

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJIMOKHTAR-ANNABAUNIVERSITY
UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA



جامعة باجي مختار - عنابة

Année 2017

Faculté des Sciences
Département de Physique

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences

Relation structures- propriétés physiques des alliages Al-Fe élaborés par fusion HF.

Option : Physique des Matériaux

Par

Fekrache Abdelhak

Directeur de thèse : Mohamed Yacine Debili Professeur Université d'Annaba

Devant le jury :

Président	Bouguerra Bouzabata	Prof.	Université d'Annaba
Examinateurs	Rabah Bensaha	Prof.	Université de Constantine1
	Smail Hamamda	Prof.	Université de Constantine 1

Remerciements

Ce travail a été effectué dans le Laboratoire (LM2S) du département de Physique, université Badji-Mokhtar (ANNABA). A cet effet, je tiens à remercier le directeur de laboratoire LM2S de m'avoir accueilli.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance au Professeur Mohamed Yacine Debili pour m'avoir accueilli au sein de son équipe au laboratoire ECA3M du laboratoire LM2S de l'université Badji-Mokhtar d'Annaba et de m'avoir permis de préparer mon doctorat dans les meilleures conditions. Je tiens à le saluer tout particulièrement pour le soutien qu'il m'a témoigné tout au long de cette étude placée sous sa direction et prodigué maints conseils et consacré beaucoup de temps..

Je voudrais aussi remercier les membres du jury, le professeur Bouguerra Bouzabata de l'université d'Annaba d'avoir accepté de présider le jury de thèse, le Professeur Rabah Bensaha de l'université de Constantine 1 d'avoir accepté de participer à ce jury, Monsieur le Professeur Smail Hamamda de l'université de Constantine 1 pour avoir accepté d'être dans mon jury de thèse, et pour le temps qu'ils ont consacré à la lecture de ce manuscrit.

Je voudrais, également remercier, ma famille, tous mes collègues de l'équipe ECA3M et du laboratoire LM2S, ainsi que mes enseignants du département de physique .Enfin, que tous ceux qui m'ont aidé, de près ou de loin, trouvent ici ma gratitude.

Résumé

Dans cet travail nous avons étudiés les propriétés microstructurales, thermiques et mécaniques des plusieurs alliages binaires avec des compositions en masse Al₉₀Fe₁₀, Al₈₀Fe₂₀, Al₇₀Fe₃₀, A₅₀Fe₅₀, Al₂₆Fe₇₄, Al₁₅Fe₈₅ et des alliages ternaires de composition Al₃₅Fe₆₀Co₅, Al₃₀Fe₆₀Co₁₀, Al₂₅Fe₆₀Co₁₅, Al₂₀Fe₆₀Co₂₀ élaborés par fusion dans un four Haute Fréquence sous un induction magnétique ,les alliages binaires ont subi un recuit thermique a 500°C.

Ces échantillons ont été étudiés par plusieurs méthodes d'analyses telles que la diffraction des rayons X (DRX) qui montre une transition allotropique de cobalt de HCP à CFC dans les alliages ternaires. L'alliage contenant 15% de Co montre un pic de Bragg de Cobalt CFC de forte intensité (220) de Cobalt à côté de la raie(200) réflexion fondamentale de B2-FeAl située dans le voisinage de $2\theta = 68^\circ$.Lorsque la concentration de Co augmente, les pics de diffraction (110) sont décalés vers l'angle inférieur et deviennent plus larges que dans l'alliage de cobalt moins riche.

La calorimétrie à balayage différentiel (DSC), permettre d'obtient que dans La courbe DSC suivie à partir de Fe-40% Al binaire qui montre trois pics exothermiques différents autour de T₁ = 200 ° C; T₂ = 300 ° C et T₃ = 500 ° C. Ainsi, la première transformation (T₁ = 200 ° C), détectée seulement dans cet alliage en fusion, peut être associée au processus de commande à la phase B2.

ملخص

في هذا العمل قمنا بدراسة الخصائص المجهرياً والحرارية والميكانيكية لعدد من السبائك الثنائية مع مركبات بالنسبة الكتالية التالية $Al_{90}Fe_{10}$ ، $Al_{80}Fe_{20}$ ، $Al_{70}Fe_{30}$ ، $Al_{60}Fe_{40}$ ، $Al_{50}Fe_{50}$ و سبائك ثلاثة بالنسبة التالية $Al_{15}Fe_{85}$ ، $Al_{26}Fe_{74}$ ، $Al_{30}Fe_{60}Co_{20}$ منتجة بواسطة الصهر في فرن عالي التردد تحت تأثير الحث المغناطيسي السبائك الثنائية خضعت لمعالجة حرارية عند 500 درجة مئوية.

تمت دراسة هذه العينات بواسطة العديد من الأساليب التحليلية مثل حبيبات الأشعة السينية (XRD) الذي دل على انتقال الوطروبي للكوبالت HCP إلى الكوبالت FCC في السبائك الثلاثية . السبيكة 15%Co تظهر فمثبراج قوي في (220) للكوبالت FCC وبجانب (200) انعكاس أساسي ل $B2-FeAl$ تقع في حدود $68^\circ = \theta$. عندما يزيد تركيز الكوبالت ، قمم الحبيبات (110) تتزاح نحو الزاوية الأقل و تصبح أوسع من السبيكة الكوبالت الحر.

المسح التفاضلي المسعرى (DSC) ، يسمح أن نحصل على أنه في المنحنى DSC التابع انتلافاً من العينة Fe-40%Al الثنائي التي توضح وجود ثلات قمم مختلفة طاردة للحرارة في حدود $T_1=200^\circ$ درجة مئوية، $T_2=300^\circ$ درجة مئوية و $T_3=500^\circ$ درجة مئوية. وهكذا، فإن التحول الأول ($T_1=200^\circ$ درجة مئوية)، يظهر فقط في هذه السبيكة عند الانصهار ، تترافق مع عملية مراقبة للتطور $B2$.

Abstract

In this work we have studied the microstructural, thermal and mechanical properties of several binary alloys with Al₉₀Fe₁₀, Al₈₀Fe₂₀, Al₇₀Fe₃₀, Al₅₀Fe₅₀, Al₂₆Fe₇₄, Al₁₅Fe₈₅ and ternary alloys of composition Al₃₅Fe₆₀Co₅, Al₃₀Fe₆₀Co₁₀, Al₂₅Fe₆₀Co₁₅, Al₂₀Fe₆₀Co₂₀ made by fusion in A High Frequency furnace under a magnetic induction the binary alloys undergoing a thermal annealing at 500 ° C.

These samples are studied by several analytical methods such as X-ray diffraction (XRD) which shows an allotropic transition of cobalt from HCP to FCC in ternary alloys. The 15% Co alloy shows a strong (220) FCC Cobalt peak of Bragg alongside (200) fundamental reflection B2-FeAl located in the neighborhood of $2\theta = 68^\circ$. As the concentration of Co increases, the diffraction peaks (110) are shifted to the lower angle and become wider than in the free cobalt alloy.

Differential scanning calorimetry (DSC), allow to obtain the DSC curve followed from Fe-40% Al binary which shows three different exothermic peaks around T₁ = 200 ° C; T₂ = 300 ° C and T₃ = 500 ° C. Thus, the first transformation (T₁ = 200 ° C), detected only in this molten alloy, can be associated with the B2 phase.

Sommaire	Page
INTRODUCTION GENERALE	13
CHAPITRE I :	
ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
I. Introduction :	14
I.2. Polymorphisme et eutectoïde	15
I.3. Forme des cristaux dans un lingot :	17
I.3.1. Avec un eutectique	18
I-4. Alliage binaire	19
I-4-1 Alliage binaire à une seule phase	19
I-4-2 Structure d'un alliage	19
I-4-2-1 Alliage homogène	19
I-4-2-2 Alliage hétérogène	20
I-4-3 Exemples d'alliages	20
I-4-3-1 Alliages de fer	20
I-4-3-2 Alliages d'aluminium	20
I-4-3-3 Alliages pour des applications spécifiques	20
I-5. Propriétés de l'aluminium	21
1.5.1 Principaux alliages	21
1.5.1.1 Les alpax (Famille aluminium + silicium)	21
1.5.1.2 Les duralumins (Famille aluminium + cuivre)	22
1.5.1.3 Les zicrals (Famille aluminium + zinc)	22
1.5.1.4 Les dural inox (famille Aluminium + Magnésium)	22
I.6. Les alliages Al-Fe	23
I-6-1 Introduction	23
I-6-2 Exemples de composés intermétalliques	25
I.6.2 - Ordre chimique	25
I.7. Les alliages Al-Fe-X	27
I.7.1 Principe des digrammes ternaires	27
I-7-2. Alliages Aluminium-fer-cobalt	28
I.8. Solidification des alliages	29
I.8.1. Introduction	29
I.8.2. Partage du Soluté	29

I.8.3.Refroidissement d'un métal liquide	29
I.8.4.Croissance dendritique	29
I.9.Alliages	31
I.9.1.Sous-refroidissement ou surfusion de constitution	32
Références Chapitre I	34
CHAPITRE II.	
ELABORATION ET CARACTERISATION	
II.1.Elaboration des alliages Al-Fe et Al-Fe-Co	36
II.1.1.Alliages étudiés	36
II.2. Les étapes d'élaborations	37
II.2.1. pesées et compactages des échantillons	37
II.2.2. Fusion sous induction haute fréquence	37
II.2.3. Principe de la fusion électromagnétique sous induction	39
II.2.3.1.Introduction	39
II.2.3.2. Fonctionnement d'une bobine d'induction	40
II.2.3.3.Fréquence de fonctionnement (résonant)	41
II.2.3.4. Parties d'un système de chauffage par induction	42
II.2.3.5.Facteurs à considérer	43
II. 3. Caractérisations des alliages	44
II.3.1. préparations	44
II.3.2. Diffraction des rayons -X (DRX)	45
II.3.3.Calorimétrie Différentielle à Balayage	47
II. 3.4.Microscopie optique	48
II.3.5.Microdureté	49
Références du chapitre II	50
Chapitre III.	
RESULTATS ET DISCUSSION	
III.1. Introduction	51
III.1.1.Alliages Al-Fe et Al-Fe-Co	51
III.1.2 Evolution structurale des alliages	52

binaires Al-Fe	
III.1.3. Processus de solidification et paramètres caractéristiques Alliages binaires Al-Fe	54
III.1.4 Conclusion	59
III.2.Comparaison entre alliages Al-Fe massifs et sous forme de couches minces :	60
III.2.1. Evolution structurale des alliages massifs Al-Fe et pulvérisés	61
III-3. Alliages massifs	62
III.3.1. Taille des grains :	67
III.4. Système Al-Fe-Co :	71
III-4.1 Etude structurale	71
III-4-2 Transformation allotropique du cobalt	75
III-4-3 Analyse thermique	80
III-4-4 Autres caractéristiques liées à la structure du système Al-60% Fe-X% Co	82
III-4-5. Conclusion	87
Référence	88
CONCLUSION GENERALE	90

Listes des figures	Page
Figure.I.1 A) Solution solide de substitution B) Solution solide d'insertion.....	14
Figure.I.2.Transformations allotropiques du fer	15
Figure.I.3.Diagramme de phase avec un eutectique et un eutectoïde.....	16
Figure.I.4.a) Forme des grains dans un lingot b) dendrites.....	17
Figure.I.5.Solidification d'un alliage hypoeutectique dans de la zone d'influence de l'eutectique.....	18
Figure.I.6.Diagramme de phases du système Fe-Al.....	23
Figure.I.7 Formes d'un composée intermétallique.....	24
Figure.I.8.Structure Ah (cristal monoatomique.....	26
Figure.I.9. Structure B2 : a - maille élémentaire ; b - réseau cubique simple et motif di-atomique c - décomposition en deux sous-réseaux cubiques simples.....	26
Figure.I.10. Diagramme ternaire or-argent-cuivre utilisé en joaillerie et indiquant la couleur d'un alliage.....	27
Figure.I.11. composition correspondant à un point quelconque du diagramme.....	28
Figure I.12 : Croissance d'une dendrite métallique	30
Figure I.13. Image MEB structure 3D de dendrites dans un alliage cobalt-samarium-cuivre	30
Figure I.14 : Solidification d'un métal	31
Figure I.15 Température de liquidus par rapport à la distance	33
Figure II.1.Etapes de compactage des poudres.....	37
Figure II.2.Générateur Haute fréquence sous induction électromagnétique et alliage en fusion.....	38
Figure II.3. Schéma d'une bobine d'induction	41
Figure II .4. (A) Le chauffage par induction à haute fréquence a un effet de peau peu profonde	42
Figure II.5. Système typique de chauffage par induction.....	43
Figure.II.6. Schéma de principe du montage utilisé pour étudier le spectre d'un tube à rayons X	44
Figure II.7. Principe d'un appareil DSC	47
Figure II.8. Microscope optique utilisé pour l'observation métallographique	48
Figure II .9 a) Indentation Vickers b) Mesure des diagonales d'empreinte	49
Figure II-10 Empreintes de dureté sur un alliage Al20%poidsFe (10.78%at)	50
Figure III.1. Structure des alliages Al-Fe en fonction de la teneur en fer -Microographies optiques	53

<i>Figure.III.2. Micrographie optique (contraste inversé) montrant des plaquettes de la phase Al₃Fe dans la matrice d'aluminium.....</i>	54
<i>Figure.III.3. Schéma Al-Fe plaquettes de phase d'orientation.....</i>	55
<i>Figure.III.4. Diagramme de diffraction des rayons X de divers alliages Al-Fe bruts desolidification.....</i>	56
<i>Figure.III.5. Température vs vitesse de refroidissement.....</i>	57
<i>Figure.III.6. Evolution de la micro dureté avec la teneur en fer.....</i>	58
<i>Figure.III.7. Modèles de diffraction des rayons X des différents alliages riches en Fe solidifiés : a) B2, b) DO3 and c) α-Fe.....</i>	63
<i>Figure.III.8. Des microstructures trempées à partir des alliages Al-Fe massifs.....</i>	64
<i>Figure.III.9. Variation du paramètre cristallin avec la composition du fer sur le côté riche en aluminium et le côté riche en fer.....</i>	65
<i>Figure.III.10. L'évolution de la microdureté avec la teneur en fer d'Al-Fe massique.....</i>	66
<i>Figure.III.11. Comparaison des variations de microdureté avec la teneur en fer pour l'Al-Fe massique et pulvérisé.....</i>	67
<i>Figure.III.12. Diagramme de diffraction des rayons X du dépôt d'Al-81,5at% Fe totalement amorphe et dépôt de Fe-70,5at% Al quasi-amorphe.....</i>	69
<i>Figure.III.13. Evolution de la taille du grain avec teneur en fer.....</i>	69
<i>Figure.III.14. Variation de la microdureté avec la racine carrée inverse de la granulométrie</i>	70
<i>Figue.III.15. Diagrammes de phases ternaires de Fe-Al-Co à la température ambiante. Les compositions utilisées dans la présente étude sont montrées par des flèches.....</i>	72
<i>Figure.III.16. Diagramme de diffraction des rayons X de différents alliages Fe-Al-Co bruts de solidification, présentant de larges halos. a) 0% de Co, b) 5% de Co, c) 10% de Co, d) 15% de Co, e) 20% de Co.....</i>	73
<i>Figue.III.17. Des micrographies optiques de Fe60% -Al35% à 5% de Co (a) et Fe60% -Al25% -15% de Co (b) avec du cobalt dispersé.....</i>	74
<i>Figure.III.18. Diagramme de diffraction de rayons X fragmenté au voisinage de la (110) montrant la séparation de phase.....</i>	74
<i>Figure.III.19. Variation des paramètres cristallins de la phase B2 (FeAl) avec la teneur en Cobalt.....</i>	75
<i>Figure.III.20. Séparation et décalage (110) de pic de Bragg avec addition de cobalt (ligne rouge).....</i>	76
<i>Figue.III.21. Cobalt HCP -Coefficient de constante de réseau cobalt (c / a) avec la teneur en cobalt.....</i>	76

<i>Figure III.22. la variation des paramètres (c) et (a) de réseau du cobalt HCP avec la teneur en cobalt.....</i>	77
<i>Figure III.23. Variation du paramètre de réseau de la phase métastable CFC avec la teneur en cobalt.....</i>	77
<i>Figure III.24. Partie du diagramme de phase ternaire montrant la séparation de phase</i>	78
<i>Figue III.25. Variation de micro dureté de B2 (FeAl) avec l'addition de cobalt.....</i>	79
<i>Figure III.26. Superposition DSC à la fois d'Al-60% Fe binaire (Ligne rouge) et d'Al-60% Fe-20%Co ternaire (Ligne noire).....</i>	80
<i>Figure III-27. Courbes DSC des alliages Al-75%Al-25%Co (a) et Al-85%Al-15%Co (b).....</i>	81
<i>Figure III-28. Diagrammes de diffraction-X d'Al-60%Fe-X%Co.....</i>	83
<i>Figure III-29. Micrographie optique de l'alliage Al-60%Fe-X%Co</i>	84
<i>Figure III-30. Variation de la microdureté avec la teneur en cobalt.....</i>	85
<i>Figure III-31. Evolution de l'intensité de la bosse.....</i>	86
<i>Figure III-32. Variation de l'intensité relative avec la teneur en cobalt.....</i>	86

Liste des tableaux

<i>TableauII.1. Pourcentages en poids et atomiques de fer dans les alliages Al-Fe</i>	36
<i>TableauII.2. Pourcentages atomiques et en masses de cobalt dans les alliages Fe-Al-Co</i>	36
<i>Tableau.III.1. Evolution structurelle de divers alliages Al-Fe par rapport à la composition des éléments d'alliage à l'état as-solidifié et après traitement thermique ultérieur.....</i>	52
<i>Tableau.III.2 : Paramètre du réseau (nm) des formes allo-tropes du Cobalt dans différents alliages.....</i>	61
<i>Tableau.III.3 : Évolution structurale de divers alliages de Fe-Al-Co par rapport à la composition des éléments d'alliage.....</i>	63
<i>Tableau.III.4. Composition chimique de l'alliage Al-Fe pulvérisé et massif (fraction en poids, x /%).....</i>	70
<i>Tableau.III.5: Limites de phase dans l'Al-Fe en masse produite par fusion d'induction haute fréquence.....</i>	78
<i>Tableau.III.6: Limite de phase dans les dépôts.....</i>	79

Introduction générale

De nombreuses applications technologiques nécessitent l'utilisation des alliages intermétalliques. De nouveaux matériaux peuvent être fabriqués relativement facilement en changeant la stoechiométrie des alliages intermétalliques et de leurs structures cristallines. Les aluminures de métal de transition, par ex. FeAl, NiAl et CoAl, résistants à la corrosion et à l'oxydation, présentent des propriétés magnétiques intéressantes. Contrairement aux autres alliages d'aluminium, les alliages FeAl présentent l'avantage d'être abondants et moins onéreux, en vue d'application dans le domaine nucléaire et comme matériaux de structure pour l'industrie automobile. La caractérisation des microstructures de solidification est essentielle dans de nombreuses applications. Cependant, la complexité de la composition de la plupart des alliages rend une telle analyse assez difficile. Les matériaux microcristallins et nanocristallins peuvent actuellement être produits avec plusieurs méthodes, telles que la solidification rapide (RS) ou un dépôt physique en phase vapeur (PVD) et le métal qui en résulte a une structure poly cristalline, sans aucune orientation du grain cristallographique préférentielle. L'aluminium et ses alliages avec leurs faibles densités et facile de travailler ont un place importante dans l'industrie automobile, l'aéronautique et le conditionnement alimentaire

Le cobalt est habituellement ajouté aux alliages pour améliorer leur stabilité cyclique et leur capacité de décharge .Il existe des travaux sur des alliages à faible teneur en Co dans lesquels Co a été remplacé par Fe ou d'autres éléments, alliage de stockage d'hydrogène ont attiré l'attention et il y a eu plusieurs études au cours de ces dernières années. Cette thèse œuvre dans ce sens et essaye de mettre en exergue l'importance des alliages Aluminium-fer ainsi que le rôle important que peut jouer le cobalt une fois ajouté à ces alliages.

La structuration de la thèse est faite selon trois chapitres et une conclusion générale.

Le premier chapitre : contient l'état de l'art scientifique et technologique sur l'aluminium et ses alliages.

Le second chapitre donne une description de la préparation des échantillons et l'élaboration par procédé de fusion ainsi que les traitements de surface subis par les échantillons ainsi élaborés et les techniques de caractérisation.

Quant au troisième et dernier chapitre il contient les résultats obtenus à partir de ces alliages par des analyses par diffraction de rayons X (DRX) et observations par microscopie optique et DSC une conclusion générale permet de clore cette thèse.

I. Introduction :

Un alliage est une combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments. Un métal pur a des caractéristiques mécaniques relativement faibles. Le fait d'ajouter d'autres éléments permet de « durcir » (augmenter les caractéristiques mécaniques) et/ou de modifier les caractéristiques chimiques des métaux (en particulier leur comportement à la corrosion), ou d'améliorer d'autres caractéristiques (facilité de mise en œuvre : coulabilité par exemple). Le métal principal est appelé le métal de base ou la « base ». Les éléments ajoutés volontairement sont appelés les éléments d'alliage (ou d'addition) et les éléments non désirés sont appelés les impuretés. Les éléments d'alliages sont le plus souvent des métaux mais ils peuvent également être d'autres éléments chimiques (exemples : le carbone dans l'acier ou la fonte, le silicium dans l'aluminium, ...). Généralement, quand l'élément d'alliage n'est pas un métal, sa proportion reste faible. La concentration de carbone est inférieure à 2% en masse pour l'acier et inférieure à 6% en masse pour la fonte, alors qu'il est possible de faire un alliage Cuivre Zinc (laiton) avec 50% de chacun des éléments. Un alliage peut être naturel, c'est rare mais ça existe, par exemple l'électrum alliage d'or et d'argent natifs utilisé dans la préhistoire et l'antiquité : Varna, Anatolie, Égypte etc. Une solution solide est une situation où un élément est dispersé au sein d'un cristal. L'élément est sous forme d'atomes interstitiels ou de substitution. Figure I.A

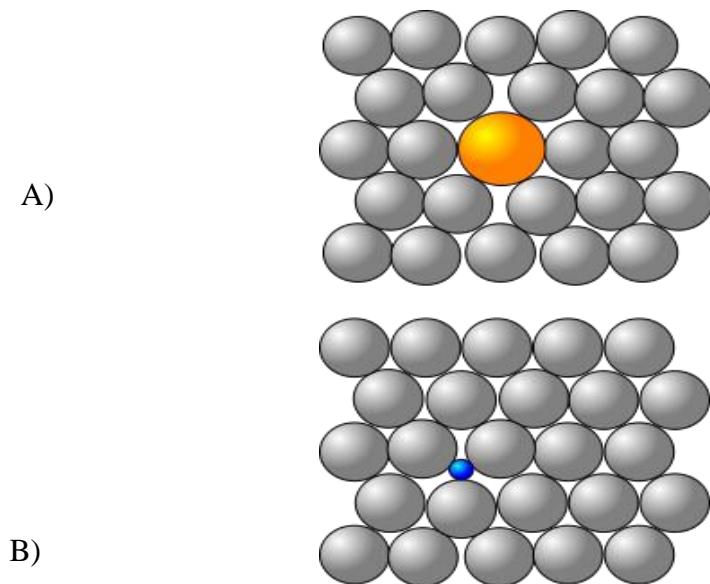


Figure I.1A) Solution solide de substitution **B)** Solution solide d'insertion

I.2. Polymorphisme et eutectoïde

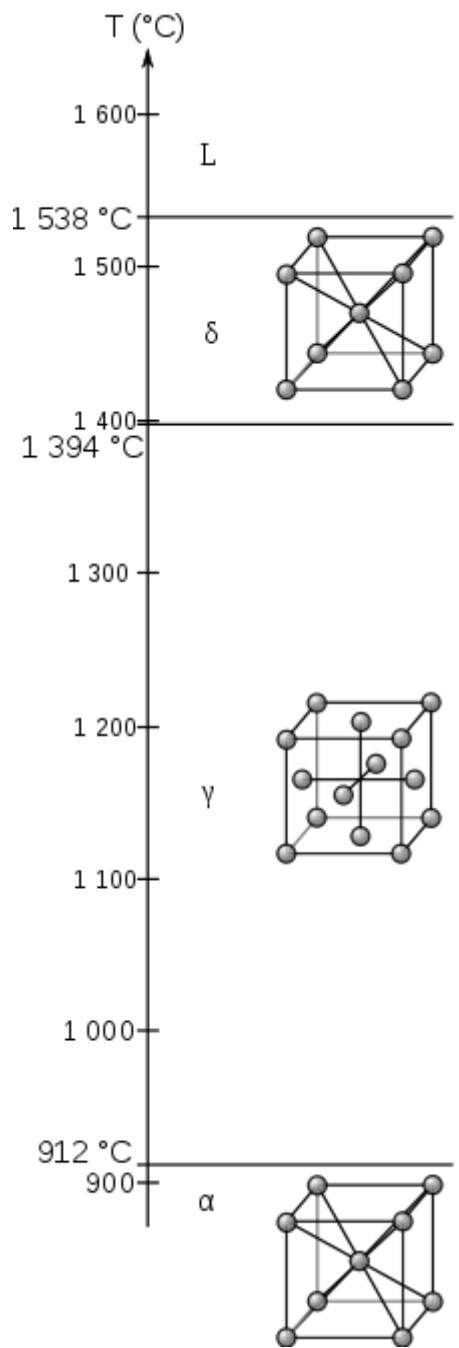


Figure I.2. Transformations allotropiques du fer

On peut aussi avoir des changements de forme cristalline en phase solide : un métal a une structure donnée à basse température, et une autre structure à haute température. C'est le cas par exemple du fer pur :

- en dessous de 912 °C, il est cubique centré (fer α ou ferrite) ;
- entre 912 °C et 1 394 °C, il est cubique à faces centrées (fer γ ou austénite) ;
- entre 1 394 °C et la fusion (1 538 °C), il est à nouveau cubique centré (fer δ).

Ces changements de forme portent le nom de polymorphisme ; pour les éléments purs, on utilise le terme d'allotropie. On a donc trois formes allotropiques du fer : α , γ et δ .

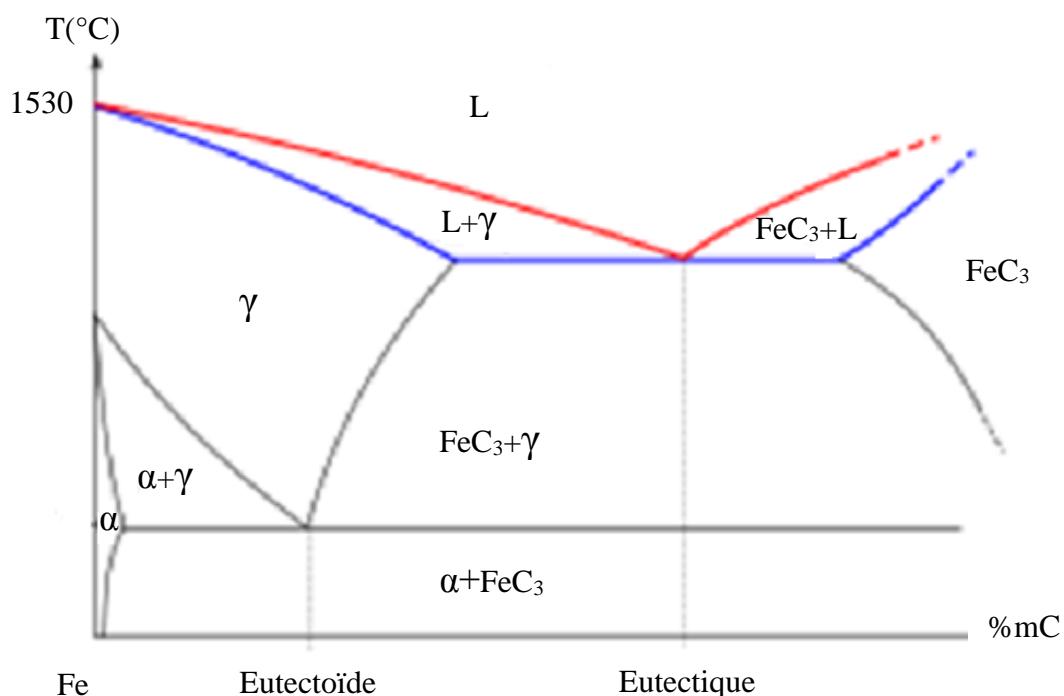


Figure.I.3.Diagramme de phase Fe-C avec un eutectique et un eutectoïde

Un diagramme d'un alliage présentant du polymorphisme peut prendre des formes très variées. Dans certains cas, on a une forme en « aile de papillon » similaire à l'eutectique sauf que l'on est à l'intérieur de la phase solide. On parle alors d'eutectoïde (« similaire à un eutectique »).

I.3. Forme des cristaux dans un lingot :

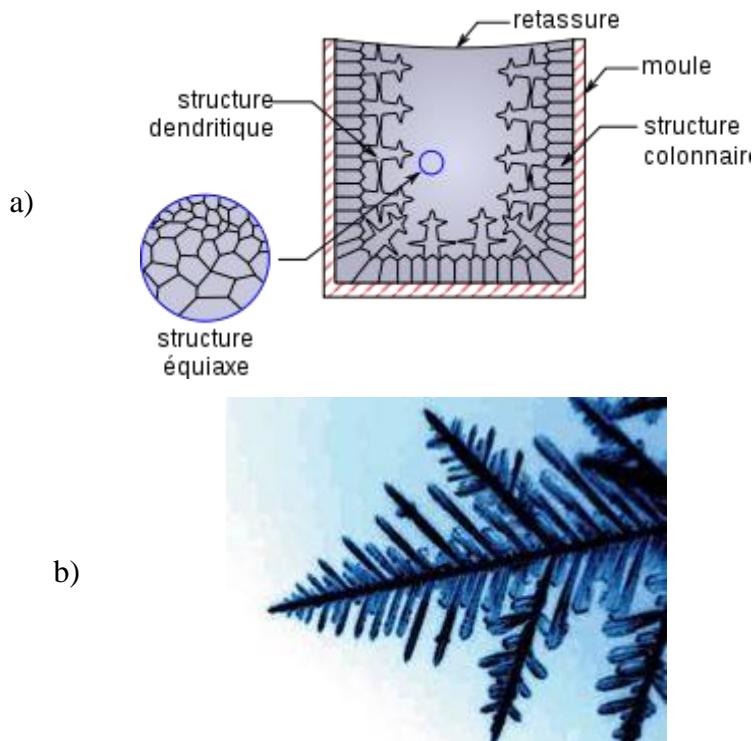


Figure I.4.a) Forme des cristaux dans un lingot b) dendrites

La structure des cristaux qui se forment évolue également au cours de la solidification :

- les premiers cristaux se forment de manière aléatoire, on a donc contre la paroi de la lingotière une « peau » de cristaux de forme quelconque et sans orientation précise ; on parle de structure équiaxe ; la paroi étant très froide, les cristaux se forment rapidement, ils sont donc très petits ;
- puis, la croissance se fait de manière dirigée, on a donc des cristaux orientés perpendiculairement à la paroi ; on parle de structure colonnnaire ou basaltique ;
- pour certains alliages, on a une formation de dendrites (cristaux en forme d'arbres) : le front de progression de la solidification s'ondule, les ondulations s'accentuent et on a une croissance rapide selon des directions précises ;
- au centre, on a à nouveau une structure équiaxe : la convection du liquide casse les extrémités des dendrites, ces petits morceaux forment des amorces de cristaux, qui ont donc une forme et une orientation quelconques.

Les bords ont donc des propriétés différentes du cœur, ce qui impose parfois de retailler dans le lingot, ou de mieux maîtriser le refroidissement (refroidissement lent, solidification dirigée).

Ces phénomènes se retrouvent aussi dans le cas des soudures. En particulier, pour la soudure des aciers inoxydables, on chercher à avoir des dendrites qui, de par leur forme, ont un rôle « d'accroche » et empêchent la fissuration en cours de soudure.

I.3.1Avec un eutectique

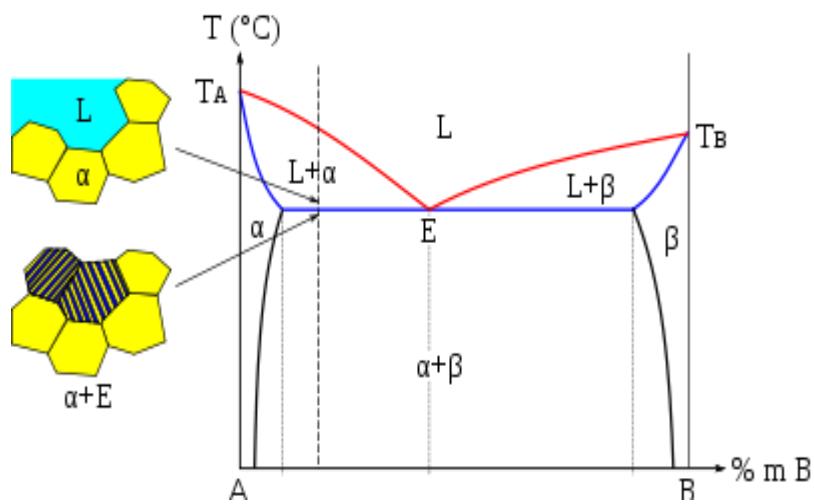


Figure.I.5.Solidification d'un alliage hypothétique dans de la zone d'influence de l'eutectique

Prenons l'exemple d'un alliage hypothétique, de composition inférieure à l'eutectique mais dans la zone d'influence de l'eutectique.

Au début de la solidification, il ne se forme que de la phase α ; la température continue à évoluer. Lorsque l'on s'approche du solidus, le liquide a quasiment une composition eutectique. Les derniers grains qui se forment sont donc des grains eutectiques ; la température reste constante.

La phase α est donc présente sous deux formes :

- sous la forme de lamelles de l'eutectique ;
- sous la forme de grains formés avant l'eutectique ; on parle de phase α pro eutectique.

I-4 .Alliage binaire

I-4-1 Alliage binaire à une seule phase

Un alliage homogène est constitué d'une seule phase solide homogène. Pour obtenir un alliage homogène, il faut qu'il y ait miscibilité totale entre les éléments d'alliage. Il y a deux possibilités

- les deux éléments d'alliages sont solubles l'un dans l'autre quelles que soient leurs proportions respectives. :

-la concentration de l'élément d'alliage est inférieure à la limite de solubilité. Conditions pour obtenir un alliage homogène avec solubilité totale à l'état solide (règle de Hume-Rothery) :

-les éléments constituant l'alliage doivent être isomorphes : même structure cristallographique (cubique à faces centrées avec un cubique à faces centrées, d'un cubique centré avec un cubique centré, hexagonal compact avec un hexagonal compact).

Les atomes doivent avoir une taille voisine : leurs rayons ne doivent pas différer de plus de 15%.

Dans le cas contraire la solubilité sera très limitée.

-la valence des deux éléments doit être identique. Diagramme de phases Bi-Sb Exemple : le bismuth et l'antimoine Les alliages de bismuth et d'antimoine forment une solution solide (en dessous du solidus) dans tous les cas de figure et à toutes les températures. Le diagramme de phase est un diagramme à un fuseau. Diagramme de phases Cu-Ni Quelques autres couples dont la miscibilité est bonne et permet d'obtenir des solutions solides homogènes à toutes températures : cuivre-nickel, cuivre-palladium, Argent-or, argent-palladium, molybdène-vanadium, molybdène-tungstène etc. Certains alliages binaires solubles présentent aux plus basses températures un défaut de solubilité. Il apparaît sur le diagramme de phase un secteur où cohabitent deux phases, la première étant constituée d'une solution solide saturée de B dans A, la deuxième inversement de A dans B. C'est le cas par exemple du système cuivre-nickel qui présente en dessous de 322°C une zone avec deux phases 1 et 2.

I-4-2 Structure d'un alliage

I-4-2-1 Alliage homogène

Un alliage homogène peut être ordonné (les atomes de différentes natures suivent une alternance stricte) ou désordonné (les différents atomes occupent des places aléatoires). Image: Alliage ordonne desordonne.png En général, on a un métal majoritaire, les autres métaux sont appelés « éléments d'alliage ». Les atomes des éléments d'alliage peuvent prendre la place des atomes du métal majoritaire, on parle alors de « substitution » ; ils peuvent aussi se glisser entre les atomes de l'alliage majoritaire, on parle d'« insertion ».

Lorsqu'un métal est présent en faible teneur dans un alliage, on parle souvent de solution solide.

I-4-2-2 Alliage hétérogène

Lorsque la teneur en élément d'alliage augmente, on peut avoir formation de deux phases : une phase contenant peu d'éléments d'alliage, et une phase à forte teneur en éléments d'alliage. Les cristallites à forte teneur sont appelées « précipités ». Les précipités sont souvent des alliages ordonnés, que l'on appelle « intermétalliques ». Les intermétalliques ainsi formés sont parfois par la suite étudiés en tant qu'alliages propres, comme un nouveau matériau, et on essaie d'en produire en tant que tel et non plus en tant que précipités.

I-4-3 Exemples d'alliages

I-4-3-1 Alliages de fer

- fonte : fer + carbone (à plus de 2, 1% et jusqu'à 6.7% en masse de carbone) ::
- acier : fer + carbone (à moins de 2, 8% en masse de carbone) ::
- acier inoxydable : fer + nickel+ chrome, et parfois , molybdène, vanadium

I-4-3-2 Alliages d'aluminium

Ils sont aussi appelés alliages légers Pour plus de détail voir les deux articles ci-dessous ::

- Alliages d'aluminium pour corroyage ::
- Alliages d'aluminium pour fonderie

I-4-3-3 Alliages pour des applications spécifiques

- Ferro titanes : fer + 25 à 70% m de Ti + 4 à 10% m d'aluminium [1], [2]
- TA6V : titane + 6% m aluminium + 4% m vanadium, très utilisé dans l'industrie aéronautique.

Nota : la désignation usuelle française TA6V est basée sur l'ancienne norme NF A 02-004 aujourd'hui annulée, sa désignation chimique est Ti Al 6 V.

- MCrAl : métal + chrome + aluminium + parfois de l'yttrium (MCrAlY), alliages réputés pour leur bonne tenue mécanique et résistance à la corrosion à haute température)
- FeCrAl : fer + chrome + aluminium
- NiCrAl : nickel + chrome + aluminium
- superalliages à base nickel (par exemple les Inconels) : bonne tenue mécanique et résistance à la corrosion à haute température
- intermétalliques : alliages ordonnés, respectant une stoechiométrie précise (mais des écarts à la stoechiométrie sont tolérés)
- NiAl β : 50% at nickel + 50% at aluminium
- FeAl B2 : 50% at fer + 50% at aluminium

- TiAl : 50%at titane + 50%at aluminium
- Les alliages présentant de faibles coefficients de dilatation (Inventeur Charles Edouard Guillaume)
- Invar (36% de nickel, 0,4% de manganèse, 0,1% de carbone, 63,5% de fer)
- élinvar (Nivarox, Métélinvar, Isoval) (nickel, chrome, fer)
- FeNiCo : le Kovar, un alliage Fe / Nickel / Cobalt destiné au scellement verre/métal ou céramique/métal
- Les alliages à mémoire de forme :
- NiTi : 50% nickel + 50% titane
- CuZnAl : 70% cuivre + 25% zinc + 5% aluminium
- CuAlNi : 82% cuivre + 12% aluminium + 4% nickel
- CuAlBe : cuivre + aluminium + beryllium

I-5. Propriétés de l'aluminium

- masse volumique faible 2,73 kg/dm³ - température de fusion faible 658 °C,
- bonne résistance corrosion, vis à vis des agents atmosphériques :formation d'une couche d'oxyde protectrice, l'alumine,
- conductibilité thermique élevée : échangeurs thermiques,
- conductibilité électrique élevée : conducteurs électriques,
- non toxique : industrie alimentaire,
- grande résistance au froid : sa résistance mécanique augmente jusqu'à -250 °C,
- amagnétique : l'aluminium et ses alliages ne prennent pas l'aimantation,
- grande affinité avec l'oxygène : désoxydant,
- pouvoir réflecteur élevé : éclairage.

De plus, il possède des aptitudes technologiques très intéressantes de bonnes malléabilité, fluidité et soudabilité et de grande facilité d'usinage.

1.5.1 Principaux alliages

On distingue les alliages de fonderie avec et sans durcissement structural et les alliages de corroyage avec et sans durcissement structural.

1.5.1.1 Les alpax (Famille aluminium + silicium)

Caractéristiques mécaniques moyennes mais ils possèdent une bonne coulabilité et sont utilisés comme pièces de fonderie. Exemple : A-S10, A-S13 : carters, pistons, culasses de moteur, appareils ménagers, appareillage alimentaire, etc.

1.5.1.2 Les duralumins (Famille aluminium + cuivre)

Ex : A-U2G, A-U3G, A-U4G, A-U4G1, A-U4Pb, A-U2GN (alliage Concorde). Alliages à durcissement structural alliant de bonnes caractéristiques mécaniques à de bonnes possibilités de déformations.

Les duralumins sont difficilement soudables (brûlures internes, fragilité à chaud) et sont sensibles à la corrosion inter cristalline (couple électrochimique interne).

Utilisations : A-U2G, A-U4G : rivets, revêtements ; A-U4G1 : pièces de structures (Longerons, couples, etc.) et revêtements travaillants (ailes, fuselages, empennages) ; A-U2GN : pièces de structure Concorde (meilleure résistance à chaud).

NOTA : Pour remédier à la corrosion inter cristalline des revêtements en duralumin, on les protège généralement par une mince pellicule d'aluminium. Ex : VEDAL = A-U4G1 plaqué A5)

1.5.1.3 Les zicrals (Famille aluminium + zinc)

Ex : A-Z5GU, A-Z8GU. Alliages à durcissement structural et à hautes caractéristiques mécaniques, mais ils présentent une moins bonne plasticité que les DURALUMINS (faible allongement 10 à 8 %) et sont sensibles aux criques. Ils sont difficilement soudables et présentent également des phénomènes de corrosion inter cristalline.

Utilisations : pièces de haute limite élastique, mais non soumises à des sollicitations alternées (criques) : pièces de structure – boulons, etc.

1.5.1.4 Les dural inox (famille Aluminium + Magnésium)

Ex : A-G3, A-G5, A-G7. Alliages sans durcissement structural (les caractéristiques optimum sont obtenues par Écrouissage). Pièces de résistance moyenne, mais de travail facile et possédant une excellente soudabilité, une excellente résistance à la corrosion et une grande facilité de chaudronnage.

Utilisations : tuyauteries et réservoirs hydrauliques basse pression, rivets, pièces de déformation.

I.6. Les alliages Al-Fe

I-6-1 Introduction

Contrairement aux autres alliages d'aluminium, les alliages FeAl Figure I-6 présentent l'avantage d'être abondants et peu chers, en vue d'application dans le domaine nucléaire et comme matériaux de structure [3], pour l'aéronautique ou l'automobile [4].

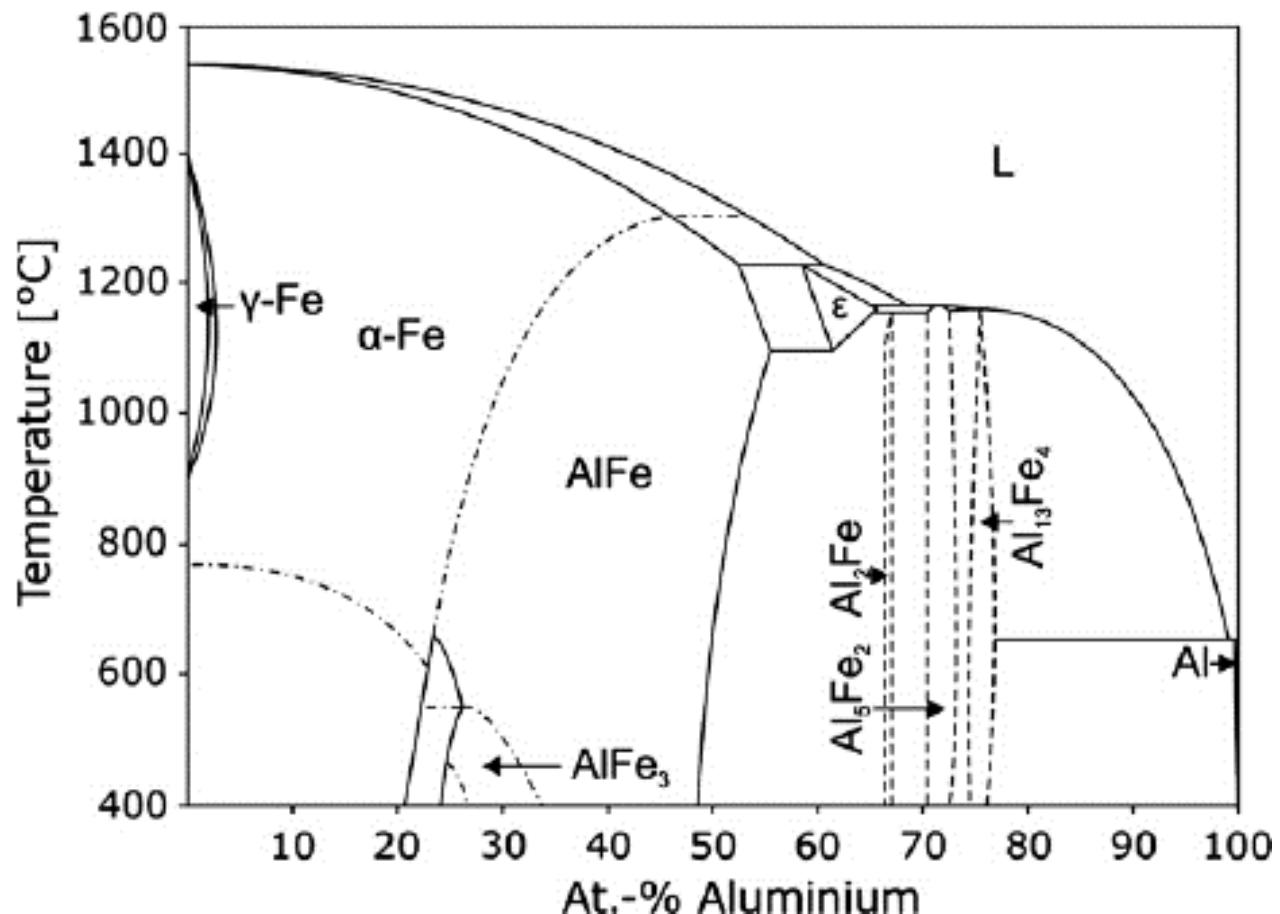


Figure I.6. Diagramme de phases du système Fe-Al.

Les composés intermétalliques se forment lorsque les atomes de l'alliage ont une forte différence d'électronégativité ; la densité électronique devient alors hétérogène, la liaison n'est plus strictement métallique mais devient partiellement covalente ou ionique[5].

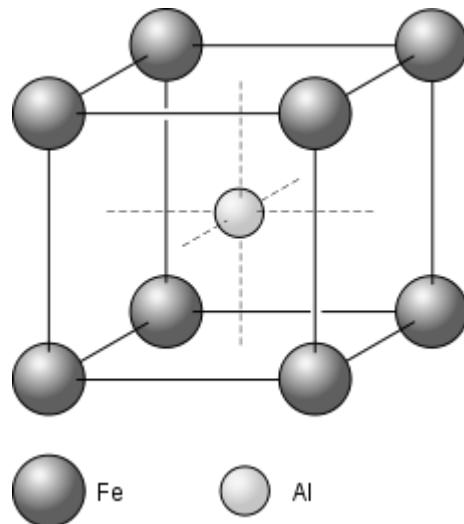


Figure I.7. Formes d'un composé intermétallique.(FeAl)

Initialement, les composés intermétalliques n'étaient présents que sous forme de précipités dans des alliages plus complexes (par exemple dans les superalliages à base nickel comme les Inconels). Ces précipités jouent notamment un rôle important dans le renforcement mécanique des alliages par durcissement structural. Par la suite, ces phases ont été isolées, caractérisées, et ont été utilisées à partir des années 1960 comme constituant principal de pièces et non plus comme phase secondaire.

Du fait de l'ordre chimique, ces composés se déforment assez mal plastiquement : l'ordre chimique devant être conservé, le déplacement au niveau de la dislocation doit être de deux atomes au lieu d'un seul habituellement. Les dislocations sont souvent dissociées et apparaissent comme deux dislocations liées, on les appelle de ce fait des « super-dislocations ». Leurs propriétés mécaniques sont donc souvent appréciables. [6], [7], [8], [9], [10].

I.6.2.Exemples de composés intermétalliques [11], [12] [13]

- Aluminures de fer :

- Fe_3Al
- FeAl
- FeAl_2
- Fe_2Al_5
- FeAl_3

I.6.3 - Ordre chimique

Certains corps sont composés de plusieurs atomes ou ions avec un ordre chimique (alliages intermétalliques, sels ioniques, oxydes...). Dans ce cas, l'alternance de la nature chimique des atomes provoque un changement de la symétrie. Dans les domaines des sels ioniques et des intermétalliques, on utilise souvent la notation *Strukturbericht* pour indiquer la nature du réseau. Cette notation commence par une lettre qui correspond globalement aux proportions d'atomes :

- A : un seul type d'atomes, à l'exception de la structure A_{15} qui a pour modèle Cr_3Si ;
- B : deux types d'atomes en proportions égales ;
- C : deux types d'atomes en proportion 2/1 ;
- D : D0 ; deux types d'atomes en proportion 3/1 ;

À cette lettre s'ajoute un nombre (p.-ex. A1), une lettre en indice (p.-ex. A_h), ou encore un nombre suivi d'un autre nombre ou d'un lettre en indice (p.-ex. $\text{L}1_2$, $\text{D}0_2$, $\text{C}1_b$)... qui correspond à un numéro d'ordre. Citons deux structures à titre d'exemple ;

La structure cubique simple $P_m\ -3\ m$ (n° 221)

- Cristal monoatomique (p.-ex. alpha-Po) ; notation *Strukturbericht* A_h ;

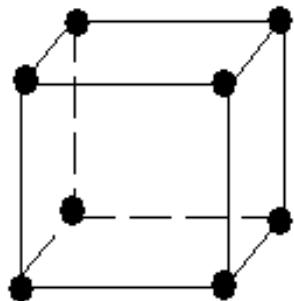


Figure I.8. Structure A_h cristal monoatomique.

- Cristal diatomique (p.-ex. CsCl, FeAl, NiAl) ; notation *Strukturbericht* B_2 ;

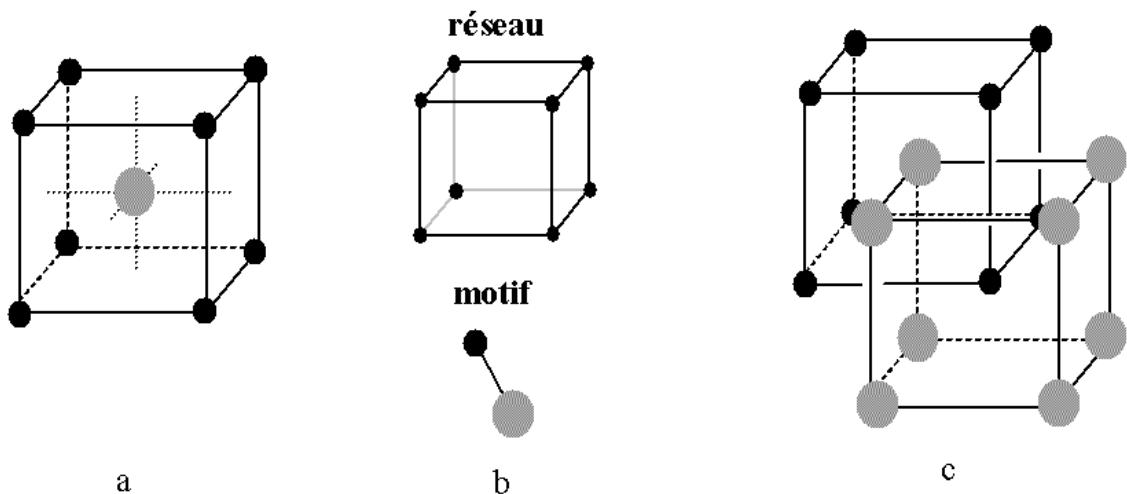


Figure I.9. Structure B_2 : a - maille élémentaire ; b - réseau cubique simple et motif diatomique c - décomposition en deux sous-réseaux cubiques simples

Cette structure semble cubique centrée, mais du fait de l'alternance chimique, la translation selon la demi-grande diagonale ne donne pas le même réseau, c'est donc bien un réseau cubique simple avec un motif diatomique ; on peut d'ailleurs voir ce réseau comme deux réseaux cubiques simples monoatomiques imbriqués.

On voit ici que l'on peut définir des plans atomiques (200), puisque ces plans passent par des atomes (on a un plan contenant des atomes A suivi d'un plan contenant des atomes B), mais on ne *peut pas* définir de plan *nodal* (200), puisqu'il n'y a pas de nœud au centre de la maille (c'est une maille cubique simple).

I.7. Les alliages Al-Fe-X

I.7.1 Principe des diagrammes ternaires

Dans certains cas, on s'intéresse à l'alliage de trois éléments. On peut dans ce cas-là utiliser un diagramme ternaire : il s'agit d'un diagramme isotherme (pour une température donnée) en forme de triangle, chaque point correspondant à une composition de l'alliage. Figure.I.10

Soit un diagramme ternaire pour trois éléments (ou composés) A, B et C. Chaque sommet correspond à un élément pur.

La composition correspondant à un point quelconque du diagramme se détermine comme suit : pour l'élément A,

- on trace la parallèle au côté opposé au sommet A ;
- on détermine l'intersection de cette droite avec le côté portant la mention « %A » ;
- la valeur est celle indiquée par l'échelle de ce côté.

Dans l'exemple ci-contre, le point rouge correspond donc à 20 % de A, 20 % de B et 60 % de C.

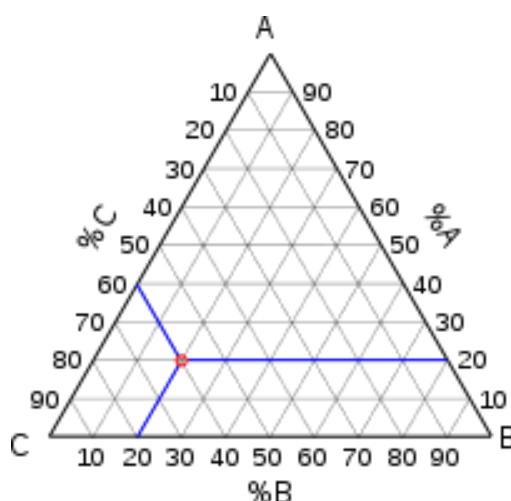


Figure.I.10.composition correspondant à un point quelconque du diagramme.

Le matériau magnétique qui présente la plus forte polarisation magnétique à température ambiante à pour composition Fe₂Co. Il fut découvert par Pierre Weiss en 1912 qui mesura une polarisation de 2.43 T à 20°C. Cependant, ce matériau étant difficile à laminer il faut procéder à des additions.

L'alliage industriel le plus courant est Fe₄₉Co₄₉V₂ car le vanadium en plus d'améliorer la laminabilité permet de faire passer la résistivité de l'alliage de 6.3 à 26 $\mu\Omega\text{cm}$.[14],[15] [16],[17]..

I-7-2. Alliages Aluminium-fer-cobalt[18]

La figure.I.11, montre deux coupes isothermes respectivement à 600K et 1000K du système ternaire Al-Fe-Co.

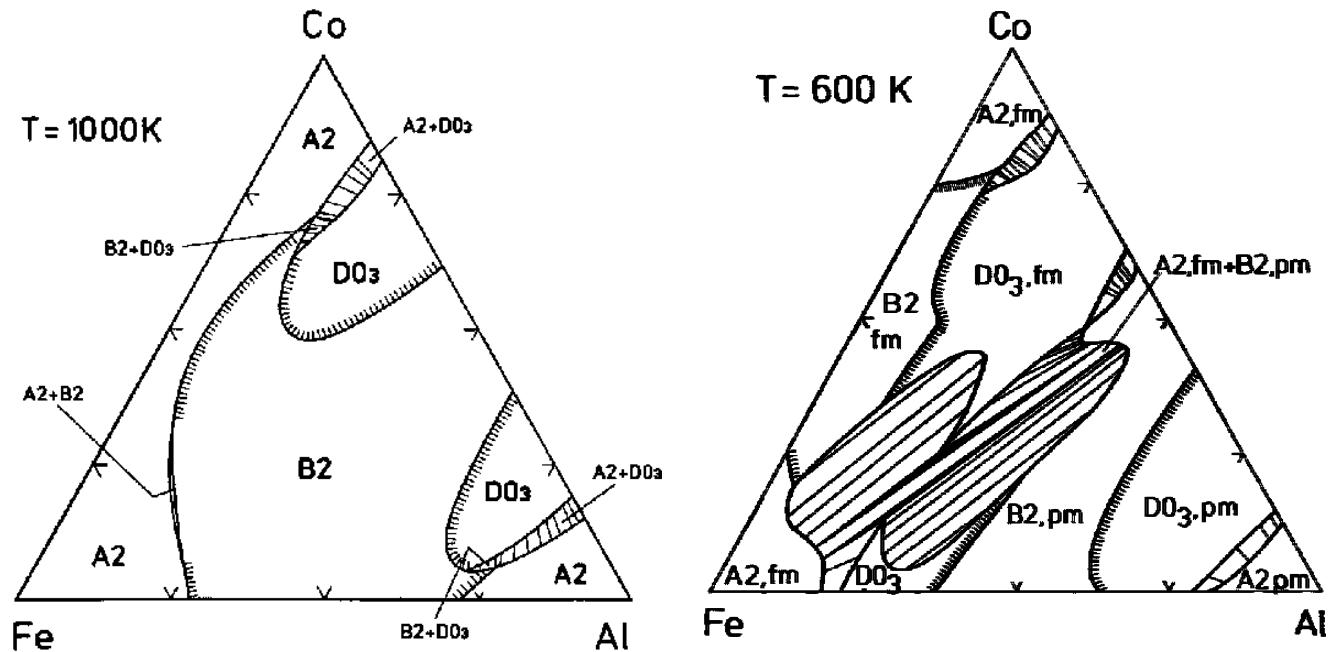


Figure.I.11. Diagrammes ternaires Al-Fe-Co [19]

Ce système a été étudié par Colinet et al. (1993) [19], dans l'approximation du tétraèdre irrégulier. Le système binaire Fe-Al a été discuté dans les paragraphes précédents, mais sans prendre en compte les effets magnétiques. Car la température Curie de la phase métastable CC dans les alliages Fe-Co augmentent vers 1500 K, les effets magnétiques ne peuvent pas être méconnus dans ce système ternaire.[18]

I.8.Solidification des alliages

I.8.1.Introduction

Les métaux et les alliages sont presque toujours coulés à partir d'un liquide à un certain point pendant le processus de fabrication, car ils sont généralement obtenus à partir de leurs minéraux sous forme liquide ou fondus à partir d'éléments purs. En outre, l'alliage de deux éléments ou plus est généralement effectué en phase liquide, car une diffusion rapide est nécessaire pour assurer une composition uniforme.

Cela signifie qu'une compréhension de la solidité des métaux et des alliages est essentielle pour nous permettre d'expliquer et de contrôler les propriétés du solide qui se forme.

I.8.2.Partage du Soluté

Les diagrammes de phase et la solidification expliquent la méthode de détermination des concentrations et des proportions des phases formées dans la solidification d'un alliage binaire, à partir du diagramme de phase, en supposant que l'équilibre peut être atteint et que les phases les plus thermodynamiquement favorables se forment. Cette méthode est connue sous le nom de règle de levier.

I.8.3.Refroidissement d'un métal liquide

I.8.4.Croissance dendritique

La cristallisation se produit autour de petits germes, qui peuvent être des particules d'impuretés. Les premiers cristaux ont la forme du cristal dans lequel le métal se solidifierait naturellement, par exemple cubique à faces centrées dans le cas du cuivre. Cependant, à mesure que le cristal grandit, il tend à développer des pointes et sa forme se transforme en une forme arborescente appelée dendrite (Figure I.12et Figure I.13).

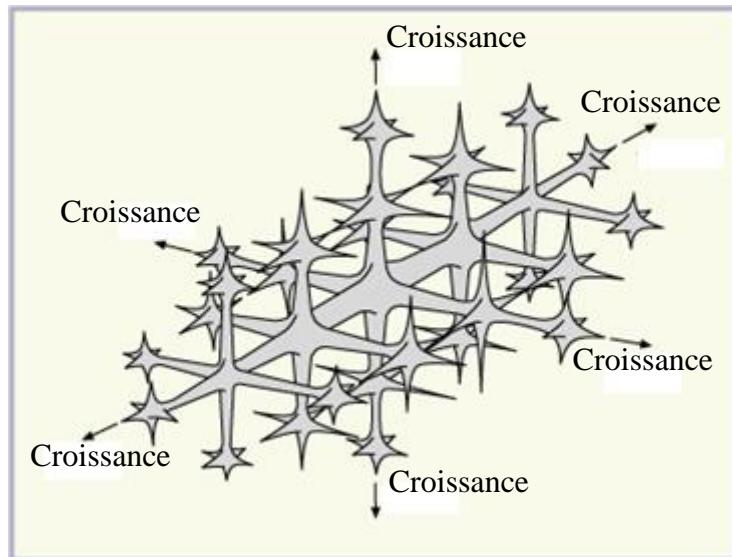


Figure I.12. Croissance d'une dendrite métallique

Lorsqu'une structure dendritique se forme, les bras de dendrite se développent parallèlement aux directions de croissance favorables, normalement $<100>$ dans les métaux cubiques. Les grains qui sont orientés selon la direction $<100>$ proche de la direction du flux de chaleur se développeront de plus en plus rapidement et étoufferont la croissance d'autres grains, ce qui entraînera une microstructure en forme de colonne.

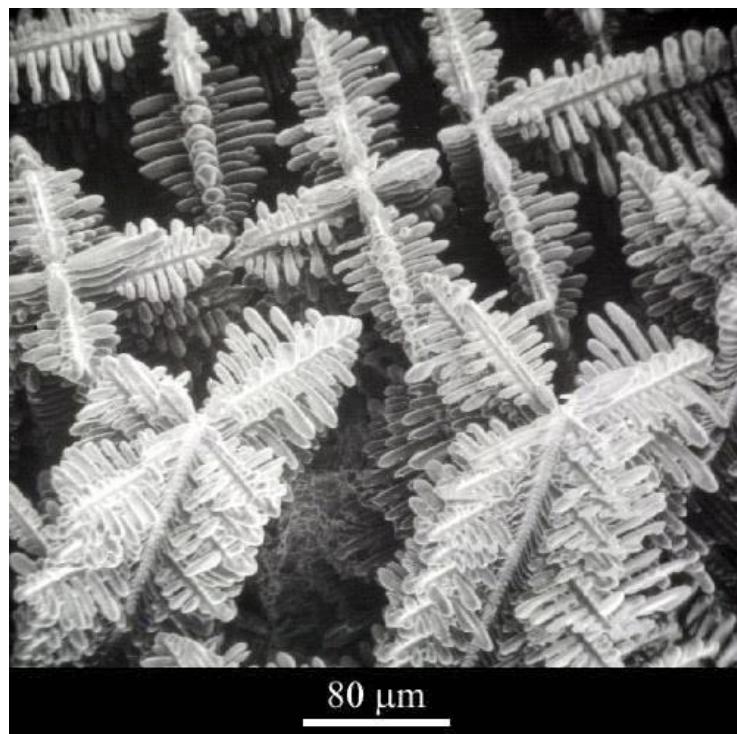


Figure I.13.Image MEB structure 3D de dendrites dans un alliage cobalt-samarium-cuivre [20]

À mesure que la dendrite augmente, les espaces entre ses bras se complètent. La croissance extérieure s'arrête lorsque des bras croisés rencontrent d'autres personnes. Finalement, tout le liquide se solidifie, et il y a peu de trace de la structure dendritique originale, seul le grain dans lequel les dendrites ont augmenté (figure I.14).

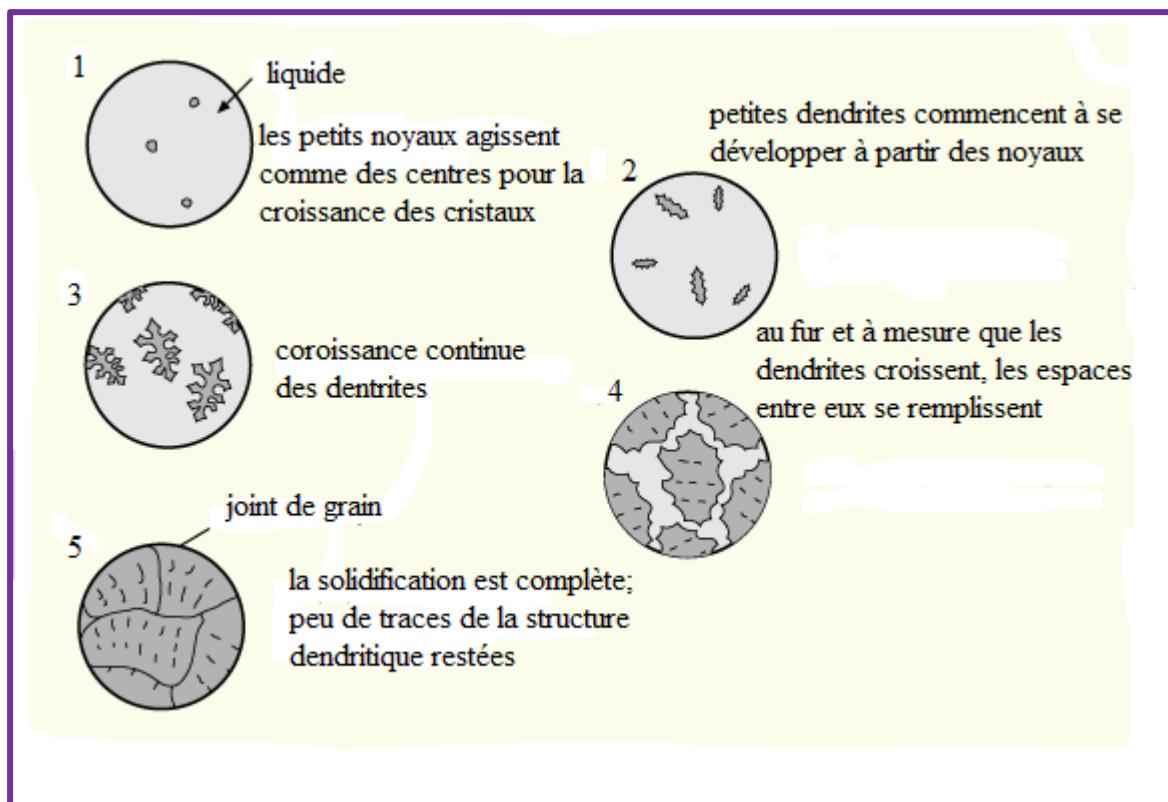


Figure I.14 : Solidification d'un métal

I.9. Alliages :

Les métaux ont des atomes dont les électrons sont facilement libérés, laissant des ions positifs. Ces électrons restent comme un nuage de charge négative flottant entre les ions, qui sont liés par leur attraction sur le nuage. Étant donné qu'il n'y a pas d'interconnexion directe, un solide métallique peut être formé à partir de tout mélange de deux ou plusieurs éléments métalliques, et il n'est pas nécessaire que les constituants soient présents dans des proportions fixes : le résultat est un alliage. Lorsque les métaux purs n'ont pas la combinaison appropriée de propriétés nécessaires, un alliage peut être conçu pour les avoir. Le terme «alliage binaire» est utilisé pour décrire un composé de seulement deux composants : un alliage «ternaire» contient trois composants.

I.9.1.Sous-refroidissement ou surfusion de constitution

Il est en effet rare d'avoir un gradient de température négatif en avant de l'interface, mais on constate que les dendrites sont très difficiles à éviter dans la pratique. Cela se produit parce que la plupart des matériaux utilisés ont des niveaux d'impuretés significatifs. La situation peut être analysée quantitativement pour déterminer si un front de croissance dendritique est probable. Si nous supposons un profil de diffusion statique en avant de l'interface, la concentration de soluté à toute distance, x' , en avant de l'interface est donnée par :

$$C = C_0 + C_0 (1-k) k_{exp}^{-xDL/V} (1)$$

La température de liquidus T_L sur le diagramme de phase dépend de la concentration du soluté par l'équation :

$$T_L = T_m + C (\partial T_L / \partial C)$$

Où T_m est la température de fusion de la substance pure et $\partial T / \partial x$ est le gradient du liquidus sur le diagramme de phase, qui est habituellement négatif si $k < 1$.

Le graphique de la température de liquidus en fonction de la distance, a un profil comme celui de la Figure I.15 :

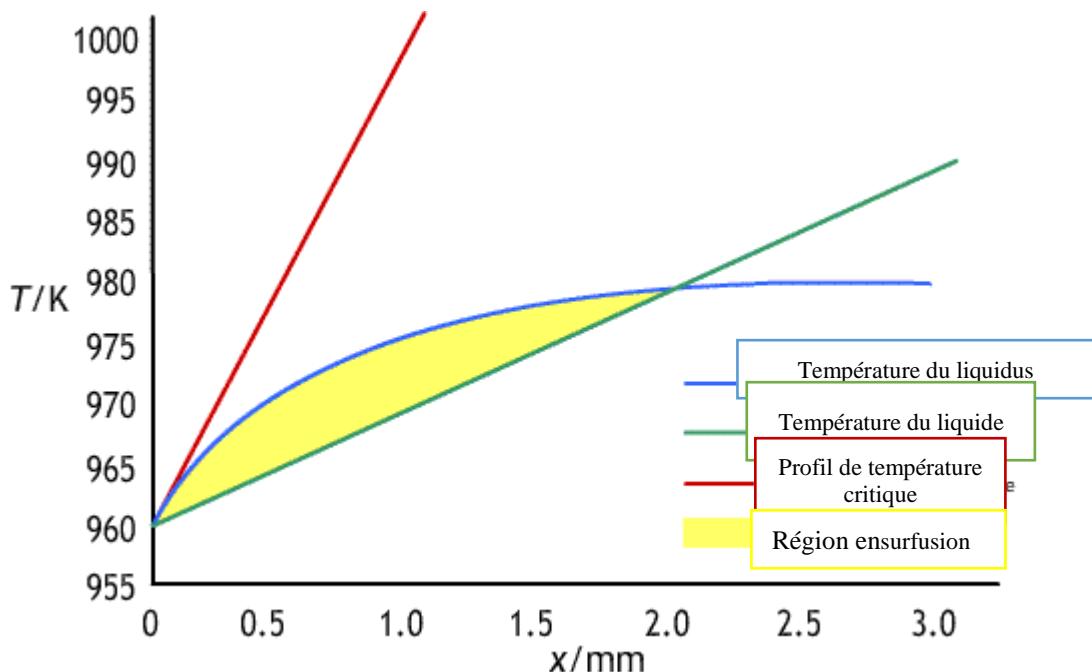


Figure I.15 Température de liquidus en fonction de la distance.

Il y aura une région sous-refroidie en avant de l'interface, dans laquelle une interface plane est instable, si le gradient de température, $\partial T / \partial x$, devant l'interface est inférieur au gradient de la température du liquidus à l'interface. Pour maintenir une interface planaire, la relation ci-dessous doit contenir :

$$(\partial T / \partial x) > (\partial T_L / \partial x) \mid_{x=0}$$

Qui est, par la règle des chaines devient :

$$(\partial T / \partial x) > (\partial T_L / \partial C) (\partial C / \partial x) \mid_{x=0}$$

En différenciant (1) par rapport à x, et pour x = 0, on obtient :

$$(\partial C / \partial x) \mid_{x=0} = -C_0 D_L / V (1-k) k$$

Le gradient critique requiert de maintenir une interface plane est donné par :

$$(\partial T / \partial x) \text{ crit} = -C_0 D_L / V (1-k) k (\partial T_L / \partial C)$$

Pour les gradients de température seulement légèrement en dessous du gradient critique, l'interface planaire se décompose, mais le piégeage de soluté réparti entre les bras de dendrite primaire empêche la croissance des bras secondaires et un front de croissance cellulaire évolue.

Références Chapitre I

- [1] Henri Godfroid, “*Métallurgie pour mécaniciens : Propriétés générales des alliages, leur traitement thermique*”, La Chapelle-Montligeon, Impr. de Montligeon, coll. «Société de publications mécaniques», Paris, 1950 (réimpr. 1959), In-8° (240 x 160), 378 p., fig., pl. 2 000 fr.[D. L. 4455]
- [2] William D. Callister Jr Fundamentals of Materials Science and Engineering, Wiley editor. 2001 pp 292-295
- [3] Morris D.G., Chao J., Oca C.G. et Muñoz-Morris M.A., Obtaining good ductility in an FeAl intermetallic. Mat. Sci. Eng. A, 339(1-2): p. 232-240. (2003)
- [4] D.Colas “Renforcement d'alliages fer-aluminium ordonnés B2.Influence d'additions (Ni et B) et de la microstructure” Thése Ecole Nationale Supérieure Des Mines De Saint-Etienne Juin 2005.
- [5] George E.P. et Baker I., A model for the yield strength anomaly of Fe-Al. Phil. Mag.A, 77(3): p. 737-750. (1998).
- [6] Li D., Lin D. et Liu Y., Effect of temperature on the tensile properties and dislocation structures of FeAl alloys. Mat. sci. eng. A, 249(1-2): p. 206-216. (1998).
- [7] Yang Y., Baker I., III G.T.G. et Cady C., The yield stress anomaly in stoichiometric FeAl at high strain rate. Scripta Mat., 40(4): p. 403-408. (1999).
- [8] Calonne O., Fraczkiewicz A. et Louchet F., Yield strength anomaly in B2-ordered : role of boron. Scripta Mat., 43: p. 69-75. (2000).
- [9] Briant C.L., Intergranular and cleavage fracture, in Intermetallic Compounds , Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 895-910. (1994).

- [10] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, *Métallurgie — Du minerai au matériau*, Dunod, 2002 (ISBN 2 10 006313 8), p. 309
- [11] Intermetallic Compounds, Vol. 3: Progress, edited by J. H. Westbrook and R. L. Fleischer, John Wiley & Sons, Chichester 2002, 1086 pages.
- [12] Intermetallic Compounds — Principles and Practice, edited by J. H. Westbrook and R. L. Fleischer, John Wiley & Sons, Chichester 1995, 2 volumes.
- [13] G. Sauthoff, *Intermetallics*, Wiley-VCH, Weinheim 1995, 165 pages.
- [14] F. Mazaleyrat ‘’Introduction à la physique des matériaux électromagnétiques’’, octobre 2006 ,Institut Universitaire de Formation des Maîtres de Créteil.
- [15] J. Philibert, A. Vignes, Y. bréchet, P. Combrade, *Métallurgie — Du minerai au matériau*, 2^e éd., Dunod, 1998, 2002 (2^e éd.)
- [16] Wilfried Kurz, Jean Pierre Mercier, Gérald Zambelli, *Introduction à la science des matériaux*, PPUR, 2002
- [17] Barralis, G. Maeder, *Précis de métallurgie — Élaboration, structures-propriétés et normalisation*, Nathan/Afnor, 1991
- [18] Gerhard Inden, Atomic Ordering, Chapter · Max-Planck-Institut für Eisenforschung GmbH, January 2005
- [19] Colinet, C., Inden, G., Kikuchi, R. (1993), *Acta Metall. Mater.* 41, 1109.
- [20] R. Glardon, W. Kurz, "Solidification path and phase diagram of directionally solidified Co-Sm-Cu alloys", *J. Cryst. Growth*, 51 (1981) 283-291.

II.1. Elaboration des alliages Al-Fe et Al-Fe-Co :

II.1.1. Alliages étudiés :

A partir des mélanges de poudres de fer de pureté 99,99%, d'aluminium de pureté de 99,99% et du Co de pureté 99,99% nous avons élaborés dans un four à induction haute fréquence de type Lintherm HG6000 ayant une puissance de l'ordre de 6KW des séries d'alliages d'aluminium-fer dont la masse et les pourcentages en atomes et en poids du fer sont montrés dans le Tableau II.1. Ainsi que des séries d'alliages Fe-Al-Co, dont la masse et les pourcentages en masse et en atome du cobalt sont également portés sur le tableau II.2.

Tableau II.1. Pourcentages en poids et atomiques de fer dans les alliages Al-Fe

Echantillons Al-Fe	alliage1	alliage2	alliage3	alliage4	alliage5	alliage6	Alliage7
masse de Fe(g)	0.5	1	1.5	2.5	3	3.125	4.125
m.% Fe	10	20	30	50	60	75	85
at.% FE	5	10.7	17.1	32.5	42	57.9	73.20

Tableau II.2. Pourcentages atomiques et en masses de cobalt dans les alliages Fe-Al-Co

Echantillons Fe-Al-Co	1	2	3	4
masse de Co (g)	0.25	0.5	1	1.25
m.% Co	5	10	15	20
at.% Co	3.45	7.2	11.29	15.75

II.2. Les étapes d'élaborations :

II.2.1. pesées et compactages des échantillons :

Nous avons pesé des échantillons de masse 5g avec un mélange homogène des poudres d'aluminium pur, de fer pur et de cobalt pur selon les compositions chimiques choisies au-dessus avec une grande précision (10^{-3}) à l'aide d'une balance électronique très sensible (KERN EW/EG-N). Après un compactage à froid des mélanges avec une pression de 8 tonnes grâce à une machine de compression, nous obtenons des pastilles de diamètre 16mm et d'hauteur 4mm, qui ont une bonne résistance mécanique ce qui permet de les manipuler sans risque de s'effriter dans les différentes étapes d'élaboration par fusion à induction (HF). Les étapes de compactage sont montrées dans la figure II.1

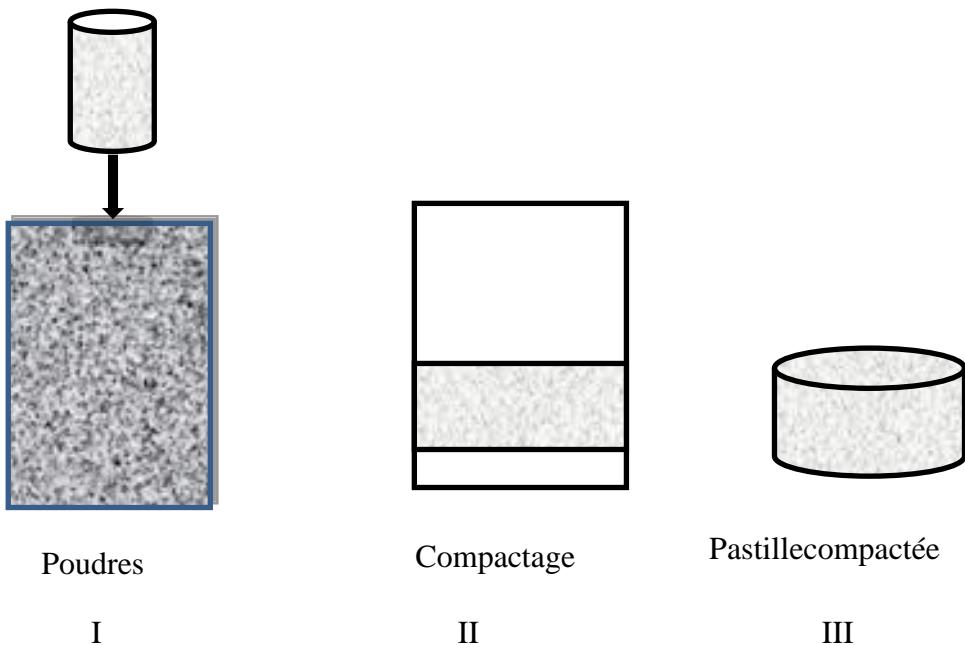


Figure II-1. Etapes de compactage des poudres.

II.2.2. Fusion sous induction haute fréquence :

Après compactage La pastille obtenue est placée dans un creuset cylindrique d'alumine de dimensions 16 mm de diamètre et 3cm de taille. Puis ce dernier est mis dans un tube en quartz de diamètre 22 mm qui est placé dans l'inducteur du générateur comme le montré dans la figure II.2.a, ce type lié avec un pompe de type Edwards qui assure un vide primaire de l'ordre 10^{-3} torr pour ne pas oxyder l'échantillon. Le générateur HF alimente la bobine avec une fréquence de 300 KHz et une puissance de 6 KW en courant électrique. Le passage du courant dans l'inducteur induit un champ magnétique, ce dernier généré des courants induits appelée courants de Foucault dans le

œur de l'alliage. Ces courants chauffent l'échantillon sous l'influence de l'effet joule. Puis on monte rapidement en chauffage jusqu'à la fusion complète de l'alliage ; puis on coupe le courant, ce qui provoque un refroidissement plus ou moins brusque. On obtient ainsi, un alliage massif de forme quasi cylindrique de diamètre 1cm et de hauteur 1 à 2cm.

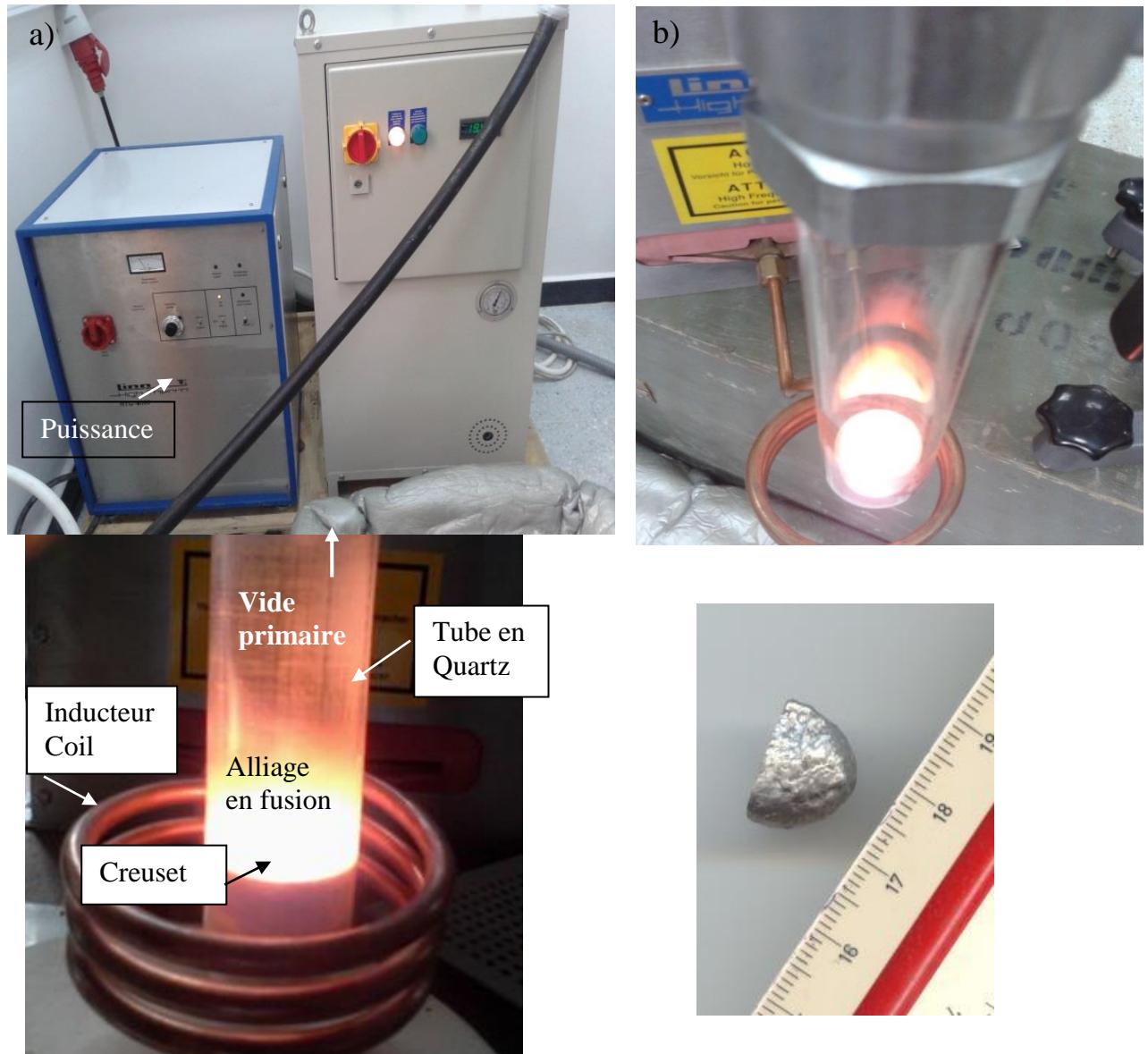


Figure II-2a)Générateur Haute fréquence sous induction électromagnétique b) alliage en fusion.

II.2.3. Principe de la fusion électromagnétique sous induction

II.2.3.1. Introduction

Le chauffage par induction est une technique précise, rapide, répétable, efficace et sans contact pour le chauffage des métaux ou tout autre matériau électriquement conducteur. Un système de chauffage par induction consiste en une alimentation à induction pour convertir l'alimentation en ligne en courant alternatif et en le livrant à une tête de travail, et une bobine de travail pour générer un champ électromagnétique dans la bobine. La pièce de travail est positionnée dans la bobine de sorte que ce champ induit un courant dans la pièce, ce qui produit à son tour une chaleur.

La bobine refroidie à l'eau est positionnée autour ou bordant la pièce. Il ne contacte pas la pièce de travail et la chaleur n'est produite que par le courant induit transmis par la pièce. Le matériau utilisé pour fabriquer la pièce peut être un métal tel que le cuivre, l'aluminium, l'acier ou le laiton. Il peut également s'agir d'un semi-conducteur tel que le graphite, le carbone ou le carbure de silicium.

Pour chauffer des matériaux non conducteurs tels que des plastiques ou du verre, l'induction peut être utilisée pour chauffer un suscepiteur électriquement conducteur, par exemple le graphite, qui passe ensuite la chaleur sur le matériau non conducteur.

Le chauffage à induction trouve des applications dans des procédés où les températures sont aussi faibles que 100 ° C et jusqu'à 3000 ° C. Il est également utilisé dans des procédés de chauffage courts de moins d'une demi-seconde et dans des processus de chauffage qui s'étendent sur plusieurs mois.

Le chauffage par induction est utilisé à la fois pour la cuisine domestique et commerciale, dans plusieurs applications telles que le traitement thermique, la soudure, le préchauffage pour le soudage, la fusion, le rétrécissement dans l'industrie, l'étanchéité, le brasage, le durcissement et la recherche et le développement.

Comment fonctionne le chauffage par induction ?

L'induction produit un champ électromagnétique dans une bobine pour transférer de l'énergie sur une pièce à chauffer. Lorsque le courant électrique passe le long d'un fil, un champ magnétique est produit autour de ce fil.

Principaux avantages de l'induction

Les avantages de l'induction sont les suivants :

- Chauffage efficace et rapide
- Chauffage précis et répétitif
- Chauffage sûr car il n'y a pas de flamme
- Durée de vie prolongée due à un chauffage précis

Méthodes de chauffage par induction

Le chauffage par induction se fait à l'aide de deux méthodes :

La première méthode est appelée chauffage par courants de Foucault des pertes I^2R causées par la résistivité du matériau d'une pièce. Le second est appelé chauffage hystérotique, dans lequel l'énergie est produite dans une partie par le champ magnétique alternatif généré par la bobine modifiant la polarité magnétique du composant.

Le chauffage hystérotique se produit dans un composant jusqu'à la température de Curie lorsque la perméabilité magnétique du matériau diminue à 1 et le chauffage hystérotique est réduit. Le chauffage par courant de Foucault constitue l'effet de chauffage par induction restant.

II.2.3.2.Fonctionnement d'une bobine d'induction

Avec l'aide d'un champ électrique alternatif, de l'énergie est transmise à la pièce avec une bobine de travail.

Le courant alternatif passant par la bobine produit le champ électromagnétique qui induit un courant passant dans la pièce comme une image miroir au courant passant dans la bobine de travail. La bobine / inductance de travail fait partie du système de chauffage par induction qui affiche l'efficacité et l'efficacité de la pièce lors de son chauffage. Les bobines de travail sont de nombreux types allant de complexes à simples. Figure II.3

La bobine hélicoïdale (ou solénoïde) est un exemple de bobine simple, qui consiste en plusieurs tours de tube de cuivre enroulés autour d'un mandrin. Une bobine de précision fabriquée à partir de cuivre solide et brasée ensemble est un exemple de bobine complexe.

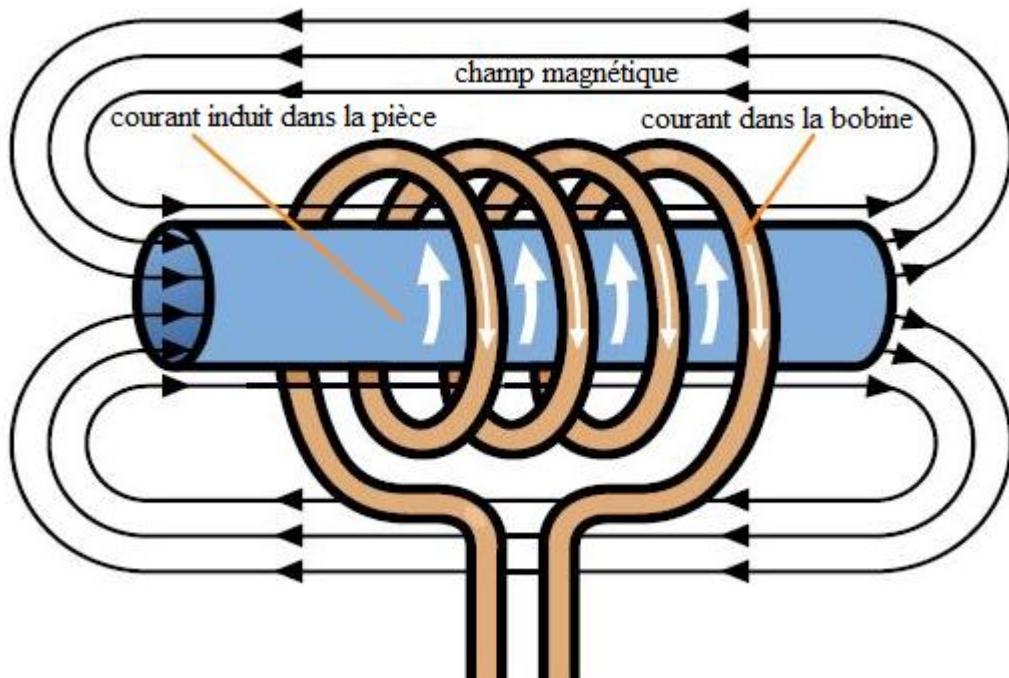


Figure II.3. Schéma d'une bobine d'induction

II.2.3.3. Fréquence de fonctionnement (résonant)

La pièce de travail qui doit être chauffée et le matériau de la pièce de travail détermine la fréquence de fonctionnement du système de chauffage par induction. Il est essentiel d'utiliser un système d'induction qui fournit une puissance sur la gamme de fréquences adaptées à l'application. Les raisons de diverses fréquences de fonctionnement peuvent être comprises par ce qu'on appelle l'effet "peau". Lorsque le champ électromagnétique induit un courant dans un composant, il passe principalement à la surface du composant. Figure II.4

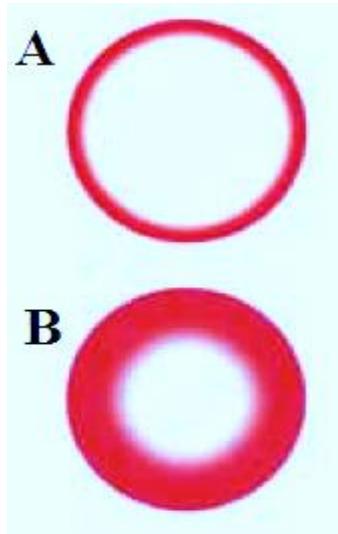


Figure II .4. (A) Le chauffage par induction à haute fréquence a un effet de peau peu profonde qui est plus efficace pour les petites pièces; (B) Le chauffage par induction à basse fréquence a un effet de peau plus profond qui est plus efficace pour les pièces plus importantes.

Lorsque la fréquence de fonctionnement est plus élevée, la profondeur de la peau est plus faible. De même, lorsque la fréquence de fonctionnement est inférieure, la profondeur de la peau et la pénétration de l'effet de chauffage sont plus profondes. La profondeur de la peau / profondeur de pénétration est basée sur la température, la fréquence de fonctionnement et les propriétés du matériau de la pièce.

Par exemple (voir le tableau 1), une barre d'acier de 20 mm peut être soulagée par le chauffage à 540 ° C en utilisant un système d'induction de 3kHz. Cependant, un système de 10 kHz sera nécessaire pour durcir la même barre en la chauffant à 870 ° C.

II.2.3.4. Parties d'un système de chauffage par induction

Un système de chauffage par induction comprend un circuit de réservoir, une alimentation électrique et une bobine de travail. Dans les applications industrielles, il existe un passage de courant suffisant via la bobine pour nécessiter un refroidissement par eau ; Par conséquent, une installation de base contient une unité de refroidissement à l'eau. Le courant alternatif de la ligne AC est converti par une alimentation électrique à un courant alternatif qui correspond à la combinaison de l'inductance de la bobine, de la capacité de la tête de travail et de la résistivité des composants. Figure II.5.

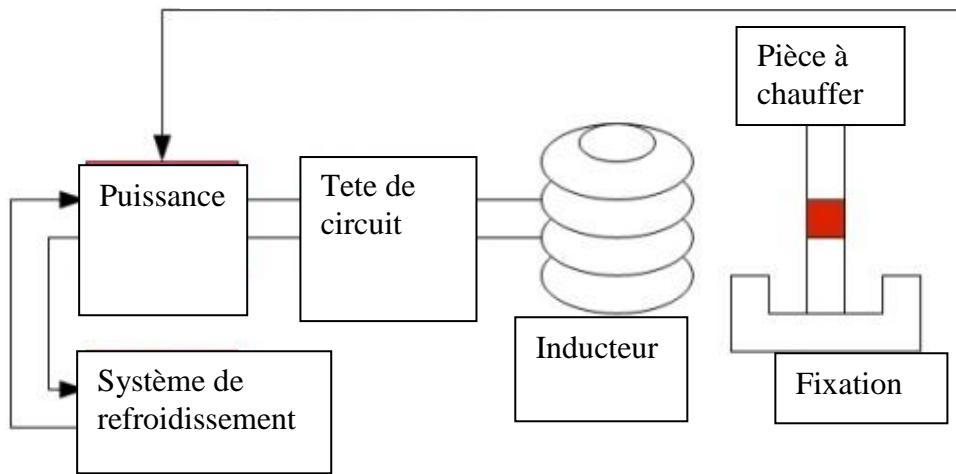


Figure II.5. Système typique de chauffage par induction

II.2.3.5. Facteurs à considérer

Le matériau de la pièce exige le taux de chauffage et la puissance nécessaire. La chaleur du fer et de l'acier est facile car elles ont une résistivité plus élevée tandis que l'aluminium et le cuivre ont besoin de plus de puissance pour chauffer en raison de leur faible résistivité. Certains aciers sont de nature magnétique, de sorte que la résistivité et les propriétés hystéreuses du métal sont utilisées lorsqu'on les chauffe par induction. L'acier perd ses propriétés magnétiques lorsqu'il est chauffé au-dessus de la température de Curie (500-600 ° C) ; Cependant, le chauffage par courant de Foucault fournit la technique de chauffage requise pour des températures plus élevées.

La puissance requise est déterminée par des facteurs tels que le type de matériau, la taille de la pièce, l'augmentation de température requise et le temps de température. Selon la taille de l'ouvrage à chauffer, le facteur essentiel à prendre en compte est la fréquence de fonctionnement du système de chauffage par induction.

De même, dans le cas de pièces de travail plus petites, une fréquence plus élevée (> 50 kHz) est nécessaire pour un chauffage efficace et, dans les cas de pièces de travail plus grandes, une fréquence inférieure (> 10 kHz) et une plus grande pénétration de la chaleur est générée.

Lorsque la température de la pièce de travail chauffée augmente, la chaleur est également perdue de la pièce à usiner. Les pertes de rayonnement et de convection de la pièce de travail se transforment en un facteur très essentiel avec des températures plus élevées. Les méthodes

d'isolement sont souvent utilisées à haute température pour réduire les pertes de chaleur et diminuer la puissance requise du système d'induction.

II. 3. Caractérisations des alliages :

II.3.1. préparations :

Les échantillons d'alliages, binaires Al-Fe et ternaires Fe-Al-Co, qui ont été élaborés sous vide par fusion sous une induction électromagnétique HF doivent subir des opérations métallographiques de préparation. Ces opérations métallographiques sont nécessaires pour les différentes méthodes de caractérisations microstructurales et mécaniques.

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

- L'enrobage dans la résine de l'échantillon à chaud ou à froid facilite les différentes manipulations pour une rapidité d'exécution et permet de limiter les effets de bords de surface utile pendant l'étape de polissage. On a utilisé une résine qui polymérisé très rapidement, résistante aux principales attaques chimiques.
- Opération qui consiste à rendre une surface lisse et brillante par des mouvements relatifs et par une pression entre la pièce et l'outil avec ou sans abrasifs et sans enlèvement significatif de matière. Les préparations en laboratoire des échantillons d'alliages pour les différentes caractérisations de surface nécessitent un polissage mécanique bien précis. Celui-ci a consisté en une série consécutive de polissage au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine (120 jusqu'à 4000) suivi à chaque fois d'un nettoyage de surface à l'eau (distillée) à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient griffer la surface.
- Dans certains cas les échantillons peuvent être examinés sans attaque chimique. La micrographie révélée après polissage, certains constituants colorés naturellement et les différences de pouvoir réflecteur et d'orientation cristallographique permettent souvent un premier examen.
- Les échantillons sont soigneusement débarrassés des dernières traces d'abrasif par lavage à l'eau, un séchage à l'air comprimé ou avec un chiffon doux, puis nous avons attaqué chimiquement Les surfaces bien polies des échantillons d'alliages par un réactif Keller dont la composition est la suivante :

Eau distillée 95.5 ml, Acide nitrique (HNO₃) 2.5 ml, Acide chlorhydrique HCl 1.5 ml, Acide fluorhydrique (HF) 0.5 ml.

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

II. 3. 2. Diffraction des rayons -X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. L'état cristallin est caractérisé par la répartition tri périodique dans l'espace d'un motif atomique. Cette répartition ordonnée constitue des plans parallèles et équidistants que l'on nomme plans réticulaires {h,k,l}. Les distances inter réticulaires sont de l'ordre de 0.15 Å- 15 Å et dépendent de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin. Elles sont constantes, caractéristiques du cristal et peuvent être calculées grâce à la diffraction de rayons X.

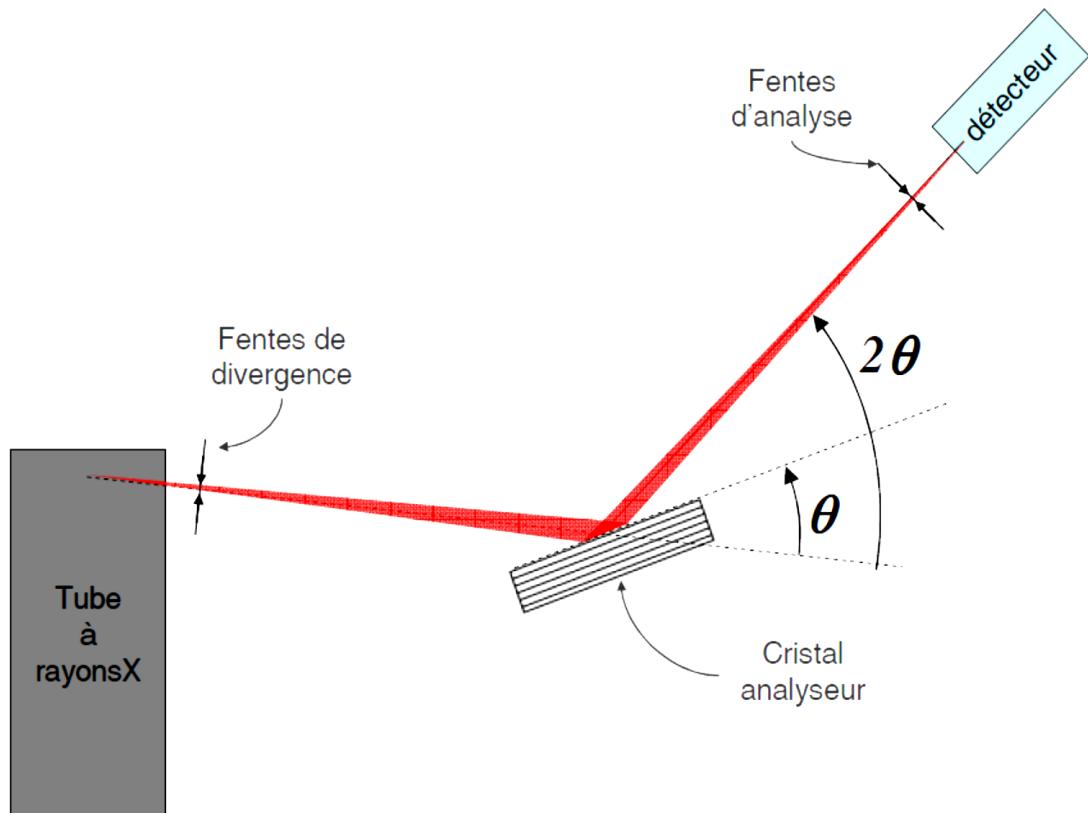
L'identification des phases cristallines par diffraction rayons-X est rendu possible grâce aux périodicités de l'arrangement atomique (structure) des cristaux qui sont uniques d'une phase à l'autre. Ces périodicités sont dues à un empilement de plans identiques dans un cristal et sont décrites par des longueurs correspondant aux distances entre les plans d'empilement. Cette distance entre les plans réticulaires est nommée distance réticulaire ou d_{hkl} , où les indices hkl désignent la direction considérée dans le cristal. Selon la loi de Bragg

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda$$

Pour une certaine valeur de d_{hkl} , et un rayonnement X incident monochromatique (longueur d'onde λ fixe) des intensités diffractées ne peuvent être observées que sous des angles $2\theta_{hkl}$ bien définis qui représentent un cône de diffraction entre le rayon diffracté et le rayon incident. L'identification des phases présentes dans un échantillon se fait par comparaison de son spectre (positions et intensités des raies diffractées) avec des spectres de phases connues. Afin de pouvoir comparer des spectres obtenus à partir de différentes radiations (λ) on utilise, au lieu des angles $2\theta_{hkl}$, les valeurs d_{hkl} , qui sont une propriété caractéristique du cristal.

La procédure d'identification des phases se présente donc comme suit:

1. mesure des angles Θ_{hkl} sous lesquels des intensités diffractées sont observées
2. calcul des valeurs de d_{hkl} correspondantes, d'après la loi de Bragg
3. comparaison des valeurs de d_{hkl} obtenues avec celles de substances connues
4. comparaison des intensités relative des pics dans les spectres données avec celles de substances connues.



FigII.6. Schéma de principe du montage utilisé pour étudier le spectre d'un tube à rayons X

Applications de la diffraction X (XRD)

- La DRX est une technique non destructive
- Identifier les phases cristallines et leur orientation
- Déterminer les propriétés structurales:

Paramètres du réseau (10-4 Å), souche, taille du grain, épitaxie, composition de phase, orientation préférée (Laue)

Transformation ordre-désordre, expansion thermique

- Mesurer l'épaisseur des couches minces et multicouches

- Déterminer l'arrangement atomique
- Limites de détection: $\sim 3\%$ dans un mélange à deux phases; Peut-être $\sim 0,1\%$ avec le rayonnement synchrotron .Résolution spatiale : normalement aucune

Identification de phase

Une des utilisations les plus importantes de XRD

- Obtenir le modèle XRD
- Mesurer les espacements d
- Obtenir des intensités intégrées
- Comparer les données avec les normes connues dans le fichier JCPDS, qui sont pour des orientations aléatoires (il y a plus de 50 000 cartes JCPDS de matériaux inorganiques).

II.3.3. Calorimétrie Différentielle à Balayage :

La calorimétrie à balayage différentiel est une technique utilisée pour étudier ce qui arrive aux matériaux lorsqu'ils sont chauffés. Un calorimètre différentiel à balayage permet de mesurer de nombreuses grandeurs physiques : la chaleur spécifique d'un solide, la variation d'enthalpie d'une transition de phase ou d'une réaction chimique, le degré de pureté d'une substance, la vitesse d'une réaction chimique et plusieurs autres encore.

Principe :

La première étape consiste à le chauffer, évidemment. C'est ce que l'on fait dans la Calorimétrie à Balayage Différentiel, DSC. Le matériau est chauffé dans un dispositif qui ressemble à cela Figure II.4 :

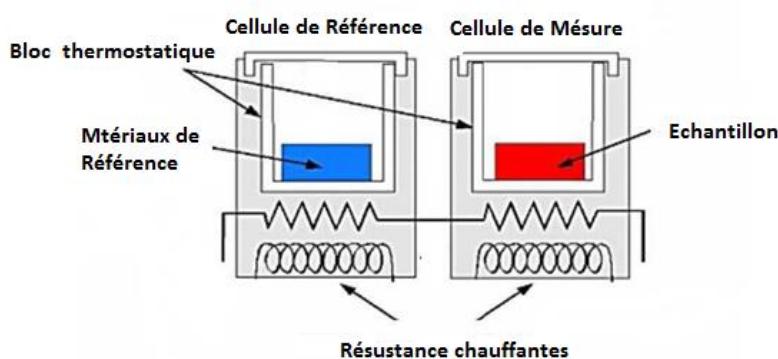


Figure II.7 : Principe d'un appareil DSC

Il y a deux récipients. Dans l'un des deux, le récipient témoin, vous mettez votre échantillon. L'autre, que vous laissez vide, est le récipient de référence. Les deux récipients se trouvent dans un four qui chauffe habituellement à quelque chose comme 10°C/minute. Chaque récipient contient un thermocouple relié à un ordinateur. L'ordinateur fait la différence entre la température de l'échantillon et celle de référence, et les convertit en flux de chaleur. Pourquoi les deux récipients n'auraient-ils pas la même température ? C'est simple : ils sont différents ! L'un contient le matériau et l'autre pas...

L'échantillon représente de la matière supplémentaire dans le récipient témoin par rapport au récipient de référence. La présence de cette matière supplémentaire et son "inertie thermique" (plus y'a de matière, plus il faut de temps pour que tout soit chaud !) font que le récipient témoin ne sera pas à la même température que le récipient de référence.

II.3.4. Microscopie optique :

Les propriétés macroscopiques des matériaux dépendent des microstructures présentes à l'échelle microscopique. Les propriétés macroscopiques sont contrôlées par la taille des particules, leurs corrélations spatiales et surtout, leur résistance à la croissance.

Dans ce travail nous avons suivi l'évolution de la microstructure de nos alliages par une observation micrographique à l'aide d'un microscope métallographique de type RICHRERT avec des grossissements pouvant atteindre 1200 fois, équipé d'une caméra de type LEICA commandée par ordinateur, et d'un logiciel de traitement d'image (Figure II.6).

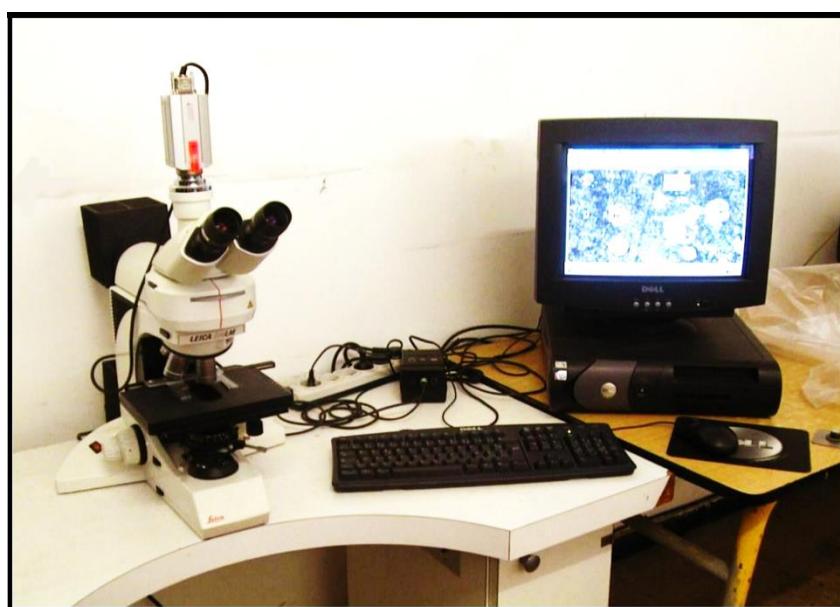


Figure II.8. Microscope optique utilisé pour l'observation métallographique

II.3 .5.Microdureté :

La méthode d'essai de dureté Vickers consiste à indenter le matériau d'essai avec un indenteur en forme de pyramide droite à base carrée et un angle de 136 degrés entre des faces opposées soumises à une charge de 1 à 100 kgf figure II.9. La charge complète est normalement appliquée pendant 10 à 15 secondes. Les deux diagonales de l'indentation restant dans la surface du matériau après retrait de la charge sont mesurées à l'aide d'un microscope et leur moyenne calculée. L'aire de la surface en pente de l'indentation est calculée. La dureté Vickers est le quotient obtenu en divisant la charge kgf par la zone carrée d'indentation [8].

Les tests de microdureté sont réalisés à l'aide d'un Microduromètre Vickers équipant un microscope Mitutoyo HM112, sous une charge de variée de 150 à 200g. 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 [9].

Le nombre de dureté de la pyramide de diamant de Vickers est la charge appliquée (kgf) divisée par la surface de l'indentation (mm²)

$$HV = \frac{2F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} \quad HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \text{ approximately}$$

Où :

F = Charge en kgf

D = Moyenne arithmétique des deux diagonales, d₁ et d₂ en mm

HV = dureté Vickers (Kg/mm²).

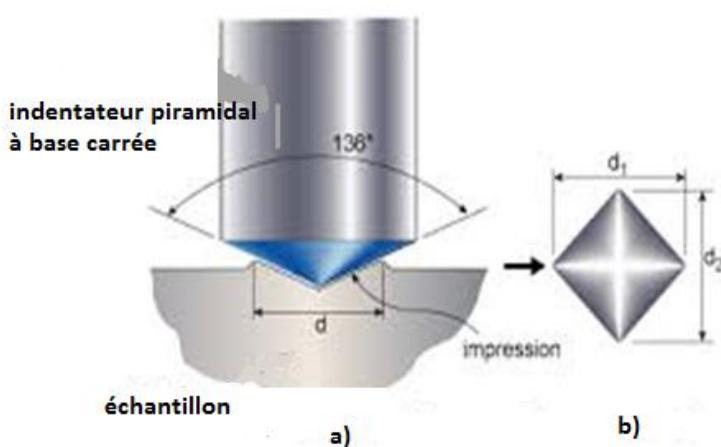


Figure II .9.a) indentation Vickers b) Mesure des diagonales d'empreinte

La figure II-10 montre des empreintes de dureté sur un alliage Al20% poidsFe (10.78%at) sur la phase intermétallique Al₁₃Fe et la matrice α -Al.

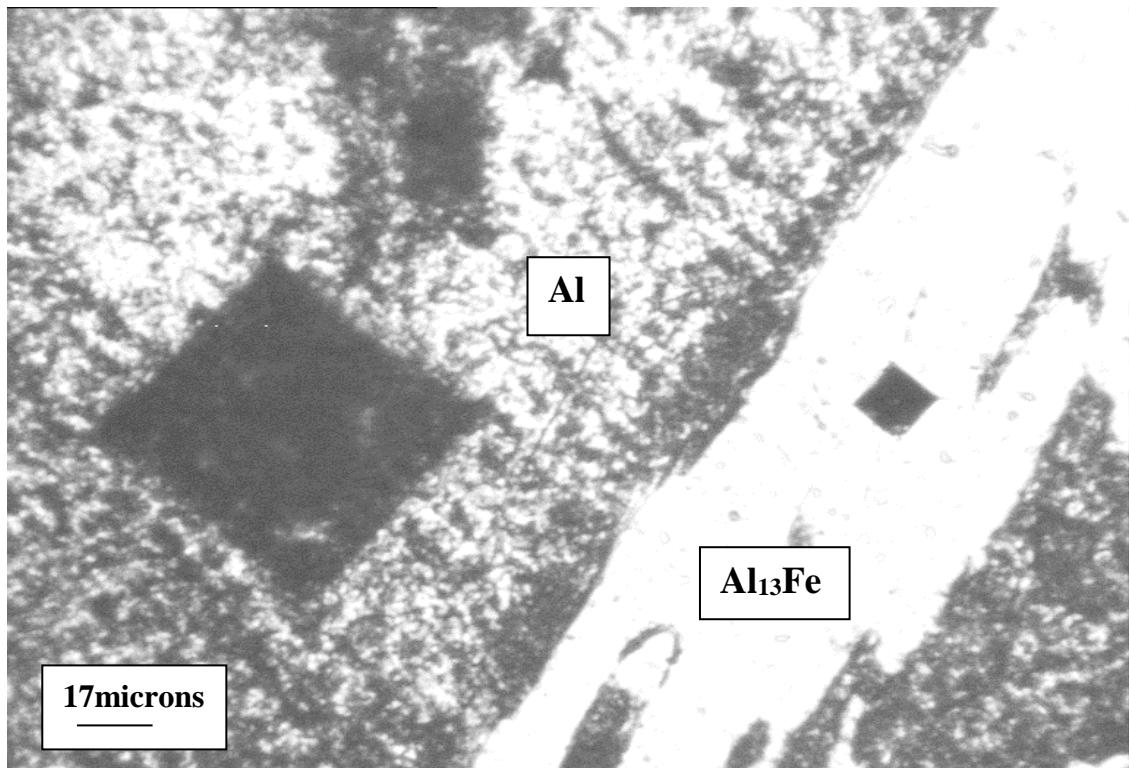


Figure II-10 Empreintes de dureté sur un alliage Al20% poidsFe (10.78%at).

Références du chapitre II

- [1] H.P. Klug and L.E. Alexander, X-Ray-Diffraction Procedures, John Wiley & Sons, 1974.
- [2] J.-P. Eberhart, Analyse Structurale et Chimique des Matériaux, Dunod Bordas, Paris 1989.
- [3] L.V. Azaroff, Elements of X-Ray Crystallography, McGraw-Hill Book Comp., N.Y. 1968.
- [4] <http://www.gordonengland.co.uk/hardness/microhardness.htm>
- [5] Cheng Y.-T., Cheng C.-M., "Relationships between hardness, elastic modulus, and the work of indentation", Applied physics letters, (1998), Vol 73(5), p 614.

III.1. Introduction

Le but principal de ce chapitre est de mener une étude comparative entre les alliages binaires Al-Fe et ternaires Al-Fe-Co produits par le même procédé. Il s'agit, également, de mettre en évidence, pour la première fois, une transformation allotropique du cobalt et une séparation de phase qui se produit après fusion et trempe des alliages avec différentes compositions d'aluminium et de cobalt dans les alliages de fer, et de déterminer la structure de solidification et la transformation de phase après fusion et coulée avec différentes compositions représentant la gamme de teneurs en fer dans les alliages d'aluminium standard, pour une étude avec diffraction des rayons X et analyse de microstructure qualitative. La dureté des alliages a également été déterminée.

III.1.1. Alliages Al-Fe et Al-Fe-Co :

De nombreuses applications technologiques nécessitent l'utilisation d'alliages intermétalliques. De nouveaux matériaux peuvent être fabriqués relativement facilement en changeant la stœchiométrie des alliages intermétalliques et de leurs structures cristallines. Les aluminures de métal de transition, par ex. FeAl, NiAl et CoAl, résistants à la corrosion et à l'oxydation, présentent des propriétés magnétiques intéressantes [1] et sont utilisés comme matériaux de construction à haute température et matériaux magnétiques doux. Les composés binaires $Al_{13}Fe_4$ et $Al_{13}Co_4$ forment des phases polytétraédriques étroitement liées aux quasi-cristaux. $Al_{13}Fe_4$ est une phase approximative monoclinique [2].

Le diagramme partiel des transformations de l'ordre-désordre dans les alliages fer-aluminium a été établi par l'analyse cristallographique des rayons X par Rimlinger [3]. Ce diagramme définit les champs d'existence des phases Fe_3Al (DO_3) et $FeAl$ (B_2) et fournit les températures critiques des transitions.

Le cobalt est habituellement ajouté aux alliages pour améliorer leur stabilité cyclique et leur capacité de décharge [4-5]. Il existe des travaux sur des alliages à faible teneur en Co dans lesquels Co a été remplacé par Fe ou d'autres éléments [6-7]. Co-libre alliage de stockage d'hydrogène a obtenu l'attention et il y a quelques études sur elle au cours des dernières années [8-9].

Selon le diagramme de phase pression-température, on sait que Co existe sous deux formes allotropes, une phase HCP à basse température et une phase CFC à haute

température [10-11]. Cependant, des structures métastables CC ou plus complexes ont également été occasionnellement rapportées [12]. A température ambiante, Co est stable dans la forme HCP mais il se transforme en forme CFC lorsqu'il est chauffé au-dessus de la température de transition 695 K. Grâce à son caractère sans diffusion et à l'hystéresis thermique considérable entre chauffage et refroidissement, cette transformation est désignée par martensitique [13]. Bien que la transformation allotropique HCP -CFC par fraisage mécanique a été rapportée par plusieurs auteurs [14]. Cependant, malgré sa simplicité apparente, la transition de phase allotropique n'a pas encore été entièrement comprise.

III.1.2.Evolution structurale des alliages binaires Al-Fe

L'évolution structurale de divers alliages Al-Fe par rapport à la composition des éléments d'alliage est indiquée dans le tableau III.1 et Figure III.1.

Tableau.III.1. : Evolution structurale de divers alliages Al-Fe par rapport à la composition des éléments d'alliage à l'état solidifié brut et après traitement thermique ultérieur.

%	$\text{Al}_{0.95}\text{Fe}_{0.05}$	$\text{Al}_{0.892}\text{Fe}_{0.18}$	$\text{Al}_{0.828}\text{Fe}_{0.171}$	$\text{Al}_{0.74}\text{Fe}_{0.26}$	$\text{Al}_{0.674}\text{Fe}_{0.325}$	$\text{Al}_{0.579}\text{Fe}_{0.42}$	$\text{Al}_{0.42}\text{Fe}_{0.579}$
*S.B	$\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}$	$\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}$	$\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}+$ Al_6Fe	$\text{Fe}_3\text{Al}(\text{DO}_3)$	$\text{Fe}+\text{Al}_2\text{Fe}+$ Al_5Fe_2	$\text{B}_2(\text{AlFe})+$ Al_2Fe	$\text{B}_2(\text{AlFe})+$ Al_2Fe
*SR	$\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}$	$\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}$ $+\text{Al}_2\text{Fe}$	$\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}$ $+\text{Al}_5\text{Fe}_2$	$\text{Fe}_3\text{Al}(\text{DO}_3)$	$\text{Fe}+\text{Al}_2\text{Fe}+$ Al_5Fe_2	$\text{B}_2(\text{AlFe})+$ Al_2Fe	$\text{B}_2(\text{AlFe})+$ Al_2Fe

*S.B: Structure brute

*SR: Structure recuite

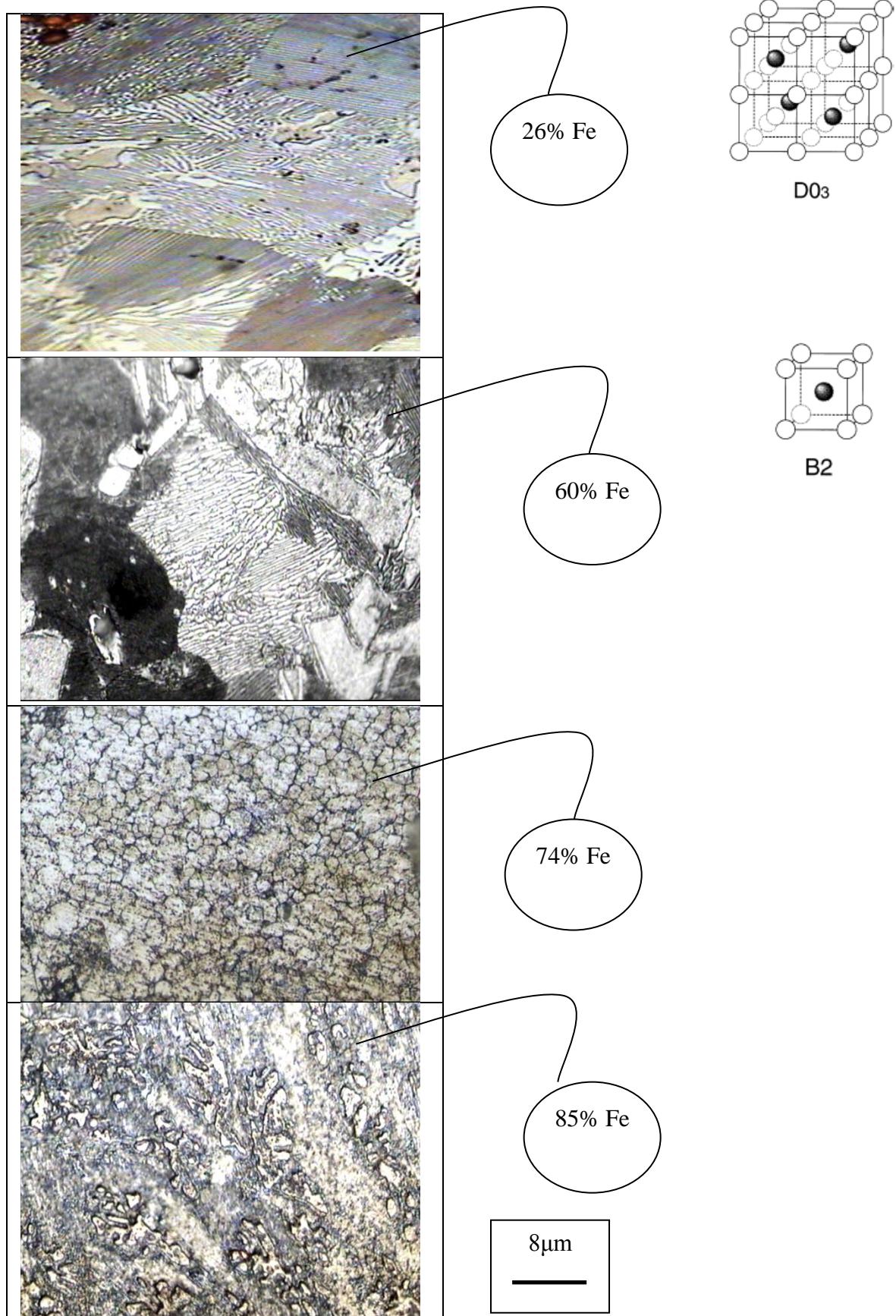


Figure III.1. Structure des alliages Al-Fe en fonction de la teneur en fer –Micrographies optiques

III.1.3. Processus de solidification et paramètres caractéristiques Alliages binaires Al-Fe :

La Phase Al_6Fe métastable apparaît à côté de phase Al_3Fe stable dans Al-17.16at.% Fe. Les alliages binaires Al-Fe ont un intérêt considérable. Leurs propriétés mécaniques ainsi que leur comportement à l'oxydation ont été étudiés en détail [15-16]. Depuis l'étude détaillée du système Al-Fe par Kastner [17], plusieurs nouveaux résultats ont été acquis, l'autre entre dans l'ordre B_2 et DO_3 ainsi que la variation de la concentration de postes vacants en fonction de la température et la composition du côté riche en fer du diagramme d'équilibre de phase.

Dans les alliages d'aluminium-2at% de fer, la figure.III.2, et d'après les valeurs du rapport gradient du liquide / vitesse G_L/V [18], une tendance à l'alignement différent des fibres de la phase eutectique est notée. Ainsi, pour un gradient élevé ($\sim 100-150^\circ \text{C/cm}$), l'alignement des fibres est presque parfaite. L'aspect des fibres d' Al_3Fe est donc principalement influencé par gradient thermique G_L : La vitesse de solidification joue un rôle secondaire dans ce cas.

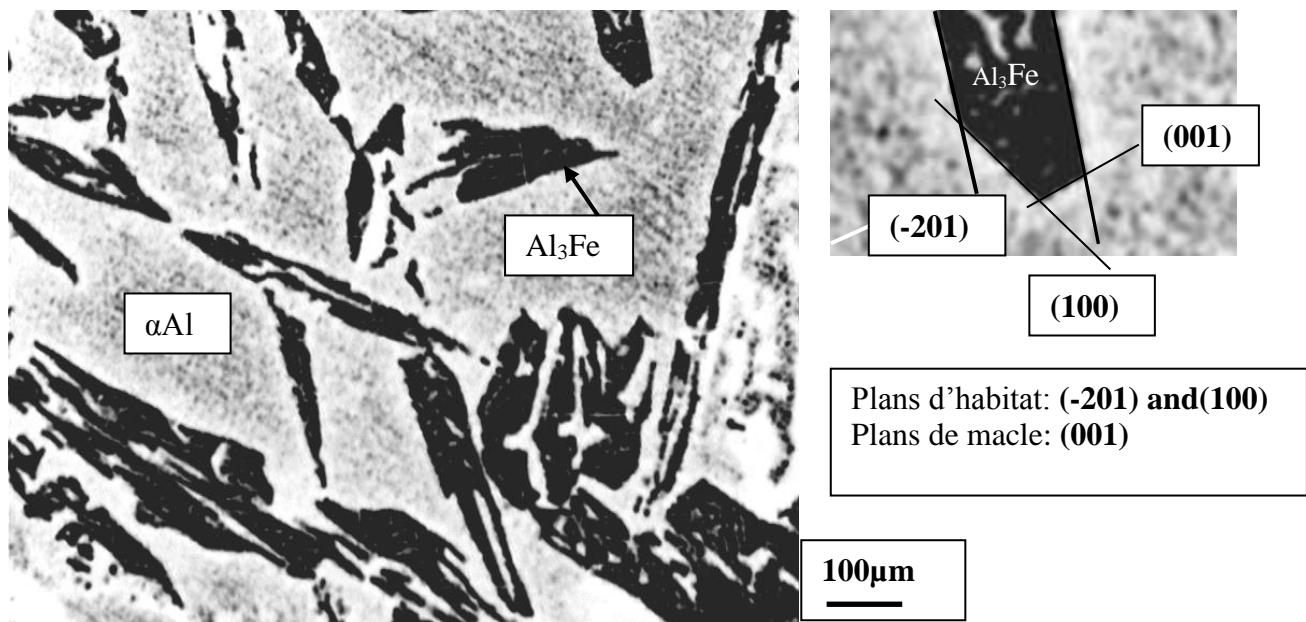


Figure.III.2. Micrographie optique (contraste inversé) montrant des plaquettes de la phase Al_3Fe dans la matrice d'aluminium.

La structure eutectique de la phase Al_3Fe avec réseau monoclinique ($a = 1.549\text{nm}$, $b = 0,8\text{ nm}$, $c = 1.248\text{nm}$, $\beta = 107^\circ 71$, groupe d'espace C2 / m) apparaît sous la forme de fibres parallèles à la direction de la croissance de l'aluminium. Figure III.3. Ces fibres sont en fait plutôt des plaques dont la dimension grande est parallèle à la direction [111]. Plans d'Habitat (100) et (-201) ayant à peu près le même angle avec le plan (001) Figure III.3. Ces fibres allongées sont en fait plutôt des plaques allongées dont la grande dimension est parallèle à la direction [010].

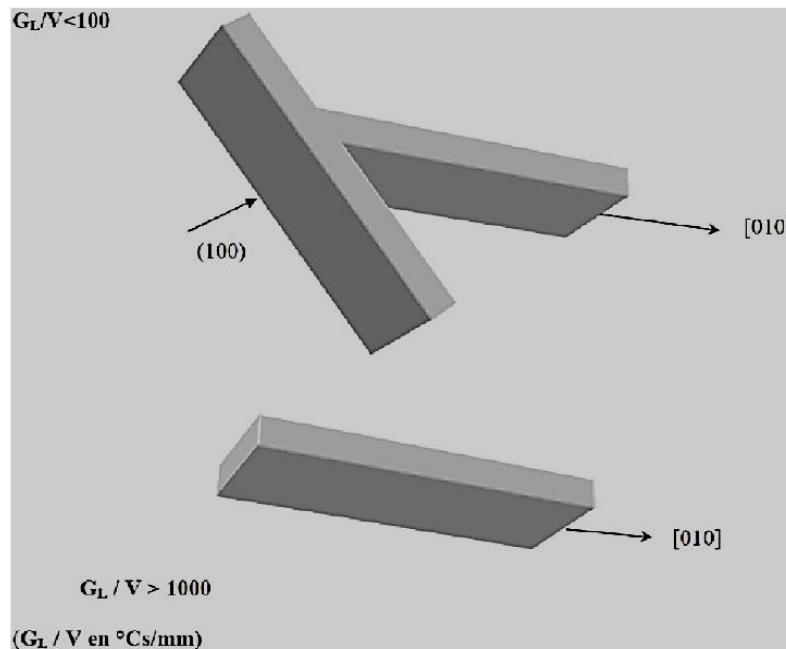


Figure.III.3. Schéma Al-Fe plaquettes de phase d'orientation.

Pour les alliages Al-Fe-Si solidifiés lentement, Iglessis [19] a remarqué une phase d'équilibre eutectique Al_3Fe dont la croissance se fait selon (100) ou à proximité. Pour le taux de solidification plus élevé, la surface de la phase Al_3Fe diminue sur une section transversale et d'autres plans d'accolement apparaissent aussi bien développés.

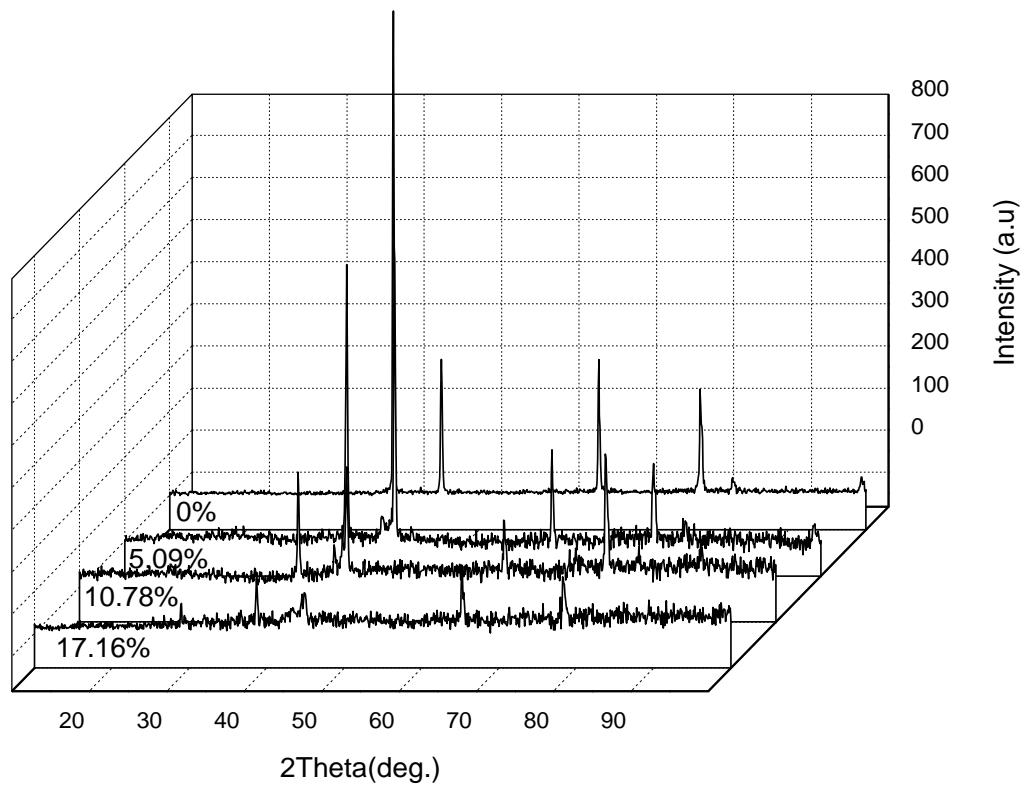


Figure.III.4. Diagramme de diffraction des rayons X de divers alliages Al-Fe bruts de solidification

Des évolutions structurales des différents alliages Al-Fe par rapport à la composition des éléments d'alliage sont indiquées sur la figure III.4 et le tableau 1. La phase métastable Al₆Fe apparaît à côté de phase Al₃Fe stable dans l'alliage Al-17.16at.% Fe.

Deux facteurs permettent de déterminer la morphologie et le type de phases qui apparaissent lors de la solidification : Les conditions de solidification et de la composition chimique de l'alliage.

La figure III.5 représente la température eutectique par rapport à la vitesse de refroidissement pour les composés intermétalliques Al₃Fe et Al₆Fe [19]. La phase Al₆Fe apparaît pour des vitesses de refroidissement relativement élevées. Après traitement ultérieur la phase métastable Al₆Fe disparaît, laissant place au composé d'équilibre Al₅Fe₂.

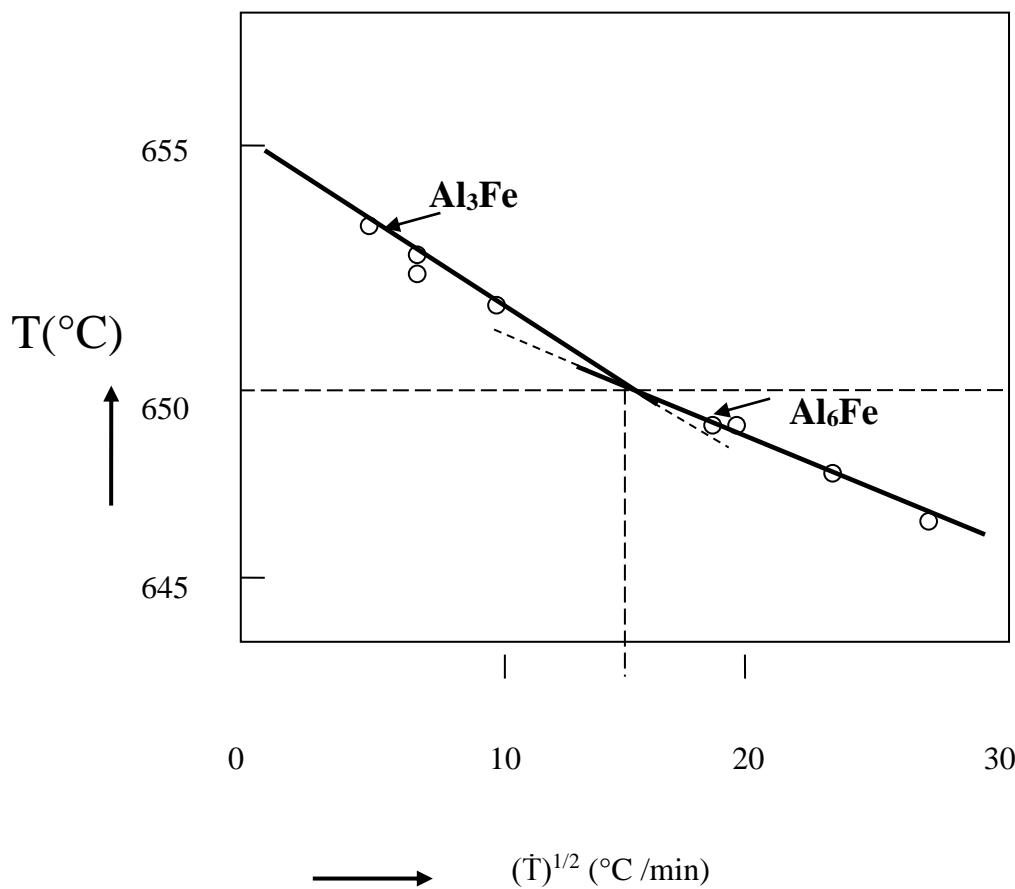


Figure.III.5. Température vs vitesse de refroidissement [19].

Dans la figure.III.6 on constate que les deux courbes de variation de la microdureté des échantillons solidifiées et traités thermiquement évoluent selon une forme similaire qualitativement. Entre 10% et 30% de Fe, la micro dureté reste à peu près constante. Au-delà de 42at. % Fe la valeur de micro dureté commence à augmenter. Nous notons une courbe en forme de S aussi bien pour les alliages bruts que pour les alliages traités., ce comportement est similaire à celui établi pour les alliages Al-Cu élaborés par fusion sous induction à haute fréquence [20].

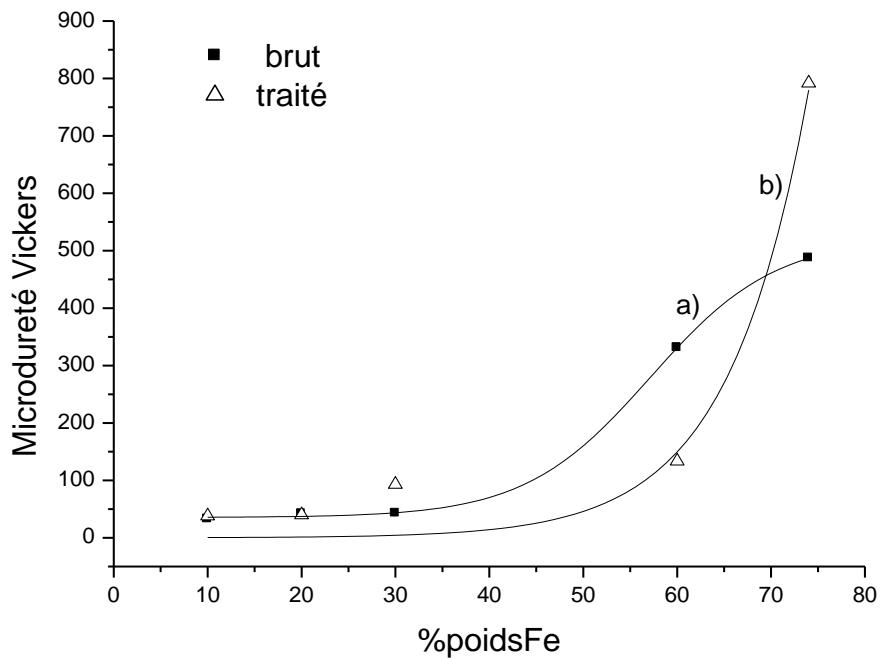


Figure.III.6. Evolution de la micro dureté avec la teneur en fer.

Notons que pour les dépôts Al-Fe [21], la micro-dureté intrinsèque de films minces augmente en fonction de la teneur en fer de 1300MPa (aluminium pur), jusqu'à un maximum en forme de bosse de 8000MPa située entre 45 et 70% de Fe s'ensuit une diminution pour atteindre celle du fer vers 4000MPa.

III.1.4. Conclusion

Les principaux résultats de la présente étude sont les suivants : Des changements structuraux drastiques et significatifs se produisent par addition de cobalt entre 5% et 20% au système d'alliages Fe-Al B₂ ordonné obtenus par fusion par induction à haute fréquence, Comme le révèle l'analyse DSC et la diffraction des rayons X. Une séparation de phase de HCP et de FCC Cobalt qui peut être une contribution à l'amélioration du diagramme de phase ternaire est mise en évidence pour la première fois dans tous les Fe-Al-Co ternaires étudiés élaborés par fusion à haute fréquence suivie d'une solidification à température ambiante.

Comme nous pouvons recueillir de notre discussion, les principaux résultats de la présente étude sont les suivants : La précipitation de la phase métastable Al₆Fe dans l'alliage brut de solidification est une preuve de l'efficacité du procédé pour produire des composés nouveaux ou non prévus par le diagramme d'équilibre.

La dureté des alliages Al-Fe peut être augmentée par une augmentation de la teneur en Fe. Les valeurs de dureté trouvées dans ce travail sont bien au-delà des valeurs qui ont, jusqu'à présent, été trouvé. Comme on l'a souligné, la croissante de dureté des alliages avec l'augmentation du teneur en fer est expliquée par la formation de phases intermétalliques Al₃Fe et Al₂Fe. Ces phases se trouvent dans une structure eutectique semblable presque sur toute la gamme de composition.

III.2.Comparaison entre alliages Al-Fe massifs et sous forme de couches minces :

Le but principal de cette partie est une étude des propriétés des structures stables et métastables de plusieurs alliages binaires $Al_{1-x}Fe_x$ alliages ($0 = x = 0,92$) réalisé par fusion sous induction à haute fréquence et pulvérisation cathodique par radiofréquence (13,56 MHz) à partir des cibles Al-Fe composites, résultant en couches minces homogènes. L'étude des paramètres de maille et le comportement mécanique était suivie par diffraction des rayons X et des mesures de microdureté Vickers en masse par pulvérisation cathodique et Al-Fe sous forme de films minces. Le phénomène de renforcement mécanique significatif de l'aluminium au moyen du fer est essentiellement dû à une combinaison des effets de solution solide et de raffinement granulométrique. Une diminution supplémentaire de la taille du grain du film mince peut provoquer un ramollissement du solide, puis la relation pente Hall-Petch passe du positif au négatif à une taille critique appelée la taille la plus critique, ce qui est cohérent avec la densité de dislocation des couches minces.

La caractérisation des microstructures de solidification est essentielle dans de nombreuses applications. Cependant, la complexité de la composition de la plupart des alliages techniques rend une telle analyse assez difficile. Les matériaux microcristallins et nanocristallins peuvent actuellement être produits avec plusieurs méthodes, telles que la solidification rapide (RS) ou un dépôt physique en phase vapeur (PVD) et le métal qui en résulte a une structure poly cristalline, sans aucune orientation du grain cristallographique préférentielle. L'aluminium et ses alliages avec leurs faibles densités et faciles à travailler ont une place importante dans l'industrie automobile, l'aéronautique et le conditionnement alimentaire. Les dépôts réalisés sur substrat en verre par pulvérisation cathodique, des films minces en alliage à base d'aluminium tels que Al-Mg [22], Al-Ti, [23,24] Al-Cr [25] et Al-Fe [26-27-28] présentent une solution solide notable de l'aluminium dans les films et la micro dureté possède des valeurs supérieures à celles des alliages traditionnels correspondants.

L'effet Hall-Petch inverse (EHPI) a été observé dans les matériaux nanocristallins par un grand nombre de chercheurs [29-30]. Cet effet implique que les matériaux nanocristallins obtenus sont plus mous que la taille des grains est réduite en dessous de sa valeur critique. Dans cette partie, nous présentons une étude de l'inverse effet Hall-Petch par rapport à une question pratique de savoir si la ductilité est augmentée dans les métaux de haute résistance.

Le but est de mettre en évidence les comportements structurels particuliers des différents alliages Al-Fe préparés par RF pulvérisation magnétron sur des substrats de verre en termes de structure, le paramètre de maille, la taille des grains, la densité de dislocations et la déviation de la relation Hall-Petch normal.

III.2.1. Evolution structurale des alliages massifs Al-Fe et pulvérisés

Le tableau .III.2 ci-dessous, montre les compositions chimiques investies à l'état massif ou sous forme de couches minces.

Tableau.III.2. Composition chimique de l'alliage Al-Fe pulvérisé et massif (fraction en poids, x /%)

x(Fe)/%											
En Masse	5.09	10.78	17.16	30	40	60	74	85			
Pulvérisé	5.6	7.8	18	23	27	29	36	39	47	70	71.9

Les douze cibles utilisées dans l'élaboration des couches minces en aluminium-fer ont été faites à partir d'une couronne en aluminium en vrac de 70 mm de diamètre dans lequel est inséré un disque de fer. En utilisant un matériau en vrac minimise l'oxygène dans les films. Cette forme de cible permet de contrôler facilement une composition d'élément supplémentaire dans les films (tableauII.2). Les films de 75 mm x lames de verre de 25 mm x 1 mm sont déposés par pulvérisation (13,56 MHz) sous basse pression de 0,7 Pa et une température de substrat ne dépassant pas 400 K. La distance substrat-cible était de 80 mm.

La pulvérisation cathodique est effectuée avec une puissance constante de 200 W, une tension de -400 V polarisation automatique, qui ont été acquises par le plasma est de -30 V, une intensité de régulation de 0,5 A et un flux d'argon de 30 cm³ / min. Après 1 h et 30 min, la vitesse de dépôt est de 2,5 µm / h, et des films d'environ 3 pm à 4 µm d'épaisseur ont été obtenus. L'indentation Vickers sous faible charge nous permet de spécifier à l'aide de la microdureté mécanique le renforcement de l'aluminium par addition de fer. Les mesures ont été réalisées au moyen d'un micro-duromètre

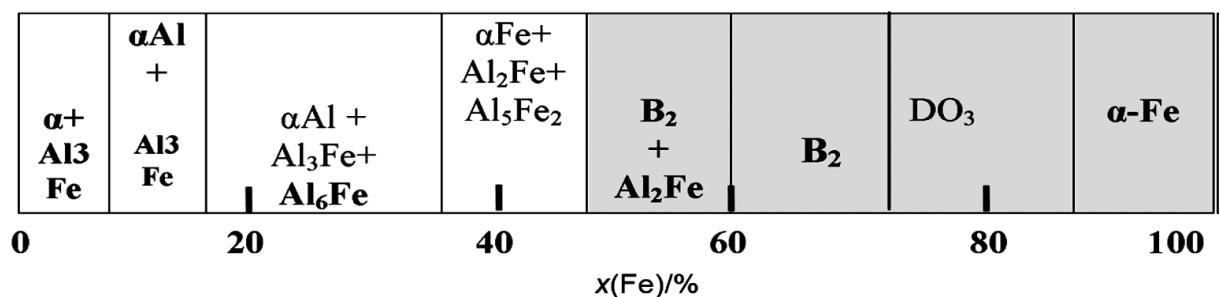
Matsuzawa MTX. Pour atteindre la dureté intrinsèque du dépôt et de se libérer de l'emprise du substrat, la loi [31] boucle doit être prise en compte.

Cette loi impose une profondeur de pénétration h qui ne dépasse pas un dixième de l'épaisseur e du dépôt. Donc, pour avoir $h < 0,1 e$, il est nécessaire de respecter la condition $D < 0,7 e$, où D est la diagonale de l'empreinte carrée laissée par le pénétrateur Vickers (pyramide d'angle au sommet égal à 136 °). Nous avons choisi de travailler avec une charge normale de 0,1 N (10 g). En outre, le dépôt devait avoir une épaisseur d'au moins 10 pm de telle sorte que la condition précédente était satisfaite. Des échantillons de films minces ont été scellés dans des ampoules de silice dans une atmosphère d'argon, à la suite d'une évacuation préalable à une pression de $1,33 \times 10^{-6}$ mbar, puis traité thermiquement à 500 °C pendant une période de 1 h.

III-3. Alliages massifs

Le liquide refroidi Al-60% d'alliage de Fe est caractérisé par une structure B2 ordonnée (FeAl) de type CsCl, comme révélé par le diagramme de diffraction des rayons X (Figure III.7.a), et décrit dans le tableau III.5. À 74% de Fe on observe un changement structurel conduisant à une structure D_{03} ordonnée (Figure III.7.b), tandis que lorsque la teneur en fer atteint 85% et comme montré par le diagramme de diffraction des rayons X de la figure III.7c, la structure change complètement, donnant lieu une solution solide α -Fe désordonnée (Figure III.8 et tableau III.2).

Tableau III.3 : Limites de phase dans l'Al-Fe en masse produite par fusion d'induction haute fréquence



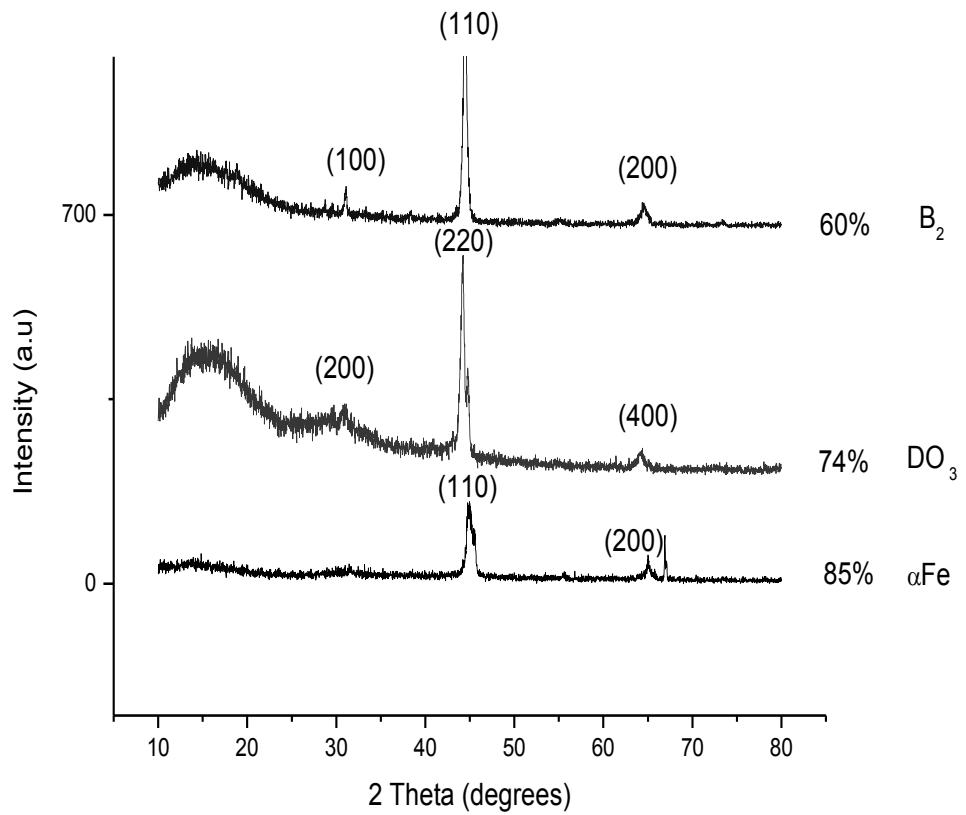
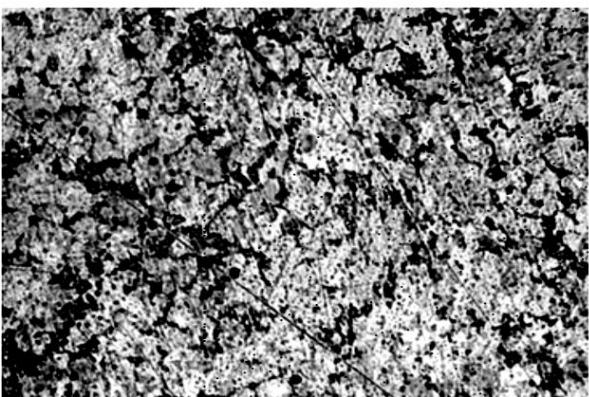


Figure.III.7. Modèles de diffraction des rayons X des différents alliages riches en Fe solidifiés : a) B₂, b) DO₃ and c) α -Fe

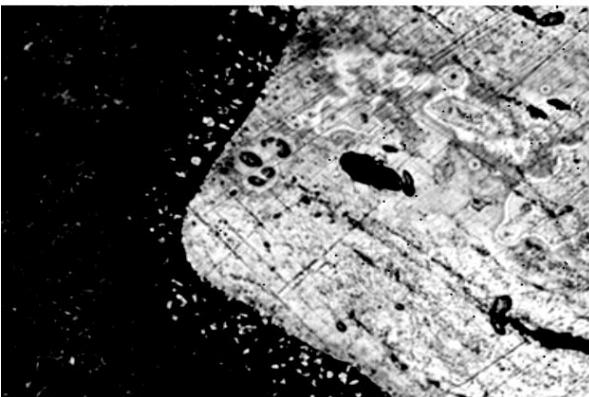
Coté riche en Aluminium



Al + Al₃Fe

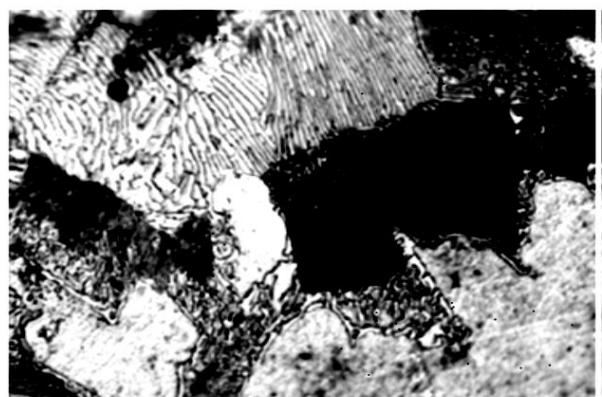


αFe + Al₂Fe + Al₅Fe₂



B₂ + Al₂Fe

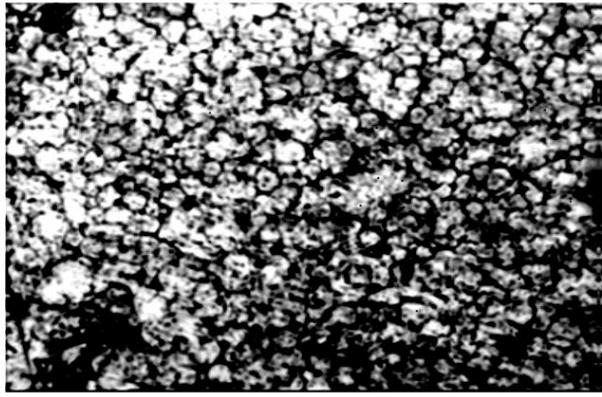
Coté riche en Fer



B2



DO₃



α-Fe

11 μm

Figure.III.8. Des microstructures trempées à partir des alliages Al-Fe massifs.

Pour la pulvérisation cathodique des alliages Al-Fe, le paramètre de maille de la phase α -Al diminue de 0,405 nm (dépôt d'aluminium pur pulvérisé) à 0,403 nm (dépôt en poudre contenant x(Fe)= 5%). Cette diminution du paramètre n'est pas surprenante

étant donné que le rayon de l'atome de fer ($R_{Fe} = 0,124$ nm) est inférieure à celle de l'atome d'aluminium ($R_{Al} = 0,143$ nm). Le paramètre de maille de la phase cubique centrée ou la phase B₂ (dans le champ de composition x (Fe) = 45-55%) diminue d'une manière sensiblement linéaire entre x (Fe) = 38% (x (Al) = 62%) ($a = 0,295$ nm) et le fer pur ($a = 0,287$ nm) tout en faisant passer la valeur $a = 0,291$ nm pour le dépôt pulvérisé contenant x (Fe) = 70% (x (Al) = 30%) (Figure III.9). Cette diminution est encore expliquée par la différence de taille entre les atomes d'aluminium et de fer. Avec la fraction d'Al croissante, le paramètre de réseau augmente de façon linéaire, ce qui indique que les atomes d'Aluminium sont remplacés simplement par les atomes de fer sur le sous-réseau cristallin de Fe. Il y a un changement de pente qui se produit à 20% de Fe, mais lorsque le pourcentage de fer est supérieur à 20%, le paramètre de maille diminue, ce qui peut indiquer que ces compositions sont dans un domaine à deux phases, une transition CC- CFC peut se produire entre 30% et 40% Fe, voir le médaillon dans la figure III.9 montre un changement de pente à 20%. Des résultats similaires ont été obtenus par Pike et coll [32].

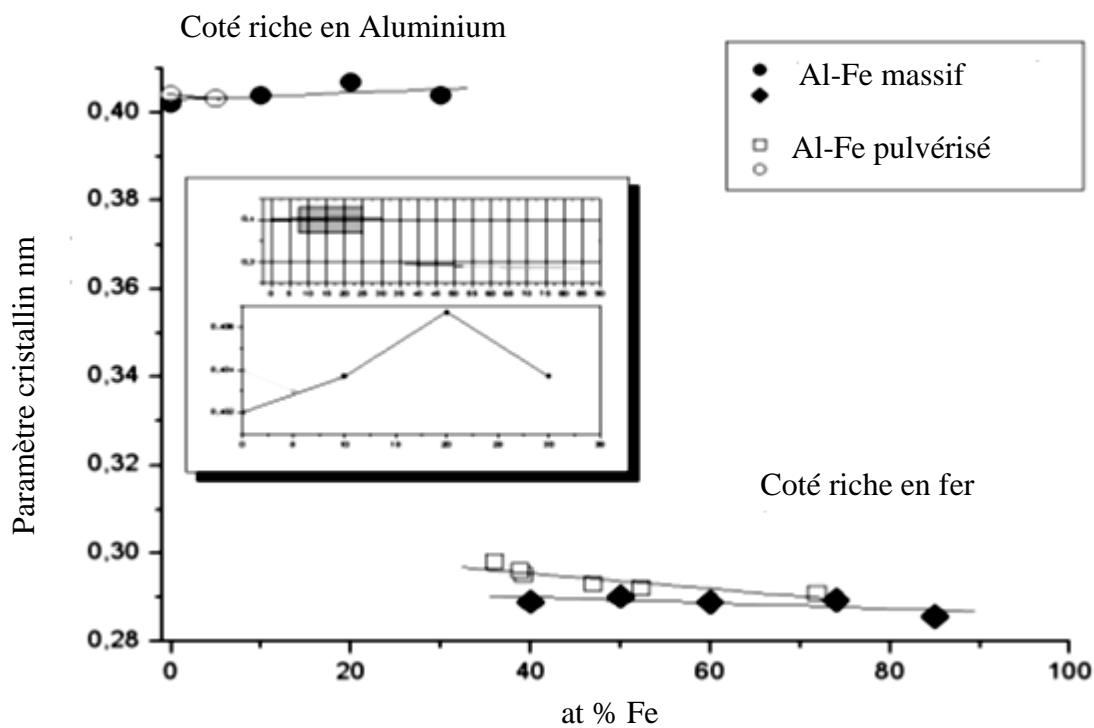


Figure III.9. Variation du paramètre cristallin avec la composition du fer sur le côté riche en aluminium et le côté riche en fer.

Les résultats indiquent clairement que l'atome de Fe plus petit occupe préférentiellement les sites anti-structure sur le sous-réseau d'Al et que, seulement lorsque ceux-ci sont remplis, les atomes de Fe commencent à occuper le sous-réseau de lacunes.

Entre les compositions de 10% et 20% de Fe, la micro dureté de l'alliage reste presque constante. Au-delà de 20% de Fe, il commencera à augmenter jusqu'à un maximum de 40% de Fe (Figure III.10).

Nous avons observé une courbe gaussienne pour les alliages bruts de solidification. L'effet du fer sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium a fait l'objet d'un examen approfondi. [33-34] L'effet nuisible du fer sur la ductilité est dû à deux raisons principales :

- 1) la taille et la densité en nombre des intermétalliques contenant du fer comme Al_3Fe et Al_2Fe augmentent avec la teneur en fer, et plus il y a d'intermétalliques, plus la ductilité est faible.
- 2) lorsque le niveau de fer augmente, la porosité augmente, et ce défaut a également un impact sur la ductilité (tableau III.6).

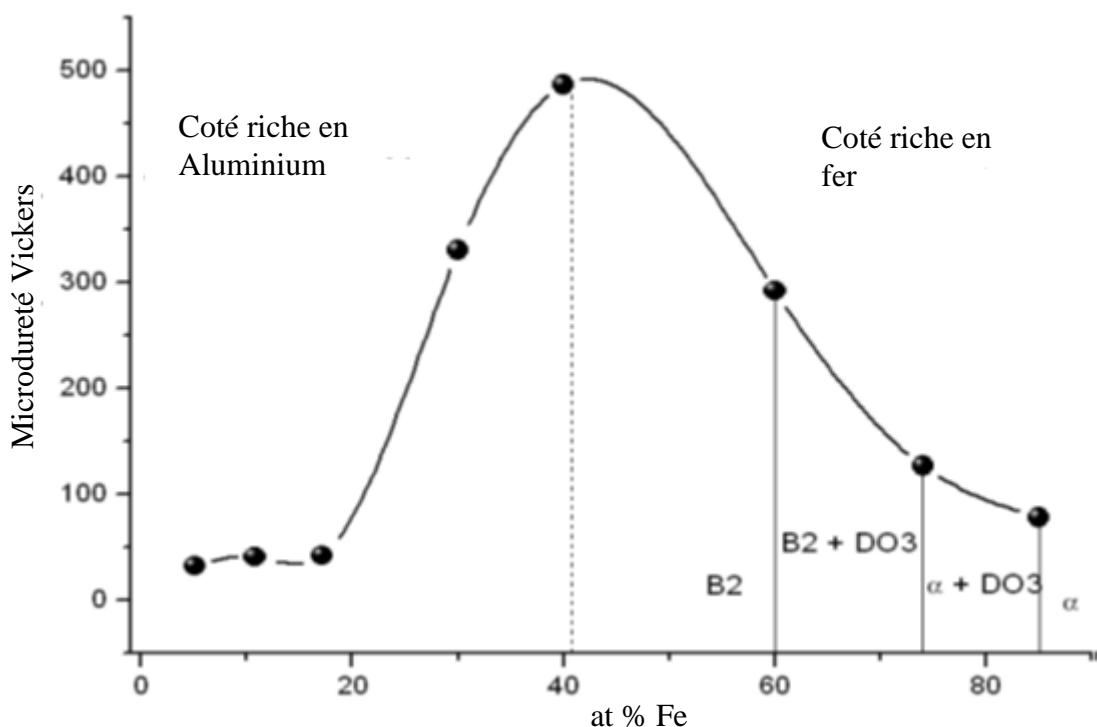


Figure III.10. L'évolution de la microdureté avec la teneur en fer d'Al-Fe massique

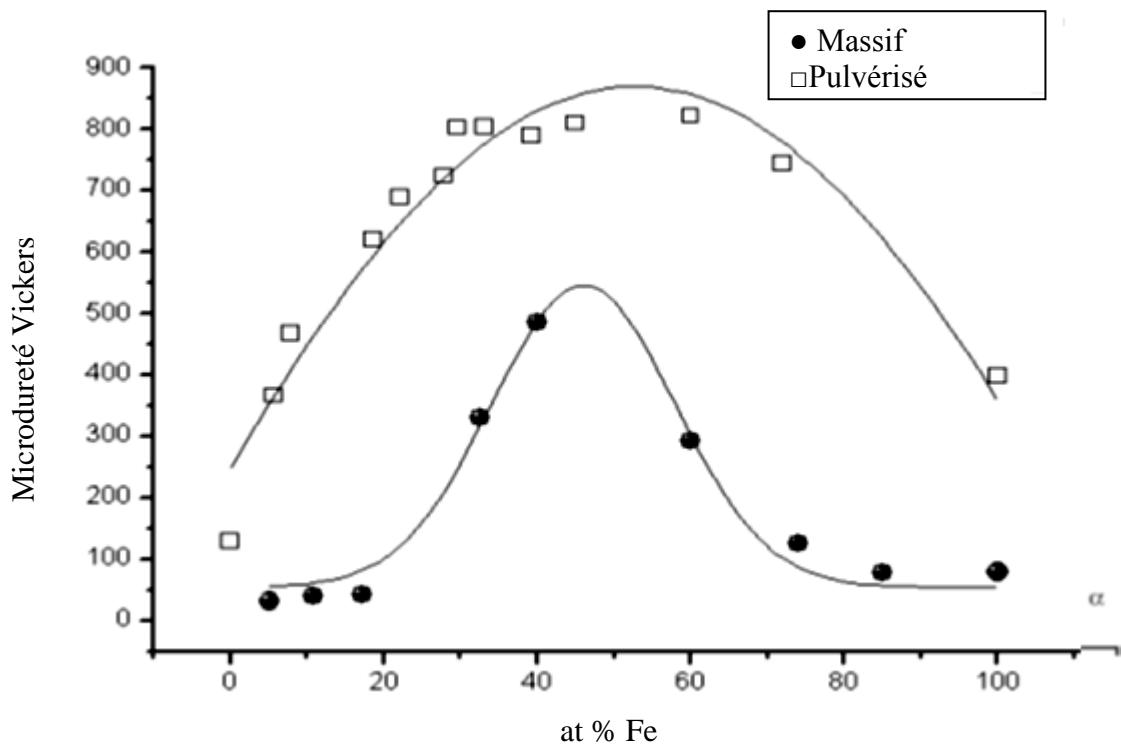


Figure.III.11. Comparaison des variations de microdureté avec la teneur en fer pour l'Al-Fe massique et pulvérisé

Pour les dépôts d'Al-Fe, la microdureté intrinsèque des films minces augmente en fonction de la teneur en fer de 130 HV (aluminium pur) jusqu'à un maximum de 800 HV, située entre 45% et 70% de Fe, et puis suit une diminution pour atteindre celle du fer vers 400 HV (Figure.III.11). Il a été montré [35-36], que dans les films minces à base d'aluminium, la microdureté est toujours liée aux caractéristiques structurelles et sous-structurales par l'influence des conditions physiques technologiques de la condensation de vapeur et de la croissance du film.

III.3.1. Taille des grains :

Deux méthodes ont été utilisées pour l'approche quantitative de la taille des grains. La première est l'application de la formule de Scherrer [37,44]. Celle-ci est basée sur une mesure de la largeur du champ de diffraction des rayons X par l'intermédiaire d'une mesure de la largeur angulaire Δ (2Θ).

La dimension moyenne des cristallites étant donné par $\langle D \rangle = 0.9 \lambda / \Delta (2\Theta) (\cos\Theta)$, où λ est la longueur d'onde du rayonnement utilisé, 2Θ est la position angulaire de la raie de diffraction et Δ (2Θ) est la largeur à mi-hauteur de l'intensité exprimée en radians.

Cette méthode suppose l'exploitation de diagrammes obtenus en mode de focalisation ($\Delta(2\Theta)/2\Theta$) avec une faible divergence du faisceau incident. Afin de limiter les erreurs, des diagrammes sur l'aluminium et le fer à gros grains (quelques micromètres) permettent de s'affranchir des largeurs instrumentales des lignes (111) et Al (110) CC (cubique centré). Les résultats qui découlent de cette méthode fournissent une bonne estimation de la grosseur du grain lorsque le grain est inférieur à 1 μm .

La seconde méthode consiste à évaluer la taille des grains à partir d'images obtenues par microscopie électronique à transmission [26]. L'évolution de la taille des grains -Al en présence de fer est similaire à celle déjà observée en présence de chrome ou de titane. [38, 39] Lorsque le grain d'un gisement d'aluminium pur pulvérisé a une taille d'environ 1 μm , il tombe à environ 500 nm for $x(\text{Fe}) = 5\%$. Au-delà de cette composition, la microstructure dans le champ biphasé (-Al + amorphe) devient de plus en plus fine avec des grains dont les dimensions ne dépassent pas 30 nm à 40 nm. Le raffinement de la microstructure dans la pulvérisation cathodique au moment de l'ajout d'un élément d'alliage en aluminium est constant, car cet élément se substitue à la solution solide ou s'insère dans l'aluminium.[40] .En ce qui concerne le La phase cubique centrée et la phase cubique simple B2 ordonnée observée pour les concentrations de fer supérieures à $x = 38\%$ [41] la taille des grains varie légèrement avec la teneur en fer dans la gamme de composition étudiée (38% à 72% de Fe) et se situe entre 200 nm et 250 nm (Figure III.12, Figure III.13 et Tableau III.4).

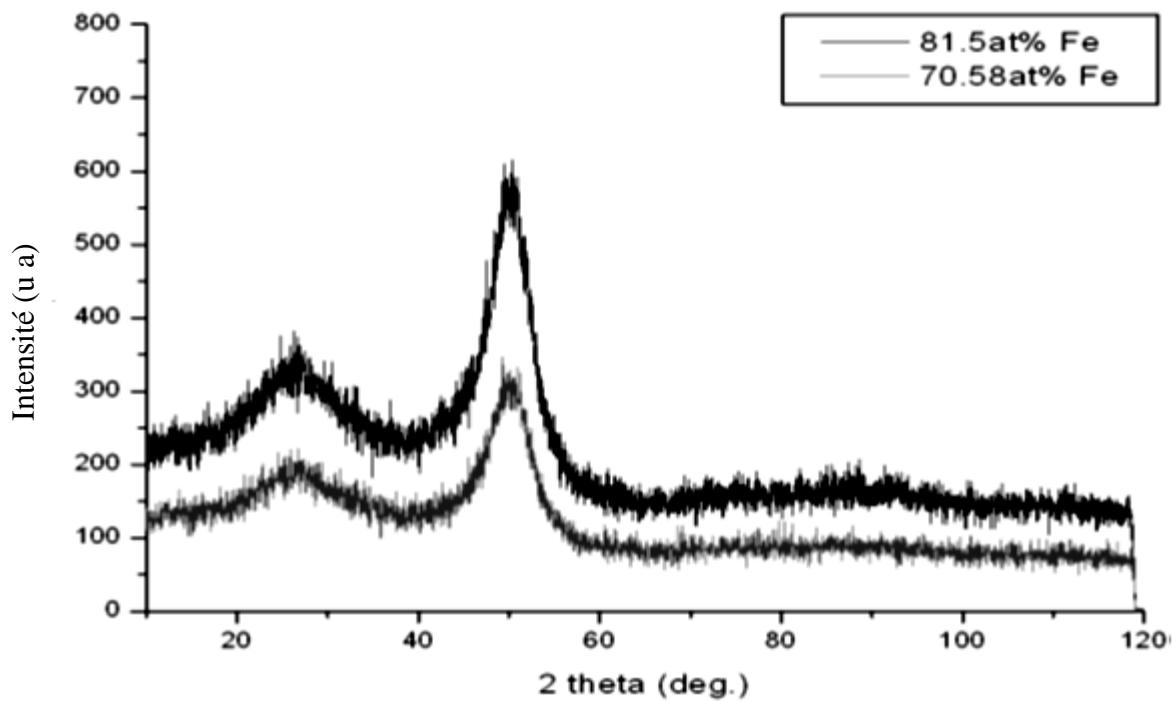


Figure III.12. Diagramme de diffraction des rayons X du dépôt d'Al-81,5at% Fe totalement amorphe et dépôt de Fe-70,5at% Al quasi-amorphe.[26].

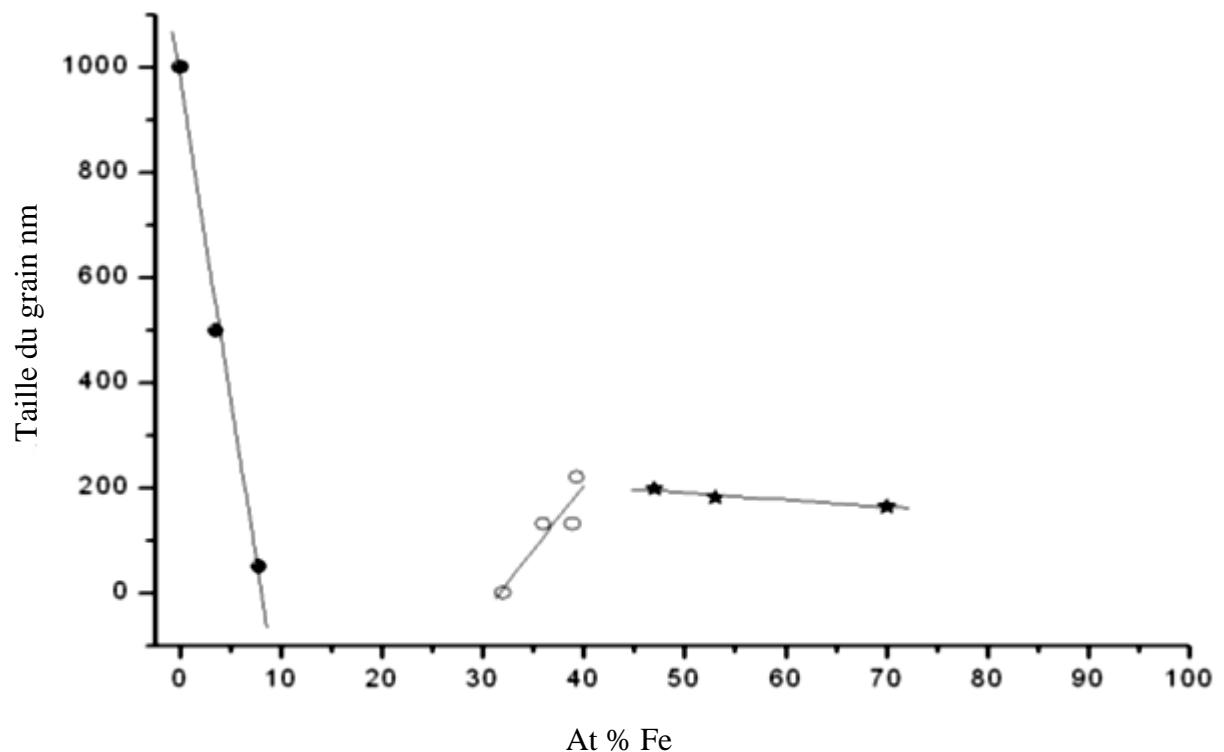
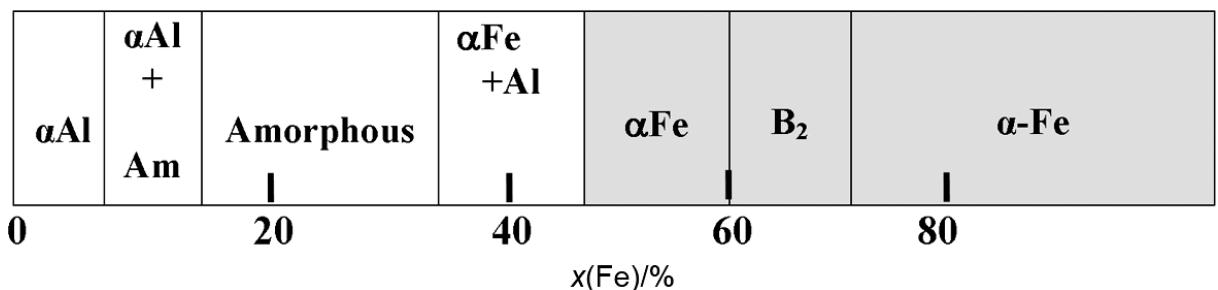


Figure III.13. Evolution de la taille du grain avec teneur en fer

Tableau.III.4: Limite de phase dans les dépôts



Pour les films Al-Fe contenant entre 30% et 40% de fer on observe une évolution inverse de la relation de Hall-Petch (IHPR) (Figure III.14). Cependant, comme le cristal est raffiné de l'échelle du micromètre à l'échelle du nanomètre, ce mécanisme va briser parce que les grains sont incapables de soutenir les dislocations par effet de carambolage. En règle générale, cela devrait se produire pour des tailles de grains inférieures à 10 nm pour la plupart des métaux [42].

Il y a un nombre croissant de preuves expérimentales pour de telles déformations inhabituelles dans le régime du nanomètre ; cependant, les mécanismes sous-jacents pour l'atomistique IHPR restent mal compris.

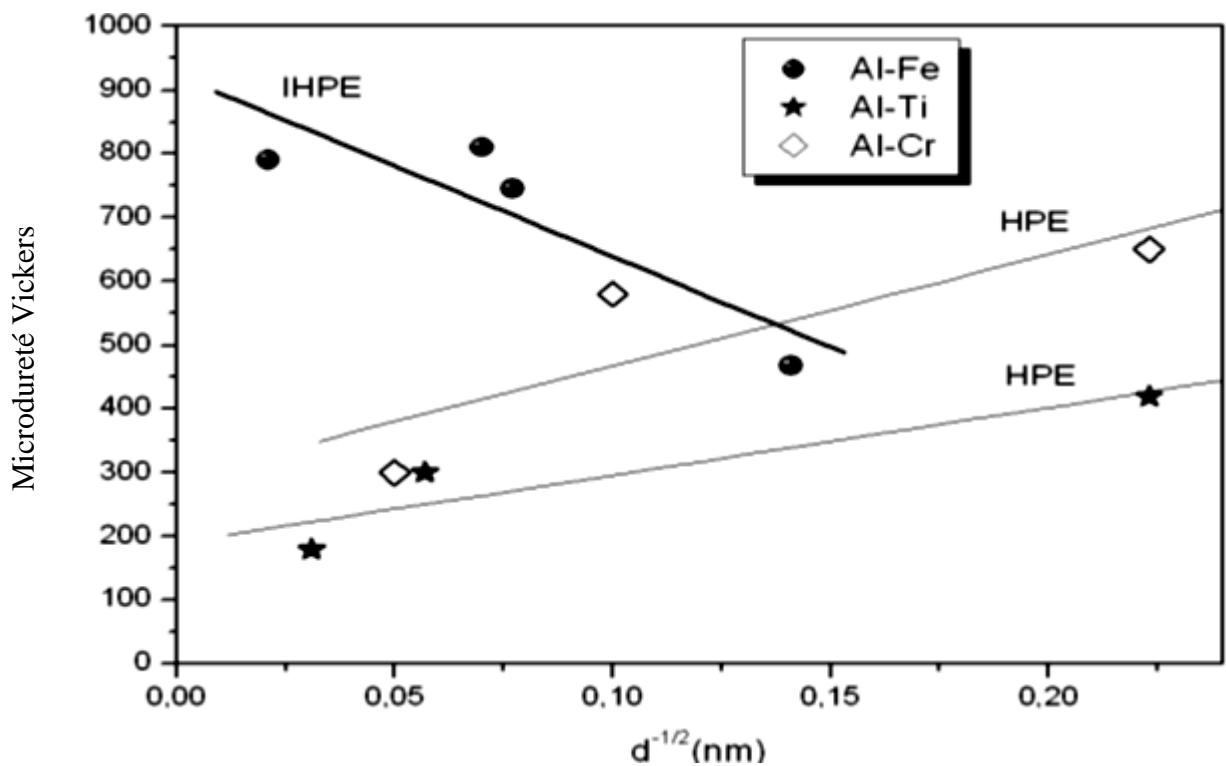


Figure.III.14. Variation de la microdureté avec la racine carrée inverse de la granulométrie

L'origine physique de la transition IHPR et les facteurs qui dominent la taille critique sont un casse-tête depuis longtemps [43] Deux principales hypothèses plausibles ont été avancées pour expliquer l'écart par rapport à la relation de Hall-Petch. : Tout d'abord dans le régime HPR, les caractéristiques cristallographiques à l'intérieur des grains régissent le comportement plastique des poly-cristallites ; tandis que dans le régime IHPR, les joints de grains dominent le comportement plastique. Cette hypothèse est étayée par des simulations informatiques récentes de déformation dans les matériaux à grains ultrafins [44]. Cependant, il ne ressort pas de ces simulations que des glissements inter-granulaires coulissants pourraient devenir dominants à des tailles de grains aussi grandes que 20 nm; une simulation récente pour Cu suggère une transition à 6-7 nm.[38] Deuxièmement, de très petits grains ne peuvent pas soutenir les distributions des dislocations, de sorte que le "pile-up" et des mécanismes de densité de dislocation par effet de Hall-Petch classique cessent d'être applicables. Un travail expérimental pertinent a été publié récemment par Misra et coll. [45].

III.4. Système Al-Fe-Co :

III-4.1 Etude structurale

L'addition de cobalt (5% at., 10 at.%, 15% at., et 20% at.) comme troisième élément au binaire Fe-40% d'Al (Al-60% de Fe) avec une structure B₂ ordonnée conduit à une évolution structurale importante, comme le montre le diagramme de phase d'équilibre ternaire [46] Figure III.15diagrammes de diffraction des rayons-x des alliages contenant du Cobalt, ainsi que la microscopie optique. Figue.III.16.a-b-c-d-e et la Fig. III.17.a-b. Le halo large qui apparaît dans le voisinage de $2\Theta = 16^\circ$ dans les alliages de structure B₂et en particulier dans l'alliage contenant 20% de Co, est le résultat de d'ordre chimique à courte distance [47] .Nous avons noté également la présence de réflexions (100) de surstructure à $2\Theta = 30^\circ$. Il en résulte que la taille des grains diminue avec la concentration en Co comprise entre 5% et 15% et augmente de nouveau jusqu'à 20% de Co. Figue.III.18 (diagramme de diffractiondes rayons X fragmenté au voisinage du pic de diffraction(110) de la phase B2 montrant l'évolution de la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction (110), avec la teneur en cobalt.

La variation du paramètre de réseau de la phase B_2 -FeAl est montrée dans la Figure.III.19. Cette évolution du paramètre de maille n'est pas en conformité avec la diminution du paramètre de maille d'autres phases à base de Fe, où l'atome Co remplace Fe [48].

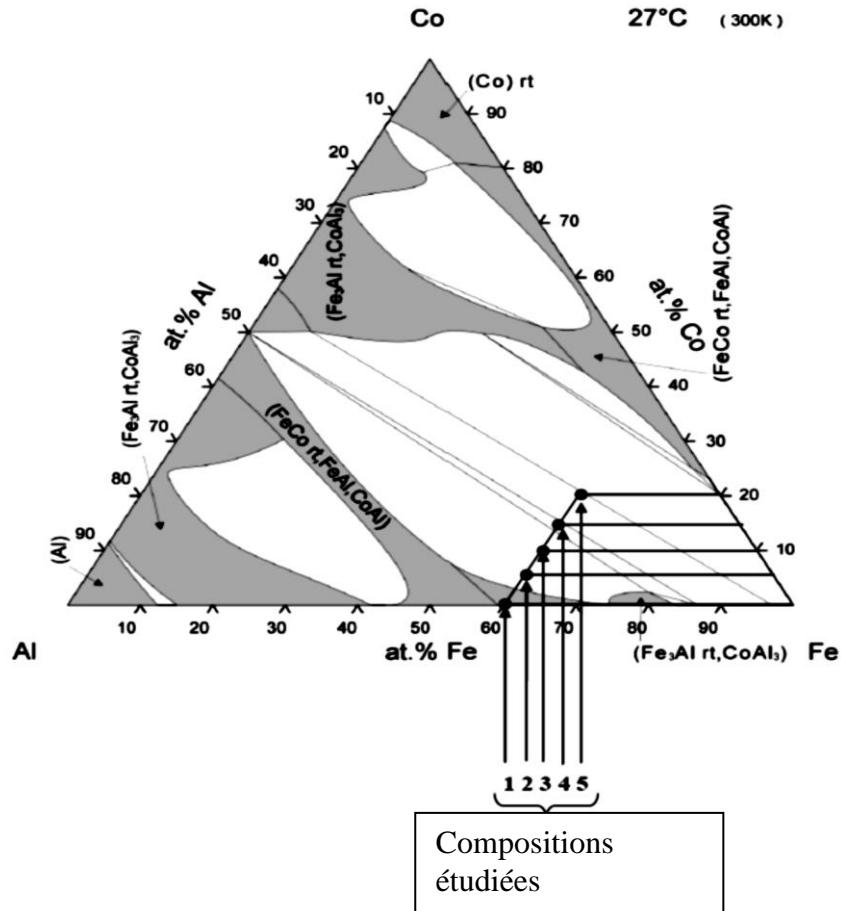


Figure.III.15. Diagrammes de phases ternaires de Fe-Al-Co à la température ambiante [14]. Les compositions utilisées dans la présente étude sont montrées par des flèches.

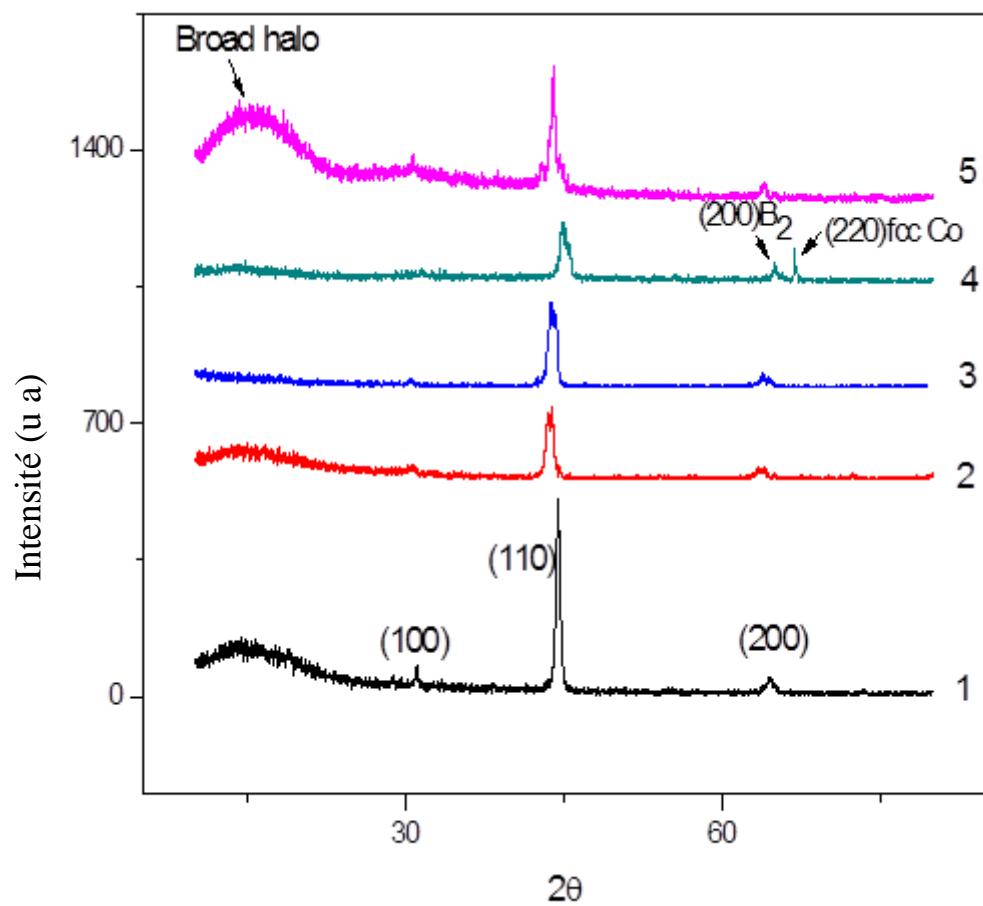


Figure.III.16. Diagramme de diffraction des rayons X de différents alliages Fe-Al-Co bruts de solidification, présentant de larges halos.a) 0% de Co, b) 5% de Co, c) 10% de Co, d) 15% de Co, e) 20% de Co.

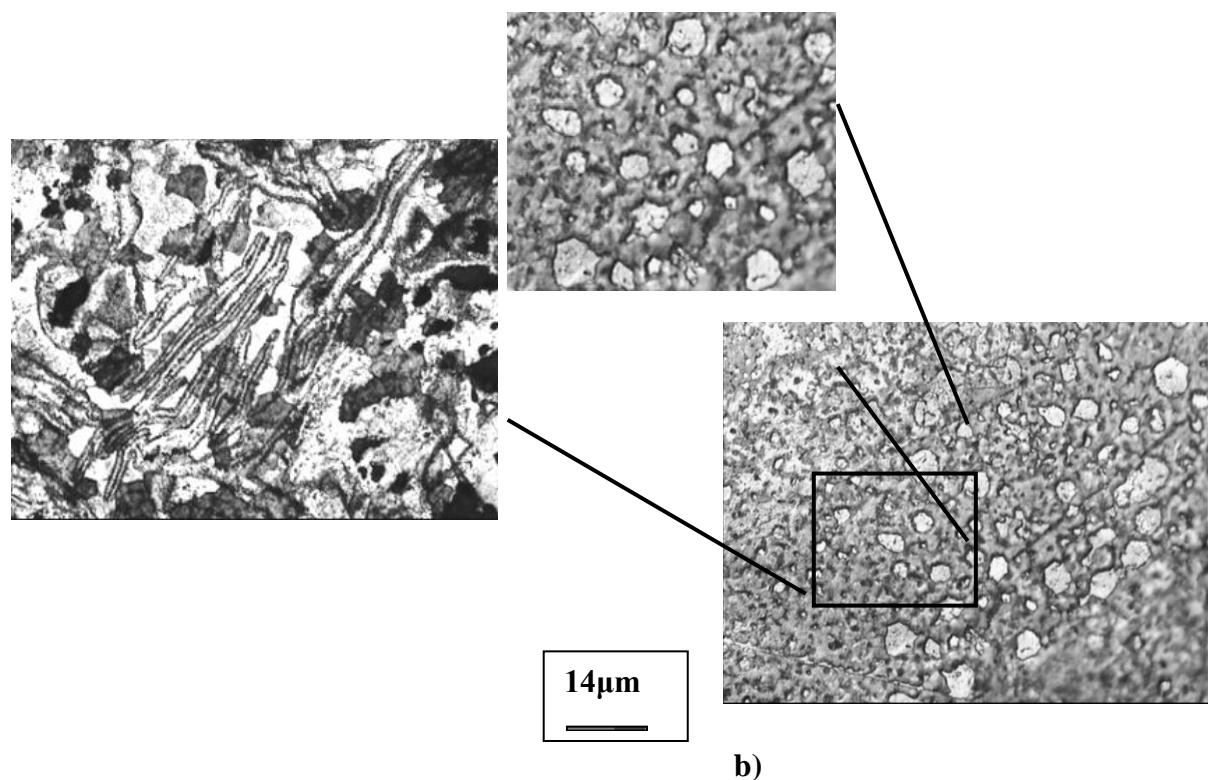


Figure III.17. Des micrographies optiques de Fe60% - Al35% à 5% de Co (a) et Fe60% - Al25% - 15% de Co (b) avec du cobalt dispersé.

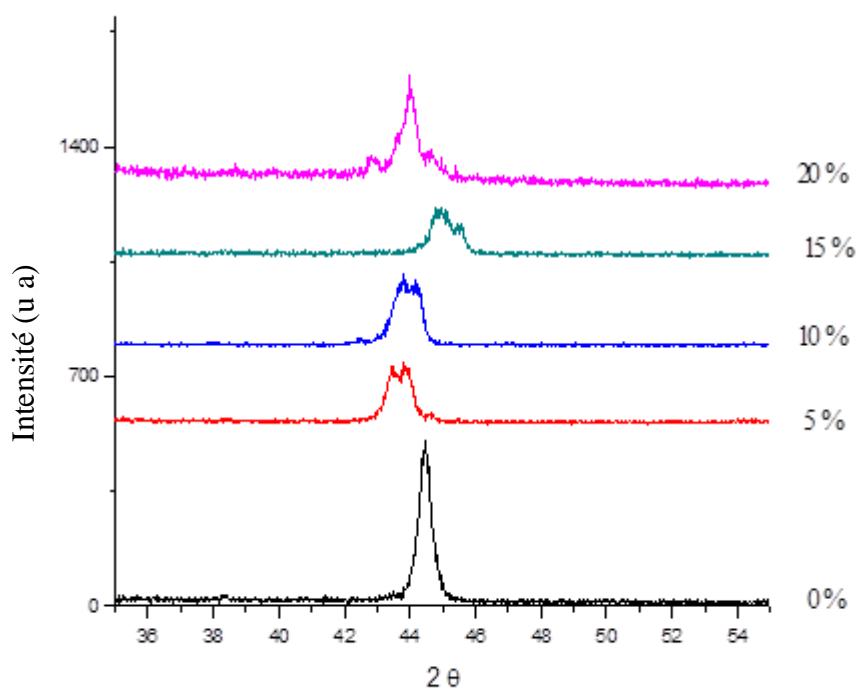


Figure III.18. Diagramme de diffraction de rayons X fragmenté au voisinage de la (110) montrant la séparation de phase.

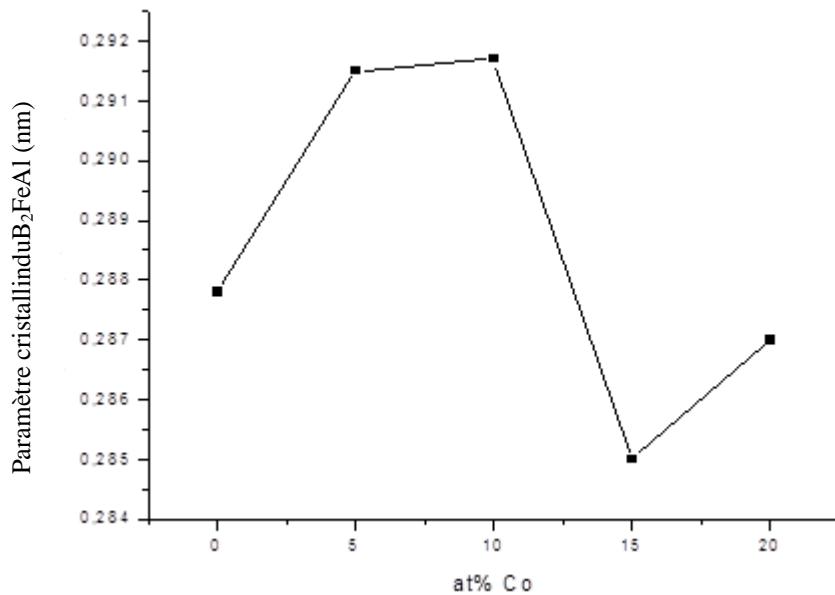


Figure.III.19. Variation des paramètres cristallins de la phase B₂ (FeAl) avec la teneur en Cobalt.

La figure.III.18b montre des particules de cobalt de forme hexagonale dispersées et noyées dans la matrice B₂-FeAl ayant une taille moyenne d'environ 4µm et une fraction volumique d'environ 30%. Le diagramme de diffraction des rayons X de la Figure.III.18d montre une forte texture du pic de Bragg (220) de Cobalt CFC à côté de la réflexion fondamentale (200) de la phase B₂-FeAl située dans le voisinage de $2\theta = 68^\circ$. L'inspection du diagramme de diffraction des rayons X révèle également des pics de Bragg du cobalt hexagonal.

III-4-2 Transformation allotropique du cobalt

Lorsque la concentration de Co augmente, les pics de diffraction (110) sont décalés vers les angles inférieurs et deviennent plus larges que dans l'alliage moins riche en cobalt. Figure.III.18.a-c-d, à l'exception de 20% Co (formation de raies quasi Symétriques (110) bandes latérales). Figure.III.20b). Les bandes latérales prennent leur origine de la transition allotropique de cobalt HCP à CFC, comme révélé par les pics de diffraction (100) et (002). La variation de rapport c/a avec l'addition de cobalt est montrée dans le Tableau III.5 et la Fig.III.21.

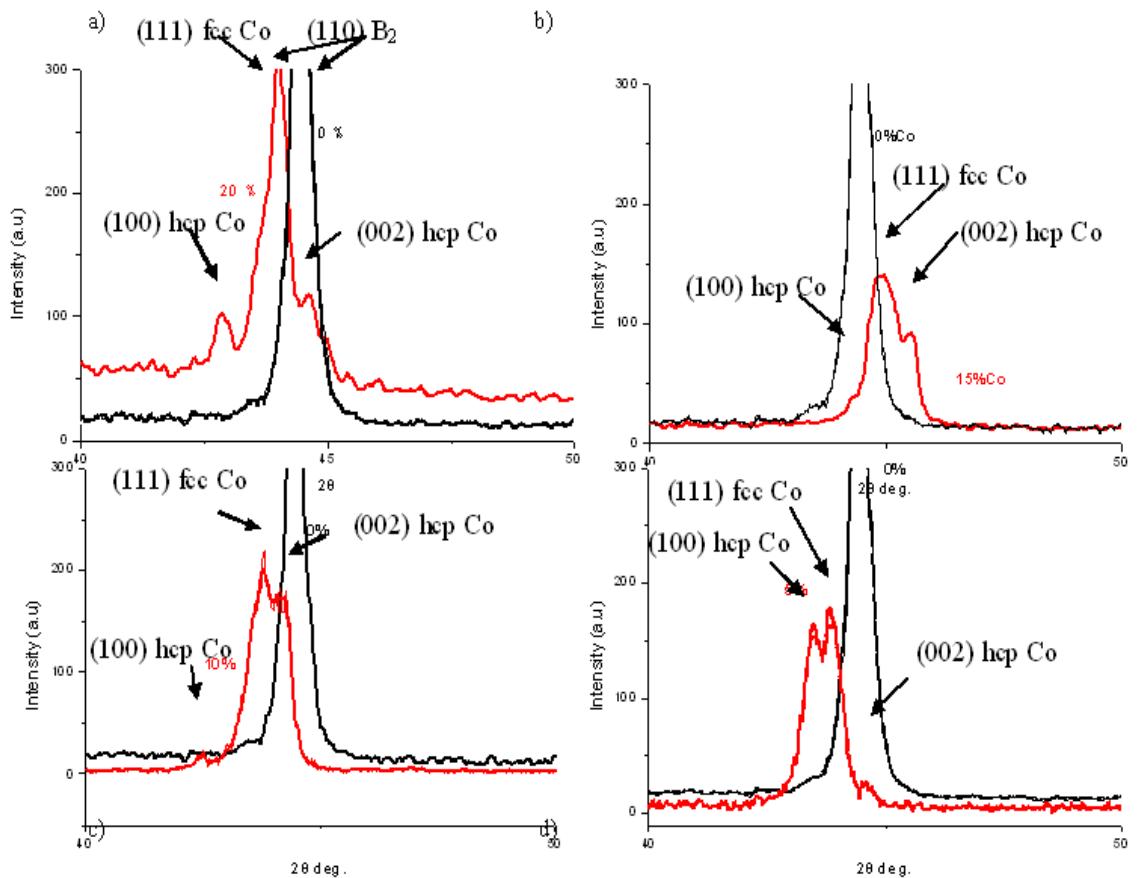


Figure.III.20. Séparation et décalage (110) de pic de Bragg avec addition de cobalt (ligne rouge).

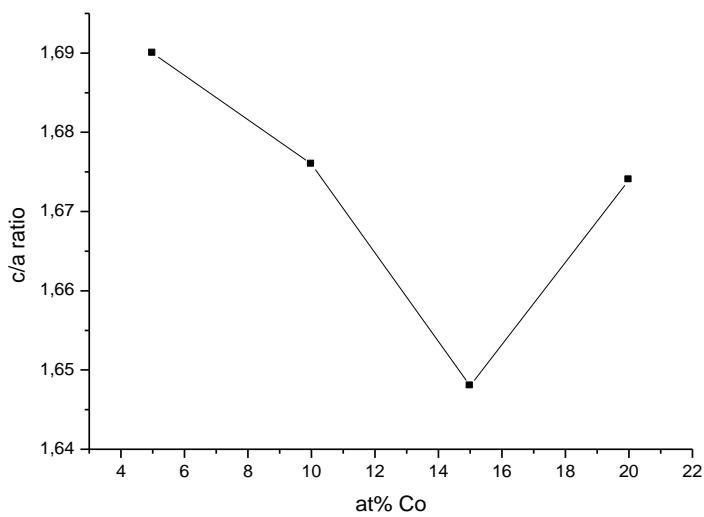


Figure.III.21. Cobalt HCP - Coefficient de constante de réseau cobalt (c / a) avec la teneur en cobalt

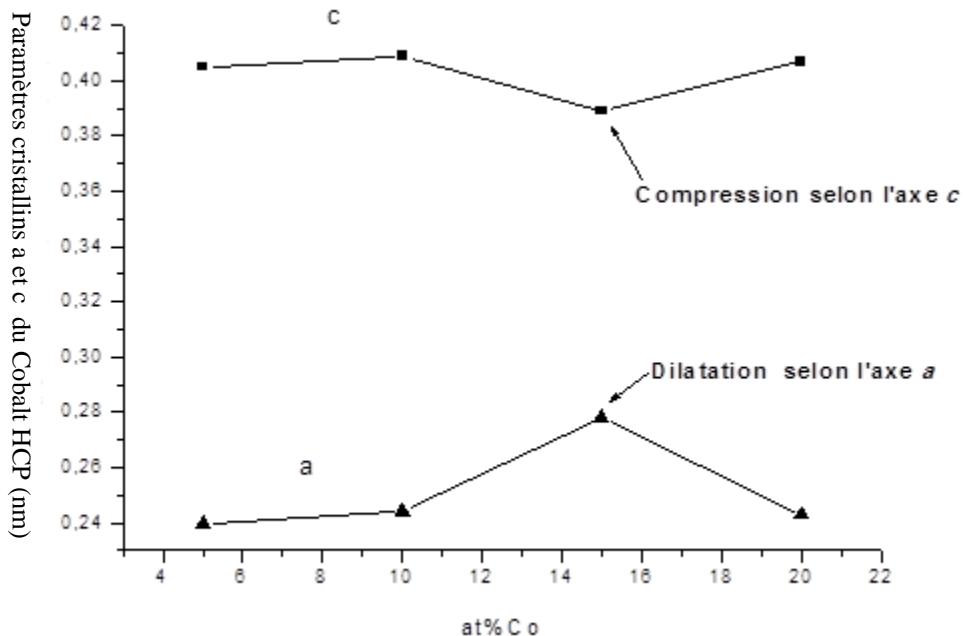


Figure III.22. la variation des paramètres (c) et (a) de réseau du cobalt HCP avec la teneur en cobalt.

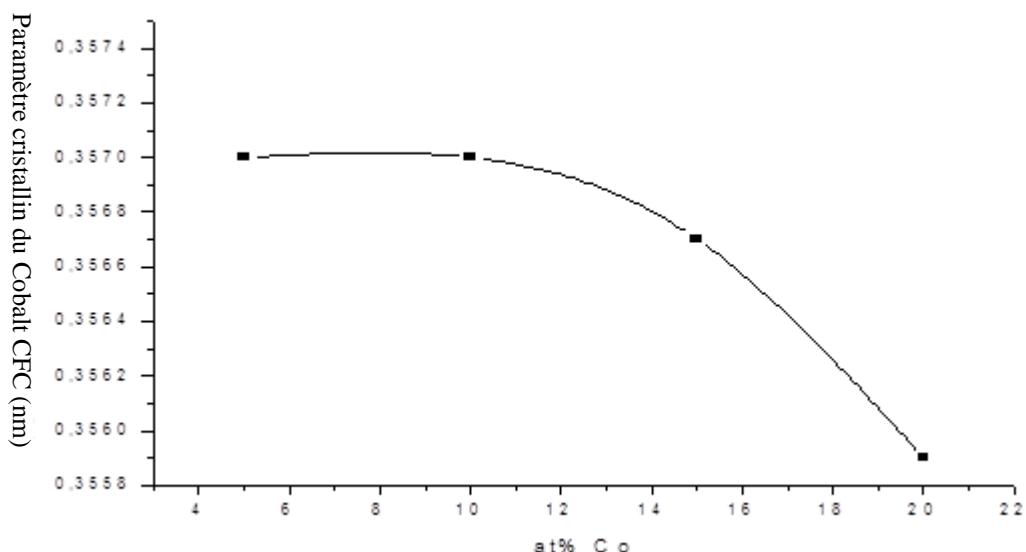


Figure III.23. Variation du paramètre cristallin de la phase métastable CFC avec la teneur en cobalt.

La valeur inférieure du paramètre c est obtenue à 15% de Co, il en résulte que le réseau cristallin HCP a été plus comprimé le long de l'axe c , comme conséquence, on obtient un élargissement le long d'un axe ($a_{HCP} = 0,278$ nm), comme le montre la figure III.23 et dans le tableau III.5, où les valeurs de a et c du cobalt hexagonal émis par JCPDS-ICDD [18] sont rapportés. Cet effet ressemble à une transformation martensitique (de FCC à

BCT) comme décrit par le modèle de Bain. Figure.III.23 montre la variation des paramètres du réseau de la phase métastable CFC avec la teneur en cobalt. La valeur obtenue dans le présent travail est d'environ 0,357 nm, proche de la valeur précédemment déclarée de 0,354 nm du Cobalt usiné mécaniquement [50]. Il en résulte que la taille des grains diminue avec la concentration en Co comprise entre 5% et 15% et augmente de nouveau jusqu'à 20%.

Tableau.III.5 : Paramètre du réseau (nm) des formes allo-tropes du Cobalt dans différents alliages.

Phase		JCPDS-ICDD [49]	5%	10%	15%	20%
Cobalt (HCP)	Paramètres cristallins	$a = 0.251$ $c = 0.407$ P63/mmc JCPDS-ICDD (41-1487)	0.239 0.405	0.244 0.409	0.278 0.389	0.243 0.407
	c/a	1.621	1.690	1.676	1.648	1.674

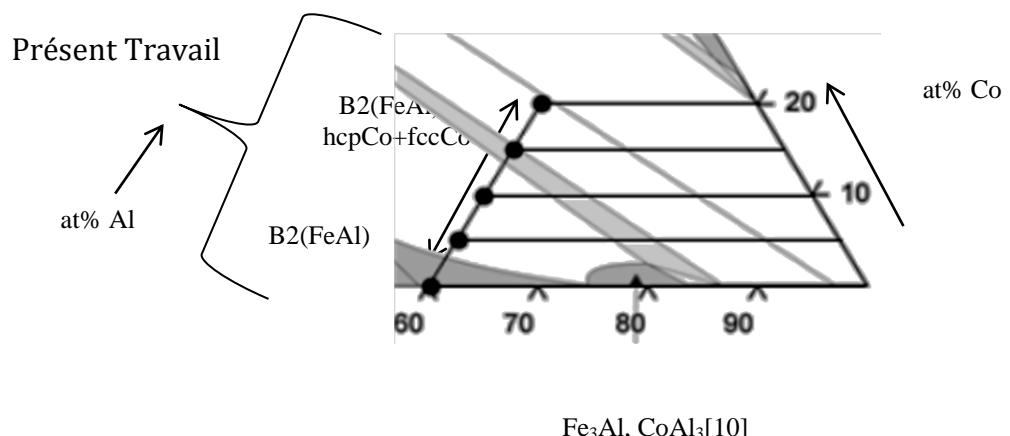
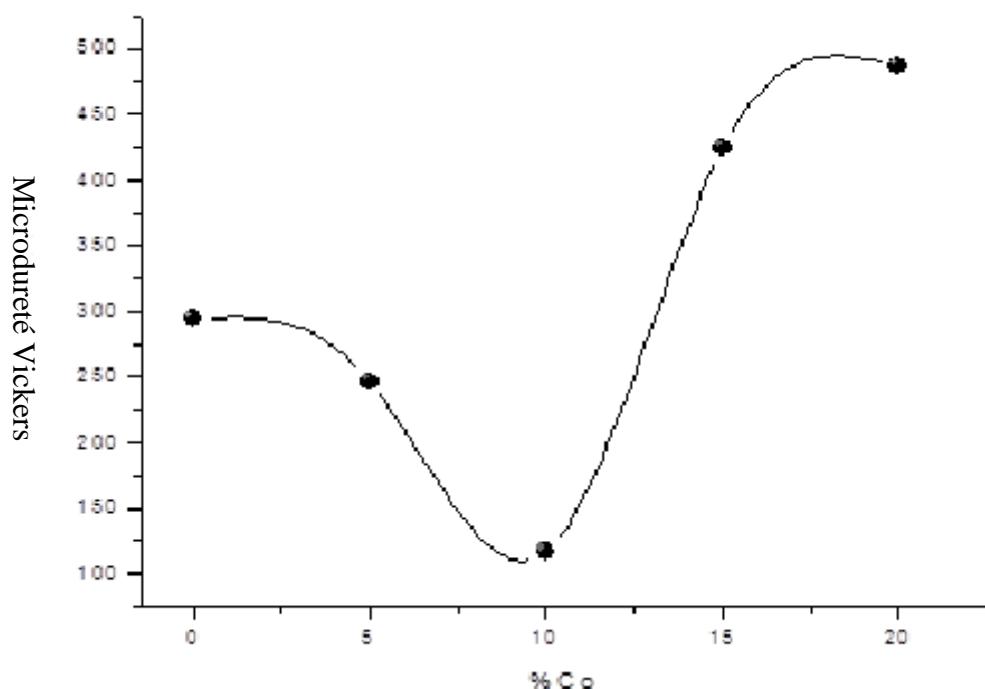


Figure.III.24. Partie du diagramme de phase ternaire montrant la séparation de phase.

Tableau.III.6 : Évolution structurale de divers alliages de Fe-Al-Co par rapport à la composition des éléments d'alliage.

Composition (cobalt)	0% (1)	5% (2)	10% (3)	15% (4)	20% (5)
Structure	$B_2(FeAl)$	$B_2(FeAl)$ hcpCo+ fccCo	$B_2(FeAl)$ +hcpCo+ fccCo	$B_2(FeAl)$ + hcpCo+ fccCo	$B_2(FeAl)$ + hcpCo +fccCo

L'addition de cobalt en tant que troisième élément à l'alliage binaire Al-60%Fe conduit à une séparation de phase B_2 -FeAl, Tableau III.6 et Figure.III.24. En conséquence, la dureté diminue jusqu'à 10% de Co (Composition critique), puis présente une augmentation jusqu'à 15% de Co suivi d'une évolution lente dans le voisinage de 20% de Co, Figure.III.25. Ce fait n'est d'autant plus avantageux qu'il y'a de cobalt. En ce qui concerne l'addition de fer, l'effet néfaste du fer sur la ductilité est due à la densité, la taille et le nombre d'intermétalliques contenant du fer, plus il y'a d'intermétalliques, plus la ductilité est altérée [48].



Figue.III.25. Variation de micro dureté de B_2 (FeAl) avec l'addition de cobalt.

II-4-3 Analyse thermique

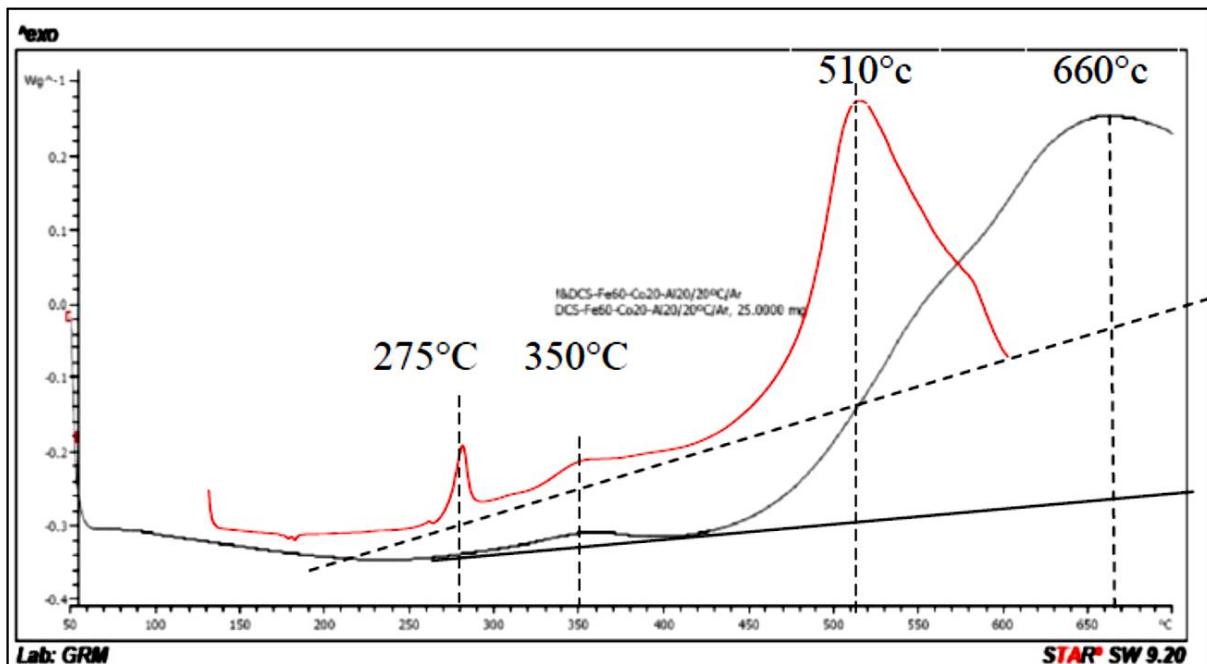
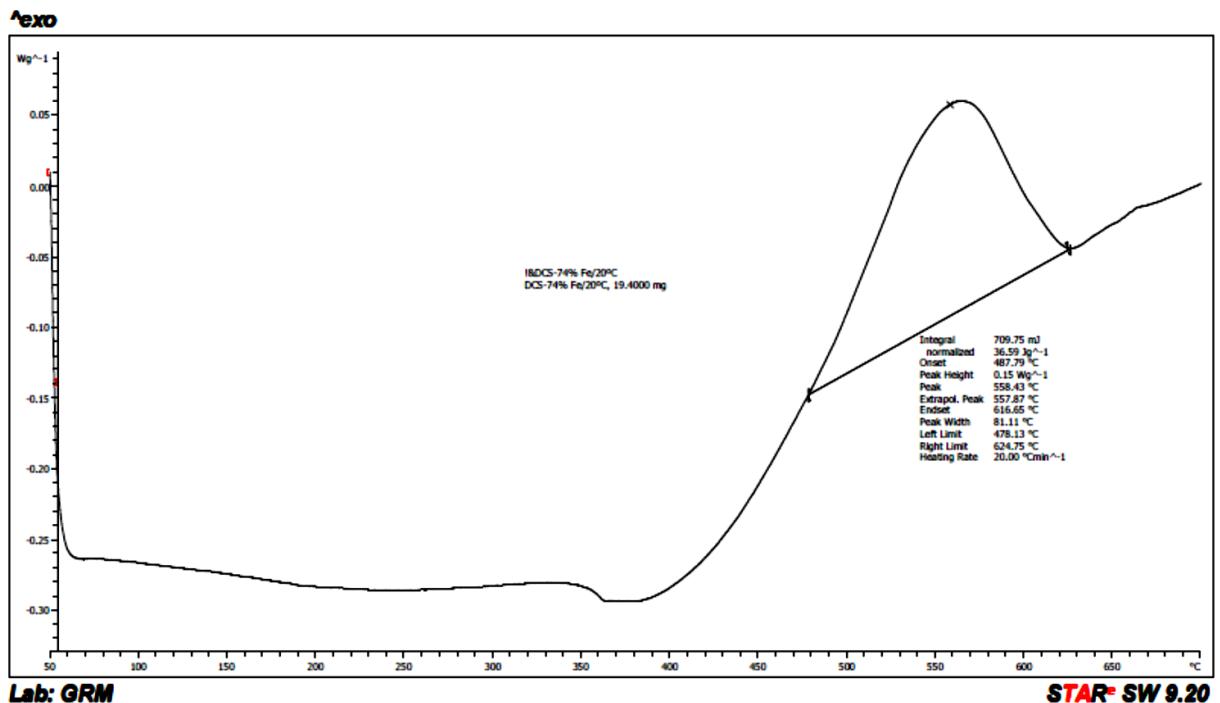


Figure III.26. Superposition DSC à la fois d'Al-60% Fe binaire (Ligne rouge) et d'Al-60% Fe-20%Co ternaire (Ligne noire).

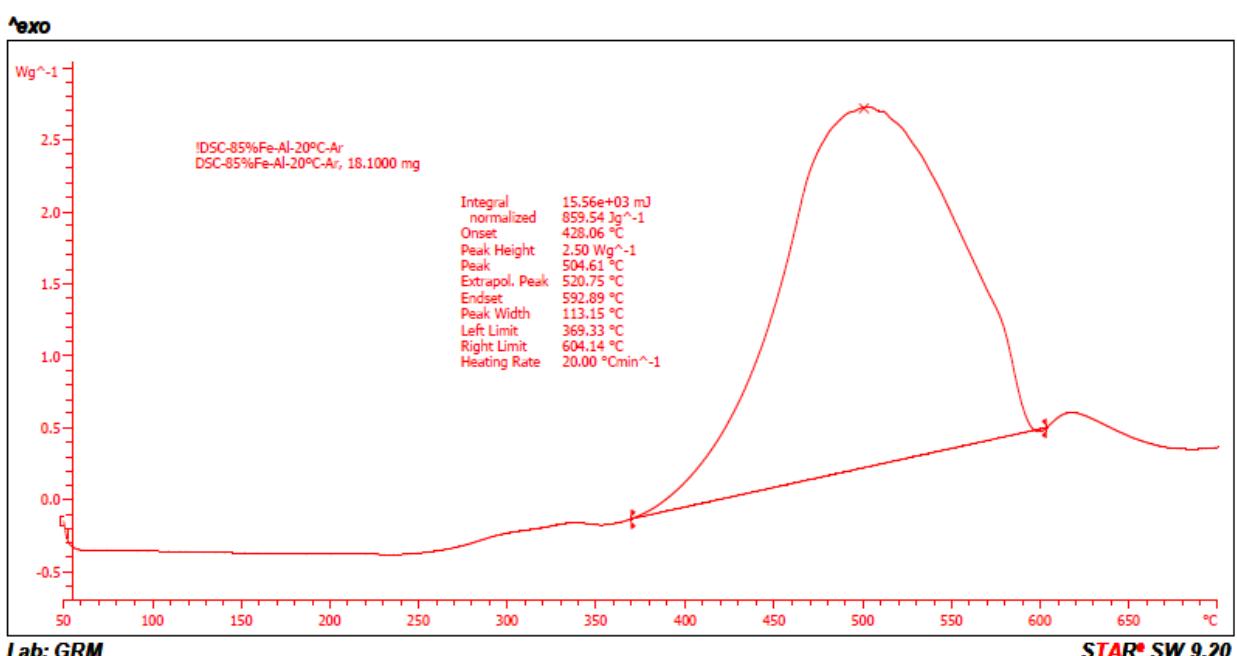
Comme approche comparative entre la courbe DSC de l'alliage libre de cobalt Fe-40% Al (Al-60% Fe) (ligne rouge) et Al-60% Fe-20% Co (courbe noire) les alliages ont été soumis à une étude de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) sans recuit. La courbe DSC suivie à partir de Fe-40% Al binaire montre trois pics exothermiques différents autour de $T_1 = 200^\circ\text{C}$; $T_2 = 300^\circ\text{C}$ et $T_3 = 500^\circ\text{C}$. Figure III.26. Ainsi, la première transformation ($T_1 = 200^\circ\text{C}$), détectée seulement dans cet alliage en fusion, peut être associée au processus de formation de la phase B_2 . Une augmentation supplémentaire de la température de mesure semble donner lieu au processus

décomposition partielle de la superstructure B_2 à DO_3 (détectée comme une petite bosse autour de 300°C dans la courbe DSC). Enfin, le pic de transformation autour de 500°C devrait être attribué à une transformation ordre-désordre. La courbe DSC enregistrée à partir de l'alliage ternaire Fe-85% Al-15% Co et Fe-75% Al-25% Commontre un pic

exothermique à 660 °C et peut être le résultat de la transformation allotropique de HCP à CFC. Figure III.28.



(a)



(b)

Figure III.27. Courbes DSC des alliages Al-75%Al-25%Co (a) et Al-85%Al-15%Co (b).

III-4-4. Autres caractéristiques liées à la structure du système Al-60% Fe-X% Co

La portée de cette section de la thèse est de mettre en évidence certaines caractéristiques structurales particulières réalisées sur l'alliage Al-60% Fe-X% Co (X: 5,10, 15, 20) élaboré par fusion à haute fréquence sous induction magnétique. L'addition de cobalt en tant que troisième élément à Al-60% Fe binaire conduit à une diminution de la taille de grain α (Al), par conséquent, la dureté diminue jusqu'à 10% de Co (composition critique) et présente une augmentation lente pour la composition de cobalt comprise entre 10% et 20%. Le comportement anormal de microdureté observé est similaire à l'effet Hall-Petch inversé rencontré dans les nanomatériaux.

Les propriétés mécaniques des alliages intermétalliques à haute température sont liées aux défauts ponctuels et à leur concentration. Il est bien connu que, lors d'une trempe rapide à partir de températures élevées, les aluminides de fer conservent une concentration élevée de postes vacants thermiques, qui sont congelés, augmentent leur limite d'élasticité et leur dureté à température ambiante [51]. On s'attend à ce que la concentration des postes vacants puisse être fortement modifiée dans les aluminides avec la variation de chaleur et le traitement mécanique, ainsi que la modification de la composition des aluminides par des additifs ternaires de transition [52] [53]. Le but de Cet article met l'accent sur le rôle du cobalt dans un comportement de dureté anormale chez Al-60% Fe-X% Co ternaire.

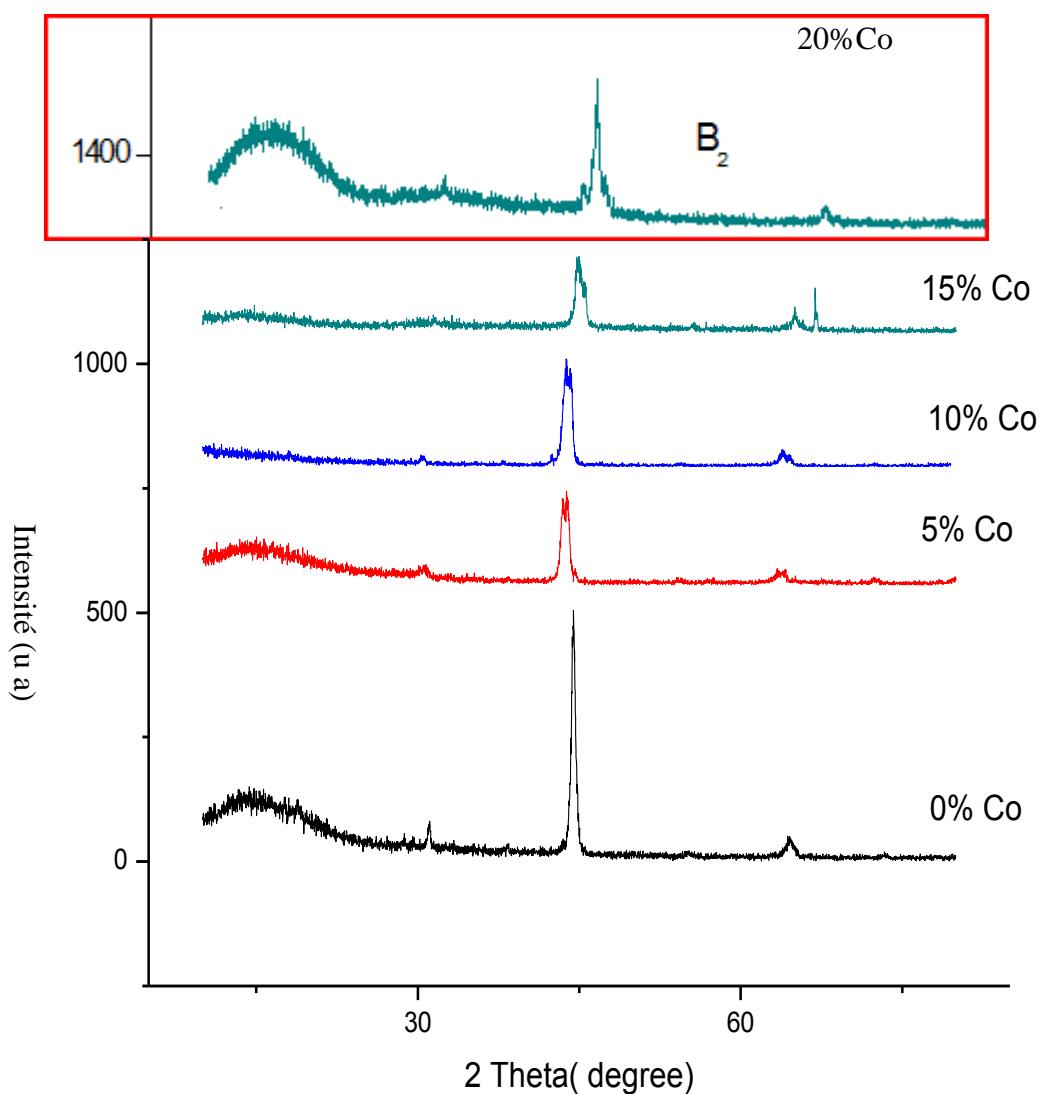


Figure III-28 Diagrammes de diffraction-X d'Al-60%Fe-X%Co

La taille des grains diminue lorsque la composition de cobalt augmente. Ceci est montré par la largeur de (111) rayons X de diffraction et de micrographies optiques. Figure III-28 et Figure III-29.

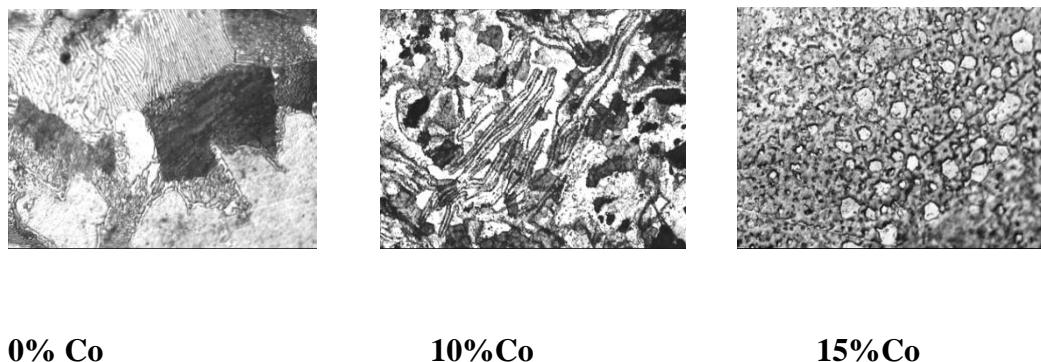


Figure III.29. Micrographie optique de l'alliage Al-60%Fe-X%Co.

La figure III-30 montre la variation de la microdureté par rapport à l'addition de cobalt. On constate souvent que la dureté (H) des métaux et des alliages poly cristallins à grossissement grossier classique ($> 1 \mu\text{m}$) augmente avec la taille de grain décroissante d selon la relation Hall-Petch classique : $H = H_0 + kd^{-1/2}$ où H_0 et k sont des constantes matérielles. Cette relation Hall-Petch a été expliquée par plusieurs modèles, tels que l'empilement des dislocations devant les limites des grains [54, 55], la limite des grains agissant comme source de dislocations [56] et l'influence de la taille du grain sur le Densité de dislocation (en supposant que la densité de dislocation est inversement proportionnelle à la taille du grain) [57,58].

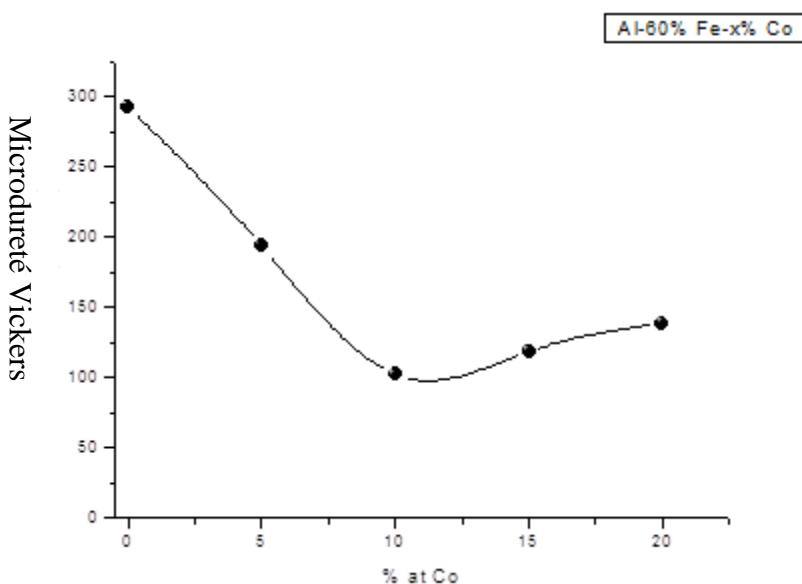


Figure III-30 Variation de la microdureté avec la teneur en cobalt

Un effet Hall-Petch inverse peut être observé lorsque la teneur en cobalt augmente. Figure III-30. Le matériau devient plus doux que la taille des grains diminue. Ceci est contraire au comportement normalement observé, mais a parfois été observé expérimentalement dans des matériaux nanocristallins avec des tailles de grain suffisamment petites [59].

Les explications ne sont pas nécessairement mutuellement exclusives, et il est peu probable que des explications différentes puissent s'appliquer selon la manière dont le matériel a été produit. Il semble raisonnable de supposer que le mécanisme de déformation est différent dans les échantillons produits par exemple. La condensation de gaz inerte, produisant des grains essentiellement exempts de dislocation et par une déformation plastique sévère, où les petits grains sont produits en séparant des grains plus importants grâce à une intense activité de dislocation. Les explications les plus couramment proposées sont l'augmentation du fluage diffusif, la suppression des blocages de dislocation, les différentes structures des limites de grain, la mauvaise qualité de l'échantillon (porosité et autres défauts) et la déformation dans les limites des grains. L'effet Hall-Petch inverse est causé par un fluide Coble amélioré, c'est-à-dire un fluage dû à la diffusion dans les limites des grains. Les échelles de fluage de Coble avec la taille de grain (d) en tant que d^{-3} et les estimations du taux de fluage des métaux nanocristallins indiquent que cela pourrait être l'explication de l'effet Hall-Petch inverse. Cependant, les mesures directes du taux de fluage ont exclu cette explication [60] [61].

Les figure III-31 et Figure III-32 ci-dessous montrent l'évolution de l'intensité de la "bosse" située aux alentours de 15° , avec la teneur en cobalt. Cette évolution est en faveur d'une augmentation de désordre localisé (ou ordre chimique à courte distance) du à l'augmentation de nombre de paires proches voisins.

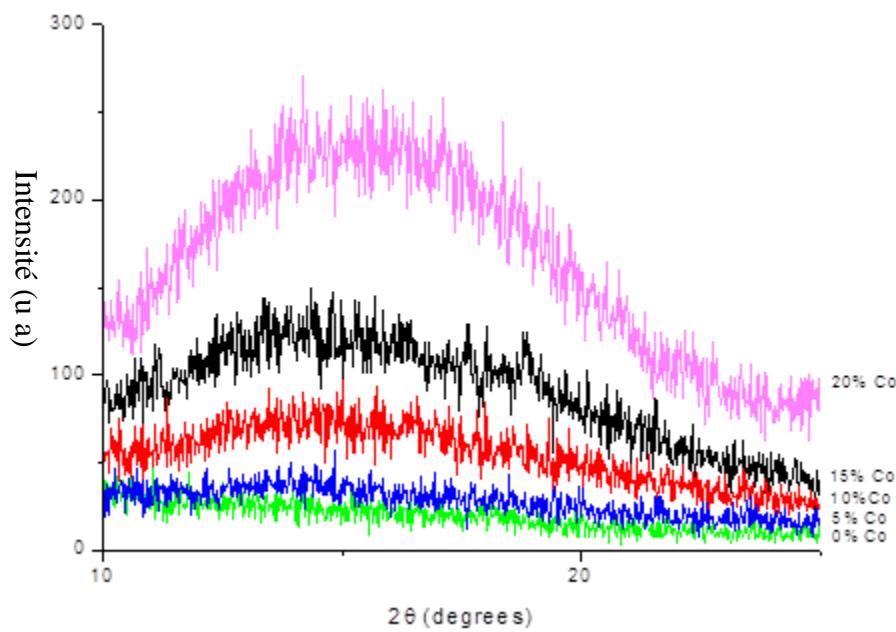


Figure III-31 Evolution de l'intensité de la bosse.

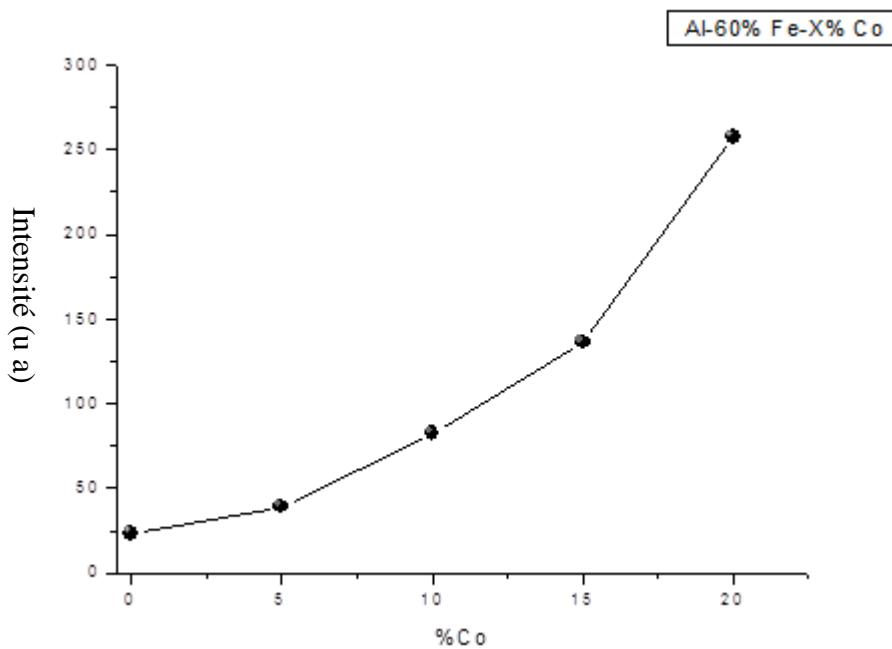


Figure III-32 Variation de l'intensité relative avec la teneur en cobalt.

III-4-5. CONCLUSION

L'analyse des principaux résultats expérimentaux issus de la présente étude conduit à une solution solide étendue dans les films pulvérisés contre alliages liquides trempé et le renforcement mécanique significatif de l'aluminium au moyen de fer, essentiellement due à une combinaison des effets de solution solide et affinement de granulométrie. Le changement de pente du paramètre du réseau qui se produit à 20% de Fe dans un alliage en vrac peut indiquer que la transition CC-à-CFC peut se produire entre 30% et 40% Fe. La micro dureté d'alliage massif est liée à l'effet néfaste du fer sur la ductilité. L'augmentation en gaussienne de la dureté des alliages à mesure qu'augmente la teneur en Fe est expliquée par la phase intermétallique Al_3Fe et de formation de la phase Al_2Fe . Ces phases se trouvent dans une structure eutectique semblable sur une plage de compositions large, tandis que dans le cas des dépôts Al-Fe, la micro dureté intrinsèque des films minces augmente d'une manière parabolique en fonction de la teneur en fer. Deux principales hypothèses plausibles ont été avancées pour expliquer l'écart par rapport à la relation de Hall-Petch. : Tout d'abord dans le régime HPR, les caractéristiques cristallographiques à l'intérieur des grains régissent le comportement plastique des poly-cristallites ; tandis que dans le régime IHPR, les joints de grains dominent le comportement plastique.

Références Chapitre III

- [1] H. Xiao, I. Backer: *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 43, 1995, No. 1, p. 391-396
- [2] J. N. Barbier., N.Tamura, J.-L Verger-Gaury: *Journal of Non CrystallineSolids*, Vol. 153, 1993, No. 172, p. 126-131
- [3] L.Rimlinger; Ph.D Thèse Nancy, (1970).
- [4] W. Feng, Z. Min-Yu, M. Dao-Bin: *Transactions of Non-Ferrous Metals Society of China*, Vol. 20, 2010, No. 10, p. 1885-1891
- [5] L. Yi-Xin et al.: *Journal of Hydrogen Energy*, Vol. 34, 2009, No. 7, p. 2986-2991,
- [6] Z. Yanghuan, et al.: *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 35, 2006, No. 2, p. 277-282
- [7] C. Li-Fang et al.: *Rare Metal Materials and Engineering*, Vol. 35, 2009, No. 3, p.451-455
- [8] W. Xuedong et al.: *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 458, 2008, No. 8, p. 583-587,
- [9] H. Shao et al.: *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 479, 2009, No. 9, p. 409-413,
- [10] J. Sort, J. Nogue, S. Surin, M. D. Baro: *Philosophical Magazine*, Vol. 83, 2003, No. 4, p.439-455,
- [11] S. Sun, C.B. Murray: *Journal of applied Physics*, Vol. 85, 1999, No. 8, p.4325-4331
- [12] S. Kajiwara,S. Ohno, K.Honma: *Philosophical Magazine*, Vol. 63, 1991, No. 4, p. 625-644,
- [13] T.Krenke et al.: *Physical Review B*, Vol. 72, 2005, No. 1, 014412-01442,
- [14] J. Y. Huang et al.: *Nanostructured Materials*, Vol. 6, 1995, No. 5-8, p. 723-726,
- [15] H.Xiao, I.Backer; *ActaMetall.Mater.*, 43, 391 (1995).
- [16] R.S.Diehm, D.E.Mikkola; *Mater.Res.Soc.Symp. Proc.*, System, 81, 329 (1987).
- [17] M.Palm, G.Sauthoff; *Intermetallics*, 12, 1345 (2004).
- [18] U.R.Kattner, T.B.Massalski (Eds); *Binary alloy phase diagrams*,Materials Park:ASMInt., 1, P147 (1990).
- [19] I.Iglessis; *DoctoratThèse*, Nancy, June (1976).
- [20] N.Boukhris, S.Lallouche, M.Y.Debili;M.DraissiaEPJAP, 45(03), 30501 (2009).
- [21] M.Y.Debili, T.H.Loi, C.Frantz; *Rev.Metall.*, 29, 1501-1509 (1998).
- [22] R. D. Arnell, R. I. Bates,Vacuum, 43 (1992), 105

- [23] T. Uesugi, Y. Takigawa, K. Higashi, *Mat. Sci. Forum.*, 561–565 (2007), 997
- [24] F. Sanchette, T. H. Loï, A. Billard, C. Frantz, *Surf. Coat. Technol.*, 57 (1993), 179
- [25] S. Lallouche, M. Y. Debili, *Proceedings of the 14th European Microscopy Congress*, Aachen, Germany, 2008, 183–184
- [26] M. Y. Debili, *Thèse de doctorat d'état Annaba Juin 1998.*
- [27] M. Y. Debili, *Proc. of the 10th Inter. coll. of French microscopy society, Grenoble, 2007*, 627–641
- [28] D. Wu, J. Zhang, J. C. Huang, H. Bei, T. G. Nieh, *Scripta Mater.*, 68 (2013), 118–121
- [29] S. Yip, *Nature*, 391 (1998), 532
- [30] J. Schiotz, F. D. Di Tolla, K. W. Jacobsen, *Nature*, 391 (1998), 561
- [31] H. Bückle, *Met. Rev.*, 4 (1959), 49
- [32] L. M. Pike, I. M. Anderson, C. T. Liu, Y. A. Chang, *Acta Mater.*, 50 (2002), 3859
- [33] L. A. Narayanan, F. H. Samuel, J. E. Gruzeleski, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 26 (1995), 2161–2173
- [34] L. A. Narayanan, F. H. Samuel, J. E. Gruzeleski, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 25 (1994), 1761–1773
- [35] N. Boukhris, S. Lallouche, M. Y. Debili, M. Draissia, *The European Physical Journal Applied Physics*, 3 (2009), 30501
- [36] A. Guinier, *Théorie et Technique de la radiocristallographie*, 3rd ed., Dunod, Paris 1964, 461
- [37] M. Draissia, M. Y. Debili, *CEJP*, 3 (2005), 395–408
- [38] P. Visuttipitukul, T. Aizawa, H. Kuwahara, *Materials Transactions*, 44 (2003), 2695–2700
- [39] H. Yoshioka, Q. Yan, K. Asami, K. Hashimoto, *Mat. Sci. Eng.*, 134 (1991), 1054–1057
- [40] D. Jang, M. J. Atzmon, *Appl. Phys.*, 93 (2003), 9282
- [41] Y. M. Wang, M. W. Chen, F. H. Zhou, E. Ma, *Nature*, 419 (2002), 912
- [42] A. Misra, M. Verdier, H. Kung, M. Nastasi, J. D. Embury, J. P. Hirth, *Ultrafine Grained Materials*, R. S. Mishra, et al., eds., TMS, Warrendale, PA (2000), 299
- [43] D. A Young: *Phase Diagrams of the Elements*, University of California Press, Berkeley, California, 1991

- [44] T. Schenk et al.: *Europhysics Letters*, Vol 65, 2004, No. 1, p. 34–40
ActaMetallurgicaSlovaca, Vol. 20, 2014, No. 1, p. 50-59 59
- [45] F. Delogu: *ScriptaMaterialia*, Vol 58, 2008, No. 2, p. 126–129,
- [46] T. G. Fawcett et al.: *Microstructure Analysis in Materials Science*, Freiberg, June 15 17,
- [47] S.G.E.Velthuis et al.: *ActaMaterialia*, Vol. 46, 1998, No. 15, p. 5223-5228,
- [48] A. Couture: *AFS International Cast Metals Journal*, Vol. 6, 1981, No. 4, p. 9-17
- [49] P. N. Crepau: *AFS Transactions*, Vol. 103, 1995, p. 361-366
- [50] T.O. Mbuya et al.: *International Journal of Cast Metals Research*, Vol. 16, 2003, No.5, p. 451-465
- [51] D.G. Morris, M.A. Morris-Mudoz, *Intermetallics* 7, 1121 (1999)
- [52] M. Kogachi, T. Haraguchi, S.M. Kim, *Intermetallics* 6, 30 (1994)69.
- [53] J. Kansy, in: Proc. 34th Polish Seminar on Positron Annihilation, Ed. K. Jerie, Turawa 2002, p. 179, in 'Help" of the LT-9 computer program.
- [54] Hall EO. Proc. 1951. p. 747
- [55] Petch NJ. J. 1953. p. 25.
- [56] Li JCM. Trans. AIME. 1963. p. 239
- [57] Conrad H. In: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*. Thomas G., Washburn J., editor. Interscience, New York; 1963. p. 299.
- [58] Thompson AW, Baskes MI, Flanagan WF. *Acta Metall.* 1973. p. 1017.
- [59] A.H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter, *Scripta Metall.* 23 (1989) 1679-).
- [60] G.W. Nieman, J.R. Weertman, and R.W. Siegel, *Scripta Metall. Mater.*, 24, 145 (1990).

Conclusion générale

Les principaux résultats de la présente thèse sont les suivants : Des changements structuraux drastiques et significatifs se produisent par addition de cobalt entre 5% et 20% au système d'alliages Fe-Al B2 ordonné commandé par fusion par induction à haute fréquence, Comme le révèle l'analyse DSC et la diffraction des rayons X. Une séparation de phase de HCP et de FCC Cobalt qui peut être une contribution à l'amélioration du diagramme de phase ternaire est mise en évidence pour la première fois dans tous les Fe-Al-Co ternaires étudiés élaborés par fusion à haute fréquence avant solidification à température ambiante.

Comme nous pouvons recueillir de notre discussion, les principaux résultats sont les suivants : La précipitation de Al_6Fe comme phase métastable dans l'alliage brut est une preuve de l'efficacité du procédé pour produire des composés nouveaux ou non prévus par le diagramme de phases.

La dureté des alliages Al-Fe peut être augmentée par une augmentation de la teneur en Fe. Les valeurs de dureté trouvées dans ce travail sont bien au-delà des valeurs qui ont, jusqu'à présent, été trouvés. Comme on l'a souligné, la dureté croissante des alliages comme les augmentations du contenu de Fer est expliqué par la formation de phase intermetallic Al_3Fe ou Al_2Fe . Ces phases se trouvent dans une structure eutectique semblable presque sur toute la gamme de composition.

L'analyse des principaux résultats expérimentaux issus de la présente étude ont également conduit à une solution solide étendue dans les films pulvérisés contre liquides trempé alliages et le renforcement mécanique significatif de l'aluminium au moyen de fer, essentiellement due à une combinaison des effets de solution solide et affinement de grain. Le changement de pente de la courbe du paramètre de de réseau qui se produit à 20% de Fe dans un alliage brut peut indiquer que la transition CC-à-CFC peut se produire entre 30% et 40% Fe. La microdureté d'alliage brut est liée à l'effet néfaste du fer sur la ductilité. L'augmentation en gaussienne de la dureté des alliages à mesure qu'augmente la teneur en Fe est expliquée par la phase intermétallique Al_3Fe et par formation de la phase Al_2Fe . Ces phases se trouvent dans une structure eutectique semblable sur une plage de compositions large, tandis que dans les dépôts Al-Fe, la microdureté intrinsèque des films minces augmente d'une manière parabolique en fonction de la teneur en fer.