de remise en ordre ont été volontairement écourtées (cf. paragraphe 4.1.1); elles ont montré l'existence d'un début de polygonisation qui, pour un même temps de revenu, est plus avancée sur l'échantillon initialement désordonné que sur l'échantillon ordonné; toutefois, à cause de la nature destructive des essais, nous n'avons pas pu situer l'apparition de ce phénomène par rapport aux moments où la dureté et l'ordre à longue distance atteignent leur valeur maximum.

Les auteurs de la publication<sup>(13)</sup> ont également observé l'évolution de la structure écrouie pendant la restauration de l'ordre dans l'alliage désordonné par trempe puis laminé. Les résultats sont les suivants: dès le début des revenus d'ordre, la dureté des échantillons laminés augmente et un réarrangement

des dislocations peut être décelé; il semble que le début du palier de dureté coïncide avec l'apparition de sous-joints, le métal évoluant ensuite vers un état polygonisé; les sous-grains sont allongés et désorientés les uns par rapport aux autres; la polygonisation se poursuit encore après que le degré d'ordre à longue distance ait atteint sa valeur maximum (Fig. 13).

#### 4.3 Discussion

Dans ce paragraphe, nous nous proposons de comparer les temps nécessaires pour restaurer intégralement l'ordre dans les divers échantillons ainsi que de discuter les variations de la dureté au cours des revenus.

Le degré d'ordre maximum est atteint au bout d'un

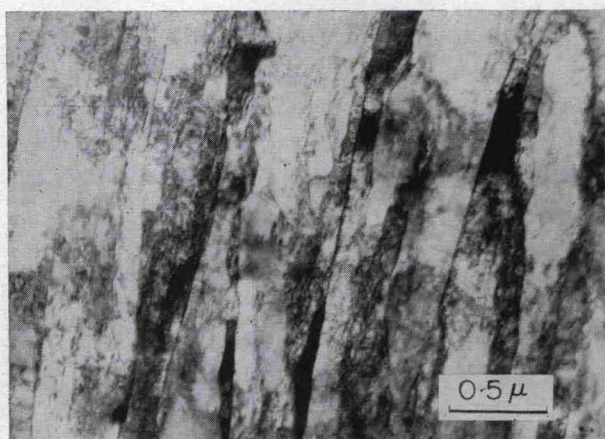


FIG. 13. Polygonisation dans un échantillon initialement désordonné puis laminé de 40% et restauré 282 h à 400°C.



temps  $t_{DC}$  pour les échantillons désordonnés choqués,  $t_{DL}$  pour les échantillons désordonnés laminés et  $t_{OC}$  pour les éprouvettes initialement ordonnées qui ont été partiellement désordonnées par le choc. Expérimentalement, on a trouvé entre ces trois temps et pour une même température de revenu la relation:

$$t_{DC} < t_{DL} < t_{OC}$$

Les deux premières catégories d'échantillons possèdent d'une part une sursaturation de lacunes dues à la trempe et d'autre part des lacunes introduites par écrouissage; il faut noter<sup>(14)</sup> que le choc crée certainement beaucoup plus de lacunes que le laminage; la remise en ordre étant liée au mouvement des lacunes, il semble normal que l'échantillon, en ayant la plus grande concentration, se réordonne plus rapidement, ce qui justifie l'inégalité  $t_{DC} < t_{DL}$ . La troisième catégorie d'échantillons ne contient que les lacunes d'écrouissage; l'inégalité  $t_{DL} < t_{OC}$  nous conduit à penser que le nombre de lacunes introduit par le choc est inférieur à celui qui est retenu par la trempe.

Les variations de la dureté en fonction du temps de revenu sont comparables pour les échantillons désordonnés laminés et pour les échantillons désordonnés choqués; on observe un accroissement de dureté; au contraire, la dureté des échantillons initialement ordonnés diminue au cours des revenus. On peut décomposer les courbes de dureté des échantillons initialement désordonnés en trois parties. La première coupure correspond au début du palier; rappelons qu'en ce point le degré d'ordre est voisin de 0,6 et que l'on commence à observer des sous-joints par microscopie électronique. La deuxième coupure est définie par le moment où, sur le palier, le paramètre  $S$  atteint sa valeur maximum  $S_{max}$ . La croissance du premier tronçon s'interprète par la nécessité qu'ont les dislocations de créer au cours de leur déplacement des frontières antiphases dans une matrice où le degré d'ordre augmente avec le temps; l'effet adoucissant du réarrangement des dislocations contribue vraisemblablement à diminuer la pente de la courbe. Sur le deuxième tronçon, on peut penser que l'augmentation de  $S$  jusqu'à  $S_{max}$  et l'évolution de la polygonisation ont des effets qui se compensent. Dans la troisième partie des courbes de dureté, l'ordre maximum est atteint et la polygonisation est déjà très avancée; il semble normal que la dureté reste sensiblement constante. En ce qui concerne les échantillons initialement ordonnés et choqués, le degré d'ordre au début de la cinétique est du même ordre de grandeur que celui correspondant à la première coupure sur les courbes des échantillons

précédents; il semble possible d'admettre que l'effet adoucissant de la polygonisation l'emporte sur l'effet durcissant de la remise en ordre qui est très lente (le degré d'ordre maximum est atteint au bout de 1200 hr de recuit à 408°C).

## 5. CONCLUSIONS

L'étude de la structure de l'alliage Fe-Co-V écroui par choc ou par laminage a permis de mettre en évidence les résultats suivants:

(a) pour un même taux de déformation, le choc produit un durcissement plus important que le laminage aussi bien sur les échantillons ordonnés que sur les échantillons désordonnés;

(b) le choc détruit l'ordre à grande distance et crée des parois d'antiphase, le laminage ne désordonne que très faiblement l'alliage;

(c) le choc crée des mâcles nombreuses du type (112) dans l'alliage désordonné et quelques mâcles très fines et très rares dont le système reste à déterminer dans l'alliage ordonné;

(d) aucune structure cellulaire des dislocations n'a été décelée dans les échantillons choqués quel que soit leur état initial (ordonnés ou désordonnés);

(e) une répartition à peu près uniforme des dislocations peut être observée dans les échantillons désordonnés laminés tandis qu'une structure cellulaire apparaît dans les échantillons ordonnés faiblement laminés.

L'étude de l'évolution de la structure écrouie au cours de revenus d'ordre a conduit aux observations suivantes:

(a) en ce qui concerne des échantillons initialement ordonnés puis choqués, la dureté diminue et la taille des domaines antiphases augmente tandis qu'apparaît le phénomène de polygonisation;

(b) en ce qui concerne les échantillons initialement désordonnés puis écrouis par choc ou par laminage, la dureté et la taille des domaines antiphases augmentent; l'accroissement de dureté est d'autant plus important que l'écrouissage initial est plus fort; le phénomène de polygonisation existe également et son apparition semble coïncider sur les échantillons laminés avec le moment où la dureté atteint sa valeur maximum; la phase de coalescence des domaines antiphases ne se produit qu'après que le degré d'ordre à longue distance soit maximum.

## REMERCIEMENTS

Nous remercions M. Migault et Romain des conseils et de l'aide pratique qu'ils nous ont apportés pour la réalisation des chocs. Nos remerciements s'adressent également à Mme Garem et à

Melle Denant pour leur assistance dans les observations au microscope électronique.

#### REFERENCES

1. D. E. MIKKOLA et J. B. COHEN, *Acta Met.* **14**, 105 (1966).
2. P. BEARDMORE, A. H. HOLTZMAN et M. B. BEVER, *Trans. Am. Inst. Min. Engrs* **230**, 725 (1964).
3. H. KRESSEL et N. BROWN, *Acta Met.* **14**, 1860 (1965).
4. J. RINNOVATORE et N. BROWN, publication citée dans Ref. 3.
5. N. S. STOLOFF et R. G. DAVIES, *Acta Met.* **12**, 473 (1964).
6. A. H. HOLTZMAN et G. R. COWAN, *Response of Metals to High Velocity Deformation*, p. 447. Interscience (1961).
7. A. S. APPLETON et J. S. WADDINGTON, *Acta Met.* **12**, 956 (1964).
8. M. H. RICE, R. G. MCQUEEN et J. M. WALSH, *Solid St. Phys.* **5**, (1958).
9. W. L. BRAGG et E. J. WILLIAMS, *Proc. R. Soc.* **A151**, 540 (1935).
10. F. LAVES, *Naturwissenschaften* **39**, 546 (1952).
11. R. W. CAHN et J. A. COLL, *Acta Met.* **9**, 138 (1961).
12. B. P. HIRSCH, *Internal Stresses and Fatigue in Metals*. Elsevier.
13. J. P. EYMERY, P. GROSBREAS, J. CAISSO et P. MOINE, *Mém. scient. Revue Métall.* **LXVIII**, 339 (1971).
14. H. KRESSEL et N. BROWN, *J. appl. Phys.* **38**, 1618 (1967).
15. A. J. CHABAI, Synthesis of Shock Hugoniot for Rock Materials, *Proceeding of the 5th Symposium on Rocks*, Minnesota (1968).
16. A. MIGAULT, communication privée.

#### APPENDICE

##### Calcul de la pression et de la température dans le front de choc

Dans un matériau, la vitesse de l'onde de choc  $D$  est liée à la vitesse particulaire  $u_p$  par la relation :

$$D = C + Su_p \quad (1)$$

où  $C$  et  $S$  sont deux constantes caractéristiques du matériau.

L'utilisation de cette loi et des équations du choc permet d'exprimer la pression  $P$  en fonction du paramètre  $x = V/V_0$  ( $V_0$  et  $V$  sont les volumes massiques à la pression atmosphérique et à la pression  $P$ ):

$$P(x) = \frac{\rho C^2(1-x)}{[1-S(1-x)]^2} \quad (2)$$

où  $\rho$  est la masse volumique du matériau.

La courbe représentative de  $P(x)$  est appelée l'"Hugoniot" du corps. La polaire de choc  $P = f(u_p)$  présente également un intérêt car elle permet de calculer le facteur de transmission d'un choc provenant d'un autre milieu.

En utilisant les valeurs de  $C$  et de  $S$  et en choisissant un modèle d'équation d'état, on peut calculer les fonctions thermodynamiques du solide. On arrive alors à déduire la température dans le front de choc  $T_H$ .

Pour un alliage donné, s'il n'est pas possible de faire des mesures expérimentales directes, on peut

utiliser la méthode de Chabai<sup>(15)</sup> qui consiste à faire la moyenne des "Hugoniot" des constituants :

$$P(x) = \sum_i f_i P_i(x) \quad (3)$$

où  $f_i$  est la fraction molaire du constituant  $i$ ; les  $P_i(x)$  sont des relations du type (2).

Migault<sup>(16)</sup> a montré que les coefficients  $C$  et  $S$  de l'alliage s'exprimaient en fonction des  $C_i$  et  $S_i$  des constituants selon les formules :

$$C = \left[ \frac{1}{\rho} \sum_i f_i \rho_i C_i^2 \right]^{1/2}; S = \frac{\sum_i f_i \rho_i C_i^2 S_i}{\sum_i f_i \rho_i C_i^2}$$

On peut en déduire  $T_H(x)$ .

L'"Hugoniot" du fer présente une discontinuité à 133 kb due à un changement de phase; il existe donc deux relations du type (1) pour ce métal: l'une valable au-dessous de 133 kb, l'autre au-dessus de 320 kb; on est ainsi conduit à deux valeurs de  $C_{Fe}$  et de  $S_{Fe}$ . Pour l'alliage Fe-Co (50-50) nous avons associé à  $C_{Co}$  et  $S_{Co}$  successivement les deux paires  $C_{Fe}$  et  $S_{Fe}$ , ce qui nous a donné deux séries de courbes  $P(x)$  et  $P = f(u_p)$  qui représentent les limites entre lesquelles doivent se trouver les courbes réelles. Il faut noter que pour des faibles pressions (inférieures à 400 kb) ces courbes sont proches, ce qui réduit l'incertitude. On remarque que la polaire de choc est pratiquement confondue avec celle du cuivre: ceci caractérise un très bon accord d'impédance entre ces deux métaux.

La pression de l'onde de choc dans le cuivre au niveau de la face inférieure de la plaque de protection (cf. Fig. 2) a été déterminée au cours d'une expérience annexe. On a mesuré, par la méthode classique des fils réfléchis, la vitesse de surface libre d'une plaque de cuivre identique à la plaque de protection et soumise à un générateur de choc semblable à celui de la Fig. 1. On en a déduit que la pression dans le cuivre était de 260 kb. En faisant successivement les deux hypothèses :

1.  $C_{Fe}$  et  $S_{Fe}$  déterminés pour  $P < 133$  kb
2.  $C_{Fe}$  et  $S_{Fe}$  déterminés pour  $P > 320$  kb

on trouve pour la première pastille de Fe-Co les résultats suivants :

TABLEAU 3

Hypothèse	$P$ transmis dans Fe-Co (kb)	$x = \frac{V}{V_0}$	$\alpha$ (%)	$T_H$ (°C)
1	265	0,89	16,2	85
2	255	0,885	15,5	155