



Faculté des Sciences
Département de Physique

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

DOCTORAT

**ETUDE DU DURCISSEMENT MECANIQUE DES
MATERIAUX METALLIQUES: Al-Al₂O₃**

Option: Sciences des Matériaux

Par

Amel BOURBIA

DIRECTEUR DE THESE: DRAISSIA Mohamed

M. C.

U. Annaba

Devant le Jury:

Président

GASMI Ali

Pr.

U. Annaba

Examineurs

SAHOUR Mohamed Cherif

Pr.

U. Guelma

OTHMANI Amara

Pr.

U. Skikda

BOURAS Seddik

Pr.

U. Annaba

BOUTEFNOUCHET Abdelatif

M.C.

U. Annaba

ملخص

هذا العمل يهتم بدراسة الخصائص الوظيفية للبنية و الصلابة في الحالتين الخامة والمعالجة حراريا عند 500°C للمواد الصلبة من سبائك الألمنيوم و الألمينا. العينات من سبائك $\text{Al}-(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ تم تحضيرها في الفراغ و تصليبها بسرعة بواسطة تقنية الصهر للتحريض المغناطيسي للاهتزاز العالي (HF) بدءا من خليط متجانس مضغوط من مسحوقين ناعمين من الألمنيوم و الألمينا ذات النقاوة المخبرية العالية (99,99%).

تمت معاينة السبائك $\text{Al}-(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ بواسطة تحاليل (diffraction XRD; X-Ray) انعراج أشعة X، و المشاهدات البصرية و اختبارات صلابة (Vickers) فيكرس متبعة بتحليل مركبة من EDAX و MEB في الحالتين الخامة والمعالجة حراريا. هذه السبائك ($\text{HF Al}-(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$) أظهرت أنها أحادية البنية من المحلول الصلب للطور (CFC Al) للتركيبات الأسفل من $4\text{wt.}\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ و مزدوجة البنية للطورين المحلول الصلب (CFC Al) و ($\text{Rhombodrique } \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) للتركيبات الأعلى. الصور المجهرية البصرية تظهر أن نسيج السطح متجانس ذي حبيبات ناعمة و متكاثفة و موحدة المحاور. تحاليل EDAX بينت أن الشوائب مثل Fe, Si و Cl و جدت بنسب ظئلة جدا. المشاهدات MEB الناتجة متوافقة تماما مع المشاهدات البصرية.

التحولات البنيوية للألمينا المتحولة بالتبلور من جديد أو الاندفاع في السبائك المحتوية على Al_2O_3 تمت بعد المعالجة الحرارية عند 500°C لمدة. ظهور تحولات أطوار الألمينا تمت مشاهدته في السبائك $\text{Al-16, } 40\text{wt.}\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$.

الصلابة فيكرس للألمنيوم في السبائك ($\text{HF Al}-(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$) ازدادت بواسطة زيادة الحبيبات الناعمة للألمين $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ في كلتا الحالتين الخامة والمعالجة حراريا.

ABSTRACT

This work concerns the characteristics study of microstructure and microhardness properties in both brut and heat treated at 500 °C of solids materials the aluminium and alumina alloys. The Al-(α -Al₂O₃) alloys samples were elaborated under vacuum and rapidly solidified by the fusion technique of magnetic induction high frequency (HF) from an homogenous mixture of compacted high-purity (99,99%) of laboratory fine aluminium and alumina powders.

The (HF) Al-(α -Al₂O₃) alloys were characterized by means of X-ray diffraction (XRD) analyses, optical microscopy observations and Vickers microhardness tests followed with combined EDAX and MEB analyses in both brut and heat-treated states. It was found that the as-solidified HF Al-(α -Al₂O₃) alloys with compositions below 4 wt.% (α -Al₂O₃) are single-phase microstructures of the solid solution FCC Al phase and over two-phase microstructures of the solid solution FCC Al and the Rhombohedral α -Al₂O₃ phases. The optical micrographs reveal a homogenous surface texture with refined, dense and equiaxed grains. EDAX analyses show that impurities such as Si, Fe and Cl coming with elaboration powders exist in very few contents. Obtained MEB micrographs are in good agreement with that of optical observations.

Phase transformation of transition alumina by recrystallisation and diffusion in the alloys with alumina Al₂O₃ have occurred in the alloys after heat treatment at 500°C for 1 hour. The apparition of transition alumina phases has been observed in the Al-16 et 40wt.%(α -Al₂O₃) alloys.

The Vickers microhardness of aluminium in the Al-(α -Al₂O₃) alloys is increased by means of pure fine α -Al₂O₃ alumina particles addition in both brut and heat treated states.

RESUME

Ce travail concerne l'étude des caractéristiques de propriétés de microstructure et de microdureté dans les deux états brut et traité thermiquement des matériaux solides d'alliages d'aluminium et d'alumine. Les alliages Al-(α -Al₂O₃) ont été élaborés sous vide et solidifiés rapidement par la technique de fusion à induction magnétique haute fréquence (HF) à partir d'un mélange homogène compacté de poudres de laboratoire de grande pureté (99,99%), aluminium et alumine.

Les alliages (HF) Al-(α -Al₂O₃) ont été caractérisés par analyse de diffraction de rayons X (DRX), des observations optiques et des tests de microdureté Vickers suivis d'une analyse combinée de surface par spectroscopie à énergie dispersive de rayons X (EDAX) et microscopie électronique à balayage (MEB) dans les deux états brut et traité. Il a été trouvé que les alliages de compositions inférieures à 4wt.% (α -Al₂O₃) ont des structures monophasées de solution solide CFC Al. Pour les compositions supérieures, elle est biphasée de solution solide CFC Al et la phase Rhomboédrique α -Al₂O₃. Les micrographies optiques révèlent une texture de surface homogène à affinement de grains denses et équiaxes. Les analyses EDAX ont montré que des impuretés, tels que Si, Fe et Cl provenant des poudres d'élaboration, existent en proportions très infimes. Les micrographies MEB obtenues sont en bon accord avec celles des observations optiques.

Des transformations de phases dans les aluminés de transition par recristallisation ou diffusion dans les alliages contenant l'alumine Al₂O₃ se sont produites dans les alliages après traitement thermique monocycle à 500°C pour 1 heure. L'apparition de phases alumine de transition a été observée dans les alliages Al-16 et 40wt.%(α -Al₂O₃).

La microdureté Vickers de l'aluminium dans les alliages (HF) Al-(α -Al₂O₃) est augmentée par l'addition de fine particule d'alumine α -Al₂O₃ dans les deux états, brut et traité.

REMERCIEMENTS

Avant tout merci à dieu qui ma donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail de recherche scientifique.

Ce travail de recherche scientifique a été réalisé dans le laboratoire LM2S (Laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des Solides) du département de physique de l'université Badji-Mokhtar Annaba sous la direction du Dr. monsieur DRAISSIA Mohamed maître de conférence en physique à l'université de Annaba. Je tiens à lui mentionner mon profond respect et mes remerciements pour son aide et ses divers conseils fructueux pour réaliser ce travail.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance aux membres de Jury:

A monsieur Ali GASMI, Professeur de l'université de Annaba pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance de thèse de doctorat.

Je remercie le Dr. monsieur Mohamed Cherif SAHOUR de l'université de Guelma d'avoir accepté d'examiner ma thèse.

Je remercie le Pr. monsieur Amara OTHMANI Professeur à l'université de Skikda d'avoir accepté de juger ma thèse.

Je remercie le Pr. monsieur Seddik BOURAS Professeur à l'université de Annaba d'avoir accepté d'examiner ma thèse.

Je remercie le Dr. monsieur Abdelatif BOUTEFNOUCHET maître de conférence à l'université de Annaba d'avoir accepté de juger ma thèse.

Je tiens à remercier pleinement Professeur Mohamed Yacine DEBILI, chef de notre équipe de recherche et également Pr Safia ALLEG pour leur soutien technique à la réalisation de ce travail.

Liste des tableaux

<i>Tableau</i>	<i>Titre</i>	<i>page</i>
I-1	Dénomination des différentes séries d'alliages à base d'aluminium.	18
I-2	Quelques propriétés: mécaniques, physiques, thermiques, électriques et les résistances de l'alumine.	21
II-1	Compositions nominales étudiées dans les alliages Al-(α -Al ₂ O ₃).	28
III-1	Données cristallographiques de DRX mesurés et calculés pour l'alliages Al-4wt.%(α -Al ₂ O ₃).	48
III-2	Principales microstructures cristallographiques des alliages Al-0 à 40%(α -Al ₂ O ₃) à l'état brut et l'alumine commerciale.	49
III-3	Compositions chimiques EDAX des échantillons étudiés.	62
IV-1	Mesures du nombre de microdureté Vickers de l'aluminium pur de fusion HF sous une charge de 200 g (0,2 kgf).	73
IV-2	Valeurs des microdureté Vickers de l'aluminium pur et l'alliage Al-40 wt.%(α -Al ₂ O ₃) sous une charge de 200 g (0,2 kgf).	75
V-1	Données cristallographiques de DRX mesurées et calculées pour l'alliage de fusion HF Al-2wt.%(α -Al ₂ O ₃).	79
V-2	Données cristallographiques DRX, mesurées et calculées pour les phases présentes à l'état traité de l'alliage (HF) Al-4wt.%(α -Al ₂ O ₃).	87
V-3	Valeurs des microduretés Vickers des alliages Al-X wt.%(α -Al ₂ O ₃) sous une charge de 200 g (0,2 kgf).	88

Liste des figures

Figure	Titre	page
I-1	Principales familles de matériaux.	3
I-2	Les temps généraux d'un traitement thermique.	7
I-3	Formation des différentes zones lors du moulage.	10
I-4	Evolution de la dureté en fonction de la taille de grains.	15
I-5	Filiation des alumines de transition en fonction de l'hydroxyde de départ et de la température. Les températures de transition sont données à titre indicatif et peuvent varier avec les conditions opératoires.	23
II-1	Fonctionnement d'inducteur.	26
II-2	(a) Schéma de l'inducteur et de l'échantillon, (b) Profondeur de pénétration.	26
II-3	Inducteur HF.	27
II-4	Pastille d'un mélange homogène compactée poudres à base d'aluminium.	29
II-5	Ensemble du procédé de fusion par induction HF.	31
II-6	Alliage Al-(α -Al ₂ O ₃) en fusion.	31
II-7	Cycle thermique de la fusion-solidification HF.	33
II-8	Echantillon d'alliage à base d'aluminium élaboré par fusion HF.	33
II-9	Echantillons HF, (a) pastille, (b) échantillon brut, (c) demi-sphère d'échantillon et (d) après enrobage.	36
III-1	Phénomène de diffraction des rayons X.	39
III-2	Photo de diffractomètre X' Pert-PRO PANALYTICAL.	41
III-3	Schéma de principe de diffractomètre.	42
III-4	Spectre DRX de l'aluminium pur à l'état brut.	43
III-5	Spectre DRX de l'alliage Al-2wt.%Al ₂ O ₃ .	44
III-6	Spectre DRX de l'alliage Al-4 wt.%Al ₂ O ₃ .	44
III-7	Spectre DRX de l'alliage Al-16wt.%Al ₂ O ₃ .	45
III-8	Spectre DRX de l'alliage Al-40wt.%Al ₂ O ₃ .	45
III-9	Spectres DRX à l'état brut des alliages Al-X wt.%(α -Al ₂ O ₃) de fusion HF : (a)Al pur, (b), (c), (d) et (e) les alliages à 2, 4 ,16 et 40 wt.%(α -Al ₂ O ₃) respectivement, et (f) l'alumine α -Al ₂ O ₃ commerciale.	47
III-10	Photo du dispositif d'observation optique.	50
III-11	Microscopie optique de l'alliage Al-2 wt.% Al ₂ O ₃ à l'état brut.	51
III-12	Microscopie optique de l'alliage Al-4wt.% Al ₂ O ₃ à l'état brut.	51
III-13	Microscopie optique de l'alliage Al-16wt.%Al ₂ O ₃ à l'état brut.	52
III-14	Microscopie optique de l'alliage Al-40wt.% Al ₂ O ₃ à l'état brut.	52
III-15	Microscopie optique de l'alumine commerciale Al ₂ O ₃ .	53
III-16	Micrographies optiques de l'alliage Al-16wt.%(α -Al ₂ O ₃) avec différents grossissements successifs.	53
III-17	Micrographies optiques des alliages Al-2 à 100 wt.% (α -Al ₂ O ₃), (a) l'alumine commerciale, (b, c, d et e) Al-2, 8, 16 et 40wt.% (α -Al ₂ O ₃)	54
III-18	Photo de la microscopie électronique à balayage MEB type DSM Zeiss 960 A	56
III-19	Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alumine	57
III-20	Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'aluminium pur HF.	58
III-21	Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alliages HF Al-	59

	2wt.%(α -Al ₂ O ₃)	
III-22	Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alliages HF Al-4wt.%(α -Al ₂ O ₃)	59
III-23	Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alliages HF Al-16wt.%(α -Al ₂ O ₃)	60
III-24	Spectres EDAX (a) alumine Al ₂ O ₃ , (b) aluminium pur HF	61
III-25	Spectres EDAX : (a) Al-2%wt.Al ₂ O ₃ , (b) Al-4%wt.Al ₂ O ₃	62
III-26	Evolution du paramètre cristallin a_{Al} dans les alliages.	63
IV-1	Différentes géométries standardisées pour les 4 essais normalisés de dureté.	66
IV-2	Cycle charge-décharge dans la nanoindentation Vickers.	67
IV-3	Image d'une empreinte Vickers sur une surface d'aluminium avec une charge de 255 mN.	68
IV-4	Influence du comportement plastique sur la profondeur moyenne de contact h_c .	68
IV-5	Schéma de principe de base de l'indentation Vickers.	69
IV-6	Géométrie de l'indentation Vickers.	70
IV-7	Photo de l'ensemble microduromètre Vickers et PC.	71
IV-8	Représentation graphique d'un résultat d'essai de test de microdureté Vickers.	72
IV-9	Image d'empreinte d'indentation Vickers faite sous la charge 200g (0.2 kgf) sur l'aluminium pur de fusion HF.	73
IV-10	Images d'empreintes d'indentation Vickers sous charge 200g (0.2 kgf), (a) Al pur et (b) Al-40wt.%(α -Al ₂ O ₃).	74
IV-11	Evolution de la microdureté Vickers sous charge 200g (0.2 kgf) dans les alliages Al-0 à 40wt.%(α -Al ₂ O ₃) en fonction de l'alumine (α -Al ₂ O ₃).	76
V-1.	Four de traitement thermique	78
V-2	Spectres DRX de fusion HF, (a) état brut de Al pur et (b) état traité de l'alliage Al 2wt.%Al ₂ O ₃ .	80
V-3	Spectres DRX à l'état traité thermiquement des alliages de fusion HF (a, b et c) Al-4, 16 et 40wt.%(α -Al ₂ O ₃).	81
V-4	Spectres de DRX des phases d'alumine de transition.	83
V-5	Microscopie optique de l'alliage Al-16wt.%Al ₂ O ₃ à l'état traité.	85
V-6	Spectres (a et b) à l'état brut et (a' et b') traité thermiquement respectivement des alliages de fusion (HF) Al-4 et 16 wt.%(α -Al ₂ O ₃).	86
V-7	Empreintes Vickers à l'état traité des alliages de fusion HF (a) Al-4wt.%(α -Al ₂ O ₃) et (b) Al-16wt.%(α -Al ₂ O ₃), sous la charge 200 g (0,2 kgf).	88
V-8	Evolution de la microdureté Vickers sous charge 200g (0.2 kgf) dans les alliages Al-Xwt.%(α -Al ₂ O ₃) en fonction de l'alumine (α -Al ₂ O ₃) dans les deux états; brut et traité thermiquement.	89

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------	---

Chapitre I *Recherche Bibliographique*

I-1. Introduction	3
I-2. Description générale des matériaux	3
I-2.1. Classement des matériaux solides	3
I-2.2. Les matériaux métalliques et leurs alliages	4
I-2.2.1. Matériaux ferreux	4
I-2.2.2. Matériaux non ferreux	4
I-2.3. Les alliages métalliques	4
I-2.3.1. Description	4
I-2.3.2. Formation des alliages	4
I-2.3.3. Mise en forme des alliages métalliques	5
I-2.3.3.1 Moulage ou fonderie	5
I-2.3.3.2. Forgeage	5
I-2.3.3.3. Laminage	5
I-2.3.3.4. Emboutissage	5
I-2.3.3.5. Frittage	6
I-3. Propriétés matériaux métalliques	6
I-3.1. Propriétés générales	6
I-3.2. Recyclage des matériaux métalliques	6
I-3.3. Impact environnemental	6
I-4. Les traitements thermiques	7
I-4.1. Description	7
I-4.2. Le cycle thermique des traitements thermiques	7
I-4.3. Objectifs d'un traitement thermique	8
I-4.3.1. Principes de traitements thermiques	8
I-4.3.2. Réalisation d'un traitement thermique	8
I-4.4. Les principales opérations	8
I-4.4.1. La trempe	8
I-4.4.2. Le revenu	8
I-4.4.3. Le recuit	9
I-5. La solidification	10
I-5.1. Généralités	10
I-5.2. Procédés de solidification	10
I-5.3. Méthodes générales de solidification	10
I-5.3.1. Paramètres de solidification	10
I-6. Durcissement des matériaux	11
I-6.1. Types de durcissement	11
I-6.1.1. Durcissement par écrouissage et par soluté	11
I-6.1.2. Durcissement structural par précipitation	11
I-6.1.3. Durcissement par trempe	12
I-6.1.4. Durcissement de solution solide	12

I-6.1.4.1. Généralités sur les solutions solides	12
I-6.1.4.2. Types de solutions solides	13
I-6.1.4.2.1. Description	13
I-6.1.4.2.2. Les Solutions Solides Primaires	13
I-6.1.4.2.3. Les Solutions Solides d'Insertion (ou Interstitielles)	14
I-6.1.4.2.4. Mécanismes de durcissement de solution solide	14
I-6.1.5. Effet de taille de grain	14
I-7. L'aluminium et ses alliages	16
I-7.1. L'aluminium pur	16
I-7.1.1. Généralités sur l'aluminium pur	16
I-7.1.2. Caractéristiques de l'aluminium	16
I-7.1.2.1. Légèreté	16
I-7.1.2.2. Conductivité électrique et thermique	16
I-7.1.2.3. Tenue à la corrosion	16
I-7.1.2.4. Aptitude aux traitements de surface	16
I-7.1.2.5. Recyclage	16
I-7.2. Les alliages d'aluminium	16
I-7.2.1. Nomenclature	16
I-7.2.2. Classification des alliages d'aluminium	18
I-7.2.2.1. Catégories des alliages d'aluminium	18
I-7.2.2.2. Distinction des caractéristiques des alliages d'aluminium...	19
I-7.2.2.3. Autres caractéristiques des alliages d'aluminium	19
I-8. Etude de l'alumine	20
I-8.1. Description de l'alumine	20
I-8.2. Intérêt industriel	20
I-8.3. Caractéristiques spécifiques de l'alumine	21
I-8.3.1. Propriétés générales de l'alumine	21
I-8.3.2. Les différents états cristallographiques de l'alumine	22
I-8.3.3. Transformation des alumines métastables	22
I-9. Conclusion	24

Chapitre II

Elaboration par fusion HF des alliages Al-Al₂O₃

II-1. Introduction	25
II-2. Les bases du chauffage par induction électromagnétique	25
II-2.1. Principe de base	25
II-2.1.1. Induction électromagnétique	25
II-2.2.2. L'effet Joule	26
II-2.3. Caractéristiques de chauffage HF	26
II-3. Elaboration des alliages Al-Al ₂ O ₃ par fusion HF	28
II-3.1. Préparation des cibles	28
II-3.1.1. Matériaux étudiés	28
II-3.1.2. La pesée des poudres	28
II-3.1.3. Compactage de poudres	29
II-3.2. Processus d'élaboration des alliages Al-Al ₂ O ₃	29
II-3.2.1. Description de l'élaboration par fusion HF	29
II-3.2.2. Etapes d'élaboration	32

II-4. Procédures métallographiques	34
II-4.1. Description des méthodes métallographiques	34
II-4.2. Découpe des échantillons	34
II-4.3. Polissage mécanique	35
II-4.4. Traitement chimique	35
II-4.5. Enrobage dans la résine	35
II-4.6. Photos des alliages suivant les opérations de préparation	36
II-5. Conclusion	37

Chapitre III

Caractérisations microstructurales des alliages (HF) Al-Al₂O₃

III-1. Introduction	38
III-2. Généralités sur le principe de diffraction des rayons X	38
III-3. Investigations de la microstructure des alliages Al-Al ₂ O ₃	40
III-3.1. Caractéristiques du procédé DRX	40
III-3.1.1. Description du procédé DRX	40
III-3.1.2. Principe De fonctionnement	41
III-3.2. Microstructure des alliages de fusion HF Al-(α -Al ₂ O ₃) à l'état brut	42
III-3.2.1. Recherche des phases	42
III-3.3. Identification des microstructures des alliages Al-(α -Al ₂ O ₃)	43
III-3.3.1. Indexation des spectres diffractogrammes DRX	43
III-3.3.2. Discussion des résultats de diffraction des rayons X	46
III-3.4. Observations optiques	50
III-3.4.1. Généralités sur les observations optiques	50
III-3.4.2. Résultats des observations optiques	51
III-3.4.3. Interprétation des résultats de microscope optique	54
III-3.5. Morphologie des alliages HF Al-Al ₂ O ₃	56
III-3.5.1. Généralités	56
III-3.5.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)	56
III-3.5.1.2. Spectroscopie à énergie dispersive de rayons X (EDAX)	57
III-3.5.2. Analyse par MEB/EDAX	57
III-3.6. Paramètres cristallins de l'aluminium	63
III-4. Conclusion	65

Chapitre IV

La microdureté des alliages (HF) Al-Al₂O₃

IV-1. Introduction	66
IV-2. Généralités sur les tests de dureté	66
IV-2.1. Essais normalisés de dureté des matériaux solides	66
IV-2.2. Les principes de l'indentation	67
IV-2.3. Principe de mesure de dureté	68
IV-3. Dureté Vickers	69
IV-3.1. Description de la dureté Vickers	69
IV-3.2. Définition de la dureté Vickers	70
IV-3.3. Procédure expérimentale de test de microdureté Vickers	70
IV-3.4. Procédure de mesure de microdureté Vickers	71

IV-3.5. Mesures de microdureté des alliages Al-Al ₂ O ₃	72
IV-3.6. Evolution de la microdureté dans les alliages Al-Al ₂ O ₃	75
IV-4. Conclusion	77

Chapitre V

Etude à l'état traité des alliages (HF) Al-Al₂O₃

V-1. Introduction	78
V-2. Description du traitement thermique	78
V-3. Microstructures et microduretés des alliages (HF) Al-Al ₂ O ₃	79
V-3.1. Analyse de microstructure	79
V-3.2. Tests de microdureté	87
V- 4. Conclusion	90

Conclusion générale

Références Bibliographiques

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le choix dans l'utilisation des matériaux dépend de plusieurs critères dont les caractéristiques mécaniques (limite élastique, masse, dureté, résilience,...), les caractéristiques physico-chimiques (comportement à la corrosion, vieillissement,...), les caractéristiques de mise en œuvre (usinabilité, soudabilité, trempabilité,...), et les caractéristiques économiques (prix, disponibilité, expérience industrielle, compatibilité avec l'environnement,...). On distingue 4 grandes classes de matériaux solides très utilisés à une grande échelle industrielle, les matériaux métalliques, les polymères, les céramiques et les composites.

Tout progrès technologique important est souvent lié au développement de matériaux dotés de propriétés améliorées ou de nouveaux matériaux. L'aluminium et ses alliages occupent une place importante dans l'industrie automobile, l'aéronautique, l'agriculture, la médecine, le conditionnement alimentaire,... Du fait de leur mise en forme facile et de leur faible densité, l'aluminium et ses alliages en font des matériaux de choix pour ces applications.

L'addition d'un élément d'alliage à un métal pur a pour effet de renforcer le durcissement mécanique de celui-ci. Le durcissement observé dans un alliage dépend essentiellement de la nature du métal de base, de l'élément d'addition, du mode et des paramètres d'élaboration.

De toutes les méthodes destinées à améliorer la résistance des métaux purs, celle qui est le plus utilisée est le durcissement par un oxyde métallique, pour un métal très ductile, tel que l'aluminium. Les traitements thermiques d'homogénéisation, de restauration, ou de recristallisation sont utilisés pour améliorer les caractéristiques microstructurales et physico-chimiques générales des matériaux solides.

L'objectif de notre travail consiste en l'étude, aux deux états bruts et traités thermiquement, des propriétés de microstructure et de microdureté des matériaux d'alliages d'aluminium et d'alumine, Al-(α -Al₂O₃), élaborés sous vide et solidifiés rapidement à la température ambiante par le procédé de fusion à induction magnétique haute fréquence (HF).

Cette thèse se compose essentiellement de:

Le premier chapitre comporte une étude bibliographique dans laquelle nous faisons appel aux matériaux étudiés et leurs caractéristiques principales.

Le deuxième chapitre est consacré aux différentes étapes de préparation des alliages Al-(α -Al₂O₃) élaboré par fusion HF, du mode et des paramètres d'élaboration du procédé HF et les étapes métallographiques des différents traitements appropriés aux méthodes de caractérisation utilisées pour les échantillons ainsi élaborés.

Le troisième chapitre a pour but d'observer et d'interpréter, par analyse DRX, des observations optiques et analyse combinée EDAX / MEB, l'évolution microstructurale et de déterminer les paramètres cristallographiques caractéristiques des alliages (HF) Al-(α -Al₂O₃).

Le quatrième chapitre consacre une étude détaillée sur la microdureté Vickers des alliages (HF) Al-(α -Al₂O₃) à l'état brut.

Le cinquième chapitre constitue une investigation des effets de traitement thermique sur les propriétés de microstructure et de microdureté à l'état brut des alliages (HF) Al-(α -Al₂O₃).

Enfin, on complète notre travail par une conclusion générale qui résumera l'ensemble des résultats ainsi obtenus de cette étude réalisée sur ces alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃).

CHAPITRE I

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

I-1. Introduction

Les matériaux solides sont définis comme des solides utilisés à grande échelle industrielle pour la conception d'objets caractérisés par leurs fonctions et leurs propriétés physiques. Le choix d'un matériau pour une large utilisation industrielle dépend de plusieurs critères essentiels dont les principaux sont les caractéristiques :

- 1- mécaniques (masse, dureté, résilience..),
- 2- physico-chimiques (corrosion, vieillissement,..)
- 3- de mise en œuvre (usinabilité, soudabilité,...)
- 4- économiques (prix, disponibilité, environnement, recyclage,...)

I-2. Description générale des matériaux

I-2.1. Classement des matériaux solides

Les matériaux sont classés en familles ou catégories selon leurs propriétés, leur origine, (Fig: I-1).

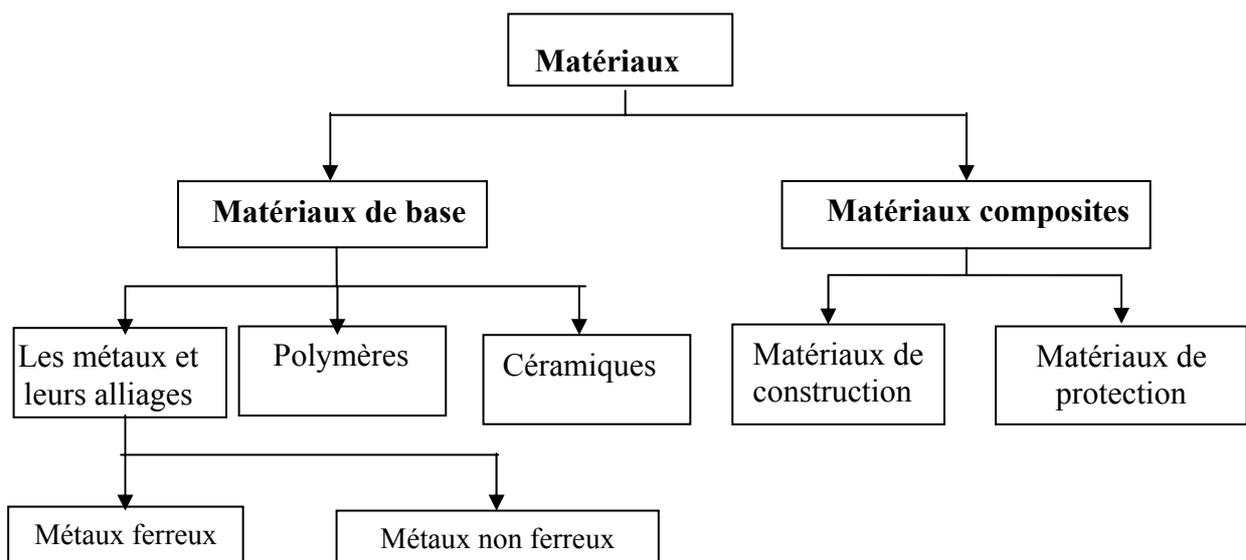


Figure I-1: principales familles de matériaux

I-2.2. Les matériaux métalliques et leurs alliages

I-2.2.1. Matériaux ferreux

Comme leur nom l'indique, les matériaux ferreux contiennent du fer. C'est le cas de la fonte et des aciers.

I-2.2.2. Matériaux non ferreux

Il existe un grand nombre de matériaux dont l'élément principal n'est pas le fer, mais seulement quelques-uns sont employés dans des applications techniques. Les matériaux non ferreux ont les propriétés communes de ne pas être attirés par un aimant et de résister à la corrosion.

I-2.3. Les alliages métalliques

I-2.3.1. Description

Les matériaux métalliques sont des matériaux présentant à la fois une bonne résistance mécanique et une facilité de mise en forme. Ils sont de fait très utilisés à grande échelle industrielle. Cependant, les métaux purs sont des matériaux présentant à la fois des caractéristiques mécaniques relativement faibles et plus ou moins de facilité de mise en forme à chaud ou à froid, d'où la nécessité d'ajouter d'autres éléments leur permettant d'améliorer leurs caractéristiques. L'addition volontaire à un métal pur de base d'un ou plusieurs éléments d'alliages peut modifier profondément les propriétés des métaux de base [1].

I-2.3.2. Formation des alliages

Les alliages métalliques sont obtenus par fusion de deux ou plusieurs éléments. Donc, pour réaliser un alliage il faut chauffer les deux métaux afin d'atteindre leur point de fusion, la chaleur entraîne des défauts dans la matière dus à l'augmentation de l'excitation des atomes. Ces défauts permettent les substitutions et les insertions des éléments alliés dans le métal de base. Les deux éléments sont en train de se mélanger.

Selon que l'on ait des insertions ou des substitutions on distingue deux types de solutions solides. On parlera de solutions solides d'insertion quand les atomes alliés sont

suffisamment petits pour s'intégrer dans les sites vacants. On aura des solutions solides de substitution lorsque les atomes alliés se substituent aux atomes constituant la maille du cristal. [1].

Les critères qui favorisent la formation de solution solide sont données par Hume-Rothery, appelées les 4 règles de Hume Rothery [2]. Hume-Rothery a établi que la microstructure d'un alliage dépend de la taille des atomes composants (règle de facteur de taille), et les structures cristallines (règle de structure) aussi bien que la concentration d'électron de valence (règle de valence) et les différences électrochimiques (règle d'électronégativité).

I-2.3.3. Mise en forme des alliages métalliques

I-2.3.3.1 Moulage ou fonderie

Moulage dans des moules en sable, en acier ou plus récemment moulage par injection sous pression ; on constate souvent à l'issue du refroidissement une orientation privilégiée des cristaux

I-2.3.3.2. Forgeage

Le lingot métallique est déformé en exerçant sur le métal chaud des forces de pression à l'aide d'une presse ; cela permet une homogénéisation du lingot.

I-2.3.3.3. Laminage

Cette opération peut intervenir à chaud ou à froid ; elle consiste à déformer plastiquement le métal à l'aide de cylindres pour obtenir des tôles plates ou ondulées. Le métal est fortement écroui et souvent présente une texture à la suite de cette transformation.

I-2.3.3.4. Emboutissage

Cette opération transforme une tôle plane en une pièce de forme variée et produite en grand quantité ; l'emboutissage peut être effectué à chaud ou à froid.

I-2.3.3.5. Frittage

Cette opération a pour but d'obtenir à partir de poudres un solide plus ou moins dense sans passer par l'état liquide. Elle consiste à soumettre à un traitement thermique les particules, en général comprimées au préalable à température ambiante. Le frittage est une technique très utilisée pour la préparation de composés à point de fusion très élevé comme les oxydes réfractaires. Le frittage peut être effectué à partir de particules d'une seule espèce ou d'espèces différentes; l'une des espèces au moins est maintenue à l'état solide.

I-3. Propriétés matériaux métalliques

I-3.1. Propriétés générales

Les matériaux métalliques présentent des propriétés par rapport aux autres matériaux telles que : la rigidité, la conduction de l'électricité, la conduction de la chaleur, la réflexion de la lumière, le pouvoir de recyclabilité, la cristallinité de la structure.

I-3.2. Recyclage des matériaux métalliques

Les matériaux sont facilement recyclables il suffit de les refondre, et cela peut se faire indéfiniment sans qu'il y ait d'altération généralisée dans les propriétés mécaniques. Le principal problème est celui du tri et qui peut être résolu par une conception astucieuse de procédés de tri permettant l'élimination des impuretés.

I-3.3. Impact environnemental

Leur impact environnemental peut être considéré comme modéré du fait de leur recyclabilité, bien que leur élaboration primaire nécessite une grande quantité d'énergie dans les différentes opérations d'extraction des minerais et de réduction et génère des rejets polluants.

I-4. Les traitements thermiques

I-4.1. Description

Les traitements thermiques correspondent à des phases successives de réchauffements et de refroidissement qui permettent d'adapter la structure des matériaux aux propriétés recherchées. Au cours de ces traitements il faut absolument contrôler la température et la vitesse du traitement. Quel que soit le traitement il faut régler l'allure de montée en température et maintenir la température maximale pendant une durée déterminée.

D'autre part les étapes de chauffage et de refroidissement doivent être effectuées de manière homogène afin que toute la pièce subisse le même traitement. [3].

I-4.2. Le cycle thermique des traitements thermiques

Un traitement thermique peut être décomposé en plusieurs phases de chauffages et de refroidissements.

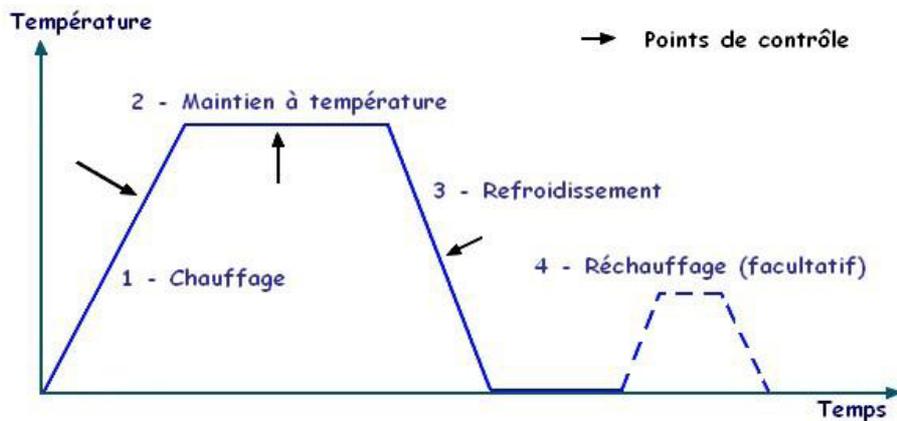


Figure I-2 : Les temps généraux d'un traitement thermique.

De manière générale un traitement thermique est constitué d'un chauffage, d'une phase de maintien de la température, d'un refroidissement et éventuellement d'une période de réchauffe, on parle d'un cycle thermique [4]. Toutes ces étapes doivent être rythmées par différents contrôles. (Fig. I-2) [5]. Contrairement aux techniques de coulée les traitements thermiques ne dépassent jamais la température de fusion de l'alliage.

I-4.3. Objectifs d'un traitement thermique

I-4.3.1. Principes de traitements thermiques

Le but principal des traitements thermiques est de donner à l'alliage des propriétés adaptées à son utilisation et à sa mise en œuvre.

Le traitement thermique permet :

- 1- de produire des modifications de la nature des constituants présents sans changement de la composition chimique globale de l'alliage.
- 2- d'éliminer ou réduire les contraintes internes ou modifier leur répartition.
- 3- d'atténuer les hétérogénéités de composition chimique.
- 4- de produire des modifications de la forme et de la répartition des constituants sans modifier leur nature.
- 5- de fabriquer des pièces de formes favorables à leurs utilisations.

Ces différentes modifications ont à chaque fois un objectif précis au niveau de la qualité de la pièce. [6].

I-4.3.2. Réalisation d'un traitement thermique

Les traitements thermiques s'effectuent dans des fours présentant un moyen de contrôle de la température pour pouvoir effectuer les traitements de manière très précise et limiter les pertes de chaleur [7, 8].

I-4.4. Les principales opérations

I-4.4.1. La trempe

Le refroidissement brutal d'un matériau peut permettre de maintenir à température ambiante une phase qui n'est normalement stable qu'à haute température.

I-4.4.2. Le revenu

Un maintien en température en dessous de la zone de transformation fait souvent suite à une trempe, afin de permettre un retour partiel à l'état d'équilibre, il permet d'améliorer la ténacité du matériau en relaxant les contraintes consécutives à la trempe ou faisant grossir des précipités dispersés dans la matrice.

I-4.4.3. Le recuit

C'est un traitement qui tend à ramener un matériau trempé ou écroui (par exemple : suite à un laminage) dans son état d'équilibre en le portant à une température située dans son domaine de transformation. En fonction de la température du recuit et du taux d'écrouissage du matériau (% de déformation plastique) une recristallisation peut se produire, des grains nouveaux se forment à partir de germes constitués par des défauts de l'ancienne structure (nœuds de dislocations, joints de grains...).

I-5. La solidification

I-5.1. Généralités

Le quasi totalité des matériaux métalliques commencent leur vie par une étape de solidification. Dans les cas les plus courants, c'est le passage de l'état liquide par fusion à l'état solide par refroidissement. Pour les demi-produits destinés à être transformés, la bonne réalisation de cette étape est un facteur important de leur qualité d'emploi. Pour tous les produits de fonderie, cette étape donne au matériau sa forme et sa structure. D'où l'intérêt de conduire de manière rationnelle la solidification, en vue de gains de qualité et de productivité.

I-5.2. Procédés de solidification

Parmi les nombreux procédés, on peut distinguer :

- La coulée continue ou en moule,
- La solidification directionnelle,
- La solidification rapide,
- Le soudage (par arc, résistance, laser, plasma, faisceau d'électrons...)
- Le brasage.

I-5.3. Méthodes générales de solidification

I-5.3.1. Paramètres de solidification

Les paramètres de solidification, qui sont en général la vitesse de refroidissement et le gradient thermique, ont des répercussions considérables sur la microstructure, les défauts et les propriétés mécaniques de la pièce finie.

Dans le cas de la coulée en moule, on a en général l'apparition de germes solides, sur les parois du moule ou à proximité de celles-ci (Fig. I-3). A la suite du refroidissement rapide qui s'exerce dans cette région, les germes croissent rapidement et peuvent former la zone externe équiaxe.

Les cristaux (dendrites) de cette région, qui se développent parallèlement et dans le sens inverse à la direction du flux de chaleur, vont croître ensuite de manière colonnaire dans des directions de croissances privilégiées. L'adjonction de brasseurs électromagnétiques à la coulée continue donne à l'opérateur des degrés d'actions supplémentaires pour l'affinage de la structure. La géométrie même de la coulée continue change (coulée de l'aluminium en bande large).

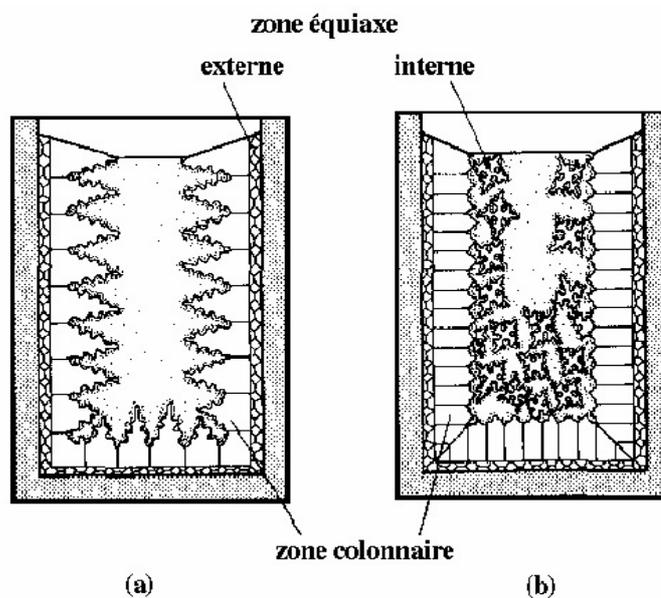


Figure I-3. Formation des différentes zones lors du moulage [9].

Dans le cas d'une solidification unidirectionnelle, par exemple du bas vers le haut, avec peu de convection et sans ajout d'inoculant, l'on n'observe qu'une très petite zone équiaxe dans le haut de l'échantillon, le reste étant composé de grains colonnaires qui ont crû verticalement.

I-6. Durcissement des matériaux

I-6.1. Types de durcissement

Le durcissement se fait par différentes méthodes, il consiste à faire disparaître ou à empêcher la propagation des dislocations au sein du métal et donc à diminuer la plasticité du matériau. On distingue plusieurs types de durcissements :

Le durcissement par écrouissage, le durcissement par soluté, le durcissement structural par précipitation, le durcissement peut se faire par une trempe et le durcissement de solution solide.

I-6.1.1. Durcissement par écrouissage et par soluté

Ces deux premières techniques de durcissement ne sont pas des traitements thermiques, le durcissement par écrouissage consiste à travailler un métal froid, cela empêche l'apparition de nouvelles dislocations. Le durcissement par soluté consiste à intégrer au cours de la préparation de l'alliage des éléments au sein du métal pour empêcher le bon déplacement des dislocations.

I-6.1.2. Durcissement structural par précipitation

La technique de durcissement structural par précipitation peut être considérée comme une technique de traitement thermique. Il consiste à faire apparaître de nouvelles phases dans la solution solide (précipitation de composés intermétalliques), au niveau des dislocations. Pour se faire le traitement consiste à réaliser une mise en solution des éléments puis de réaliser une trempe. Il faudra par la suite réaliser un revenu afin de provoquer la précipitation des composés intermétalliques. Ces nouvelles phases peuvent être des solutions solides constituées par l'élément d'alliage retenant en solution une partie du métal de base ou par un autre composé formé par le métal de base et l'élément d'alliage. On peut les appeler des phases durcissantes. Elles se constituent au cours d'un réchauffement de l'alliage, dont il faut bien choisir les proportions pour avoir la dureté souhaitée. Plus la vitesse de refroidissement est importante, plus les cristaux de cette phase sont fins et plus l'alliage est dur. Il faudra ainsi bien contrôler la vitesse de refroidissement pour contrôler le calibre des précipitations. Ces nouvelles phases sont autant d'obstacles au mouvement des dislocations et vont donc durcir le métal.

I-6.1.3. Durcissement par trempe

De manière générale la trempe permet de rendre un alliage plus solide en figeant les atomes dans la position qu'ils ont juste après la mise en solution des éléments. La trempe consiste à plonger un alliage de composition et de phase donnée dans un milieu de température très inférieure afin de figer les atomes et d'obtenir la phase de l'alliage hors équilibre. La bonne réalisation d'une trempe dépend essentiellement de la conductivité thermique du métal ainsi que du coefficient d'échange du fluide.

I-6.1.4. Durcissement de solution solide

I-6.1.4.1. Généralités sur les solutions solides

A part quelques cas particuliers, les métaux sont rarement utilisés industriellement à l'état pur, généralement on utilise des alliages. Les alliages sont composés d'une phase (alliages monophasés) ou de plusieurs phases (alliages polyphasés). Une phase peut être définie comme étant une partie homogène du matériau ayant une composition chimique et une structure propres.

A l'état solide, deux types de phases peuvent être mises en évidence: les solutions solides et les composés définis. Les solutions solides sont des agrégats, chimiquement homogènes, résultant de l'addition d'un ou de plusieurs éléments étrangers (éléments d'alliage) dans un métal pur.

Dans certains cas, les métaux en présence sont miscibles en toute proportion. C'est le cas par exemple de l'or (Au) et de l'argent (Ag) qui forment une solution solide continue. La plupart du temps, il existe une concentration limite (limite de solubilité) en atomes de soluté au delà de laquelle la structure cristalline est modifiée. Dans l'intervalle de concentration borné par cette concentration limite, la solution solide est dite primaire ou terminale. Au delà de cette concentration, les deux constituants peuvent former une solution solide ayant une structure cristalline différente de celle du métal de base : il s'agit d'une solution solide intermédiaire. On observe également des solutions dont l'existence n'est possible que dans un domaine de concentration limité : on dit alors que les constituants forment un composé définie.

I-6.1.4.2. Types de solutions solides

I-6.1.4.2.1. Description

Les atomes étrangers peuvent entrer en solution avec le métal de base :

Soit en se substituant à ses atomes, on parle alors de solution solide de substitution,

Soit en se plaçant aux interstices de son réseau, on parle alors de solution solide d'insertion.

I-6.1.4.2.2. Les Solutions Solides Primaires

Les solutions solides primaires dans un alliage binaire A-B sont définies par la limite de solubilité du ou des éléments d'alliages B dans le métal de base (matrice) A. Un certain nombre de règles empiriques, appelées règles de Hume-Rothery, permet d'évaluer qualitativement cette grandeur :

1- effet de taille:

Cet effet est à relier à la variation d'énergie élastique due à la mise en solution. Si la différence de taille entre le solute B et le solvant A éléments d'alliages A-B diffère de plus de $\pm 15\%$ (Eq. I-1), la solubilité de B dans A sera très limitée (quelque % atomique seulement),

$$\Delta r \text{ (\%)} = \left(\frac{r_B - r_A}{r_A} \right) \times 100 \leq \pm 15 \quad (\text{I-1})$$

Où r_A et r_B sont respectivement les rayons atomiques du solvant et du soluté.

2- effet de structure

Les éléments constituant l'alliage doivent avoir la même structure cristallographique.

3- effet d'électronégativité :

Si les éléments A et B ont des électronégativités très différentes, ils ont tendance à former des liaisons à caractère non métallique (ionique ou covalente), ce qui diminue considérablement la solubilité primaire.

4- effet de valence :

La solubilité d'un élément de valence élevée est plus forte dans un solvant de valence faible que dans le cas inverse.

Les règles de Hume-Rothery ne sont pas des lois absolues, mais elles constituent du moins un outil très utile pour prévoir les possibilités de solubilité de deux éléments. Le facteur différence de taille, les rayons de A et de B ne doivent pas différer de plus de 15% (soit $\Delta r/r < 0.15$) pour que cette miscibilité complète ait lieu, semble jouer un rôle aussi important. Les règles de Hume-Rothery sont également utilisées pour les céramiques [10].

I-6.1.4.2.3. Les Solutions Solides d'Insertion (ou Interstitielles)

Lorsque le rayon atomique de l'élément B est suffisamment faible, cet élément peut occuper les sites interstitiels de la structure A. Seuls les atomes de faible diamètre pourront conduire à des solutions solides de ce type.

I-6.1.4.2.4. Mécanismes de durcissement de solution solide

La résistance au déplacement des dislocations qui constitue le durcissement de solution solide peut provenir d'une ou de plusieurs de ces facteurs d'interactions. L'interaction due à l'effet de taille associée à la différence des modules élastiques (entre soluté et matrice) apporterait une contribution importante au durcissement [11,12].

La variation du module élastique en fonction de la concentration atomique d'une solution solide est importante quand la valence du soluté augmente, ce qui laisse considérer la différence des modules élastiques au lieu de l'influence de la différence des valences. Mais des études [13-15] sur l'augmentation de la dureté résultant des additions à la solution solide ont montré qu'elle varie directement avec la différence de taille entre les atomes de soluté et de solvant ou avec le changement du paramètre de réseau résultant du soluté d'addition.

I-6.1.5. Effet de taille de grain

Dans un matériau contenant relativement peu de dislocations, la déformation plastique se déclenche dans les grains les mieux orientés pour se déformer. Plus la taille de grains est petite, plus la taille de l'empilement est faible et plus la contrainte exercée en tête d'empilement est faible. Il faut donc une contrainte extérieure d'autant plus élevée pour déclencher la déformation plastique dans les grains adjacents. Expérimentalement, une loi

simple entre la valeur de la limite élastique et celle de la taille des grains a été établie pour la plupart des métaux, appelée relation de Hall-Petch [16, 17].

$$H = H_0 + kd^{-1/2} \quad (I-2)$$

Où H_0 est la résistance du réseau et K la pente de Hall et d est la taille de grains

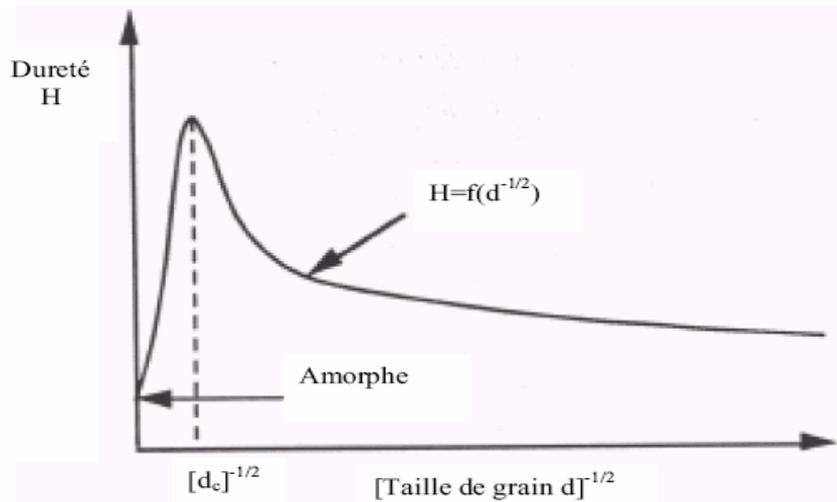


Figure I-4. Evolution de la dureté en fonction de la taille de grains.

La relation de Hall-Petch, (Eq. I-2), prédit que la dureté mécanique augmente avec la diminution de la taille de grain. Evidemment l'équation I-2 a des limites car la dureté ne peut pas croître indéfiniment avec la diminution de la taille de grain [18,19]. Théoriquement, la dureté mécanique d'un matériau devrait atteindre un maximum à une taille critique de grain. Il semble que la valeur de k diminue légèrement quand la taille du grain décroît (Fig. I-4).

Des études sur des matériaux de structure nanocristalline ont montré que ces derniers présentent une relation de Hall-Petch inverse pour une taille de grain inférieure à une taille critique [20].

I-7. L'aluminium et ses alliages

I-7.1. L'aluminium pur

I-7.1.1. Généralités sur l'aluminium pur

L'aluminium pur est un métal malléable et ductile, sa température de fusion est de 660°C, de densité faible, 2,7 à 20°C, sa caractéristique la plus importante. Il est très oxydable, mais à l'air il se forme une couche de quelques micromètres d'oxyde d'aluminium, l'alumine Al_2O_3 qui protège le reste du métal. L'utilisation de l'aluminium est en plein grâce à ses nombreuses caractéristiques physico-chimiques.

I-7.1.2. Caractéristiques de l'aluminium

I-7.1.2.1. Légèreté

L'aluminium est léger et mou à l'état pur. Les alliages à base d'aluminium présentent des caractéristiques mécaniques très élevées. Comme matériaux légers de structure, ils sont largement utilisés dans les applications aéronautiques et spatiales, dans l'industrie automobile, l'agriculture et les besoins domestiques grandissants. Bien que, en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2% de celles des aciers, l'aluminium et les alliages qui en dérivent arrivent en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'expérience montre que l'allègement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable.

I-7.1.2.2. Conductivité électrique et thermique

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus pour les lignes à haute tension. A l'instar du cuivre, l'aluminium, en plus d'une bonne conductivité électrique procure également un fort pouvoir caloporteur ce qui explique par exemple sa présence dans les dispositifs de refroidissements [21].

I-7.1.2.3. Tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, industriel. Cette bonne tenue à la corrosion alliée à sa faible densité a permis à de l'aluminium et ses alliages un développement des applications technologiques industrielles et courantes.

I-7.1.2.4. Aptitude aux traitements de surface

Les traitements de surface sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels:

- La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion «naturelle» est jugée insuffisante,
- La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûres ou le noircissement,
- La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle,
- La décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire,

I-7.1.2.5. Recyclage

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. La production d'aluminium par électrolyse consomme beaucoup d'énergie. La refusion de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai [22].

I-7.2. Les alliages d'aluminium

I-7.2.1. Nomenclature

Les principaux éléments additionnés à l'aluminium sont: Cu, Mg, Si et à un moindre degré: Mn, Ni, Cr, Zn, Fe [23]. Les alliages d'aluminium sont basés sur quelques systèmes seulement: Al-Cu, Al-Mn, Al-Mg, Al-Si, Al-Zn. Tellement nombreux les alliages d'aluminium sont regroupés à une nomenclature rigoureuse et complexe. Des normes ont été instaurées et affectées à chaque type d'alliage selon un nombre de 4 chiffres, 1XXX, 2XXX, ..., qui permettent de les classer en séries. Il existe 7 familles d'alliages d'aluminium appelées séries où le métal pur non allié constitue la série : 1000 et les autres séries dépendent de la nature de l'élément d'alliage principal. 2000 pour le cuivre (AlCu), 3000 pour le

manganèse (AlMn), 4000 pour le silicium (AlSi), 5000 pour le magnésium (AlMg), 6000 pour le magnésium et le silicium (AlMgSi) et 7000 pour le zinc (AlZnMg) [23]. Des exemples d'alliages à base d'aluminium sont regroupés dans le Tableau I-1.

série	alliage d'aluminium	exemple
1000	Pur	wt.%Al > 99,00
2000	Cuivre	2017 3.5 wt.%Cu
3000	Manganèse	3004 1 wt.%Mn
4000	Silicium	4006 0.8 wt.%Si
5000	Magnésium	5005 1.1 wt.%Mg
6000	Magnésium-silicium	6101 0.35 wt.%Mg et 0.3 wt.%Si
7000	Zinc	7020 4 wt.%Zn
8000	Lithium ou autre	8011 0.71 wt.%Fe et 0.77 wt.%Si

Tableau. I.1: Dénomination des différentes séries d'alliages à base d'aluminium.

I-7.2.2. Classification des alliages d'aluminium

I-7.2.2.1. Catégories des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont subdivisés en groupes, de sur base de leurs propriétés telles que traitements thermiques et mécanique et éléments d'alliages principaux.

Il existe deux catégories totalement différentes, les alliages susceptibles de durcissement par traitement thermique et les alliages non susceptibles.

1- Alliages non susceptibles au durcissement structural ou non trempant (non heat-treatable alloys) :

Série 1000 Aluminium pur (minimum 99,00 Al)

Série 3000 Aluminium-Manganèse (AlMn)

Série 4000 Aluminium-Silicium (AlSi)

Série 5000 Aluminium-Magnésium (AlMg)

2- Alliages à durcissements structural ou trempants (heat-treatable alloys) :

Série 2000 Aluminium-Cuivre (AlCu)

Série 6000 Aluminium-Magnésium-Silicium (AlMgSi)

Série 7000 Aluminium-Zinc-Magnésium (AlZnMg).

I-7.2.2.2. Distinction des caractéristiques des alliages d'aluminium

Les alliages de la série 1xxx sont principalement utilisés pour leur capacité à être déformés à froid. Ils sont largement utilisés pour les produits de la vie quotidienne. Les alliages de haute pureté (99.99%) sont utilisés dans les domaines de l'électronique et de l'optique. Enfin, en tant que métal pur, l'aluminium est très malléable et ductile. L'addition d'autres éléments d'alliage peut augmenter considérablement sa résistance à la traction, mais modifie bien d'autres propriétés. Ainsi, un large éventail d'alliages à base d'aluminium a été développé.

Les alliages de la série 2xxx, 6xxx, 7xxx sont des alliages à durcissement structural et présentent donc de très bonnes propriétés mécaniques.

Ceux de la série 6xxx ont de très bonnes capacités de formage, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion : ils sont donc plutôt utilisés pour la conception de conducteur électrique tel que les câbles des lignes à haute et moyenne tension.

Les alliages des autres séries sont durcis par traitement mécanique. Les alliages de la série 3xxx ont les mêmes applications que ceux de la série 1xxx mais avec des propriétés mécaniques plus élevées. Les alliages de la série 5xxx ont de relativement bonnes propriétés mais sont utilisés pour leurs bonnes aptitudes au soudage et à la corrosion.

I-7.2.2.3. Autres caractéristiques des alliages d'aluminium

Les différents alliages d'aluminium peuvent ainsi présenter un large domaine de propriétés dépendant des éléments d'addition et de leur traitement, ce qui confère à l'aluminium une multitude d'applications.

L'utilisation de l'aluminium est répartie ainsi (en pourcentage massique de la production d'aluminium primaire): 26% dans le domaine des transports (aviation, chemin de fer, automobile), 20% dans le domaine de l'emballage (canettes de boisson, papiers d'aluminium), 20% dans la construction (ponts, infrastructures, cadres de fenêtres et de portes, systèmes de chauffage), 9% dans le domaine de l'électricité (câbles de transmission) et 25% dans d'autres domaines (machinerie, équipements sportifs...) [24].

I-8. Etude de l'alumine

I-8.1. Description de l'alumine

L'alumine, lorsqu'elle est sous la forme anhydre a pour formule chimique Al_2O_3 , oxyde d'aluminium,. Elle présente un polymorphisme structural remarquable avec les variétés :

α - Al_2O_3 [25], γ - Al_2O_3 [26], δ - Al_2O_3 [27], θ - Al_2O_3 [28],
 κ - Al_2O_3 [29], ϵ - Al_2O_3 [30], η - Al_2O_3 [31] et χ - Al_2O_3 [32].

On la trouve à l'état naturel dans la bauxite, sous forme hydratée, mélangée à de l'oxyde de fer. On la trouve aussi comme minerai sous forme de corindon (α - Al_2O_3). On la prépare généralement par déhydroxylation des oxyhydroxydes γ - $AlO(OH)$ (boehmite) et α - $AlO(OH)$ (diaspore) ou des hydroxydes α - $Al(OH)_3$ (bayerite) et γ - $Al(OH)_3$ (gibbsite).

I-8.2. Intérêt industriel

L'alumine est un composé très dur, seul le diamant et quelques produits de synthèse ont une dureté supérieure. A température ambiante, elle est inattaquée par les composés chimiques courants. Elle fond à plus de 2000 °C [33]. L'alumine très pure peut être utilisée jusqu'à 1700°C. Elle est étanche aux gaz jusqu'à 1300°C [34]. La combinaison d'un coefficient thermique élevé, d'une faible dilatation thermique et d'une résistance élevée à la compression permet une bonne tenue aux chocs thermiques.

On l'utilise donc comme matériau réfractaire, par exemple pour le revêtement de fours ou comme creusets, tubes et gaines de thermocouples soumis à des chocs thermiques. L'alumine offre également une bonne isolation électrique à température élevée et une bonne résistance à l'usure, ce qui permet de l'utiliser comme matériau d'outillage.

I-8.3. Caractéristiques spécifiques de l'alumine

I-8.3.1. Propriétés générales de l'alumine

Propriétés	Valeurs	Symboles
<u>Propriétés physiques [35]</u>		
- Masse volumique (g/cm ³)	3,9	ρ
- Poids moléculaire (g/mole)	102	M
-Température maximale d'utilisation sous air (°C)	1700-1800	-
<u>Propriétés mécaniques [35]</u>		
- Dureté (Mohs)	9	
- Module d'Young (GPa)	300-400	E
- Coefficient de Poisson	0,25	ν
- Résistance à la flexion (MPa)	380	σ_f
- Ténacité (Mpa.m ^{1/2})	2-3	K_{IC}
<u>Propriétés électriques [35]</u>		
-Constante diélectrique	9-10	ϵ_r
-Résistivité électrique à 20 °C (Ohm.cm)	$> 10^{14}$	σ
-Résistance diélectrique (kV/mm)	10-20	
<u>Propriétés thermiques [35]</u>		
- Chaleur spécifique (J/K/kg)	900	C_p
-Conductivité thermique (W/m/K)		
• à 20°C	26-35	λ
• à 500 °C	10-15	
- Dilatation linéaire (x10 ⁻⁶) de 20 à 1000 °C	8-9	α
- Point de fusion (°C)	2050	
<u>Résistances chimiques [34]</u>		
- Acides – concentrés	Bonne	
- Acides – dilués	Bonne	
- Alcalins	Bonne	
- Halogènes	Bonne	
- Métaux	Bonne	

Tableau I.2. Quelques propriétés: mécaniques, physiques, thermiques, électriques et les résistances de l'alumine.

Sa bonne tenue mécanique à haute température, sa dureté élevée, son excellente résistance à l'usure, sa grande résistivité électrique et son inertie chimique importante font de l'alumine un matériau utilisé dans des domaines très variés. Le tableau I.2 présente ses principales propriétés mécaniques, physiques, thermiques, électriques et de résistance aux produits chimiques.

I-8.3.2. Les différents états cristallographiques de l'alumine

Dans un article paru en 1998, Lévine et Brandon font une mise au point sur le polymorphisme de l'alumine et les séquences de transition entre les différentes phases [36]. L'alumine cristallise sous différentes formes, l'une stable (α - Al_2O_3), les autres métastables (γ -, δ -, θ -, κ -, ϵ -, η -, χ - Al_2O_3). Elle existe aussi à l'état amorphe. Les phases métastables sont souvent considérées comme des alumines de transition (ou basse température). Les phases α , γ , δ , θ et κ sont observables sous forme d'alumine pure, tandis que les autres (ϵ , η , χ) ne le sont qu'en présence d'ajouts tels que ZrO_2 , des silicates et des alcalins.

Les structures métastables des alumines métastables peuvent être divisées en deux catégories avec l'arrangement des ions oxygène dans une structure cubique à faces centrées (CFC) ou hexagonal (HCP). C'est ensuite les différentes distributions des cations dans chaque structure qui donnent les différents polymorphes. Les structures d' Al_2O_3 fondées sur une structure cubique à faces centrées (CFC) d'oxygènes sont: gamma (γ , cubique), éta (η , cubique), thêta (θ , monoclinique), delta (δ , tétragonale ou orthorhombique), kappa (κ , orthorhombique), chi (χ , cubique), tandis que la structure fondée sur une structure hexagonale compacte (HCP) est représentée par α (trigonal)

Il est noté que la phase initiale utilisée pour former les polymorphes d' Al_2O_3 peut varier et dépendre des techniques d'élaboration et des précurseurs hydroxydes utilisés. Parmi ces précurseurs, on cite: Gibbsite, boehmite et diaspore. La figure I-5 représente les différentes séquences thermiques de transformations de phase de l'alumine à partir de différents précurseurs hydroxydes. L'alumine de transition la plus connue est γ - Al_2O_3 qui peut se former à partir de tous les précurseurs d'alumines, à l'exception de la diaspore [37]

I-8.3.3. Transformation des alumines métastables

La transformation des alumines de transition est un sujet de recherche qui a déjà donné lieu à une grande production de littérature. Sous l'action de chaleur, γ - Al_2O_3 suit une série de transformations polymorphiques. La séquence des transformations de phase peut varier selon la méthode d'élaboration du polymorphe, la présence des impuretés et des dopants [37, 38]. Les intervalles de température donnés correspondant à la stabilité de la phase cristalline, sont approximatives et dépendent de plusieurs facteurs : degré de cristallinité, présence des impuretés dans le matériau de départ, et du traitement thermique appliqué.

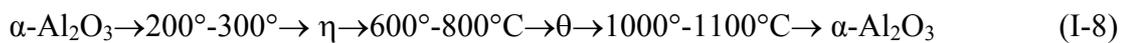
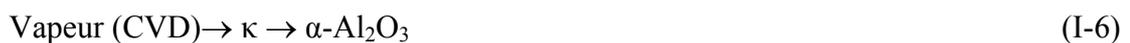
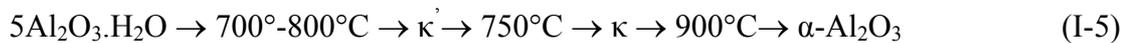


Figure I-5: Filiation des alumines de transition en fonction de l'hydroxyde de départ et de la température. Les températures de transition sont données à titre indicatif et peuvent varier avec les conditions opératoires

Les équations représentent les filiations des alumines de transition en fonction de l'hydroxyde de départ et de la température. Les températures de transition sont données à titre indicatif et peuvent varier avec les conditions opératoires [37].

Les structures cristallines des composés présentent une similitude, arrangement des anions dans un système cubique à face centrées. C'est l'emplacement des cations entre les sites octaédriques et tétraédriques qui varie en changeant le paramètre c/a . Il existe alors des relations simples entre les axes cristallographiques des structures.

La séquence de transformation des phases polymorphiques (Eq. I-10) [37] :

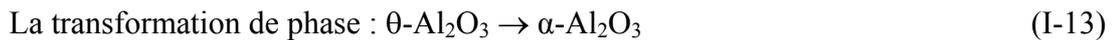


L'évolution de l' γ - Al_2O_3 vers δ - Al_2O_3 est expliquée par la migration des cations des sites tétraédriques vers les sites octaédriques. Le passage d'une structure à l'autre peut se faire

sans qu'il y ait un bouleversement notable de la structure et que cela requiert une énergie considérable.



sont alors displacives avec une énergie d'activation relativement faible. Dans ce cas, la transformation peut avoir lieu à basse température. La transformation de différentes formes polymorphiques représente alors une déformation dite topotactique du réseau [36]



est différente de celles effectuées sur les alumines de transition. Cette transformation se fait par changement des positions des anions oxygène de la structure CFC vers une structure hexagonale compacte. La transformation de $\theta \rightarrow \alpha$ est alors reconstructive [38-40].

Les distances inter réticulaires de certains plans cristallographiques dans les alumines ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ et $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) sont similaires [41]. A cause de cette similitude proche entre les distances réticulaires des différents polymorphes, l'identification des phases durant la transformation d'une poly-cristalline peut être équivoque. De plus, la plupart de ces polymorphes coexistent durant la transformation.

La transformation de $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ s'accompagne systématiquement de la transformation d'une microstructure vermiculaire caractérisée par la présence de larges porosités. Un changement drastique dans la taille des cristallites, densité, taille des pores et la distribution de la porosité après cette transformation [42, 43] a été observé. Ce qui rend cette étape critique dans le contrôle de l'évolution microstructurale.

I-9. Conclusion

Les matériaux solides sont donc sélectionnés sur des matières de base suivant certaines propriétés particulières, mécaniques physico-chimiques, de mise en œuvre et économiques en vue d'un usage technologique spécifique et industriel très large. On distingue ainsi quatre grandes classes usuelles de matériaux solides : les matériaux métalliques, composites, céramiques et polymères. Les matériaux métalliques sont facilement recyclables il suffit de les refondre, et cela peut se faire indéfiniment sans qu'il y ait d'altération généralisée dans les propriétés mécaniques. Leur impact environnemental peut être considéré comme modéré du fait de leur recyclabilité. Le principal problème est celui du tri et l'élimination des impuretés. Les traitements thermiques pour l'homogénéisation et les mises en solution dans les métalliques sont des opérations de facilité de mise en forme.

CHAPITRE II

ELABORATION PAR FUSION HF DES ALLIAGES

Al-Al₂O₃

CHAPITRE II.

ELABORATION PAR FUSION HF DES ALLIAGES Al-Al₂O₃

II-1. Introduction

La coulée est une technique de fonderie qui est un procédé de mise en forme des métaux en passant par l'état liquide. De manière générale l'action de coulée consiste à porter les métaux à une température supérieure à celle de changement d'état de solide à liquide afin d'obtenir une solution de métaux qui sera ensuite déversée dans un moule approprié.

L'induction électromagnétique est une technique de chauffage pour les matériaux conducteurs d'électricité (métaux), fréquemment utilisée pour de nombreux procédés thermiques tels que la fusion ou la chauffe des métaux. L'induction électromagnétique a pour particularité de générer la chaleur directement à l'intérieur du matériau à chauffer. Cette particularité présente de nombreux atouts par rapport aux méthodes de chauffe plus standards, notamment la réduction des temps de chauffe et des rendements élevés, ou encore la possibilité de chauffer de façon très locale. Les hautes densités de puissance mises en jeu permettent d'obtenir des vitesses de chauffe très rapides.

II-2. Les bases du chauffage par induction électromagnétique

II-2.1. Principe de base

Le principe du chauffage par induction électromagnétique est basé sur deux phénomènes physiques :

1. L'induction électromagnétique
2. L'effet joule

II-2.1.1. Induction électromagnétique

L'induction électromagnétique est le vecteur de transfert de chaleur depuis la source vers l'objet à chauffer.

Le transfert de l'énergie vers l'objet à chauffer est créé par induction électromagnétique. Quand une boucle d'un matériau conducteur (Fig. II-1) [44] est placée dans un champ magnétique, on voit apparaître aux bords de la boucle une tension induite.

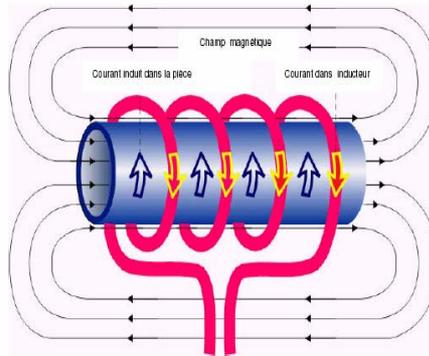


Figure II-1. Fonctionnement d'inducteur

II-2.2.2. L'effet Joule

La puissance dissipée dans le conducteur est de type $R \times I^2$. Pour la plupart des applications de chauffage par induction, la résistance R ne peut pas être facilement déterminée du fait de la distribution non uniforme des courants de Foucault dans le conducteur.

II-2.3. Caractéristiques de chauffage HF

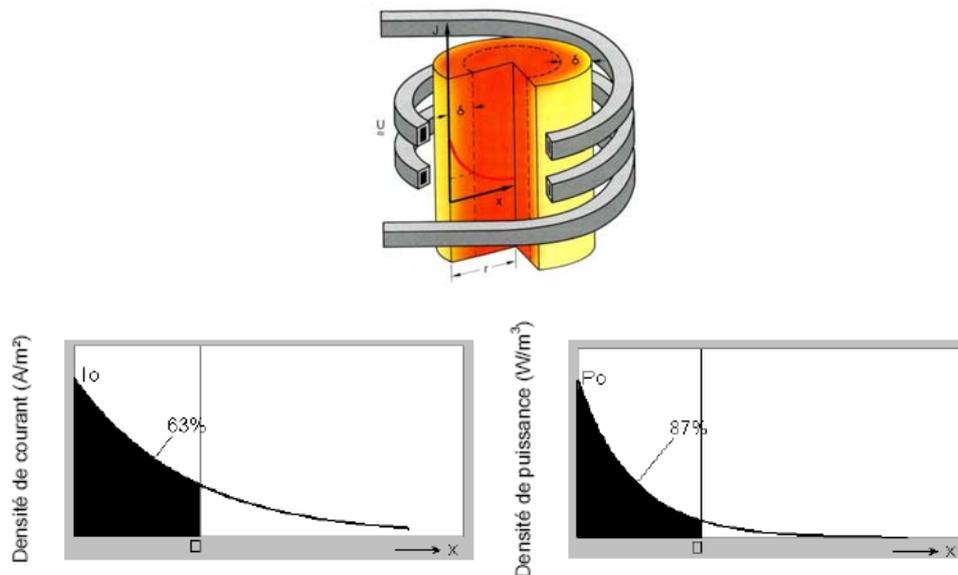


Figure II-2. (a) Schéma de l'inducteur et de l'échantillon, (b) Profondeur de pénétration.

Une caractéristique générale des courants alternatifs est de ne pas utiliser toute la surface utile des conducteurs. Il apparaît, en effet, qu'ils se concentrent sur la périphérie des conducteurs : c'est l'effet de peau. Ainsi, les courants de Foucault induits dans le matériau à chauffer sont plus importants en périphérie qu'au cœur de l'objet. Il en résulte que la chaleur est principalement générée à l'extérieur. L'effet de peau est caractérisé par la profondeur de pénétration δ , qui se définit comme l'épaisseur de la couche superficielle dans laquelle circule 87% de la puissance générée (Fig.II-2:a et b).

La profondeur de pénétration dépend à la fois des caractéristiques du matériau à chauffer et de la fréquence du courant alternatif le parcourant. La fréquence est donc un levier de contrôle de la profondeur de pénétration.

Pour la plupart des applications, l'inducteur est un tube en cuivre creux se présentant comme un enroulement venant couvrir l'objet à chauffer. Toutefois, l'inducteur peut être placé de différentes façons selon l'application.

Comme l'inducteur est le plus souvent en cuivre, afin de limiter les pertes électriques, il est refroidi par eau dans la plupart des cas. Figure II-3.



Figure II-3. Inducteur HF

II-3. Elaboration des alliages Al-Al₂O₃ par fusion HF

II-3.1. Préparation des cibles

II-3.1.1. Matériaux étudiés

Notre travail consiste à étudier les propriétés microstructurales et mécaniques d'un système d'alliages Al-Xwt.% (α -Al₂O₃) élaborés par fusion à induction haute fréquence (HF). Pour cela nous avons choisi 6 types de composition nominale, de masse globale de 5 grammes, Al-Xwt.% (α -Al₂O₃) (Tab. II-1) où l'aluminium est le matériau de base et l'alumine (α -Al₂O₃) est le matériau d'addition avec X = 0, 2, 4, 16 et 40 [45-48].

L'alumine pure commerciale (α -Al₂O₃) en massif est étudiée avec les alliages Al-0 à 40wt.% (α -Al₂O₃) élaborés par fusion à induction (HF).

Echantillons Al-Al ₂ O ₃	wt.%Al	wt % (α -Al ₂ O ₃)
1	100 5 g	0 0 g
2	98 4,9 g	2 0,1 g
3	96 4,8 g	4 0,2 g
4	84 4,2 g	16 0,8 g
5	60 3 g	40 2 g
6	0	100

Tableau II-1. Compositions nominales étudiées dans les alliages Al-(α -Al₂O₃).

II-3.1.2. La pesée des poudres

Les matériaux de base utilisés dans l'élaboration Al-(α -Al₂O₃) à étudier, sont des poudres très fines d'aluminium et d'alumine (α -Al₂O₃) de très grandes puretés (pureté de laboratoire de l'ordre de 99,99%).

Nous avons utilisé pour les pesées des poudres une balance électronique (milli balance, KERN EW/EG-N), de grande sensibilité (1 milli gramme).

II-3.1.3. Compactage de poudres

Les cibles Al-(α -Al₂O₃) à utiliser pour l'élaboration ont été confectionnées par compactage sous forte pression mécanique à froid en forme de pastilles cylindriques. A cet effet, le mélange homogène de poudres (Al + (α -Al₂O₃)) est déversé dans une matrice cylindrique creuse en acier traité, pour subir une compression mécanique de l'ordre de 640 MPa, puis éjectée sous forme d'une pastille cylindrique de diamètre 16 mm et d'hauteur 4 mm (Fig. II-4).

Les pastilles ainsi obtenues ont une bonne résistance mécanique ce qui permet de les manipuler sans risque de s'effriter dans les différentes étapes d'élaboration par fusion à induction (HF).



Figure II-4. Pastille d'un mélange homogène compactée poudres à base d'aluminium.

II-3.2. Processus d'élaboration des alliages Al-Al₂O₃

II-3.2.1. Description de l'élaboration par fusion HF

L'élaboration des alliages Al-Al₂O₃ est réalisée par procédé à chauffage par induction électromagnétique à haute fréquence (HF). L'installation à induction HF peut être compacte et réaliser un chauffage rapide à des températures très élevées sans fumée grâce à la haute

densité de puissance. Elle peut être utilisée dans un environnement sain dans des conditions de travail sans risques majeures.

Après le compactage des mélanges homogènes des poudres fines d'aluminium comme élément de base et d'alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ comme élément d'addition, les pastilles d'alliages Al- $(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ obtenues vont subir une opération de fusion-solidification par générateur haute fréquence (HF) (High therm linn) dans laboratoire de recherche LM2S (Laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des Solides) du département de physique.

La pastille d'alliage Al- $(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ bien compactée est placée dans un creuset en alumine, bien propre pour éviter toute contamination métallique, de dimensions 16 mm de diamètre et 3cm de hauteur.

L'ensemble creuset-pastille est inséré dans un tube en quartz de diamètre intérieur 22 mm relié à une pompe à palettes de pression 10^{-3} torr par un tube en caoutchouc hermétique comme illustré la figure II-5. Donc, une pureté extrême peut être obtenue en travaillant sous vide ou dans des atmosphères inertes.

Le tube en quartz est fixé verticalement de telle sorte que la partie basse où se trouve le creuset se trouve à l'intérieur des trois spires de l'inducteur (Fig. II-6) soumise aux inductions électromagnétiques HF.

Une régulation précise de la température de chauffage peut être obtenue grâce à la puissance d'induction générée par le courant électrique. L'induction qui peut être appliquée de façon très locale, permet d'obtenir des températures de chauffe très élevées.

Les spires à induction magnétique à haute fréquence (HF) sont refroidies par circulation d'eau à circuit fermé.

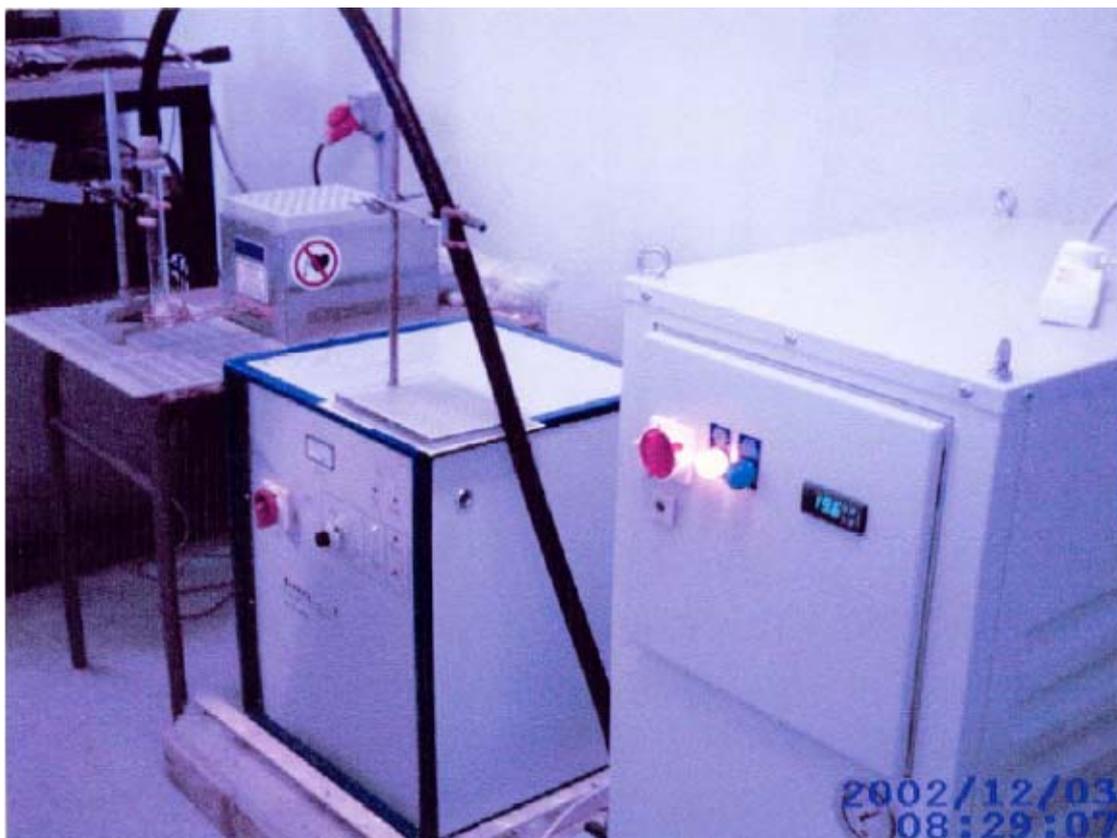


Figure II-5. Ensemble du procédé de fusion par induction HF.

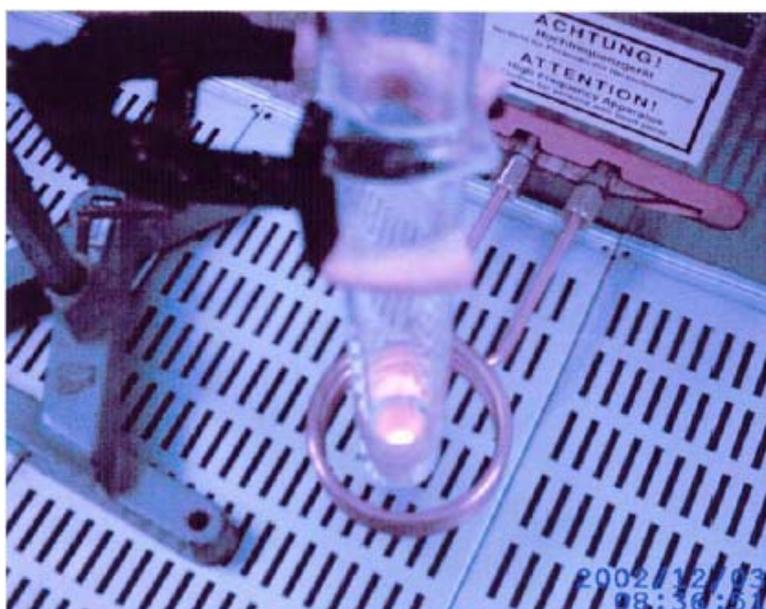


Figure II-6. Alliage Al-(α -Al₂O₃) en fusion.

II-3.2.2. Etapes d'élaboration

Pour l'élaboration des alliages Al-(α -Al₂O₃), le processus de fusion-solidification doit suivre un cycle d'opérations successives (Fig. II-7).

La figure II-7 montre les différentes étapes de l'opération d'élaboration fusion-solidification des alliages Al-(α -Al₂O₃) où les cycles thermiques successifs sont présentés

Les 4 cycles thermiques :

Une première étape de pompage continu à froid durant environ 2 minutes, étape de dégazage et chasse de l'air, permet de dégazer l'ensemble creuset-pastille et intérieur du tube de chauffage en quartz pour éviter le maximum possible l'oxydation à chaud des constituants des matériaux. Ceci permettra de fusionner et solidifier le matériau dans un vide primaire.

Une deuxième étape de chauffage graduel sous vide, avec pompage toujours continu, la température de chauffage par induction électromagnétique est augmentée graduellement en augmentant le courant électrique dissipé en chaleur par effet joule à l'intérieur des spires jusqu'à fusion totale de la pastille. La puissance de chauffe peut être augmentée en augmentant l'intensité du flux magnétique. La température devait atteindre une température supérieure à la température de fusion de l'aluminium (660°C) qui est l'élément de base sans trop la dépasser pour éviter d'évaporer l'aluminium. Cette température est estimée à environ les alentours de 850°C, température très utilisée dans les chauffages d'homogénéisation des alliages à base d'aluminium (Al(riche)-addition) tel que Al-Ti [49,50].

Une troisième étape très courte de fusion totale de la pastille à vue d'œil, 2 à 3 secondes, le courant généré est coupé brusquement ce qui permettra de refroidir rapidement le matériau fusionné.

Une quatrième étape de refroidissement rapide de l'échantillon. Après fusion totale de la pastille, l'échantillon est refroidit rapidement à la température ambiante où il a pris une forme sphérique (Fig. II-8).

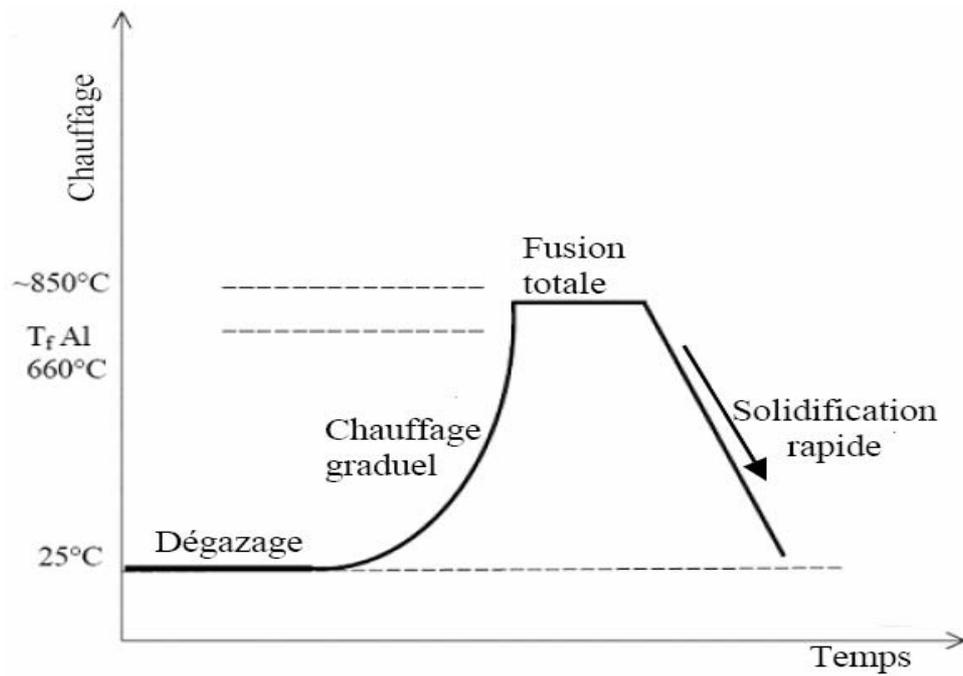


Figure II-7. Cycle thermique de la fusion-solidification HF.



Figure II-8. Echantillon d'alliage à base d'aluminium élaboré par fusion HF.

Les pertes de masse mesurées des échantillons d'alliages massifs à base d'aluminium ainsi élaborés sont inférieures à 3% de la masse des pastilles.

II-4. Procédures métallographiques

II-4.1. Description des méthodes métallographiques

Pour la préparation des échantillons d'alliages à base d'aluminium élaborés par fusion HF pour les différentes méthodes d'analyses microstructurales et tests mécaniques tels que ;

- 1- Les analyses de microstructures cristallines par la technique de diffraction des rayons X (DRX),
- 2- Les observations de texture de surfaces par microscopie optique,
- 3- Une analyse combinée (EDAX/MEB),
- 4- Les tests de microdureté par microindentation Vickers.

Les échantillons doivent subir une série d'opérations métallographiques minimum nécessaires tels que :

- 1- La découpe mécanique par microtrancheuse électrique (disques de tronçonnage)
- 2- Le polissage mécanique ou manuel des surfaces (disques diamantés ou papiers abrasifs)
- 3- Les attaques chimiques par réactifs appropriés
- 4- Des traitements thermiques d'homogénéisation (si besoin)
- 5- L'enrobage à chaud ou à froid dans les résines

II-4.2. Découpe des échantillons

L'opération de découpe des échantillons de matériaux métalliques est une très importante en vue des différents essais métallographiques.

Lors de l'étape de découpe, il est très important de veiller à ne pas modifier la structure du matériau à examiner. Pour cela on utilise le plus souvent dans nos opérations de découpe une microtrancheuse électrique à disque diamanté. Les disques diamantés de découpe bien appropriés donnent une qualité de surface permettant de diminuer les durées des opérations de traitements ultérieurs.

Nous avons découpé, à l'état brut, les échantillons sphériques d'alliages à base d'aluminium deux demi-sphères identiques (Fig. II-9), une partie pour faire le traitement thermique et l'autre pour conserver comme échantillon à l'état brut.

II-4.3. Polissage mécanique

Les préparations en laboratoire des échantillons d'alliages pour les différentes caractérisations de surface nécessitent un polissage mécanique bien précis. Celui-ci a consisté en une série consécutive de polissage au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine (120 jusqu'à 4000) suivi à chaque fois d'un nettoyage de surface à l'eau (distillée) à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient griffer la surface.

II-4.4. Traitement chimique

Dans certains cas les échantillons peuvent être examinés sans attaque chimique. La micrographie révélée après polissage, certains constituants colorés naturellement et les différences de pouvoir réflecteur et d'orientation cristallographique permettent souvent un premier examen.

Les échantillons sont soigneusement débarrassés des dernières traces d'abrasif par lavage à l'eau, un séchage à l'air comprimé ou avec un chiffon doux, puis nous avons attaqué chimiquement les surfaces bien polies des échantillons d'alliages à base d'aluminium par le réactif dont la composition est la suivante:

Eau distillée	90 ml
Acide fluorhydrique (HF)	05 ml
Acide nitrique (HNO ₃)	05 ml

La durée de l'attaque varie entre 5 et 15 secondes pour notre type matériaux d'alliages à base d'aluminium.

II-4.5. Enrobage dans la résine

L'enrobage dans la résine de l'échantillon d'alliage à chaud ou à froid facilite les différentes manipulations pour une rapidité d'exécution et permet de limiter les effets de bords de surface utile pendant l'étape de polissage.

On a utilisé une résine qui polymérise très rapidement, résistante aux principales attaques chimiques.

II-4.6. Photos des alliages suivant les opérations de préparation

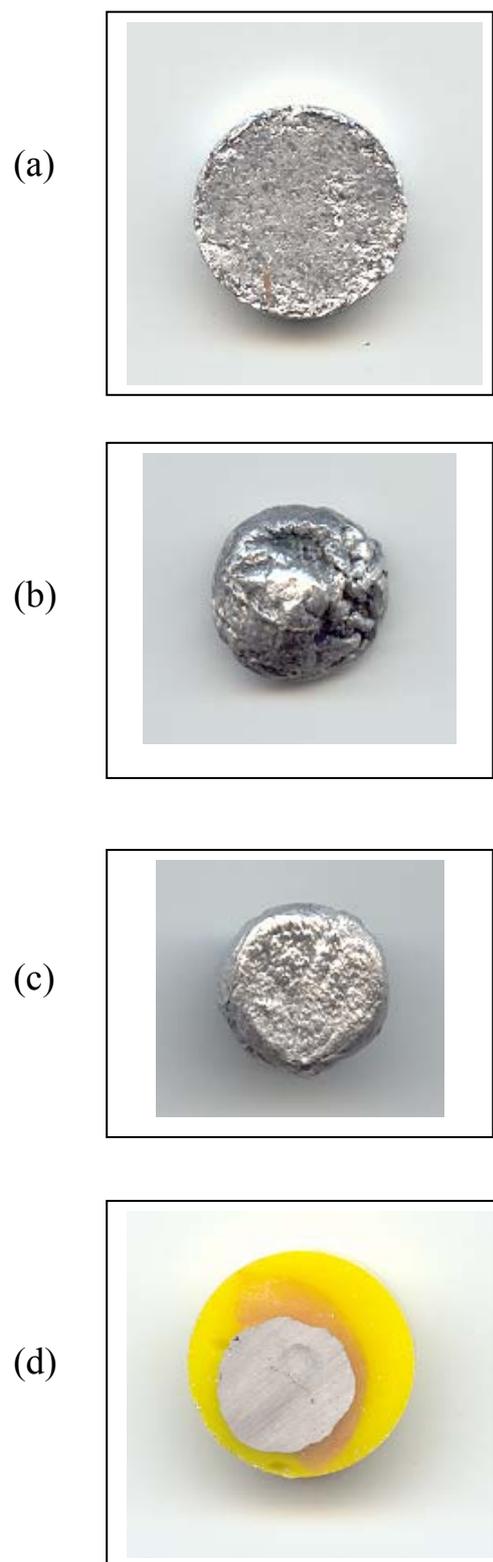


Figure II-9. Echantillons HF, (a) pastille, (b) échantillon brut, (c) demi-sphère d'échantillon et (d) après enrobage.

II-5. Conclusion

La technique d'élaboration par le procédé de fusion à induction magnétique à haute fréquence (HF) permet faire fondre la matière métallique dans un réacteur refroidi par circulation d'eau sous pression sans contact avec la source d'énergie.

A partir de cibles composites d'un mélange homogène composite de poudres fines d'aluminium et d'alumine α -Al₂O₃ compactées à froid sous forme de pastilles de 5 g environ, un ensemble d'alliages Al-Xwt.% (α -Al₂O₃) (X= 0, 2, 4, 16, 40) sont élaborés sous vide par fusion à induction haute fréquence (HF) et refroidis rapidement à la température ambiante.

Les échantillons d'alliages Al-(α -Al₂O₃) ainsi élaborés ont subi des opérations métallographiques par des traitements mécaniques, chimiques et thermiques appropriées aux techniques de caractérisations d'analyses de microstructures, d'observations optiques et de tests de microdureté des alliages à l'état massif.

CHAPITRE III

CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALES

DES ALLIAGES (HF) Al-Al₂O₃

CHAPITRE III

CARACTERISATIONS MICROSTRUCTURALES DES ALLIAGES (HF) Al-Al₂O₃

III-1. Introduction

La méthode de diffraction des rayons X (DRX) est utilisée dans le but d'accéder à des informations qualitatives et quantitatives sur les différentes phases, connues ou inconnues, présentes dans un matériau. La structure cristalline ainsi que l'évaluation des paramètres de mailles des phases sont autant d'informations facilement accessibles par la méthode de diffraction DRX. Pratiquement tous les domaines de la physique du solide ont recours à l'une ou l'autre des méthodes de caractérisation par rayons X.

L'observation métallographique des surfaces des matériaux solides donne une approche pour la compréhension de l'état de surface après différents traitements thermiques ou mécaniques et/ou chimique subis par l'échantillon de matériau solide et d'observer l'évolution microstructurale comme la répartition et la quantité des précipités formés, la taille de grains et de leurs formes ainsi que d'autres caractéristiques structurales.

Dans ce chapitre, nous avons utilisé la méthode d'analyse microstructurale par DRX et des observations de surface par microscopie optique pour identifier les phases présentes dans les alliages Al-(α -Al₂O₃) de fusion HF, étudier l'évolution microstructurale dans ces alliages et déterminer les paramètres caractéristiques de microstructure. Et une analyse combinée (EDAX/MEB) qui a permis d'observer l'évolution morphologique de surface.

III.2. Généralités sur le principe de diffraction des rayons X

Les techniques de diffraction des rayons X sont des outils très utiles pour les analyses cristallographiques des matériaux [51-54]. La diffraction des rayons X est un phénomène de diffusion cohérente intervenant lors de l'interaction des rayons X avec un matériau présentant un arrangement ordonné d'atomes dans les trois dimensions de l'espace, le réseau cristallin.

Les rayons X diffusés subissent des interférences constructives lorsqu'ils sont en phase, c'est-à-dire lorsque la différence de marche entre les rayons diffractés par les plans

d'atomes (Fig. III-1) est égale à un nombre entier de fois la longueur d'onde, soit que la loi de Bragg est alors satisfaite (Eq. III-1).

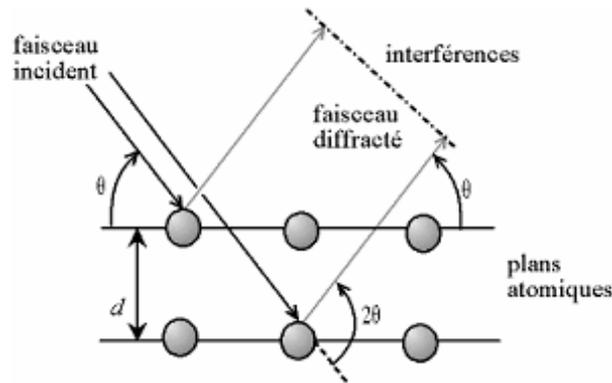


Figure III-1. Phénomène de diffraction des rayons X

L'angle suivant lequel le faisceau de rayons X est diffracté est égal à l'angle d'incidence θ et est caractéristique de la distance entre les plans réticulaires.

$$2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = n \lambda \quad (\text{III-1})$$

avec:

d : distance interréticulaire entre deux plans cristallographiques de la famille $\{hkl\}$,

θ : angle de Bragg (angle entre le faisceau incident et les plans cristallographiques),

λ : longueur d'onde des rayons X,

n : ordre de la diffraction. En diffraction X, n est égal à 1 pour tenir compte des propriétés périodiques des familles de plans réticulaires : ainsi, la diffraction à l'ordre 2 sur des plans (100) est équivalente à la diffraction à l'ordre 1 sur des plans (200).

En combinant les indices de Miller (h, k, l) et les paramètres cristallins (a, b, c) du réseau de la maille élémentaire et les paramètres cristallins (a^*, b^*, c^*) du réseau réciproque on obtient des formules simples pour d_{hkl} dérivées de la loi de Bragg (Eq.III-1) pour les structures cristallines usuelles des 7 réseaux de Bravais :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + 2(hka^*b^*\cos\gamma^* + hla^*c^*\cos\beta^* + klb^*c^*\cos\alpha^*) \quad (\text{III-2})$$

$$(a^* \text{ ou } b^* \text{ ou } c^*) = 2\pi \frac{(b \text{ ou } c \text{ ou } a) \times (c \text{ ou } a \text{ ou } b)}{a \cdot (b \times c)} \quad (\text{III-3})$$

et la quantité $V = a \cdot (b \times c)$ représente le volume de la maille élémentaire.

Une loi relative (Eq. III-4) est utilisée pour déterminer l'orientation préférentielle pour une phase spécifique présente dans le diffractogramme d'un spectre DRX. Cette loi est basée sur toutes les intensités relatives I des lignes (hkl) des pics apparents des phases dans le spectre DRX [54,58].

$$\% \text{specific phase} = \frac{\sum I_{\text{specific phase}}}{\sum I_{\text{phases}}} \times 100 \quad (\text{III-4})$$

Pour la phase CFC Al [55] de structure cubique, l'équation III-2 se transformera à (Eq. III-5)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (\text{III-5})$$

Pour la phase α -Al₂O₃ [25], de structure Rhomboédrique, l'équation III-2 transformera à (Eq. III-6)

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2 + hk}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{III-6})$$

III-3. Investigations de la microstructure des alliages Al-Al₂O₃

III-3.1. Caractéristiques du procédé DRX

III-3.1.1. Description du procédé DRX

L'ensemble des spectres DRX des échantillons des alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃) ont été réalisés sur un diffractomètre DRX de type X' Pert PRO, PANALYTICAL en montage à balayage θ -2 θ° (Bragg-Brentano) (Fig. III-2).

Les diffractogrammes de diffraction de rayons X (DRX) ont été réalisés avec un balayage 2 θ° sur la gamme 20-120° sous une incidence fixe avec une vitesse d'avancée dans les environs de 2-4°/mn et un incrément d'angle fixe (le pas) de 0.02°.

Le rayonnement incident X est produit par une anticathode en cuivre utilisant la raie $\text{K}\alpha_1$ de radiation $\lambda_{\text{K}\alpha_1} = 0,15406$ nm et dont la raie $\text{K}\alpha_2$ est isolée par utilisation d'un

monochromateur arrière en graphite. Les caractéristiques d'alimentation du tube sont $V = 40$ kV et $I = 20$ mA (800 W).



Figure III-2. Photo de diffractomètre X' Pert-PRO PANALYTICAL

III-3.1.2. Principe De fonctionnement

Soit une source S, le faisceau incident de rayons X, placée sur le cercle du diffractomètre qui émet un faisceau divergent tombant sur la surface plane de l'échantillon. Ce dernier est collé sur une plaque qui peut tourner à une vitesse constante et réglable ω . Par contre, la fente d'entrée d'un détecteur se déplace sur le cercle C à une vitesse 2ω . Tout en contrôlant l'angle d'incidence θ sur l'échantillon par régulation de celui-ci et le détecteur pour obtenir un angle nul, on peut définir un plan de référence de diffractomètre qui comporte une source S, l'axe C et la fente qui se trouve rigoureusement dans ce plan (Fig. III-3).

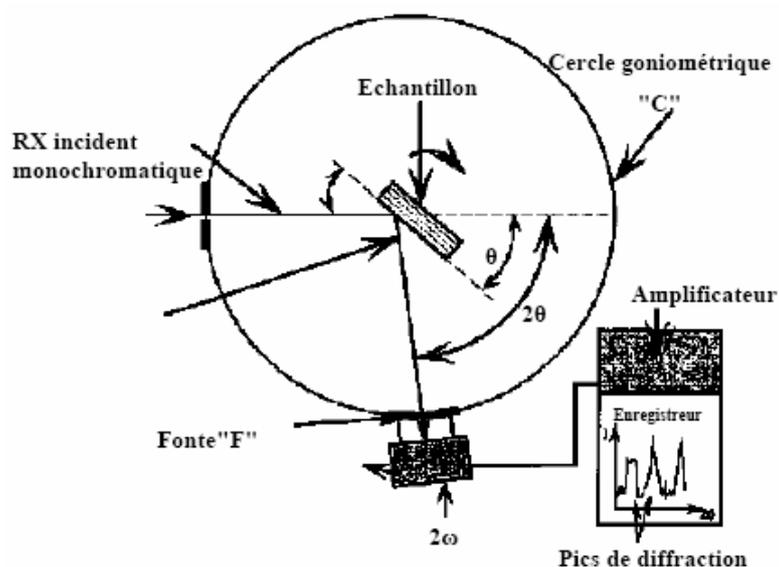


Figure III-3. Schéma de principe de diffractomètre.

Les signaux de réflexions successives dans le plan équatorial sont amplifiés, puis enregistrés par un détecteur. On obtient un diagramme $I = f(2\theta)$ formé de pics correspondant aux réflexions (hkl).

III.3.2. Microstructure des alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃) à l'état brut

III.3.2.1. Recherche des phases

L'équation III-1 (Condition de diffraction de Bragg) comporte deux paramètres expérimentaux qui sont θ_{hkl} , l'angle d'incidence du faisceau de rayons X par rapport à la famille de plans (hkl) et λ , la longueur d'onde de la radiation utilisée.

Pour réaliser les conditions de diffusion sur une famille de plans (hkl), la longueur d'onde incidente est fixée et la variable prise donc est l'angle de diffraction θ_{hkl} . Il est possible d'identifier les phases présentes dans les alliages par les diffractogrammes de diffraction des rayons X (DRX), en comparant les $2\theta_{hkl}$ des lignes de pics (hkl) du spectre diffractogramme DRX expérimental avec des fiches ASTM (JCPDS-ICCD 1997) correspondants aux phases d'aluminium ou composés connues et inconnues susceptibles d'apparaître dans ce genre d'alliage à base d'aluminium.

L'exploitation du spectre diffractogramme DRX a été faite comme suit:

- 1- Déterminer sur le spectre de rayons X des angles $2\theta_{hkl}$ correspondants à tous les pics diffractés.
- 2- Trouver sur les fiches ASTM les positions angulaires $2\theta_{hkl}$ correspondantes de toutes phases susceptibles d'apparaître.
- 3- Connaissant la structure d'une phase, on peut déterminer les angles de diffraction $2\theta_{hkl}$ à partir des formules déduites de la condition de diffraction de Bragg.
- 4- Comparer ces positions à celles des pics du spectre RX et confirmer la présence de telles phases.

III.3.3. Identification des microstructures des alliages Al-(α -Al₂O₃)

III.3.3.1. Indexation des spectres diffractogrammes DRX

La figure III-4 montre le spectre diffractogramme DRX de l'aluminium pur à l'état brut solidifié sous induction HF dans les mêmes conditions d'élaboration que tous les alliages Al-(α -Al₂O₃) à étudier. L'indexation des pics de diffraction a été faite à l'aide de la fiche ASTM (JCPDS-ICDD 1997) de l'aluminium [55].

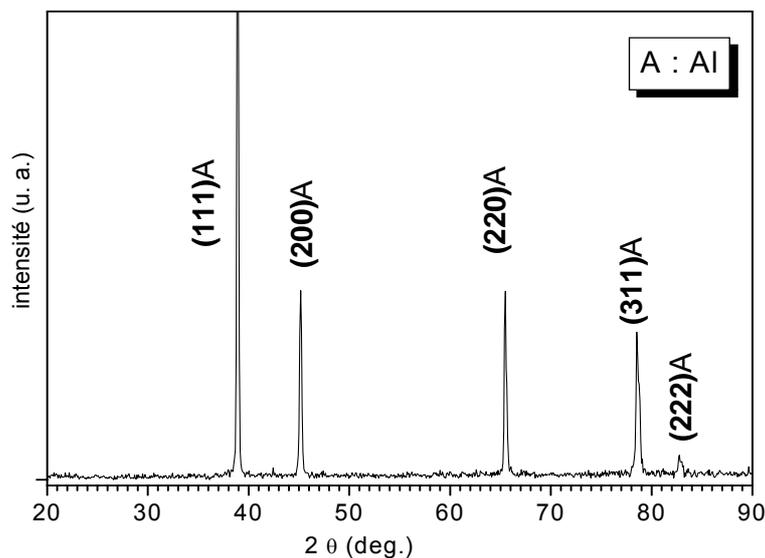


Figure III-4: Spectre DRX de l'aluminium pur à l'état brut

Les figures qui suivent montrent les spectres de diffraction des rayons X avec indexations des pics de diffraction à partir des caractéristiques cristallographiques de toutes les phases apparentes pour les compositions Al-Xwt.% (α - Al_2O_3) à l'état brut.

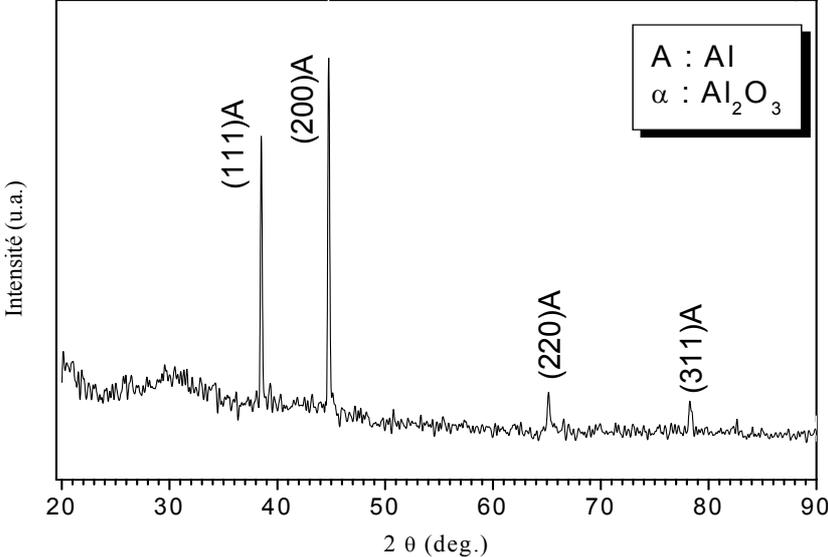


Figure III-5. Spectre DRX de l'alliage Al-2wt.% Al_2O_3

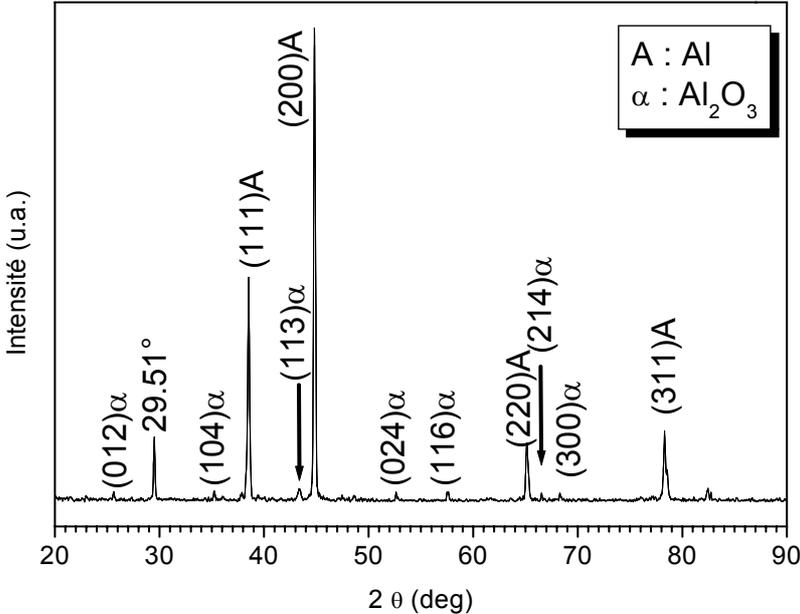


Figure III-6. Spectre DRX de l'alliage Al-4 wt.% Al_2O_3

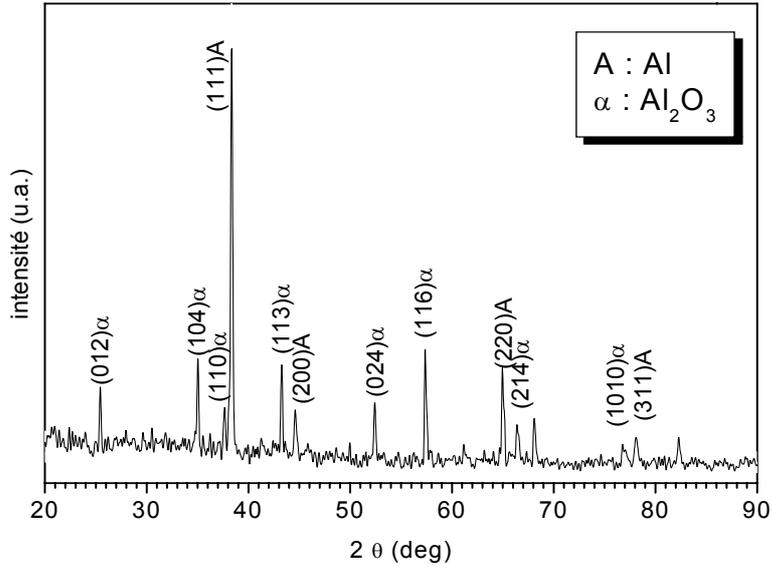


Figure III-7. Spectre DRX de l'alliage Al-16wt.%Al₂O₃

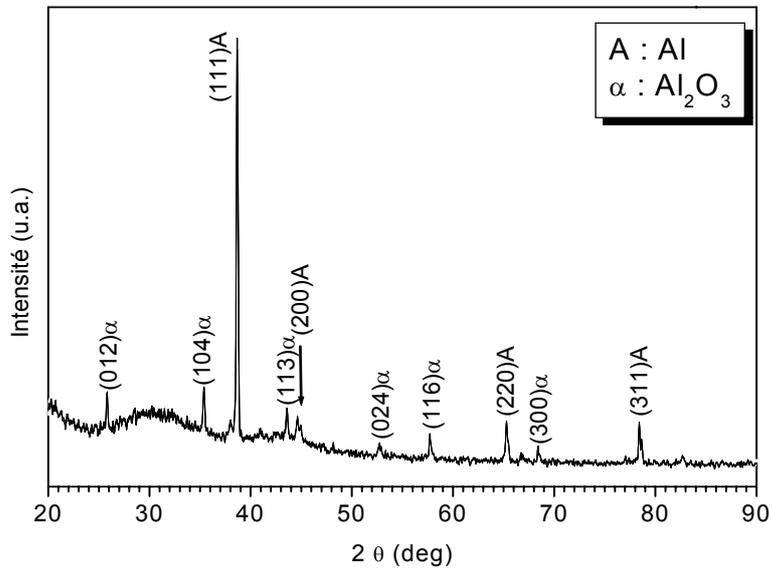


Figure III-8. Spectre DRX de l'alliage Al-40wt.%Al₂O₃

III.3.3.2. Discussion des résultats de diffraction des rayons X

La figure III-9 rassemble les spectres, diffractogrammes DRX à l'état brut, des alliages de fusion HF Al-Xwt.%(α -Al₂O₃) où les compositions choisies sont X = 0, 2, 4, 16 et 40. L'indexation des lignes (hkl) des pics de diffraction DRX a été faite à partir des caractéristiques cristallographiques de l'aluminium [55] et l'alumine α -Al₂O₃ [25]. Les spectres DRX de l'aluminium pur élaboré dans les mêmes conditions que celles des alliages de fusion HF Al-2 à 40wt.%(α -Al₂O₃) et celui de l'alumine α -Al₂O₃ commerciale représentent des spectres standards d'indexation pour les alliages à étudier. Tous les diffractogrammes DRX ont été enregistrés sur le même diffractomètre dans les mêmes conditions de caractérisation DRX.

Le diffractogramme de l'aluminium pur qui est représenté comme spectre de référence (Fig. III-4) montre que les lignes de pics des raies apparentes (hkl)Al sont bien diffractées. Le pic diffracté le plus intense est (111)Al, situé à la position angulaire $2\theta = 38.92^\circ$ correspondant aux données standards $2\theta = 38.472^\circ$.

Dans l'alliage de composition Al-2wt.%(α -Al₂O₃), (Fig. III-5), la microstructure est monophasée de solution solide CFC Al. Le pic le plus intense est localisé à la position angulaire $2\theta = 44.73^\circ$ correspondant au pic de la raie caractéristique (200)Al des données standards $2\theta = 44.738^\circ$ [55].

En ce qui concerne les alliages de compositions 4 et 16wt%(α -Al₂O₃), sur les diffractogrammes de spectres donnés dans les figures III-6 et III-7 on observe une microstructure biphasée. Les deux phases identifiées sont la phase solution solide CFC Al et la phase d'alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ [25].

La phase Rhomboédrique α -Al₂O₃ apparaît dans le spectre DRX de la figure. III-6 de l'alliage de composition Al-4wt.%(α -Al₂O₃) en tant que traces de phases α -Al₂O₃ dispersées dans la matrice d'aluminium. La représentation d'orientation préférentielle %(α -Al₂O₃), dans l'alliage Al-4wt.%(α -Al₂O₃), calculée à partir de l'équation III-4, est de l'ordre de 10%. La ligne de pic le plus intense du spectre de DRX est située à la position angulaire $2\theta = 44.88^\circ$ correspondant au pic de la raie caractéristique (200)Al. Une ligne de pic (hkl) d'intensité relative de 15% d'une phase inconnue, détectée dans le spectre DRX à l'état brut de l'alliage

de composition nominale Al-4wt.%(α -Al₂O₃), est située à la position angulaire 2 θ de 29.51°, lui correspond une distance interréticulaire $d_{hkl} = 0.3023$ nm et une orientation préférentielle (% phase) de 7%.

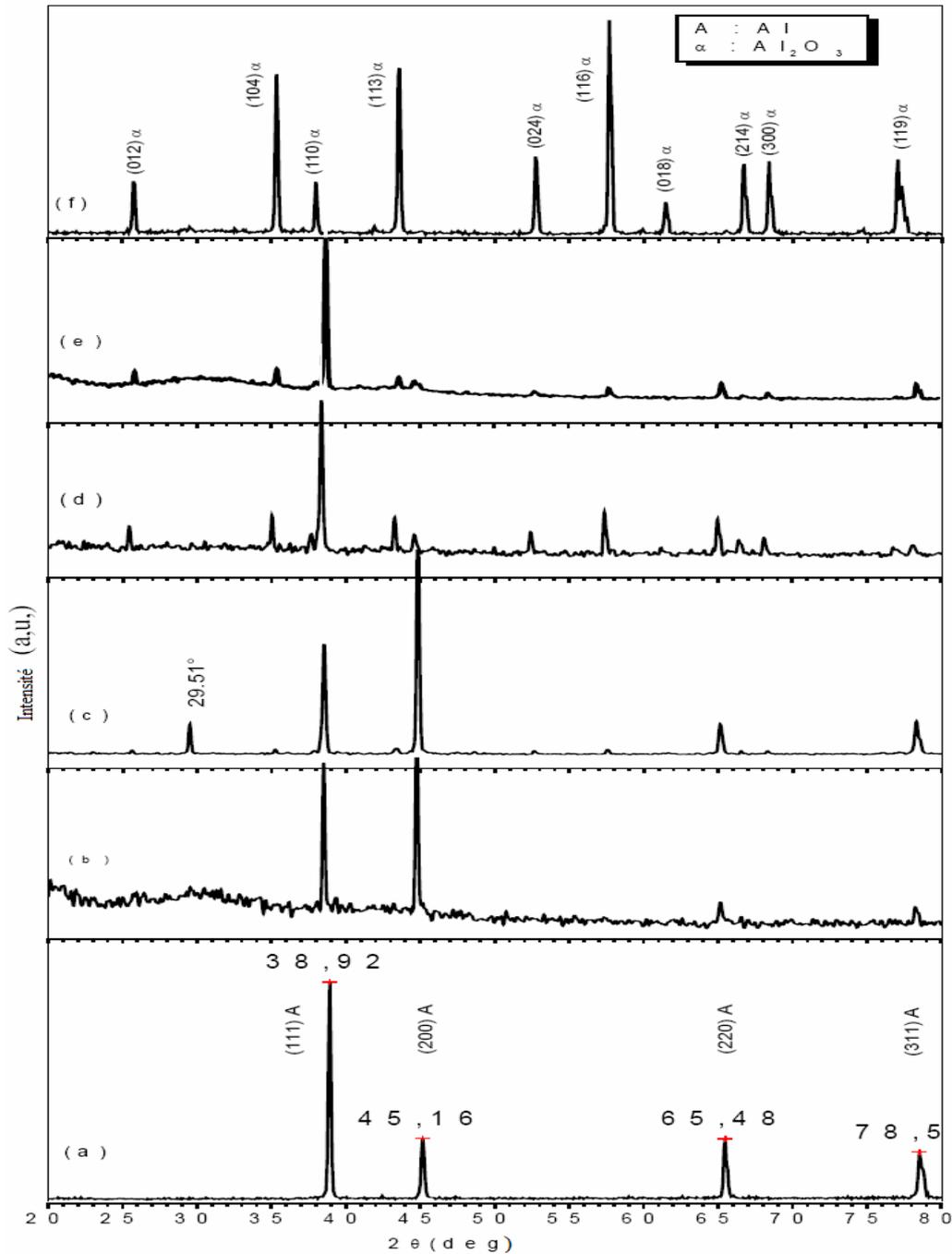


Figure III-9. Spectres DRX à l'état brut des alliages Al-X wt.%(α -Al₂O₃) de fusion HF : (a)Al pur, (b), (c), (d) et (e) les alliages à 2, 4, 16 et 40 wt%(α -Al₂O₃) respectivement, et (f) l'alumine α -Al₂O₃ commerciale.

La figure III-8 montre le diagramme DRX à l'état brut de l'alliage de fusion HF de composition nominale Al-40wt.% (α -Al₂O₃). L'indexation du spectre donne une microstructure biphasée, un mélange de la phase solution solide CFC Al et la phase Rhomboédrique d'alumine α -Al₂O₃ avec une orientation préférentielle en %(α -Al₂O₃) de 40%. Le pic le plus intense est établi à la position angulaire $2\theta = 38.65^\circ$ correspondant au pic de la raie caractéristique (111)Al avec la position angulaire $2\theta = 38.472^\circ$.

Plan hkl	Intensité Relative	FCC Al [55] a = 0.4049 (nm)		Rhomboédrique α -Al ₂ O ₃ [25] a = 0.47587 (nm) c = 1.29929 (nm)	
		2 θ°		2 θ°	
		Mes.	Calc.	Mes.	Calc.
(012) α	26	-	-	25.61	25.578
(hkl)	15	phase inconnu à $2\theta = 29.51$			
(104) α	27	-	-	35.95	35.152
(111) Al	44	38.49	38.472	-	-
(113) α	31	-	-	43.39	43.355
(200) Al	100	44.81	44.738	-	-
(024) α	20			52.63	52.549
(116) α	36			57.51	57.496
(220) Al	42	65.07	65.133		
(214) α	13	-	-	66.57	66.519
(300) α	13	-	-	68.27	68.312
(311) Al	13	78.33	78.227	-	-
%(α -Al ₂ O ₃)		10			

Tableau III-1. Données cristallographiques de DRX mesurés et calculés pour l'alliages Al-4wt.%(α -Al₂O₃).

Le tableau III-1 rassemble les données cristallographiques, les lignes de pics (hkl) et les positions angulaires $2\theta_{hkl}$ des phases usuelles CFC Al et Rhomboédrique α -Al₂O₃ d'alumine diffractées dans l'alliage de fusion HF de composition nominale Al-4wt.%(α -Al₂O₃) à l'état brut. Dans l'alliage de fusion HF de composition Al-16wt.%(α -Al₂O₃) à l'état brut (Fig. III-7), la phase alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ s'est développée, où l'on observe bien sa diffraction dans le spectre DRX de la figure III-7. L'indexation des lignes de pics (hkl)

donne une microstructure biphasée qui se compose d'un mélange de la phase solution solide CFC Al et la phase alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ où cette dernière se présente avec une orientation préférentielle $\%(\alpha$ -Al₂O₃) de 51%. Le pic le plus intense est détecté à la position angulaire $2\theta = 38.27^\circ$ et correspond à la raie caractéristique (111)Al.

Alliage		1	2	3	4	5	6
Comp. (wt.%)	Al	100	98	96	84	60	0
	α -Al ₂ O ₃	0	2	4	16	40	100
Densité (g×cm ⁻³)		2.70	2.724	2.748	2.892	3.180	3.9
Microstructure		Al	Al	Al	Al + α -Al ₂ O ₃	Al + α -Al ₂ O ₃	α -Al ₂ O ₃
Phases inconnus		-	-	$2\theta =$ 29.51	-	-	-
$\% \alpha$ -Al ₂ O ₃		0	0	10	51	40	100
Pic intense		(111)Al	(200)Al	(200)Al	(111)Al	(111)Al	(116) α
Position 2 θ°	Mesuré	38.92	44.73	44.81	38.27	38.65	20.67
	Calculé	38.472	44.738	44.738	38.472	38.472	20.619

Tableau III.2. Principales microstructures cristallographiques des alliages Al-0 à 40 $\%(\alpha$ -Al₂O₃) à l'état brut et l'alumine α -Al₂O₃ commerciale.

Le tableau III-2 rassemble les microstructures des alliages Al-(α -Al₂O₃) avec leurs propres densités probables. Les analyses faites sur les spectres de diffraction des rayons X indiquent que la fusion à induction HF et les conditions d'élaboration des alliages Al-0 à 40wt. $\%(\alpha$ -Al₂O₃) tendent généralement à former des texture de surface d'orientation suivant (hkl)Al. Les phénomènes observés sont probablement dus à des effets combinés entre la très grande différence entre les températures de fusion de l'aluminium (660°C) et l'alumine α -Al₂O₃ (2050°C) et la solidification rapide du mode d'élaboration utilisé.

III.3.4. Observations optiques

III.3.4.1. Généralités sur les observations optiques

Les examens par observation optique des matériaux solides permettent une première approche pour une compréhension des textures de surface.

Après des traitements thermiques ou mécaniques et/ou chimiques subis par l'échantillon on peut observer l'évolution microstructurale des échantillons comme la répartition et la quantité des précipités formés, la taille de grains et leurs formes et d'autres caractéristiques structurales.

Pour ce genre d'examen, on a utilisé pour l'observation optique des surfaces des échantillons d'alliages Al-(α -Al₂O₃) élaborés par fusion HF et après différents traitements métallographiques appropriés un microscope optique type RICHTERT équipé d'une camera vidéo de type LEICA et piloté par ordinateur (Fig. III-10).



Figure III-10. Photo du dispositif d'observation optique.

Il est possible de visualiser tous types de surfaces avec un grossissement pouvant aller jusqu'à $\times 1200$ fois.

III.3.4.2. Résultats des observations optiques

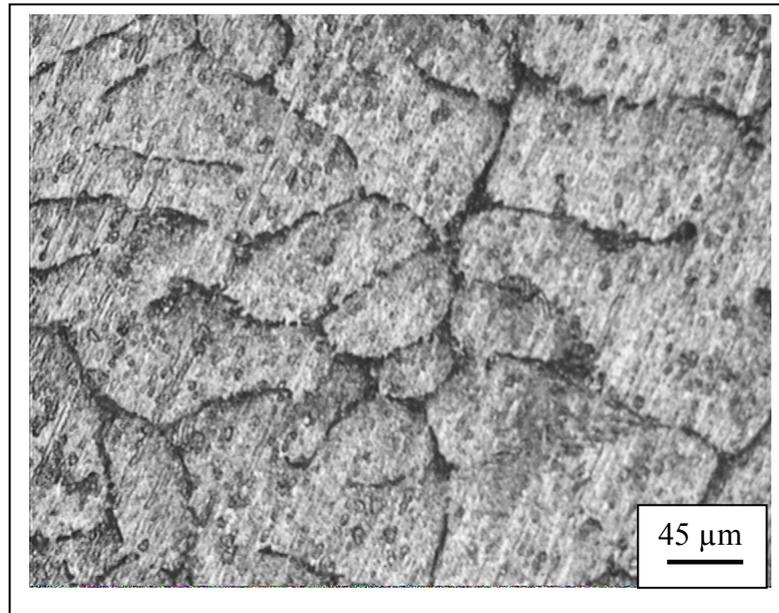


Figure III-11. Microscopie optique de l'alliage Al-2 wt.% Al₂O₃ à l'état brut

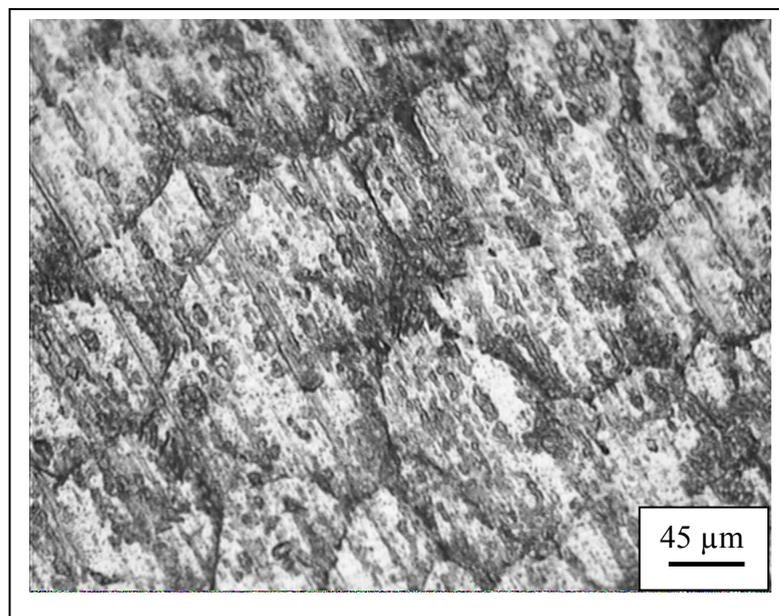


Figure III-12. Microscopie optique de l'alliage Al-4wt.% Al₂O₃ à l'état brut

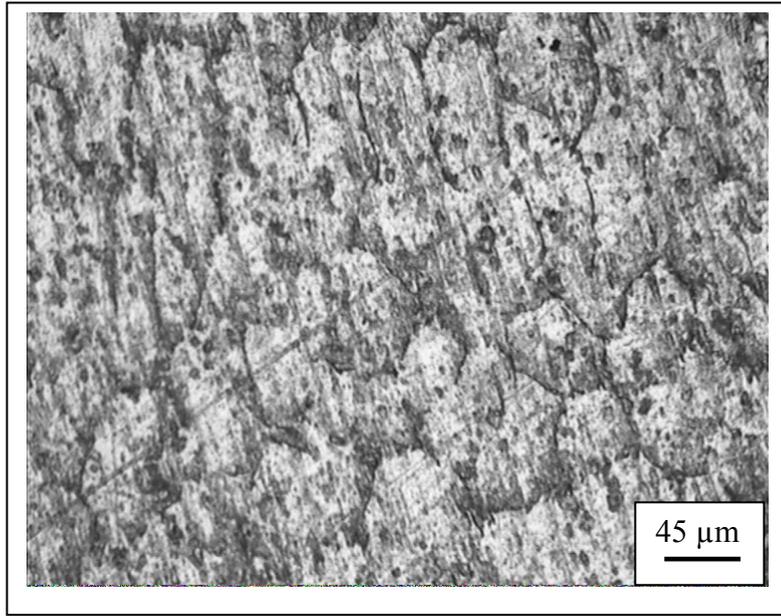


Figure III-13. Microscopie optique de l'alliage Al-16wt.%Al₂O₃ à l'état brut

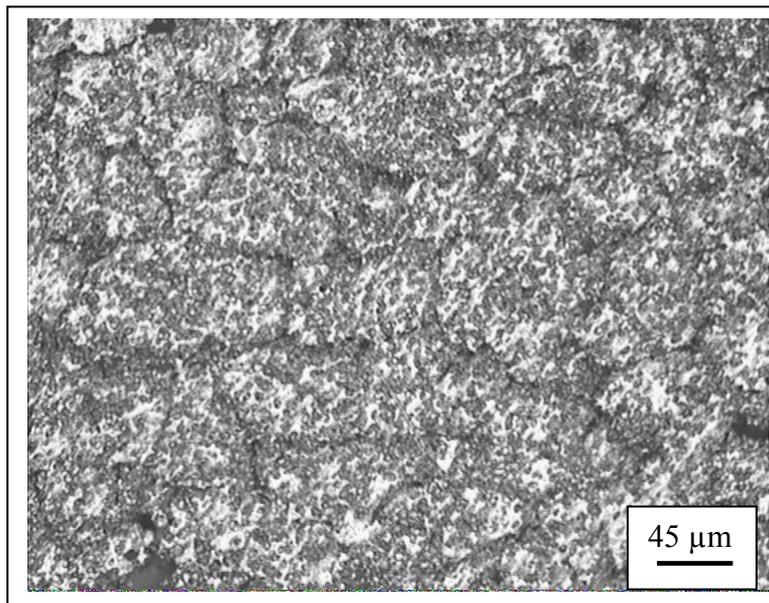


Figure III-14. Microscopie optique de l'alliage Al-40wt.% Al₂O₃ à l'état brut

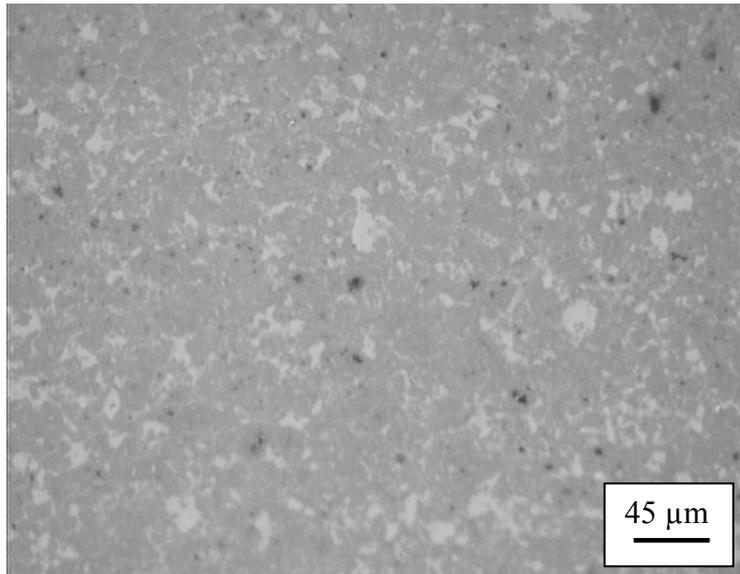


Figure III-15. Microscopie optique de l'alumine commerciale Al_2O_3

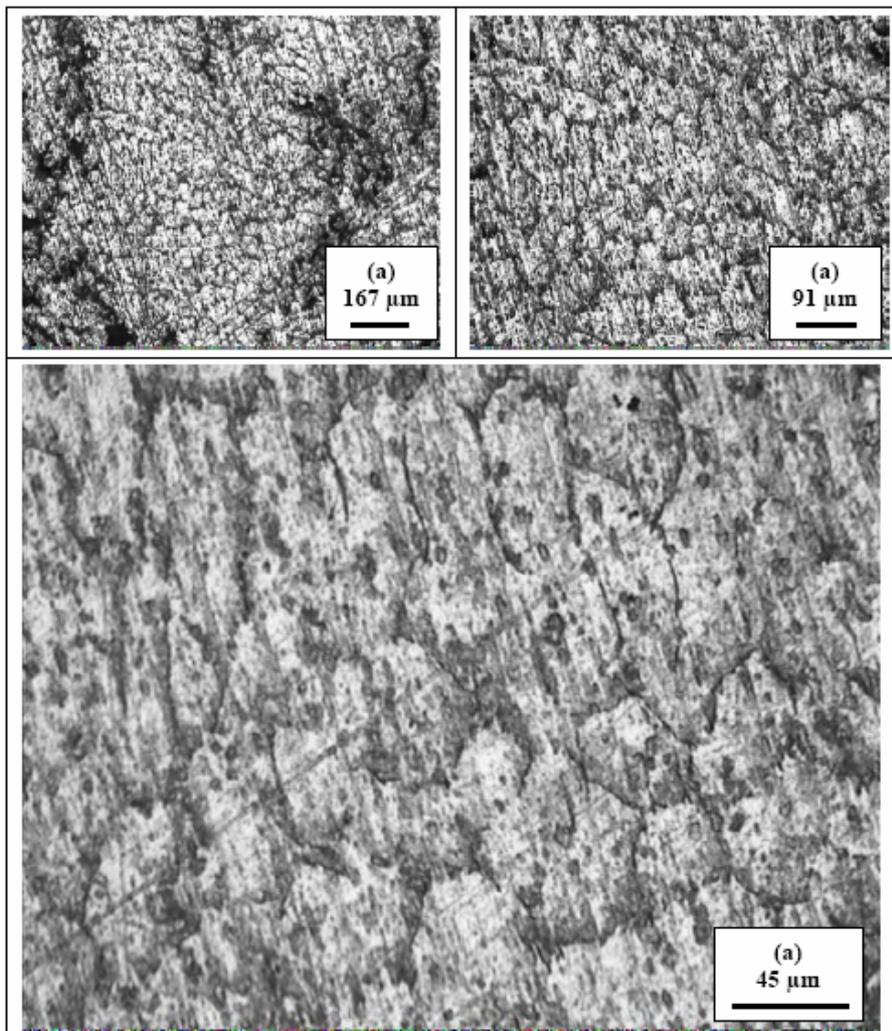


Figure III-16. Micrographies optiques de l'alliage $\text{Al-16wt.}(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ avec différents grossissements successifs.

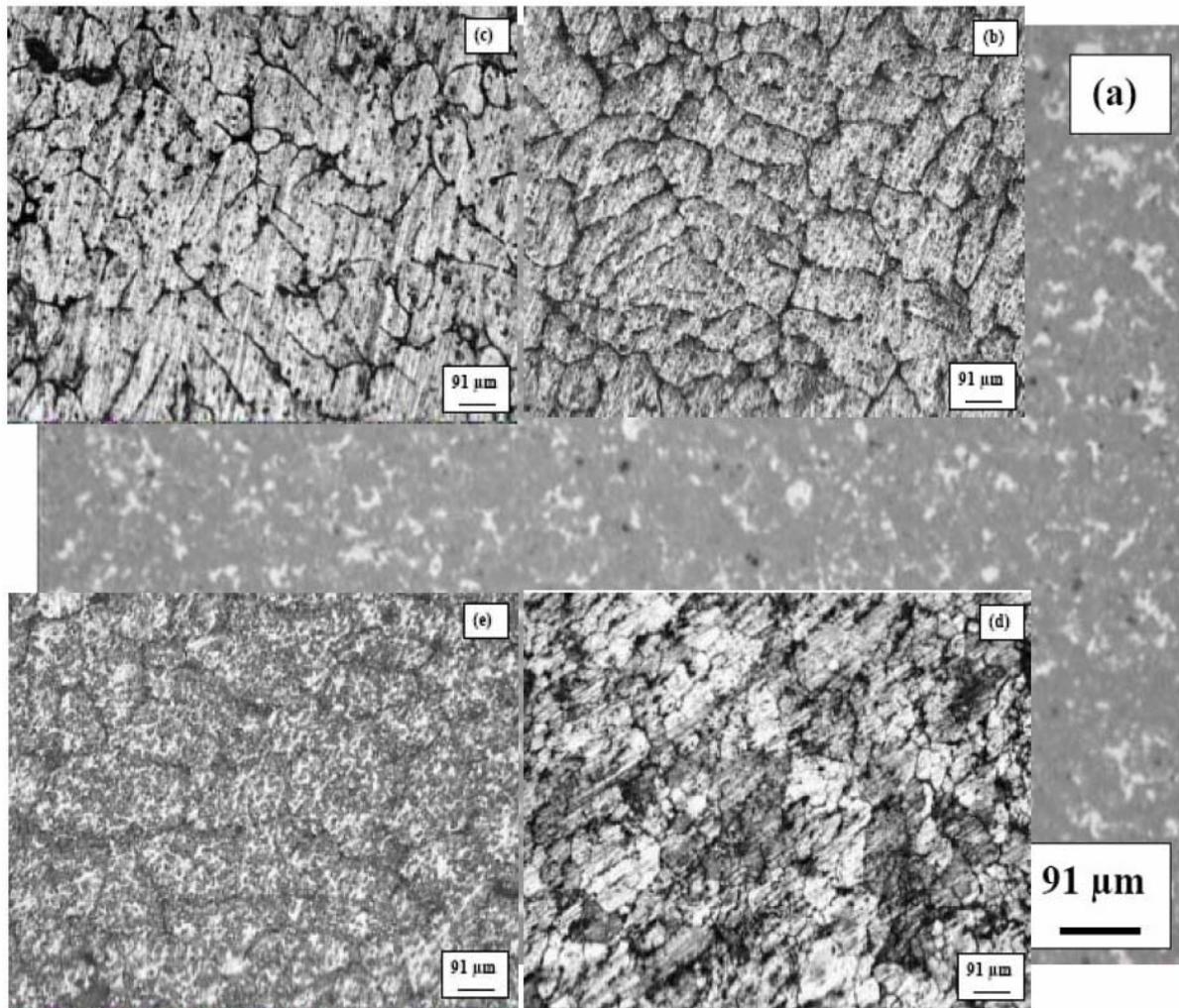


Figure III-17. Micrographies optiques des alliages Al-2 à 100 wt% (α -Al₂O₃), (a) l'alumine commerciale, (b, c, d et e) Al-2, 4, 16 et 40wt.%(α -Al₂O₃)

III.3.4.3. Interprétation des résultats de microscope optique

L'échantillon à caractériser doit remplir certaines conditions telles que la planéité de la surface à observer pour que l'objectif en donne avec un grossissement bien choisi une image entière et nette. La surface doit être en général bien polie et attaquée chimiquement afin que les rayures ne masquent pas ce que l'on veut observer.

Nous avons tenté de relier l'évolution microstructurales des alliages Al- (α -Al₂O₃) à la morphologie de surface observée au microscope optique.

L'observation optique de l'alliages Al-2.wt. % (α -Al₂O₃) à l'état brut (Fig. III-11) où on est en présence d'une microstructure singulière à une seule phase qui est la phase solution solide CFC Al, révèle que la texture de surface est homogène avec distribution régulière de grains denses et équiaxes (couleur grise claire) de taille moyenne de 20 à 100 μ m. Les pores en taches de couleur gris foncé dans les joints de grains de couleur noir foncé jointant les grains ne représentent que des proportions négligeables par rapport à la densité de grains représentant la solution solide CFC Al.

La micrographie optique de la figure III-13 représente la microstructure de l'alliage Al-16wt.%(α -Al₂O₃). La microstructure de cette alliage est biphasée, elle est constituée par la phase d'alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ dans une matrice d'aluminium, la phase solution solide CFC Al. On observe aussi une texture de surface homogène avec distribution régulière de grains denses et équiaxes de taille moyenne de 20 à 50 μ m. Les pores en taches de couleur gris foncé dans les joints de grains sont de moins en moins accentués.

L'observation optique de l'alliages Al-40wt.%(α -Al₂O₃) à l'état brut (Fig. III-14) révèle que la texture de surface est de plus en plus homogène avec distribution régulière de grains denses et équiaxes dont la forme et la couleur et la densité tendent vers celles de l'alumine pure (Fig. III-15).

III-3.5. Morphologie des alliages HF Al-Al₂O₃

III-3.5.1. Généralités

III-3.5.1.1. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage utilise un faisceau électronique, au lieu du rayonnement lumineux comme dans le cas des observations par les microscopes optiques. Elle permet d'obtenir des images de quelques dizaines de nanomètres des morphologies de surface de matériau. Le phénomène de visualisation observé sur un cliché s'explique par la puissance incidente du faisceau électronique sur la surface de l'échantillon lorsque l'angle d'incidence des électrons diminue et que le nombre d'électrons réfléchis augmente sur les reliefs en arêtes et en pointes.

Les clichés de microscopie électronique à balayage ont été réalisés sur un MEB type DSM Zeiss 960 A (figure III-18)



Figure III-18 : photo de la microscopie électronique à balayage MEB type DSM Zeiss 960 A

III-3.5.1.2. Spectroscopie à énergie dispersive de rayons X (EDAX)

La spectroscopie de dispersion d'énergie (analyse EDAX) permet de faire des analyses de compositions chimiques des éléments des différentes phases présentes dans l'échantillon analysé. Ces analyses sont effectuées sur un microscope électronique à balayage MEB type DSM Zeiss 960 A, équipé d'un spectromètre de dispersion d'énergie. En analysant le nombre et l'énergie des photons émis par l'échantillon, il est possible de connaître la composition chimique de l'échantillon au point d'analyse de volume en général d'environ $1\mu\text{m}$. Il est ainsi possible d'effectuer des profils de concentration ainsi que des cartographies d'éléments.

III-3.5.2. Analyse par MEB/EDAX

Les figures montrent l'évolution morphologique, en fonction de la teneur $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dans les alliages des compositions Al-2, 4 et 16 wt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) à l'état brut, l'aluminium pur de fusion HF et l'alumine commerciale Al_2O_3 .

Les figures III-19 et III-20 montrent respectivement les morphologies de l'alumine Al_2O_3 commerciale et de l'aluminium pur de fusion HF.

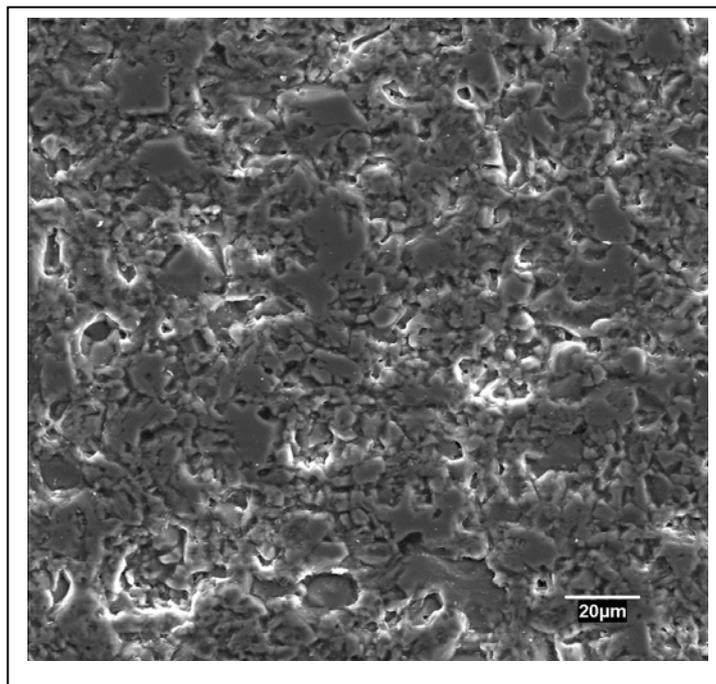


Figure III-19. Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alumine.

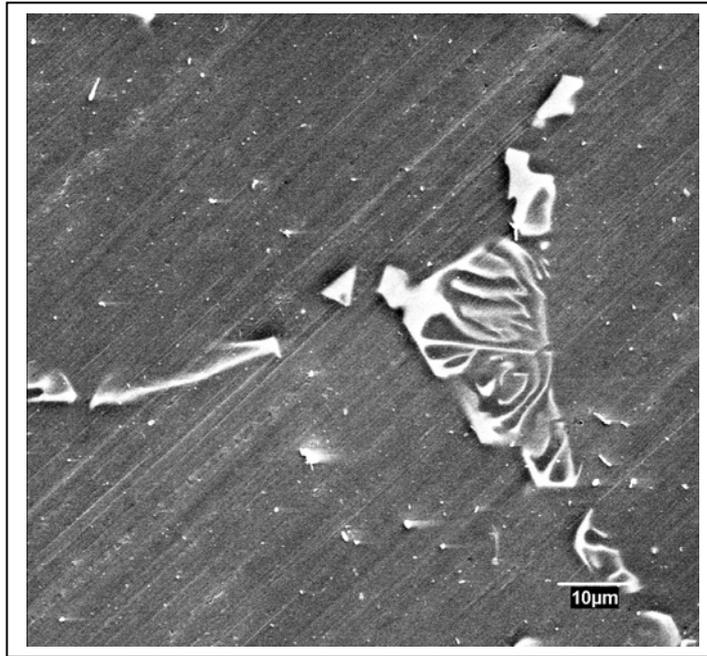


Figure III-20. Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'aluminium pur HF.

La présence de l'eutectique sous forme lamellaires a été observé a la morphologie de l'aluminium pur due a des impuretés, tels que Si, Fe provenant des poudres d'élaboration, celles-ci existent en proportions très infimes.

Dans l'alliage de composition Al-2wt.%(α -Al₂O₃) (Fig. III-21) la morphologie MEB indique que cet alliage comparée à celle de l'aluminium pur HF apparaît homogène. Donc, on peut dire que sa microstructure cristalline est bien monophasée de solution solide CFC Al déjà déterminé par analyse DRX. Les taches blanches représentent des impuretés provenant des poudres d'élaboration.

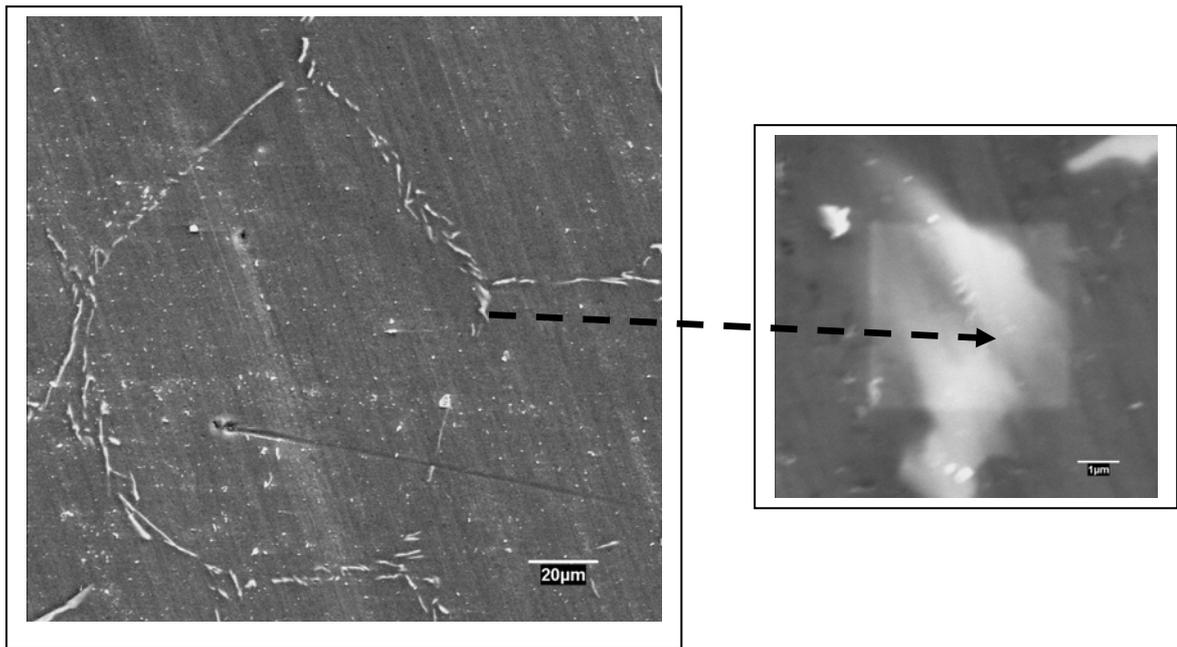


Figure III-21. Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alliage HF Al-2wt.%(α -Al₂O₃)

En ce qui concerne les alliages de compositions 4 wt.%(α -Al₂O₃), sur la morphologie MEB donnée dans la figure III-22, on observe une distribution régulière des grains de la phase α -Al₂O₃ d'alumine de couleur plus claire que celle de la matrice aluminium.

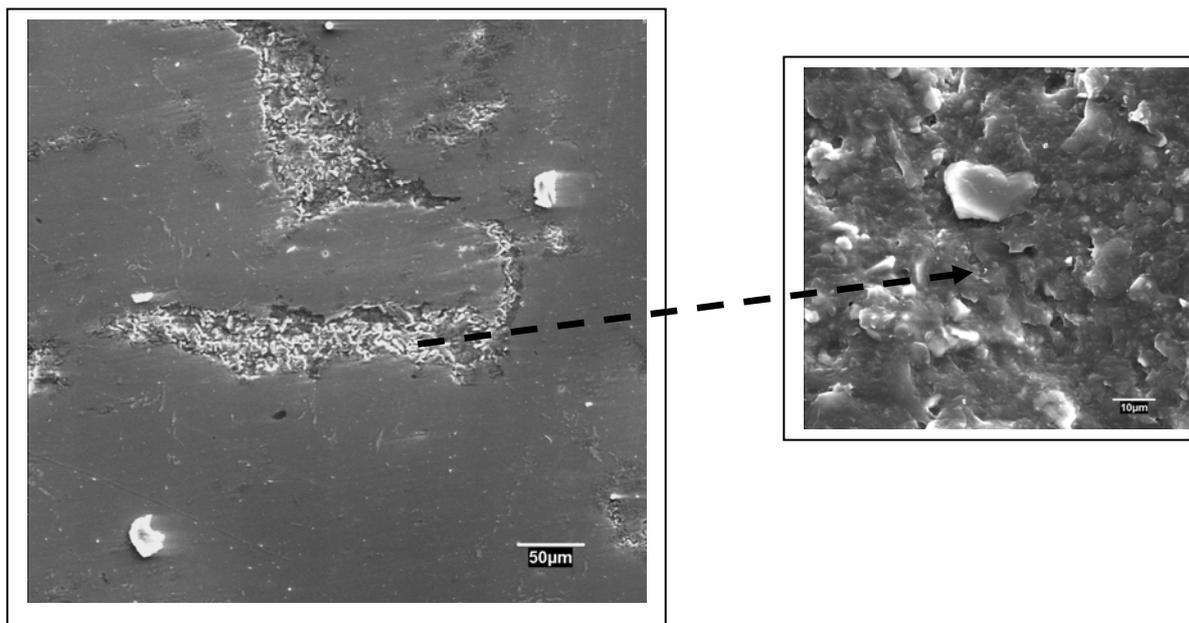


Figure III-22. Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alliage HF Al-4wt.%(α -Al₂O₃)

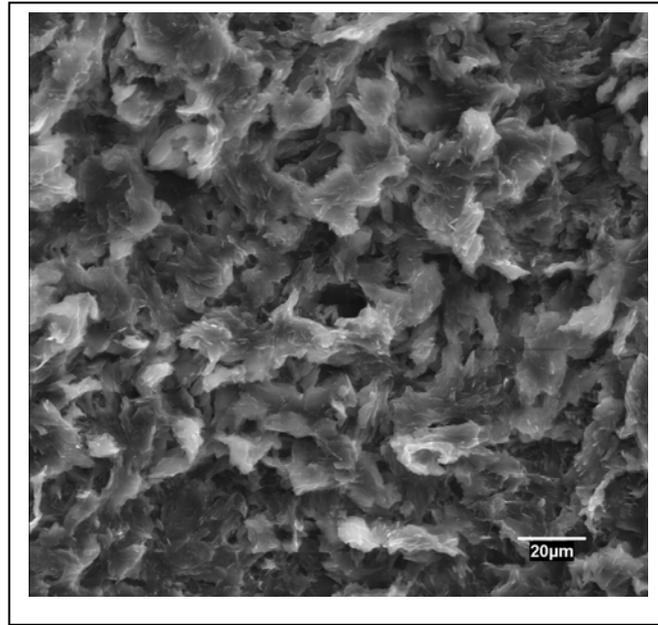


Figure III-23. Micrographie MEB de morphologie de microstructure de l'alliages HF Al-16wt.%(α -Al₂O₃)

Pour la micrographie MEB de morphologie de microstructure De l'alliages HF Al-16wt.%(α -Al₂O₃) (Fig. III-23), on observe une distribution uniforme de grains clairs et denses de la phase α -Al₂O₃ d'alumine dans la matrice aluminium. L'analyse DRX de ce même alliage a donné une microstructure biphasée se composant d'un mélange équiproportionnelle (% α -Al₂O₃ = 51) de solution solide CFC Al et la phase rhomboédrique α -Al₂O₃.

Pour l'analyse EDAX, les spectres enregistrés pour l'alumine Al₂O₃ et l'aluminium pur de fusion HF sont pris comme référence. On observe que la composition chimique de l'alumine (Fig. III-24 a) se compose seulement des constituants de base l'aluminium Al et l'oxygène O. Pour Al pur (HF) (Fig. III-24 b), le pic Al est bien diffracté avec des traces d'impuretés en proportions négligeables provenant de la poudre de base. Les spectres EDAX des alliages Al-2%wt.Al₂O₃, et Al-4%wt.Al₂O₃ sont représentés dans la figure III-25.

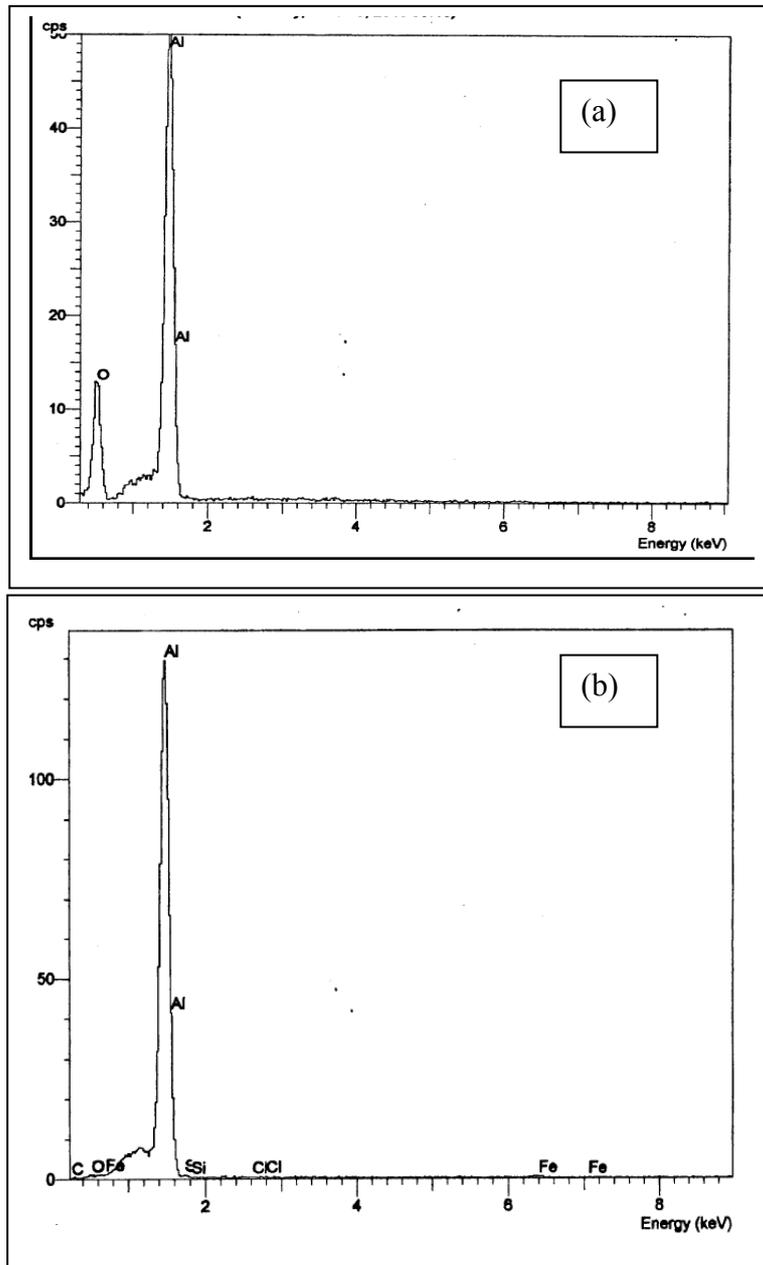


Figure III-24. Spectres EDAX (a) alumine Al_2O_3 , (b) aluminium pur HF

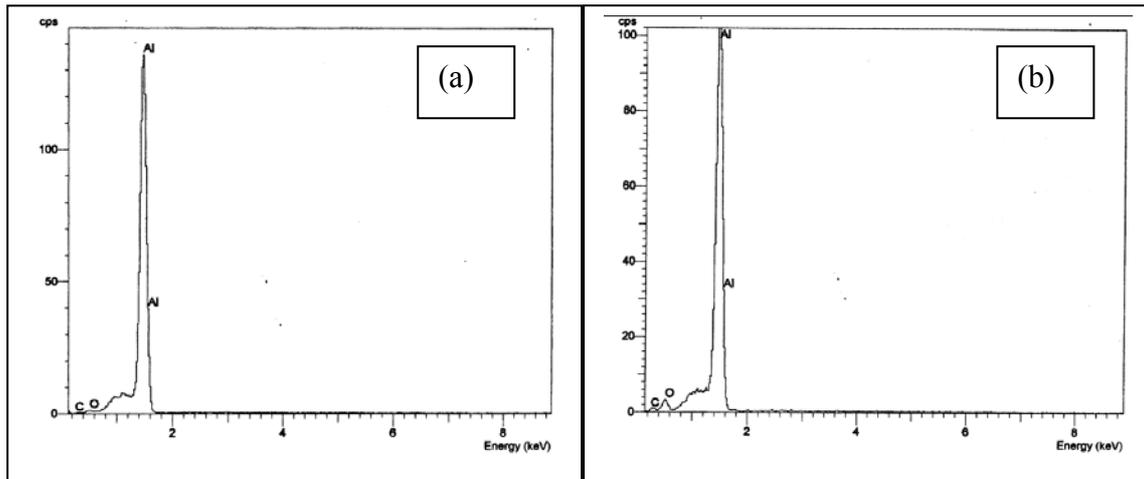


Figure III-25. Spectres EDAX : (a) Al-2%wt. Al_2O_3 , (b) Al-4%wt. Al_2O_3

Les résultats de l'analyse quantitative EDAX des différents constituants d'éléments chimiques des phases dans les échantillons d'alliages HF Al- Al_2O_3 sont résumés dans le tableau III-3. (L'incertitude sur les mesures est de $\pm 1\%$ atomique) :

<i>Echantillon</i>	<i>Analyse EDAX</i>									
	Teneur: wt. %					Teneur: at. %				
Al pur	Al	O	Si	Fe	Cl	Al	O	Si	Fe	Cl
	96.98	2	---	1.02	---	96.17	3.34	---	0.49	---
Al-2wt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)	96.79	3.21	---	---	---	94.70	5.30	---	---	---
Al-4wt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)	88.18	11.82	---	---	---	81.56	18.44	---	---	---
Al-16wt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)	39.83	44.75	9.15	1.93	4.33	31.04	58.81	6.85	0.73	2.57
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ commercial	57.13	42.87	---	---	---	44.14	55.86	---	---	---

Tableau III-3 : Compositions chimiques EDAX des échantillons étudiés.

Les résultats de mesures EDAX montre une différence de composition chimique entre les alliages Al-Xwt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). Des impuretés telles que le Silicium (Si), le Fer (Fe) et le chlore (Cl) sont détectés en faibles proportions dans ces alliages. Ces impuretés d'éléments chimiques peuvent provenir des poudres de l'aluminium et l'alumine qui on a utilisé comme une matière de base.

III.3.6. Paramètres cristallins de l'aluminium

Nous avons calculé les valeurs des paramètres cristallins de l'aluminium en solution solide dans les alliages Al-0 à 16wt.%(α -Al₂O₃) élaborés par fusion à induction HF. Les résultats obtenus à partir des spectres des diffractions des rayons X des alliages à solution solide CFC Al ont permis de faire une approche de la variation des paramètres cristallins de l'aluminium [48].

Le paramètre cristallin a_{Al} de l'aluminium est mesuré à partir des données cristallographiques de la ligne du pic (hkl)Al le plus intense.

Les lignes de pic des raies de diffraction (111)Al et (200)Al dont les positions angulaires standards 2θ localisées respectivement à 38,472° et 44,738° [55] sont observée comme étant les pics les plus intenses dans les spectres DRX des alliages de fusion HF où :

Pour l'aluminium pur, $2\theta_{111} = 38,92^\circ$

Pour l'alliage Al-2wt.%(α -Al₂O₃), $2\theta_{200} = 44,73^\circ$

Pour l'alliage Al-4wt.%(α -Al₂O₃), $2\theta_{200} = 44,81^\circ$

Pour l'alliage Al-16wt.%(α -Al₂O₃), $2\theta_{111} = 38,27^\circ$

Pour l'alliage Al-40wt.%(α -Al₂O₃), $2\theta_{111} = 38,65^\circ$

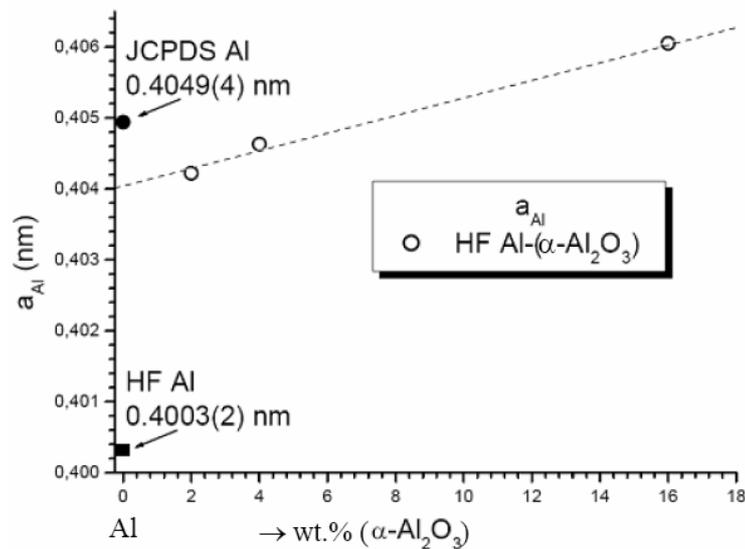


Figure III-26. Evolution du paramètre cristallin a_{Al} dans les alliages.

La figure III-26 montre l'évolution du paramètre cristallin de maille a_{Al} du réseau CFC Al en fonction de la teneur en alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dans les alliages de fusion HF Al-($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$).

On observe une augmentation linéaire du paramètre cristallin a_{Al} en fonction de la teneur en alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dans les alliages Al-($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$). Selon la loi de Végrad, le réseau d'atomes CFC aluminium dont le volume de maille est de $0,0664 \text{ nm}^3$ est renforcé par des particules fines de la phase Rhomboédrique d'alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ avec une valeur supérieure de volume de maille de 0.101 nm^3 . Cet effet observé est dû essentiellement à une combinaison des effets de solution solide et de la différence de taille entre le solvant, la matrice CFC de la phase aluminium et le soluté, les particules fines de la phase Rhomboédrique d'alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Cette évolution croissante du paramètre de maille a_{Al} de l'aluminium dans les alliages Al-($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) montre que la maille CFC de l'aluminium subit une dilatation sous forme d'augmentation de volume sous des effets conditionnels de fusion à haute fréquence et la différence de taille de maille entre la matrice d'aluminium et l'élément d'addition l'alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Les paramètres cristallins de la maille Rhomboédrique du système trigonal ($a = b \neq c$) de la phase alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ peuvent être extrapolés à partir des deux pics (113)($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) et (116)($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) correspondant aux diffractions angulaires $2\theta = 43.27^\circ$ et $2\theta = 57.37^\circ$ avec les intensités relatives les plus élevées de 31 et 36 respectivement dans l'alliage de fusion HF de composition nominale Al-16wt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) qui présente un taux maximum d'orientation préférentielle en $\% (\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3) = 51$.

Les paramètres cristallins déduits sont estimés à environ $0.47650 (9) \text{ nm}$ pour $a = b$ et $1.30181 (3) \text{ nm}$ pour c avec un volume de maille d'environ 0.256 nm^3 en bon accord avec la littérature qui sont $a = b = 0.47587 (1) \text{ nm}$ et $c = 1.29929 (3) \text{ nm}$ avec un volume de maille de 0.255 nm^3 [25].

III-5. Conclusion

La recherche préliminaire de toutes les phases susceptibles de se développer dans les alliages Al-Al₂O₃ à partir des fiches ASTM associée a permis d'identifier par des analyses de diffraction de rayons X (DRX) et observations optiques la microstructure et donner son évolution dans les alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃) en fonction de la teneur en alumine α -Al₂O₃.

En comparaison avec l'aluminium pur de fusion HF l'alumine commerciale α -Al₂O₃ à l'état massif, dans les alliages de fusion HF Al-Xwt.%(α -Al₂O₃), pour X = 2 et 4, la microstructure est monophasé de solution solide CFC Al, par contre pour X = 16 et 40, la microstructure est biphasée de mélange de solution solide CFC Al et la phase Rhomboédrique alumine α -Al₂O₃. On a détectée une seule phase inconnue dans l'alliage.

La phase Rhomboédrique alumine α -Al₂O₃ apparaît dans l'alliage de composition Al-4wt.%(α -Al₂O₃) en tant que traces de phases α -Al₂O₃ dispersées dans la matrice d'aluminium avec une représentation d'orientation préférentielle %(α -Al₂O₃) de l'ordre de 10%. Dans Al-16wt.%(α -Al₂O₃) et Al-40wt.%(α -Al₂O₃), elle s'est développée atteignant respectivement les 51% et 40%.

L'observation optique des alliages HF Al-Xwt.%(α -Al₂O₃) à l'état brut révèle que la texture de surface est homogène avec distribution régulière de grains denses et équiaxes.

L'analyse combinée MEB/EDAX a permis d'observer l'évolution morphologique des échantillons étudiés en fonction de la teneur α -Al₂O₃, on observe une distribution régulière des grains de la phase α -Al₂O₃ d'alumine de couleur plus claire que celle de la matrice aluminium. Des impuretés telles que Si, Fe, Cl,... sont détectés en faibles proportions dans ces alliages. Ces impuretés d'éléments chimiques peuvent provenir des poudres de l'aluminium et l'alumine qui ont été utilisé comme matières de base dans l'élaboration.

L'évolution croissante du paramètre de maille a_{Al} dans les alliages Al-(α -Al₂O₃).montre que la maille CFC Al subit une dilatation sous forme d'augmentation de volume sous les effets de solidification rapide.

CHAPITRE IV

LA MICRODURETE DES ALLIAGES (HF)

Al-Al₂O₃

CHAPITRE IV

LA MICRODURETE DES ALLIAGES (HF) Al-Al₂O₃

IV-1. Introduction

La dureté d'un matériau solide est sa capacité à résister de manière élastique à une contrainte provoquant une rayure, abrasion par pénétration d'un poinçon. On la détermine au moyen d'essais normalisés (Brinell, Meyer, Vickers, Rockwell) en mesurant la profondeur et/ou les dimensions de l'empreinte laissée par un pénétrateur rigide fonction de l'essai normalisé utilisé.

L'étude expérimentale des propriétés mécaniques, telles que la dureté, des alliages Al-(α -Al₂O₃) peut contribuer à l'amélioration de leurs caractéristiques pour une large utilisation industrielle. Nous avons étudié la microdureté par microindentation Vickers des alliages Al-(α -Al₂O₃) élaborés par fusion HF.

IV-2. Généralités sur les tests de dureté

IV-2.1. Essais normalisés de dureté des matériaux solides

L'objectif de l'essai de dureté est la détermination de la résistance d'un corps solide contre l'intrusion d'un indenteur rigide. Il existe plusieurs types d'essai de dureté.

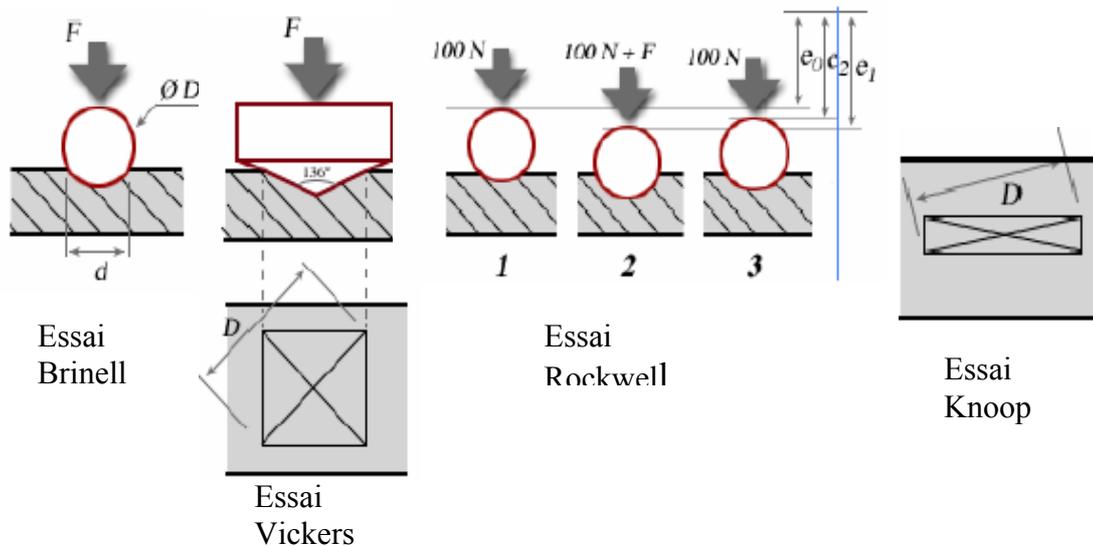


Figure. IV-1. Différentes géométries standardisées pour les 4 essais normalisés de dureté.

Les quatre techniques les plus répandues (Fig. IV-1) sont la mesure de dureté selon :

- 1- Brinell,
- 2- selon Vickers,
- 3- selon Rockwell
- 4- et Knoop.

Le point commun entre ces 4 types de mesures de dureté (Fig. IV-1) des matériaux solides est que le pénétrateur rigide de géométrie bien définie, fonction de l'essai utilisé, et qui est enfoncé dans le matériau à tester est pour :

- 1- Brinell: une sphère,
- 2- Vickers: une pyramide de base quadratique avec angle d'ouverture de 136° ,
- 3- Rockwell: type B: une sphère (balle), type C: un cône avec angle d'ouverture 120° ,
- 4- et Knoop: une pyramidale à base rectangulaire avec un angle de 170° entre deux faces opposées et 130° pour les deux autres faces.

IV-2.2. Les principes de l'indentation

L'indentation est une méthode de mesure des propriétés mécaniques des matériaux solides. Elle consiste à appliquer par l'intermédiaire d'un pénétrateur rigide sur la surface d'un matériau, en général plane, un cycle charge-décharge localisé, du à l'application et retrait du pénétrateur rigide, et d'observer sa réponse, à la fois plastique et élastique [56]. (Indentation instrumentée ou nanoindentation).

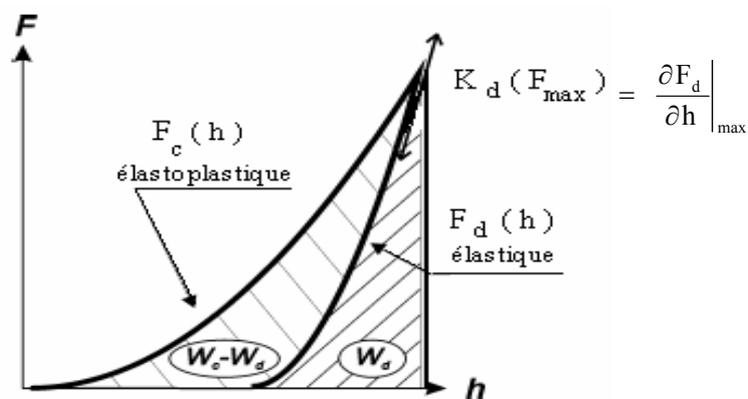


Figure. IV-2. Cycle charge-décharge dans la nanoindentation Vickers

Sous l'effet d'une charge, le pénétrateur indéformable laisse dans le matériau à tester une empreinte de forme géométrique fonction de l'essai normalisé utilisé. On mesure les dimensions de l'empreinte, généralement par microscopie (Fig. IV-3), et on en déduit le nombre dureté Vickers.

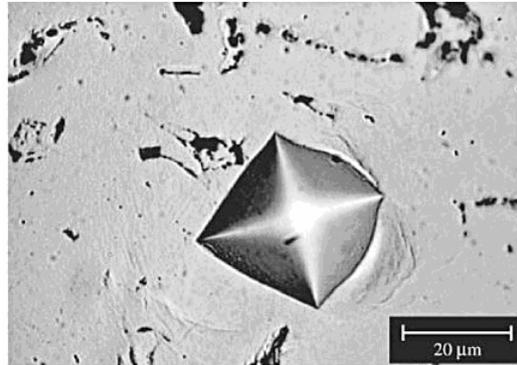


Figure IV-3. Image d'une empreinte Vickers sur une surface d'aluminium avec une charge de 255 mN [51].

Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante afin que la pénétration ne déforme pas le matériau (Fig IV-4). Il faut une épaisseur d'au moins huit fois la profondeur h de l'empreinte.

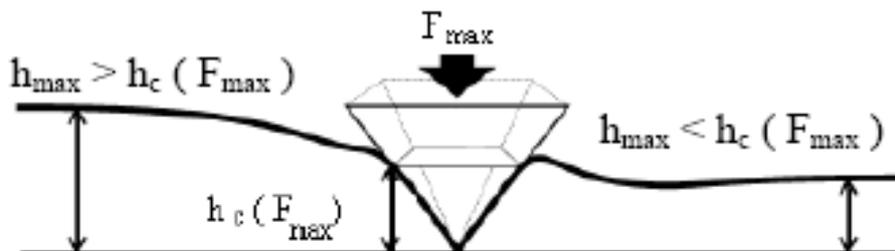


Figure. IV-4. Influence du comportement plastique sur la profondeur moyenne de contact h_c .

IV-2.3. Principe de mesure de dureté

L'essai de dureté peut donc servir de méthode de qualification rapide et approximative des caractéristiques mécaniques d'un matériau solide. Le principe de mesure de dureté est basé sur le principe d'une pression, soit l'application d'une force F , appelée charge, sur la surface plane S , appelée surface de contact, d'un échantillon. Le retrait de l'indenteur

(Pénétrateur rigide) laisse une empreinte dont la profondeur est fonction de la réaction du matériau testé.

La dureté mécanique est définie comme étant :

$$H = F / S \quad (IV-1)$$

IV-3. Dureté Vickers

IV-3.1. Description de la dureté Vickers

La dureté Vickers a été conçue dans les années 1920 par les ingénieurs de la société Vickers en Angleterre. La dureté Vickers est caractérisée par la mesure des dimensions l'empreinte laissée par un indenteur rigide sous une charge donnée durant 10 à 15 secondes. la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope [58,59]. L'indenteur rigide est formé d'une pyramide en diamant à base carrée dont les faces opposées font un angle de 136° (Fig. IV-5).

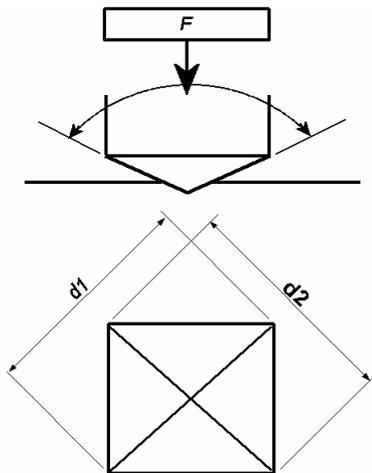


Figure IV-5. Schéma de principe de base de l'indentation Vickers.

La méthode de contrôle de dureté selon Vickers possède deux avantages significatifs présentés par aucune autre méthode d'essai :

- 1- Une valeur de dureté obtenue pour des matériaux homogènes indépendamment de la force appliquée.
- 2- On peut, avec la même échelle, réaliser des essais de dureté continus sur des matériaux qui atteignent même une dureté extrême.

IV-3.2. Définition de la dureté Vickers

Généralement, la dureté Vickers, H_v , est définie comme étant la pression de contact de la surface de projection de l'empreinte laissée par l'indenteur sous une charge P (Eq. IV-1). *ISO 6507-1* [60] définit la valeur de la dureté Vickers H_v comme étant (Eq. IV-2) :

$$H_v = 0.102 \frac{2P \sin\left(\frac{2\alpha}{2}\right)}{d^2} \quad (\text{IV-2})$$

Où P est la charge d'application, $d = (d_1 + d_2)/2$ est la moyenne des 2 diagonales de la surface carrée résiduelle, $2\alpha = 136^\circ$ est l'angle au sommet de l'indenteur en diamant.

Cet essai qui a été développé initialement aux matériaux métalliques, est appliqué aux matériaux céramiques qui nécessitent de très faibles charges. La profondeur de pénétration est $h = d/7$ (Fig. IV-6) et H_v est calculée à l'aide de la formule déduite IV-3 :

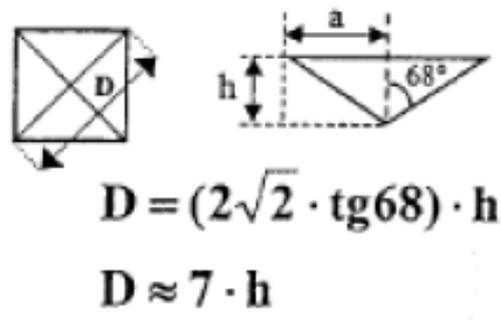


Figure IV-6. Géométrie de l'indentation Vickers.

$$H_v \text{ (MPa)} = 1.854 \times 10^6 \frac{P \text{ (Kgf)}}{d^2 \text{ (\mu m}^2\text{)}} \quad (\text{IV-3})$$

IV-3.3. Procédure expérimentale de test de microdureté Vickers

L'appareil que nous avons utilisé dans les tests de mesure de microdureté Vickers des alliages $\text{Al}(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ élaborés par fusion HF est un microduromètre Vickers de type Zwick/ZHV 10 piloté par ordinateur (fig IV-7).



Figure. IV-7. Photo de l'ensemble microduromètre Vickers et PC.

Le microduromètre Vickers Zwick/ZHV10 est particulièrement approprié à la détermination, sous faible charge, de la microdureté Vickers. Il permet l'application de charge entre 0,2 kgf (200 g) et 100 kgf avec des objectifs d'observation optique interchangeables d'agrandissements $\times 200$, $\times 400$ et $\times 600$.

Sur l'appareil analogique, la valeur de la microdureté est exploitée à l'aide de tables de nombres de microdureté Vickers. Mais le microduromètre Vickers Zwick/ZHV10 que nous avons utilisé est piloté par ordinateur, une version exploitant le logiciel d'essais testXpert, qui se distingue par une grande convivialité et son adaptabilité aux conditions d'essais les plus diverses où l'empreinte laissée sur la surface plane de l'échantillon testé est visualisée directement sur l'écran avec ses dimensions réelles et exploitée automatiquement. Un programme Maître permet de calculer le nombre de microdureté Vickers [61].

IV-3.4. Procédure de mesure de microdureté Vickers

L'échantillon préparé par polissage est posé sur une table et fixé par une pâte à modeler pour assurer un meilleur parallélisme et éviter toutes vibrations. Et la charge est appliquée pendant un temps constant de 10 secondes [62].

L'appareil est équipé d'objectifs optiques d'agrandissements d'image projetée de l'empreinte de $\times 200$, $\times 400$ et $\times 600$ qui permettent d'obtenir l'image de telle que l'on peut choisir exactement la zone où on veut indenter. Ces objectifs permettent aussi de cadrer l'image de l'empreinte afin de mesurer ses 2 diagonales et aussi les fissures qui accompagnent l'empreinte.

La figure IV-8 montre comment on procède à une approche lente de l'empreinte jusqu'à s'assurer que les bords touchent les deux barres qui sont des repères. Ces repères indiquent justement les valeurs des 2 diagonales.

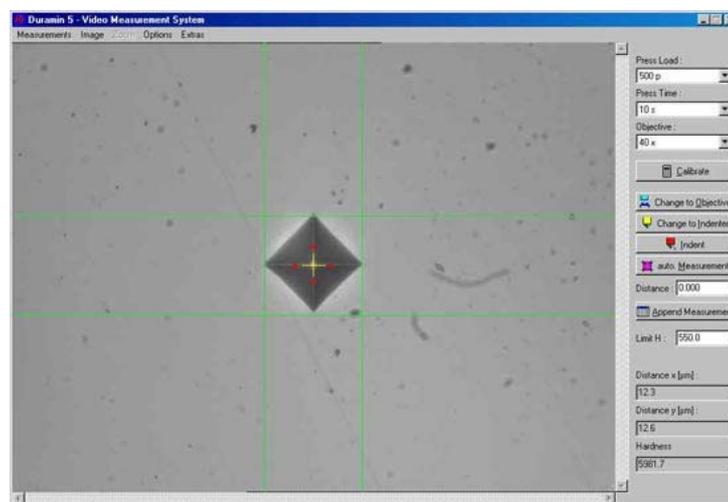


Figure IV-8. Représentation graphique d'un résultat d'essai de test de microdureté Vickers.

L'appareil est relié à un ordinateur muni d'un logiciel qui permet de calculer le nombre de microdureté Vickers après avoir mesuré les diagonales des empreintes. Nous pouvons également prendre des photos d'images projetées d'empreintes à partir du même logiciel après les avoir soumises à tous les réglages nécessaires du point de vue d'agrandissements, luminosité, contraste et mêmes couleurs.

IV-3.5. Mesures de microdureté des alliages Al-Al₂O₃

Les mesures à partir des tests de microdureté Vickers des alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃) ont été effectuées avec une charge constante de 200 g pour une application d'une durée de 10 secondes.

La figure IV-9 montre l'image projetée de l'empreinte laissée après retrait de l'indenteur Vickers sur la surface plane et bien polie de l'aluminium pur de fusion HF.

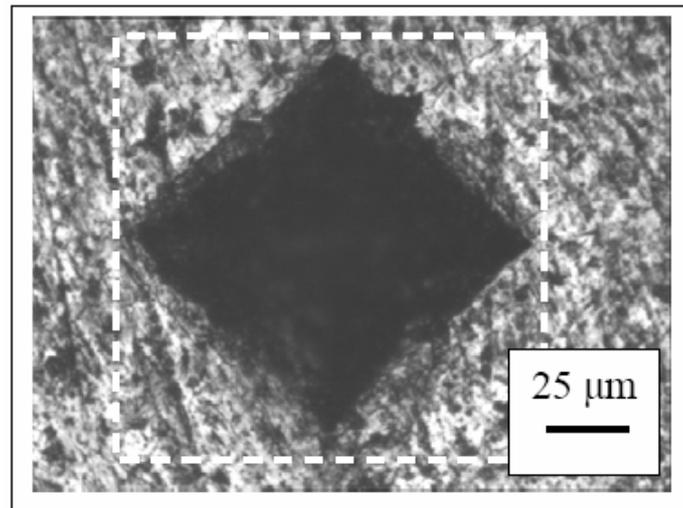


Figure IV-9. Image d'empreinte d'indentation Vickers faite sous la charge 200g (0.2 kgf) sur l'aluminium pur de fusion HF.

Le grossissement optique utilisé était $\times 400$ sur l'image de l'empreinte Vickers sur l'aluminium pur de fusion HF. La moyenne, $d = (d_1 + d_2) / 2$, des longueurs réelles des 2 diagonales apparentes sur l'image de l'empreinte est de l'ordre de $137 \mu\text{m}$, ce qui donnerait d'après la formule IV-2 une valeur du nombre de microdureté Vickers de l'ordre de 19,5 MPa

Pour approcher la valeur réelle du nombre de microdureté Vickers, nous avons réalisé 2 à 3 indentations sur le même échantillon et la valeur moyenne des mesures représentera la microdureté Vickers du matériau testé.

Al pur de fusion HF				
N° d'essai	1		2	
$d_{(1,2)} (\mu\text{m})$	137,9	136,3	139,6	134,2
$d (\mu\text{m})$	137,1		136,9	
$H_{v(1,2)} (\text{MPa})$	19,7		19,8	
$H_v (\text{MPa})$	~20			

Tableau IV-1. Mesures du nombre de microdureté Vickers de l'aluminium pur de fusion HF sous une charge de 200 g (0,2 kgf).

Le tableau IV-1 regroupe les différentes mesures et calculs concernant la microdureté Vickers sous une charge de 200 g (0,2 kgf) de l'aluminium pur de fusion HF.

La figure IV-10 montre l'image projetée des empreintes Vickers avec Le grossissement optique utilisée de $\times 400$ sur l'image pour les matériaux de fusion HF, l'aluminium pur (IV-10a) et l'alliage Al-40wt.%(α -Al₂O₃) (IV-10b), sous la charge 200 g (0,2 kgf).

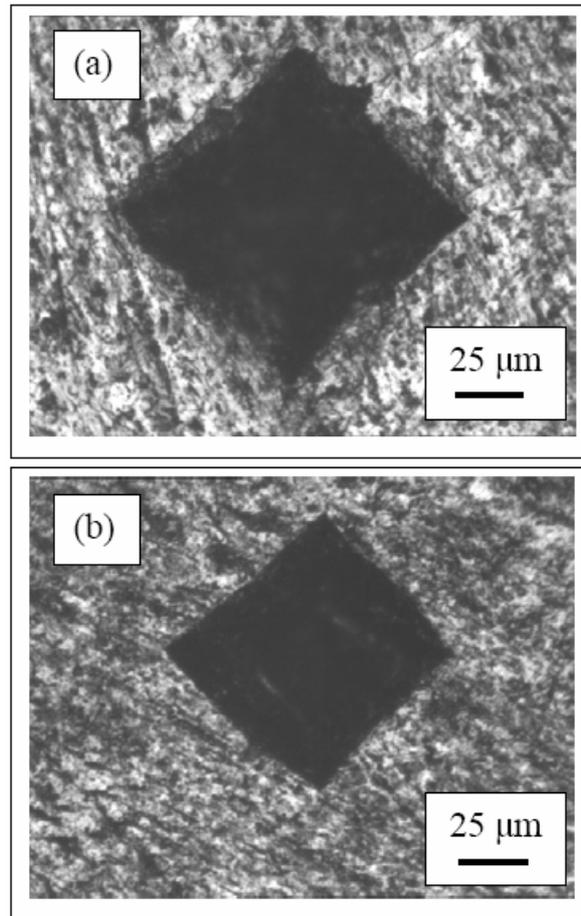


Figure IV-10. Images d'empreintes d'indentation Vickers sous charge 200g (0.2 kgf), (a) Al pur et (b) Al-40wt.%(α -Al₂O₃).

On observe sur la figure IV-10 que les empreintes Vickers réalisées sous la même charge 200 g (0,2 kgf) sont différentes pour les 2 matériaux de compositions différentes. L'empreinte Vickers sur l'aluminium pur est plus large que celle réalisée sur l'alliage Al-40 wt.%(α -Al₂O₃), Ce qui veut dire, d'après la formule IV-2 de mesure du nombre de microdureté Vickers, que la microdureté de l'alliage (HF) Al-40 wt.%(α -Al₂O₃) est plus grande que celle de l'aluminium pur de fusion HF.

Les valeurs moyennes des diagonales extrapolées sur les empreintes Vickers de la figure IV-10 sont de l'ordre de 137 μm et 113 μm ce qui donnerait respectivement des nombres de microdureté Vickers de l'ordre de 20 MPa et 29 MPa pour les matériaux de fusion HF élaborés dans les mêmes conditions, l'aluminium pur et l'alliage Al-40 wt.%(α - Al_2O_3). Ce-ci peut signifier que l'alumine α - Al_2O_3 contribue au durcissement de l'aluminium pur par augmentation sa dureté (~ 1.5 fois).

Echantillon (HF)	Al pure état brut		Al-40 wt.%(α - Al_2O_3) état brut	
	1	2	1	2
Essai				
d_1 (μm)	137,9	139,6	115,9	116,6
d_2 (μm)	136,3	134,2	111,9	108,5
d (μm)	137,1	136,9	113,9	112,6
H_v (MPa)	19,7	19,8	28,6	29,3
Moyenne H_v (MPa)	~20		~29	

Tableau IV-2. Valeurs des microdureté Vickers de l'aluminium pur et l'alliage Al-40 wt.%(α - Al_2O_3) sous une charge de 200 g (0,2 kgf).

Le tableau IV-2 rassemble les mesures concernant les nombres de microdureté Vickers de matériaux de fusion HF, l'aluminium pur et l'alliage à base d'aluminium Al-40 wt.%(α - Al_2O_3).

IV-3.6. Evolution de la microdureté dans les alliages Al- Al_2O_3

La figure IV-11 montre l'évolution du nombre de microdureté Vickers mesuré sous une charge de 200 g (0,2 kgf) pour les différents alliages de fusion HF Al-Xwt.% (α - Al_2O_3) à l'état brut en fonction de la teneur en α - Al_2O_3 dans les alliages avec X = 0, 2, 4, 16 et 40.

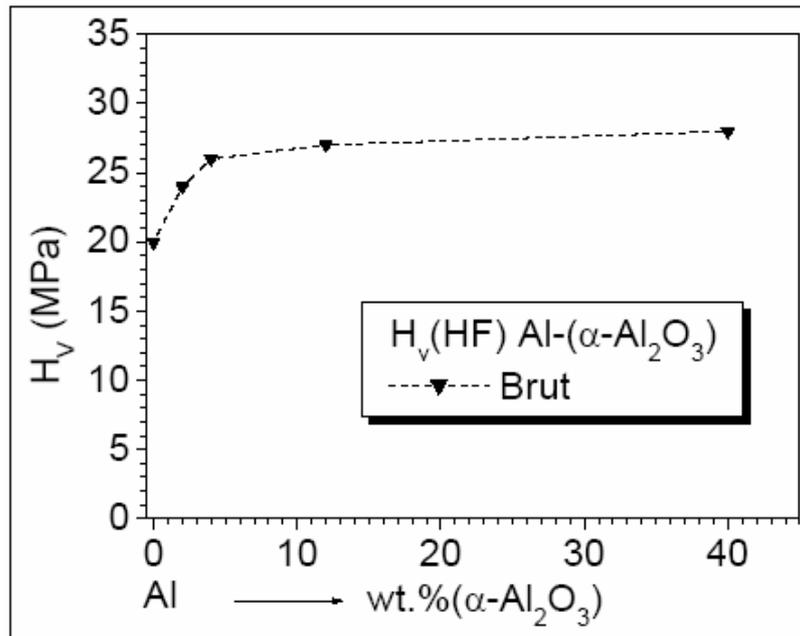


Figure IV-11. Evolution de la microdureté Vickers sous charge 200g (0.2 kgf) dans les alliages Al-0 à 40wt.%(α -Al₂O₃) en fonction de l'alumine (α -Al₂O₃).

La microdureté Vickers a été employée pour déterminer la dureté intrinsèque des alliages élaborés par fusion (HF) où on peut constater, d'après la courbe expérimentale d'évolution de la microdureté obtenue, que celle-ci augmente avec la composition en alumine (α -Al₂O₃).

L'addition de l'alumine (α -Al₂O₃) à l'aluminium pur a renforcé les propriétés mécaniques de celui-ci d'où l'utilisation des alliages Al-(α -Al₂O₃) comme structures légères et solides dans différentes applications industrielles et plus particulièrement l'aéronautique et l'automobile.

Il a été observé un comportement semblable dans des matrices en aluminium renforcées par l'alumine, où la valeur de microdureté Vickers augmente légèrement avec les additions de particules d'alumine [63,64]. La même observation a été faite avec les alliages binaires en films minces à base d'aluminium avec les métaux de transition déposés par pulvérisation cathodique magnétron radiofréquence où les éléments d'addition augmentent la microdureté de l'aluminium atteignant des maximums [65,66].

Le phénomène de durcissement mécanique observé dans les alliages de fusion HF Al-0 à 40wt.%(α -Al₂O₃) est dû à une insertion totale des particules fines de l'alumine (α -Al₂O₃) dans la matrice aluminium.

IV-4. Conclusion

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur. Le principe de mesure de dureté est basé sur le principe d'une pression. L'application d'une force sur une surface plane laisse une empreinte dont la profondeur et les dimensions sont fonction de la réaction du matériau testé.

Les mesures de nombre microdureté des alliages à base d'aluminium de fusion HF Al-0 à 40wt.%(α -Al₂O₃) ont été effectuées par un indenteur Vickers sous charge constante de 200g (0.2 kgf) et ont permis de déterminer les variations de celle-ci en fonction de la teneur en alumine (α -Al₂O₃) dans les alliages. On a observé que la microdureté Vickers augmente avec la composition en alumine (α -Al₂O₃). L'addition de l'alumine (α -Al₂O₃) renforce les propriétés mécaniques de l'aluminium.

CHAPITRE V

ETUDE A L'ETAT TRAITÉ DES ALLIAGES (HF)

Al-Al₂O₃

CHAPITRE V

ETUDE A L'ETAT TRAITÉ DES ALLIAGES (HF) Al-Al₂O₃

V-1. Introduction

Les traitements thermiques d'homogénéisation, de restauration, ou de recristallisation sont utilisés pour améliorer les caractéristiques microstructurales et physico-chimiques générales des matériaux solides. Cependant, ils n'ont pas comme seul but d'agir seulement sur certaines propriétés spécifiques du matériau traité thermiquement telles que : la microstructure cristalline (identification de phases présentes) et/ou au niveau de sa résistance mécanique (mesures de dureté), ils sont susceptibles d'influencer un grand nombre d'autres propriétés caractéristiques qui, parfois sont très importantes pour une large utilisation industrielle de ces matériaux solides telles que : l'aptitude à la transformation à chaud ou à froid, la résistance à la corrosion, à la fatigue, au fluage, l'aptitude à l'oxydation anodique, la conductivité électrique, thermique,...

V-2. Description du traitement thermique

Pour opérer des modifications dans ces alliages solides par des changements dans les microstructures cristallines par des transformations de phases, et ainsi modifier les caractéristiques mécaniques du matériau par des changements dans les microduretés: on a effectué des traitements thermiques, un cycle chauffage-refroidissement, dans un four de type «Thermolyne 21100 Tube Furnace» (Fig. V-1) sous argon à 1atm à 500°C pour 1heure sur chacun des alliages de fusion HF Al-Xwt.%(α -Al₂O₃) avec X = 2, 4, 16 et 40.



Figure V-1. Four de traitement thermique.

V-3. Microstructures et microduretés des alliages (HF) Al-Al₂O₃

V-3.1. Analyse de microstructure

L'évolution microstructurale et les paramètres microstructuraux caractéristiques à l'état traité thermiquement des alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃), ont été étudiés par analyse DRX et observations optiques. Le dépouillement des spectres DRX à l'état traité à 500°C des alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃) a été faite à l'aide des fiches ASTM (JCPDS ICDD 1997) de toutes les phases possibles susceptibles d'apparaître dans ce type d'alliages. L'indexation des spectres de diffraction des rayons X, les lignes de pics (hkl) phase des diffractogrammes DRX, à l'état traité des alliages a été faite pour les phases solution solide CFC Al et alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃, les 2 phases susceptibles d'apparaître dans le système d'alliages Al-(α -Al₂O₃).

Plan hkl	Intensité Relative	FCC Al [55] a = 0.4049 (nm)		Rhomboédrique α -Al ₂ O ₃ [25] a = 0.47587 (nm) c = 1.29929 (nm)	
		2 θ°		2 θ°	
		Mes.	Calc.	Mes..	Calc.
(012) α	2	-	-	25.59	25.578
(104) α	3	-	-	35.17	35.152
(111)Al	100	38.49	38.472	-	-
(113) α	2	-	-	43.35	43.355
(200)Al	3	44.71	44.738	-	-
(024) α				52,57	52,549
(116) α	3			57.49	57.496
(220)Al	3	65.09	65.133		
(214) α				65,09	66,519
(300) α				68,23	68,212
(311)Al	3	78.33	78.227	-	-
(222)Al	6	82.43	82.43		
%(α -Al ₂ O ₃)		8			

Tableau V-1. Données cristallographiques de DRX mesurées et calculées pour l'alliage de fusion HF Al-2wt.%(α -Al₂O₃) à l'état traité.

Le tableau V-1 rassemble les caractéristiques DRX de l'alliage de fusion HF Al-2wt.%(α -Al₂O₃) comparées aux données standards DRX des 2 phases Al [55] et α -Al₂O₃ [25].

La figures V-2 montre les diagrammes de DRX à l'état traité de l'alliage de fusion HF de composition Al-2wt.%(α -Al₂O₃) et l'aluminium pur de fusion HF à l'état brut. On observe une microstructure biphasée, un mélange des 2 phases qui sont identifiées comme étant la solution solide CFC Al et la phase alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃. Par contre, pour l'alliage de fusion HF de composition Al-2wt.%(α -Al₂O₃) à l'état brut (Fig. III-5), la microstructure était monophasée de solution solide CFC Al. Donc le traitement thermique monocycle à une température constante de 500°C pendant 1 heure a créé une réaction de transition de phases par recristallisation qui a conduit au développement de la phase alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ dans cette composition d'alliage HF Al-2wt.%(α -Al₂O₃).

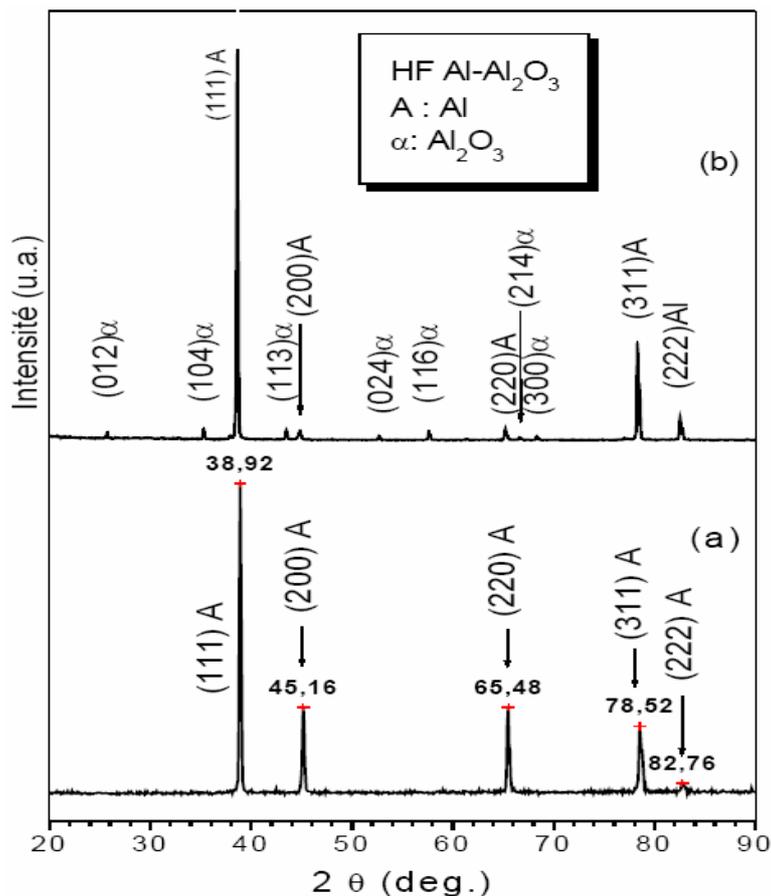


Figure V-2. Spectres DRX de fusion HF, (a) état brut de Al pur.et (b) état traité de l'alliage Al-2wt.%Al₂O₃.

La phase alumine Rhomboédrique $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ apparaît dans le spectre DRX en tant que traces dont la représentation d'orientation préférentielle $\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ des lignes de pics (hkl) Al_2O_3 dans l'alliage Al-2wt. $\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$, calculée à partir de l'équation III-4, est de l'ordre de 8%. La ligne de pic le plus intense du spectre de DRX est située à la position angulaire $2\theta = 38.49^\circ$ correspondant au pic de la raie caractéristique (111)Al.

La figure V-3 montre les spectres DRX pour les compositions à l'état traité des alliages Al-Xwt. $\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ pour X = 4, 16 et 40 avec les indexations des lignes de pics (hkl) de diffraction à partir des caractéristiques cristallographiques de toutes les phases connues, la phase CFC Al et les phases d'alumine alpha $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, gamma $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, éta $\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$, thêta $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, delta $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, kappa $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ et chi $\chi\text{-Al}_2\text{O}_3$ susceptibles d'apparaître à partir des transformations de phases de recristallisation ou diffusion suite aux traitements thermiques.

Dans l'alliage de fusion HF de composition Al-4 wt. $\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ à l'état traités (Fig. V-3a), où la phase alumine Rhomboédrique $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ s'est développée, l'on observe bien sa diffraction dans le spectre DRX. L'indexation des lignes de pics (hkl) du diffractogramme donne une microstructure biphasée qui se compose d'un mélange de la phase solution solide CFC Al et la phase alumine Rhomboédrique $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ où cette dernière se présente avec une orientation préférentielle $\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ de 21% par contre à l'état brut l'orientation préférentielle $\%(\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3)$ était de 10%. Le pic le plus intense est détecté à la position angulaire $2\theta = 78.23^\circ$ et correspond à la raie caractéristique (311)Al.

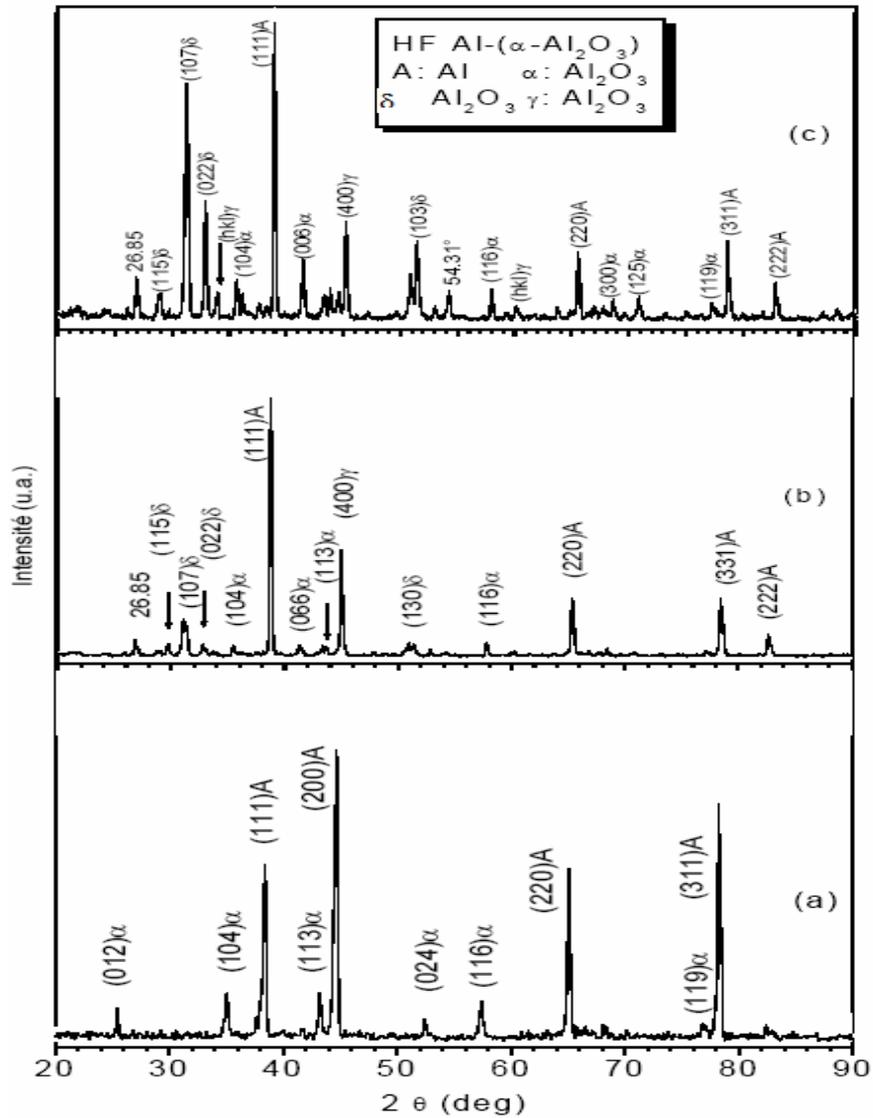


Figure V-3. Spectres DRX à l'état traité thermiquement des alliages de fusion HF (a, b et c) Al-4, 16 et 40wt.%(α - Al_2O_3).

En ce qui concerne les alliages de compositions 16 et 40wt%(α - Al_2O_3), sur les diffractogrammes de spectres (b) et (c) donnés dans la figure V-3, on observe l'apparition des nouvelles phases connues d'alumine γ - Al_2O_3 et δ - Al_2O_3 correspondants bien à des transformations de phases de l'alumine de transition.

L'observation de cette transformation de phases alumine de transition par recristallisation ou diffusion sous l'action de la chaleur, est interprétée par le fait que l'alumine suit une série de transformations polymorphiques. La figure V-4 montre les spectres de diffraction des rayons X des phases d'alumine de transition [67].

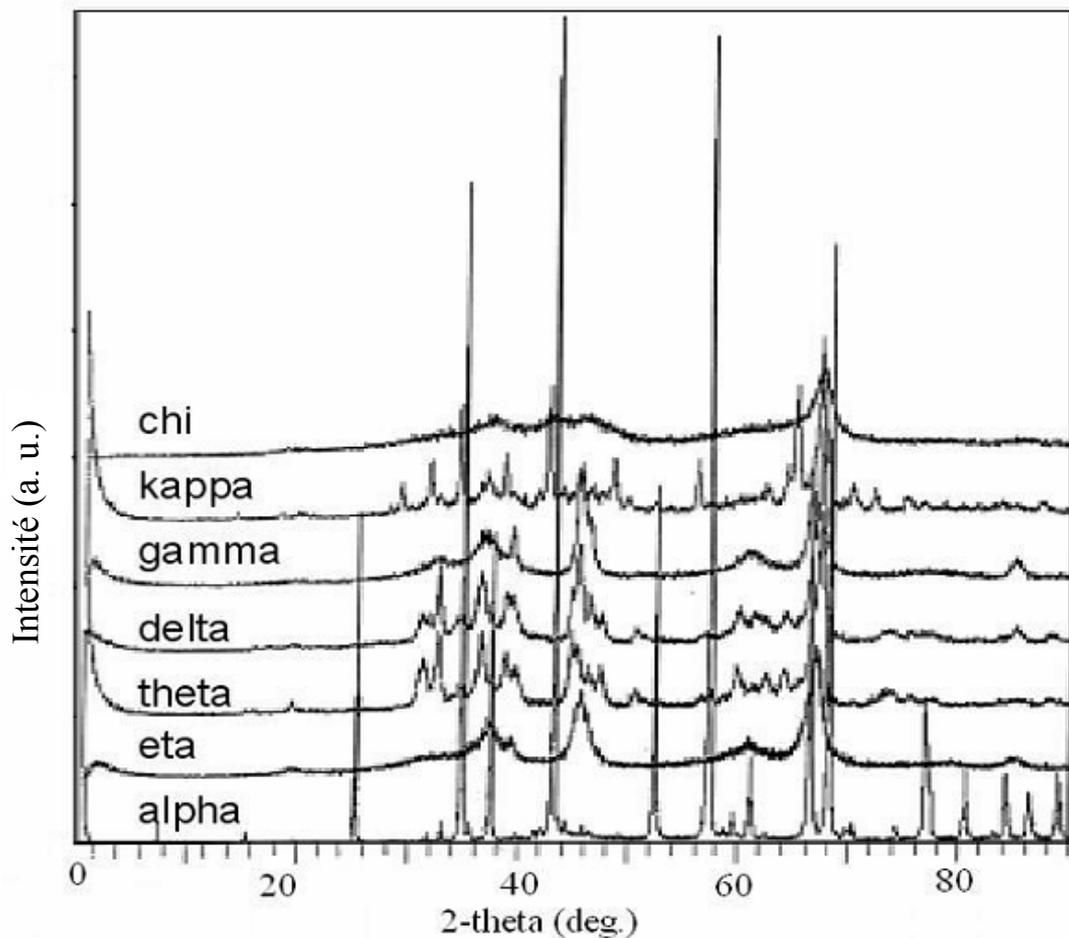
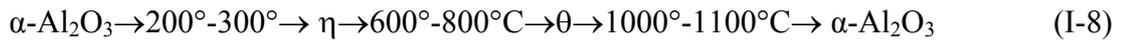
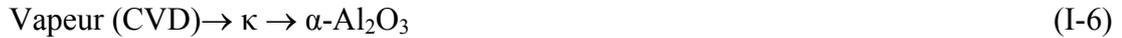


Figure V-4: Spectres de DRX des phases d'alumine de transition [67]

La séquence des transformations de phase (figure V-4) peut varier selon la méthode d'élaboration du polymorphe, la présence des impuretés et des dopants [67,68]. Les intervalles de température donnés dans les réactions de transformations polymorphiques correspondent à la stabilité de la phase cristalline, sont approximatives et dépendent de plusieurs facteurs: degrés de cristallinité, présence des impuretés dans le matériau de départ, et du traitement thermique appliqué [41]

L'alumine Al_2O_3 de transition initialement formée par des phases $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ se transforme progressivement en phase $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ eux environs de $800\text{-}850^\circ\text{C}$. La transformation vers $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ débute quant à elle vers 1600°C . L'ensemble de ces transformations se fait progressivement sans passage marqué d'une structure à l'autre [41].

Les réactions :



L'alumine Al_2O_3 existe en différentes variétés de formes cristallines ou de polymorphes en plus de sa forme thermodynamique stable $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Les structures des alumines métastables peuvent être divisées en deux catégories avec l'arrangement des anions oxygène dans une structure cubique à faces centrées (CFC) ou hexagonal compact (HCP).

Les structures de L'alumine Al_2O_3 fondées sur une structure cubique à faces centrées (CFC) d'oxygène sont :

gamma ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, cubique),

êta ($\eta\text{-Al}_2\text{O}_3$, cubique),

thêta ($\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, monoclinique),

delta ($\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, tétragonale ou orthorhombique),

kappa ($\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$, orthorhombique),

chi ($\chi\text{-Al}_2\text{O}_3$: cubique).

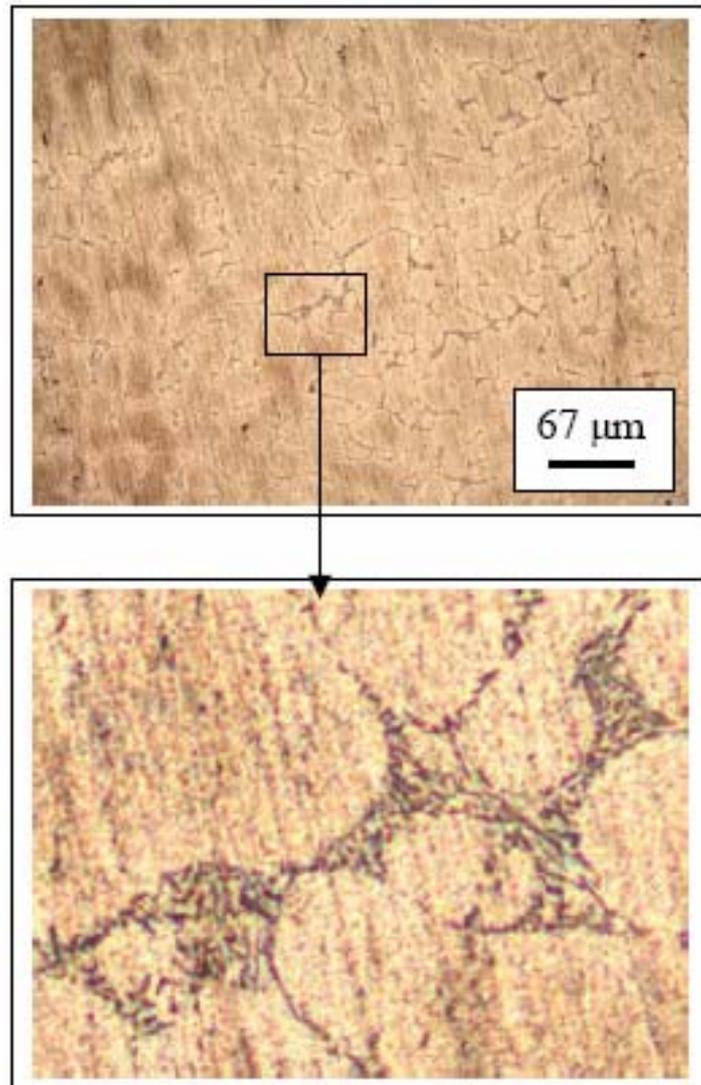


Figure V-5. Microscopie optique de l'alliage Al-16wt.%Al₂O₃ à l'état traité

La micrographie optique de la figure V-5 représente la microstructure de l'alliage Al-16wt.%(α -Al₂O₃). La microstructure de cet alliage est biphasée, elle est constituée de la phase d'alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ et la phase solution solide CFC Al. On observe une texture de surface homogène avec distribution régulière de grains.

La présence de l'eutectique sous forme lamellaires et sphériques à été observé entre les joints de grains.

La figure V-6 montre les spectres DRX (a et b) à l'état brut et (a' et b') traité thermiquement respectivement des alliages de fusion (HF) Al-4 et 16 wt.%(α -Al₂O₃).

Concernant la phase inconnue de l'état brut de l'alliage de fusion (HF) Al-4wt.%(α -Al₂O₃), détectée à la position angulaire $2\theta^\circ = 29.51$ (Fig. V-6 a et Tab. III-1) et qui a été identifiée comme étant une forme d'alumine, la phase alumine Hexagonale κ -Al₂O₃ correspondant à position angulaire $2\theta^\circ = 29.331$ [29]. Cette phase disparaît complètement à l'état traité de ce même alliage (Tab. V-2).

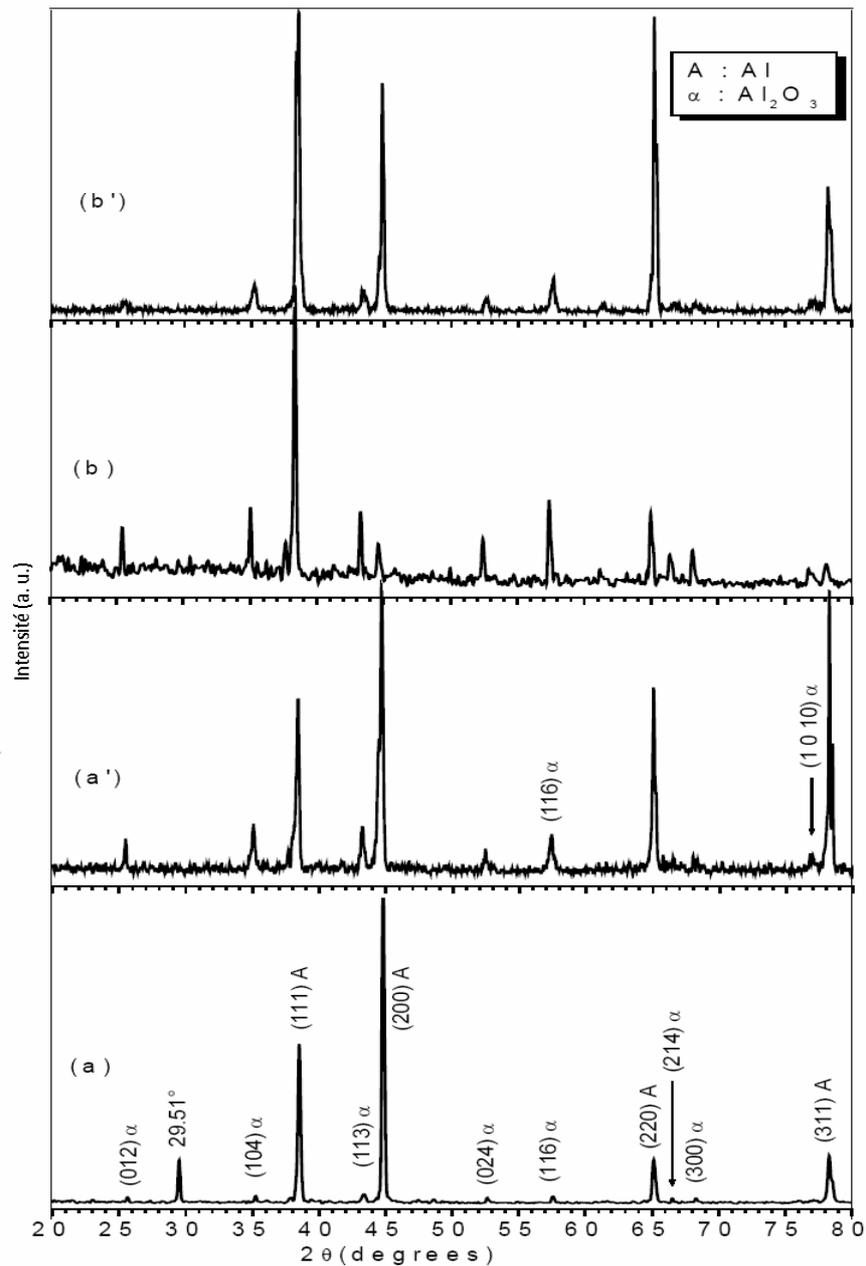


Figure V-6. Spectres (a et b) à l'état brut et (a' et b') traité thermiquement respectivement des alliages de fusion (HF) Al-4 et 16 wt.%(α -Al₂O₃).

Plan hkl	I	CFC Al		Rhomboédrique α -Al ₂ O ₃	
		2 θ °		2 θ °	
		Mes.	Calc.	Mes.	Calc.
(012) α	18	-	-	25.51	25.578
(104) α	14	-	-	35.03	35.152
(111) Al	56	38.41	38.472	-	-
(113) α	16	-	-	43.25	43.355
(200) Al	75	44.67	44.738	-	-
(024) α	8			52.45	52.549
(116) α	11			57.31	57.496
(220) Al	51	65.09	65.133		
(119) α	7	-	-	77.03	77.224
(311) Al	100	78.23	78.227	-	-
%(α -Al ₂ O ₃)		21			

Tableau V-2. Données cristallographiques DRX, mesurées et calculées pour les phases présentes à l'état traité de l'alliage (HF) Al-4wt.%(α -Al₂O₃).

V-3.2. Tests de microdureté

La microdureté d'un matériau solide représente sa résistance à la déformation sous l'effet d'une charge rigide. Elle est généralement exprimée par une pression mécanique, le rapport entre la charge et l'aire de contact.

On a utilisé le même principe d'évaluation de la microdureté Vickers des alliages de fusion HF Al-(α -Al₂O₃) à l'état traité thermiquement que dans le cas de ces mêmes alliages à l'état brut.

Les figures V-7 (a) et (b) montrent respectivement les images projetées des empreintes Vickers avec le grossissement optique utilisée de $\times 400$ pour les alliages de fusion HF Al-4 et 16wt.%(α -Al₂O₃), sous la charge 200 g (0,2 kgf).

Pour approcher la valeur réelle du nombre de microdureté Vickers, nous avons réalisé 2 à 3 indentations sur le même échantillon et la valeur moyenne des mesures représentera la microdureté Vickers du matériau testé. Le tableau IV-3 rassemble les mesures concernant les nombres de microdureté Vickers des alliages de fusion HF Al-X wt %(α -Al₂O₃) à l'état traité

Echantillon (HF)	Al-2 wt.%(α -Al ₂ O ₃) état traité		Al-4 wt.%(α -Al ₂ O ₃) état traité		Al-16 wt.%(α -Al ₂ O ₃) état traité		Al-40 wt.%(α -Al ₂ O ₃) état traité	
	1	2	1	2	1	2	1	2
d ₁ (μm)	120.3	115.6	114,9	116,3	110	110.5	109.2	105.6
d ₂ (μm)	121.7	119	116.3	115,3	108.2	110.9	104.1	101.6
d (μm)	121	117.35	115,6	115,8	109.1	110.7	107	103.6
H _v (MPa)	25	27	28	28	31	30	33	33
Moyenne H _v (MPa)	26		28		31		33	

Tableau IV-3. Valeurs des microduretés Vickers des alliages Al-X wt.%(α -Al₂O₃) à l'état traité sous une charge de 200 g (0,2 kgf).

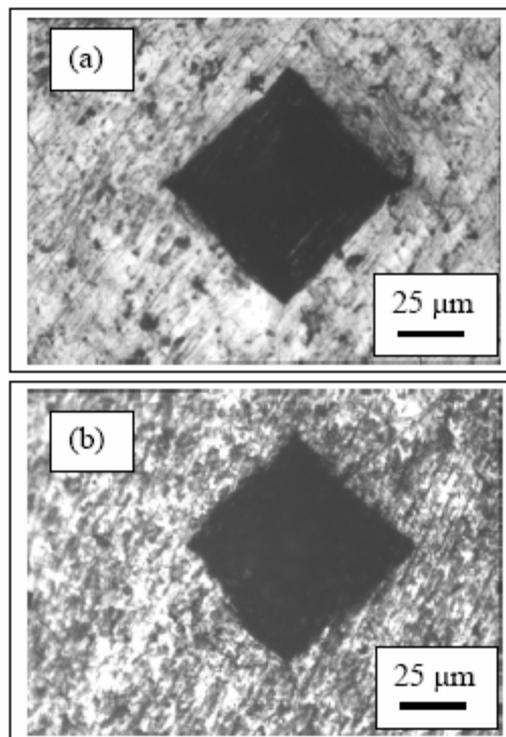


Figure V-7. Empreintes Vickers à l'état traité des alliages de fusion HF (a) Al-4wt.%(α -Al₂O₃) et (b) Al-16wt.%(α -Al₂O₃), sous la charge 200 g (0,2 kgf)

La figure IV-8 montre l'évolution de la microdureté Vickers pour les différents alliages dans ses 2 états, brut et traités à 500°C en fonction de la teneur en alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ dans les alliages.

On peut constater d'après les courbes expérimentales d'évolution de la microdureté obtenues que celle-ci augmente avec la composition en α -alumine, et que le traitement thermique à 500°C pour 1 heure augmente légèrement cette dureté.

L'addition de l'alumine $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ à l'aluminium renforce les propriétés mécaniques de celui-ci. Une similitude d'évolution est observée dans les deux états brut et traité. La dispersion de fine particules d'alumine dans une matrice aluminium a joué un rôle essentiel dans l'augmentation de la dureté de l'aluminium [48].

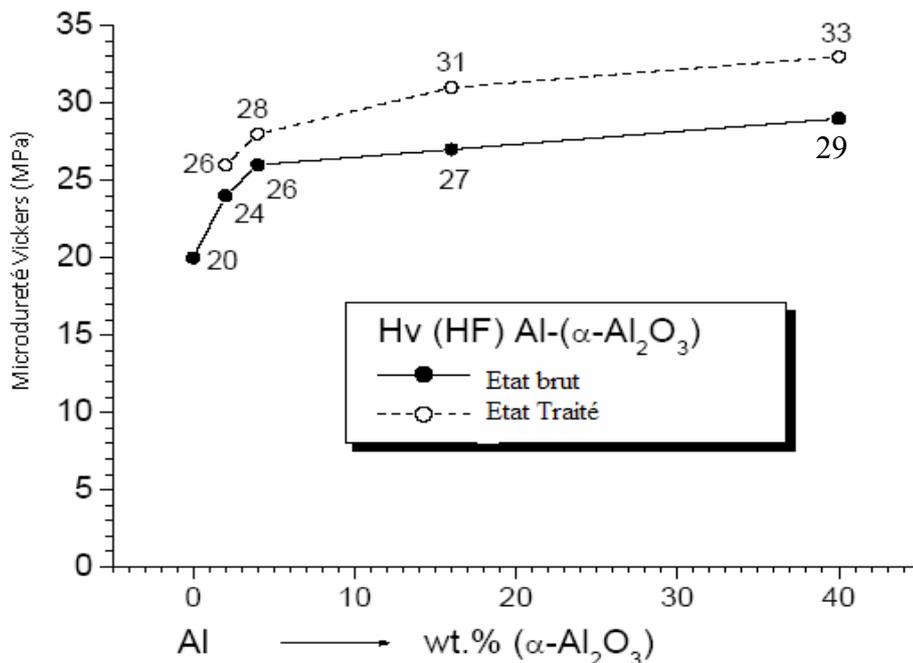


Figure IV-8. Evolution de la microdureté Vickers sous charge 200g (0.2 kgf) dans les alliages Al-Xwt.%($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) en fonction de l'alumine ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) dans les deux états; brut et traité thermiquement.

L'incorporation de fines particules d'alumine Al_2O_3 dans une matrice aluminium à l'état solide ou liquide améliore les propriétés mécaniques de celle-ci [69,70]. D'autres formes d'oxydes sont utilisés comme fines particules d'incorporations dans des matrices Al à

l'état liquide pour produire des composites de particules tels que Al-TiB₂ [71,72], Al-TiC [73], Al-Al₂O₃ [74, 75], Al- MgAl₂O₄ [76].

V-4 . Conclusion

L'analyse DRX de la microstructure des alliages de fusion HF Al-16wt.%(α -Al₂O₃) à l'état traité montre que celle-ci est biphasée pour l'alliage Al-16wt.%(α -Al₂O₃) constituée de la phase solution solide CFC et la phase d'alumine Rhomboédrique α -Al₂O₃ avec l'apparition des nouvelles phases qui ont été identifiées comme étant γ -Al₂O₃ et δ -Al₂O₃

L'apparition de transformation de phases alumine de transition par recristallisation ou diffusion dans les alliages contenant l'alumine Al₂O₃ sous l'action de la chaleur, est interprétée par le fait que l'alumine suit une série de transformations polymorphiques.

L'observation optique de l'alliage Al-16wt.%(α -Al₂O₃) à l'état traité révèle une texture de surface homogène avec distribution régulière de grains. Une présence de l'eutectique sous formes lamellaires et sphériques entre les joints de grains.

L'addition de l'alumine α -Al₂O₃ à l'aluminium renforce les propriétés mécaniques de celui-ci. On a observé que la microdureté Vickers augmente avec la teneur en alumine, et que le traitement thermique à 500°C pour 1 heure améliore d'une façon distincte cette microdureté à l'état brut.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Le présent travail a porté sur l'étude des propriétés microstructurales et mécaniques des matériaux solides, l'aluminium pur, l'alumine α -Al₂O₃ commerciale et des alliages d'aluminium et d'alumine Al-(α -Al₂O₃). Un ensemble d'échantillons Al-X wt.% Al₂O₃ (X = 0, 2, 4, 16, 40) ont été élaborés par la technique de fusion à induction magnétique haute fréquence (HF) à partir d'un mélange homogène compacté de poudres de laboratoire de grande pureté (99,99%), aluminium et alumine.

Les échantillons d'alliages Al-Al₂O₃ ainsi élaborés ont subi des opérations métallographiques de préparation appropriées aux différentes techniques de caractérisations. Les études ont porté sur l'état brut et traité à 500°C de ces alliages ainsi élaborés. De nombreux résultats d'analyses de caractéristiques de microstructure ont été obtenus par la méthode diffraction des rayons X (DRX) et observations optiques et analyse combinée EDAX/MEB ainsi que des testes de mesures de microdureté par indentation Vickers.

En comparaison avec les caractéristiques cristallographiques de l'aluminium pur de fusion HF et l'alumine commerciale α -Al₂O₃ à l'état massif, les microstructures des alliages de fusion HF Al-Xwt.%(α -Al₂O₃) se présentent comme étant monophasées de solution solide CFC Al pour X = 2 et 4, par contre pour X = 16 et 40, celles-ci deviennent biphasées de mélange de solution solide CFC Al et la phase Rhomboédrique alumine α -Al₂O₃. La phase Rhomboédrique alumine α -Al₂O₃ apparaît dans l'alliage de composition Al-4wt.%(α -Al₂O₃) en tant que traces de phases α -Al₂O₃ dispersées dans la matrice d'aluminium avec une représentation d'orientation préférentielle α -Al₂O₃ de l'ordre de 10%. Dans Al-16 et 40wt.%(α -Al₂O₃), elle s'est développée atteignant respectivement les 51% et 40%. On a détectée une seule phase n'appartenant ni à la phase CFC Al ou Rhomboédrique alumine α -Al₂O₃ dans l'alliage Al-4wt.%(α -Al₂O₃).

Les paramètres cristallins de maille de la phase Rhomboédrique déduits sont estimés à environ 0.47650 (9) nm pour a = b et 1.30181 (3) nm pour c avec un volume de maille d'environ 0.256 nm³ en bon accord avec la littérature et qui sont a = b = 0.47587(1) nm et c = 1.29929(3) nm et un volume de maille de 0.255 nm³

Nous avons estimé les paramètres cristallins de l'aluminium solution solide CFC Al dans les alliages Al-(α -Al₂O₃) de fusion HF à partir des spectres DRX qui montrent une évolution croissante du paramètre de maille a_{Al} dans les alliages Al-(α -Al₂O₃) à l'état brut. La maille CFC Al a subi une dilatation sous forme d'augmentation de volume sous les effets de solidification rapide.

L'observation optique des alliages HF Al-Xwt.% (α -Al₂O₃) à l'état brut révèle que la texture de surface est homogène avec distribution régulière de grains denses et équiaxes.

L'analyse combinée EDAX et MEB a montré que des impuretés, tels que Si, Fe et Cl provenant des poudres d'élaboration, existent en traces dans les alliages HF Al-(α -Al₂O₃) et que les micrographies MEB obtenues sont en bon accord avec celles des observations optiques.

A l'état traité, l'alliage Al-16wt.%(α -Al₂O₃) a une texture de surface homogène et dendritique. L'apparition de transformation de phases alumine de transition par recristallisation ou diffusion dans les alliages contenant l'alumine Al₂O₃ sous l'action de la chaleur, est interprétée par le fait que l'alumine suit une série de transformations polymorphiques où la phase inconnue dans l'alliage Al-4wt.%(α -Al₂O₃) a été identifiée comme étant la phase κ -Al₂O₃.

L'addition de l'alumine (α -Al₂O₃) renforce les propriétés mécaniques de l'aluminium. L'évolution de la microdureté Vickers des alliages (HF) Al-0 à 40wt.% (α -Al₂O₃) dans ses 2 états, brut et traité à 500°C, montre que la microdureté Vickers augmente avec la composition en alumine (α -Al₂O₃).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

[1]	S. Kleinfinger et al "les alliages dentaires, (2004)
[2]	H. Bhadeshiah solid solution: the hume-Rothery rules, (2005)
[3]	H. LEIRIS « Métaux et alliages », (1971).
[4]	CHAUSSIN C. « Manuel pratique des aciers et de leur traitement thermique », (1977).
[5]	LEROUX C. « Guide du choix des traitements thermiques », (2004).
[6]	DENT J. « Wears rates of regularand temperered composites », (1997).
[7]	LEROUX C. « Guide du choix des traitements thermiques », (2004).
[8]	COURTOIS V. et al « Ateliers de traitements thermiques, hygiène et sécurité », (2001).
[9]	W-Kuz and D.J- Fisfer. Fundamentals of solidification. Tans Tech Publication 1989.
[10]	J.P. Mercier, G. Zambelli et W. Kurz, Introduction à la science des matériaux, 3ème ed. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.
[11]	N.F. Mott, F. R.N. Nabarro, "Report on conference on the strength of solids", Phys. Soc, London (1968) , P.1
[12]	T. Stefansky, J. E Dorn, Trans. Metall. Soc. AIME, vol.245 (1969), P.1869.
[13]	A.L. Norbury, Trans. Faraday Soc, Vol.19 (1924), P. 506.
[14]	R.M. Brick, D.L. Martin, R. P. Angier, Trans. Am. Soc. Met, Vol.31 (1943), P. 675.
[15]	J.H. Frye, W. Heme- Rothery, Proc. R. Soc, London, V. 181, (1942) P.1.
[16]	E. O Hall, Proc. Phys. Soc., London, Vol. 643 (1951), P. 747.
[17]	N. J. Petch, J. Iron Steel Inst., London, Vol. 173 (1953), P. 25.
[18]	M.Draissia;M.Y.Debili, SIGMA,02; ENSET (Oran 28-29 Avril 2002).
[19]	Draissia, M.Y. Debili, TAM-MAT, (Tamanarasset- Algérie 22-25 Février 2003).
[20]	J.D.Embury,R.m.Fish; Acta .,VOL.14(1966);P.147 Meter
[21]	C. VARGEL. Corrosion de l'aluminium. Dunod, Paris, 1999.
[22]	J-P. Baïlon, J-M. Dorlot. Des matériaux, troisième édition, Montréal: Ecole Polytechnique de Montréal, (2000), P. 480.
[23]	C. Vargel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod Paris (1979).
[24]	International aluminium institute. http://www.world-aluminium.org/ . 2006.
[25]	ICDD 1997 carte N° 46-1212
[26]	ICDD 1997 carte N° 29-0063
[27]	ICDD 1997 carte N°46-1131
[28]	ICDD 1997 carte N°35-0121
[29]	ICDD 1997 carte N°04-0878
[30]	ICDD 1997 carte N°21-0010
[31]	ICDD 1997 carte N°04-0875
[32]	Pushkar katiyar, thesis processing, microstructural and mechanical characterization of mechanically alloyed Al-Al ₂ O ₃ nanocomposites (2001)
[33]	http://aluminium.hot.lu/alumine .
[34]	http://www.goodfellow.com/csp/active/static/F/Alumine.HTML ,
[35]	http://www.ceramic-center.com/alumine.php
[36]	I. Levin and D. Brandon, J. Am. Ceram. Soc., vol.81(8), (1998) P. 1995.
[37]	santo P. souza, Santos H. souza et al strandard, (Saocarlos, Brasil, 3(4), (2000), P 104.
[38]	Nordahl C.S et Messing G.L, Acta, (1998), 318 (1-2), P 187.

[39]	Dynys F.w et Halloran J.w, journal of the American ceramic society, 65 (9),(1982), P. 422.
[40]	Rao C.N. R et Rao K.J, progress in solid state chem. 4, (1997) P.131.
[41]	Mirella AZAR, Mise en forme et frittage des poudres de céramique nanostructurées, cas d'alumine de transition, Institut national des science appliquées de Lyon; thèse (2009).
[42]	Yang X, Pierre A.C. et al. Tel study of boehmite gels and their transformation to alpha- alumina. Journal of Non- crystalline solids, 88,100(1-3), P.371.
[43]	Macrdle J.L et Messing G. L., journal of the American ceramic society, 1993 76(1) P. 214.
[44]	Massalski TB, Muraleedhar and K. In: Ciach R, editor. Dordrecht: Kluwer Academic, (1998). P. 1.
[45]	A. Bourbia, H, Bedboudi, M, Draissia IC-NDT-MI'08 (Annaba- Algérie 12-14 Mai 2008).
[46]	A. Bourbia, H. Bedboudi, M. Draissia, M. Y. Debili, ICM'2009 (Biskra- Algérie 04-05 Mars 2009).
[47]	Draissia, M.Y. Debili, CSM'2006, (Oum El Bouaghi- Algérie 18-20 Novembre 2006
[48]	A. Bourbia, M, Draissia; H, Bedboudi, S. boulkhessaim , Journal of X-ray science and technology 18(2)(2010). P. 201.
[49]	T. Novoselova, S. Celotto, R. Morgan, P. Fox and W. O'Neil, Journal of Alloys and Compounds 436 (2007), P. 69.
[50]	S. Boulkhessaim, IC-NDT-MI'08 (Annaba- Algérie 12-14 Mai 2008).
[51]	B. D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, 2nd edition Addison Wesley, MA, (1978).
[52]	H. Bedboudi, A. Bourbia,M. Draissia, M.Y. Debili, J. of NanoResearch 3 (2008), P. 45.
[53]	R. Cesario and A. Brunetti, Journal of X-ray Science and technology 16 (2008), P. 119.
[54]	A. Lankinen, O. Svensk, M. Mattila, T.O. Tuomi, H. Lipsanen, P.J. McNally, L. O'reilly and C. Paulmann, Journal of X-ray Science and technology 16 (2008), P. 215.
[55]	JCPDS ICDD 1997 carte N°04-0787
[56]	C. Anthony. Fischer-cripps Nanoindentation, Mechanical engineering series, springer verlag New York, Inc (2002)
[57]	Andonias Ribeiro Franco Jr, et al, Mateials Research vol (7) (2004), P. 1516
[58]	A.R. Franco Jr, G. Pintaude, A. Sinatora, C.E. Pinedo, A.P. Tschiptschin, J. of Mater. Res., Vol. 7 No. 3 (2004), P. 483.
[59]	A. Bourbia, H.Bedboudi, M. Draissia, M.Y. Debili, J. of NanoResearch 3 (2008), P. 33.
[60]	Norme NF EN ISO 6507-1 matériaux métalliques essai de dureté Vickers partie : 1 méthode d'essai, Lavoisier (2005).
[61]	A. Pusey, F. Jones. Zuick/Roell Essais de matériaux. FP : 30333.0602.302, (2003), P.21
[62]	F. Horst, M. Rudolf. Fracture of dental ceramic: comparison of bending of indentation method. Dental Materials 18 (2002), P. 12
[63]	F. Sanchette, A. Billard, Surf. and Coat. Technol. 142-144 (2001), P. 218.
[64]	H.Bedboudi, A. Bourbia, M. Draissia, M.Y. Debili, Congrès Algérien de Génie des Procédés GAGEP4, (Alger 4-6 Mai 2009)

[65]	Khairul Rafezi Ahmad et al., ICoSM2007, Penang 7-9 June (2007) Malaysia.
[66]	S.N. Chou, J.L. Huang, D.F. Lii, H.H. Lu, <i>J. of Alloys and Comp.</i> 436 (2007), P. 124.
[67]	P. Souza Santos, H. Souza Santos and S. P. Toledo, Standard Transition Aluminas. Electron Microscopy Studies, <i>J. Mater. Res.</i> , 3 (2000) P.104.
[68]	C.H. Shek, J.K.L. Lai et al, <i>Nanostructured Materials</i> , (1997), 8 (5), P. 605.
[69]	P. C. MAITY, S. C. PANIGRAHI and P. N. CHAKRABORTY, <i>Scripta Metall. Mater.</i> 28 (1993), P. 549.
[70]	P. C. MAITY, P. N. CHAKRABORTY, <i>Journal of materials science letters</i> 16 (1997), P. 1224.
[71]	A. K. KURUVILLA, K. S. PRASAD, V. V. VANUPRASAD and Y. R. MAHAJAN, <i>Scripta Metall.</i> 24 (1990), P. 873.
[72]	G. J. C. CARPENTER, S. H. J. LO and F. E. GOODWIN, <i>J. Mater. Sci. Lett.</i> 13 (1994), P. 30.
[73]	P. SAHOO and M. J. KOCZAK, <i>Mater. Sci. Eng.</i> A144 (1991), P. 37.
[74]	P. C. MAITY, S. C. PANIGRAHI and P. N. CHAKRABORTY, <i>Scripta Metall. Mater.</i> 28 (1993), P. 549.
[75]	S. SHIVKUMAR, J. COURNOYER and M. MAKHLOUF, <i>Scripta Metall. Mater.</i> 29 (1993), P. 439.
[76]	P. C. MAITY, P. N. CHAKRABORTY and S. C. PANIGRAHI, <i>Mater. Lett.</i> 20 (1994), P. 93.