

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

BADJI MOKHTAR-ANNABA UNIVERSITY
UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Année 2016

Faculté des Sciences
Département de Physique

Laboratoire de magnétisme et spectroscopie des solides (LM2S)

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat

**Etude Microstructurale des Alliages Al-Cu-Fe Elaborés par
Fusion Haute Fréquence.**

Option: Nanomatériaux et Applications

Par

BOULARAS Halima

Directeur de thèse: Med Yacine Debili Prof. U. Annaba

Devant le Jury:

Présidente : Alleg Safia Prof. U. Annaba

Examineurs : Bensaha Rabah Prof. U. Constantine

Belkahla Soliman Prof. U. Annaba

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'université Badji Mokhtar - Annaba - département de physique- laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des solides (LM2S).

Avant tout, je tiens à exprimer ma gratitude à Dieu tout puissant qui m'a aidé tout le long de mes études, et donné le courage pour mener à bien ce travail.

J'exprime mes plus vifs remerciements à Monsieur le professeur Mohamad Yacine DEBILI pour m'avoir accueilli, conseillé et encadré tout au long de ce travail au sein de son équipe qu'il trouve ici l'expression de ma gratitude.

Mes remerciements vont également aux membres du jury:

-Madame le professeur Safia Alleg du département de physique de l'université Badji-Mokhtar d'avoir fait l'honneur de présider le jury

-Monsieur Le professeur Soliman Belkahla du département de physique de l'université Badji-Mokhtar d'avoir accepté d'examiner le travail.

-Monsieur le professeur Bensaha Rabah de l'université constantine 1 d'avoir accepté de faire partie du jury de thèse.

Je remercie les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de cette thèse: Madame Alleg pour les analyses de MEB et DRX en Espagne, Monsieur Fares pour les analyses de DSC et DRX à Ain Oussara , sans oublier Messieurs Triki et Hannech ainsi que les

chercheurs du département de métallurgie : mesdames Aied, Kahloul, Ramdane, Gharbi Amel pour les observations optiques et les mesures de microdureté.

Je remercie mes collègues de la promotion celles et ceux que je considère comme mes sœurs et mes frères : wassila, yamina, leila, nadjoua, amina, hanen, ahlem, asma et sami pour leurs amitiés et leurs aides tout le long de nos études au département de physique. J'adresse également mes remerciements à mes collègues de laboratoire : louiza, ismahen, salim, abdelhak, nacira, Lilia et toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin pour la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce travail

A :

Mes chers parents : Ibrahim et Aicha

Mes sœurs: Madiha et Khadidja

Mon frère Ismail et mon mari Salim

Et tous ceux qui m'aiment.

Résumé :

Le présent travail étudie la microstructure de l'alliage ternaire Al-Cu-Fe selon les trois compositions: $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ et $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$ élaborées par solidification après fusion sous induction magnétique haute fréquence ayant subi un recuit à 500°C pendant une heure.

La caractérisation de ces matériaux a été réalisée par diverses techniques expérimentales : la microscopie optique donne un aperçu global sur la microstructure et la microscopie électronique à balayage met en évidence la coexistence des phases binaires et ternaires cristallines telles que $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ et $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ ainsi que la phase $\beta\text{-AlFe(Cu)}$ à côté de la phase quasicristalline icosaédrique $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$. L'analyse par diffraction des rayons X confirme la nature ces phases et permet de mesurer le paramètre de maille de la phase quasicristalline icosaédrique a_{6D} à l'aide de la loi de Cohen-Wagner, les valeurs du paramètre de maille a_{6D} augmentent lorsque les alliages subissent un traitement thermique sous l'effet du champ de phasons définis par les déplacements atomiques très rapides produits dans le quasicristal $i\text{-Al-Cu-Fe}$. L'analyse DSC a été effectuée pour suivre, en fonction de la température, la formation ainsi que la dissolution des phases prévues dans le système Al-Cu-Fe. L'évaluation des propriétés mécaniques notamment le comportement par rapport à la dureté de la phase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ a été réalisée en utilisant micro-indentation.

Mots clés : alliage ternaire Al-Cu-Fe, fusion sous induction haute fréquence, phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$, phasons, paramètre de maille a_{6D} , microdureté de Vickers.

Abstract:

This work investigates the microstructure of the ternary Al -Cu-Fe based on three compositions : Al₈₀Cu₁₄Fe₆ , Al₆₅Cu₂₃Fe₁₂ Al₇₂Cu₁₃Fe₁₅ and elaborated by solidification after fusion under high frequency magnetic induction and annealed at 500 ° C for one hour .The characterization of these materials was carried out by various experimental techniques : optical microscopy gives an overview on the microstructure and scanning electron microscopy reveals the coexistence of binary and ternary crystalline phases such as θ -Al₂Cu, λ - Al₁₃Fe₄ and that the β -AlFe(Cu) phase beside the icosahedral quasicrystalline phase i- Al₆Cu₂Fe . The analysis by X-ray diffraction confirms the nature of these phases and the measure of the icosahedral quasicrystalline lattice parameters a_{6D} by mean of Cohen - Wangner law , the values of the lattice parameter increases when the alloys are heat-treated and submitted to the effect of the phasons which undergoes very fast atomic displacements. The DSC analysis was performed to follow the formation and dissolution of the intermetallic phases contained in the Al-Cu-Fe system with temperature. The evaluation of mechanical properties, especially the behavior with respect to the hardness of the Al₁₃ Fe₄ phase was performed using micro-indentation test.

Keywords : ternary Al -Cu- Fe, high- frequency induction melting phase i- Al₆Cu₂Fe , phasons , lattice parameter a_{6D} , Vickers microhardness .

ملخص :

ندرس في هذا العمل البنية المجهرية للسبائك الثلاثية وفقا للتراكيب الثلاثة: $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$

$Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$, $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$ محضرة بواسطة الصهر عالي التردد و من ثم المعالجة الحرارية في 500 درجة مئوية لمدة ساعة .

تم تحديد خصائص هذه المواد من قبل تقنيات تجريبية تحليلية : المجهر الضوئي يعطينا لمحة عامة عن البنية المجهرية و المجهر الإلكتروني للمسح يبين تواجد اطوار البلورية ثنائية و

ثلاثية مثل: $\theta-Al_2Cu$, $\lambda-Al_{13}Fe_4$, $\beta-AlFe(Cu)$

بالإضافة الى وجود طور شبه بلوري $i-Al_6Cu_2Fe$

التحليل بواسطة حيود الأشعة السينية يؤكد طبيعة الاطوار سابقة الذكر و يسمح بتحديد معامل الخلية للبنية للطور شبه بلوري a_0 باستخدام قانون Cohen-Wangner الذي يزداد عند اخضاع العينات المدروسة للمعالجة الحرارية بسبب الدور الذي تحدثه الفازونات المعروفة بالانتقال السريع للذرات في البنية الشبه بلورية.

المسح الحراري التفاضلي يتابع تشكيل و انحلال الاطوار التي يمكنها التواجد في السبائك الثلاثية المدروسة في هذا العمل كما اجري تقييم الخواص الميكانيكية خاصة السلوك فيما يتعلق بالصلابة الدقيقة للطور $\lambda-Al_{13}Fe_4$.

الكلمات المفتاحية: السبائك الثلاثية $Al-Cu-Fe$, طور شبه بلوري , الصهر العالي التردد , الفازونات , معامل البنية للطور شبه بلوري , الصلابة الدقيقة

Sommaire

Sommaire

Introduction	1
--------------	---

Chapitre I: Etude Bibliographique

I-1-Aluminium et ses propriétés	4
I-2-Alliages d'aluminium	5
<i>I- 2-1 Influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium</i>	<i>5</i>
<i>I-2-2 L'influence du fer et du cuivre sur les propriétés mécaniques de l'aluminium</i>	<i>5</i>
<i>I-2-3 Classification des alliages d'aluminium</i>	<i>6</i>
I-3 - Traitements thermiques des alliages d'aluminium	7
<i>I- 3-1 Recuit d'homogénéisation</i>	<i>7</i>
I-4- Solidification des métaux	8
<i>I- 4-1 Température de solidification</i>	<i>9</i>
<i>I- 4-2 Chaleur latente</i>	<i>9</i>
<i>I-4-3 La surfusion</i>	<i>11</i>
I-5- Germination	12
<i>I- 5-1 Énergie libre</i>	<i>13</i>
<i>I-5-2 Germination homogène</i>	<i>14</i>
<i>I-5-3 Germination hétérogène</i>	<i>18</i>
I-6- Croissance des germes	20

I-7-Morphologie des grains	21
<i>I-7-1 Grains équiaxes</i>	21
<i>I-7-2 Grains basaltiques</i>	21
I-8- Les quasicristaux	22
<i>I-8-1 Phases approximantes</i>	23
<i>I-8-2 Catégories des quasicristaux</i>	23
<i>I-8-3 Propriétés des quasicristaux</i>	24
I-9- Etude bibliographique de système Al-Cu-Fe	26
<i>I-9-1 La phase quasicristalline icosaédrique i-Al-Cu-Fe</i>	31
<i>I-9-2 Le nombre d'or</i>	32
<i>I-10- Applications des quasicristaux</i>	33
Références de premier chapitre	35

Chapitre II: Elaboration et Caractérisation

II-1-Méthode d'élaboration	38
<i>II-1-1 Chauffage par induction Haute Fréquence</i>	38
<i>II-1-2 Système typique de chauffage par induction HF</i>	39
<i>II-1-3 Comment fonctionne le chauffage par induction HF ?</i>	39
<i>II-1-4 Pour les métaux ferreux-magnétiques</i>	40
<i>II-1-5 Principe physique de chauffage par induction HF</i>	40
II-2- Elaboration d'alliages	45

II-3- Techniques de caractérisation	46
<i>II-3-1 Microscopie optique</i>	47
<i>II-3-2 Microscopie électronique à balayage (MEB)</i>	49
<i>II-3-3 Diffraction des rayons X (DRX)</i>	50
<i>II-3-4 Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC)</i>	51
<i>II-3-5 Microdureté</i>	52
Références de deuxième chapitre	54

Chapitre III: Résultats et Interprétation

III-1-Introduction	55
III-2-Observation métallographique par microscopie optique	55
<i>III- 2-1 Alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$</i>	55
<i>III-2-2 Alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$</i>	57
<i>III-2-3 Alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$</i>	57
III-3-Observation par microscopie électronique à balayage (MEB)	58
<i>III- 3-1 Alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$</i>	59
<i>III-3-2 Alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$</i>	60
<i>III- 3-3 Alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$</i>	62
III-4-Analyses par diffraction des rayons X	63
<i>III- 4-1 Alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$</i>	66
<i>III-4-2 Alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$</i>	67
<i>III-4-3 Alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$</i>	69
<i>III-4-4 Paramètre de maille a_{6D} de la phase icosaédrique</i>	70
III-5- Analyse Calorimétrique Différentielle	72
<i>III- 5-1 Alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$</i>	72

<u>III-5-2 Alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$</u>	<u>74</u>
<u>III-5-3 Alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$</u>	<u>75</u>
<u>III-6-Implication du rapport électrons sur atomes</u>	<u>76</u>
<u>III-7- Microdureté de Vickers</u>	<u>79</u>
<u>III-8- Détermination du système de glissement du composé $Al_{13}Fe_4$</u>	<u>81</u>
<u>Références de troisième chapitre</u>	<u>87</u>
<u>Conclusion générale</u>	<u>90</u>

Liste de figures	Pages
Fig.I.1 : Alliage avant le traitement thermique, b) après le recuit d'homogénéisation	8
Fig.I.2 : Courbe de solidification d'un métal pur.	9
Fig.I.3 : Courbe de refroidissement d'un métal représentant la surfusion.	11
Fig.I.4 : Formation de microcristallites dans un liquide.	13
Fig.I.5 : Diagramme de l'énergie libre en fonction de la température pour un métal pur.	14
Fig.I.6 : Variation de ΔG en fonction du rayon du germe.	17
Fig.I.7 : Germination hétérogène d'un métal sur un substrat.	18
Fig.I.8 : Comparaison entre l'énergie libre de la germination homogène et la germination hétérogène	19
Fig.I.9 : croissance des cristaux, a) formation de dendrites d'un métal liquide, b) germes sphérolitiques d'un polymère liquide, c) lamelles d'un alliage eutectique.	20
Fig.I.10 : description schématique des deux types d'interface :(a) empilement atomique sur une interface diffuse, (b) interface diffuse et (c) interface lisse.	21
Fig.I.11 : Représentation de deux zones basaltiques et équiaxes.	22
Fig.I.12 :Cliché de diffraction d'électrons présentant ymétrie d'ordre5dansAlMn d'après Shechtman et al (1984)	23
Fig.I.13 : Résistivité électrique de différentes classes de matériaux	25
Fig.I.14 : Diagramme d'équilibres d'alliage binaire Al-Fe.	27
Fig.I.15 : Diagramme d'équilibres d'alliage binaire Al-Cu	28
Fig.I.16 : Diagramme d'équilibre d'alliage Cu-Fe	29

Fig.I.17 : Section isothermes du diagramme de phases ternaire Al-Cu-Fe à Proximité de la région formant la phase icosaédrique à 650°C , 750°C et 850°C	30
Fig.I.18 : Couches atomiques successives pour les amas atomiques icosaédriques de Mackay et de Bergman	32
Fig.I.19 : (a) diagramme de diffraction électronique d'une phase icosaédrique, (b) propriétés géométriques des pentagones réguliers expliquant l'inflation en τ	33

Fig.II.1 : Fonctionnement de fusion par induction HF.	40
Fig.II.2 : Principe de la loi de Faraday	41
Fig.II.3 : Profondeur de pénétration	42
Fig.II. 4 : a)Alliage Al-Cu-Fe en fusion dans un four à induction haute fréquence, b)Taille et forme d'un échantillon de l'alliage Al-Cu-Fe.	44
Fig.II.5 : Schéma du présentatif microscope optique	48
Fig.II.6 : Principe de microscope optique	48
Fig.II.7 : Schéma de principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage	49
Fig.II.8 :Principe de la loi de Bragg.	50
Fig.II.9 : Schéma d'un dispositif d'analyse différentielle calorimétrique.	52
Fig.II.10 :a) Principe de mesure de microdureté de Vickers, b) L'empreintede la forme d'un carré	53

Fig.III.12 : courbe de DSC de l'alliage AlCuFe de l'alliage	72
Fig.III. 1 : Observation par microscopie optique de l'alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$. $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$: a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h	56
Fig.III.2 : Observation par microscopie optique de l'alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$ a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h	57
Fig.III.3 : Observation par microscopie optique de l'alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$: a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h.	58
Fig.III. 4 : Observation par MEB de l'alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$	60
Fig.III. 5: Observation par MEB de l'alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$: a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h	61
Fig. III.6 : Observation par MEB de l'alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$: a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h	62
Fig.III.7 : diffractogramme de la phase quasicristalline i-Al-Cu-Fe avec anticathode Cu $K\alpha$	64
Fig.III.8 : Diagramme de diffraction des rayons X d'alliage $Al_{80}Cu_{14}Fe_6$: (a) à l'état brut et (b) traité	66
Fig.III.9 : Diagramme de diffraction des rayons X d'alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$: (a) à l'état brut et (b) traité	67
Fig.III.10 : image MEB montre une comparaison de l'épaisseur de la phase icosaédrique dans l'alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$: (a) avant un traitement thermique à 500°C pour une heure. et (b) après le traitement thermique	68
Fig.III.11: Diagramme de diffraction des rayons X d'alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$:	69

Fig. III.13: diagramme pseudo-binaire de λ -Al ₁₃ Fe ₄ -Al ₂ Cu	73
Fig.III. 14 : courbe de DSC de l'alliage AlCuFe de l'alliage Al ₆₅ Cu ₂₃ Fe ₁₂	74
Fig.III. 15 : courbe de DSC de l'alliage AlCuFe de l'alliage Al ₇₂ Cu ₁₃ Fe ₁₅ .	75
Fig.III.16 : Diagramme ternaire montrant les compositions étudiées à l'état brut	77
Fig.III.17 : Evolution de la dureté Hv de la phase λ -Al ₁₃ Fe ₄ en fonction de la teneur de fer avec comparaison par résultats obtenus par MA Suárez	80
Fig.III.18 : a) micrographie optique d'une indentation Vickers de la phase Al ₁₃ Fe ₄ dans un alliage Al ₆₅ Cu ₂₃ Fe ₁₂ , b) représentation schématique de fissures radiales	82
Fig.III. 19 : a) micrographie optique d'impression de Al ₆₅ Cu ₂₃ Fe ₁₂ (état brut de solidification) – b)Empreinte d'un pénétrateur Vickers produisant les fissures	83
Fig.III. 20 : Activation du système de glissement après indentation de Al ₁₃ Fe ₄ .	84
Fig.III. 21 : Empreinte d'indentation à partir des alliages Al ₇₂ Cu ₁₃ Fe ₁₅ et Al ₆₅ Cu ₂₃ Fe ₁₂	85

Liste de tableaux	Pages
Tableau I. 1: Caractéristiques mécaniques à température ambiante des métaux purs Al, Fe et Cu.	6
Tableau I.2 : Classification en séries des alliages l'aluminium	6-7
Tableau I.3 : Données cristallographiques de la solution solide α -Al et la phase λ -Al ₃ Fe.	27
Tableau I.4: Données cristallographiques de phases du système ternaire Al-Cu-Fe.	31
Tableau II.1: Pourcentages atomiques des alliages.	45
Tableau III.1 : Composition atomique déterminée par analyses EDS des phases obtenues après fusion à induction haute fréquence.	59
Tableau III.2 : Positions des pics théoriques de DRX indexées par les indices (N,M) de la phase icosaédrique du système Al-Cu-Fe	65
Tableau III.3 : valeurs de a_{6D} de la phase icosaédrique des alliages Al-Cu- Fe comparées avec la valeur a_{6D} théorique.	71
Tableau III.4 : composition chimique des alliages Al-Cu-Fe en relation avec Le rapport e/a	76
Tableau III.5 : valeurs de microdureté de Vickers moyenne de présent travail sur le système Al-Cu-Fe comparées avec la littérature.	79
Tableau III.6 : Résultats de SEM-microanalyse de la phase λ présente dans les alliages bruts	80

Introduction

Introduction générale

Ces dernières années, nombreuses études expérimentales des alliages ternaires à base aluminium, notamment les systèmes de type Al-Cu-MT (MT = Li, Co, Cr, Re, ...) [1], [2] obtenus par diverses méthodes d'élaboration, attirent l'attention de beaucoup de chercheurs grâce aux propriétés physiques particulières. De ce fait, nous avons, dans le présent travail, étudié la microstructure des alliages ternaires Al-Cu-Fe pour trois compositions nominales : $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ et $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$ élaborés par solidification après fusion sous induction magnétique haute fréquence. Plusieurs composés intermétalliques binaires et ternaires prévus dans le diagramme d'équilibre de phases du système ternaire Al-Cu-Fe ont été identifiées, parmi lesquels la phase quasicristalline dont la structure possède une symétrie incompatible avec les symétries de la cristallographie classique (symétrie de rotation d'ordre 5 pour les formes icosaédriques) [3]. La particularité de cette nouvelle phase est qu'elle présente à la fois des propriétés électriques et thermiques inverses de celles des alliages métalliques classiques et des propriétés mécaniques intéressantes. Elle est tout d'abord dotée d'une résistance électrique excessivement élevée [4] et peut également rivaliser avec les meilleurs isolants thermiques tels que la zircone par exemple [5]. Une autre propriété inattendue : la conductivité électrique augmente légèrement avec la température. D'un point de vue mécanique [6], les quasi cristaux possèdent une remarquable dureté, un faible coefficient de frottement ainsi que des qualités de non-adhérence [7]. A haute température, les quasicristaux deviennent ductiles et même superplastiques. En effet, la combinaison de toutes ces propriétés pourrait leur ouvrir des champs très larges d'applications industrielles comme barrière thermique ou revêtement de pièces mobiles afin de prolonger la durée de vie et dans le domaine des poêles à frire, ils qui peuvent également être utilisés dans les moteurs d'hélicoptères.

Le chauffage par induction électromagnétique fait partie des techniques électrothermiques qui permettent de chauffer un matériau sans contact direct avec une source d'énergie électrique. Il est fréquemment utilisé pour les techniques de trempe, de soudure et de fusion de métaux. Le chauffage par 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 de temps de chauffe (les hautes densités de puissance mises en jeu permettent d'obtenir des vitesses de chauffe très rapides et des rendements élevés), ou encore la possibilité de chauffer de façon très locale.

Pour caractériser et identifier les phases présentes dans nos alliages à l'état brut et après traitement thermique à 500°C durant une heure, nous avons utilisé différentes techniques expérimentales de caractérisation : La microscopie optique associée à la microscopie électronique à balayage nous a permis de donner un aperçu global sur la morphologie des phases présentes dans nos alliages et l'analyse par diffraction des rayons X confirme la nature des phases présentes dans l'alliage Al-Cu-Fe brut et traité et permet de mesurer les paramètres de maille de la phase quasicristalline icosaédrique α_{6D} à l'aide de la loi de Cohen-Wagner

Pour suivre, en fonction de la température, la formation ainsi que la dissolution des phases prévues dans le système Al-Cu-Fe, on a effectué des analyses DSC. L'évaluation des propriétés mécaniques notamment le comportement par rapport à la dureté de la phase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ a été réalisée en utilisant la microdureté Vickers.

Ce manuscrit est articulé autour de trois chapitres :

Le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique présentant les alliages d'aluminium d'une manière générale, ainsi que les mécanismes de la solidification et les types de morphologies des grains. Une attention particulière sera accordée aux quasicristaux particulièrement dans les alliages Al-Cu-Fe, leur découverte, leurs propriétés physiques, et les diverses applications.

Le deuxième chapitre concerne la description de la méthode d'élaboration par fusion sous induction haute fréquence des alliages Al-Cu-Fe ainsi que les techniques expérimentales que nous avons utilisées pour analyser et caractériser ces alliages, comme la microscopie optique, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et la mesure de microdureté par indentation Vickers.

Le troisième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus pour mettre en évidence de la microstructure de système Al-Cu-Fe et suivre, en fonction de température, la formation et la dissolution des phases prévues dans ces alliages. Une partie de ce chapitre est consacrée à l'évolution du comportement mécanique en utilisant des mesures de la microdureté Vickers.

Une conclusion générale résume les points principaux aspects abordés dans notre étude expérimentale.

CHAPITRE I

I-1-L'aluminium et ses propriétés:

L'aluminium est découvert pour la première fois par Oersted en 1825, il est obtenu par électrolyse de la bauxite (oxyde hydraté), c'est un élément du III^{ème} groupe de la classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est 13 et la masse atomique 26,98 (environ 27). L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance : $a = 4,0412 \text{ \AA}$, sa caractéristique la plus importante est la faible densité ($2,7 \text{ g/cm}^3$). L'Aluminium représente environ 7,5 % en masse dans l'écorce terrestre.

Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce à ses propriétés particulières qu'il présente :

- *Légèreté* ce qui facilite son utilisation dans la construction mécanique.
- *Bonne conductivité de chaleur et d'électricité* : L'aluminium non allié possède une excellente conductivité thermique ainsi que une bonne conductivité électrique (de l'ordre de 2/3 celle du cuivre).
- *Bonne tenue à la corrosion*, grâce à la formation en surface d'une pellicule très fine, $\approx 0,7 \text{ \mu m}$, et très résistante de Al_2O_3 l'aluminium, en contact avec l'oxygène de l'air, forme très vite une couche d'oxyde Al_2O_3 qui protège le métal contre les attaques chimiques. Cette pellicule est non soluble dans l'eau, donc l'aluminium est très résistant contre l'influence atmosphérique et très utilisé surtout dans l'industrie chimique et alimentaire.
- *Possibilité facile de déformation et de soudage*.
- *Réflexion* : Lorsqu'il est poli, c'est un métal blanc et brillant et possède un grand pouvoir de réflexion, on l'utilise comme réflecteur pour chauffage et éclairage ou surface réfléchissante des miroirs de télescopes. La capacité de réflexion peut atteindre jusqu'à 90 % [8].

I-2-Alliages d'aluminium :

I-2-1 Influence des éléments d'alliages sur les propriétés de l'aluminium:

L'aluminium pur, non allié possède des propriétés mécaniques relativement faibles, afin d'améliorer ces propriétés, on est conduit à ajouter des éléments d'addition lors de sa fusion. Ces éléments entrent en solution solide ou forment des précipités qui entraînent des compositions des alliages. L'avantage des alliages d'aluminium est qu'ils permettent d'avoir une bonne résistance mécanique, tout en conservant une faible masse volumique, de plus ils sont résistants à la corrosion. Ils sont de nos jours d'un usage plus répandu principalement dans l'industrie aéronautique et automobile.

La différence entre alliages est due à l'élément d'addition principal, quelle que soit sa teneur, mais l'addition d'autres éléments secondaires va aussi influencer sur les caractéristiques de l'alliage. Tous les éléments jouent, par leur nature et leur teneur, sur plusieurs propriétés de l'alliage comme [9] :

- les caractéristiques mécaniques (charge de rupture R_m , limite élastique $R_{p0.2}$, l'allongement à la rupture $A\%$, la dureté).
- la masse volumique.
- la conductivité électrique et la conductivité thermique.
- la résistance à la corrosion.
- l'aptitude au soudage.
- l'usinabilité.
- l'aptitude à la déformation et à l'anodisation.

I-2-2 L'influence du Fer et du Cuivre sur les propriétés mécaniques de l'aluminium :

Le fer augmente la limite d'élasticité et la résistance mécanique de l'aluminium ainsi qu'il améliore l'allongement, cela est expliqué par la précipitation

des particules fines de la phase $Al_{13}Fe_4$ dans l'alliage binaire Al-Fe, qui seront transformées en grain plus fins lors du traitement thermique. Les grains fins donnent essentiellement une plasticité meilleure que celle des gros grains. Le fer stabilise donc la grosseur des grains et améliore les propriétés mécaniques. Le cuivre aussi améliore la résistance mécanique par l'augmentation de l'élasticité et l'amélioration de l'allongement [8.9]. Le tableau I .1 présente les propriétés mécaniques des métaux purs : Al, Fe et Cu.

Tableau I. 1: Caractéristiques mécaniques à température ambiante des métaux purs Al, Fe et Cu [10].

<i>Élément pur</i>	<i>Al</i>	<i>Fe</i>	<i>Cu</i>
<i>Module de Yong E (GPa)</i>	69	207	125
<i>Limite élastique (MPa)</i>	40	50	60
<i>Résistance maximale (MPa)</i>	200	200	400
<i>Allongement (%)</i>	50	30	55

I-2-3 Classification des alliages d'aluminium :

Les alliages d'aluminium sont classés en huit familles selon l'élément d'addition principal, ils sont désignés par un numéro à 4 chiffres dont le premier désigne la famille, comme il est indiqué dans le tableau I.2 :

Tableau I- 2 : Classification en séries des alliages l'aluminium [9]

<i>Alliages d'aluminium</i>	<i>Série</i>
<i>Aluminium sans élément d'addition</i>	1000
<i>Aluminium + Cuivre</i>	2000
<i>Aluminium + manganèse</i>	3000

<i>Aluminium + silicium</i>	4000
<i>Aluminium + magnésium</i>	5000
<i>Aluminium + magnésium + silicium</i>	6000
<i>Aluminium + zinc + magnésium</i>	7000
<i>Autres alliages d'Aluminium</i>	8000

I-3 - Traitements thermiques des alliages d'aluminium :

Les structures hors d'équilibre et leurs défauts qui dégradent la plasticité et augmentent la ségrégation des alliages d'aluminium sont éliminés en appliquant le traitement thermique à ces alliages.

I-3-1 Recuit d'homogénéisation :

L'alliage est porté à une température aussi élevée que possible, cette température doit rester inférieure à la température eutectique et à la température de fusion des phases intermétalliques éventuellement présentes (pour l'Al environ 500°C), ce traitement est appliqué aux alliages pour éliminer la ségrégation qui conduit à la formation d'une solution solide inhomogène et permettre la dissolution des éléments qui provoquent le durcissement (figure I.1a) [8].

Au cours de l'homogénéisation, la composition des cristallites de la solution solide est uniformisée, alors que les phases intermétalliques se déposent sous forme de fines inclusions secondaires uniformément réparties (figure I.1b).

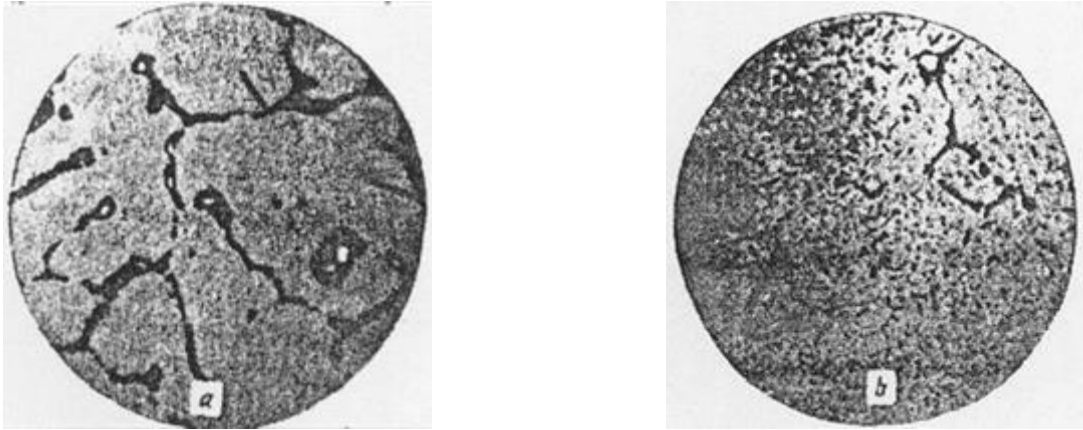


Figure I.1 :a) alliage avant traitement thermique,
b) après recuit d'homogénéisation [8].

Comme le traitement thermique dépend très fortement de la température et de la durée de recuit, on doit suivre le cycle thermique concernant les alliages d'Aluminium qui comprend :

- ◆ Un chauffage jusqu'à une température élevée de 450 à 520°C.
- ◆ Un maintien qui varie de 1 à 40 heures.
- ◆ Un refroidissement lent dans le four ou à l'air.

I-4- Solidification des métaux :

La solidification est définie comme étant l'opération au cours de laquelle un liquide passe à l'état solide, cela peut se faire par refroidissement. Elle procède en général par précipitation : Il y a formation de germes de phase solide au sein du liquide ; c'est la germination puis la croissance qui correspond au développement de ces germes jusqu'à l'épuisement de la phase mère [11,12,13].

La transition de l'état liquide à l'état solide pour un métal pur est particulière car elle se produit toujours à la même température et celle-ci est unique pour une pression atmosphérique donnée. Cette affirmation se décrit à partir de la règle des phases ou règle de **Gibbs** qui stipule que :

$$P + f = C + 1$$

Où P est le nombre de phases en équilibre thermodynamique, f est le degré de liberté et C est le nombre de composantes.

I-4-1 Température de solidification :

Si un équilibre énergétique est établi entre la phase solide et la phase liquide et que la pression est fixée, le degré de liberté sera égal à zéro pour un système formé d'un seul constituant. Donc, la température de solidification d'un métal pur à pression constante est invariable. Cette température est une caractéristique importante pour un métal pur et on la nomme température de solidification, figure I. 2. À la température de solidification, le liquide est plus désordonné que le solide et possède ainsi une entropie plus élevée que celle du solide ordonné.

À la température d'équilibre liquide-solide, on a :

$$\Delta G_t = \Delta H_t - T\Delta S_t = 0 \quad (1)$$

Où t pour la transformation et T est la température en kelvin.

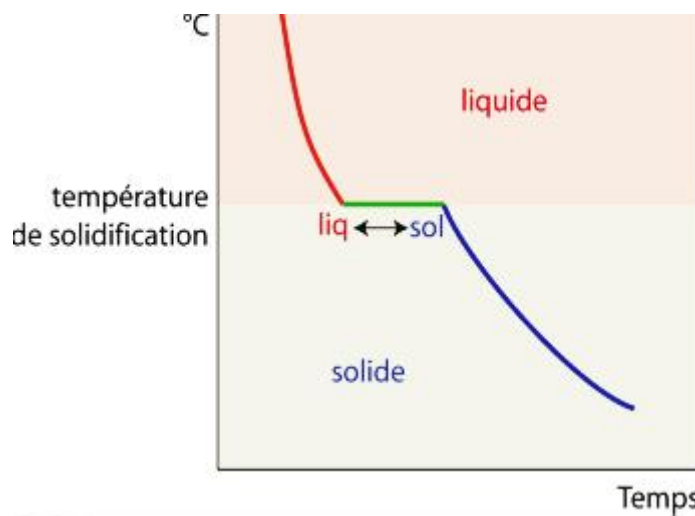


Figure I. 2 : Courbe de solidification d'un métal pur.

I-4-2 Chaleur latente :

Lorsque le métal passe de la phase liquide à la phase solide, il y a un dégagement de chaleur, ce qui est appelé chaleur latente de fusion et noté L .

On peut établir une relation entre la chaleur latente et la température de solidification à l'aide des principes thermodynamiques. La température de

solidification est définie comme la température à laquelle les énergies libres des deux phases sont égales [14,15]. L'équilibre entre la phase solide et la phase liquide peut être exprimé de la façon suivante :

$$G_L = G_s \quad (2)$$

G_L étant l'énergie libre de Gibbs du liquide

G_s étant l'énergie libre de Gibbs du solide.

On sait que l'énergie libre de Gibbs se définit par :

$$G = H - T S \quad (3)$$

Où H est l'enthalpie, S l'entropie et T la température.

En substituant l'équation (3) dans l'équation (2), on obtient à la température de l'équilibre.

$$H_l - T_E S_l = H_s - T_E S_s \quad (4)$$

Où L en indice signifie sous forme liquide et S en indice signifie sous forme solide.

T_E représente la température d'équilibre.

Par définition, à la température T_E la valeur de la chaleur latente est égale à :

$$H_L - H_S = L \quad (5)$$

Alors,

$$L = T_E \Delta S \quad (6)$$

Où,

$$\Delta S = L / T_E \quad (7)$$

Dans le cas de l'aluminium pur :

Il est possible de calculer pour l'aluminium une valeur de ΔS égale à **0.42** lors de la solidification de l'Aluminium, puisque sa valeur de chaleur latente de fusion est **397 J/kg** et sa température de solidification est égale à **660°C**. Par conséquent, la valeur du changement d'entropie, lorsqu' un liquide se transforme en solide, peut être obtenue par le rapport de la chaleur latente sur la température de solidification.

I-4-3 La surfusion :

Il est important de décrire le phénomène de surfusion pour comprendre les mécanismes de germination qui seront décrits plus tard.

Lorsqu'un liquide est dit en surfusion, cela implique que la solidification débute à une température inférieure à celle admise comme température de solidification. Donc, pendant que la température du liquide est inférieure à la température d'équilibre, on dit du liquide qu'il est en surfusion. Lorsque la solidification débute, la température du liquide qui ne s'est pas transformé en solide augmente rapidement pour atteindre la température de solidification. Cette hausse de température est causée par la chaleur latente dégagée au cours de la transformation de phase d'un volume donné de liquide. La figure I.3 illustre la solidification avec surfusion et élévation brusque de température jusqu'à ce que la température d'équilibre thermodynamique soit atteinte [13].

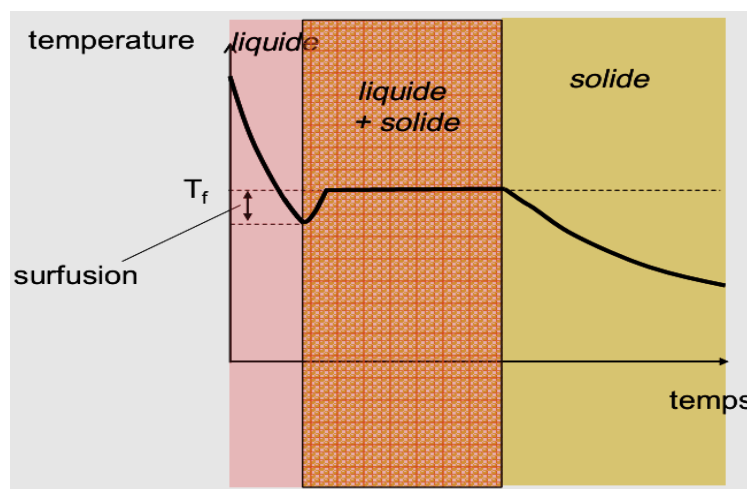


Figure I.3 : Courbe de refroidissement d'un métal représentant la surfusion.

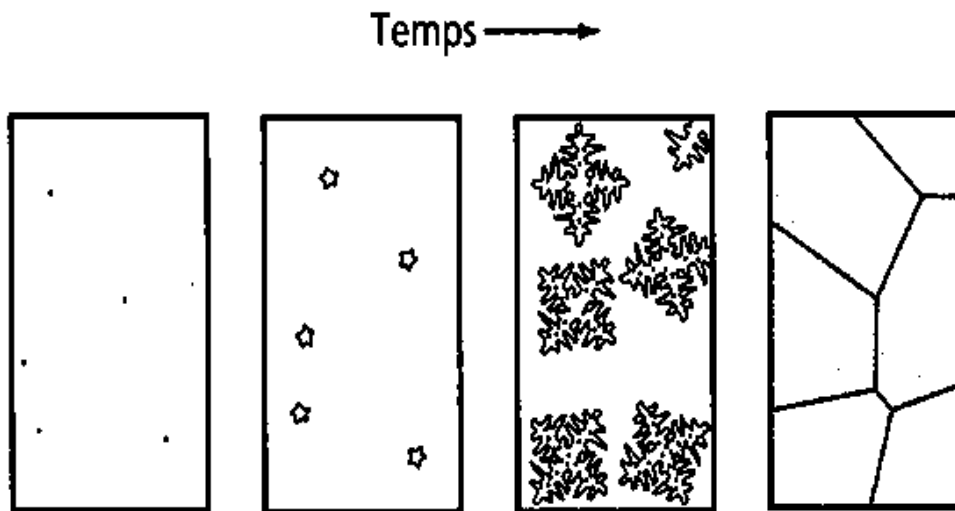
Pour que la solidification progresse, il est nécessaire que la température de l'interface (liquide/ solide) soit inférieure à la température d'équilibre T_E : il est nécessaire qu'il y ait surfusion. Dans les métaux purs, la surfusion peut être créée par des moyens thermiques, au contraire dans les alliages une surfusion est produite par des changements de température et de composition (surfusion de constitution). Cette surfusion de constitution est responsable des structures de solidification que l'on rencontre dans les lingots d'alliages. Elle se fait si la condition suivante est vérifiée.

$$\frac{G_L}{V} \leq \frac{C_0 (1-k_0)}{D k_0} \quad (8)$$

- G_L : le gradient thermique dans le liquide
- V : la vitesse de solidification
- C_0 : la composition nominale de l'alliage
- D : coefficient de diffusion
- k_0 : le coefficient de partage.

I-5- Germination :

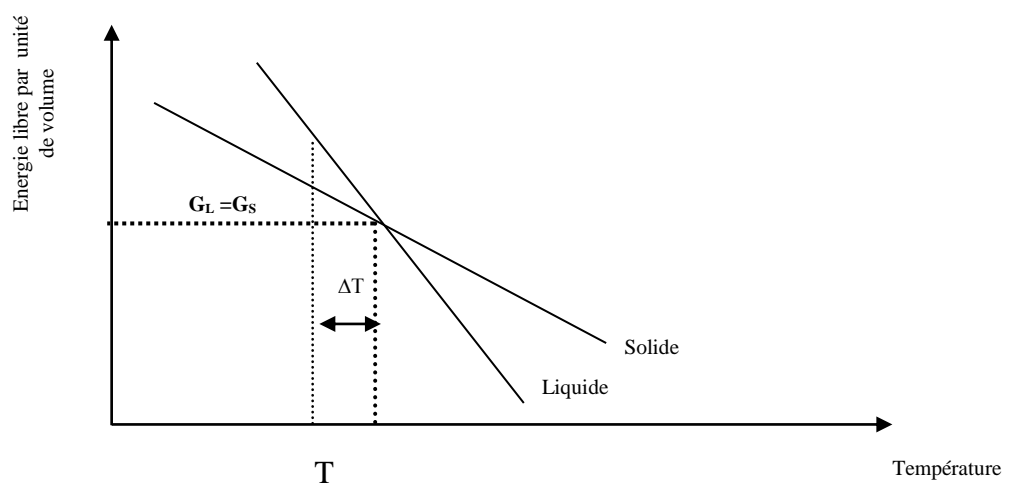
La germination est la formation d'une phase distincte à l'intérieur d'un volume donné, séparée de ce qui l'entoure par une limite, ou une interface bien définie. Dans le cas de la solidification, la germination se manifeste par l'apparition des petites particules cristallines (germes) de la nouvelle phase entourées de métal liquide ,ce processus est rendu possible par la diffusion des atomes qui s'associent les uns aux autres pour former les germes, leur dimension croit rapidement, ils peuvent soit envahir l'ensemble de matériau (transformation allotropique d'un métal pur), soit cesser de s'accroître lorsque l'alliage atteint son nouvel état d'équilibre (précipitation d'un composé intermétallique lors du refroidissement d'une solution solide sursaturée) [16], figure I.4.



FigureI. 4 : Formation de microcristallites dans un liquide.

I-5-1 Énergie libre :

A l'aide de la thermodynamique, il est possible d'étudier le phénomène de germination. Selon la règle des phases, basée sur la notion d'égalité des potentiels chimique à l'équilibre, il existe, dans le cas d'un métal pur un seul point d'équilibre, c'est-à-dire qu'il existe une température unique où le métal peut être à la fois sous la forme solide et sous la forme liquide dans un même système. Cela s'explique par le fait qu'à cette température l'énergie libre est égale pour les deux phases, donc aucune des deux phases n'est favorisée.



FigureI. 5 : Diagramme d'énergie libre en fonction de température pour un métal pur.

Ainsi, lorsque la température du système est inférieure à la température d'équilibre, comme précise la figure I. 5, c'est la phase solide qui est la plus stable. Les atomes auront tendance à prendre l'état pour lequel l'énergie est la plus basse et se présenteront donc sous la forme solide. De même, lorsque la température du système est supérieure à la température d'équilibre T_E , c'est la phase liquide qui est la plus stable.

Théoriquement, lorsque la température est inférieure à la température de fusion, le métal devrait toujours être solide, car il y a une diminution de l'énergie libre associée à la transformation liquide - solide. Ceci est dû au principe de thermodynamique de minimisation de l'énergie libre. Lorsque la température devient inférieure à la température d'équilibre, la phase qui est la plus stable est la phase solide. Cependant, le phénomène de surfusion a été démontré expérimentalement. Donc, le changement de phase ne se produit pas instantanément lorsque la température descend sous le point d'équilibre. La raison en est que l'énergie libre s'applique au système tout entier, incluant toutes les surfaces présentes dans un volume donné. Alors, durant le rassemblement d'un groupe d'atomes pour former une petite particule solide, la surface qui sépare le noyau solide du milieu environnant liquide contribue à l'augmentation de l'énergie libre totale associée au germe. Par contre, le germe restera et augmentera en volume seulement si l'énergie libre est plus faible que celle du liquide environnant [13,15].

I-5-2 Germination homogène :

La germination homogène apparaît de façon aléatoire dans un système mais en pratique elle est rarement effective lors de la solidification d'un métal.

Energie libre volumique :

En prenant, par exemple, un métal liquide qui est en surfusion à la température T dans un récipient, il est possible de suivre son évolution. Lors de la formation d'un germe, il y aura diminution de l'énergie libre volumique, c'est-à-dire l'énergie libre par unité de volume. On peut expliquer cette affirmation à l'aide du diagramme de la figure 5 qui présente la différence d'énergie entre G_l et G_s qui est symbolisé par ΔG_v , et égale.

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi R^3 \Delta G_V + 4\pi R^2 \gamma_{LS}, \quad (9)$$

Soit la différence d'énergie libre entre la phase liquide G_L et la phase solide G_s multipliée par le volume d'un germe sphérique de rayon R [17]. Si, à ce stade, on néglige l'énergie libre interfaciale (elle sera expliquée plus tard en détail), on peut exprimer la différence d'énergie libre entre les deux phases à l'aide de l'équation 10.

$$(G_s - G_L) = (H_L - H_s) * T (S_L - S_s) = L - T\Delta S \quad (10)$$

En utilisant l'équation 9 et l'équation 10, il est possible d'obtenir :

$$\left(\frac{d\Delta G}{dR}\right)_{R^*} = 0 \Leftrightarrow R^* = -\frac{2\gamma_{LS}}{\Delta G_V} = \frac{2\gamma_{LS}T_F}{L(T - T_F)} \quad (11)$$

Où $\Delta T = T - T_E$ représente la surfusion et T_E est la température de solidification.

Energie libre interfaciale :

Pour comprendre quand et comment la germination se produit, il faut inclure l'effet de l'interface qui est créé dans l'équilibre thermodynamique des phases.

Lors de la formation d'une particule, il y a également formation d'une interface solide / liquide. Cette interface possède une énergie et fait varier l'énergie libre du système de façon significative. Cette énergie est représentée par ΔG_s , soit l'énergie libre interfaciale. Le calcul de l'énergie libre interfaciale créée par une sphère solide dans un milieu liquide pour une sphère de rayon R est égal à $4\pi R^2 \gamma$, où γ désigne l'énergie libre interfaciale spécifique par unité de surface.

Avant de continuer, il est intéressant de noter que puisqu'il y a formation d'une particule, il est possible d'affirmer que la moitié des atomes de l'interface appartiennent au solide, et l'autre moitié au liquide. Ainsi, l'énergie interfaciale par

atome devrait être approximativement la moitié de la chaleur latente de fusion [14,15].

Après avoir calculé la variation des énergies libres présentes lors de la formation d'une particule solide, le calcul de la variation totale de l'énergie libre due à la création de cette particule devient simple. Il suffit simplement d'additionner l'énergie libre volumique et l'énergie libre interfaciale, de la façon suivante :

$$\Delta G = \Delta G_s + \Delta G_v = 4\pi * R^2\gamma - L \frac{\Delta T}{T_E} \frac{4}{3} \pi * R^3 \quad (12)$$

Lorsque la particule est grosse, l'énergie libre de l'interface devient négligeable, comparativement à l'énergie libre volumique, puisqu'elle représente une faible fraction de l'énergie libre totale, mais ce n'est pas le cas lorsque la particule est très petite. De même, il serait surprenant que les atomes situés à la surface d'un très petit cristal aient une énergie supérieure à celle des atomes situés à la surface d'un gros cristal parce qu'une plus grande proportion d'entre eux occupe les arêtes et les sommets du cristal. L'énergie d'activation moyenne pour la capture des atomes par de petits cristaux est donc plus grande et la transformation inverse, soit de la phase solide vers la phase liquide est plus petite, comparée à un cristal de forte taille. Ceci implique que la température d'équilibre, à laquelle le taux d'arrivée d'atomes à l'interface est égal au taux de départ, est plus basse pour un petit cristal que pour un gros [13,15].

La figure I.6 présente la courbe décrite à l'équation 12, en fonction du rayon du germe. On constate que ΔG passe par un maximum. Cette valeur peut être calculée à l'aide de la dérivée première que l'on égalise à zéro pour trouver le rayon R correspondant.

$$\Delta G_{\text{MAX}} = -L \frac{\Delta T}{T_E} \frac{4}{3} \pi r^{*3} + 4\pi r^{*2} \gamma \quad (13)$$

$$r^* = \frac{2\gamma T_E}{L\Delta T} \quad (14)$$

r^* étant le rayon critique de la particule. Par exemple, si la particule qui se forme est telle que son rayon R est plus grand que r^* cela implique une diminution de ΔG_{total} provoquée par toute augmentation du rayon R du germe. Par contre, si la nouvelle particule possède un rayon qui est inférieur à r^* , on obtient une augmentation du ΔG_{total} avec le grossissement de la particule, ce qui implique que le germe est énergiquement instable. Donc, toutes les particules de taille supérieure à r^* survivront et croîtront, alors que les particules ayant un rayon inférieur au rayon critique auront tendance à diminuer et à disparaître, en raison de l'instabilité associée à leur énergie libre totale [14,15].

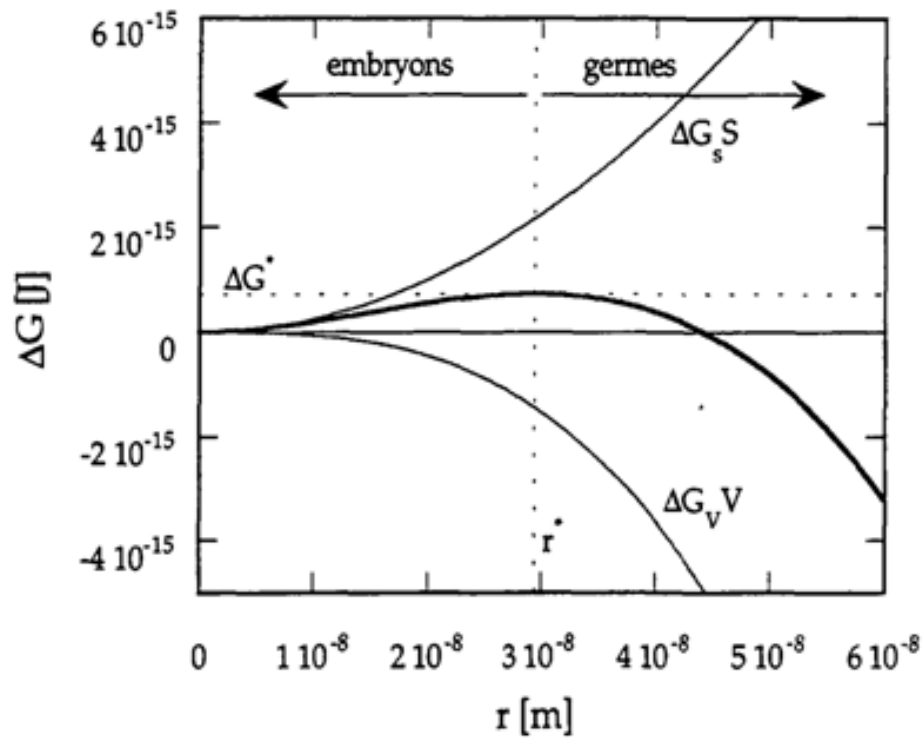


Figure I. 6 : Variation de ΔG en fonction du rayon du germe [18].

I-5-3 Germination hétérogène :

La germination hétérogène existe lorsqu'il y a des défauts dans le système, ces derniers deviennent des sites préférentiels pour la germination. La présence d'un défaut crée une région de haute énergie, ce qui facilite la création d'un germe. Lorsque la germination se produit sur une substance solide, par exemple un moule ou des impuretés insolubles dans le métal, la germination est du type hétérogène. Il est indispensable que l'agent étranger soit mouillé par le métal liquide pour initier ce mécanisme de germination. Pour mesurer la facilité qu'à un métal à se prêter à la mouillabilité, la technique de l'angle de contact est utilisée afin de caractériser la tension superficielle du métal. De plus, il est important que l'angle de contact entre la matière étrangère et le métal soit petit, ce qui signifie que le liquide se solidifie rapidement au contact de la substance étrangère. Quand des surfaces étrangères ont l'effet de diminuer l'énergie libre totale d'un germe pour une taille donnée, comparé au mécanisme homogène, la germination hétérogène sera énergiquement favorable. La condition nécessaire pour la prédominance du mécanisme hétérogène est que la tension superficielle entre le solide et le moule (SM) soit plus petite que la tension superficielle entre le solide et le liquide [12,15], comme le montre la figure I.7.

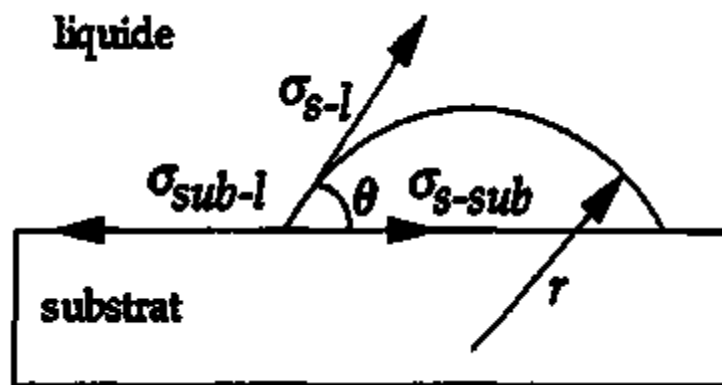


Figure I.7 : Germination hétérogène d'un métal sur un substrat [18].

L'équation d'équilibre pour la tension superficielle dans le cas d'un germe solide formant un angle de contact avec le bord du moule parfaitement lisse est représentée comme suit :

Ou encore ;
$$\gamma_{ML} = \gamma_{SM} + \gamma_{SL} \cos\theta \quad (15)$$

$$\cos\theta = (\gamma_{ML} - \gamma_{SM}) / \gamma_{SL} \quad (16)$$

Où γ_{ML} est la tension superficielle entre le moule et le liquide, γ_{SM} la tension entre le solide et le moule et γ_{SL} la tension entre le solide et le liquide.

La formation d'un germe sur une surface hétérogène sera associée à un excès d'énergie libre donnée par l'équation suivante :

$$\Delta G_{het} = -V_S \Delta G_V + A_{SL} \gamma_{SL} + A_{SM} \gamma_{SM} + A_{SM} \gamma_{ML} \quad (17)$$

Où V_S est le volume de la partie du métal solidifié sur la paroi, A_{SL} est l'aire de l'interface solide/liquide, A_{SM} est l'aire de l'interface solide/moule et ΔG_V est l'énergie libre volumique associée au métal solide. Cette équation est composée avec la contribution des trois énergies interfaciales. Le deuxième et le troisième terme de l'équation sont dus à la création de l'interface lors de la germination. Le dernier terme est dû à la destruction de l'interface moule / liquide sur l'aire du métal solide qui vient de se former. La comparaison entre la germination homogène et la germination hétérogène est illustrée à la figure I.8.

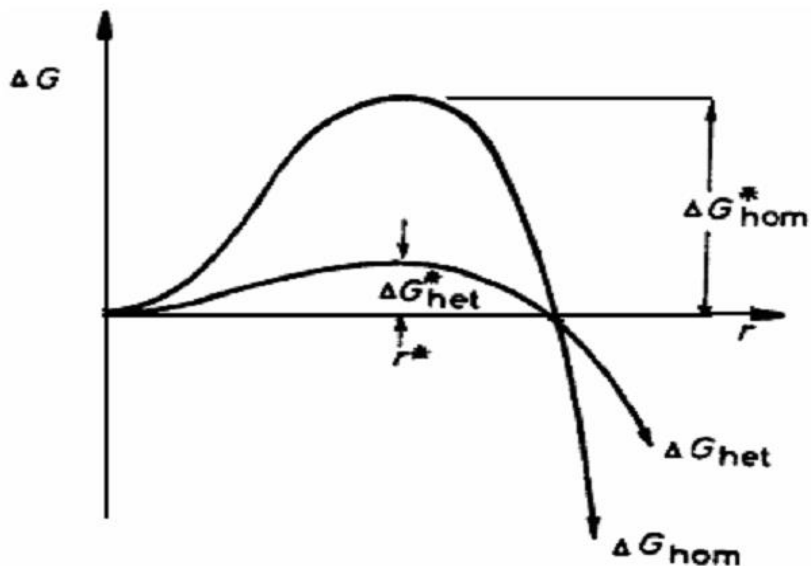


Figure I. 8 : Comparaison entre l'énergie libre de la germination homogène et la germination hétérogène.

La différence entre l'énergie libre de la germination homogène et l'énergie libre de la germination hétérogène se trouve dans l'ajout du terme θ , ce qui implique que la germination hétérogène a plus de chances de se produire que la germination homogène dans les mêmes conditions. Pour cette raison, la germination hétérogène est généralement le plus souvent observée, mais le rayon critique reste le même pour les deux types de germination.

I-6- Croissance des germes :

Le phénomène de croissance des germes s'explique par la migration des atomes de la phase liquide vers la phase solide. Les germes de la nouvelle phase qui croissent dont des microcristallites de formes géométriques très variées peuvent se former ; ainsi dans les métaux liquides, il apparaît la formation de dendrites, alors qu'au sein d'alliage eutectique, ce sont des structures lamellaires qui se forment, (figure I. 9).

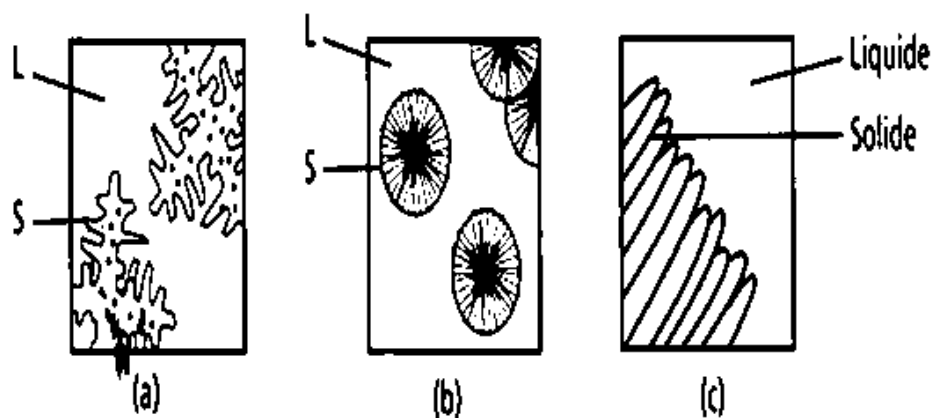


Figure I.9: croissance des cristaux : a) formation de dendrites d'un métal liquide, b) germes sphérolitiques d'un polymère liquide, c) lamelles d'un alliage eutectique.

Le mode de croissance d'un grain est défini par le type d'interface solide / liquide. Il existe deux différentes structures atomiques pour créer la surface entre la phase liquide et la phase solide. L'interface solide / liquide appelée douce ou plate met à contribution une seule couche d'atomes faisant la démarcation entre les deux phases. L'interface solide / liquide appelée rugueuse ou interface diffuse représente, quant à elle, une interface où la transition est composée de plusieurs couches d'atomes [14,19].

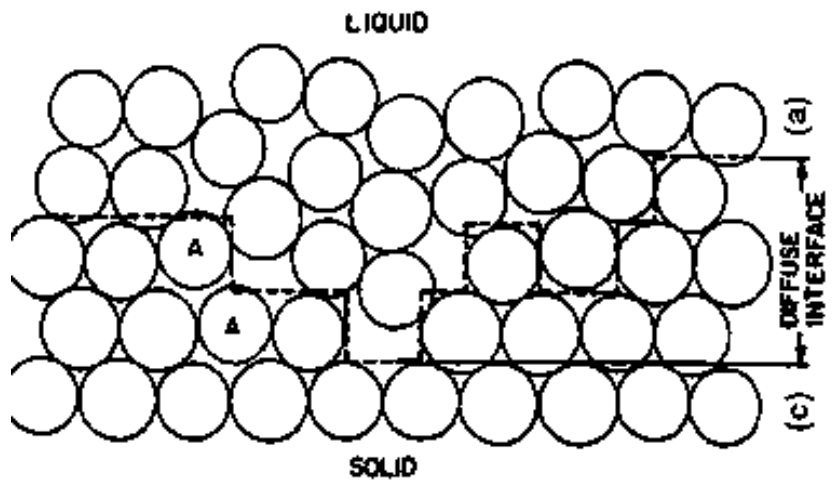


Figure I.10 : description schématique des deux types d'interface : (a) empilement atomique sur une interface diffuse, (b) interface diffuse et (c) interface lisse.

I-7-Morphologie des grains:

Dans un tel mode de cristallisation, les grains ne sont pas des faces cristallines car ils sont délimités par les limites des grains voisins. Les grains peuvent être équiaxes ou basaltiques.

I- 7-1 Grains équiaxes :

La distribution des germes est uniforme, la vitesse de cristallisation est la même dans les trois directions de l'espace. On obtient alors des polyèdres réguliers et identiques, chaque grain étant formé par une dendrite et chaque dendrite étant semblable à sa voisine. Ceci a lieu quand le refroidissement à partir du liquide se produit très lentement et en condition isotherme pour toute la masse de l'alliage, figure I.11.

I-7-2 Grains basaltiques :

Dans le cas d'un refroidissement rapide un grand nombre de germes apparaissent sur les parois. Ils se développent dans des directions perpendiculaires aux parois. Ce mode de cristallisation va donner des grains allongés : cette structure est dite basaltique.

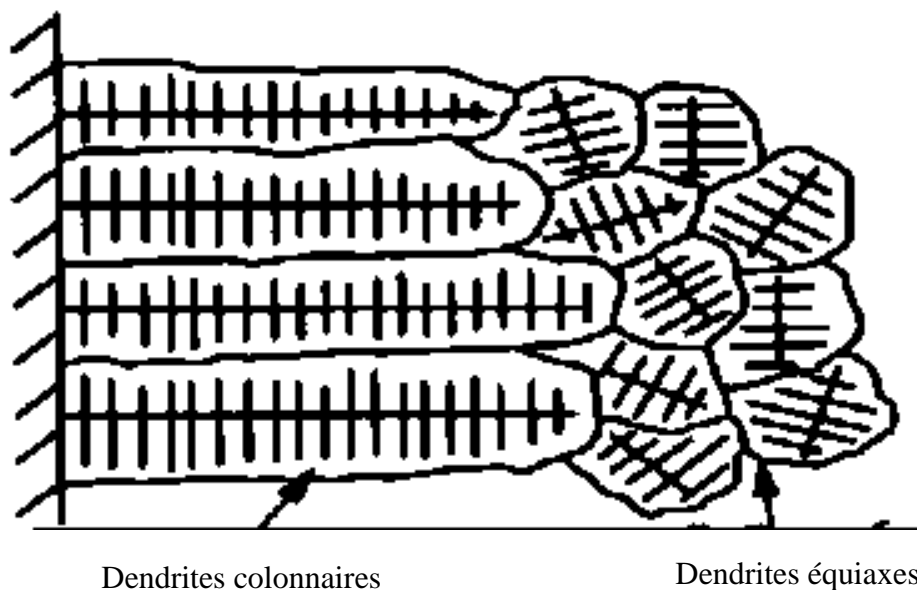


Figure I.11: Représentation de deux zones basaltiques et équiaxes [20].

I-8- Les quasicristaux:

Les quasicristaux ont été expérimentalement mis en évidence pour la première fois par diffraction d'électrons [3]. Ils présentent la particularité de posséder une symétrie de rotation incompatible avec la périodicité des cristaux ordinaires, mais possèdent en revanche un ordre à longue distance. La découverte des quasicristaux remonte à 1984 avec la publication par Shechtman et al. de clichés de diffraction d'électrons dans un alliage métallique d'Al- 14% Mn solidifié rapidement (figure I.12). On y voit des pics de Bragg bien définis, même s'ils sont relativement larges, ce qui montre clairement l'existence d'un ordre à longue distance. Et surtout, ce cliché montre aussi une symétrie compatible avec les symétries de rotation d'un icosaèdre (d'ordre 5). En fait, cet alliage avait le groupe de symétrie de l'icosaèdre : 6 axes d'ordre 5, 10 axes d'ordre 3, 15 axes d'ordre 2 et un centre d'inversion.

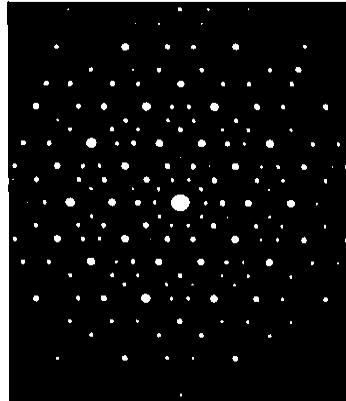


Figure I. 12 : Cliché de diffraction d'électrons d'après Shechtman et al (1984) montrant symétrie d'ordre 5 dans l'alliage Al-Mn.

I-8-1 Phases approximantes :

Ce sont des phases périodiques et possèdent une structure cristalline classique avec une symétrie de translation mais leur composition chimique est très proche de celle de la phase quasicristalline. Il s'agit de composés cristallins à grandes mailles, et qui peuvent coexister avec les quasicristaux.

I-8-2 Les trois catégories de quasicristaux :

A. Les phases quasicristallines métastables :

L'alliage quasicristallin de première génération de type Al-Mn est métastable. Ces quasicristaux ne peuvent être élaborés que par des techniques d'amorphisation. Au sein de la matrice d'Aluminium se trouvent de très petits grains (de l'ordre du μm). Ces alliages comportent d'importants défauts structuraux et sont constitués d'une ou plusieurs phases cristallines parasites. Dans ce cas, la phase icosaédrique est métastable par rapport aux phases cristallines de composition voisine. Un grand nombre d'alliages binaires de type Al-MT est élaboré par substitution du manganèse par d'autres métaux (MT = Co, Cr, Fe, Mn, Mo, Ni, Pd, Re ...). L'addition d'un autre élément M tel que Si, Ge, Ce, Ta, Mo, B, Ni, Zr a permis de réaliser des composés ternaires dérivés Al-MT-M.

B. Les phases quasicristallines stables et imparfaites :

Les phases stables sont présentes dans le diagramme de phases à l'équilibre, même si leurs domaines de composition et de température sont limités. De ce fait, les quasicristaux sont considérés comme des composés intermétalliques particuliers. Ces matériaux sont obtenus par des voies conventionnelles d'élaboration qui font intervenir des refroidissements lents. Ils présentent toutefois des défauts structuraux beaucoup moins nombreux que ceux présents dans les phases métastables mais qui demeurent difficiles à éliminer. La mise en évidence des propriétés de ces matériaux et la recherche de leurs applications ont été motivées dès l'identification de la première phase à structure icosaédrique stable découverte dans le système Al-Li-Cu [1] par des techniques conventionnelles de fusion et de coulée en lingotière au Centre de Voreppe de la société PECHINEY.

C. Les phases quasicristallines stables et parfaites :

Quelques années plus tard, une structure icosaédrique parfaite a été obtenue à partir d'alliages de type Al-Cu-MT (MT = Re, Ru, Os) par trempe rapide suivie d'un traitement thermique.

De nombreux résultats expérimentaux indiquent que les quasicristaux stables obtenus par différents modes d'élaboration sont souvent plus stables d'un point de vue thermodynamique que les phases cristallines ordinaires [2].

I-8-3 Propriétés des quasicristaux :

L'arrangement cristallographique particulier des quasicristaux génère des propriétés physiques spécifiques. De nombreuses études expérimentales et théoriques ont démontré la présence d'un pseudogap dans la densité d'état électronique au niveau de Fermi [21,22]. Cette structure électronique particulière influence fortement les propriétés physiques de ces alliages métalliques.

- Résistivité électrique :

Bien que les quasicristaux soient constitués par des éléments métalliques, ils possèdent généralement une très faible conductivité (une très forte résistivité) électrique. La figure I.13 présente la résistivité ρ de quelques quasicristaux comparée à celle d'autres types de matériaux dont de bons conducteurs comme l'aluminium :

des phases icosaédriques constituées de 60 à 70 % d'aluminium ont des résistivités qui peuvent atteindre $11000 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ à 4,2 K [4]

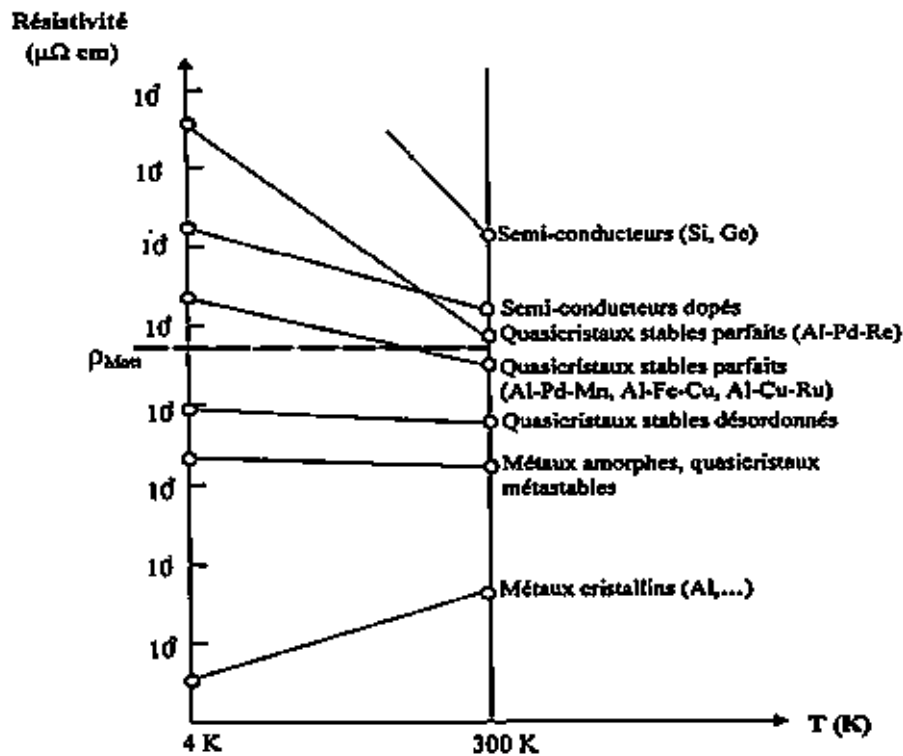


Figure I.13 : Résistivité électrique de différentes classes de matériaux

La résistivité élevée des quasicristaux peut être expliquée par la densité d'états électroniques qui est fortement réduite au niveau de Fermi E_F . Pour autant cette densité n'est pas nulle, on parle donc d'un pseudo-gap au niveau de Fermi, contrairement aux semi-conducteurs et isolants qui présentent un vrai gap séparant les bandes de valence et de conduction [23,24].

- Conductivité thermique :

La conductivité thermique des quasicristaux suit la même tendance que la conductivité électrique. Ils sont plus proches des isolants que des métaux. Leur conductivité thermique est très faible, de l'ordre de $0,5 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1}$ à 20°C pour les phases icosaédriques des systèmes Al-Cu-Fe, Al-Pd-Re et Al-Pd-Mn [25]. Cette faible conductivité thermique les classe parmi les isolants, telle que la laine de verre ou la zirconne [5].

- Propriétés mécaniques :

Le comportement mécanique des quasicristaux et de leurs approximants est tout aussi surprenant. À température ambiante, les quasicristaux présentent une

dureté élevée (700 à 900 HV) accompagnée d'une très faible ténacité. Par conséquent, ils sont très fragiles aux basses températures [6].

Cependant leur résistance mécanique est conservée jusqu'à environ 75% de leur température de fusion, ou de leur température de réaction péritectique. Au-delà de cette température, les quasicristaux présentent une certaine ductilité, cette plasticité s'accompagne assez rapidement d'un principe d'adoucissement : la contrainte à imposer pour obtenir une déformation étant alors de plus en plus faible. Ce phénomène de ductilité est lié au mouvement thermiquement activé de dislocations [26].

- Propriétés de frottement :

A la suite des propriétés mécaniques, les propriétés tribologiques des quasicristaux ont été le sujet de nombreuses études: le coefficient de frottement mesuré pour une phase i -Al-Cu-Fe-B ou i -Al-Pd-Mn est deux fois moins important que celui de l'aluminium ou du cuivre. Les phases icosaédriques possèdent les meilleures performances tribologiques. Ces faibles valeurs de frottement ne peuvent pas être expliquées uniquement par l'importance du module de Young et de la dureté mais aussi par des effets électroniques qui influencent l'adhésion des quasicristaux [7].

I-9- Etude bibliographique de système Al-Cu-Fe :

Dans notre étude, Nous nous sommes principalement intéressés au domaine de compositions riche en aluminium. L'intérêt de ce domaine repose sur l'existence de plusieurs phases binaires et ternaires dont une phase quasi-cristalline, notée i . Pour mieux connaître ces phases, on présente les diagrammes d'équilibres binaires Al-Fe, Al-Cu et Fe-Cu suivis par des coupes isothermes de l'alliage ternaire Al-Cu-Fe.

a) Diagramme d'équilibres de système binaire Al-Fe :

Le diagramme d'équilibre du système binaire Al-Fe illustré sur la figure I.14, fait apparaître, dans le domaine enrichi d'aluminium et aux températures inférieures à 500°C, la solution solide α -Al et la phase intermétallique $Al_{13}Fe_4$, leurs données cristallographiques sont présentées dans le tableau I.3. La solubilité du fer dans l'aluminium est très faible (de l'ordre de 0,1 at. %), au contraire, la solubilité de l'aluminium dans le fer atteint 20 at.% à 400°C

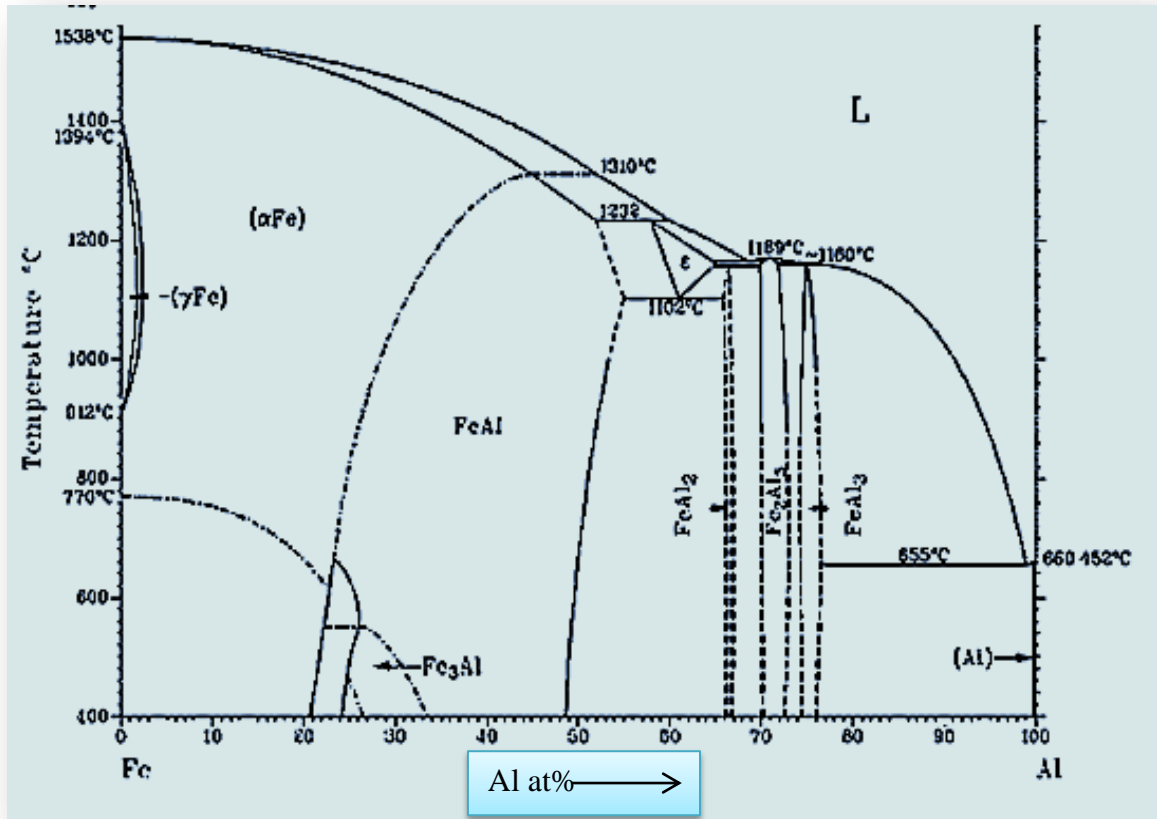


Figure I.14 : Diagramme d'équilibres d'alliage binaire Al-Fe.

Tableau I.3 : Données cristallographiques de la solution solide α -Al et la phase λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

Phases	Système cristallin	Groupe d'espace	Paramètre de maille (Å)
α -Al	Cubique	Fm-3m	$a = b = c = 4,0494$
λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$	Monoclinique	C2/m	$a = 15,4890$; $b = 8,0831$ $c = 4,2165$ $\beta = 107.7^\circ$

b) Diagramme d'équilibres de système binaire Al-Cu :

La figure I.15 présente le diagramme d'équilibres du système binaire Al-Cu elle montre, toujours dans le domaine riche en Aluminium à basses températures ($T < 350^\circ\text{C}$), l'apparition de la solution solide α -Al et la phase intermétallique θ - Al_2Cu de structure tétragonale, groupe d'espace $14/m\bar{c}m$ et paramètres cristallins: $a = b = 6,0654$, et $c = 4,8732$. La limite de solubilité du cuivre dans l'aluminium est inférieure à 1 at. % à 350°C .

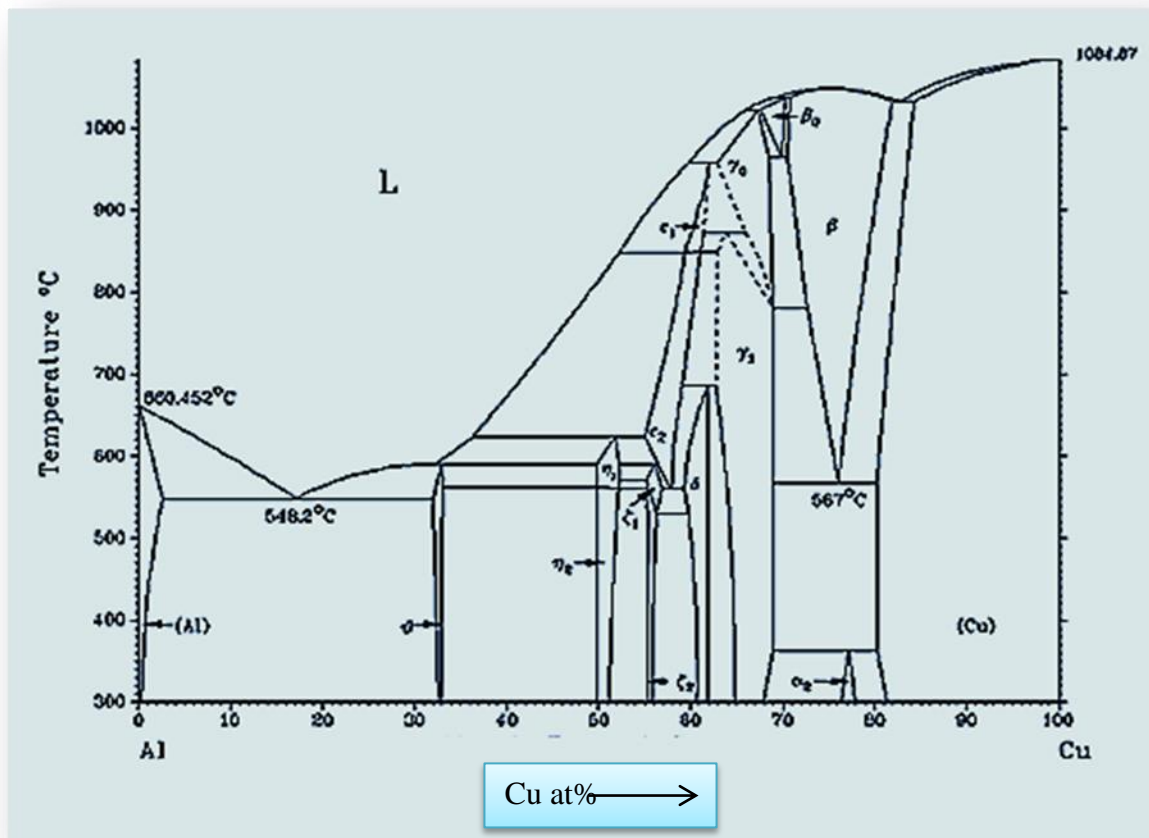


Figure I.15 : Diagramme d'équilibres d'alliage binaire Al-Cu.

c) Diagramme d'équilibre de système binaire Fe-Cu:

Le diagramme d'équilibre du système Fe-Cu montre une lacune de miscibilité à l'état solide. Aucune phase intermédiaire n'a été formée, seules des solutions solides sont présentes. Pour les températures inférieures à 700°C , la

solubilité du fer dans le cuivre ainsi que celle du cuivre dans le fer sont inférieures à 1 at. %

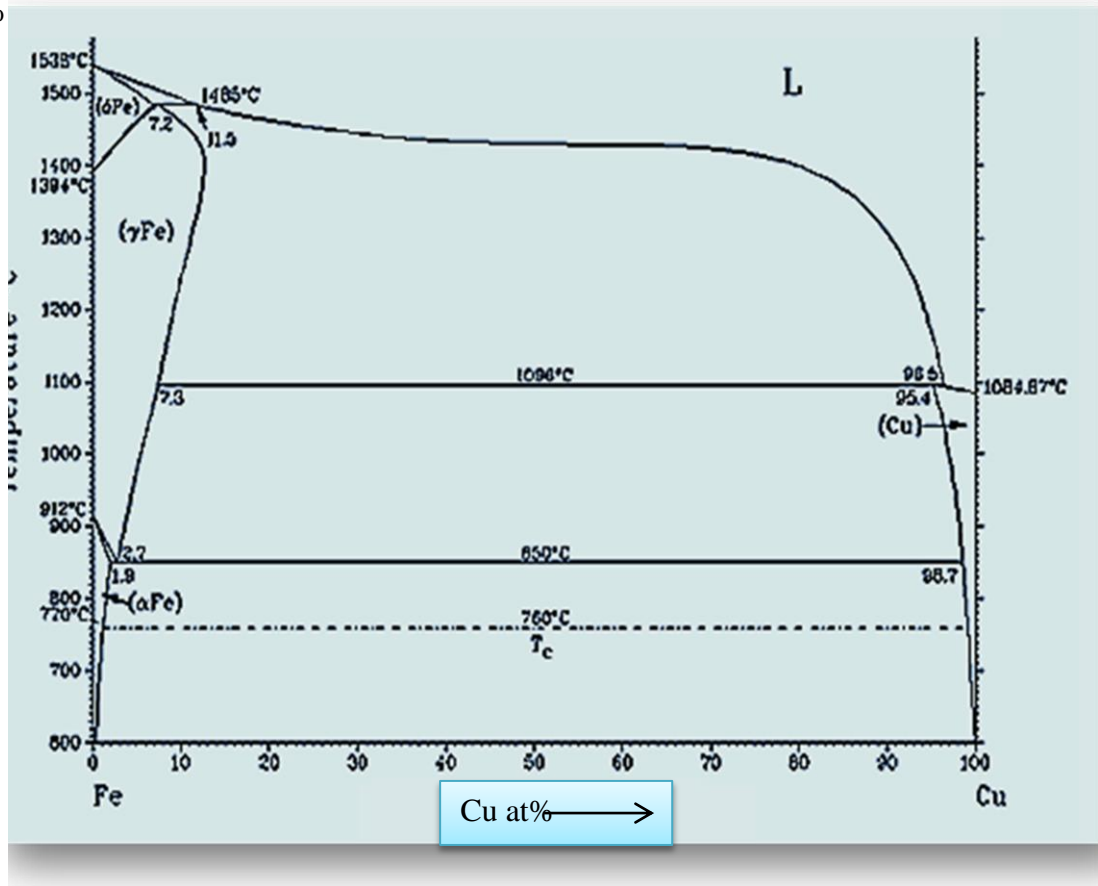


Figure I.16 : Diagramme d'équilibre d'alliage Cu-Fe.

d) Système ternaire Al-Cu-Fe :

Ces dernières années, le diagramme de phases du système ternaire Al-Cu-Fe a attiré l'attention de beaucoup de gens qui se concentrent sur la formation de la phase quasi-cristalline dans des conditions donnant des phases stables. Bradley et Goldschmidt [27] ont été les premiers à révéler la zone de formation de la phase quasi-cristalline icosaédrique dans le système ternaire Al-Cu-Fe, sa formule idéale a été proposée de Al_6Cu_2Fe et sa composition moyenne dans la région monophasé de $Al_{65}Cu_{22.5}Fe_{12.5}$, la figure I.17 présentant des coupes isothermes à plusieurs températures: 650°C, 750°C et 850°C montre le domaine de la formation de cette phase dans l'alliage Al-Cu-Fe coexistant avec d'autres phases intermétalliques qui ont été déjà mentionnées précédemment dans les diagrammes binaires Al-Cu et Al-Fe. Leurs caractéristiques cristallographiques ainsi que les températures de fusion ou de décomposition des phases intermétalliques existant sont résumées dans le tableau I.4

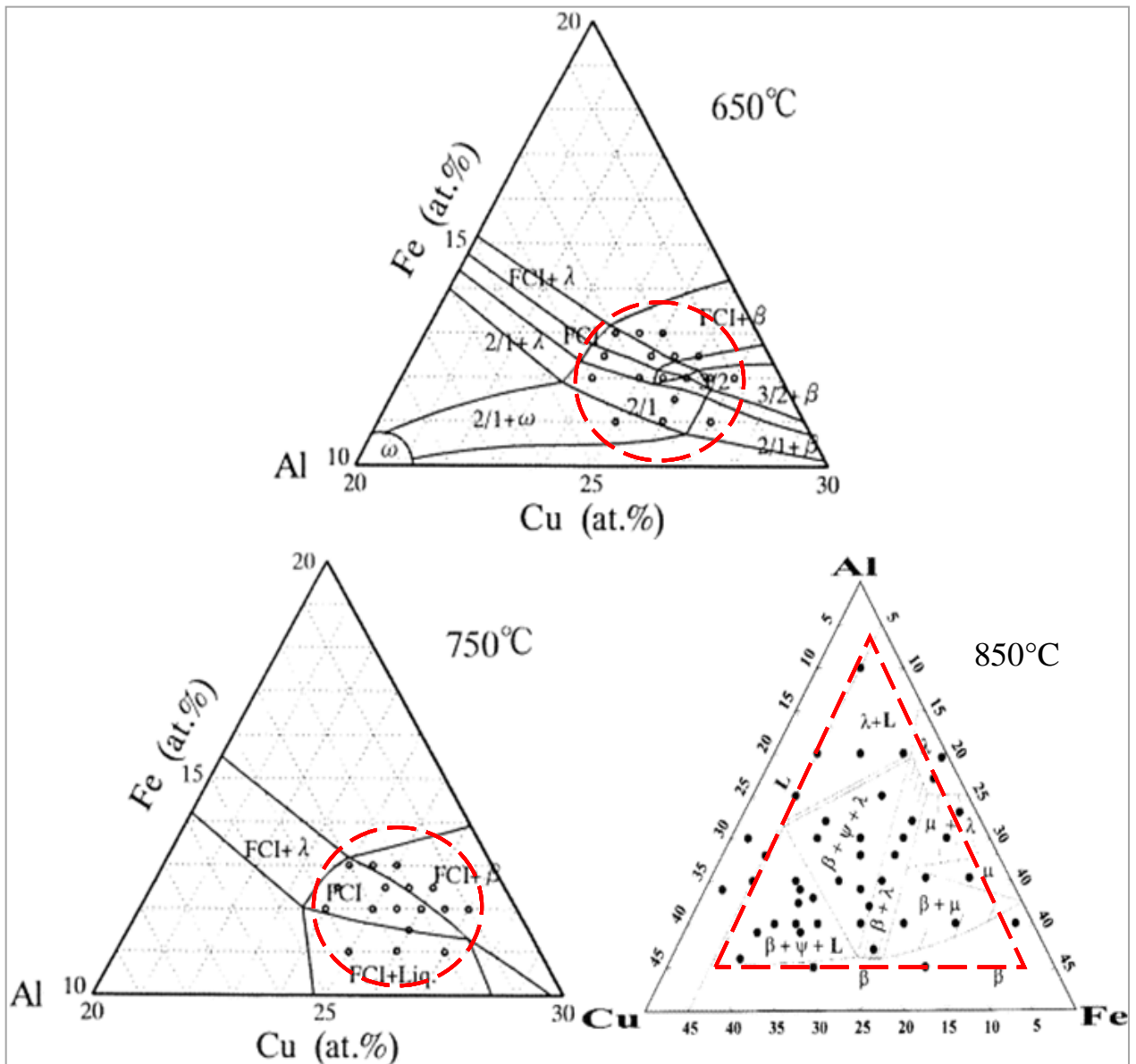


Figure I.17 : Sections isothermes du diagramme de phase ternaire Al-Cu-Fe à proximité de la région formant phase quasicristalline à 650°C, 750°C [28] et à 850°C [29].

Tableau I.4: Données cristallographiques de phases dans le système ternaire Al-Cu-Fe.

Phase	Système cristallin	Groupe d'espace	Paramètre de maille (Å)	Température de formation (°C)	Température de fusion ou décomposition (°C)
α -Al	Cubique	Fm-3m	a = b = c = 4,0494		660
β -Al(Fe,Cu)	Cubique	Pm-3m	a = b = c = 2,8954	310<T<515 [30] 500<T<600 [31]	1232
λ -Al ₁₃ Fe ₄	Monoclinique	C2/m	a= 15,4890 b = 8,0831 c = 4,2165	500 [32] 350 [33]	1160
θ -Al ₂ Cu	Tetragonal	14/mcm	a=b=6,0654 c = 4,8732	150[34] 330[35]	591
ω -Al ₇ Cu ₂ Fe	Tetragonal	P4/mmc	a=b=6,3360 c =14,87	300-500 [36]	750
i - Al ₆ Cu ₂ Fe	Icosaédrique	P 35m	a _{6D} =6,317	460 [37] 600 [38] 500 [39]	882

I-9-1 La phase quasicristalline icosaédrique **i**-Al-Cu-Fe :

Il est possible de décrire les quasicristaux comme des agrégats d'amas atomiques, les plus souvent rencontrés pour décrire la structure des quasicristaux sont les clusters de type Mackay ou Bergman. Les agrégats de Mackay et de Bergman sont le résultat d'une succession de plusieurs couches atomiques de symétrie icosaédrique qui forment un volume de type sphérique avoisinant 10 Å de diamètre et contenant respectivement 55 et 33 atomes. La figure I.18 montre les amas de Mackay et de Bergman.

La structure atomique proposée par Elser et al. [40] et Gratias et al. [41] pour la phase i-Al-Cu-Fe consiste à 95 % de clusters de type pseudo-Bergman à 33 atomes (un atome central, un icosaèdre et un dodécaèdre) et de clusters de type pseudo-Mackay à 50 atomes (un atome central, un dodécaèdre partiel, un icosaèdre et un icosidodécaèdre). La figure I.18 montre les amas de Mackay et de Bergman.

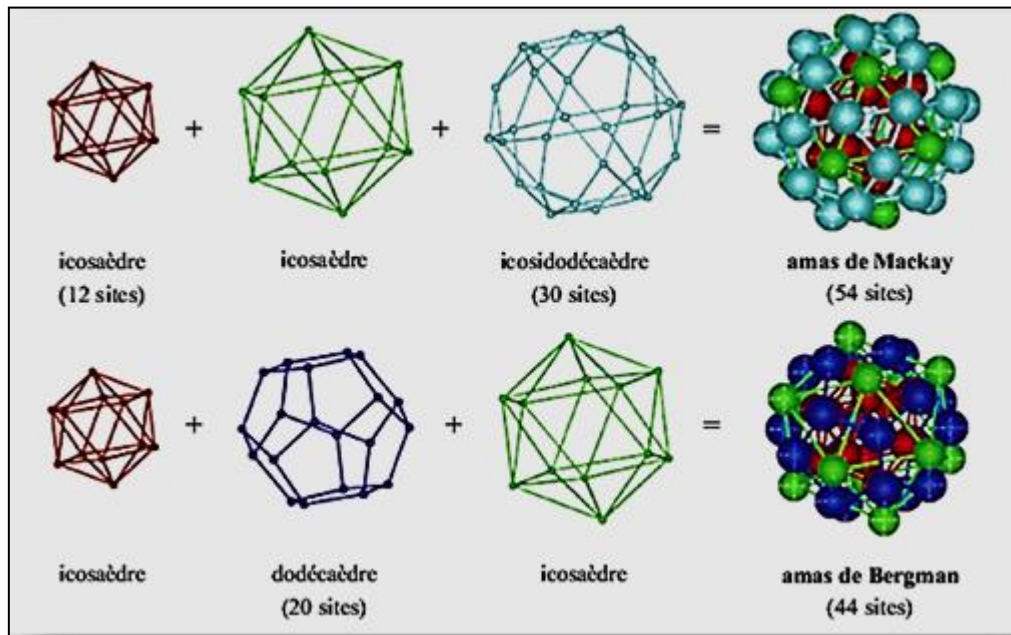


Figure I.18 : Couches atomiques successives pour les amas atomiques icosaédriques de Mackay et de Bergman [42].

I.9-2 Le nombre d'or :

Le nombre d'or, nommé nombre ou proportion divine, se retrouve régulièrement dans la nature, en géométrie, en architecture et en mathématiques ainsi que sur le cliché de diffraction d'un alliage quasicristallin. Le nombre d'or est défini par la relation mathématique suivante :

$$\tau = (1 + \sqrt{5}) / 2 = 1.618$$

Dans le cas d'une phase quasicristalline icosaédrique, les taches de diffraction sont distribuées sur un réseau de polyèdre réguliers de symétrie quinaire comme sur la figure I.19 (a). Une propriété d'un pentagone régulier est que le rapport entre l'une de

ses diagonales par un de ses côtés est égale au nombre d'or. La figure I.19 (b) illustre la méthode d'obtention des pentagones réguliers successifs par inflation : si la diagonale d'un pentagone sert de base à la construction d'un nouveau pentagone, la diagonale résultante aura une longueur multiple de τ^2 . Les taches de diffraction d'une phase icosaédrique montrent de telles symétries d'inflation.

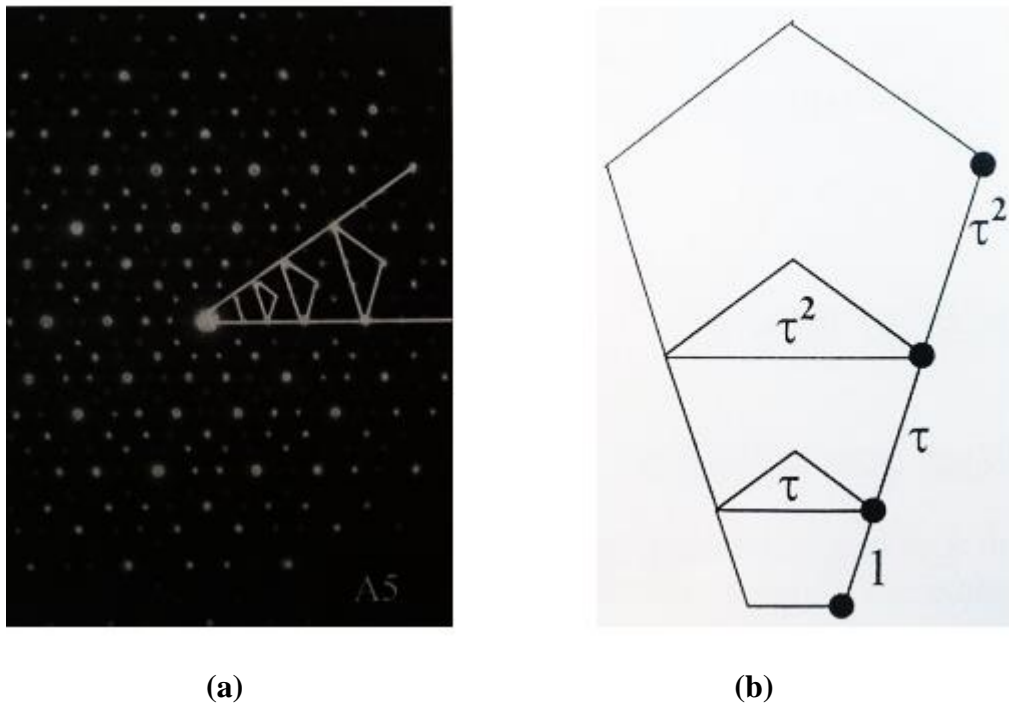


Figure I.19: (a) diagramme de diffraction électronique d'une phase icosaédrique, (b) propriétés géométriques des pentagones réguliers expliquant l'inflation en τ [43].

I-10- Applications:

Grâce à leur faible conductivité thermique et leur faible coefficient de frottement, les quasicristaux peuvent être envisagés comme barrière thermique ou comme revêtement de pièces mobiles afin de prolonger la durée de vie des pièces protégées du fait d'une usure réduite et de diminuer les pertes par frottement.

Les propriétés optiques des phases icosaédriques, en particulier la forte absorption dans le domaine du visible, peuvent être mises à profit pour la récupération de l'énergie solaire [44].

Le quasicristal Al-Cu-Fe peut être utilisé comme catalyseur pour produire de l'hydrogène à partir de méthanol [45]. Cette découverte pourrait être importante pour l'industrie chimique au futur [46].

Les propriétés de résistance aux rayures et d'anti-adhésion de ces matériaux sont bénéfiques pour les utiliser comme revêtement sur des surfaces de cuisson. Un transfert technologique a été effectué afin de fabriquer des poêles à frire (Cybernox commercialisées par Sitram, France).

Enfin, leur capacité à stocker l'hydrogène est prometteuse pour des applications dans les batteries.

Références:

- [1] B. Dubost, J. M. Lang, M. Tanaka, P. Sainfort et M. Audier, "Large AlCuLi single quasicrystals with triacontahedral solidification morphology", *Nature*, (1986), Vol 324, p 48-50.
- [2] K.F.Kelton, "Quasicrystals : structure and stability", *Int. Mater. Reviews*, (1993), 38N°3, p 105.
- [3] D. Schechtman, I. Blech, D. Gratias et J. W. Cahn, Metallic phase with long-range orientational order and no translational symmetry, *Phys. Rev. Lett.* (1984), Vol 53, p1951
- [4] T. Klein, C. Berger, D. Mayou et F. Cyrot – Lackmann, *Phys. Rev. Lett.*, (1991), Vol 66, p 2907–2910.
- [5] A. Perrot, Propriétés de transport thermique dans les quasicristaux, thèse Institut national polytechnique de Lorraine Nancy, soutenue le 1997.
- [6] N. K. Mukhopadhyay, G. C. Weatherly et J. D. Embury, *Mat. Sci. Eng.* (2001). A 315, p 20.
- [7] M. Sales, A. Merstallinger, P. Brunet, M.C. deWeerd, V. Khare, G. Traxler, J.– M. Dubois, Cold Welding And Fretting Tests On Quasicrystals And Related Compounds, *Philos. Mag.*, (2006),vol 86, p 965.
- [8] S.Bensaada, Métaux et alliages non Ferreux, Editeur Omniscritum, (2010), p 59 - 77
- [9] Michel. Baehrel, L'Aluminium et ses alliages, (2006), p 3- 4
- [10] D.Arnaud, J. Barbery, R.BIAIS, B.Fargette, P.Naudot, Propriétés du Cuivre et de ses alliages, *Techniques de l'Ingénieur, traité des Matériaux métalliques*, M430, p 50
- [11] Lacmann, Herden, Mayer, Kinetics of nucleation and cristal growth, *chem. Eng. Technology*, (1999), Vol 22p 279-289.
- [12] J.C Maxwell, A treatise on electricity and magnetism, Dover publication, (1954), p 493
- [13] Winegord, Introduction à la solidification des métaux,Editeur Dunod,(1971) p 103.
- [14] W.R Smythe, Flow around a sphere in a circular tube, the physics by fluids, (1961), Vol. 4, N° 6.
- [15] B.Chalmer, Metallurgie physique, Editeur Dunod, (1963), p 430.
- [16] Techniques de l'ingénieur, traité métallurgie, (2006),-MB2, 10V12

- [17] K. Dinsdale, S. J. Harris, B. Noble. Proc. Ist. AL-Li Conf, New York, ed T. H. Sanders Jr and E. A. Starke Jr. (1981), p119
- [18] V. Laaksonen, D. W. Talanquer; Octahy: Nucleation, measurements theory, and tomographic application. Annu. Rev. Phys. (1995), Chim 46 p 489.
- [19] Gruzleki, Closset, The traitement of liquid Aluminium-silicium alloys, the American Foundrymen's Society Inc., (1990), p248.
- [20] W. Kurz, D.J. Fisher, Fundamentals of solidification, Trans Tech Publications Ltd, Uetikon- Zürich (1998)
- [21] V. Fournée, E. Belin – Ferré, J. M. Dubois, Study of Al – Cu Hume–Rothery alloys and their relationship to the electronic properties of quasicrystals, J. Phys.: Condens. Matter, (1998), Vol 10, p 4231 – 4244.
- [22] E. Belin– Ferré, J. M. Dubois, V. Fournée, P. Brunet, D. J. Sordelet, L.M. Zhang, About the Al 3p density of states in Al – Cu– Fe compounds and its relation to the compound stability and apparent surface energy of quasicrystals, (2000), Vol 294 – 296, p 818– 821.
- [23] E. Belin, Z. Dankhazi, Pseudo– gaps in crystalline and quasicrystalline alloys, Materials Science and Engineering, (1994), Vol 181 – 182, p 717– 721.
- [24] E. Belin, Electronic structure of quasicrystalline compounds, Journal of Non– Crystalline Solids, (2004), Vol 334–335, p 323– 330.
- [25] C. Janot, J. M. Dubois, Les Quasicristaux: Matière à paradoxes, EDP Sciences, (1998), p 221 –362.
- [26] H. R. Trebin, Quasicrystals : Structure and physical properties, Wiley – VCH, (2003), p 209–568.
- [27] AJ Bradley, HJ Goldschmidt, J. Inst. Met., (1939), Vol 65, p 403–418.
- [28] A. Waseda, K. Kimura, H. Ino, Mater. Trans. Jap. Inst. Met., (1993), Vol 34, p 169–177.
- [29] G. Rosas, R. Perez, Mater. Sci. Eng., (2001), A298, p 79–83.
- [30] C. L. Chien, M. Lu, Physical. Review. (1992), B 45, p12793.
- [31] M. Cekada, P. Panjan, J. Dolinsek, B. Vrtic, A. Zalar, D. Kek Merla, Surface engineering, surface instrumentation & Vacuum Technology, (2008), Vol 82, p 286.
- [32] C. Sanady, J.R. Gunter, P. B. Barna et J. Mayer, Thin Solid Films, (1988), Vol 167, p 203.
- [33] T. Klein et O. G. Symko, Applied. Physics. Letters, (1994), Vol 64, p 431.

- [34] Travessa et al. The Formation of Quasicrystal Phase in Al-Cu-Fe System By Mechanical Alloying, *Materials Research*. (2012), Vol15, p 749-752.
- [35] Salimon AI, Korsunsky AM, Shelekhov EV, Sviridova TA, Kaloshkin SD, Tchrdyntsev VS et al. Crystallochemical aspects of solid state reactions in mechanically alloyed Al-Cu-Fe quasicrystalline. *Acta materialia*. (2001), 49 p 1821-1833.
- [36] Fanta Haidara, Thèse de doctorat, Étude des mécanismes de formation de phases dans des films minces du système ternaire Al-Cu-Fe, université paul cezanne aix-marseille III- Saint-Jérôme (2001)
- [37] T. Einsenhammer, A. Mahr, A. Haugeneder, T. Reichelt, W. Assmann *Proceedings of the 5 th International Conference on Quasicrystals* edited by C. Janot and R. Mosseri, (1995), p 758.
- [38] F.Giroud, thèse de doctorat « Elaboration et études des propriétés de transport de couches minces quasicristallines AlCuFe », Université Joseph Fourier, Grenoble 1, (2005).
- [39] N. Bonasso, C. Petitot, D. Rouxel and P. Pigeat, *Thin Solid Films*,(2005), 8p 485
- [40] V. Elser, *Phil. Mag.*, (1996), B 73,p 641.
- [41] D. Gratias, F. Puyraimond, M. Quiquandon and A. Katz, *Phys. Rev.*, (2001), B 63 p 024202/1
- [42] F. Puyraimond, M. Quiquandon, D. Gratias , M. Tillard, C. Belin, A. Quivy and Y. Calvayrac, *Acta Cryst.* (2002), A58, p 391.
- [43] V. Demange, thèse soutenue à l'INPL, Sélection, élaboration et caractérisation d'alliages et de couches minces approximants Al – Cr – Fe, (2001).
- [44] T. Eisenhammer, A. Mahr, A. Haugeneder, T. Reichelt et W. Assmann, *Proc. 5th International Conf. On Quasicrystals*, Eds. C. Janot et R. Mosseri, World Scientific, Singapore, (1995), p758– 765.
- [45] S. Kameoka, T. Tanabe and A. P. Tsai , *Catal. Today*, (2004). Vol 23,p 93 – 95
- [46] J. M. Dubois, *Properties – and applications of quasicrystals and complex metallic alloys*, *Chem. Soc. Rev.*, (2012), Vo 41, p 6760– 6777.

CHAPITRE II

Introduction

Le présent chapitre décrit le procédé de préparation des alliages qui ont été élaborés par fusion sous induction haute fréquence ainsi que les méthodes expérimentales que nous avons utilisées pour analyser et caractériser ces alliages à l'état brut et après un recuit thermique. Cette étude fait appel à diverses techniques expérimentales de caractérisation comme la microscopie optique, la diffractométrie des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et la mesure de microdureté par indentation Vickers.

II-1-Méthode d'élaboration:

II-1-1 Chauffage par induction Haute Fréquence :

Le chauffage par induction électromagnétique fait partie des techniques électrothermiques qui permettent de chauffer un matériau sans contact direct avec une source d'énergie électrique. Il est fréquemment utilisé pour les techniques de trempe, de soudure et de fusion de métaux. Le chauffage par 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 de temps de chauffe (les hautes densités de puissance mises en jeu permettent d'obtenir des vitesses de chauffe très rapides et des rendements élevés), ou encore la possibilité de chauffer de façon très locale.

Le chauffage consiste à plonger le matériau à chauffer dans un champ électromagnétique variable dans le temps, et à dissiper sous forme de chaleur l'énergie entrant dans le matériau. Il se distingue cependant nettement des autres techniques de chauffe par la nature des matériaux chauffés et par la bande de fréquence électrique utilisée, à savoir par la profondeur de pénétration et par les densités de puissance de chauffage obtenues. En effet, par son principe, il ne s'applique qu'aux matériaux conducteurs de l'électricité (aux matériaux de résistivité électrique comprise entre $10^{-8} \Omega.m$ (cuivre) et $10^{-1} \Omega.m$ (verres fondus)). La bande de fréquence employée est comprise entre la fréquence industrielle de 50 Hz et

quelques mégahertz, si bien que les profondeurs de pénétration s'étagent entre quelques micromètres et quelques centimètres. Les densités de puissance surfacique peuvent atteindre 10^5 kW/m^2 [1].

II-1-2 Système typique de chauffage par induction HF:

Les composants de base d'un système de chauffage par induction électromagnétique sont:

- Un générateur (Une source d'énergie électrique à haute fréquence).
- Un inducteur hélicoïdal en cuivre afin de limiter les pertes électriques.
- Une pièce à chauffer, elle doit être électriquement conductrice.
- Un groupe de refroidissement pour refroidir l'inducteur.

II-1-3 Comment fonctionne le chauffage par induction HF?

Le générateur fait passer un courant alternatif à haute fréquence à travers l'inducteur, ce qui génère un champ magnétique très intense et d'évolution rapide. Lorsque la pièce est placée dans l'inducteur, le champ magnétique y induit d'énormes courants, ils sont connus comme courants de Foucault, générant des quantités précises de chaleur propre et localisée sans aucun contact physique entre l'inducteur et la pièce chauffée, figure II.1. En plus, la haute fréquence utilisée dans le chauffage par induction donne naissance à un phénomène appelé «effet de peau ». Cet effet de peau augmente l'écoulement du courant alternatif dans une couche mince de la surface de la pièce chauffée. Par conséquent, il augmente considérablement l'effet de chaleur causée par le courant induit dans la pièce [2].

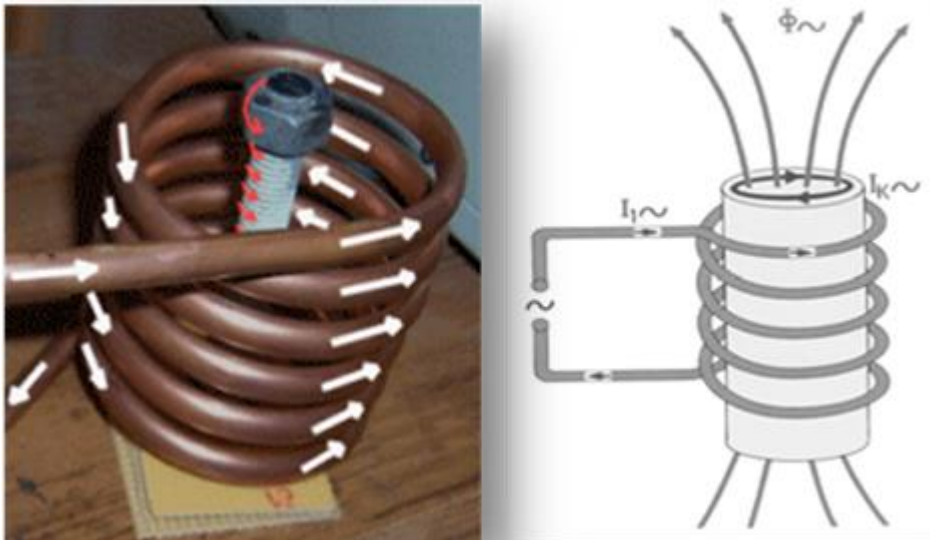


Figure II.1: Fonctionnement de fusion par induction HF.

II-1-4 Pour les métaux ferreux-magnétiques :

Pour les métaux ferreux-magnétique, il introduit un mécanisme de chauffage supplémentaire qui tient lieu en même temps que les courants de Foucault, le retournement rapide de l'intense champ magnétique à l'intérieur de l'inducteur provoque des frictions et du chauffage à l'intérieur du matériau par mécanisme de la perte d'hystérésis. Cela peut être un facteur important contribuant à la chaleur générée lors de chauffage par induction. Pour cette raison, les matériaux ferreux se prêtent plus facilement au chauffage par induction.

II-1-5 Principe physique :

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

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

1. Induction électromagnétique :

Comme il a été mentionné auparavant, le transfert de l'énergie vers la pièce à chauffer est créé par induction électromagnétique. Lorsqu'une boucle d'un matériau conducteur (figure II.2a) est placée dans un champ magnétique, on voit apparaître aux bords de la boucle une tension induite. C'est ce qu'exprime la formule suivante :

$$E = d\Phi/dt$$

E : Tension induite [V]

Φ : Flux magnétique [Wb]

t : temps [s]

Quand la boucle est mise en court-circuit, la tension induite E va entraîner l'apparition d'un courant de court-circuit circulant dans le sens opposé au phénomène qui le génère. C'est la loi de Faraday-Lenz (figure II.2b).

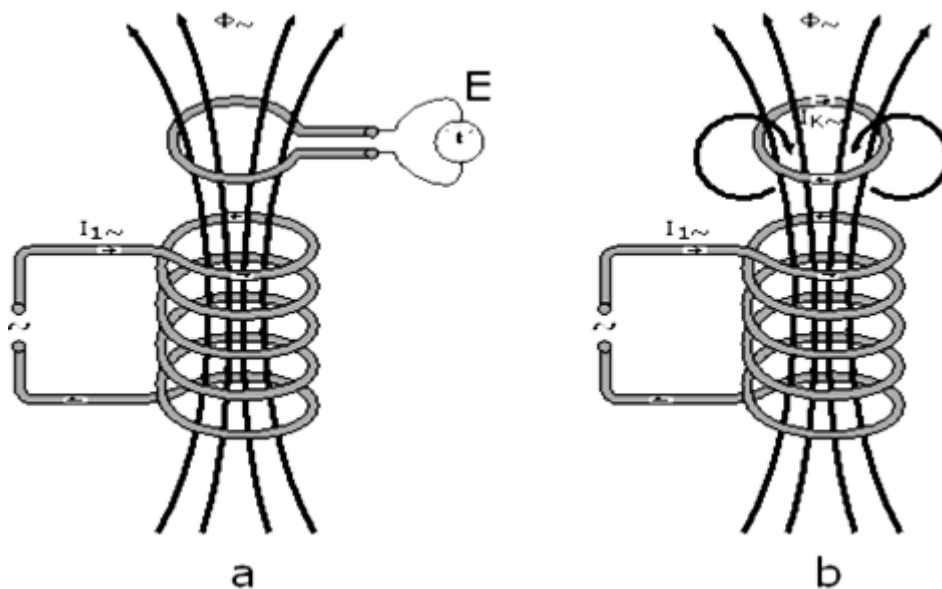


Figure II.2: Principe de loi de Faraday.

2. Effet Joule :

C'est l'effet Joule, dû aux courants de Foucault, qui est responsable de l'augmentation de température de l'objet à chauffer. Lorsqu'un courant parcourt un conducteur électrique de résistance R , la puissance dissipée dans le conducteur est de type :

$$P = R \times I^2$$

II-1-5-1 Profondeur de pénétration :

Une caractéristique générale des courants alternatifs est de ne pas utiliser toute la surface utile des conducteurs pour circuler. En effet, 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.

Densité de puissance (W/m^3)

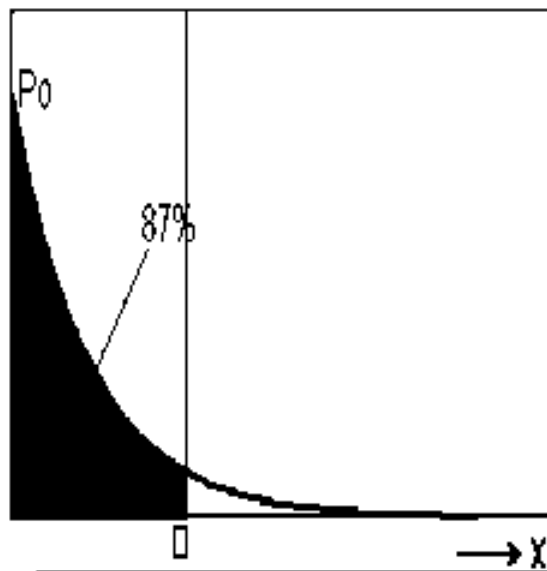


Figure II.3: Profondeur de pénétration.

La profondeur de pénétration peut être déduite des équations de Maxwell. Pour une charge cylindrique d'un diamètre très supérieur à δ , la formule est :

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi \cdot \mu \cdot f}} \quad [\text{m}]$$

ρ	:	Résistivité [$\Omega \cdot \text{m}$]
μ	:	Permeabilité magnétique [H/m] ($\mu = \mu_0 \cdot \mu_r$)
f	:	Fréquence [Hz]

Il apparaît que la profondeur de pénétration dépend à la fois des caractéristiques du matériau à chauffer (ρ , μ), et de la fréquence du courant alternatif le parcourant. La fréquence est donc un levier de contrôle de la profondeur de pénétration. D'après la formule ci-dessus, il apparaît que la profondeur de pénétration est inversement proportionnelle à la racine carré de la perméabilité magnétique μ_r .

Pour des matériaux non magnétiques tels que le cuivre ou l'aluminium, le coefficient de perméabilité magnétique $\mu_r = 1$, alors que les matériaux ferromagnétiques (tels que le fer et de nombreux types d'acier) ont, au contraire, un coefficient de perméabilité beaucoup plus élevé. Ces matériaux offrent donc des profondeurs de pénétration beaucoup moins importantes. Au-delà de la température de Curie, la perméabilité chute brutalement à $\mu_r=1$, ce qui engendre une hausse rapide de la profondeur de pénétration.

II-1-5-2 Puissance :

La formulation simple de la puissance $P=R I^2$ ne peut pas être utilisée du fait de la non-uniformité de la distribution des courants dans le matériau.

La puissance déposée peut être décrite comme :

$$P = \pi \cdot d \cdot h \cdot H^2 \cdot \sqrt{\pi \cdot \rho \cdot \mu_0 \cdot \mu_r \cdot f} \cdot C \cdot F$$

- d : Diamètre du cylindre [m]
 h : Hauteur du cylindre [m]
 H : Intensité du flux magnétique [A/m]
 r : Résistivité [W.m]
 μ_0 : Perméabilité magnétique du vide ($4\pi \cdot 10^{-7}$ H/m)
 μ_r : Perméabilité relative
 f : Fréquence [Hz]
 C : Facteur de couplage
 F : Facteur de transmission de puissance

Les deux derniers termes de la formule sont des facteurs de correction :

- F (facteur de transmission de puissance) : Il Prend en compte la relation entre la profondeur de pénétration et les dimensions externes de la charge (F dépend de la géométrie de la charge).
 - C (facteur de couplage) : Il Corrige les différences relatives des dimensions de la charge et de l'inducteur. Cette correction diminue avec la longueur de l'inducteur et l'écart entre l'inducteur et la charge.
- La puissance peut être augmentée en augmentant l'intensité du flux magnétique H, c'est à dire en augmentant le nombre d'ampères autour de l'inducteur.

II-1-5-3 Rendement électrique :

Le rendement électrique est défini comme suit:

$$\eta_e = \frac{P}{P + P_i}$$

P : Puissance transmise à la charge

Pi : Puissance dissipée dans l'inducteur.

Le rendement dépend fortement du ratio diamètre/profondeur de pénétration (dans le cas de charge cylindrique) et de la conception de l'inducteur. Les règles de base à respecter pour un meilleur rendement sont :

- pour l'inducteur, utiliser un matériau de faible résistance, en règle générale du cuivre électrolytique.
- minimiser la distance entre les enroulements.
- établir une bonne connexion entre l'inducteur et la charge (limitation de l'entrefer, et la taille de l'inducteur suffisamment longue) [3].

II-2- Elaboration d'alliages :

L'élaboration consiste à mélanger et compacter les éléments d'alliage (Al, Cu et Fe) sous forme de poudre en vue d'une fusion dans un four à induction haute fréquence de type Lin therm HG6000 ayant une puissance de l'ordre de 6KW. Les éléments d'alliages sous forme de poudre ont été pesés par une microbalance précision de 10^{-3} g afin d'obtenir la composition nominale souhaitée. Le tableau II.1 regroupe les compositions nominales en atome que nous avons choisi, la poudre est ensuite compactée sous une charge de 8 tonnes. Dans cette matrice, grâce à une machine de compression, on obtient des échantillons sous forme des pastilles de diamètre $\Phi = 15$ mm et de hauteur 10 mm, au cours de cette élaboration l'alliage liquide se solidifie plus ou moins brutalement pour donner naissance à un échantillon massif de 4 à 5g.

Tableau II.1: Pourcentages atomiques des alliages.

Eléments d'alliage	Alliage 1	Alliage 2	Alliage 3
Al	80%	65%	72%
Cu	14%	23%	13%
Fe	6%	12%	15%

On a placé d'abord l'échantillon sous forme de pastille dans un creuset en alumine de taille 3cm et de diamètre 16mm qui est mis dans un tube en quartz de diamètre 22mm, l'ensemble échantillon-creuset est placé à l'intérieur de l'inducteur, sous un vide primaire réalisé par une pompe à palette de pression 10^{-3} torr pour éviter l'oxydation de l'échantillon, la variation de courant électrique permet d'augmenter la température par effet joule, conséquence du courant induit dans l'échantillon conducteur jusqu'à la fusion complète (figure II.4.a), qui permet après refroidissement sous vide primaire d'obtenir un échantillon massif dont la taille et la forme sont montrées dans la figure ci-dessous.

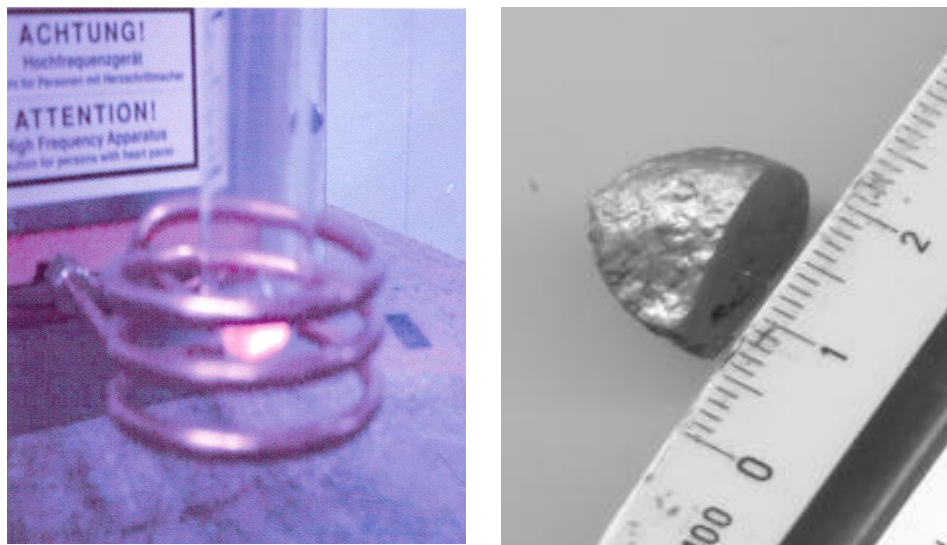


Figure II.4: a) Alliage Al-Cu-Fe en fusion dans un four à induction haute fréquence, b) Taille et forme d'un échantillon de l'alliage Al-Cu-Fe.

II-3- Techniques de caractérisation:

Pour caractériser et identifier les phases présentes dans nos alliages à l'état brut et après traitements thermiques, nous avons utilisé différentes techniques expérimentales de caractérisation:

- La microscopie optique
- La diffractométrie des rayons X (DRX)
- La microscopie électronique à balayage (MEB)
- L'analyse différentielle calorimétrique (DSC)
- La microdureté de Vickers.

Observations métallographiques :

L'examen métallographique nous permet de mettre en évidence l'évolution de la forme et des dimensions des grains, ainsi que leur répartition, pour ces raisons on a effectué une observation préliminaire par microscope optique et une observation approfondie par microscope électronique à balayage.

Préparations des échantillons et attaque chimique :

Pour effectuer des observations optiques, il est nécessaire d'avoir un état de surface très propre, donc une très bonne préparation. La préparation débute par un polissage mécanique en utilisant des papiers abrasifs de carbure de silicium de grade croissant (800,1000, 1200, 4000). Le polissage se fait sous eau. On commence avec un papier à gros grains et on procède par élimination progressive des rayures. On croise soigneusement les stries de polissage quand on passe d'un papier au suivant. Nous terminons par un polissage à pâte diamantée de 3 μm .

Une fois que le polissage est réalisé, on doit effectuer une attaque électrochimique. L'attaque utilisée est le réactif de Keller, constitué de : Eau distillée 74 ml, acide fluorhydrique (HF) 5ml, acide nitrique (HNO_3) 22ml, acide chlorhydrique 9ml. Ce dernier permet de révéler les structures de la surface de l'échantillon et d'observer la morphologie des grains au microscope optique. Les alliages sont alors plongés dans le réactif pendant 10 secondes puis rincés à l'eau.

II-3-1 Microscopie optique:

L'appareil utilisé est un microscope optique de type RICHBERT avec des grossissements pouvant atteindre 1200 fois, couplé avec une caméra numérique de type LEICA permettant l'acquisition directe d'images par un logiciel de traitement d'image. L'intérêt principal de cette méthode est la mise en évidence de la microstructure du matériau ainsi que la forme des grains de différentes phases en présence.

Dans un microscope optique la lumière composée de photons passe à travers un condenseur qui concentre le flux lumineux en un rayon de lumière. La lentille de l'objectif permet un premier grandissement puis la lentille de l'oculaire apporte un deuxième grossissement et l'œil reçoit enfin l'image agrandie (figures II.5 et II.6). L'agrandissement final correspond au produit des deux grossissements des deux

lentilles de verre. La qualité de l'image dépend du pouvoir de résolution du microscope qui est en grande partie liée à la qualité des lentilles grossissantes et également à la longueur d'onde de la lumière ($0,4\mu\text{m} - 0,7\mu\text{m}$). La limite de résolution du microscope standard est de $0,22\ \mu\text{m}$, ce qui permet au final un agrandissement possible de 1 200 fois sans perte de qualité.

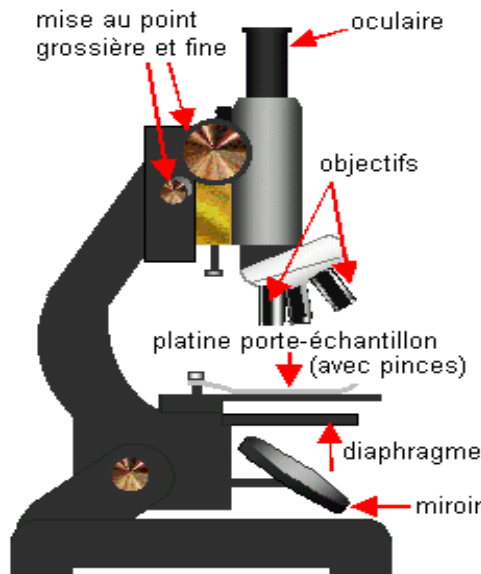


Figure II.5: Schéma légendé du microscope optique

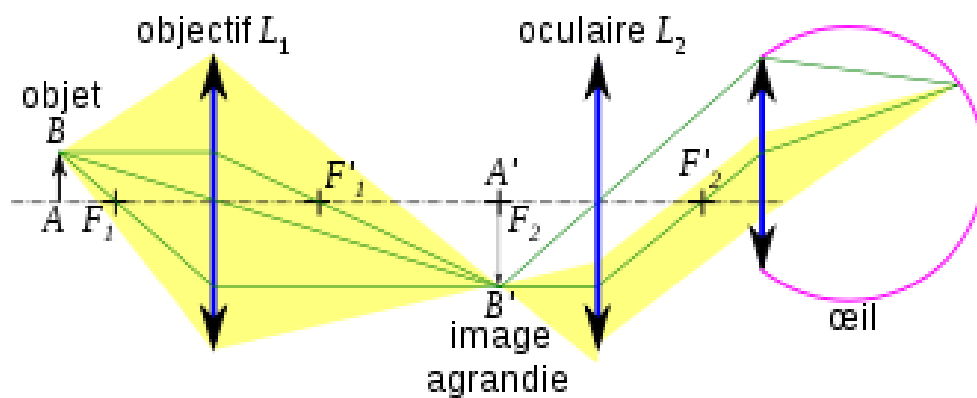


Figure II.6 : Principe de microscope optique

II-3-2 Microscopie électronique à balayage (MEB) :

Une microscopie *électronique*, c'est-à-dire une technique d'observation qu'elle utilise un faisceau d'électrons pour obtenir les informations sur la cible, à *balayage*, c'est-à-dire que l'image de la cible est obtenue, non pas comme dans un microscope classique par un traitement optique mais par un balayage du faisceau d'électrons focalisé sur la cible. Plus précisément, un microscope électronique est constitué d'une source d'électrons, le canon, d'une colonne électronique composée de plusieurs lentilles électromagnétiques, d'un dispositif de balayage et de différents détecteurs associés aux diverses émissions électroniques et électromagnétiques issues des interactions entre les électrons incidents et les atomes de la cible (figure II.7).

Le microscope électronique à balayage est un Zeiss DSM 960A possédant une résolution de 25 à 4 nm, une tension 20 KV et un grossissement de 4X à 300.000X

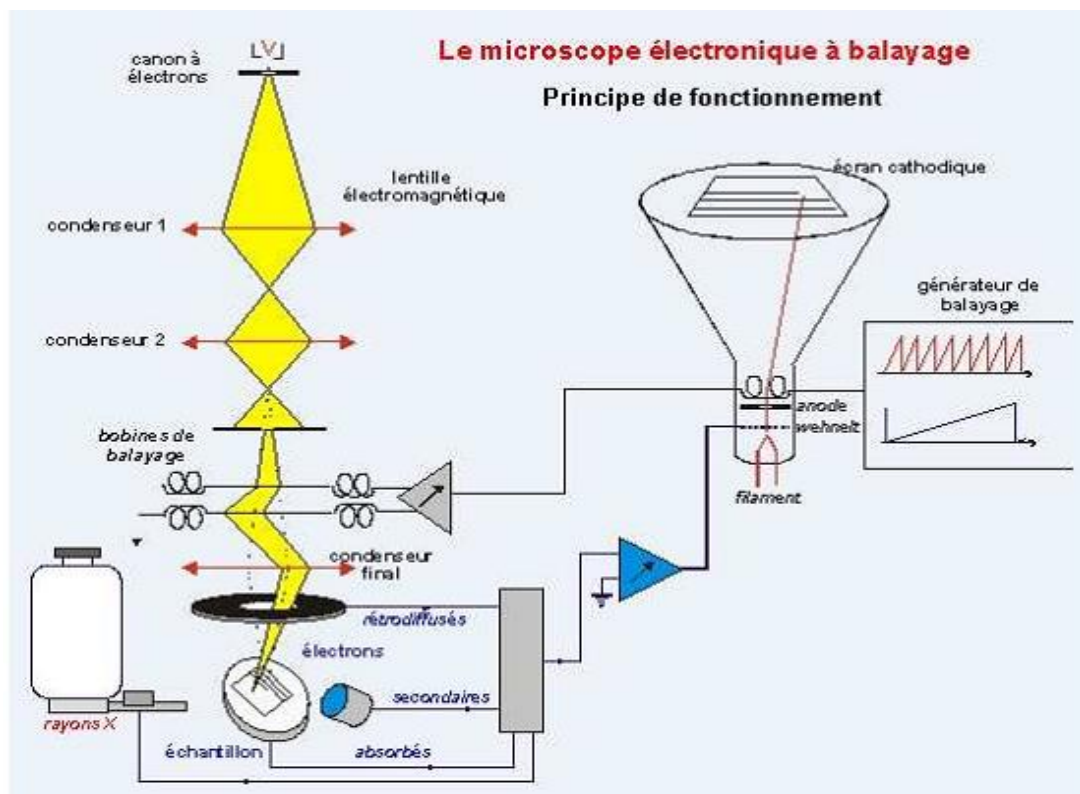


Figure II.7 : Schéma de principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage [4].

II-3-3 Diffraction des rayons X (DRX) :

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées afin de confirmer la nature des phases présentes dans l'alliage et de mesurer précisément leurs paramètres de maille. Le diffractomètre utilisé est un Bruker D8 Advance de géométrie *Bragg-Brentano* (θ - 2θ). L'anode est en cuivre et la longueur d'onde est de la raie $K\alpha$ du cuivre ($1,5418 \text{ \AA}$). Les analyses ont été effectuées sur des échantillons massifs.

Principe de la DRX :

Les corps cristallins peuvent être considérés comme des assemblages de plans atomiques plus ou moins denses. Ces plans atomiques sont appelés «plans réticulaires» et les distances caractéristiques qui les séparent «distances interréticulaires ». Généralement, ces distances sont notées (d), la technique de diffraction des rayons X est basée sur leur existence. Cette technique fournit des informations sur la structure cristalline des matériaux et permet ainsi de les caractériser. [5], [6].

Lorsqu'un matériau cristallin est irradié par un faisceau parallèle de rayons X monochromatiques, les plans atomiques qui le composent agissent comme un réseau à trois dimensions. Le faisceau de rayons X est alors diffracté suivant des angles spécifiques liés aux distances interréticulaires. La théorie de la diffraction des rayons X a été élaborée par W.L. Bragg. Son principe et l'utilisation qu'on en fait aujourd'hui de façon standard, sont résumés dans la loi de Bragg.

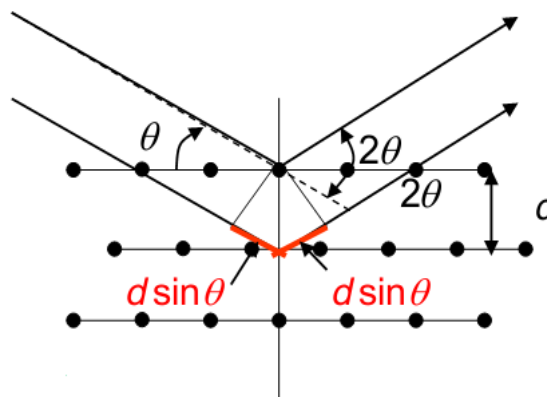


Figure II.8 : Principe de la loi de Bragg

- Loi de Bragg

Un faisceau de rayons X incident de longueur d'onde λ (comprise entre 0,1 Å (rayons X durs) et 50 Å (rayons X mous)) ne sera réfléchi par une famille de plans d'indice de Miller (h,k,l) que dans la mesure où il rencontre ces plans sous un certain angle appelé angle de Bragg.

Les angles de Bragg sont définis par l'équation suivante : $2.d.\sin\theta=n.\lambda$, qui les lie à la longueur d'onde des rayons X utilisés et aux distances interréticulaires de la famille de plans {h,k,l} qui diffractent ces rayons.

Grâce à un détecteur de rayons X, on peut collecter les rayons X diffractés lors du balayage angulaire de la surface irradiée de l'échantillon. L'enregistrement du signal fournit le diagramme de diffraction de l'échantillon étudié. En mesurant les angles correspondant aux pics de diffraction, on peut déterminer, grâce à la loi de Bragg, les distances inter-réticulaires des familles de plans cristallins composant les phases présentes dans l'échantillon. De cette façon, on peut remonter jusqu'à la structure cristallographique des matériaux [7].

II-3-4 Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) :

L'Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) est une technique de caractérisation des matériaux permettant d'étudier les transformations de phase au cours d'un traitement thermique (chauffage et refroidissement). L'échantillon étudié et un échantillon de référence, généralement de l'alumine, sont placés dans un même four sous atmosphère contrôlée. On impose un cycle thermique et on enregistre la différence de température ΔT entre l'échantillon et la référence. En l'absence de transformation, cette différence de température évolue de façon monotone : c'est la ligne de base. Lorsqu'une transformation de phase se produit au sein de l'échantillon on observe un pic. Cette technique d'analyse permet d'évaluer les domaines de températures des différentes phases et de leur dissolution. Elle permet également de déterminer les températures de solvus de ces phases. L'appareil de DSC que nous avons utilisé pendant ce présent travail est de type SETARAM INSTRUMENTATION DSC 131. On a utilisé un intervalle de température compris entre la température ambiante et 850°C avec une vitesse de chauffe de 10°C/min.

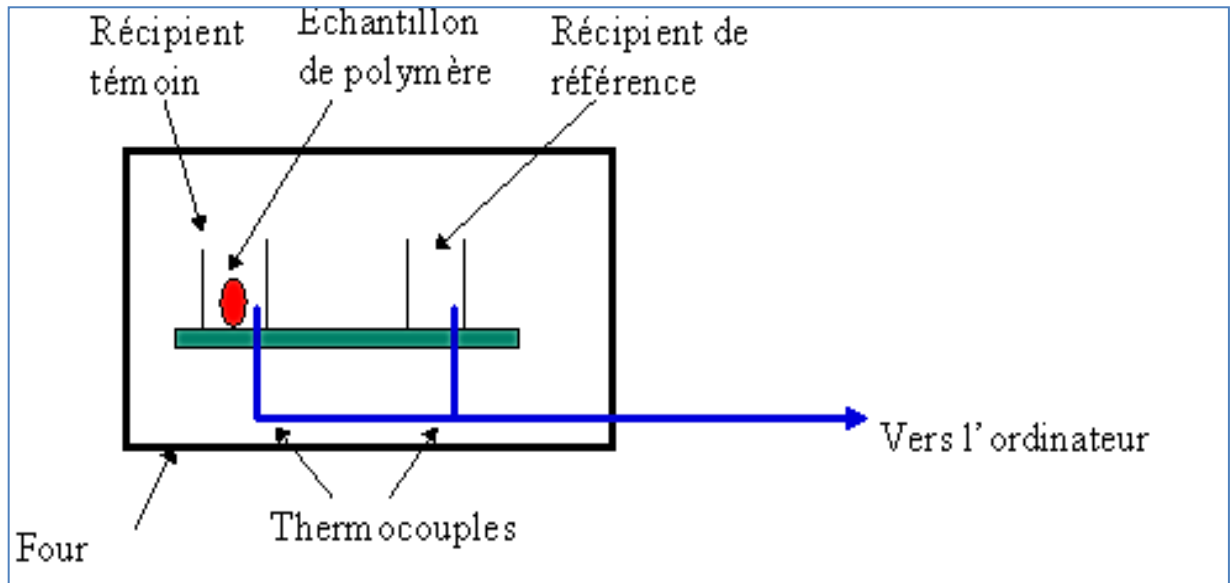


Figure II.9 : Schéma d'un dispositif d'analyse différentielle calorimétrique.

II-3-5 Microdureté:

La dureté est la résistance qu'une matière donnée oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur choisi comme référence. Les essais de mesure de microdureté par pénétration se font par l'application sous une charge connue, d'une sphère en métal dur ou d'une pyramide en diamant, à une face plane polie de l'échantillon à tester, figure I.10.

Les tests de microdureté sont réalisés à l'aide d'un microduremètre Vickers équipant un microscope Mitutoyo HM112, sous une charge de 300g. Dans cette étude, nous avons utilisé une pyramide de diamant à base carrée présentant un angle au sommet entre faces égales à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré et sa profondeur est égale au $1/7$ de la diagonale. La surface de l'empreinte se calcule donc à partir de cette diagonale et la dureté Vickers H_V est définie par [8] :

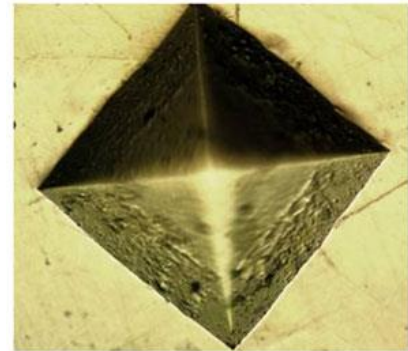
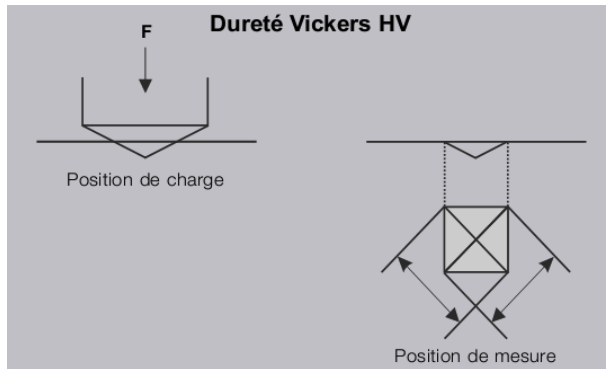
$$H_V = \frac{P}{S} = \frac{P}{\frac{d^2}{1854,4}} \Rightarrow H_V = 1854,4 \frac{P}{d^2}$$

Dans laquelle:

H_v : dureté Vickers (Kg/mm^2).

P : la charge appliquée en grammes (g).

d : la valeur moyenne de diagonale en micromètre (μm).



(A)

(B)

Figure II.10 : A) Principe de mesure de microdureté de Vickers ; B) Empreinte de la forme d'un carré

Références:

- [1] Gérard Develey , Chauffage par induction électromagnétique, Techniques de l'Ingénieur, (Août 2000).
- [2] Girish Dahake, laboratoire d'application d'Ambrell, À propos du chauffage par induction, (2012).
- [3] Jean Callebaut, Laborelec, Chauffage par induction, Section 7: Efficacité Energétique,(2007)
- [4] [Ruste , La Microscopie Electronique à Balayage, http://mr.gnmeba.free.fr/tutorial/tutoria_meb.htm
- [5] K. J. Murata, M. B. Norman, American Journal of Science, (1976),Vol. 276, p 112-113.
- [6]. Tong Liang, Wang Meihua, Han Sufen, Tang Mingshu, Advances in Cement Research, (1997), vol 9, No 34, p 55-63
- [7] P.Caussin, J. Nusinovici et D.W. Beard, Advances in X-Ray Analysis,(1988), vol 31, p 423-430.
- [8] Cheng Y.-T. et Cheng C.-M., "Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation", Applied physics letters, (1998),Vol 73(5), p 614.

CHAPITRE III

III-1-Introduction

Dans notre étude, les alliages Al-Cu-Fe de compositions nominales : $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ et $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$ élaborés par fusion sous induction magnétique haute fréquence et traités thermiquement à 500°C durant une heure, ont été caractérisés par diverses techniques expérimentales. Ce chapitre présente des résultats expérimentaux obtenus par microscopie optique et microscopie électronique à balayage, pour mettre en évidence la morphologie et la composition chimique de phases intermétalliques en présence, l'analyse par diffraction des rayons X a été également réalisée afin de confirmer la nature de ces phases. L'analyse DSC a été effectuée pour suivre, en fonction de la température, la formation ainsi que la dissolution des phases prévues dans le système Al-Cu-Fe. Une partie de présent chapitre est consacrée à l'étude du comportement mécanique de la phase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ en utilisant des mesures de la microdureté Vickers.

III-2-Observation métallographique par microscopie optique :

La microscopie optique nous permet l'observation micrographique pour mettre en évidence la microstructure du matériau (la dimension et la forme des grains de différentes phases en présence). Les figures (1,2, 3) donnent un aperçu global des microstructures de diverses compositions chimiques des alliages Al-Cu-Fe bruts et traités. Le but est simplement de montrer l'effet combiné du traitement thermique et de l'augmentation du pourcentage atomique de Fer dans les trois nuances d'alliages.

III-2-1 Alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$:

La figure III.1 présente la microstructure de l'alliage de composition nominale $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$. À l'état brut l'image montre que les composés intermétalliques sont localisés aléatoirement dans la matrice et se trouvent sous forme de batonnets et d'aiguilles fines, la même morphologie de ces composés intermétalliques est également observée après un traitement thermique à 500°C durant une heure.

On peut également distinguer après un zoom, à l'état brut, une structure dendritique primaire de l'alliage dans laquelle sont dispersés de très fins particules

sphéroïdales qui pourraient probablement correspondre à la phase quasi cristalline. Quant à la phase interdendritique, elle correspond à l'eutectique Al-Al₂Cu.

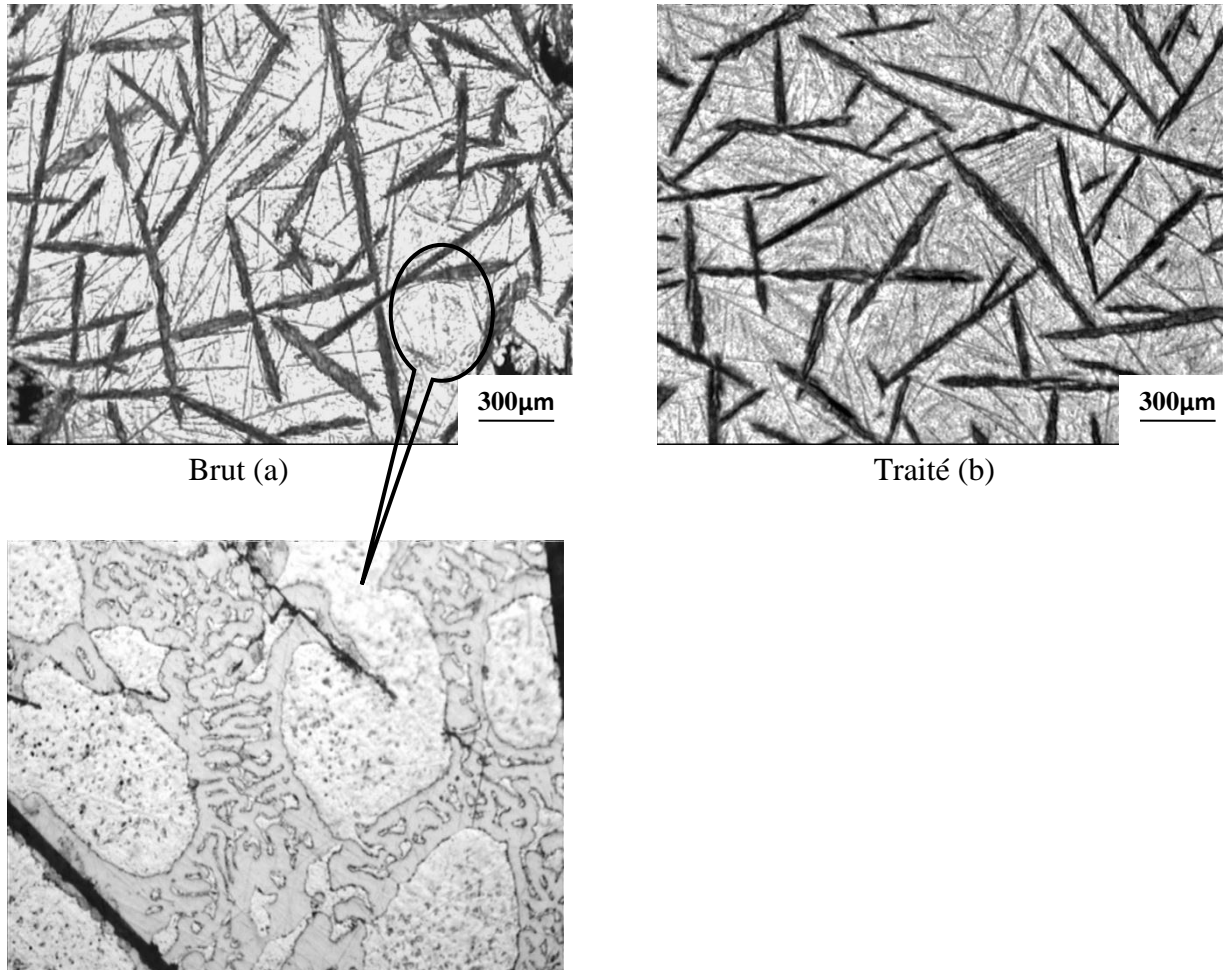


Figure III.1 : Observation par microscopie optique de l'alliage Al₈₀Cu₁₄Fe₆: a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h

III-2-2 Alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$:

Une observation optique de cette composition d'alliage montre clairement la présence de phases intermétalliques qui se retrouvent sous la forme d'aiguilles fines allongées uniformément dans la matrice (figure III.2). Ces phases intermétalliques sont encore présentes avec une morphologie identique lorsque l'alliage subit un traitement thermique.

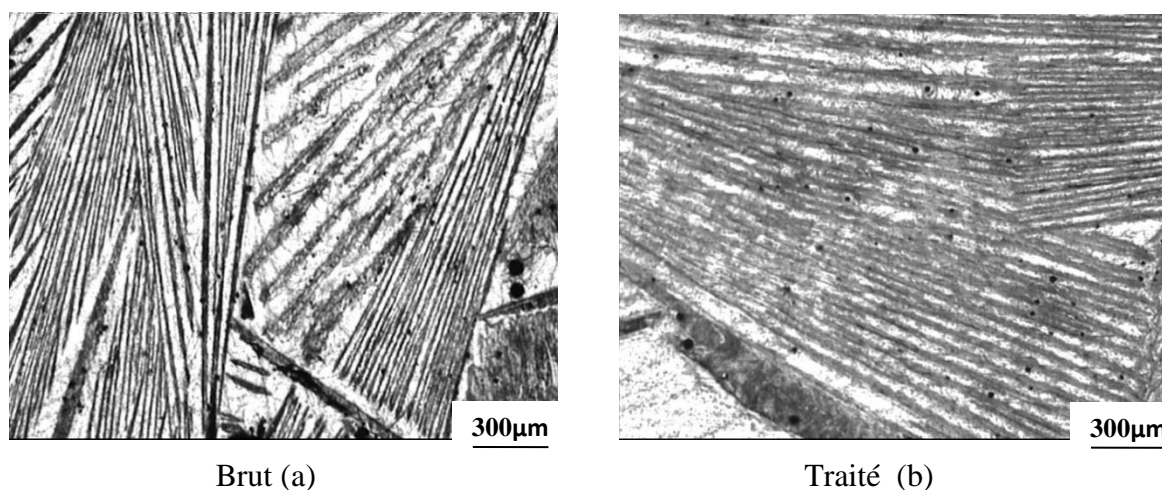


Figure III.2 : Observation par microscopie optique de l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$:

a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à 500°C/ 1h

III-2-3 Alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$:

La morphologie de la phase présente dans cette composition brute est illustrée sur la figure III.3a), elle est en gris foncé de structure allongée au sein de la matrice. Après un chauffage à 500°C pendant une heure, la morphologie de l'alliage a radicalement changé et la phase apparaît sous une nouvelle forme plus ou moins arrondie, on voit nettement sur la figure III.3(b-c) des globules agglomérés dans la matrice.

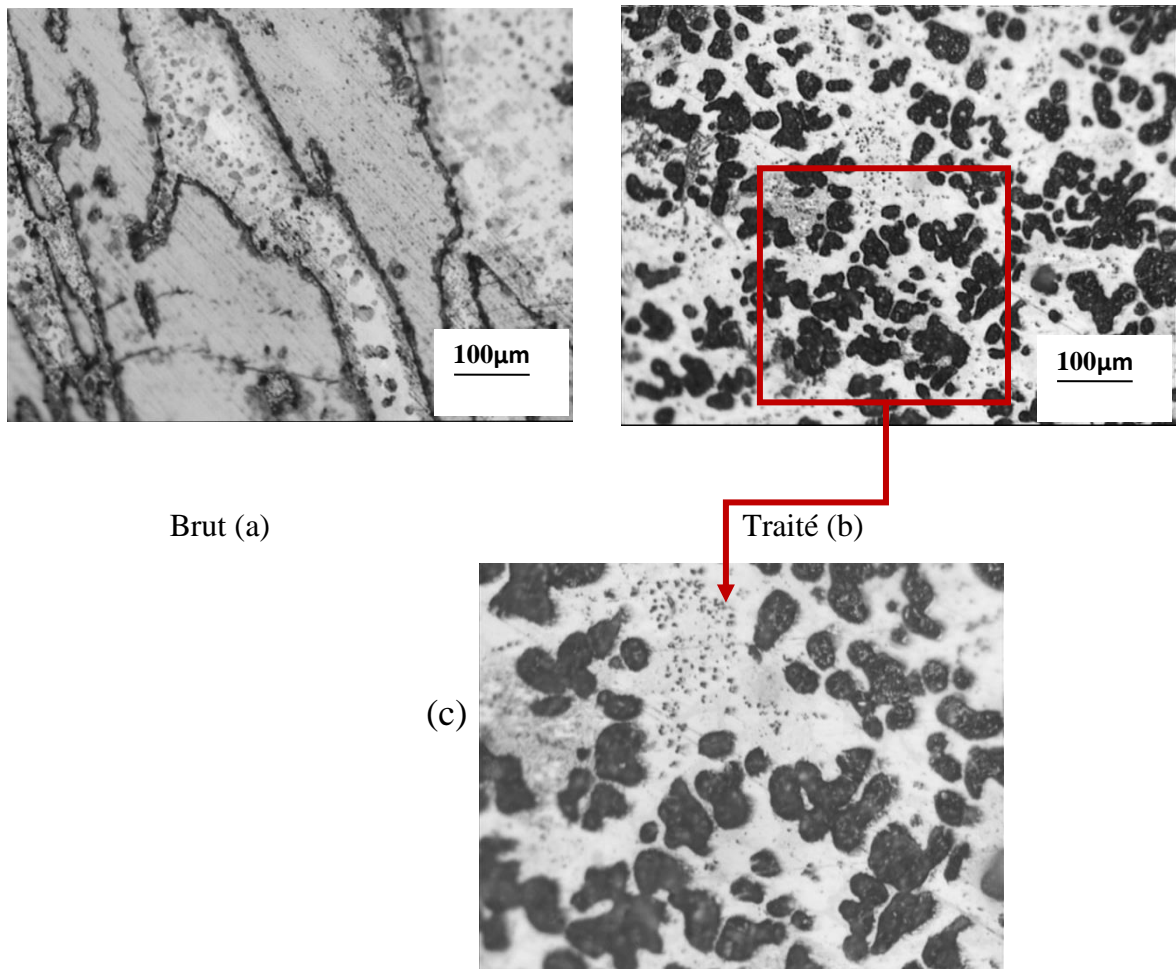


Figure III.3 : Observation par microscopie optique de l'alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$:
 a) alliage à l'état brut, b -c) Alliage traité à $500^{\circ}C/1h$.

III-3-Observation par microscopie électronique à balayage (MEB) :

Afin de caractériser de façon plus fine nos alliages Al-Cu-Fe et d'observer leur microstructure avec un fort grossissement et une grande profondeur de champ, nous avons utilisé la microscopie électronique à balayage.

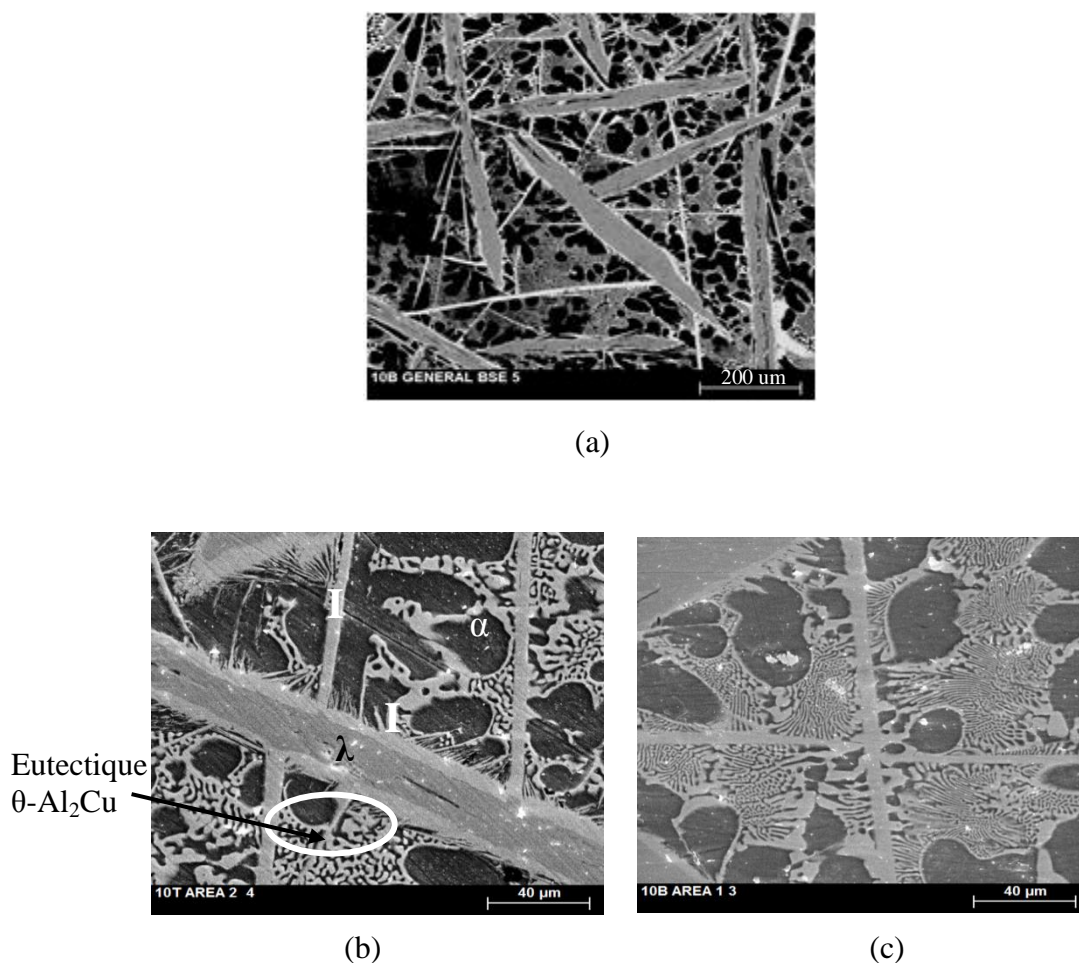
Les observations par MEB des alliages Al-Cu-Fe mettent en évidence l'existence de la solution solide d'aluminium avec quatre phases différentes dont les compositions ont été déterminées à l'aide d'une sonde permettant d'effectuer des analyses ponctuelles EDS (*Spectrométrie d'Énergie Dispersive*). Le tableau III.1 montre la composition atomique de ces phases mesurée à partir des analyses EDS et comparée avec la composition stœchiométrique.

Tableau III.1 : Composition atomique déterminée par analyses EDS des phases obtenues dans l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$ après fusion à induction haute fréquence.

Phase	α	θ	I	λ
at% Al	96.66	83.26	64.20	73.57
at% Cu	03.02	16.74	25.68	04.78
at% Fe	0.32	00	10.12	21.63
Composition Stœchiométrique	Al(Cu)	Al_2Cu	i- $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$	$\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$

III-3-1 Alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$:

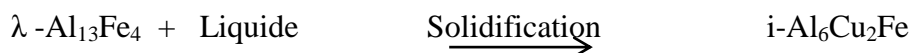
L'analyse par MEB de l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$ nous a permis d'obtenir une image globale illustrée sur la figure III.4 (a). L'image sur la figure III. 4(b) montre des zones sombres correspondant à la composition chimique de la solution solide α -Al(Cu) de forme dendritique, elle peut être identifiée comme la matrice de l'alliage. L'eutectique ayant la composition de la phase intermétallique θ - Al_2Cu associée à la solution solide d'aluminium possède une forme lamellaire qui s'est probablement solidifié entre les bras de dendrites, on peut alors voir sur la figure III.4 (c) une croissance compétitive entre ces deux structures dendritique et eutectique. La phase en forme de bâtonnets allongée en gris sombre (figure III.4 (b)), correspond à une phase du type $(\text{Al,Cu})_{13}\text{Fe}_4$ où le cuivre pourrait se substituer localement à l'aluminium, c'est la phase λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. la phase aux bordures de $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ possède la composition de $\text{Al}_{64,20}\text{Cu}_{25,68}\text{Fe}_{10,12}$, elle a un lien avec la phase icosaédrique i ayant la formule idéale qui a été proposée par Bradley et Goldschmidt [1] et la composition moyenne dans la région monophasée de $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{22,5}\text{Fe}_{12,5}$, elle peut se former dans un intervalle de composition :20–28 % atomique du Cu et 10–14% atomique du Fe, on voit sur figure III.4 (c) que cette phase se retrouve encore sous forme aciculaire avec l'eutectique et la matrice.

Figure III.4 : Observation par MEB de l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$

III-3-2 Alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$:

Pour l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$, les observations par MEB couplées aux analyses EDS mettent en évidence trois types de phases intermétalliques coexistant dans la matrice qui se différencient par leur morphologie et leur composition chimique (figure III.5). La première phase, sous forme de bâtonnets en gris sombre est identifiée par analyse EDS en phase de composition chimique correspondant à la phase λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, elle est abordée par une deuxième phase adjacente de composition très proche de la composition idéale de la phase icosaédrique $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$, cette dernière ayant une largeur de l'ordre de $3\mu\text{m}$. La figure III.5-b) montre nettement la juxtaposition de ces deux phases λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ et $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que la première phase pouvant être créée au cours de la solidification du liquide de l'alliage est la phase λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, suivie de la phase

quasicristalline $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ de sorte qu'elle entoure la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ grâce à une transformation préectique selon la réaction suivante [2, 3] :



Dans l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ traité, (voir figure (5-b)), on observe des zones sombres de composition chimique associée à la phase $\beta\text{-AlFe(Cu)}$ se trouve localisée entre l'arrangement rectiligne en parallèle produit par la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, cet arrangement est espacé l'un de l'autre par une distance de $25\mu\text{m}$. Après le traitement thermique, la structure de l'eutectique lamellaire binaire Al-Cu est présente, mais elle apparait davantage dans l'alliage brut que celui traité.

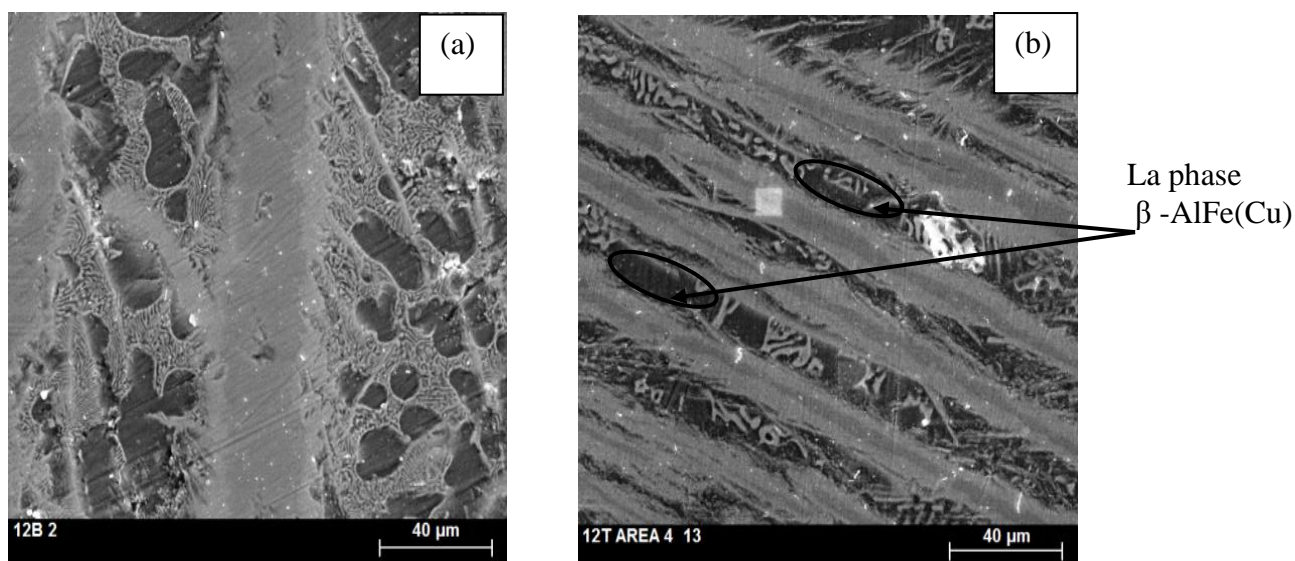


Figure III.5: Observation par MEB de l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$: a) alliage à l'état brut, b) Alliage traité à $500^\circ\text{C}/1\text{h}$

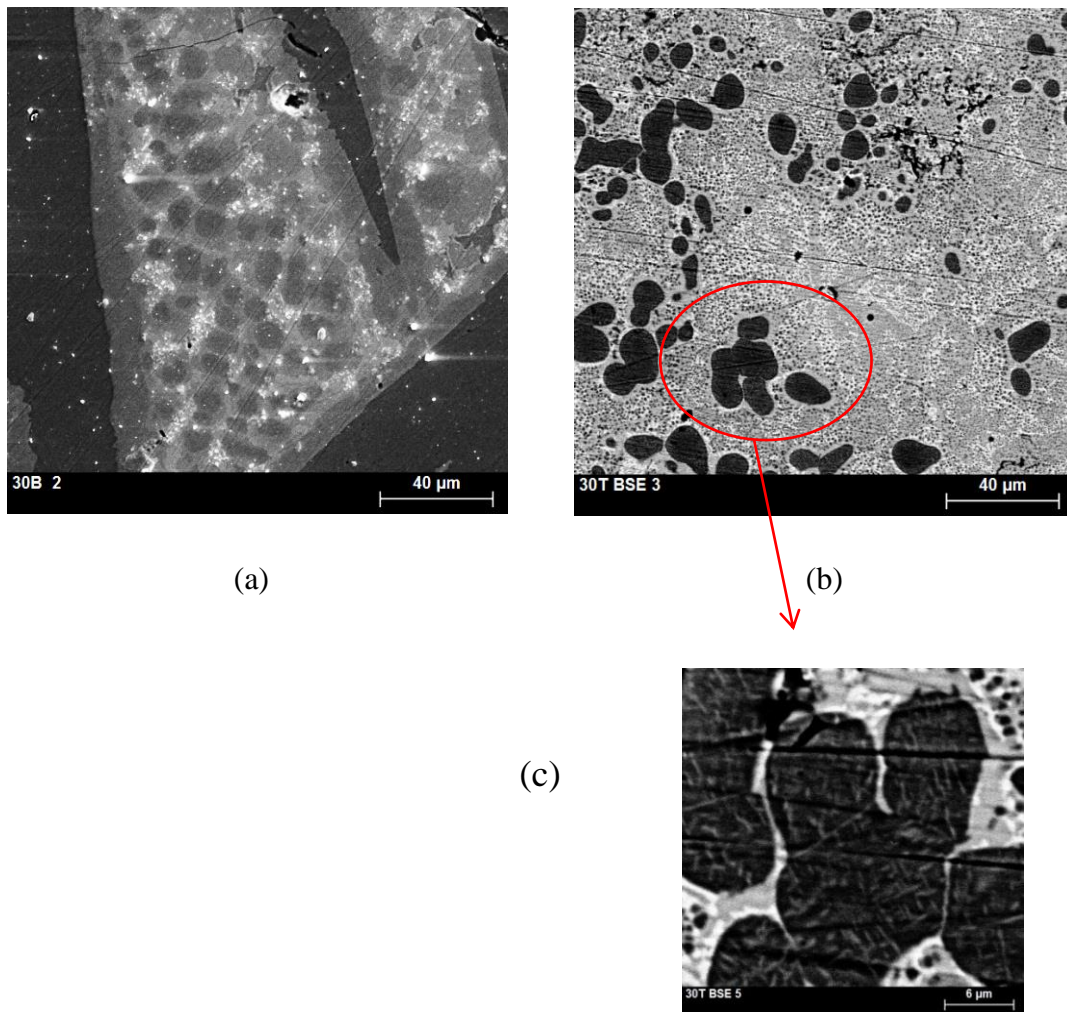
III-3-3 Alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$:

Figure III.6 : Observation par MEB de l'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$: a) alliage à l'état brut, b-c) Alliage traité à 500°C/ 1h

La micrographie par MEB de l'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$ illustrée sur la figure III.6-a) montre l'existence de trois phases suivantes : λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$, β - $\text{AlFe}(\text{Cu})$ et i - $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$. La phase icosaédrique i - $\text{Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ se forme à la fois juxtaposée d'une manière allongée sur la phase λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ et dispersée sous une forme plus ou moins arrondie au sein de la phase β - $\text{AlFe}(\text{Cu})$.

L'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$ traité thermiquement à 500°C pendant une heure (figure III.6-b) présente une nouvelle microstructure complètement différente de celle obtenue à l'état brut.

L'observation par MEB présentée sur la figure III.6 –c) indique la formation d'une morphologie «chou-fleur» correspondant à la phase quasicristalline $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ observée déjà dans des études antérieures par Travessa et Kim [16, 17] dont la taille de grain de cette structure quasicristalline s'étend de 20 à 80 μm .

Cette morphologie est caractérisée par une forme polyédrique avec des bords quasi rectilignes. Ce qui a attiré notre attention, concernant cette morphologie, est l'apparition d'un motif voire sous une structure à l'intérieur des polyèdres observée pour la première fois dans les quasi cristaux, selon notre recherche bibliographique qui ressemble à des facettes apparaissant en blanc sur la micrographie MEB de la figure III.(6-c) avec une tendance de variantes selon au moins deux directions cristallographiques.

III-4-Analyses par diffraction des rayons X :

Les analyses par diffraction des rayons X ont été effectuées dans cette étude afin de confirmer la nature des phases présentes dans les alliages Al-Cu-Fe bruts et traités et de mesurer leurs paramètres de maille.

Il est indispensable de noter que l'indexation des diagrammes de diffraction des rayons X de la phase quasicristalline ne peut se faire avec aucun des 14 réseaux de Bravais de l'espace physique. L'indexation de telle structure quasicristalline peut se faire à partir d'une méthode proposée par Cahn et al. C'est-à-dire l'indexation d'un diagramme de diffraction de symétrie icosaédrique nécessite le choix de six vecteurs indépendants dans l'espace réciproque [7] où cette phase de la structure cubique est indexée dans un hyper-espace à six dimensions. La Figure III.7 présente le diffractogramme de la phase quasicristalline dans le système Al-Cu-Fe, qui montre la position des pics théoriques de cette phase icosaédrique avec anticathode Cuivre de $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$.

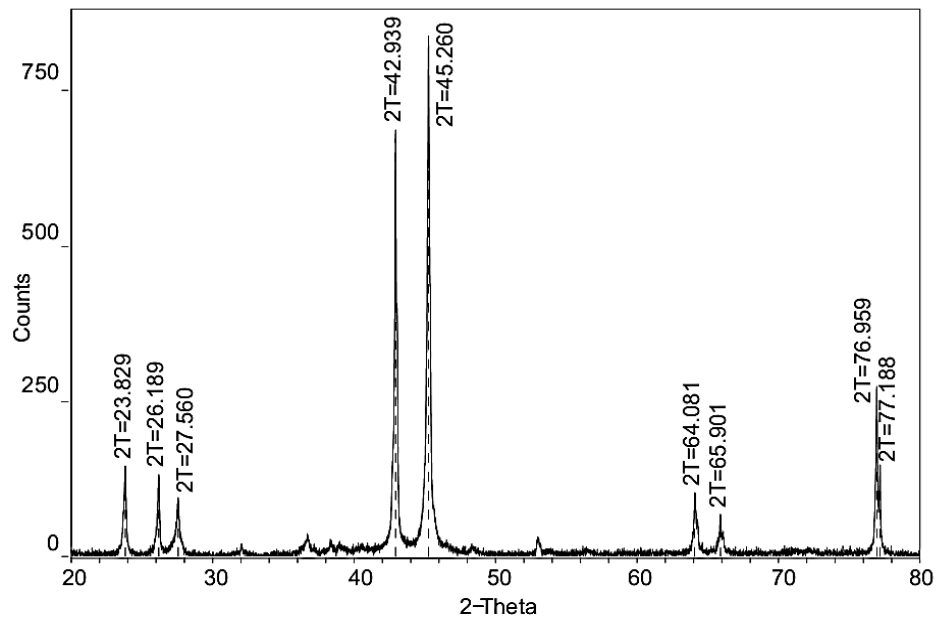


Figure III.7: diffractogramme de la phase quasicristalline $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ avec anticathode $\text{Cu K}\alpha$ [8]

$$N = h^2 + h'^2 + k^2 + k'^2 + l^2 + l'^2$$

$$M = h'^2 + k'^2 + l'^2 + (h \times h' + k \times k' + l \times l')$$

où h, h', k, k', l, l' sont les six indices entiers de Miller de la structure cubique dans un hyper-espace à six dimensions, le tableau III.2 présente la positions des pics théoriques de DRX de la phase icosaédrique du système Al-Cu-Fe où chaque 2 theta est indexé par deux indices (N,M)

Tableau III.2: Positions des pics théoriques de DRX indexées par les indices (N,M) de la phase icosaédrique du système Al-Cu-Fe [9].

Reflection (N,M)	$2\Theta_{theor.} [^\circ]$
(6,9)	23.735
(7,11)	26.106
(8,12)	27.475
(11,16)	31.978
(14,21)	36.618
(15,23)	38.261
(18,29)	42.868
(20,32)	45.193
(23,36)	48.259
(27,43)	52.936
(31,48)	56.429
(38,61)	64.046
(40,64)	65.830
(52,84)	76.882

III-4-1 Alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$:

Sur la figure III.8 est représenté le diagramme de diffraction des rayons X expérimental obtenu sur un échantillon massif de l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$ à l'état brut et traité.

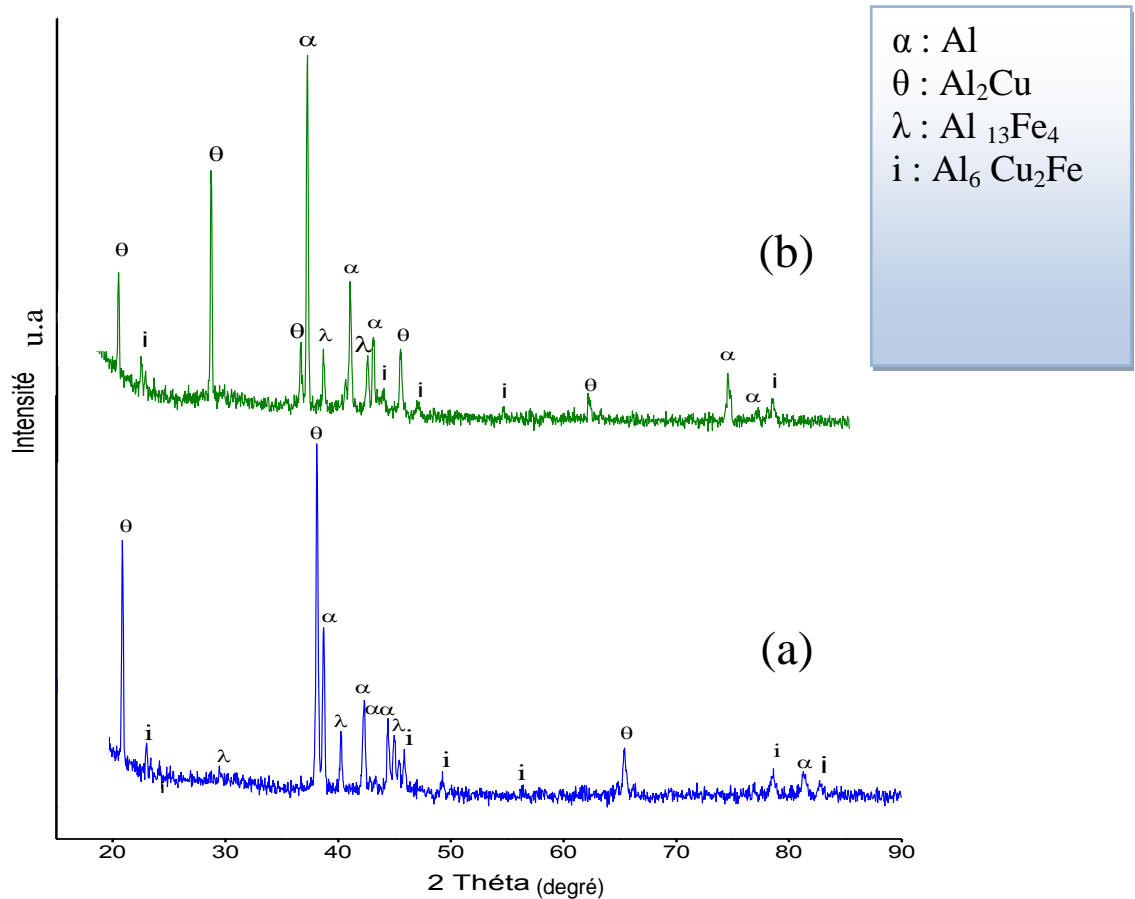


Figure III.8 : Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$: (a) à l'état brut et (b) traité.

La diffraction des rayons X de cette composition d'alliage à l'état brut, illustrée sur la figure III.8 (a), permet de confirmer clairement la présence de la solution solide d'aluminium $\alpha\text{-Al}(\text{Cu})$ accompagnée de trois phases intermétalliques de composition : $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ et la phase quasicristalline $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$, c'est une phase thermodynamiquement stable, elle a été obtenue pour la première fois par Tsai et al.[10] dans le système Al-Cu-Fe élaboré par solidification conventionnelle.

La figure III.8 (b) représente le diffractogramme des rayons X obtenu à partir de la même composition d'alliage ayant subi un traitement thermique pendant une heure à 500°C. La position des pics est identique à celle obtenue à l'état brut avec une légère diminution de l'intensité.

III-4-2 Alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$:

La figure III.9 illustre le diagramme de diffraction des rayons X de composition d'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$. Elle montre l'existence des mêmes phases obtenues pour la composition d'alliage précédente aussi bien à l'état brut, qu'à l'état traité mais avec absence des pics de la solution solide d'aluminium α -Al et diminution remarquable de l'intensité des pics de diffraction correspondant à ces phases.

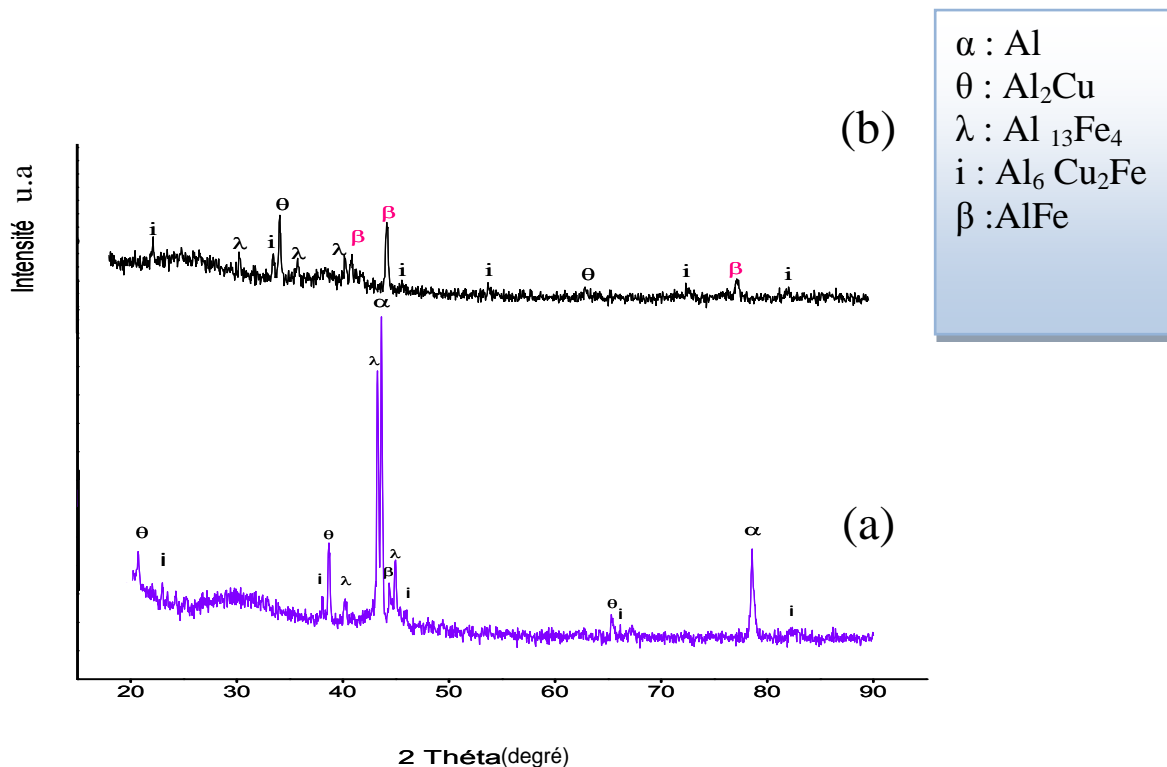
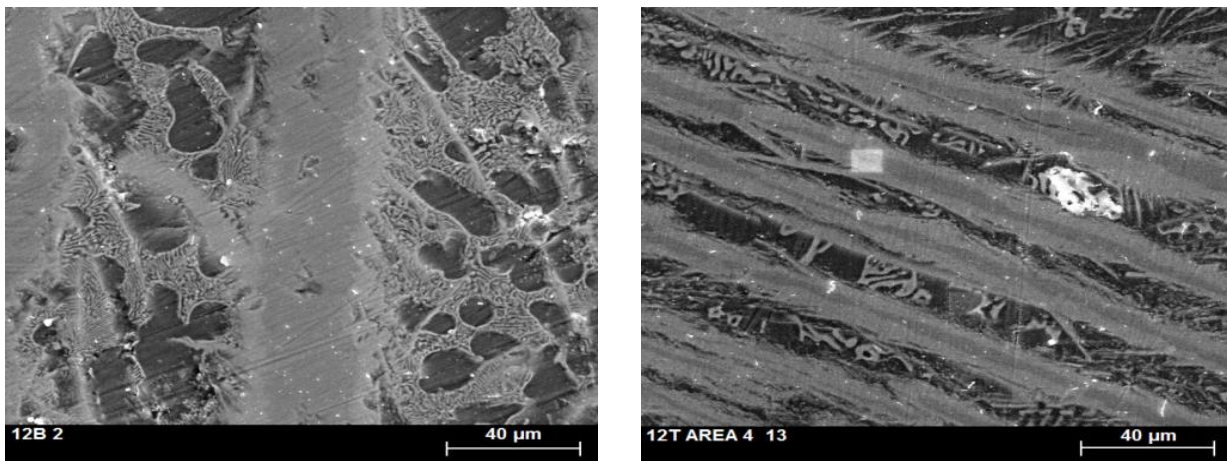


Figure III.9 : Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$: (a) à l'état brut et (b) traité

On observe également dans cette composition (figure III.9 (b)), que l'intensité des pics de l'alliage traité diminue considérablement par rapport à celle de l'alliage brut où il apparaît de nouveaux pics qui seraient associés à la phase icosaédrique $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$. On note aussi une disparition d'un pic autour de l'angle 35° dépendant de la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$. Ce phénomène d'apparition de pics associés de la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ et de la diminution ou de la disparition d'autres pics de la phase λ –

$\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ s'explique par une transformation de phases à l'état solide au cours d'un traitement thermique à 500°C durant une heure, où les pics correspondant à la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ disparaissent ou diminuent pour donner lieu à la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$. Ce phénomène est affirmé par une observation par MEB (figure III.10), où on voit nettement que la largeur de la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ diminue après traitement thermique tandis que les zones en gris clair, en bordure de la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$, correspondant à la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ deviennent de plus en plus épaisses.

On peut constater, d'après ce qu'on a vu précédemment que la phase $\lambda\text{-Al}_{13}\text{Fe}_4$ se transforme à la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ au cours d'un traitement thermique à 500°C pendant une heure par une transformation à l'état solide.



(a)

(b)

Figure III.10 : Image MEB montrant une comparaison de l'épaisseur de la phase icosaédrique dans l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$: (a) avant le traitement thermique, (b) après un traitement thermique à 500°C pendant une heure.

III-4-3 Alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$:

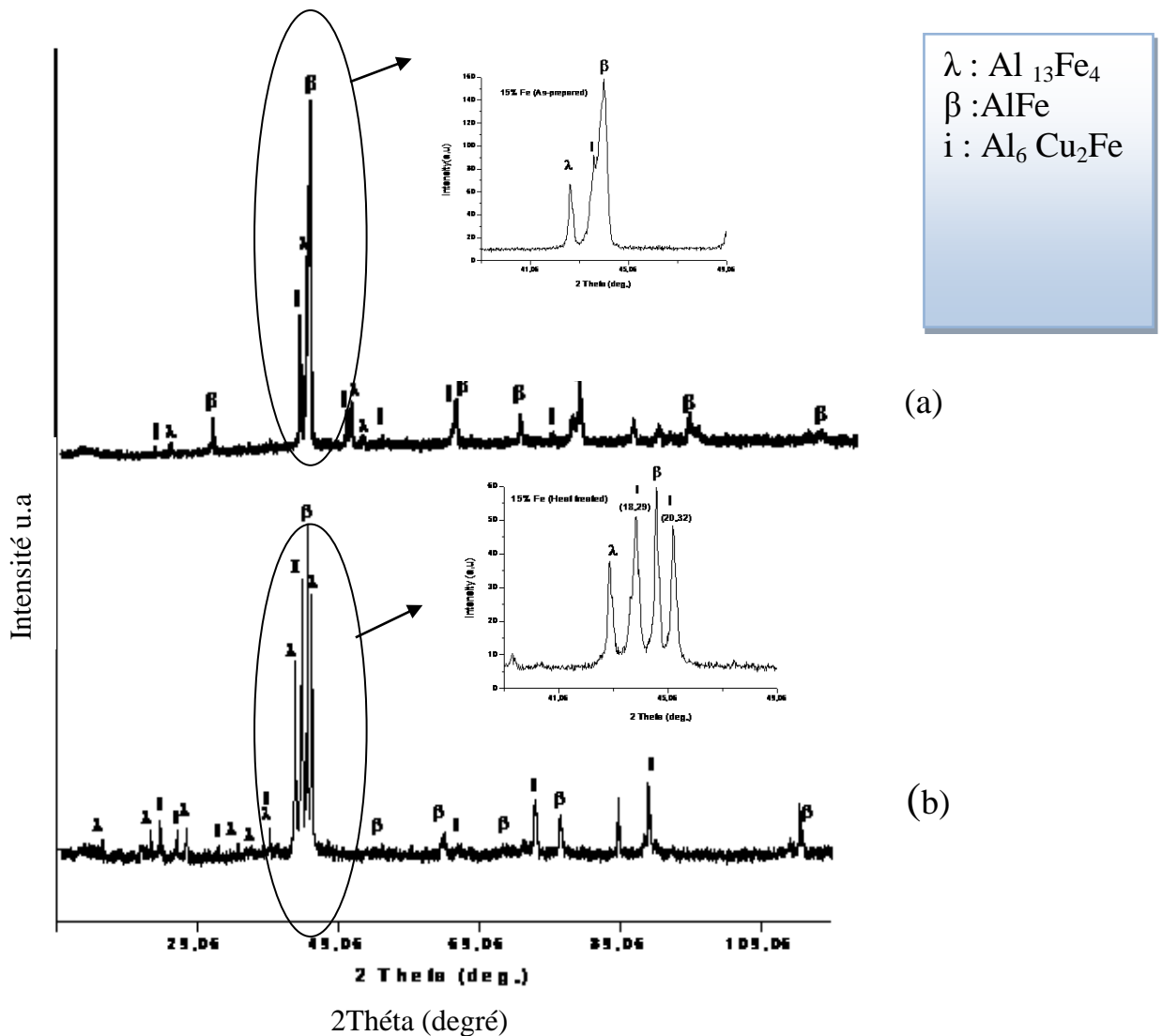
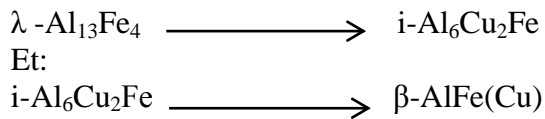


Figure III.11: Diagramme de diffraction des rayons X d'alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$: (a) à l'état brut et (b) traité.

L'analyse par diffraction des rayons X montre que l'alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$ forme trois phases intermétalliques : λ - $Al_{13}Fe_4$, β - $AlFe(Cu)$ et la phase icosaédrique i - Al_6Cu_2Fe . On observe clairement sur la figure III.11-b) une augmentation de l'intensité des pics correspondant à la phase i - Al_6Cu_2Fe accompagnée d'une absence de certains pics de la phase λ - $Al_{13}Fe_4$, ce qu'explique le changement radical de la morphologie de l'alliage résultant d'une transformation de phase à l'état solide provoquée par un chauffage à 500°C pour une heure selon cette réaction :



Un résultat similaire, obtenu par G. Rosas et R. Perez [11] sur un alliage Al-Cu-Fe élaboré par fusion et traité thermiquement à 900°C pendant 8 heures, est expliqué par deux transformations de phases successives:



III-4-4 Paramètre de maille a_{6D} de la phase icosaédrique :

L'indexation des raies de diffraction des rayons-X et la détermination des distances interréticulaires correspondantes ont permis de calculer le paramètre de mailles à six dimension de la phase quasicristalline qui est noté par l'indice a_{6D} , ce paramètre de maille a été calculé par la relation de Cohen-Wagner [12]:

$$a_{6D} = d \sqrt{\frac{N+M\tau}{2(2+\tau)}}$$

Où (N, M) sont les indices de Cahn des pics de diffraction des rayons X, d est la distance interréticulaire, $\tau = 1.618$: c'est le nombre d'or.

Le tableau III.3 regroupe les valeurs du paramètre de maille à six dimension a_{6D} de la phase icosaédrique dans les trois compositions d'alliages bruts et traités comparées à la valeur a_{6D} théorique estimée à $6,317\text{Å}$ [9], on peut remarquer sur la valeur de a_{6D} qu'elle est plus importante lorsque la teneur de Fer augmente dans l'alliage Al-Cu-Fe, cette augmentation progressive de maille est probablement due à la présence de phasons qui sont similaires aux phonons dans les cristaux conventionnels[13], ces phasons sont considérés comme des défauts locaux dus au déplacement des atomes dans une seule direction de l'espace. Ils sont instables et possèdent un caractère dynamique, au moins au-dessus d'une certaine température d'activation [14]. Dans les cristaux, les lacunes sont responsable de la diffusion des atome tandis que dans le quasicristal se sont les phasons responsable de la diffusion atomique, alors les phasons sont des modes diffusifs associés à des réarrangements atomiques collectifs au-dessus d'une certaine température.

D'après les déplacements des pics de Bragg de diffraction des rayons X, Birge et al. [15] suggèrent que ce décalage de pics se produit par l'effet des phasons, ce qui conduit à contribuer à la variation des valeurs du paramètre de maille a_{6D} de la phase icosaédrique dans les alliages Al-Cu-Fe.

Tableau III.3 : Valeurs de paramètre de maille a_{6D} de la phase icosaédrique des alliages Al-Cu-Fe bruts et traités comparées à la valeur a_{6D} théorique.

Composition	$2\theta^\circ$	d (Å)	(N,M)	a_{6D} mesuré (Å)	a_{6D} théorique (Å)[8,9]	$ a_{6Dmes} - a_{6Dthé} $
Al ₈₀ Cu ₁₄ Fe ₆ Brut	45.42	1.997	(20,32)	6.288	6,317	0.029
Al ₈₀ Cu ₁₄ Fe ₆ Traité	45.76	1.983	(20,32)	6.244		0.073
Al ₆₅ Cu ₂₃ Fe ₁₂ Brut	38.08	2.363	(15,23)	6.347		0.030
Al ₆₅ Cu ₂₃ Fe ₁₂ Traité	27.62	3,229	(8,12)	6.285		0.032
Al ₇₂ Cu ₁₃ Fe ₁₅ Brut	42.66	2.120	(18,29)	6,350		0.033
Al ₇₂ Cu ₁₃ Fe ₁₅ Traité	45.28	2.000	(20,32)	6,308		0.009

lorsque le pourcentage de Fe augmente dans les trois alliages, on remarque une augmentation du paramètre de maille de la phase quasicristalline icosaédrique $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ a_{6D} , ceci pourrait s'expliquer par la différence des rayons atomiques entre les éléments d'alliages Al (1.25Å), Cu(1.28Å) et Fe(1.40Å). Les rayons atomiques du fer et du cuivre étant plus élevés que celui de l'aluminium ce qui conduit à l'expansion du paramètre de maille a_{6D} de la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$.

On observe également que le paramètre de maille a_{6D} , après traitement thermique, augmente progressivement avec la teneur en fer dans nos alliages. Coddens et al. [16] interprètent l'augmentation du paramètre de maille par l'effet de champ de phasons défini par les déplacements atomiques très rapides se produisant dans le quasicristal $i\text{-Al-Cu-Fe}$ du fait du traitement thermique. En effet les phasons sont instables et peuvent présenter un comportement dynamique pour des températures suffisamment élevées pouvant conduire à une certaine énergie d'activation qui sera responsable de l'apparition du champ de phasons [14], pour la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ cette température se situe aux alentours de 500°C.

III-5- Analyse Calorimétrique Différentielle:

Analyse Calorimétrique Différentielle (DSC) nous a permis de suivre, en fonction de la température, la formation ainsi que la dissolution de différentes phases dans les alliages $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ et $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$.

III-5-1 Alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$:

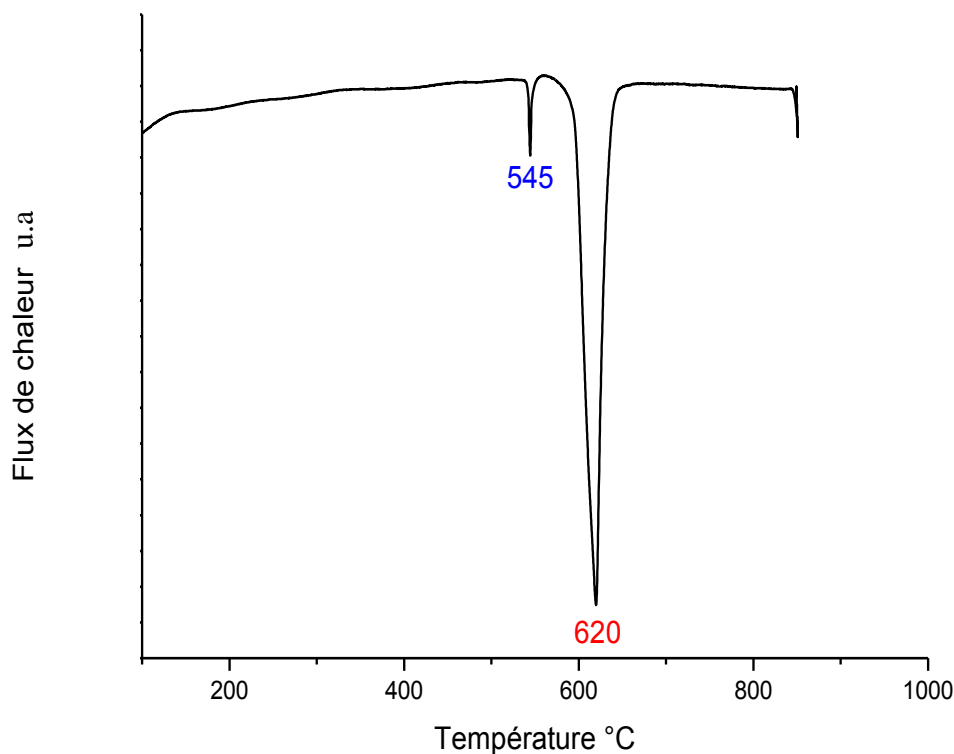


Figure III.12 : Courbe de DSC de l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$.

La figure III.12 correspondant à l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$ fait apparaître deux pics endothermiques, un à environ 545°C et un autre majeur à 620°C, respectivement.

Le diagramme de phase pseudo-binaire λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ - θ - Al_2Cu [17,18] illustré sur la figure III.13, montre que la phase θ - Al_2Cu se dissout définitivement à 585°C, tandis que la température de fusion de Al pur est à 660°C, donc, le pic endothermique autour de 545°C peut être associé à la fusion de la phase θ - Al_2Cu et celui à 620°C à la fusion de la solution solide α -Al (Cu), cette température peut être réduite à 620°C par le fait de la présence de petites quantités de Cu comme impureté dans la solution solide [19].

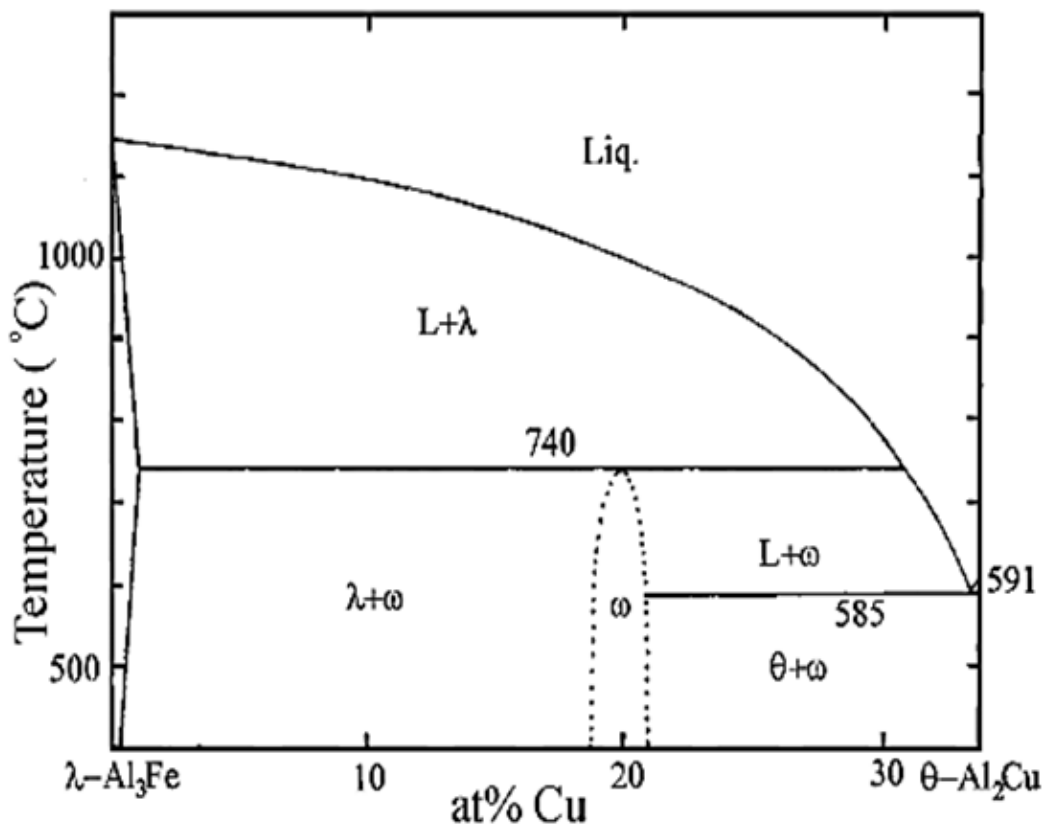


Figure III.13: Diagramme pseudo-binaire de λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ - Al_2Cu [18].

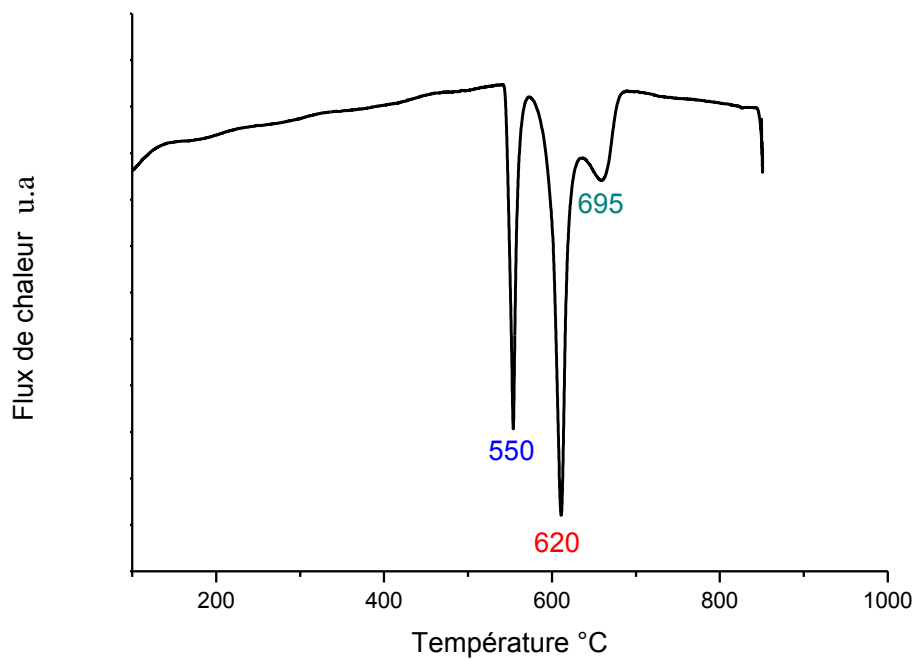
III-5-2 Alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$:

Figure III.14 : Courbe de DSC de l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$

La courbe de DSC de l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ illustrée sur la figure III.14 fait apparaître aussi que l'alliage précédent deux pics endothermiques détectés à environ 550 °C et 620 °C, qui peuvent être liés à la dissolution de la phase $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ et la solution solide $\alpha\text{-Al}$ (Cu), un autre pic endothermique observé à 695°C peut être correspondant à la dissolution de la phase $\tau\text{-AlCu(Fe)}$. Ce dernier résultat est similaire à celui rapporté par M.GÖĞEBAKAN et al.[4] à partir d'un alliage de composition $\text{Al}_{63}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$ élaboré par solidification, après un recuit à 700 °C pendant 4 h où la phase $\tau\text{-AlCu(Fe)}$ est complètement disparue.

III-5-3 Alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$:

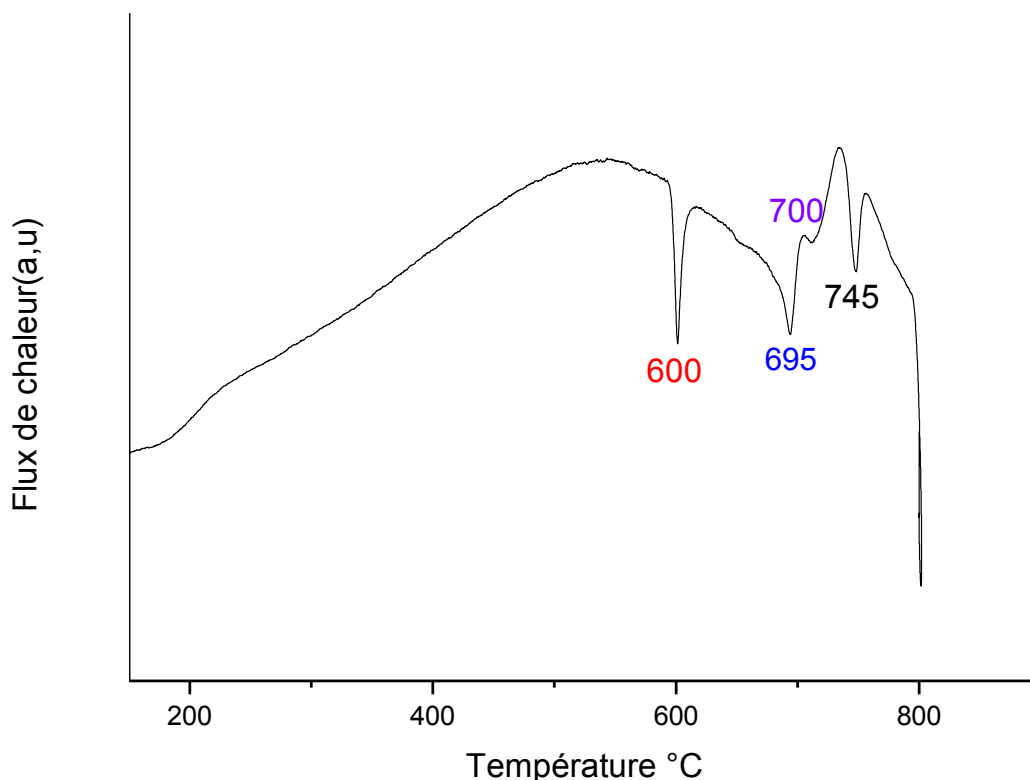


Figure III.15 : Courbe de DSC de l'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$.

Pour l'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$, sur la figure la figure III.15, on remarque l'apparition d'un pic exothermique de haute énergie dans l'intervalle compris entre 430 à 580° C, le plus important autour de 530 °C, cette bosse peut être associée à une formation massive de phases [20]. D'après la littérature, une réaction peut être reliée à la formation de diverses phases, parmi lesquelles la phase $\beta\text{-AlFe}(\text{Cu})$ et la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ aux températures inférieures par diffusion à l'état solide pendant le chauffage [21,22]. Le pic endothermique autour de 595 °C observé déjà dans l'alliage $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ relie à la dissolution de la phase $\tau\text{-AlCu}(\text{Fe})$. À 600 °C, un pic endothermique qu'il correspond à l'activation d'une amplitude de champ des phases pouvant devenir dynamique au-delà de cette température grâce à une acquisition d'une énergie d'activation [23]. Un pic exothermique de très faible aptitude à 700 °C a été détecté avant un pic endothermique à 745° C. une observation similaire est rapportée dans la littérature ; X.Yong et al.[17] ont obtenu à une température de recuit supérieure à 700°C que la phase $i\text{-Al}_6\text{Cu}_2\text{Fe}$ pourrait directement être formée après un recuit de la poudre non-broyée de composition $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{20}\text{Fe}_{15}$. Le diagramme pseudo-

binaire de phases λ -Al₁₃Fe₄- θ -Al₂Cu (Figure III.13 [18]) montre que la dissolution de la phase intermétallique w-Al₇Cu₂Fe se dissout à 740 °C, cela indique que le pic autour de 745° C représente la disparition de la phase w-Al₇Cu₂Fe s'étant possible déjà formée au cours de formation massive de phases (on revient au *Chapitre I, le tableau 4, Référence [37]* indique la température de formation de cette phase entre 300°C et 500°C et de fusion à 750°C).

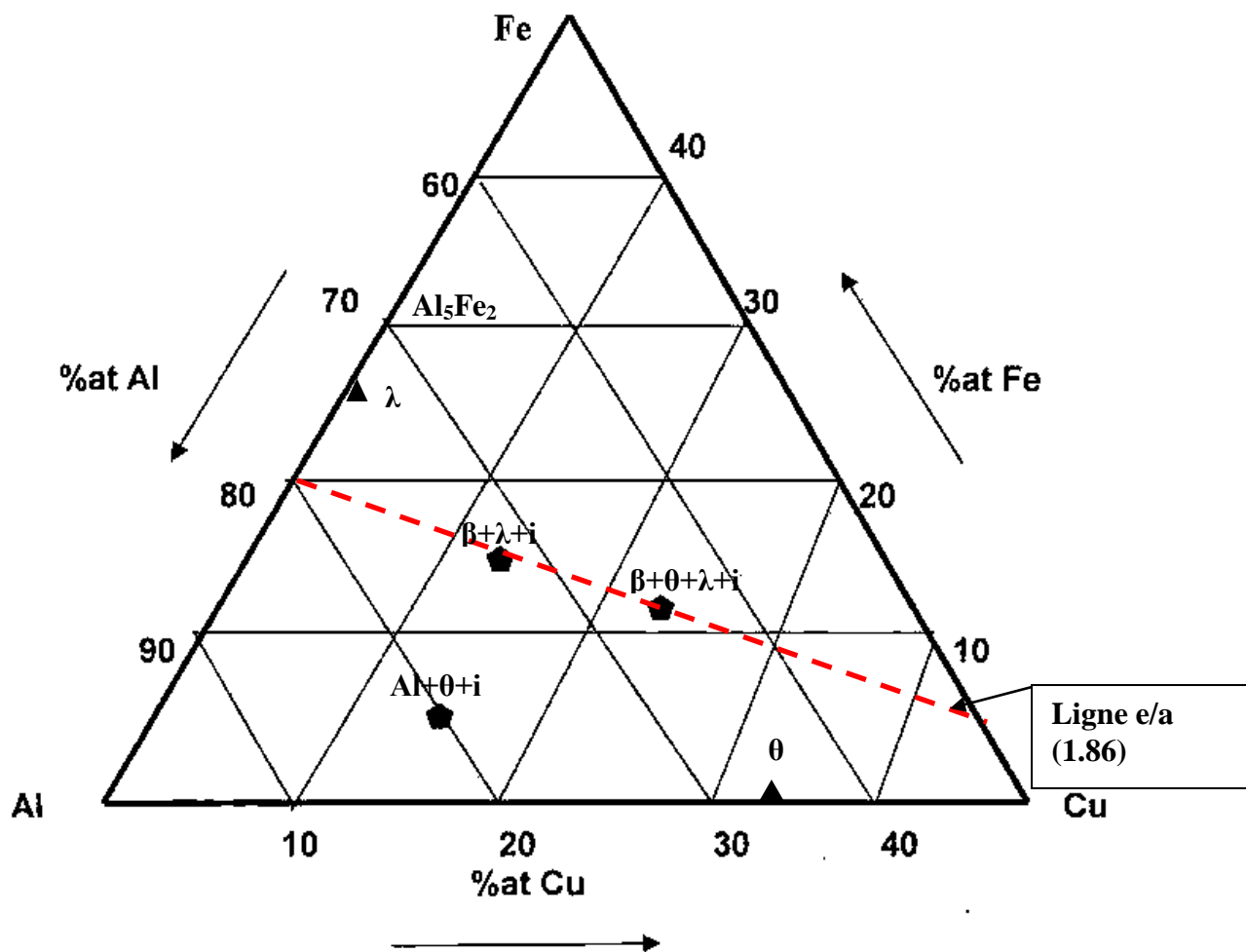
III-6-Implication du rapport électrons sur atomes :

Le tableau III.4 montre les compositions atomiques nominales étudiées dans le présent travail relatif aux alliages Al-Cu-Fe combiné au rapport e/a de chaque échantillon, qui se réfère au nombre de valence par atome dans l'alliage ; $V_{Al} = 3$, $V_{Cu} = 1$ et $V_{Fe} = -2.66$ d'après Raynor et Al-[24].

Le diagramme de phase ternaire du système Al-Cu-Fe dans la Figure16 montre la présence de la solution solide α -Al(Cu) d'aluminium avec des phases intermétalliques différentes des trois alliages étudiés avec des compositions diverses de fer.

Tableau III.4: Composition chimique des alliages Al-Cu-Fe en relation avec le rapport e/a.

Alliage	at. % Al	at. % Cu	at. % Fe	e/a
1	80	14	6	2.38
2	56	23	12	1.86
3	72	13	15	1.89



β : $\text{AlFe}(\text{C.C})$

θ : Al_2Cu (Tetragonale)

λ : Al_3Fe (Monoclinique)

i : QC

Figure III.16. Diagramme ternaire montrant les compositions étudiées à l'état brut

La ligne en pointillés sur le diagramme ternaire indique la ligne $e/a = 1.86$. Nous pouvons noter que l'alliage d' $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ et l'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$ sont alignés sur cette ligne tandis que l'alliage $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$ s'en écarte.

Singh et al [25] proposent que la stabilité maximale dans des systèmes quasicristallins soit trouvée quand le vecteur d'onde de Fermi K_F satisfait la relation $K_M = 2 K_F$ où K_M est le vecteur de diffraction en relation avec le nombre d'électrons

sur atomes qui contribue à la bande de conduction et met la surface de Fermi en contact avec les faces de la zone de Brillouin.

K_M est calculé comme suit:

$$K_M = \left(\frac{4\pi}{\lambda}\right) \sin\theta \quad (1)$$

Où λ et θ sont respectivement, la longueur d'onde et l'angle de diffraction du pic de le plus intense.

Dans le modèle de l'électron libre, le vecteur d'onde de Fermi K_F est donné par:

$$K_F = (3\pi^2 n)^{1/3} \quad (2)$$

Où n est la densité des électrons de conduction, qui peut être exprimée par:

$$n = 12/a^3 \quad (3)$$

Avec a paramètre du réseau de $\alpha(\text{Al})$.

III.7- Microdureté Vickers :

Le tableau III.4 regroupe la mesure de la microdureté Vickers moyenne de différentes phases obtenues dans nos alliages comparée avec la littérature.

Tableau III.5 : Valeurs de microdureté Vickers moyenne de présent travail sur le système Al-Cu-Fe comparées avec la littérature.

Phases	Hv [Notre travail]	Hv Reference.
λ -Al ₁₃ Fe ₄	750	785 ± 25 [26]
η - Al ₆ Cu ₂ Fe	700	740 ±104 [26]
β -AlFe(Cu)	/	775 [27]
θ - Al ₂ Cu	250 (Eutectique Al/Al ₂ Cu)	595 ± 40 [28]

On observe clairement que parmi les quatre présentes phases, la dureté maximale a été obtenue dans la phase λ , cette observation s'accorde avec et MA Suárez et al [26] et U. Köster et al [27,28] qui ont trouvé $Hv \lambda > Hv \psi > Hv \beta > Hv \theta$.

D'après la figure III.17, on peut constater que l'augmentation de la teneur en fer dans les alliages provoque une augmentation notable de la dureté de la phase λ . Le tableau III. 5 montre que la croissance de la teneur en Fer dans les alliages Al-Cu-Fe de compositions variant entre (12,5% - 15%) conduit à une augmentation du pourcentage atomique de Fer dans la phase λ , ce qui nous permet d'expliquer que l'élévation de la dureté Hv de la phase λ est précisément due à l'accroissement du pourcentage atomique de fer dans cette phase pour différentes compositions d'alliages dans le système Al-Cu-Fe .

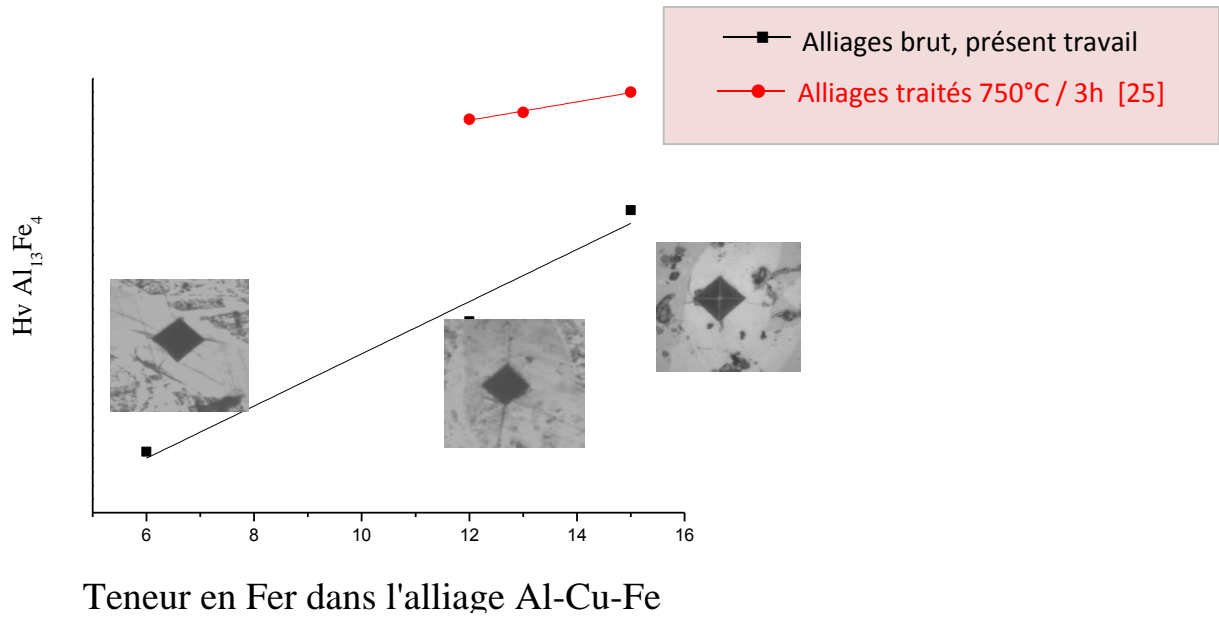


Figure III.17 : Evolution de la dureté Hv de la phase λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ en fonction de la teneur de fer comparée avec des résultats obtenus par M.A .Suárez et al [26].

Tableau 6 : Résultats de microanalyse MEB de la phase λ présente dans des alliages bruts [25]

Alliage brut	λ - $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$
a) Al ₆₅ Cu ₂₀ Fe ₁₅	Al _{74,2} Cu _{4,7} Fe _{21,1}
b) Al ₆₄ Cu _{22,5} Fe _{13,5}	Al ₇₄ Cu _{5,2} Fe _{20,8}
c) Al ₆₁ Cu ₂₆ Fe ₁₃	Al _{73,3} Cu _{6,1} Fe _{20,6}
d) Al ₆₂ Cu _{25,5} Fe _{12,5}	Al _{74,6} Cu _{6,2} Fe _{19,2}

III-8- Détermination du système de glissement du composé $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ par indentation Vickers:

Les objectifs de cette partie sont consacrés à l'étude du comportement de rupture et à la possibilité d'activation de système de glissement dans le composé $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ en utilisant une méthode simple et facile à mettre en œuvre, c'est l'essai de microdureté Vickers. La propagation de fissure d'impression atteinte en matériaux

Al-Fe et Al-Cu-Fe contenant le composé métallique complexe (CMA) $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ est accentuée dans les alliages ternaires $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{24}\text{Fe}_{12}$ et $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{15}$ préparés par fusion sous induction

Le composé $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ est caractérisé par une grande cellule élémentaire (jusqu'aux milliers d'atomes) et les amas d'atomes bien définis conduisent à une structure approximante de quasicristaux, qui peut être une alternative aux métaux précieux tels que le platine ou le palladium. Ce composé peut être employé pour catalyser une étape importante dans la production de polyéthylène [29].

La dureté de rupture est une propriété extrêmement importante d'un matériau. Elle détermine notamment sa résistance contre la propagation de fissures instables, et affecte par conséquent la sûreté de rupture. Une des méthodes pour la détermination de la dureté de rupture des matériaux fragiles, tels que les céramiques, les composés intermétalliques $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ et les quasicristaux est la technique d'indentation [29, 30]. Les avantages de cette technique expérimentale se situent dans sa simplicité et son utilisation matérielle minimale comparées à l'essai conventionnel de fatigue qui prend du temps et exige de plus grandes tailles des échantillons.

Les premières investigations ont indiqué que les matériaux massifs contenant une phase quasicristalline sont extrêmement fragiles à la température ambiante [26-31], une manière alternative d'éviter la fragilité des quasicristaux doit disperser ces phases dans une matrice malléable. La première utilisation des particules de phase quasicristalline Al-Cu-Fe comme renfort dans les composés en aluminium a été rapportée par Tsai *et al.*[32], qui a noté une amélioration de la microdureté avec une augmentation de la fraction de volume de la phase icosaédrique. L'objet de cette partie est d'étudier les processus, qui ont lieu pendant la pénétration de l'indenteur et obtenir

le cas échéant, les informations sur la caractérisation complexe des propriétés mécaniques du matériau. La fissure ou 'Crack' formée autour d'une indentation Vickers de la phase $Al_{13}Fe_4$ dans un alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$ est présentée dans la figure III.18.

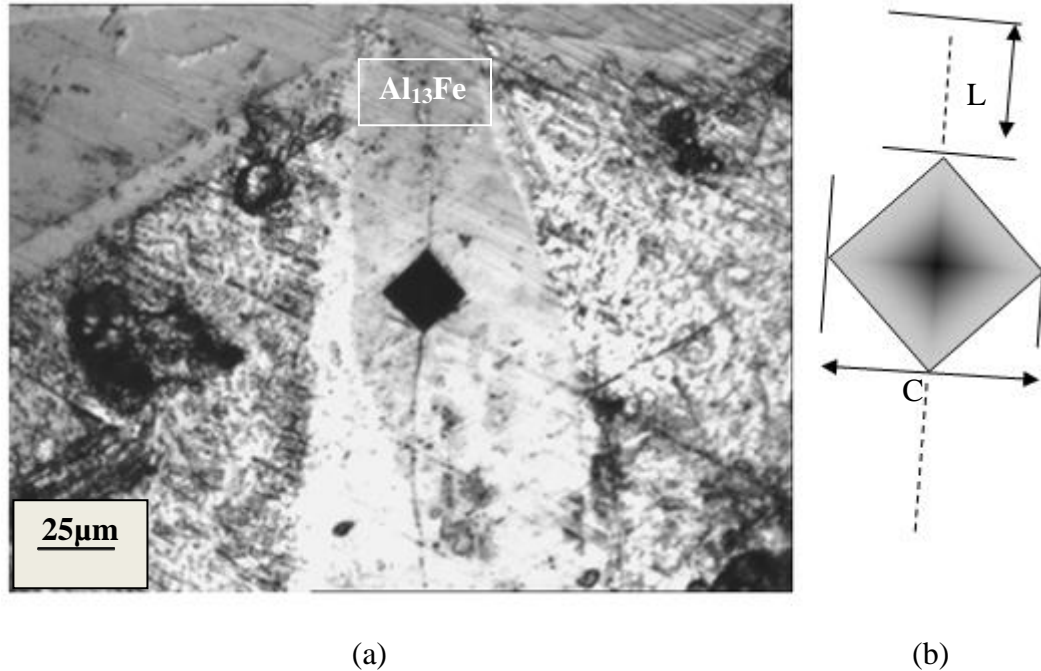


Figure III.18 :a) micrographie optique d'une indentation Vickers de la phase $Al_{13}Fe_4$ dans un alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$, b)représentation schématique de fissures radiales

Après indentation, les fissures asymétriques radiales sont apparues du coin de l'impression le long de la direction de la diagonale, se propageant le long de l'axe principal des cristaux.

De telles fissures peuvent être considérées comme des fissures de Palmqvist, et la dureté KIC de rupture peut être empiriquement estimée à partir de l'expression comme suit [33] :

$$KI_C = 0.0181 \left(\frac{E}{H_V} \right)^{0.4} H_V C^{1/2} \left(\frac{l}{c} \right)^{-0.5} \quad (1)$$

Où E est le module de Young, H_V la dureté, C la taille de la diagonale de l'impression, et l la longueur de la plus longue fente.

Le module élastique (E) peut être déterminé en utilisant une relation empirique, applicables pour les alliages à base Aluminium [34] définie en tant que :

$$E = 0.123T_m - 34(2)$$

T_m est la température de fusion, qui a été déterminée comme 1143K. On a estimé que E est de l'ordre de 107GPa, valeur proche de celle de l'alliage $Al_{64}Cu_{22}Fe_{14}$ [35] et

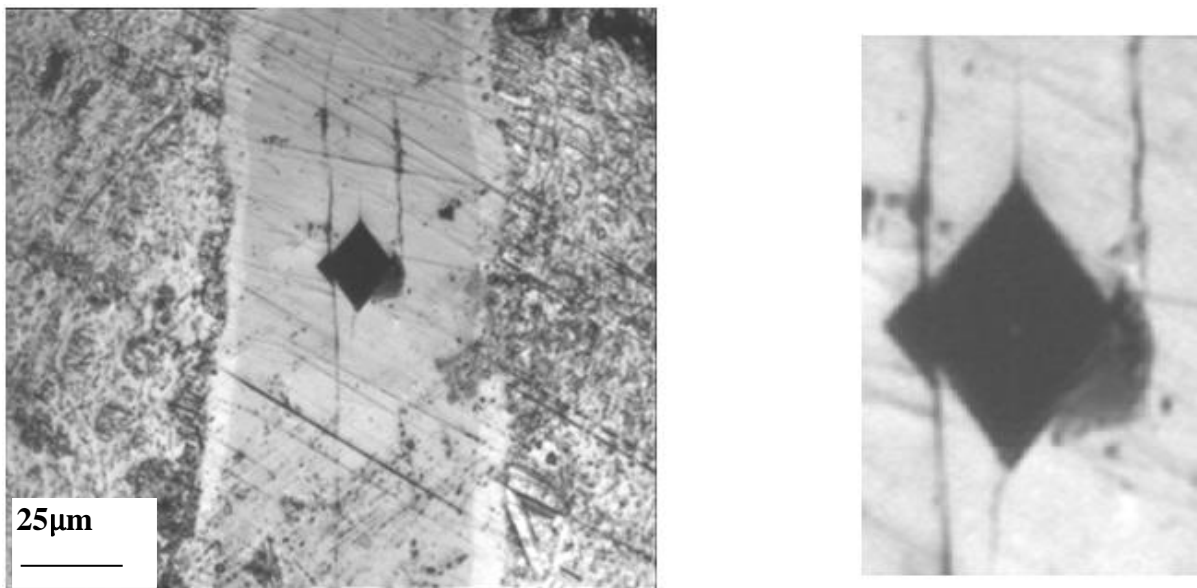
$\text{Al}_{63}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$ [23], et plus élevée que celle des alliages d'Aluminium conventionnels [36]. Celui de la phase $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ est estimé à 130 GPa [37].

Le module de Young d'un matériau composite est estimé en appliquant l'équation suivante :

$$E = (1 - \nu_f)E_{Al} + \nu_f E_{Al_{13}Fe_4} \quad (3)$$

La fraction de volume ν_f des particules $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ dans le spécimen actuel est estimée à 0.42. Ainsi, le module de Young $E_{Al_{13}Fe_4}$ est calculé à partir de l'équation (3) en utilisant $\nu_f = 0.42$ et $E_{Al} = 70$ GPa, et donc $E_{Al_{13}Fe_4} = 160$ GPa.

D'après la relation (1) on a déterminé la valeur de la dureté K_{IC} de rupture de 307.02 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Après indentation, des fissures sont apparues du coin de l'impression le long de la direction de la diagonale. L'empreinte d'indentation est montrée dans la figure III.19.



(a)

(b)

Figure III. 19 : a) micrographie optique d'impression de $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ (alliage à état brut) b) Empreinte d'un pénétrateur Vickers produisant les fissures uniradiales.

La figure III.19 montre clairement qu'un système de glissement de la phase d' $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ est activé, ceci signifie que l'effort de cisaillement critique (CSS) (*Critical shear stress*) est atteint. Ce système de glissement pour la phase monoclinique $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ étant $\langle 001 \rangle \{010\}$ [38] est schématisé sur la figure III.20.

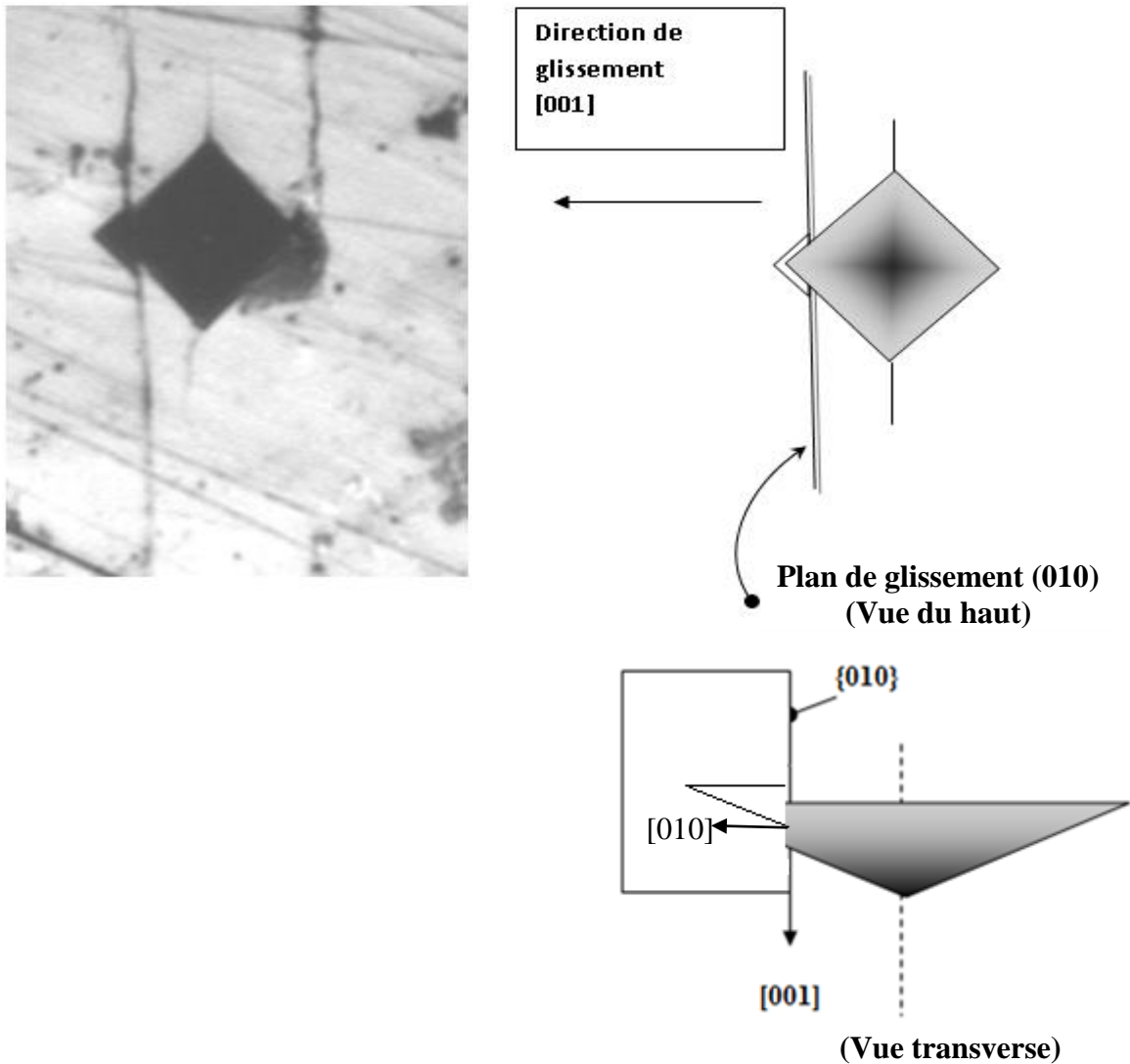


Figure III.20 : Activation du système de glissement après indentation de $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

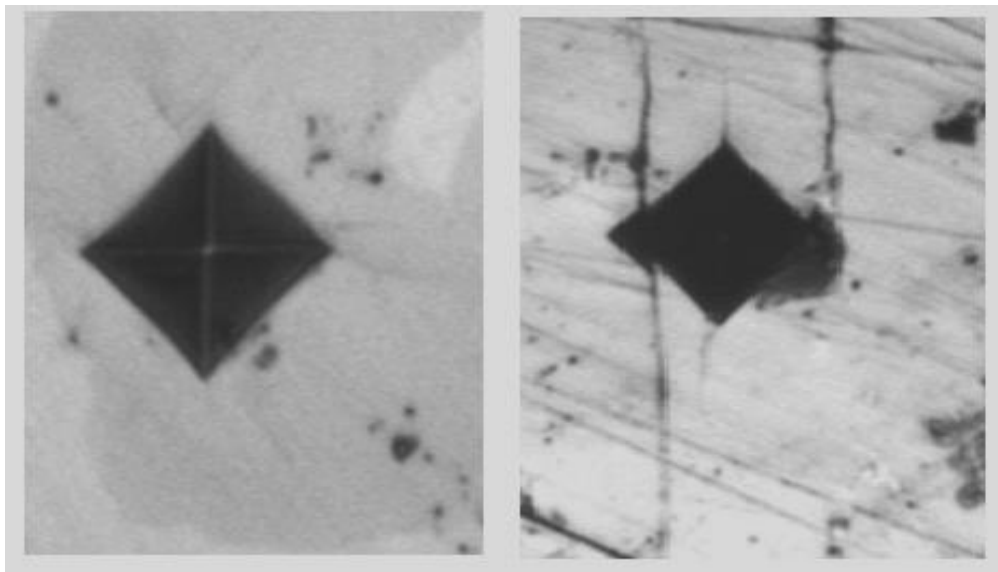
Tabor [39] a prouvé que la dureté mesurée par indentation peut être liée à l'effort de fléchissement d'un matériau par la relation:

$$H = 3\sigma_y$$

L'origine de cette relation est le fait qu'approximativement deux tiers de l'effort appliqué à l'échantillon par un pénétrateur est sous forme de pression hydrostatique et ne contribue pas à la déformation plastique, seulement un tiers reste disponible à cette fin [40].

Pour des matériaux plus durs ou plus fragiles, il est difficile voire impossible d'induire la plasticité à grande échelle requise pour observer des traces de glissement sur la surface d'un échantillon. Pour ces matériaux, des propriétés plastiques sont généralement consultées par les techniques d'impression [41].

La différence de rayons atomiques entre les trois éléments Al, Cu et Fe dans la solution solide fournit un champ de contrainte, qui agit l'un sur l'autre avec des dislocations. Les dislocations se déplacent à peine dans les quasi cristaux et dans de telles phases intermétalliques [42,43]. Dans le cas de l'alliage $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$ la valeur de microdureté atteint 800MPa et l'impression pyramidale d'indentation ne montre aucune fissure, figure III.21, contrairement à la phase approximante $Al_{13}Fe_4$ dans l'alliage $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$ discuté ci-dessus.



(Pas de cracks) $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$

(Cracks) $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$

Figure III.21 : Empreinte d'indentation à partir des alliages $Al_{72}Cu_{13}Fe_{15}$ et $Al_{65}Cu_{23}Fe_{12}$

En outre, la caractéristique de plasticité (δH) qui qualifie la fragilité d'un matériau a été calculée en utilisant l'expression [44] :

$$\delta H = 1 - 1.43 (1 - \nu - \nu^2) H_v / E \quad (4)$$

où ν est le coefficient de Poisson, H_v est le microdureté et E est le module élastique. Les valeurs du coefficient de Poisson des alliages icosaédriques Al-Cu-Fe ($\nu = 0.19$) [45], Al-Palladium-Manganèse ($\nu = 0.28$) [45] et Al-Li-Cu ($\nu = 0.25$) [47].

Le facteur de plasticité (δH) a été calculé pour être aux environs de 0.48 pour l'alliage $Al_{63}Cu_{25}Fe_{12}$ précédemment rapporté par Milman et al. [45], les matériaux par

convention fragiles ont toujours une valeur de $\delta H = 0.9$, l'alliage $\text{Al}_{63}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{12}$ est par conséquent identifié pour être fragile à la température ambiante.

Conclusion du chapitre III

Les observations par MEB et DRX des alliages Al-Cu-Fe mettent en évidence la coexistence des phases binaires et ternaires cristallines telles que : Al_2Cu , $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ ainsi que la phase $(\beta)\text{AlFe}$ avec toujours la présence de la phase quasi cristalline icosaédrique dans les trois compositions à l'état brut et après avoir subi un traitement thermique à 500°C durant une heure .L'analyse thermique différentielle nous a permis de déterminer les points importants de transformation de phases . La technique d'indentation Vickers a été employée pour évaluer les propriétés mécaniques de tels alliages $\text{Al}_{64}\text{Cu}_{24}\text{Fe}_{12}$, $\text{Al}_{60}\text{Cu}_{25}\text{Fe}_{15}$ et $\text{Al}_{89}\text{Fe}_{10}$ par l'intermédiaire du composé intermétallique complexe $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

Références :

- [1] A.J. Bradley, H.J. Goldschmidt, *J. Inst. Met.*, (1939), 65 p 403-418.
- [2] E. Huttunen, S. Saarivirta, Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: a review. *Journal of Alloys and Compounds*. (2004); 363(1-2):150-174.
- [3] S. Yin, Z. Xie, Q. Bian, B. He, Z. Pan, Z. Sun et al. Formation of AlCuFe icosahedral quasicrystal by mechanical alloying :XAFS and XRD studies. *Journal of Alloys and Compounds* (2008); 455(1-2):314-321.
- [4] M. Göğebakan, B. Avar, O. Uzun, Quasicrystalline phase formation in the conventionally solidified Al–Cu–Fe system, *Materials Science Poland*, (2009), Vol. 27 , No. 3
- [5] Y.L C Heung , K.C Chan., Y.H Z Hu., *Mater. Charact.*, 47 (2001), 299.
- [6] G. Rosas, J. Reyes-Gasga , R. Perez , *Mater. Charact.*, 58 (2007), 765.
- [7] J. W. Cahn, D. Shechtman ,D. Gratias , *J. Mat. Res.* 1 (1986) , , p. 13.
- [8] Y. Calvayrac, A. Quivy, M. Bessière, S. Lefebvre, M. Cornier, Quinquandon, D. Gratias. Icosahedral AlCuFe alloys: towards ideal quasicrystals. *Journal de Physique*(1990), 51:417-431.
- [9] M. Cornier-Quinquandon, A. Quivy, S. Lefebvre, E. Elkaim, G. Heger, A. Katz, and D. Gratias. Neutron-diffraction study of icosahedral Al-Cu-Fe single quasicrystals. *Physical Review*, (1991), B44(5), 2071-2084.
- [10] A.P. Tsai, A. Inoue, T. Masumoto, *Jpn. J. Appl. Phys.* 26 (1987)L1505–L1507.
- [11] G. Rosas, R. Perez, On the nature of quasicrystal phase transitions in AlCuFe alloys, *Materials Letters* 36 (1998) 229–234.
- [12] J.L. Joulaud, M.J. Capitan, D. Hauserman, S. Lefebvre, Y. Calvayrac, *Phys. Rev. B* 59 (1999) 3521.
- [13] Lubensky T. C., Ramaswamy S., et Toner J. (1985). *Phys. Rev. B*, 32(11), 7444.
- [14] Fabrice BERT, thèse de doctorat « Etats tunnel dans les quasicristaux et dans les cristaux de grandes mailles », (2001)
- [15] O. Birge Norman , B. Golding , W.H Haemmerle, H.S Chen , et J.M. Parsey; Jr. *Phys. Rev. B*, (1987), 36, 7685
- [16] G. Coddens , R. Bellissent, Y. Calvayrac, et J.P Ambroise ; , *Europhys. Lett.*, (1991). 16(3), 271276.

- [17] X. Yong, IT. Chang and IP. Jones. Formation of a quasicrystalline phase in mechanically alloyed Al₆₅Cu₂₅Fe₁₅. *Journal of Alloys and Compounds*. (2005); 387(1-2):128-133
- [18] F. Faudot, A. Quivy, Y. Calvayrac, D. Gratias, M. Harmelin, *Mater.Sci. Eng. A* 133 (1991) 383–387.
- [19] JR. Proveti, C. Larica and EC. Passamani; Structural properties and phase transformation in mechanically alloyed Al/Cu/Fe system. *Journal of Physics D: Applied Physics*. (2003); 36(7):798-804.
- [20] Dilermando Nagle Travessa, Kátia Regina Cardoso, Witor Wolf, Alberto Moreira Jorge Jr., Walter José Botta, The Formation of Quasicrystal Phase in Al-Cu-Fe System By Mechanical Alloying, *Materials Research*. (2012); 15(5): 749-752.
- [21] KB. Kim, SH. Kim, WT. Kim, DH Kim and KT Hong. Structural evolution during heat treatment of mechanically alloyed Al-Cu-Fe-(Si) alloys. *Materials Science and Engineering*. (2001); A304-306;822-829.
- [22] R. Nicula , F. Turquier , M. Stir , VY. Kodash, JR. Groza and E. Burkel, Quasicrystal phase formation in Al-Cu-Fe nanopowders during field-activated sintering (FAST). *Journal of Alloys and Compounds*. (2007); 434-435;319-323.
- [23] G. Coddens , S. Lyonnard , et Y. Calvayrac ;*Phys.Rev.Lett.*, (1997) 78, 4209.
- [24] MA Suárez ,R. Esquivel ,J. Alcántara ,H. Dorantes ,JF Chávez, *Materials Characterization*, Vol 62, No 9 , (2011), PP 917-923
- [25] U. Köster, H. Liebertz, W. Liu, *Materials Science and Engineering*. (1994), A181–182 pp777–780.
- [26]U. Köster, W. Liu, H. Liebertz and M. Michel, *Journal of Non-Crystalline Solids* ,vol153-154, (1993),pp446-452.
- [27] M. Armbrüster, K. Kovnir, M. Friedrich, *Nature Materials*(2012), **11** 690–693
- [28] N. K. Mukhopadhyay, P. Paufler, *International Materials Reviews*, 51 (2006), P. 209– 245.
- [29] E.Giacometti, N. Baluc, J. Bonneville, J. Rabier, *Scripta Materialia*, 41 (1999), P. 989-994.
- [30]A. P . Tsai, K. Aoki, A. Inoue, T. Matsumoto, *Ibid.*8 (1993) 5.
- [31] Y.T.Cheng. , C.M.Cheng, *Applied Physics Letters*, (1998), 73(5), P. 614.
- [32] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman, *J. Mat. Sci. Lett.* 1 (1982) 13.
- [33] D.J. Skinner, M. Zedalis, *Scr. Metall.* 22 (1988) 1783–1785.

- [34] M.Gogebakan, B. Avar, M. Tarakci, *Journal Of Alloys And Compounds* 509 (2011) 316–319.
- [35] F. Schurack, J. Eckert, L. Schultz, *Phil. Mag.* 83 (2003) 1287–1305.
- [36] I.S.Lee And Al, *Intermetallics* 16 (2008) 1104-1108.
- [37] D. Tabor, "The Physical Meaning Of Indentation And Scratch Hardness", *Brit. J. Appl. Phys.* (1956), 7, 159–166 .
- [38] M. Hebbache *Solid State Communications* 113 (2000) 427–432.
- [39] P. R. Howie ,Ph.D Dissertation University Of Cambridge (September 2012).
- [40] E.Karakose,M.Keskin *Met.Mater.Int.*,Vol.18, No.2 (2012),Pp.257-263.
- [41] K. Niihara, *Journal Of Materials Science Letters*, 2 (1983), P. 221-223.
- [42] Y.V. Milman, B.A. Galanov, S.I. Chugunova, *Acta Metall. Mater.* 41 (1993) 2523–2532.
- [43] S.Lefebvre, M.Bessiere, Y.Calvayrac, J.P Itié, A.Polian , A.Sadoc; *Phil. Mag.* (1995) A **72** 101.
- [44] Y.Amazit, B.Perrin, M.Fischer, J.P Itie , A. Polian , *Phil. Mag* (1997). A 75 1677.
- [45] G.B.Demeshev, V.A.Sidrow, O.B.Tsiok, V.A.Goncharova, D.R. Dmitriev *Europhys. Lett.* (1995) 29 19.

Conclusion

Conclusion générale



Les principales conclusions que nous pouvons tirer de cette étude expérimentale sont :

La phase quasicristalline peut être synthétisée à partir du système Al-Cu-Fe pour les trois compositions nominales : $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$, $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ et $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$, après fusion et solidification jusqu'à la température ambiante sans avoir recours à des traitements de recuit isothermes de longue durée à 850°C , comme il a été montré par plusieurs chercheurs dans plusieurs travaux.

La microscopie optique nous a permis de donner un aperçu global sur la morphologie des phases présentes dans nos alliages. Les observations par MEB des alliages Al-Cu-Fe mettent en évidence la coexistence des phases binaires et ternaires cristallines telles que : Al_2Cu , $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ ainsi que la phase $\text{AlFe}(\text{Cu})$ avec toujours la présence la phase quasicristalline icosaédrique dans les trois compositions à l'état brut et après avoir subir un traitement thermique à 500°C durant une heure .

L'analyse par diffraction des rayons X confirme la nature des phases présentes dans l'alliage Al-Cu-Fe brut et traité et permet de mesurer le paramètres de maille de la phase quasicristalline icosaédrique \mathbf{a}_{6D} à l'aide de la loi de Cohen–Wagner . Les phasons, équivalents des phonons dans les cristaux conventionnels jouent un rôle important dans la structure de la phase icosaédrique.

L'analyse thermique différentielle nous a permis de déterminer les points importants de transformation de phases : à la dissolution de la phase $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ à 545°C et de la solution solide $\alpha\text{-Al}(\text{Cu})$ à 620°C dans les alliages $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{14}\text{Fe}_6$ et $\text{Al}_{65}\text{Cu}_{23}\text{Fe}_{12}$ tandis que pour l'alliage $\text{Al}_{72}\text{Cu}_{13}\text{Fe}_{15}$, on a remarqué une transformation de diverses phases par diffusion à l'état solide pendant le chauffage , parmi lesquelles

la phase β -AlFe(Cu) et phase λ -Al₆Cu₂Fe dans un intervalle de températures compris entre 430°C et 580°C. La phase ω -Al₇Cu₂Fe probablement formée au cours de formation massive de phases dissout à 745° C.

La technique d'indentation Vickers a été employée pour évaluer les propriétés mécaniques de tels alliages Al₆₄Cu₂₄Fe₁₂, Al₆₀Cu₂₅Fe₁₅ et Al₈₉Fe₁₀ par l'intermédiaire du composé intermétallique complexe Al₁₃Fe₄, par ailleurs le fer est le principal responsable de l'élévation de la dureté de la phase λ - Al₁₃Fe₄

L'activation du système de glissement de la phase Al₁₃ Fe₄ par indentation de Vickers est la preuve que la charge utilisée pour l'impression de l'empreinte a atteint l'effort de cisaillement résolu critique du composé fragile d'Al₁₃ Fe₄. L'essai d'indentation Vickers utilisé peut être substitué à des essais mécaniques plus difficiles à mettre en application tel que l'essai de traction qui prend du temps et exige de plus grandes tailles d'échantillons.