



Faculté des Sciences
Département de Physique

Année 2008

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

**ETUDE MICROSTRUCTURALE DES
ALLIAGES ALUMINIUM-FER**

Option: Matériaux Métalliques Emergents

Par

Abdelhak Fekrache

DIRECTEUR DE MEMOIRE : Mohamed Yacine Débili Professeur Université d'Annaba

DEVANT LE JURY:

Président:

Bouzabata Bouguerra

Professeur

Université Badji Mokhtar d'Annaba

Examineurs:

Draissia Mohamed

Maître de Conférence

Université Badji Mokhtar d'Annaba

Benabdeslem Mohamed

Maître de Conférence

Université Badji Mokhtar d'Annaba

Résumé

Cette étude a permis de caractériser plusieurs alliages Al-Fe de différentes compositions en fer élaborés par fusion haute fréquence. Différentes phases métastables ont pu être identifiées à l'état brut aux cotés des phases déjà prévues par le diagramme d'équilibre.

Le degré d'ordre à grande distance et le facteur de température ont également été déterminés.

Les mesures de microdureté Vickers montrent un maximum prononcé vers 50% poids Al, ce qui est en faveur d'un effet de durcissement combiné mettant en jeu le durcissement de solution solide et le durcissement par précipitation.

L'analyse par diffraction des rayons x des quatre échantillons Al-74wt %Fe Al-60wt%Fe brut et Al-74wt%Fe, Al-60wt%Fe traités indique qu'il y a une phase ordonnée. Nous avons pu observer des raies de diffraction correspondant à la structure ordonnée B_2 (C.C, $a_{B_2}=0.289\text{nm}$) en plus d'autres raies correspondant à la phase d'équilibre stable Al_2Fe .

Abstract

This study allowed characterizing several Al-Fe alloys of various compositions of iron produced by high frequency fusion. Different metastable phases could be identified in as solidified state as already predicted by the equilibrium phase diagram.

The long range degree of order and the temperature factor were also determined.

Measurements of Vickers microhardness show a marked maximum towards 50% weight Al, which is in favour of an effect of combined hardening bringing into play hardening of solid solution and artificial ageing.

The analysis by x-ray diffraction of four samples Al-74wt %Fe ,Al-60wt%Fe as-solidified and Al-74wt%Fe, Al-60wt%Fe heat treated indicates that there is an ordered phase. We could observe lines of diffraction corresponding to the ordered structure B_2 (C.C, $a_{B_2} = 0.289\text{nm}$) in addition to other lines corresponding to the stable equilibrium phase Al_2Fe .

المخلص

هذه الدراسة تسمح لنا بتشخيص عدة خللّات للألمنيوم و الحديد بمختلف التراكيب من الحديد منتجاً بواسطة الصهر ذو التواتر العالي. يمكن لنا أن نتعرف على عدة أطوار غير مستقرة في الحالة الخام في جانب الأطوار المذكورة من قبل في منحنى التوازن.

معامل النظام لمسافات بعيدة و معامل الحرارة أيضاً قد حسبا.

قياسات الصلابة الدقيقة لفيكس توضح وجود قيمة قصوى تظهر في النسبة 50 بالمائة كتلية من الحديد، و هذا يتأتى بفضل تأثير عملية تصليب مؤلفة تضع في الحسبان التصليب بواسطة المحلول الصلب و التصليب بالترسيب.

التحليل بواسطة انكسار الأشعة السينية للأربع عينات من الخليط (الألمنيوم، حديد) ذات النسب التالية 74 و 60 بالمئة من الحديد في الحالة الخام و 74 و 60 بالمائة من الحديد في الحالة المعالجة حرارياً يدلنا على وجود طور منظم باستطاعتنا مشاهدة خطوط الانكسار الموافقة للبنية المنظمة الألمنيوم حديد من نوع مكعب ممرکز ذو عامل البنية $\alpha = 0.289$ ن م زائد خطوط انكسار أخرى موافقة لطور التوازن المستقر ألمنيوم حديد.

Dédicace

Je dédie ce travail :

A

Mes chers parents

Mes frères

Toute ma famille

Tous mes amis.

REMERCIEMENTS

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

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

Je tiens à témoigner ma reconnaissance aux membres du Jury:

A monsieur BOUGUERRA BOUZABATA, Professeur en physique à l'université de Annaba et directeur du laboratoire (LM2S) pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance de mémoire de magister. Je tiens à le remercier pour le support technique et les discussions fructueuses.

Je remercie monsieur MOHAMED DRAISSIA maître de conférence en physique à l'université de Annaba d'avoir accepter d'examiner mon mémoire.

Je remercie monsieur MOHAMED BENABDESSLAM maître de conférence à l'université de Annaba d'avoir accepter de faire partie du jury et d'examiner mon mémoire de magister.

Je tiens à remercier également les membres de notre équipe de recherche, l'équipe administrative du département de physique ainsi que tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

En fin, je remercie ma famille pour le soutien qu'elle m'a apporté durant toute la période de réalisation de ce travail.

Liste des Tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau I-1	TableauI-1-Catégories d’alliages trempant et non trempant	5
Tableau I.2	Tableau.I-2-Classement des alliages d’aluminium	6
Tableau II-1	Tableau II-1- : Les pourcentages en masse et en atome de l’aluminium et de fer dans nos alliages	31

Listes des figures

Figure	Titre	Page
I-1	Formes d'alliage homogène a- alliage désordonné b- alliage ordonné	2
I-2	Types des solutions solides a- solution solide interstitielle b- Solution solide par substitution	2
I-3	Schéma représente la forme d'un précipité dans une matrice désordonnée	3
I-4	a, b et c simulation de la croissance dendritique- d- Observation	10
I-5	Les trois étapes de formation d'un grain dendritique	11
I-6	Représentation de deux zones de cristallisations basaltiques perpendiculaires	13
I-7	Forme d'un matériau des grains poly cristaux	14
I-8	Orientation des deux grains de différente cristallisation	14
I-9	Eutectique mixte A- Baguettes des cercles et ellipses b- baguettes ellipses	17
I-10	Le dépôt proeutectique d'un alliage de forme A_mB_n	17
I-11	Un noyau de phase A entouré par de la phase C	18
I-12	Diagramme d'équilibre d'un alliage binaire A-B eutectique, b- Dendrites proeutectiques, formées jusqu'à T_E	19
I-13	Diagramme d'équilibre d'un matériau AB montre la naissance d'une nouvelle phase	20
I-14	Cassures intergranulaires d'une structure cellulaire	21
I-15	Photo microscopique d'une structure aciculaire et tubulaire	22
I-16	Diagramme de phase de l'alliage Al-Fe	23
I-17	La maille élémentaire de la phase ordonnée B_2	26
I-18	La maille élémentaire de la phase ordonnée DO_3	26

I-19	Variation du paramètre d'ordre des alliages fer-aluminium sans et avec addition de Cr, Nb, Si et B	27
I-20	Vecteurs de déplacement des APB dans la structure B2 (a) et D03 (b)	28
I-21	Domaines d'antiphases : APD-B2 (a) et APD-D03 dans du Fe ₃ Al (b), APD dans du Cu ₃ Au (c)	29
II-1	A- Photo réel d'un inducteur B- principe de courant de Foucault	33
II-2	Schéma d'un flux axial d'un courant de Foucault	34
II-3	Schéma d'un microduromètre de Vickers de type ZVP	37
II-4	microscope optique utilisée pour l'observation métallographique	38
III-1	Diagramme des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-10%poids Fe (Al-5.09at%Fe) brut	41
III-2	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-10%poids (Al- 5.09%at Fe) traité	42
III-3	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-20%poids Fe(Al-10.78at%Fe) brut	44
III-4	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-20%poids Fe(Al-10.78at%Fe) traité	45
III-5	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-30%poids Fe (Al-17.16% at Fe) brut	47
III-6	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-30%poids Fe (Al-17.16% at Fe) traité	48
III-7	Température d'apparition de l'eutectique en fonction de la vitesse de refroidissement	49
III-8	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-50%poids Fe (Al-32.52%at Fe) brut	50
III-9	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-50%poids Fe (Al-32.52%at Fe) traité	51

III-10	Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Al-60%poids Fe (Al-42.04at%Fe) traité	52
III-11	Micrographie optique des alliages Al-74%poids Fe (A) Brut (B) Traité	53
III-12	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-74%poids Fe (Al-57.91at%Fe) brut (B2-FeAl).	54
III-13	Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-74% poids Fe (Al-57.91%at Fe) traité	55
III-14	Relation entre $\ln I_{hkl}$ et $[\sin\theta/\lambda]^2$ dans l'échantillon Al-60% poids Fe traité	57
III-15	Relation entre $\ln I_{hkl}$ et $[\sin\theta/\lambda]^2$ dans l'échantillon Al-74%poids Fe brut	57
III-16	Evolution du paramètre cristallin de l'aluminium en fonction de la teneur en fer à l'état brut et à l'état traité	59
III-17	Variation du paramètre cristallin avec la teneur en fer des plusieurs cas.	60
III-18	Evolution du paramètre cristallin du Fer en fonction de la teneur en fer :a)- état brut b)- état traité	61
III-19	Micrographies optiques montrant les empreintes faites par l'indentation Vickers des échantillons a-Al-30%poids Fe b- Al-20wt%Fe	62
III-20	Courbe de variation de la microdureté avec les différentes compositions des alliages Al-Fe: à l'état brut et à l'état traité	63
III-21	Courbe de variation de la microdureté des compositions englobant l'alliage Al-50%poids Fe : à l'état brut et à l'état traité	63

Introduction générale

Introduction générale

Les alliages d'aluminium ont récemment fait l'objet d'un nombre important d'études. D'excellentes propriétés mécaniques combinées à une densité relativement faible en font une classe d'alliage promise à un grand avenir dans une large gamme d'applications.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'étude structurale de quelques alliages Al-Fe obtenus par solidification sous induction haute fréquence HF.

Le premier chapitre est divisé en trois parties. Dans la première, on se propose d'étudier plus particulièrement quelques uns des aspects généraux ayant trait à l'aluminium et ses alliages. Dans la deuxième partie, une attention particulière est portée sur l'étude de quelques aspects fondamentaux de la solidification des alliages et en particulier des alliages d'aluminium. La troisième partie est consacrée aux différentes phases aussi bien stables que métastables susceptibles d'apparaître dans les alliages Al-Fe.

Le deuxième chapitre est réservé à la présentation des techniques expérimentales de caractérisation employées dans cette étude.

Le chapitre trois, met en exergue les évolutions microstructurales des différents alliages $\text{Al}_{1-x}\text{Fe}_x$ à l'état brut et après traitement thermique à 500°C. (Métallographie, microdureté, degré d'ordre à longue distance, paramètre cristallin...)

Chapitre I
Etude bibliographique

I-1-Alliage :

Un alliage est un mélange de deux ou plusieurs métaux purs. Il peut être binaire, ternaire ou quaternaire selon qu'il renferme deux, trois ou quatre éléments d'addition [1]. On distingue deux types d'alliages :

I-1-1- 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).

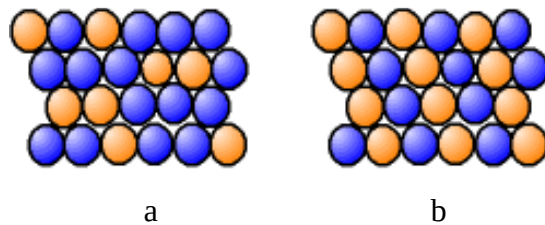
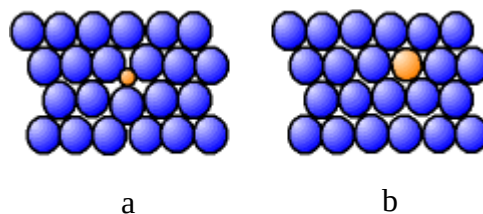


Fig-I-1- Formes d'alliage homogène a- alliage désordonné b- alliage ordonné

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.



**Fig-I-2- Types des solutions solides a- solution solide interstitielle
b- Solution solide de substitution**

I-1-2- 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 appelés «précipités».

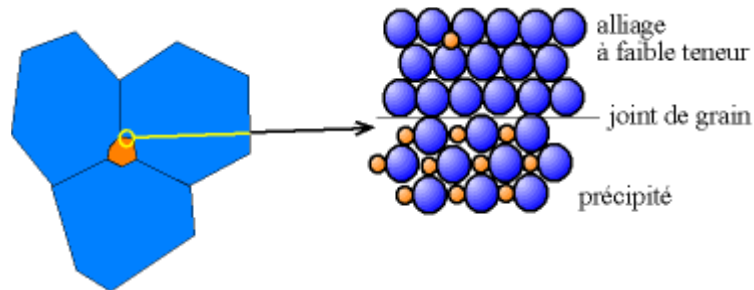


Fig-I-3- Schéma représentant la forme d'un précipité dans une matrice désordonnée

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-2-L'aluminium et ses alliages :

I-2-1-Principales caractéristiques de l'aluminium :

En tonnage, la production d'aluminium ne représente que 2 % environ de celle des aciers. Cependant, ce métal et ses alliages arrivent en seconde position pour l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable [2].

I-2-1-1-Masse volumique :

La masse volumique de l'aluminium est de 2700 kg/m^3 . L'utilisation de l'aluminium s'impose donc dans les domaines de la construction aéronautique et du transport.

I-2-1-2-Résistance à la corrosion :

Grâce à la couche d'oxyde qui se forme en surface, les alliages d'aluminium résistent à la corrosion. On peut rendre cette couche protectrice d'oxyde plus épaisse par anodisation. L'aluminium et ses alliages peuvent alors être utilisés sans protection supplémentaire comme revêtements extérieurs de bâtiments. Par contre, dans les milieux corrosifs, les alliages d'aluminium peuvent subir les effets de la corrosion. Des piqûres, de la corrosion sous contrainte, de la fatigue corrosion, voire de la corrosion généralisée peuvent se développer. Pour des conditions données, la sévérité de l'attaque dépend de l'alliage utilisé et de son état.

I-2-1-3-La conductibilité électrique :

La conductibilité électrique de l'aluminium commercialement pur atteint 62 % de celle du cuivre. Par ailleurs, la masse volumique du cuivre est plus élevée que celle de l'aluminium. Un conducteur en aluminium, dont la masse est inférieure à celle d'un conducteur en cuivre, s'échauffe moins.

I-2-1-4-Propriétés mécaniques :

L'aluminium commercialement pur possède, à l'état recuit, des propriétés mécaniques faibles. On peut toutefois améliorer considérablement ces propriétés par écrouissage, addition d'éléments d'alliage ou traitements thermiques, selon les cas. L'aluminium et ses alliages ont une structure cristalline cubique à faces centrées. Ils font donc preuve, à l'état recuit, d'une excellente ductilité à toute température.

I-2-1-5-Propriétés de mise en forme :

L'aluminium a une température de fusion relativement basse, d'environ 660°C. Il en résulte une facilité de fusion qui présente un avantage certain pour les opérations de fonderie. L'aluminium est très ductile, on peut aisément le mettre en forme à l'état solide, par déformation plastique.

Les alliages peuvent être mis en forme selon deux techniques.

-Mise en forme par corroyage.

Elle concerne les demi-produits et les produits finis. On travaille par déformation à chaud des lingots, des billettes ou des brames de coulée continue.

-Mise en forme par fonderie

Pour les alliages corroyés, une distinction est faite entre les alliages non trempants et les alliages trempants.

Catégorie d'alliages	Méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques
non trempant	addition d'éléments en solution solide, présence de secondes phases dispersées, écrouissage
trempant	durcissement structural

Tableau-I-1- Catégories d'alliages trempant et non trempant

I-2-2-Les familles d'alliages d'aluminium :

Suivant des principaux éléments d'addition (le chrome, le cuivre, manganèse, le fer) on peut regrouper les alliages d'aluminiums en plusieurs familles, pour chaque famille un code numérique à quatre chiffres, dans lequel l'élément d'alliages prédominant est cité.

Série	Elément d'addition principale
1000	Aluminium non allié > 99%
2000	cuivre
3000	manganèse
4000	Silicium
5000	magnésium
6000	Magnésium-silicium
7000	Zinc
8000	Lithium et autre

Tableau.I-2-Classement des alliages d'aluminium [2].

I-2-3-Les alliages sans traitement thermique :

Avec ces alliages, le durcissement est obtenu par l'effet combiné des éléments d'addition -durcissement par solution solide- et de l'écrouissage. De plus, en combinant l'effet de durcissement par écrouissage et l'effet d'adoucissement par traitement de restauration ou de recuit, on obtient pour chaque alliage, une plage étendue de dureté allant de 0 à plasticité maximale et résistance mécanique minimale, jusqu'à l'état extra dur à résistance maximale mais plasticité minimale[3]. Les principaux alliages appartenant à cette catégorie sont les alliages des séries 1000, 3000 et 5000.

I-2-4-Les alliages à traitement thermique ou durcissement structural :

Principalement on retrouve la série 2000 (Al-Cu et Al-Cu-Mg), la série 6000 (Al-Mg-Si) et la série 7000 (Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu).

I-2-4-1-Série 2000 (Al-Cu et Al-Cu-Mg) :

Les teneurs en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 6,3 % et, quand ils en contiennent, leurs teneurs en magnésium varient de 0,5 à 1,5 %. Le durcissement structural de ces alliages, qui est dû à la précipitation de formes transitoires des composés d'équilibre CuAl_2 et CuMgAl_2 , leur confère d'excellentes propriétés mécaniques. L'addition de silicium et de manganèse, à des teneurs inférieures à 0,8%, favorise la formation de composés quaternaires qui, par dispersion, améliorent les propriétés de la matrice [4]. Par contre, la présence de fer est souvent nuisible, car, à cause de la formation de Cu_2FeAl_7 , le fer diminue la quantité de cuivre nécessaire au durcissement structural ; cependant, si, en plus du fer, on ajoute du nickel, il y a formation du composé Al_9FeNi , qui confère à l'alliage une bonne tenue mécanique Jusqu'à 230°C (c'est le cas de l'alliage 2618 utilisé pour la fabrication des moteurs à turbine et des structures d'avions supersoniques). Signalons que les alliages de la série 2000 font preuve d'une résistance médiocre à la corrosion, à l'état trempé et vieilli, à cause de la présence de précipités cathodiques par rapport à la matrice. Par ailleurs, ces alliages sont difficilement soudables ; en effet, puisque les zones adjacentes aux cordons de soudure subissent un recuit lors du cycle thermique imposé par le soudage, leurs propriétés mécaniques s'en trouvent considérablement affaiblies.

I-2-4-2-Série 6000 (Al-Mg-Si) :

Le durcissement structural des alliages d'aluminium de la série 6000 est dû à la formation du composé Mg_2Si . Quand la totalité du magnésium et du silicium se combine pour former du Mg_2Si , le rapport massique Mg/Si est égal à 1,73. Pour la plupart de ces alliages, ce rapport est respecté ; on rencontre parfois un excès de silicium (cas de la nuance 6070 par exemple), ce qui améliore les propriétés mécaniques, au détriment cependant de la résistance à la corrosion. Certains alliages comportent en outre des additions de manganèse (< 0,8 %) et de chrome (< 0,3 %),

qui ont pour effet d'augmenter leur résistance mécanique et leur ténacité, et d'affiner la taille des grains. L'addition de cuivre améliore également les propriétés mécaniques de ces alliages, mais on limite sa teneur à 0,5 %, car il diminue leur résistance à la corrosion.

Si ces alliages possèdent des propriétés mécaniques moyennes par rapport aux autres alliages d'aluminium à durcissement structural, ils ont toutefois une excellente aptitude à la mise en forme à chaud (filage, forgeage, etc.) et une bonne soudabilité ; par ailleurs, leur comportement aux basses températures est fort acceptable, mais leur résistance à chaud est limitée (au-dessous de 150°C). Enfin, ils font preuve d'une excellente résistance à la corrosion atmosphérique, tout en étant insensibles à la corrosion sous tension.

I-2-4-3-Série 7000 (Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu).

De tous les alliages d'aluminium, ceux de la série 7000 présentent, après traitements thermiques, les propriétés mécaniques les plus élevées. Leur teneur en zinc varie de 4 à 8 % et celle en magnésium, de 1 à 3 %. Leur durcissement structural est dû principalement à la précipitation de formes transitoires (zones GP) du composé $MgZn_2$. L'addition du cuivre, jusqu'à des teneurs de 2%, durcit ces alliages par solution solide et par précipitation ; par ailleurs, la présence de cuivre dans les zones GP augmente leur stabilité à chaud. Le cuivre diminue toutefois la trempabilité, la soudabilité et la ténacité des alliages Al-Zn-Mg [5]. Le chrome (< 0.3 %) améliore leur résistance à la corrosion sous tension. En plus d'avoir des propriétés mécaniques remarquables, les alliages de la série 7000 se prêtent facilement aux traitements thermiques en raison de leur grand intervalle de températures de mise en solution, de leur bonne trempabilité (on peut parfois effectuer la trempe à l'air) et de leurs températures de vieillissement relativement basses (de la température ambiante à 160°C). Grâce à cet ensemble de propriétés, les caractéristiques des joints soudés peuvent rester voisines de celles du métal de base. La soudabilité de ces alliages, favorisée par la présence de zirconium, reste moyenne.

Enfin, le principal inconvénient des alliages de cette série est leur faible résistance à chaud, dès que la température de service dépasse 120°C.

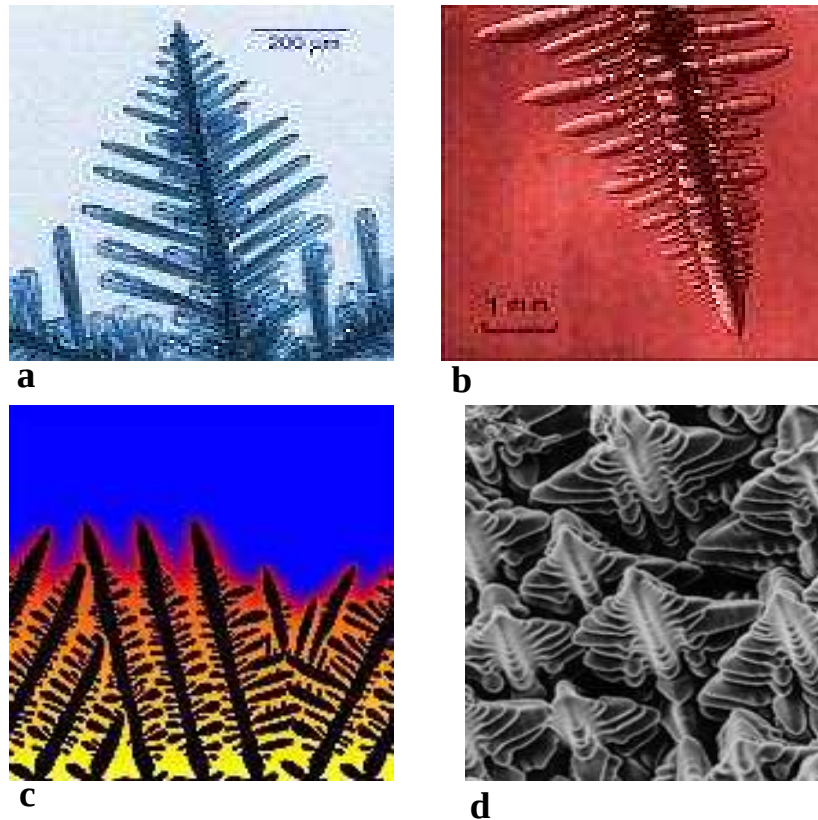
I-3-Solidification des alliages [6] :

En général les composés chimiques qui cristallisent à partir des solutions se déposent sous forme de cristaux limités par des faces planes plus ou moins parfaites; ce mode de cristallisation est en relation directe avec leur structure cristalline, il est bien connu que certains cristaux cubiques forment de très beaux polyèdres octaédriques.

Dans des conditions de cristallisations normales les métaux et leurs alliages présentent exceptionnellement ce mode de cristallisation. On observe dans ce cas un mode de cristallisation appelé dendritique.

Dans ce mode de croissance un germe qui a pris naissance dans un "liquide mère" se développe exclusivement selon certaines directions qui correspondent à des directions cristallographiques privilégiées du réseau cristallin.

On obtient ainsi des formes arborescentes qui rappellent les branches d'une fougère. Ce sont des dendrites. On dit que les métaux et leurs alliages, dans les conditions normales, cristallisent sous forme dendritique ; par contre certains composés définis intermétalliques se déposent sous forme de cristaux limités par des faces planes. Les figures I-4 et I-5 présentent des exemples de dendrites.



**Figure I-4-a, b et c simulation de la croissance dendritique-
d-Observation**

I-3-1-Modes de cristallisation des métaux et de leurs solutions solides :

Les métaux se développent donc sous forme de dendrites. Nous allons étudier maintenant ce processus.

I-3-1-1-Cristallisation dendritique :

La cristallisation dendritique (dans le cas d'un cristal de symétrie cubique par exemple) procède du mécanisme suivant: croissance de branches primaires puis secondaires et ainsi de suite.

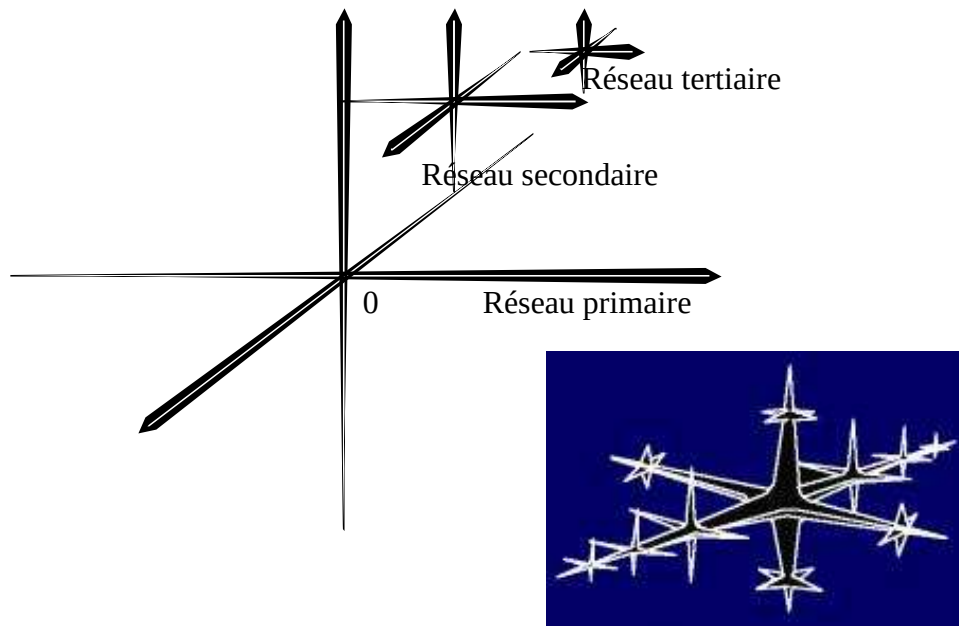


Figure-I-5- Les trois étapes de formation d'un grain dendritique

Il se forme tout d'abord un germe (0) quelconque puis, à partir de ce germe, le solide se dépose selon un système d'axes trirectangle. Ce sont les axes primaire de la dendrite ensuite un système d'axes secondaire se superpose au premier, bientôt suivie par un système tertiaire etc.

Ce mode de croissance est favorisé par des refroidissements de type industriels, la direction de croissance privilégiée est celle où se crée localement un phénomène de surfusion constitutionnelle. Ce phénomène se produit en d'autres points de germination au sein de la phase liquide et ne s'achève que lorsqu'il n'y a plus de liquide pour alimenter la cristallisation. Les systèmes d'axes varient évidemment de l'un à l'autre des germes (Figure I-6) puisque les germes initiaux étaient orientés au hasard.

Au bout d'un certain temps les ramifications des dendrites voisines se rejoignent; leur développement est alors gêné par les voisins ; ces axes arrêtent la croissance mais le développement d'axes supérieur se poursuit jusqu'au remplissage complet de l'espace existant entre les premiers rameaux.

Comment peut-on mettre en évidence ce mode de cristallisation ? Il est un fait que, dans le cas d'un alliage monophasé, on n'observe pas après solidification de dendrites mais plutôt une mosaïque de grains polygonaux.

Le faciès de développement dendritique a pu être mis en évidence dans les lingots. Dans la zone sujette à retassure (partie supérieure du lingot) le développement s'arrête au moment où il n'y a plus de liquide, donc les dendrites qui étaient en cours de croissance ne baignent plus dans le liquide; son développement est interrompu, c'est ce qui rend possible son observation.

Dans le cas de la solidification d'un alliage hypo ou hyper eutectique (qui sera étudié plus loin), une attaque chimique convenable permet d'observer le dépôt proeutectique qui est de nature dendritique.

I-3-1-1-a-Morphologies des grains :

Dans un tel mode de cristallisation on conçoit très bien que les limites des grains ne soient pas des faces cristallines car elles sont délimitées par les limites des grains voisins. Les grains peuvent être équiaxes ou orientés.

Grains équiaxes :

La distribution des germes est uniforme, la vitesse de cristallisation est la même dans les trois directions de l'espace. On obtient alors des polyèdres réguliers et identiques, chaque grain étant formé par une dendrite et chaque dendrite étant semblable à sa voisine. Ceci a lieu quand le refroidissement à partir du liquide se produit très lentement et en condition isotherme pour toute la masse de l'alliage. En réalité ces conditions ne sont jamais entièrement remplies et les polyèdres sont variables en forme et en grandeur.

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

cette structure est dite basaltique. La zone de rencontre entre deux cristallisations basaltiques constitue une zone de faiblesse du métal pouvant entraîner l'apparition de criques et rupture (en particulier dans le travail à chaud éventuel).

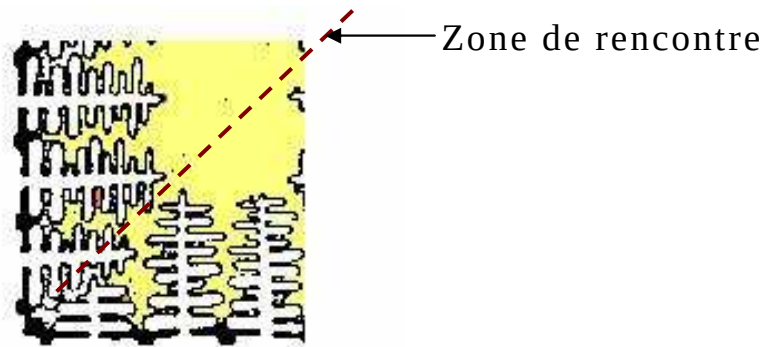


Figure-I-6-Représentation de deux zones de cristallisations basaltiques perpendiculaires

Mise en évidence des grains :

Après cristallisation on ne met jamais en évidence des grains du métal sans une préparation convenable. Chaque grain étant formé de dendrites d'orientations différentes, une attaque chimique permet de révéler ces orientations et par-là, de rendre possible l'examen de ces grains. Un réactif approprié permet de pratiquer une attaque corrosive qui provoque la troncature des grains selon certains de leurs plans cristallographiques. Par exemple, dans le cas du grain 1, dont un axe quaternaire (dans un système cubique) est orienté par rapport au plan de coupe, la corrosion donnera le profil en gravure indiqué (figure I-9).

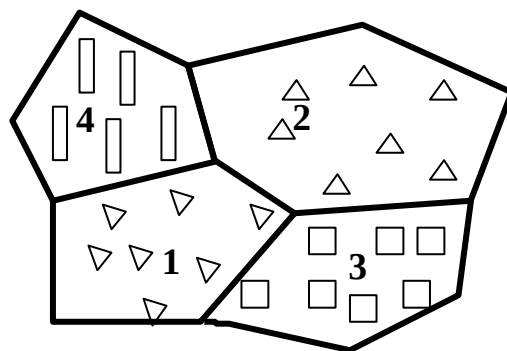


Figure-I-7- Différentes orientations des grains dans la cristallisation dendritique

Par contre pour le grain 2, l'axe étant désorienté par rapport au plan de la préparation le gramme sera différent. La figure sera un triangle et évidemment dans les deux cas les trajets des rayons lumineux lors de l'examen microscopique seront différents.

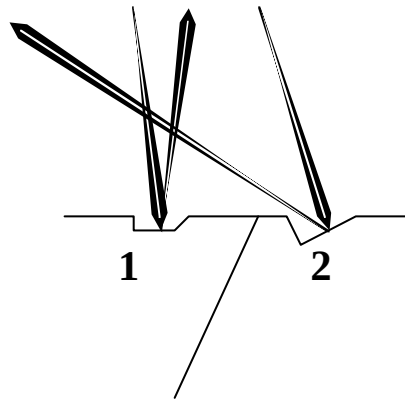


Figure-I-8-orientation des deux grains de différente cristallisation

Grosueur du grain :

La taille du grain dépend des conditions expérimentales qui ont été utilisées pour la croissance du matériau. En première approximation on peut dire que le nombre de grains par unité de volume (ou plus simplement nombre de grains par unité de surface) est fonction de deux paramètres :

- Le nombre des germes n .
- la vitesse de cristallisation V_c .

Selon l'équation suivante :

$$N = \text{Constante} \cdot n / V_c$$

N croit lorsque la vitesse de refroidissement diminue et est très sensible à la présence d'impuretés (centre de germination)

I-3-1-2- Cristallisation des solutions solides :

Le mode de cristallisation d'une solution solide à partir d'un liquide est le même que celui d'un métal pur. Cependant, il y a une différence essentielle qui réside dans le fait que la solidification n'est pas un processus invariant, ce qui entraîne une

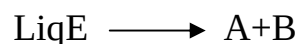
différence de composition entre le germe et les différentes couches qui se sont déposées par la suite : c'est le phénomène de ségrégation. Ce phénomène est très lié à la nature de la solution solide, en fait à la nature du diagramme de phases.

Aspect micrographique des alliages monophasés bruts de coulée

Dans tous les cas envisagés chaque dendrite est hétérogène. Quand on attaque l'échantillon par un réactif chimique, celui-ci, qui est en général un attaquant sélectif pour l'un des deux métaux, fait apparaître la structure dendritique ce qui n'est jamais le cas d'un métal pur. Exemple : Cupronickel brut de coulée, le Cuivre et nickel sont miscible en toutes proportions attaque au FeCl_3 . Les zones où est ségrégée le cuivre apparaît en sombre.

I-3-2-Cristallisation des alliages eutectiques :

Un alliage eutectique est un mélange intime des métaux A et B qui s'est solidifié à une température donnée (variance du système nulle)



Les deux phases, dans le cas d'un dépôt eutectique, ne cristallisent jamais sous forme de dendrites car il s'agit d'une réaction invariante.

L'agrégat eutectique est constitué soit de globules, soit de bâtonnets, soit de petites lamelles (ou plaques) ou parfois d'un mélange de ces formes.

La morphologie d'un eutectique dépend du grossissement auquel on l'observe au microscope. Il existe toujours un grossissement suffisamment faible pour que l'on observe des grains homogènes limités par des joints (plus ou moins visibles). Mais en augmentant le grossissement (200 D à 1500 D selon la nature de l'eutectique), on arrive à distinguer les détails dans le grain : on a résolu l'eutectique.

I-3-2-1-Eutectique lamellaire :

Les deux phases sont sous forme de lamelles. Un grain est donc formé d'une série de lamelles alternées. Dans le grain voisin on retrouve la même structure mais

avec une orientation différente. La largeur des lamelles varie également d'un grain à l'autre, ce qui s'explique par l'orientation des lamelles par rapport au plan de la préparation.

En conséquence également certains grains peuvent être résolus, alors que d'autres ne le sont pas. Eutectiques orientées (cas particulier).

I-3-2-2-Eutectique aciculaire :

L'eutectique est en aiguille ou aciculaire, dans le cas de refroidissements rapides (coulée en coquille par exemple). Dans ce cas, l'une des phases forme des plaquettes ou des aiguilles. La préparation conduit à l'observation d'aiguilles ; on rencontre ce cas pour l'Alpax A.S. 13 (coulée en coquille) où le silicium qui est un non-métal est pratiquement pur dans l'alliage, l'aluminium étant insoluble dans le silicium.

I-3-2-3-Eutectique globulaire :

Dans ce cas les deux phases sont sous forme de globules ou de sphère. A l'intérieur du grain les globules sont alignés. Cependant, ils ne sont pas alignés d'un grain à l'autre. Ce changement d'orientation des lignes fait apparaître la limite entre les grains.

I-3-2-4-Eutectique mixte :

Les deux sont sous forme de baguettes. Ainsi selon l'orientation des grains par rapport au plan de la préparation, on aura des baguettes, des cercles ou des ellipses.



Figure-I-9-Eutectique mixte A- Baguettes, cercles et ellipse B- baguettes, ellipses

I-3-3- Cristallisation des composés définis :

Les composés intermétalliques, dans certains cas, cristallisent selon un faciès polyédrique. Il en est de même des composés covalents présents dans les alliages poly constitués.

On rencontre le plus souvent les formes rhomboédriques ou cubiques.

I-3-3-1- Cas d'un diagramme à maximum :

Si au lieu de considérer l'alliage A_mB_n on considère un alliage X, cet alliage, au cours de sa solidification conduit à l'obtention de :

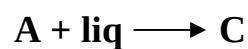
-un dépôt de A_mB_n dans l'intervalle $T_0.T_{E1}$. C'est le dépôt proeutectique



Figure-I-10- Le dépôt proeutectique d'un alliage de forme A_mB_n

I-3-3-2- Cas d'un diagramme avec point de transition :

A la température de ce point la phase du solide qui est un composé défini réagit avec le liquide pour donner un autre composé défini :



A moins que le refroidissement soit très lent, la réaction est incomplète. Aussi il reste un noyau de phase A entouré par de la phase C.

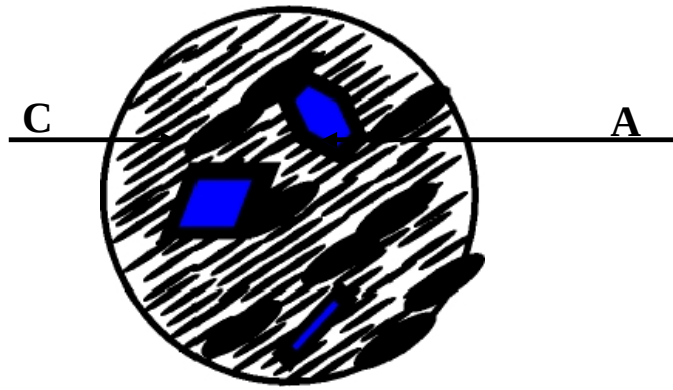


Figure-I-11- un noyau de phase A entouré par de la phase C

I-3-4-Cristallisation des alliages hypoeutectiques ou hypereutectiques :

Le raisonnement qui va suivre est relatif à un alliage hypoeutectique ($X < X_E$). Dans le cas d'un alliage hypereutectique, le raisonnement est exactement le même, seul la nature de dépôt change.

Considérons un diagramme faisant intervenir deux métaux partiellement miscibles à l'état solide. Nous allons envisager le refroidissement de l'alliage de composition $X < X_E$. LA séquence de cristallisation se fait en deux étapes.

Au cours du refroidissement cet alliage donne lieu à deux dépôts successifs.

-A T_1 la solution solide se dépose. Ce dépôt est sous forme de dendrites. Il se poursuit jusqu'à la température T_E . On appelle ce dépôt proeutectique.

A T_E , on est en présence d'un dépôt de phase a baignant dans un liquide de composition X_E . La réaction eutectique survenant à T_E entraîne le dépôt de l'agrégat eutectique sous l'une des formes définies plus haut. Il s'agit en fait d'un mélange de deux phases solides. L'aspect micrographique de l'alliage est donc celui-ci :

- Dendrites proeutectiques, formées jusqu'à T_E .
- Ces dendrites baignent dans un ciment eutectique ($\alpha + \beta$).

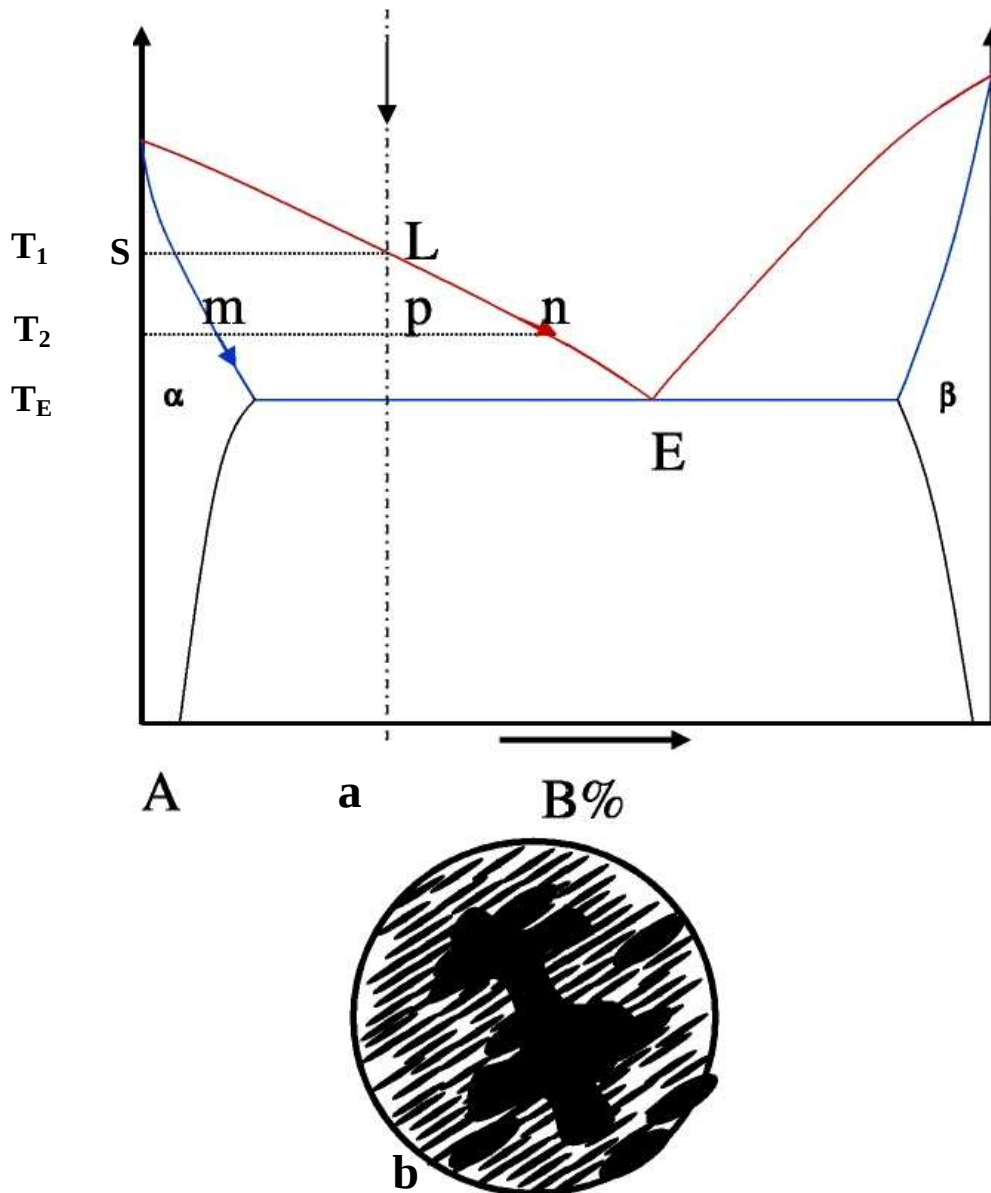


Figure-I-12-a- Diagramme d'équilibre d'un alliage binaire A-B eutectique,

I-3-5-Structure des alliages obtenus par transformation à l'état solide :

Les structures des alliages seraient assez faciles à reconnaître si elles se bornaient aux structures obtenues par solidification. Mais il y a aussi des structures produites par transformations à l'état solide, à l'équilibre ou hors d'équilibre, elles donnent de nombreux alliages utilisés industriellement. Prenons par exemple le refroidissement d'une solution solide qui se décompose au refroidissement. Elle peut se décomposer en une ou deux phases.

I-3-5-1-Une solution solide donne naissance à une nouvelle phase :

La solution solide est stable à haute température mais lorsque la température décroît, elle donne naissance à une autre phase à une certaine température T_0 . Ceci se produit par exemple dans le cas des laitons (diagramme Cu-Zn).

Pour l'alliage de composition X on a la solution solide pour $T > T_0$ et on a les deux phases $\alpha + \beta$ pour $T < T_0$. Au refroidissement la nouvelle phase peut apparaître soit au joint des grains soit à l'intérieur.

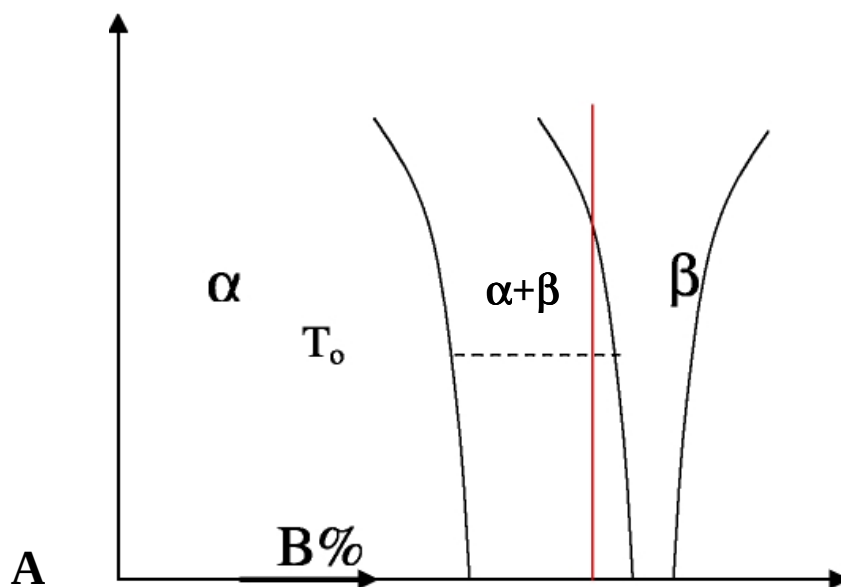


Figure-I-13- Diagramme d'équilibre d'un matériau AB montre la naissance d'une nouvelle phase

I-3-5-1-a-Structure cellulaire :

Même quand la nouvelle phase apparaît aux joints des grains, elle produit une structure cellulaire. Si la phase nouvelle est fragile elle donne sa fragilité intrinsèque à l'alliage ; on aura des cassures intergranulaires.

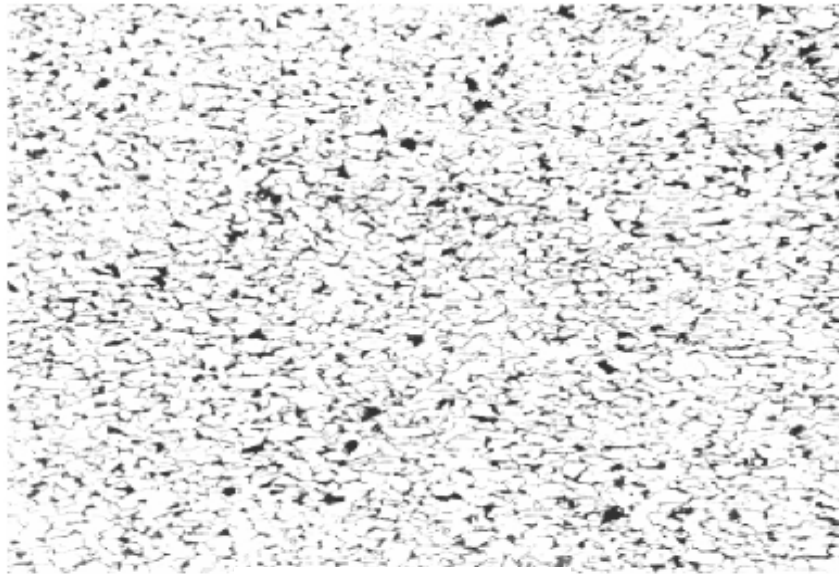


Figure-I-14- Cassures intergranulaires d'une structure cellulaire

I-3-5-1-b-Structures aciculaires et tubulaires :

La précipitation de la nouvelle phase peut se produire également dans le grain. Lorsque la 2^{ème} phase se présente sous forme d'aiguilles la structure est aciculaire.

Elle peut également être sous forme de tables qui donnent des aiguilles sur la coupe. La structure est alors tabulaire.

Lorsqu'une solution solide donne lieu au cours du refroidissement, au dépôt d'une autre phase, ce dépôt s'oriente généralement suivant des directions déterminées parce que la solution solide mère est cristallisée et exerce une action d'orientation. Par exemple lorsque la phase mère est cubique le plan des plaquettes qui s'y forment possède très souvent l'orientation (100) ; c'est à dire qu'il y a 3 orientations possibles entre les quelles se répartissent ces plaquettes à l'intérieur d'un grain de la phase mère.

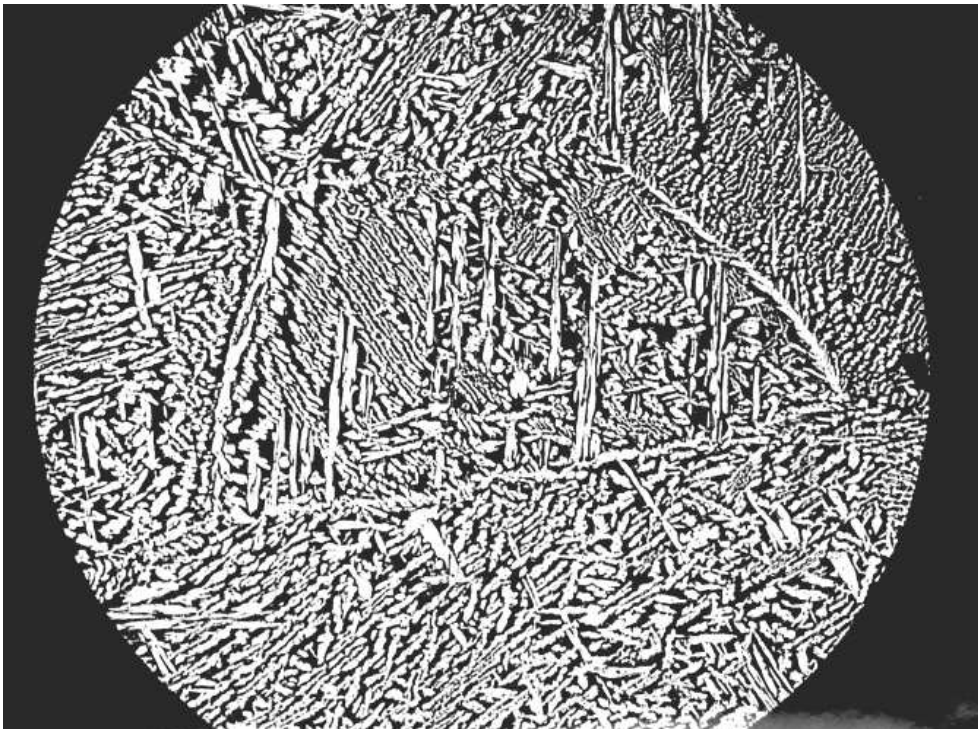


Figure-I-15- Micrographie optique d'une structure aciculaire et tubulaire

I-3-5-2- Une solution solide donne naissance à deux nouvelles phases :

Il arrive souvent dans certains alliages qu'une solution solide se décompose en deux autres phases à une température déterminée (réaction invariante, point eutectoïde) ; un alliage de composition X_S est formé au-dessus de la température T_S de la solution solide γ homogène des deux métaux A et B. A la température T_S , γ se décompose :

$$\gamma_S \quad \alpha_p + \beta_q \quad \longrightarrow$$

Ce cas de décomposition d'une solution solide est différent du précédent. Dans le cas précédent la solution solide laissait déposer une phase à partir d'une certaine température mais la réaction se prolongeait au cours du temps et la phase mère subsistait, c'est à dire que lorsque le dépôt était terminé, il restait encore de la solution solide initiale.

Dans le cas présent γ se détruit complètement pour donner un mélange de 2 nouvelles phases qui peuvent être solutions solides ou des composés

I-4-Les alliages aluminium-fer :

I-4-1-Diagramme d'équilibre Al-Fe :

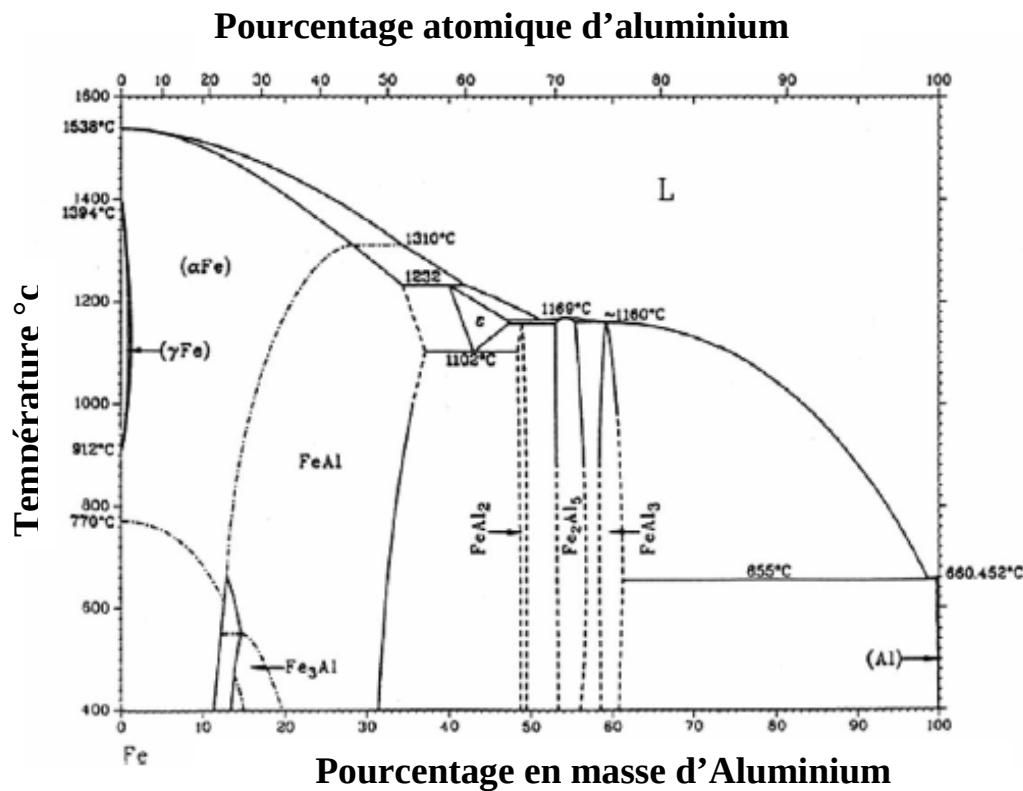


Figure I-16-Diagramme de phase de l'alliage Al-Fe [7]

Le diagramme de phase de l'alliage Al-Fe est compliqué. Pour les alliages de composition atomique et à la température 1068°C la phase A₂ (bcc) désordonnée et paramagnétique est transformée en phase B₂ paramagnétique [8]. À la température 552°C la phase B₂ et la phase A₂ ferromagnétique existent toutes les deux. La structure DO₃ est transformée en structure B₂ cubique à une température inférieure à la température critique (T_c= 550°C)[9].

I-4-2-Ordre à grande distance (OGD) :

Certaines solutions solides dont les compositions types correspondent souvent aux formules AB ou AB₃ se présentent, à basse température, sous la forme de solution solide ordonnée à grande distance [10]. Chaque type d'atome sur un type de sites du

réseau cristallin. Cette séparation des atomes en sous réseaux permet à chacun d'eux d'être entouré préférentiellement d'atomes de l'autre type.

Lorsque les alliages ont exactement un même sous réseaux, l'alliage est « complètement ordonnée à grande distance ». Lorsque la température s'élève, une partie des atomes change de sites, l'alliage est dit « partiellement ordonnée à grande distance » .

I-4-3-Méthode de Warren [11] :(Détermination du paramètre d'ordre S et du facteur de température à partir des rayons x).

Pour déterminer le degré d'ordre S des alliages ainsi que le facteur de température B_i ($i=Al, Fe$) pour un atome (i) on applique la méthode de Warren. Cette estimation s'effectue à partir de mesures des intensités diffractées des rayons x.

Ces paramètres sont obtenus à partir de l'intensité intégrale qui est généralement donnée pour une réflexion J_{hkl} par l'expression :

$$J_{hkl} = K_{hkl} m_{hkl} L(\theta) (F_{hkl})^2 \quad (1)$$

K_{hkl} regroupe tous les termes constants de l'expression de l'intensité.

m_{hkl} facteur de multiplicité.

F_{hkl} facteur de structure.

$L(\theta)$ facteur de Lorentz de polarisation.

Trois équations différentes sont dérivées de l'équation (1), qui correspond à trois types de facteur de structure sans prendre en considération la contribution des lacunes.

Ainsi l'intensité intégrale d'une réflexion sélective peut se mettre sous la forme :

Pour les réflexion de surstructure de la phase ordonnée DO_3 :

$$\begin{aligned} \ln I_{hkl} &= \ln [J_{hkl} / 4m_{hkl} L(\theta) |f_{Fe} - f_{Al}|^2] \\ &= \ln k - 2(B - u_1 z)(\sin\theta/\lambda)^2 + x^2 \end{aligned} \quad (2)$$

Pour les réflexions de surstructure de la phase ordonnée B_2 :

$$\begin{aligned} \ln I_{hkl} &= \ln [J_{hkl} / 16m_{hkl} L(\theta) |f_{Fe} - f_{Al}|^2] \\ &= \ln k - 2(B - u_1 z)(\sin\theta/\lambda)^2 + y^2 \end{aligned} \quad (3)$$

x, y degrés d'ordre.

L'intensité des réflexions de surstructure est proportionnelle au carré du paramètre d'ordre.

-Pour les réflexions fondamentales :

$$\begin{aligned}\ln I_{hkl} &= \ln[J_{hkl} / 16 m_{hkl} L(\theta) |af_{Fe}-bf_{Al}|^2 \\ &= \ln k - 2(B - u_2z)(\sin\theta/\lambda)^2\end{aligned}\quad (4)$$

avec:

$$\begin{aligned}u_1 &= \{|f_{Al}|^2 - |f_{Fe}|^2\} / |f_{Al} - f_{Fe}|^2 \\ u_2 &= \{b^2|f_{Al}|^2 - a^2|f_{Fe}|^2\} / |af_{Al} + bf_{Fe}|^2 \\ B &= (B_{Fe} + B_{Al})/2 \\ Z &= (B_{Fe} - B_{Al})/2\end{aligned}$$

La quantité f_i ($i = Fe, Al$) représente le facteur de diffusion atomique :

$$f_{Fe}=25, f_{Al}=31.5$$

et la quantité B_i ($i=Fe, Al$) représente le facteur de température qui indique la précision des positions des atomes :

$$\begin{aligned}B_{Fe} &= \{(u_1+1)(B-u_2z) - (u_2+1)(B-u_1z)\} / (u_1-u_2) \\ B_{Al} &= \{(u_1-1)(B-u_2z) - (u_2-1)(B-u_1z)\} / (u_1-u_2)\end{aligned}$$

Les diffractogrammes issus des échantillons (Alliages Al-Fe B_2 et DO_3) montrent des réflexions fondamentales et de surstructure, et on peut représenter l'évolution de $\ln I_{hkl}$ en fonction de $[(\sin\theta/\lambda)]^2$ dans le but d'évaluer la valeur du degré d'ordre et le facteur de température de l'alliage.

Les courbes obtenues pour les réflexions fondamentales et de surstructure qui caractérisent cette évolution est pratiquement des droites de pente négative. Donc $\ln I_{hkl}$ décroît avec $[(\sin\theta/\lambda)]^2$.

Puisque u_1 est faible, la courbe obtenue pour les réflexions fondamentales est pratiquement une droite. Ceci n'est plus vrai pour les réflexions de surstructure car u_1 n'est plus faible. Cependant on trace la courbe uniquement pour les faibles indices, et on peut l'extrapoler linéairement jusqu'à l'axe des ordonnées. On peut déterminer le

paramètre d'ordre à longue distance S par la comparaison entre l'intensité d'une réflexion de surstructure et d'une réflexion fondamentale.

I-4-4-Phases ordonnées :

I-4-4-1-La phase B_2 : (AlFe)

Il y a deux types de sites pour la répartition d'atomes Al et Fe (α, β) (fig.5) avec une tendance très marquée pour chaque espèce d'atome à se placer sur un type déterminé[12].

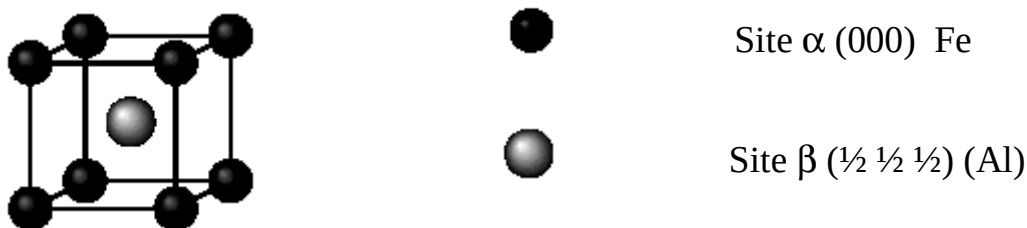


Figure-I-17- La maille élémentaire de la phase ordonnée B_2

Le réseau est cubique simple de groupe spatial $Pm3m$ et de paramètre $a_{B_2}=0.289\text{nm}$. La phase B_2 est paramagnétique.

I-4-4-2-Phase DO_3 : (Fe_3Al)

C'est une phase plus complexe caractérisée par trois types de sites (α, β, γ)

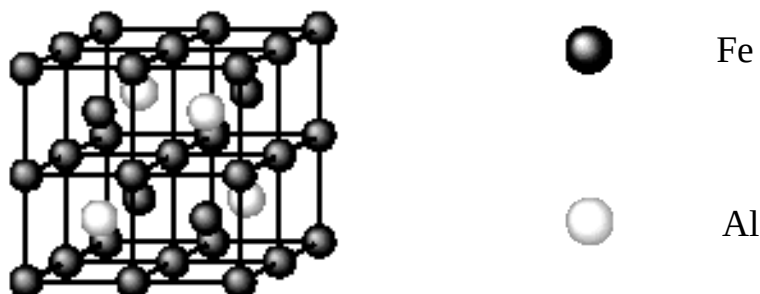


Figure-I-18- La maille élémentaire de la phase ordonnée DO_3

La structure DO₃ est cubique à faces centrée de groupe d'espace Fm3m avec une maille primitive d'ordre huit par rapport à la structure B₂. Elle a un paramètre cristallin $a_{DO_3}=2a_{B_2}$

$$\text{Sous réseaux } \alpha : \left\{ \begin{array}{l} 0\ 0\ 0, 0\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\ 0\ \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ 0 \\ \frac{1}{2}\ 0\ 0, 0\ \frac{1}{2}\ 0, 0\ 0\ \frac{1}{2}, \frac{1}{2}\ \frac{1}{2}\ \frac{1}{2} \end{array} \right. \quad 12 \text{ atomes de fer par maille DO}_3$$

$$\text{Sous réseaux } \beta : \left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{4}\ \frac{1}{4}\ \frac{1}{4}, \frac{1}{4}\ \frac{3}{4}\ \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\ \frac{1}{4}\ \frac{3}{4}, \frac{3}{4}\ \frac{3}{4}\ \frac{1}{4} \end{array} \right.$$

4 atomes d'aluminium par la maille DO₃

$$\text{Sous réseaux } \gamma : \left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{4}\ \frac{1}{4}\ \frac{3}{4}, \frac{1}{4}\ \frac{3}{4}\ \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\ \frac{1}{4}\ \frac{1}{4}, \frac{3}{4}\ \frac{3}{4}\ \frac{3}{4} \end{array} \right.$$

La Figure I.19 représente la variation du paramètre d'ordre des alliages fer-aluminium sans et avec addition de Cr, Nb, Si et B [13]. L'état d'ordre a été estimé dans cette étude à partir de l'intensité des pics de diffraction de rayons X, le paramètre d'ordre de la structure DO₃ étant déterminé par le rapport entre les réflexions 111 et 222 (I_{111}/I_{222}). L'état d'ordre de la structure change de manière continue avec la température, comme on peut l'attendre d'une transformation de deuxième ordre.

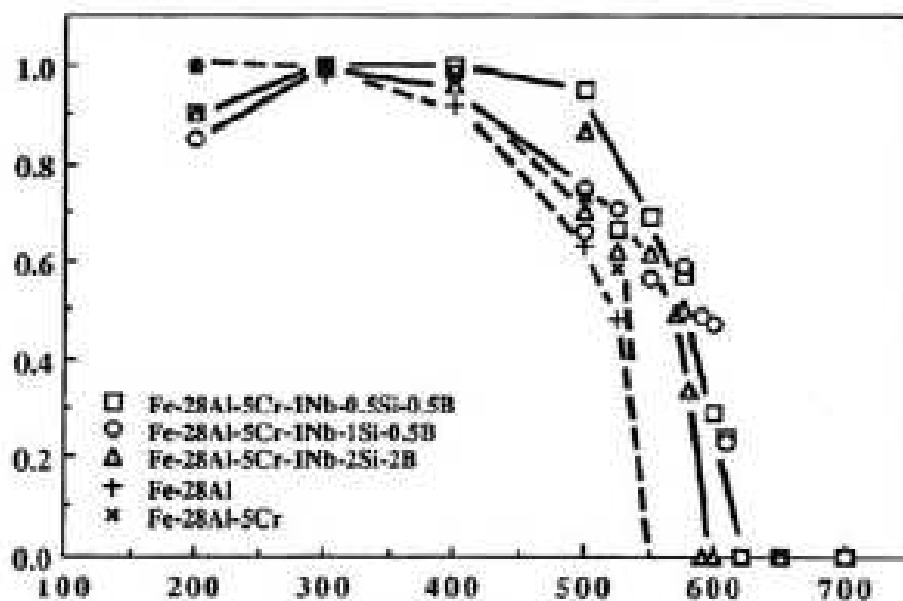


Figure-I-19- Variation du paramètre d'ordre des alliages fer-aluminium sans et avec addition de Cr, Nb, Si et B [13]

I-4-4-3 Domaines d'ordre [13]:

Les domaines et parois d'antiphase (APD et APB, respectivement) sont des caractéristiques particulières des alliages ordonnés qui ne sont pas présentes dans les alliages désordonnés. Une paroi d'antiphase est une interface qui sépare deux régions d'un cristal, ou domaines, de même orientation cristallographique mais déplacées d'un vecteur $\mathbf{p}$ qui appartient à la structure désordonnée. Un domaine d'antiphase (APD) est une région entourée par des APB. Les alliages FeAl de structure B2 présentent un seul type d'APB (**APB-B2**) qui est caractérisé par un vecteur de déplacement $R_0 = a/2 \langle 111 \rangle$, où a représente le paramètre de maille. En revanche, les alliages de structure D03 présentent deux types d'APB: (i) les APB du type B2 (**APB-B2**), le vecteur de déplacement vaut alors $a_0/4 \langle 111 \rangle$, où a_0 représente le paramètre de maille de la structure D03 (celui-ci est équivalent au vecteur $a/2 \langle 111 \rangle$ de la structure B2) (ii) les APB de type D03 (**APB-D03**), pour lesquels le vecteur de déplacement est $a_0/2 \langle 100 \rangle$. La Figure I.20 représente la formation de ces parois d'antiphase lors du refroidissement depuis une région désordonnée.

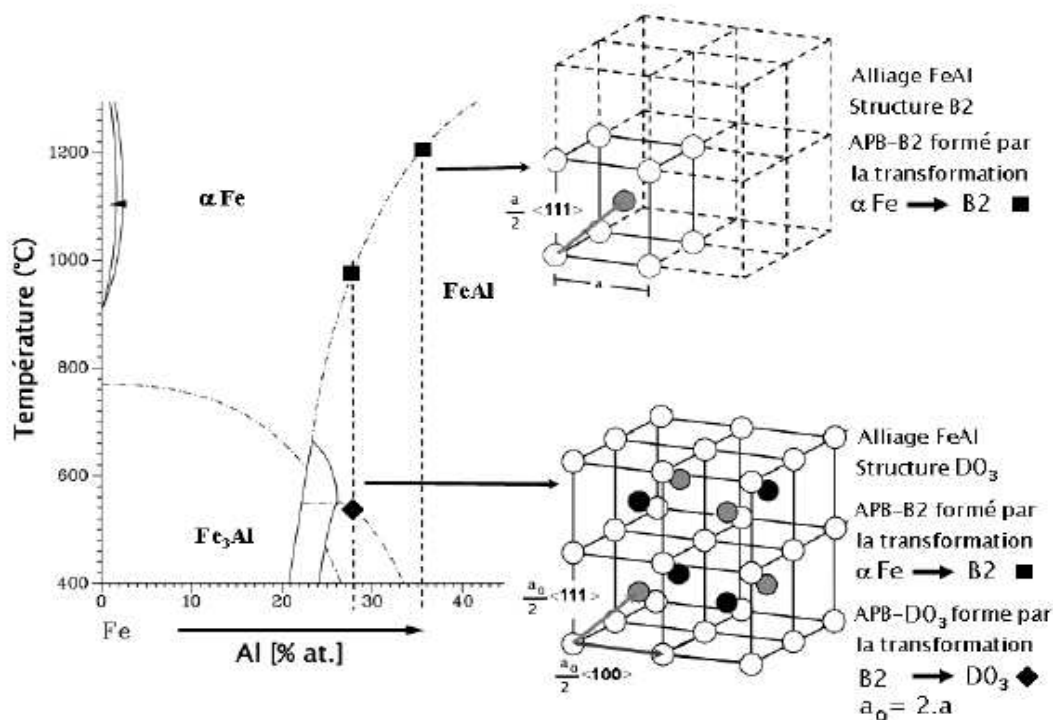


Figure-I-20-Vecteurs de déplacement des APB dans la structure B2 (a) et D03 (b).

De la même manière, on retrouve deux types de domaines APD-B2 et APD-D03, dans les alliages fer-aluminium. Ces domaines constituent en général des structures aléatoires de domaines APD-B₂ qui enferment des APD-D0₃ plus petits. Les Figures I.18a et b présentent des images des domaines d'antiphases caractéristiques des alliages fer aluminium.

Les domaines APD-D0₃ et APD-B₂ formés lors du refroidissement sont isotropes. La Figure-I-20- représente un exemple de domaines d'antiphases anisotropes dans du Cu₃Au qui sont alignés dans une direction parallèle aux plans {100} afin de diminuer l'énergie du système.

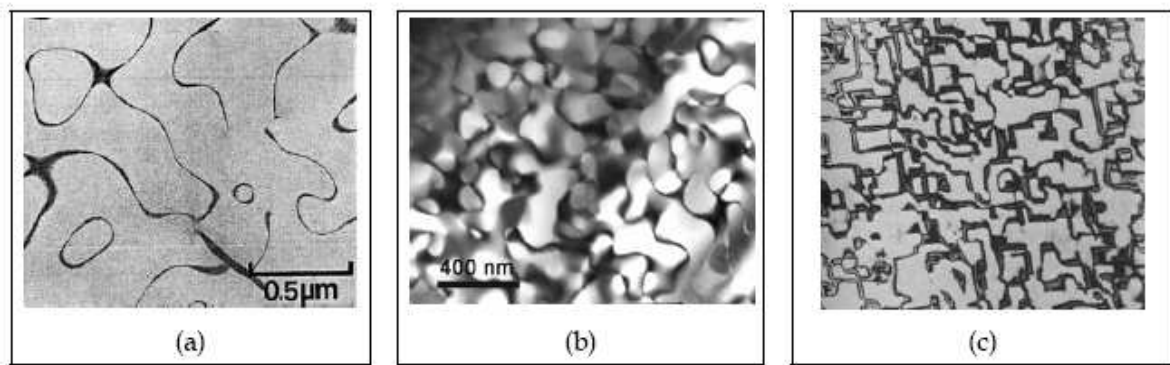


Figure-I-21- Domaines d'antiphases : APD-B2 (a) et APD-D03 dans du Fe₃Al (b), APD dans du Cu₃Au (c) [13].

I-4-5-Les phases d'équilibre :

I-4-5-1-Phase Al₃Fe : (Al₁₃Fe₄)

La phase Al₃Fe est de structure monoclinique et de groupe d'espace C2/m. Son paramètre cristallin est [14] :

$a=1.548 \text{ nm}$, $b=0.808 \text{ nm}$, $c=1.247 \text{ nm}$

et $\beta=107^\circ$, il y'a 100 atomes par maille élémentaire.

I-4-5-2-Phase Al₅Fe₂ :

La structure de la phase Al₅Fe₂ est orthorhombique avec un groupe d'espace Cmcm.,

Les paramètres cristallins sont [15] :

$a=0.767\text{ nm}$, $b=0.64\text{ nm}$, $c=0.42\text{nm}$

I-4-5-2-Phase Al_2Fe :

Est une phase métastable de structure triclinique et de groupe d'espace P ayant pour paramètres $a = 0.760\text{ nm}$, $b = 0.691\text{nm}$, $c=0.486\text{nm}$
 $\alpha=89.49$, $\beta=122.65$, $\gamma =90.54$ [16]

I-4-6-Phases métastables:

I-4-6-1-Phase Al_6Fe :

C'est une phase métastable de structure orthorhombique et de groupe d'espace Cmcm avec comme paramètres cristallins [14] :

$a=0.649\text{ nm}$, $b=0.743\text{nm}$, $c=0.878\text{nm}$

Il y a 28 atomes par maille élémentaire

I-4-6-2-Phase Al_mFe :

La phase Al_mFe est une phase métastable dont la structure cristalline est tétragonale ayant les paramètres cristallins suivants [17] :

$a = 0.884\text{nm}$ and $c= 2.16\text{ nm}$

Les deux phases métastables (Al_6Fe , Al_mFe) sont formées par solidification rapide de l'alliage Al-5 à 20%Fe.

Chapitre II

Elaboration et méthodes de caractérisation

II-1-Elaboration des alliages Al-Fe :

Le but de ce chapitre est de décrire comment élaborer des alliages Al-Fe de forme massive, par l'utilisation d'un four à induction haute fréquence.

II-1-1-Préparation des échantillons :

La préparation consiste à prendre des poudres de fer de pureté 99.99 % et d'aluminium de puretés 99 %, et avec l'utilisation d'une balance électrique très sensible (KERN EW/EG-N), (précision de 10^{-3}), nous avons préparé six compositions de différents pourcentages par la variation de la masse du fer. Nous avons converti les pourcentages en masse en pourcentages atomiques par la relation suivante :

$$\% \text{ at Fe} = \frac{\% \text{ pdsFe} \times \text{masse atomique de Al}}{\% \text{ pdsFe} \times \text{masse atomique de Al} + (100 - \% \text{ pdsFe}) \times \text{masse atomique de Fe}}$$

Les pourcentages sont représentés dans le tableau B :

	Al(g)	Al(Wt%)	Al(At%)	Fe(g)	Fe(Wt%)	Fe(at%)
1	4.5	90	94.91	0.5	10	5.09
2	4	80	89.22	1	20	10.78
3	3	70	82.84	1.5	30	17.16
4	2.5	50	67.41	2.5	50	32.59
5	2	40	57.96	3	60	42.04
6	1.3	26	42.09	3.7	74	57.91

Tableau II-1- Pourcentages en masse et en atome de l'aluminium et du fer dans nos alliages.

II-1-2-Agglomération a froid :

L'agglomération à froid de la poudre mélangée (Al-Fe) a été réalisée pour obtenir un produit dense (60%), destiné à la fréquence élevée de fusion. La fusion de nos échantillons exige une opération intermédiaire pour que la fusion soit effectuée, c'est le compactage des poudres. Cette opération est réalisée à l'aide d'une machine de compression uniaxiale à froid. A cet effet les poudres sont déversées dans une matrice d'acier traité, pour subir une compression unilatérale entre deux poinçons, sous une pression de l'ordre de 640 MPa, puis éjectée sous forme de pastille de diamètre $d = 16$ mm et de hauteur de quelques millimètres.

II-1-3-Procédés de fusion HF :(600Khz)

II-1-3-1-Le courant de Foucault :

On appelle courant de Foucault les courants électriques créés dans une masse conductrice, soit par la variation au cours du temps d'un champ magnétique extérieur traversant ce milieu (le flux du champ à travers le milieu), soit par un déplacement de cette masse dans un champ magnétique constant. Ils sont une conséquence de l'induction magnétique. Ce phénomène a été découvert par le physicien français Léon Foucault en 1851. Toute variation de flux magnétique traversant la masse métallique produit un courant électrique.

II-1-3-2-Principe du chauffage par induction :

Un système de chauffage par induction se compose principalement d'une source de puissance, un coffret d'adaptation de la charge, un inducteur, une pièce (matériau à chauffer/traiter) et un groupe de refroidissement.

Le champ magnétique variable au cours du temps est responsable de l'apparition d'une force électromotrice à l'intérieur du milieu conducteur. Cette force électromotrice induit des courants dans la masse. Ces courants ont deux effets :

Ils provoquent un échauffement par effet Joule de la masse conductrice ; ils créent un champ magnétique qui s'oppose à la cause de la variation du champ extérieur (loi de Lenz).

Lorsque la variation de flux est due à un déplacement du milieu devant un champ magnétique constant, les courants de Foucault sont responsables de l'apparition de forces de Laplace qui s'opposent au déplacement, d'où l'effet de freinage observé.

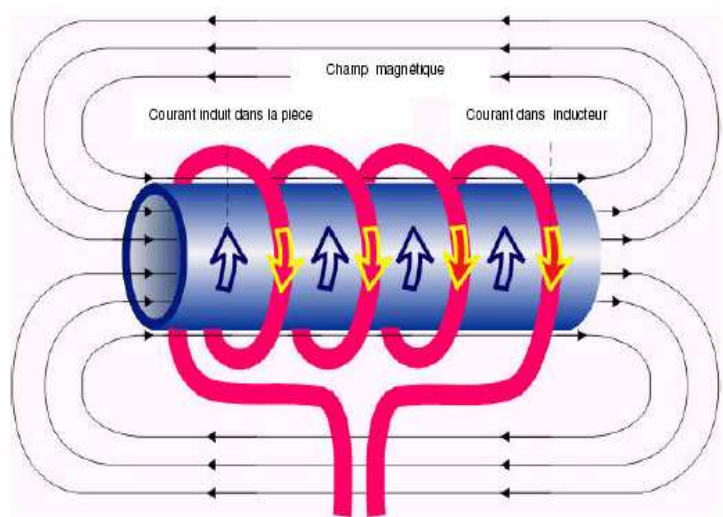
De tels systèmes sont utilisés pour des opérations de brasage, soudage, frettage, fusion, traitement thermique, scellage, ainsi que de nombreuses autres applications industrielles et de recherche.

II-1-3-3-L'inducteur :

L'inducteur, alimenté par un courant alternatif créé par la source de puissance et le coffret d'adaptation, produit un champ magnétique variable. La pièce à chauffer, obligatoirement conductrice, est le siège de courants de Foucault lorsque celle-ci est placée à l'intérieur du champ magnétique. La pièce s'échauffe alors par effet Joule. Cette technologie de chauffage sans contact est particulièrement bien adaptée pour assurer, localement ou globalement, un niveau de température maîtrisé.



A



B

Figure.II-1-A- Photographie réelle d'un inducteur B- principe de courant de

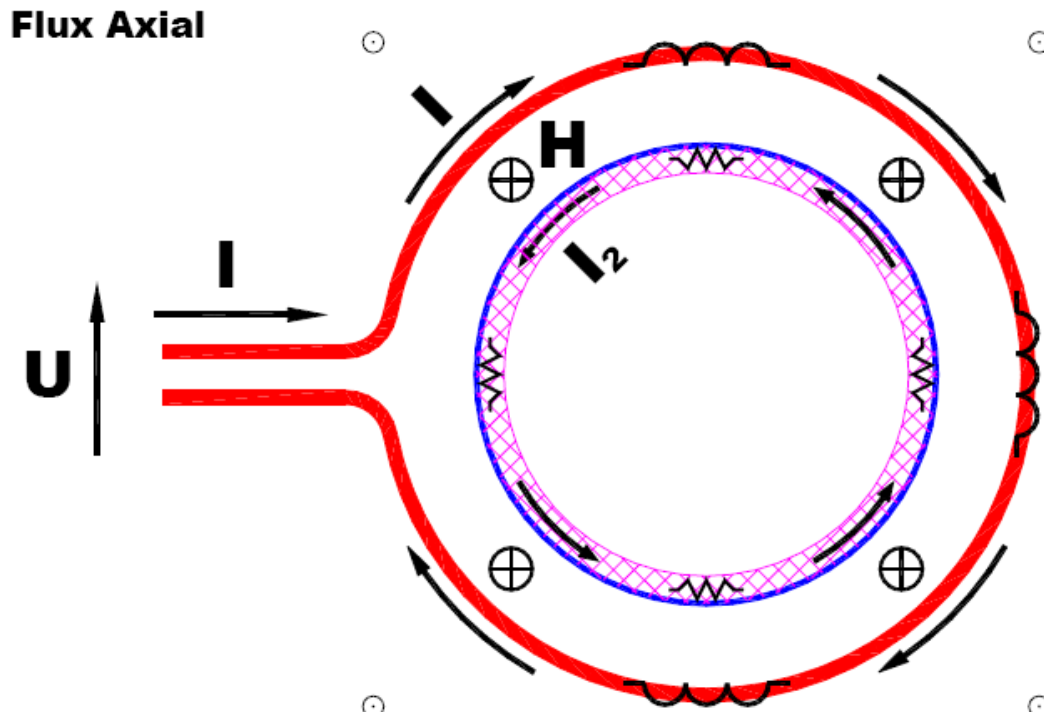


Figure-II-2- Schéma d'un flux axial d'un courant de Foucault

II-1-4-Fusion des alliages :

Pour élaborer les échantillons par fusion HF il faut de placer d'abord l'échantillon dans un creuset de taille 3cm et de diamètres 16mm qui est mis dans un tube en quartz de diamètres 22mm. Le vide primaire est réalisé par une pompe à palette de pression 10^{-3} torr. L'ensemble échantillon –creuset est placé à l'intérieur de l'inducteur (Figue.II-1-A).La variation de courant électrique permet d'augmenter la températures jusqu'au la fusion complète de l'alliage Al-Fe.

II-1-5-Tronçonnage :

Est une opération très importante en vue de l'examen d'un échantillon métallographique car il détermine la zone exacte qui doit être contrôlée. Lors de l'étape de tronçonnage, il est impératif de ne pas modifier la structure du matériau à

examiner, les disques de tronçonnage utilisés sont en diamant, ces disques donnent une qualité de coupe permettant de diminuer la durée des opérations ultérieures.

II-1-6- Traitement thermique :

Les traitements thermiques ont une influence considérable sur les propriétés mécaniques ultérieures de la plupart des alliages.

Après l'élaboration des échantillons par fusion et du tronçonnage, on réalise les traitements dans un four thermique à 500°C sous un vide primaire et avec un maintien d'une heure

II-1-7- Polissage mécanique :

Le polissage mécanique a été fait par frottement de l'échantillon sur du papier abrasif de différentes granulométries, suivi d'un nettoyage à l'eau à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient se griffer sur la surface.

II-1-8-Attaque chimique

Dans certains cas les échantillons peuvent être examinés sans attaque chimique. La micrographie révèle 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 attaqués les échantillons chimiquement par le réactif dont la composition est la suivante:

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

II-3- Techniques de caractérisation :

II-3-1- Dureté Vickers :

La dureté est la résistance qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur. Les métallurgistes ont utilisé plusieurs méthodes d'essai de dureté d'un matériau qui font l'objet de normes précises, la dureté Mohs, Brinell, Vickers, Rockwell et Knoop.

La norme Vickers, du nom de la compagnie anglaise où cette méthode a été mise au point, a été adoptée en 1952. La charge appliquée, de 10 à 1200 N (1 à 120 kg), est appliquée pendant 15 s. L'empreinte est de l'ordre de la fraction de mm : elle est mesurée à l'aide d'un microscope.

Dans ce travail nous réalisons un essai de dureté à l'aide d'un microduromètre Vickers HV1 de type ZVP avec un pénétrateur en forme de pyramide en diamant à base carrée dont l'angle a une valeur de 136°. On mesure la diagonale de l'empreinte laissée par la pyramide après la suppression de la charge.

Le microscope optique intégré permet en outre les mesures de dureté à l'échelle microscopique. Pour l'essai de microdureté, on applique des charges allant de quelques grammes à quelques dizaines de grammes. Dans notre travail on a utilisé une charge fixée de 200g; les empreintes correspondantes ont des diamètres de l'ordre de 10μ[18].

Le volume de l'empreinte créée par l'essai de microdureté est à peu près un million de fois plus petit qu'à l'essai de macrodureté.

Les mesures s'effectuent, en prenant une valeur moyenne à l'aide du microscope :

$$H_V = 1.854(F/d^2)$$

F : La charge appliquée

d : la diagonale de l'empreinte

La profondeur de pénétration $h=D/7$



Fig.II-3- Microduromètre Vickers de type ZVP

II-3-2-Microscopie optique :

Les propriétés macroscopiques des matériaux dépendent des microstructures présentes à l'échelle microscopique. Dans le cas des alliages, elle est constituée de précipités ordonnés répartis dans une matrice désordonnée. Les propriétés macroscopiques sont contrôlées par la taille des particules, leurs corrélations spatiales et surtout, leur résistance à la croissance.

Pour étudier l'évolution de la microstructure des alliages métalliques il faut utiliser l'observation micrographique. Dans notre travail nous avons réalisé le test micrographique des composés à l'aide d'un microscope métallographique de type

(RICHTERT) doté une caméra intégrée de type «LEICA» commandée par ordinateur (figure II-1), Les grossissements peuvent atteindre 1200 fois.

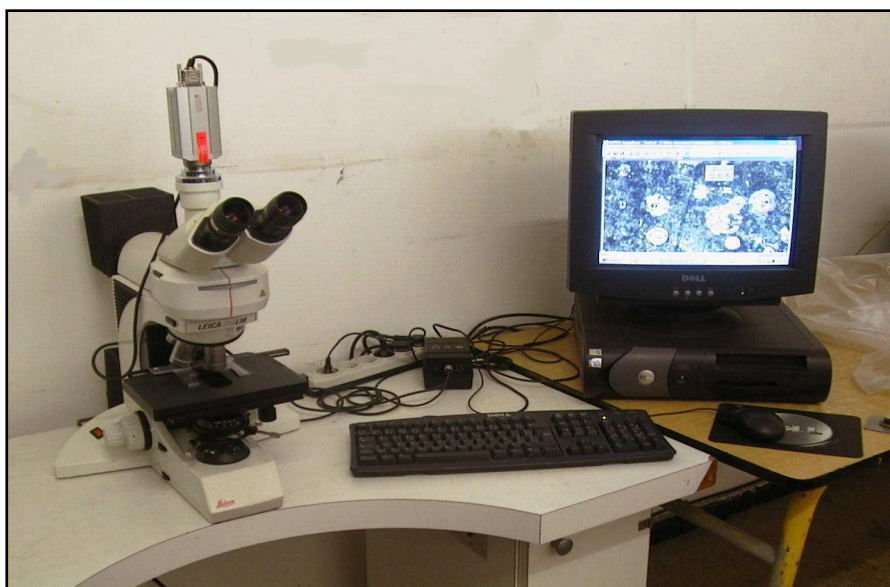


Figure II-4- microscope optique utilisé pour l'observation métallographique

II-3-3-Diffractomètre de rayons X :

Pour déterminer les structures cristallines, il est nécessaire de mesurer l'intensité de rayonnement X diffracté pour plusieurs réflexions sélectives de Bragg, voir même souvent pour le plus grand nombre possible de réflexions sélectives.

Lorsque l'angle d'incidence θ correspond à un angle de Bragg pour la longueur d'onde fixée. On enregistre un pic de diffraction dont on mesure l'intensité. Toutes les raies des plans diffractés vérifient la relation de Bragg :

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

L'analyse des échantillons se fait par un diffractomètre fonctionnant avec la raie K_{α} du cuivre $\lambda=0.154\text{nm}$. [19].

L'exploitation des Rayons X est comme suit :

- Détermination, sur le spectre des Rayons X, des angles 2θ de tous les pics.
- Collecte des fichiers ASTM des phases probables.
- A partir de la loi de Bragg, on détermine les distances inter réticulaires
- Comparaison des positions des raies des spectres expérimentaux avec les distances inter réticulaires des fichiers ASTM, pour confirmer l'existence de telle ou telle phase [20].

Chapitre III

Résultats et discussions

III-1- Diffraction des rayons x et microscopie optique :

L'analyse par diffraction des rayons X et l'observation métallographique des différentes compositions d'alliages Al-Fe est comme suit :

III-1-1- Spectres Al- 10%poids Fe brut et traité :

La figure (III-1) obtenu contient deux phases différentes : la première est la matrice d'Aluminium solution solide du fer dans αAl (c.f.c) et un seul composé intermétallique stable Al_3Fe ($\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$), cette phase est de structure monoclinique de groupe d'espace $C/2m$, ayant pour paramètres cristallins $a=1.548\text{nm}$, $b=0.808$, $c=1.247$ et $\beta= 107.7$ [14].

La figure (III-2) représente le retour à l'équilibre après un maintien d'une heure a 500°C , de l'échantillon Al-10%poids Fe est qui est composé de αAl en plus de la phase Al_3Fe . Cette structure est conforme au diagramme d'équilibre de phases du système fer-aluminium d'après Eliott et al [21].

A l'état brut aussi bien qu'à l'état traité, l'aluminium et la phase Al_3Fe forment un eutectique (FigureIII-1), (figure III-2) et (figure III-3).Cet eutectique étudié en premier par DIX [22], se forme pour une vitesse lente de solidification.

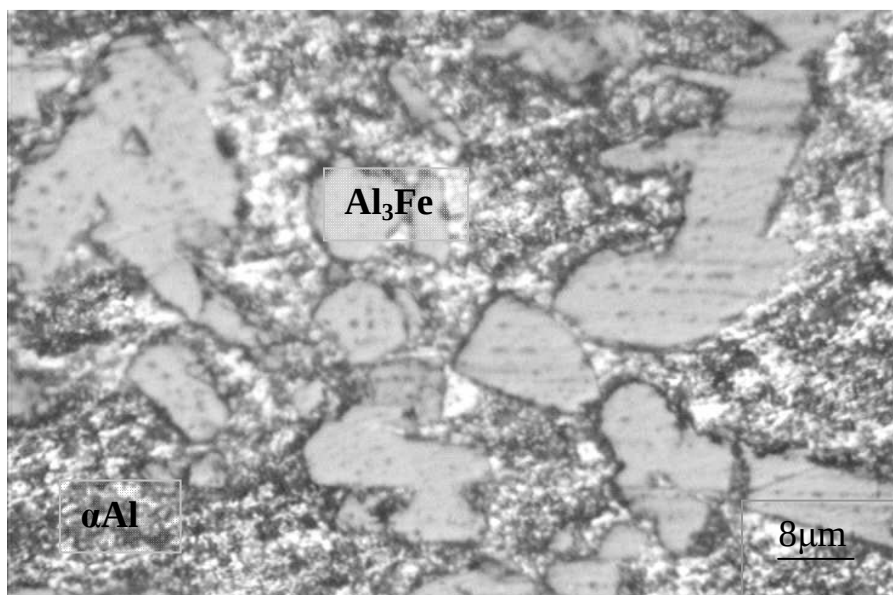
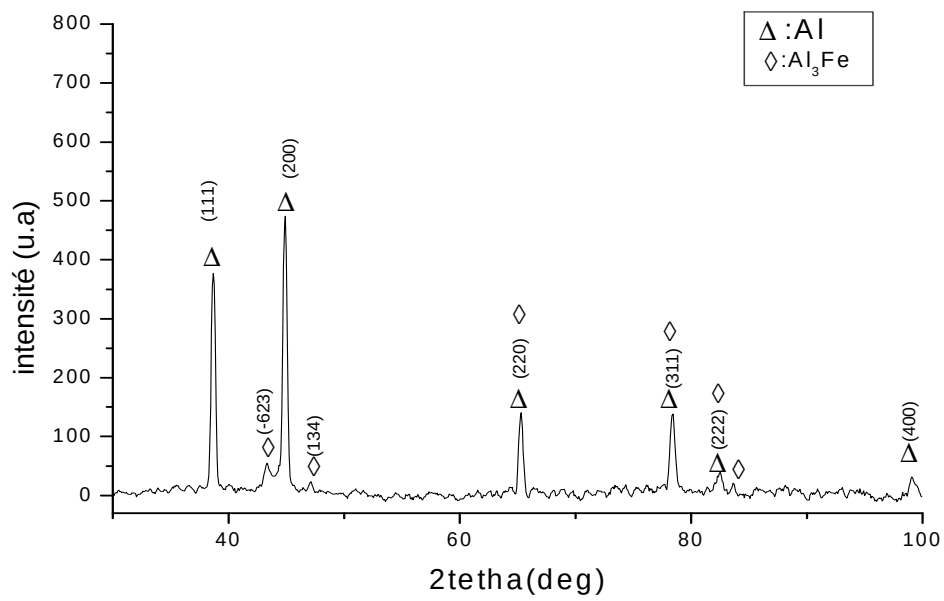


Fig III-1-Diagramme des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-10%poids Fe (Al-5.09at%Fe) brut.

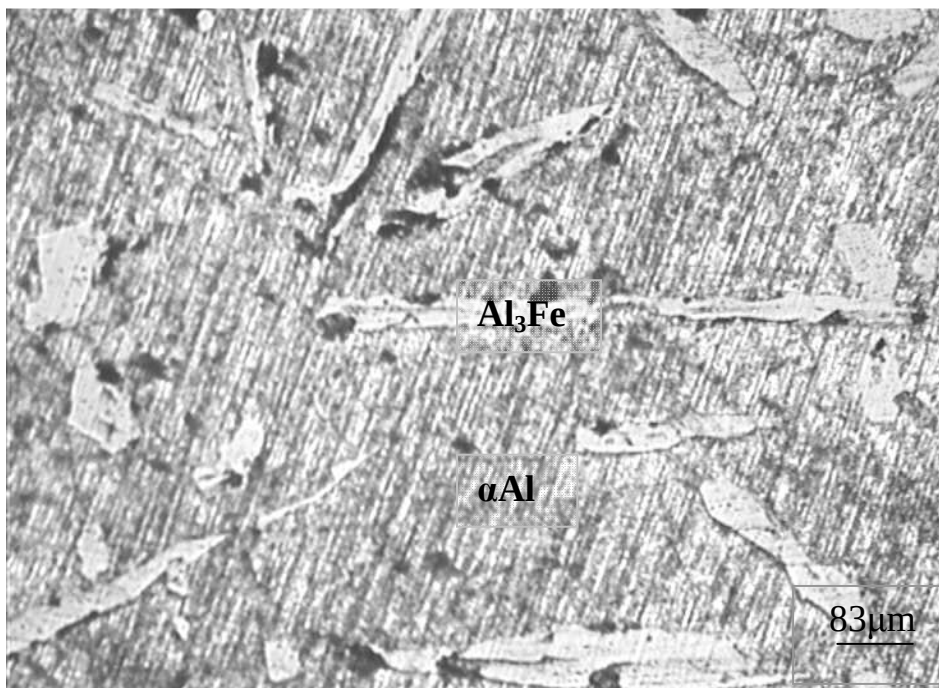
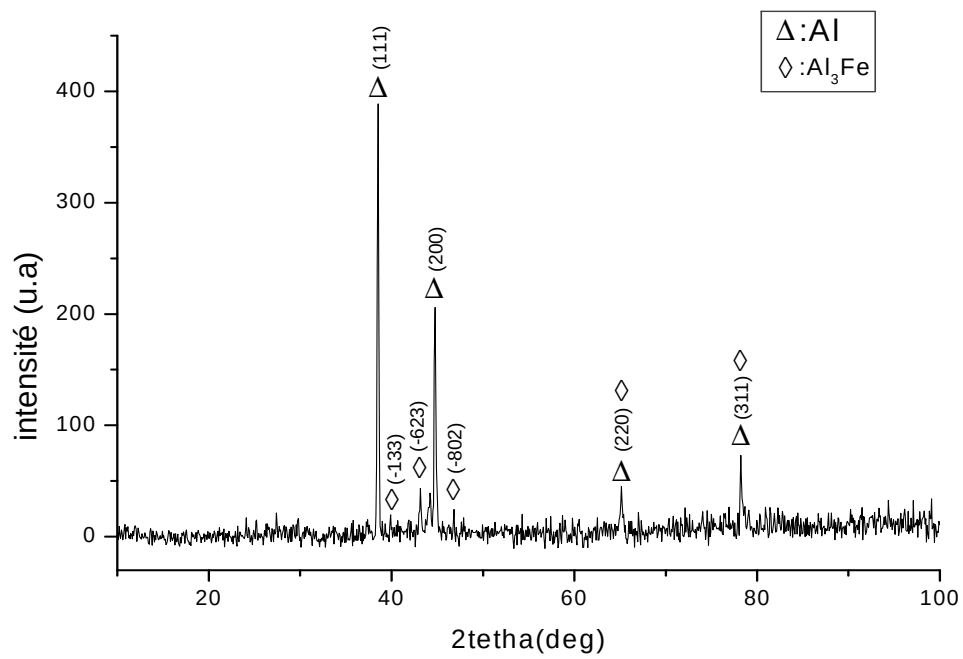


Fig III-2-Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-10%poids (Al- 5.09%at Fe) traité .

III-1-2- Spectres Al-20 % poids Fe brut et traité :

Le spectre (III-3) donne la même structure $\alpha\text{Al}+\text{Al}_3\text{Fe}$. Après traitement thermique (figure III-4) en plus de la solution solide αAl (cfc) et le composé intermétallique Al_3Fe il y a apparition d'un troisième composé intermétallique stable Al_2Fe de structure triclinique ayant pour paramètre $a=0.76\text{nm}$, $b=1.691\text{nm}$, $c=0.449\text{nm}$, $\alpha=89.49$, $\beta=122.65$, $\gamma=90.54$ [16]. Ce mélange de phase est non prévu par le diagramme d'équilibre qui prévoit la matrice d'Al plus la phase Al_3Fe seulement [7].

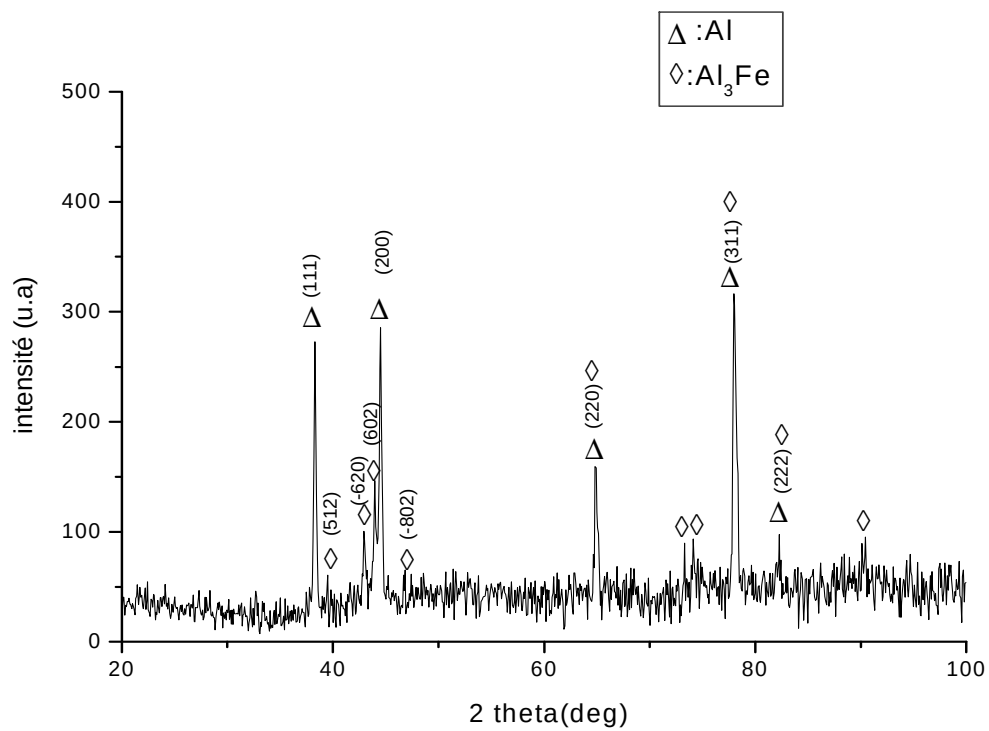


Fig-III-3-Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-20%poids Fe (Al-10.78at%Fe) brut.

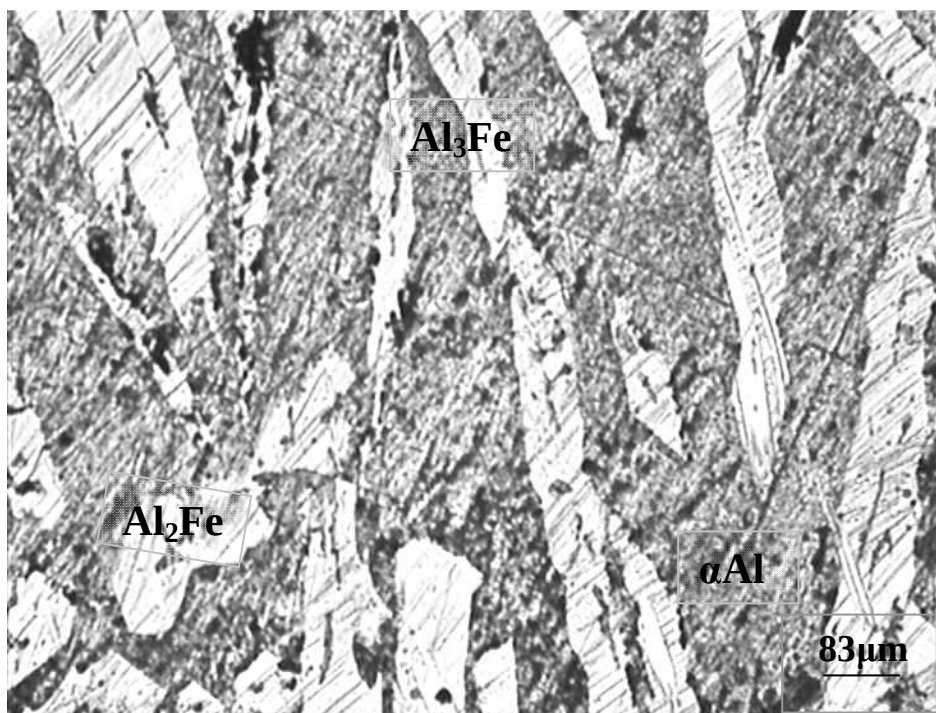
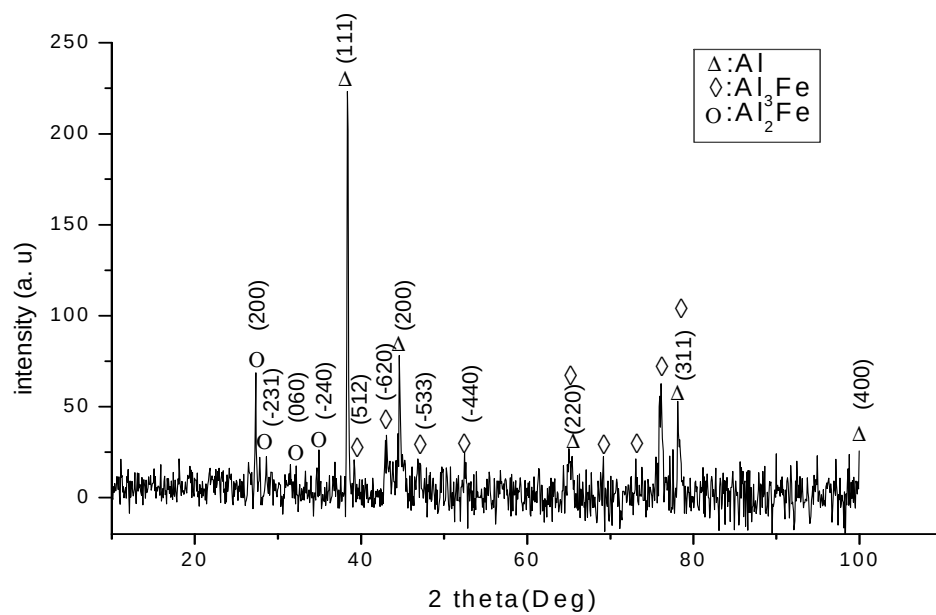


Fig III-4-Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-20%poids Fe (Al-10.78at%Fe) traité.

III-1-3- Spectres Al-30%poids Fe brut et traité :

L'échantillon Al-30%poids Fe (spectre III-5 et micrographie optique) à l'état brut contient une matrice d'aluminium αAl (cfc) avec le fer en solution solide plus la phase intermétallique stable Al_3Fe en plus d'une autre phase métastable Al_6Fe de structure orthorhombique de groupe d'espace Cmc21 de paramètre $a=0.649\text{ nm}$, $b=0.743\text{ nm}$, $c=0.878\text{ nm}$ [14].

Pour des vitesses de refroidissement plus rapide on forme le composé Al_6Fe au lieu de Al_3Fe , nous sommes donc en présence de l'eutectique métastable Al- Al_6Fe .

Deux facteurs fondamentaux déterminent la morphologie et la nature des phases qui apparaissent pendant la solidification :

- Les conditions de solidification
- La composition chimique de l'alliage.

BÄCKERUD [22], donne des courbes représentant la température eutectique en fonction de la vitesse de refroidissement pour les deux composés intermétalliques Al_3Fe et Al_6Fe (Figure.III-7).

Après traitement thermique (spectre III-6) cette phase métastable disparaît et il y a apparition d'une phase stable générée après la recristallisation d'échantillon qui est la phase Al_5Fe_2 en plus de la matrice αAl et la phase Al_3Fe , ce qui est conforme avec le diagramme de phase. ($\alpha\text{Al} + \text{Al}_5\text{Fe}_2 + \text{Al}_3\text{Fe}$).

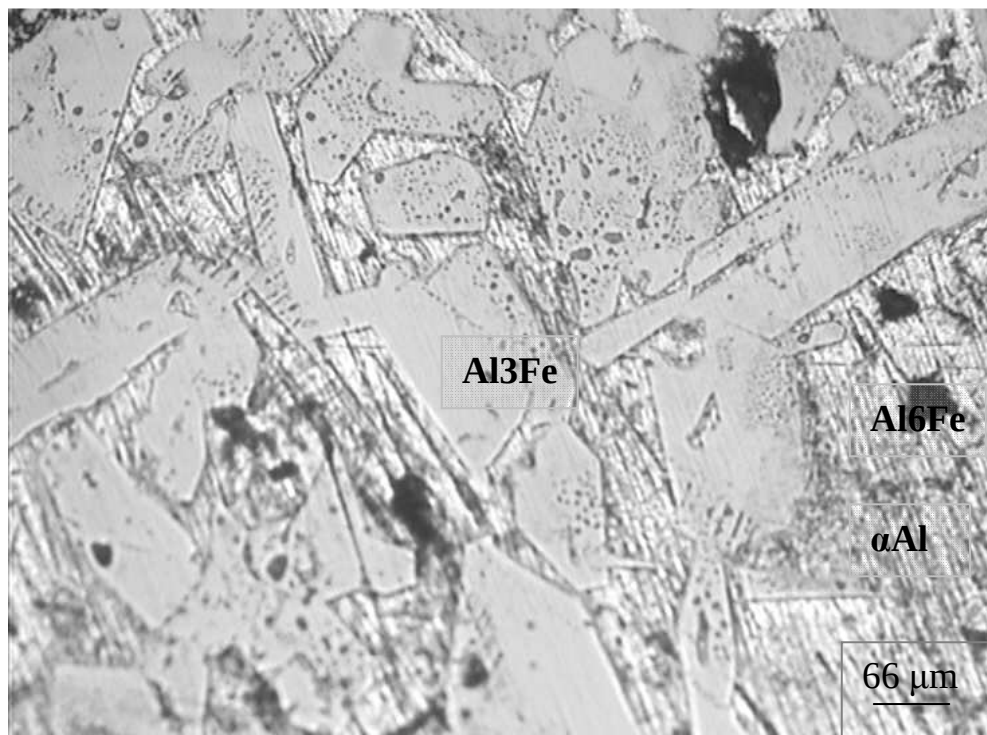
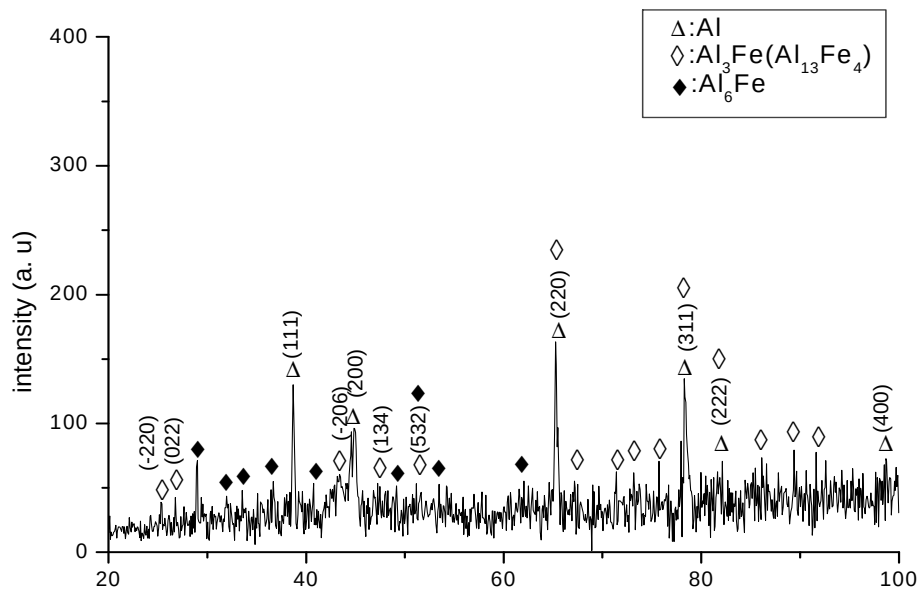


Fig-III-5- Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-30%poids Fe (Al-17.16% at Fe) brut

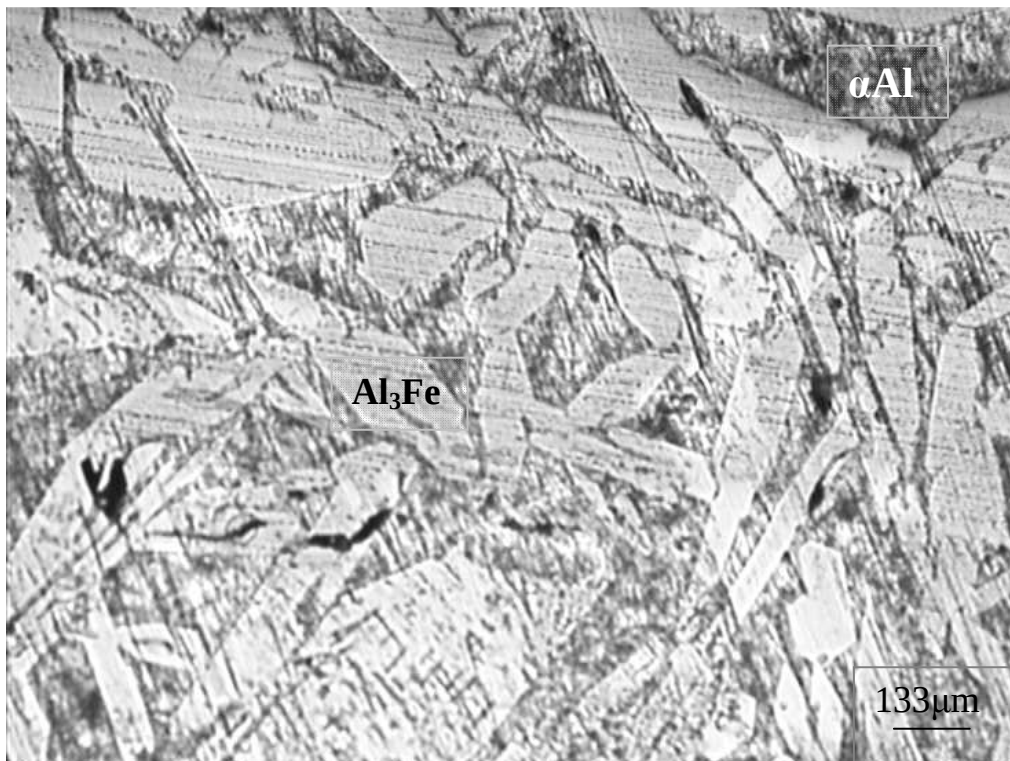
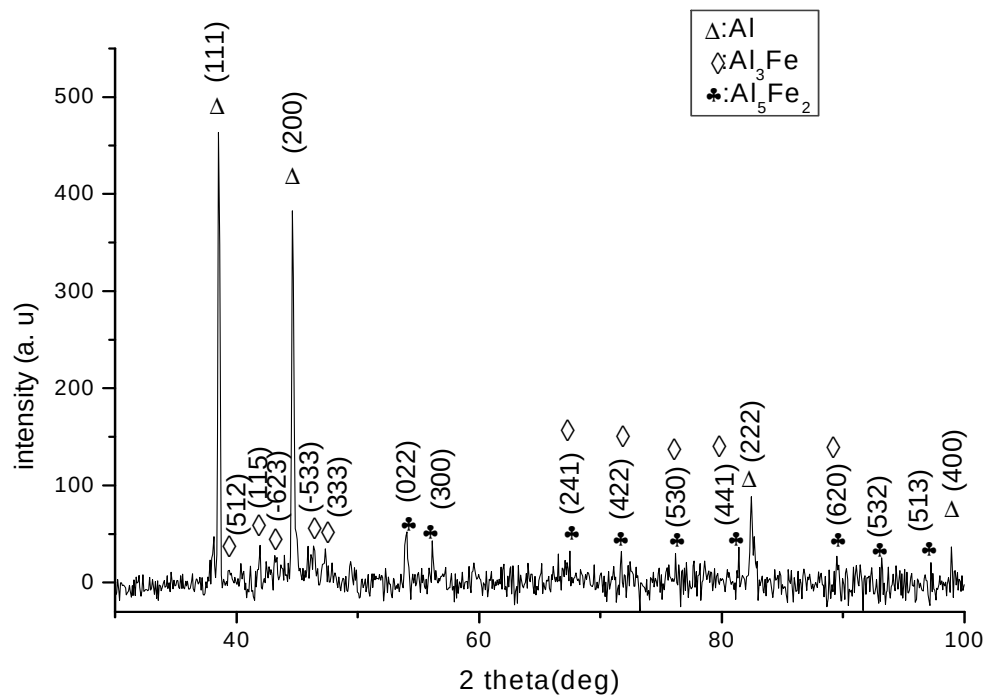


Fig III-6- Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-30%poids Fe (Al-17.16% at Fe) traité.

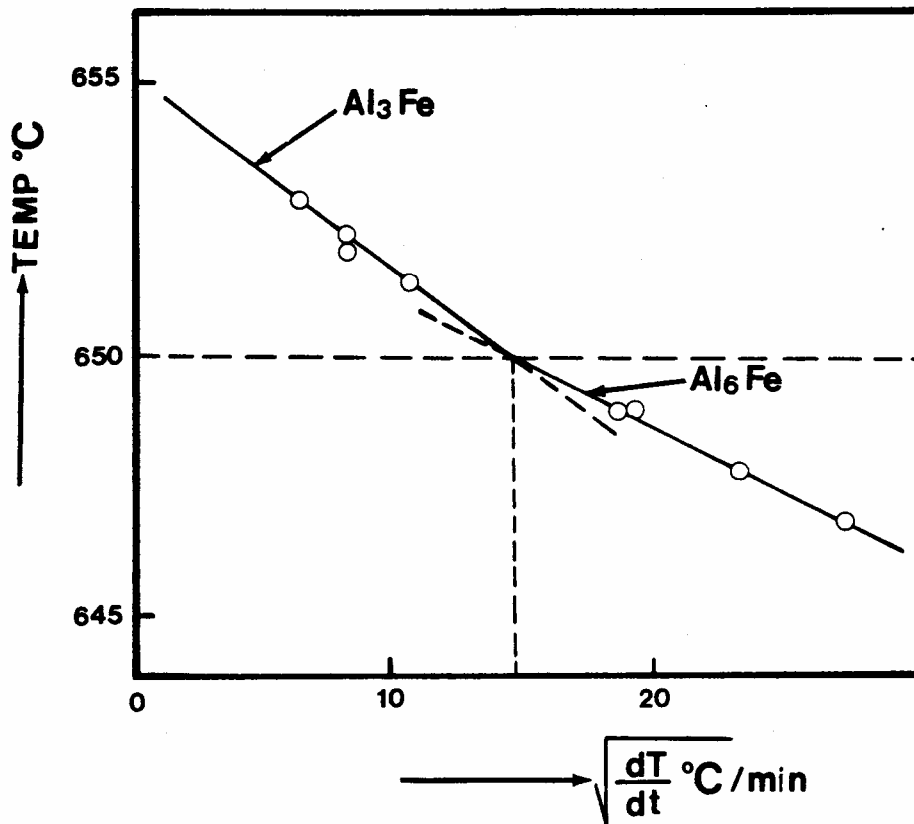


Figure III-7- Température d'apparition de l'eutectique en fonction de la vitesse de refroidissement [21].

III-1-4- Spectres Al-50%poids Fe brut et traité :

Dans le spectre d'échantillon Al-50%poids Fe (spectre III-7) nous avons obtenu une matrice de solution solide αFe (cc) en plus deux phases intermétalliques stables Al_5Fe_2 et Al_2Fe .

Le retour à l'équilibre de l'échantillon (spectre III-8) aboutit à deux phases Al_5Fe_2 et Al_2Fe en plus de la matrice αFe (cc) ce qui est conforme au diagramme d'équilibre [7].

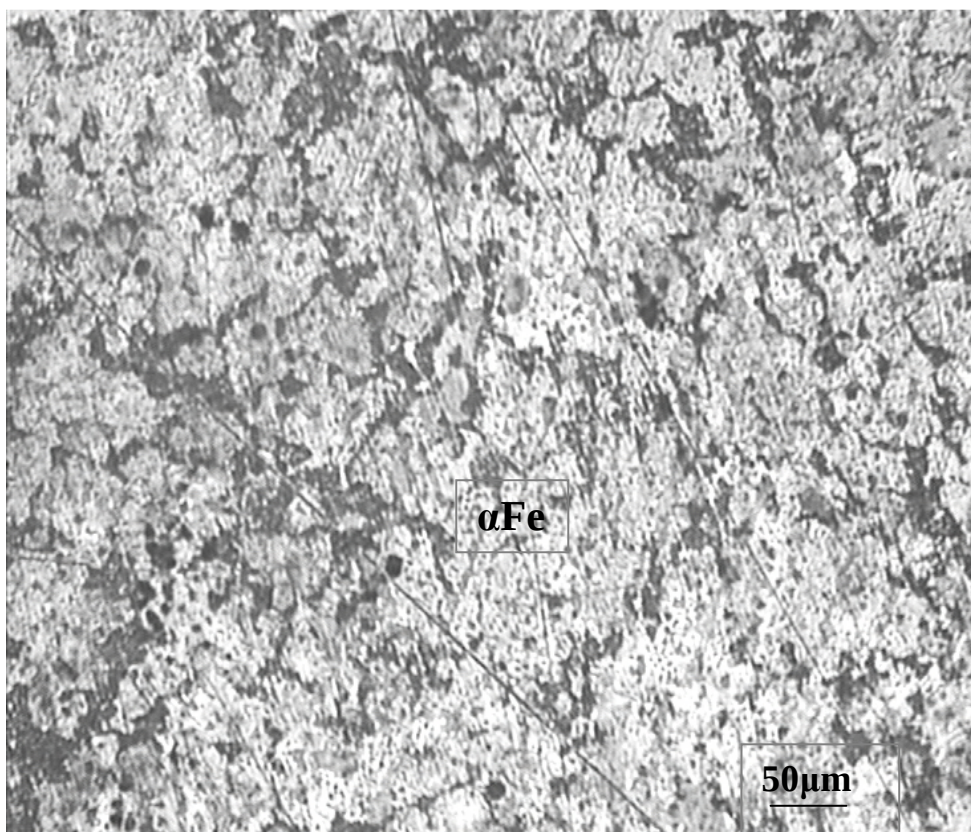
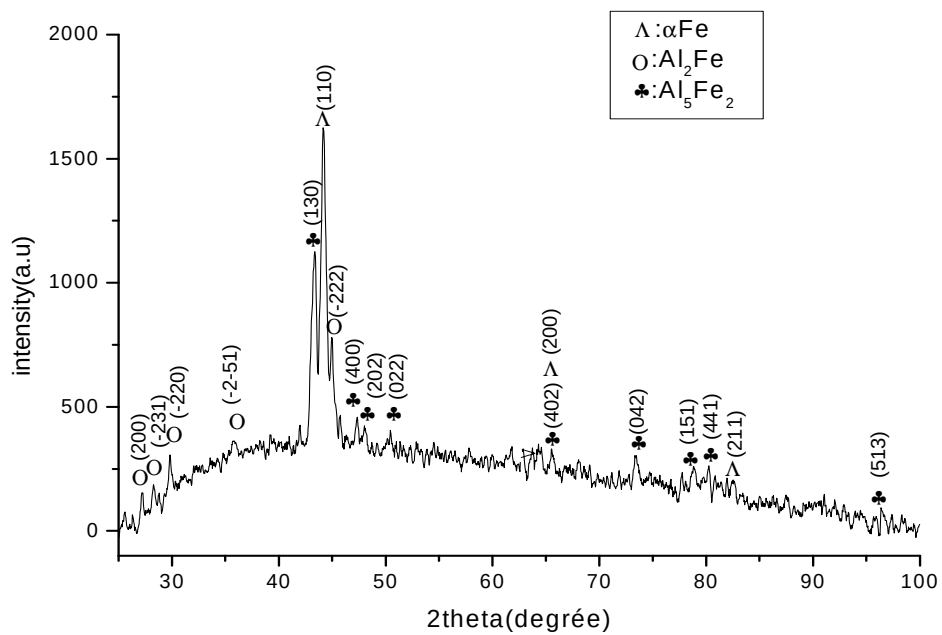


Fig III-8- Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-50%poids Fe (Al-32.52%at Fe) brut

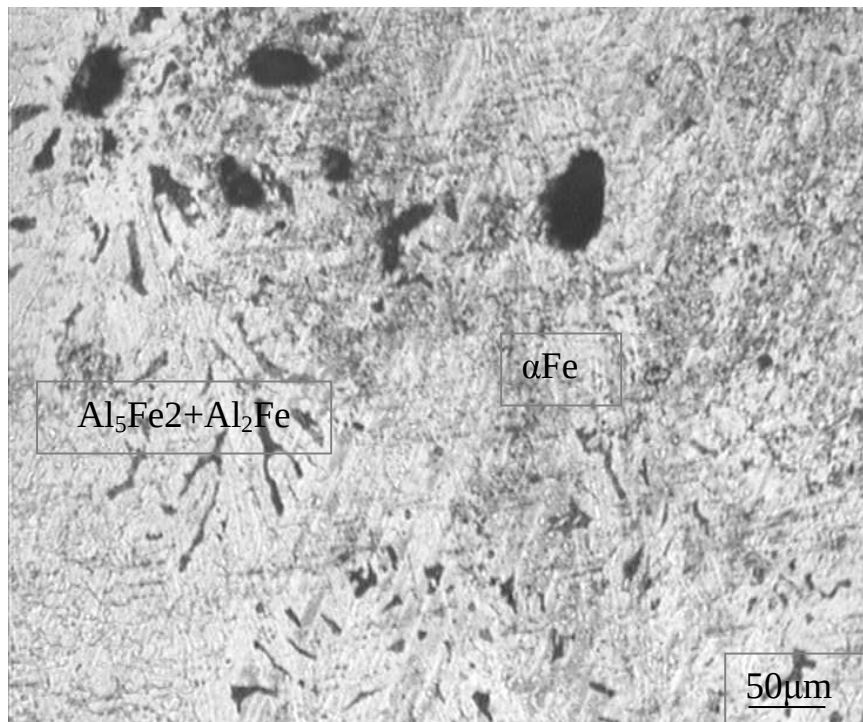
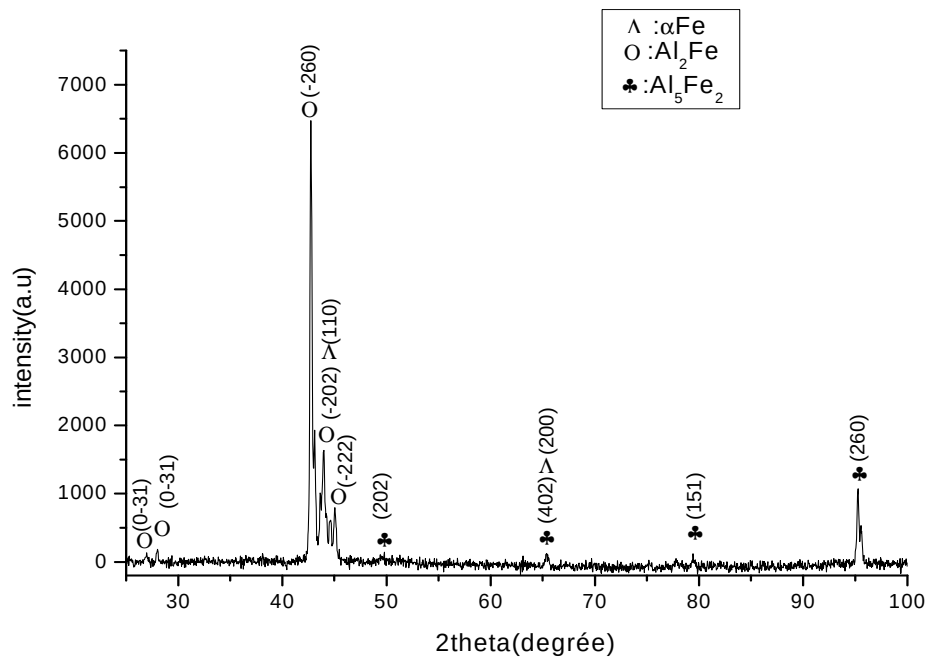


Fig-III-9- Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-50%poids Fe (Al-32.52%at Fe) traité

III-1-5- Détermination du paramètre d'ordre à longue distance (OGD) et du facteur de température:

L'analyse par diffraction des rayons x des échantillons Al-74%poids Fe brut et Al-74%poids Fe, Al-60%poids Fe traités indique qu'il y a une phase ordonnée Figure (III-9), (III-10), (III-11). Nous avons pu observer des raies de diffraction correspondant à la structure ordonnée B_2 (C.C, $a_{B_2}=0.289\text{nm}$) en plus d'autres raies correspondant à la phase d'équilibre stable Al_2Fe .

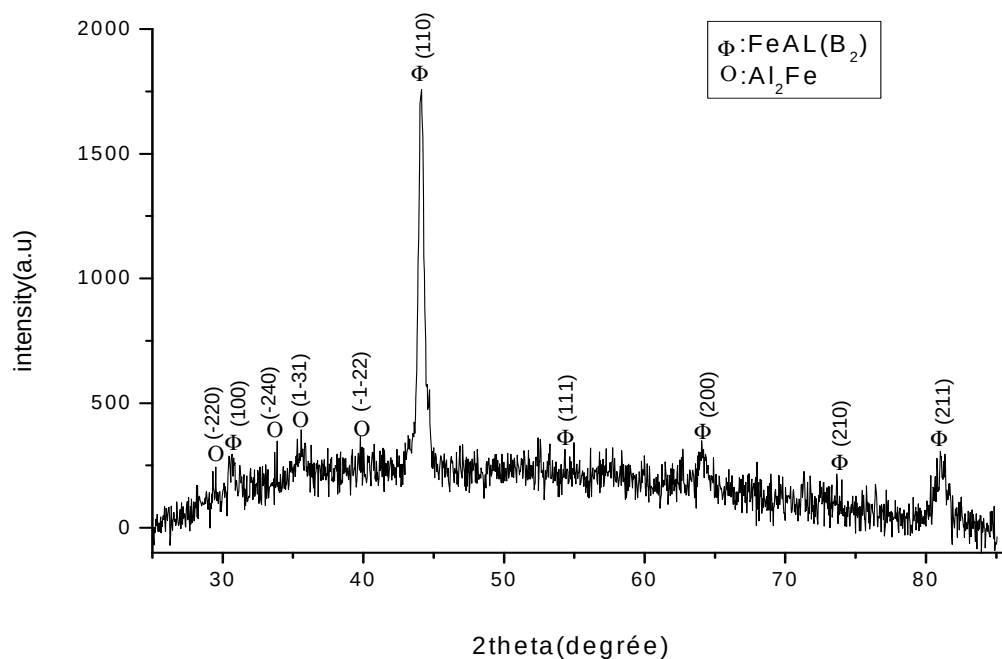
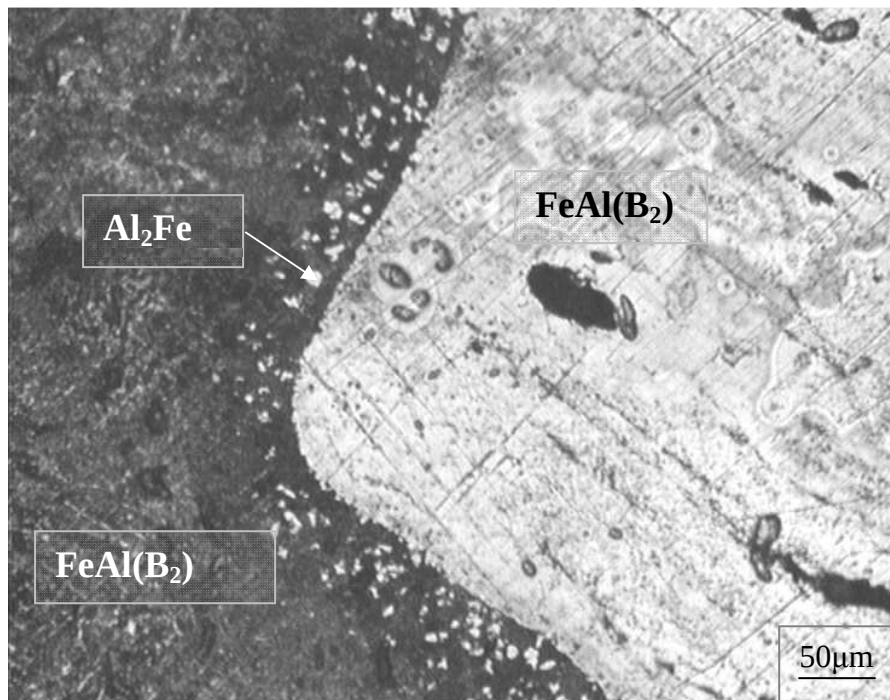
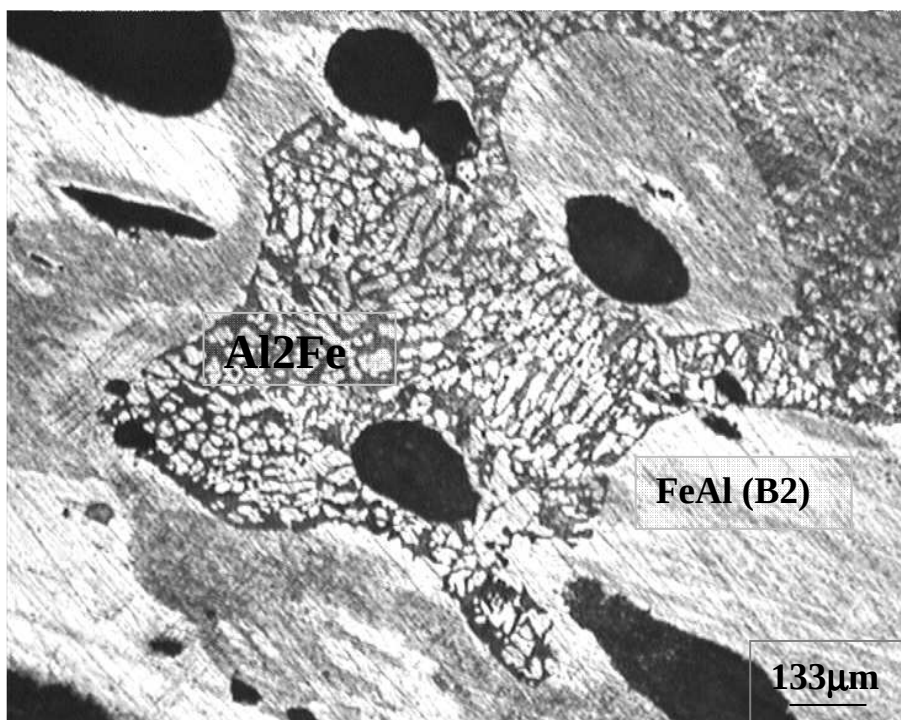


Fig III-10- Diagramme de diffraction des rayons X de l'alliage Al-60%poids Fe (Al-42.04at%Fe) traité



A



B

Figure-III-11- Micrographie optique des alliages Al-60%poids Fe (A) Brut (B) Traité

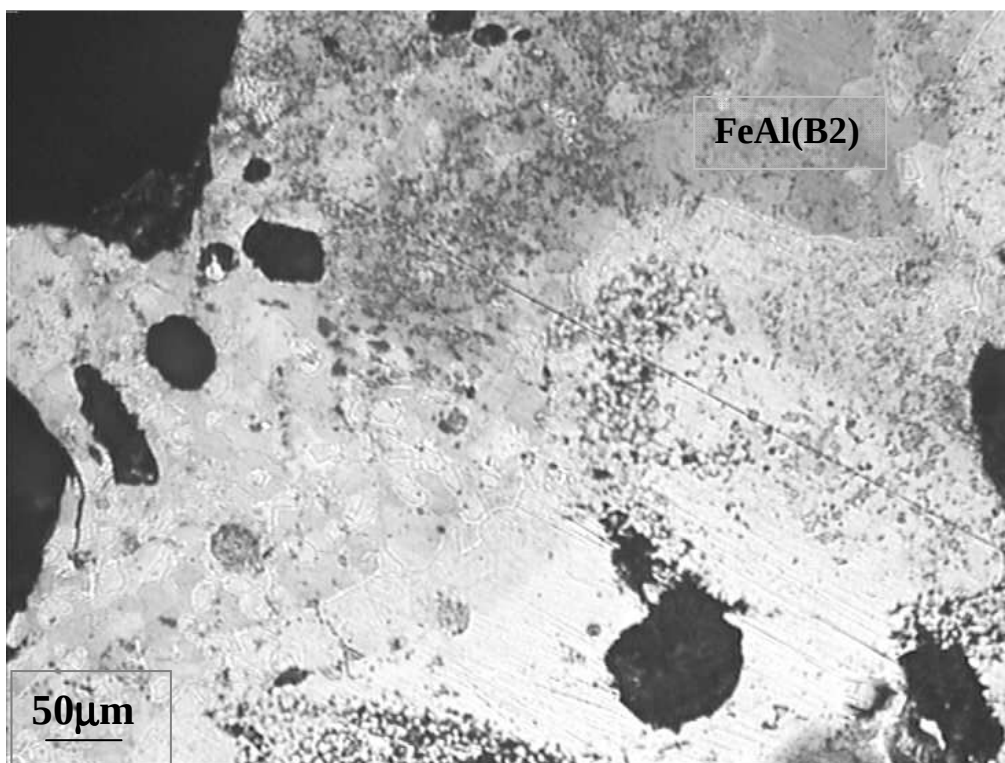
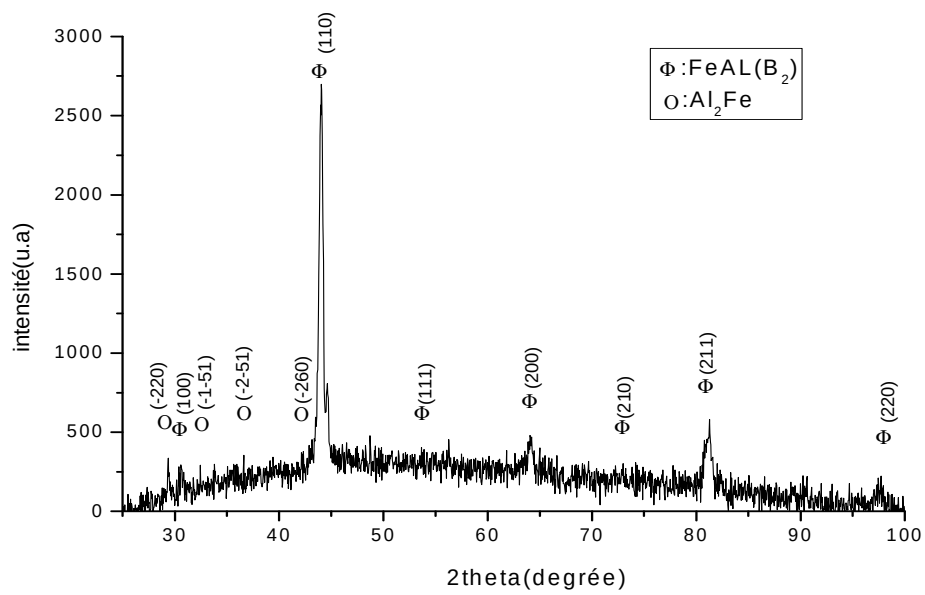


Fig.III-12- Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-74%poids Fe (Al-57.91at%Fe) brut (B2-FeAl)

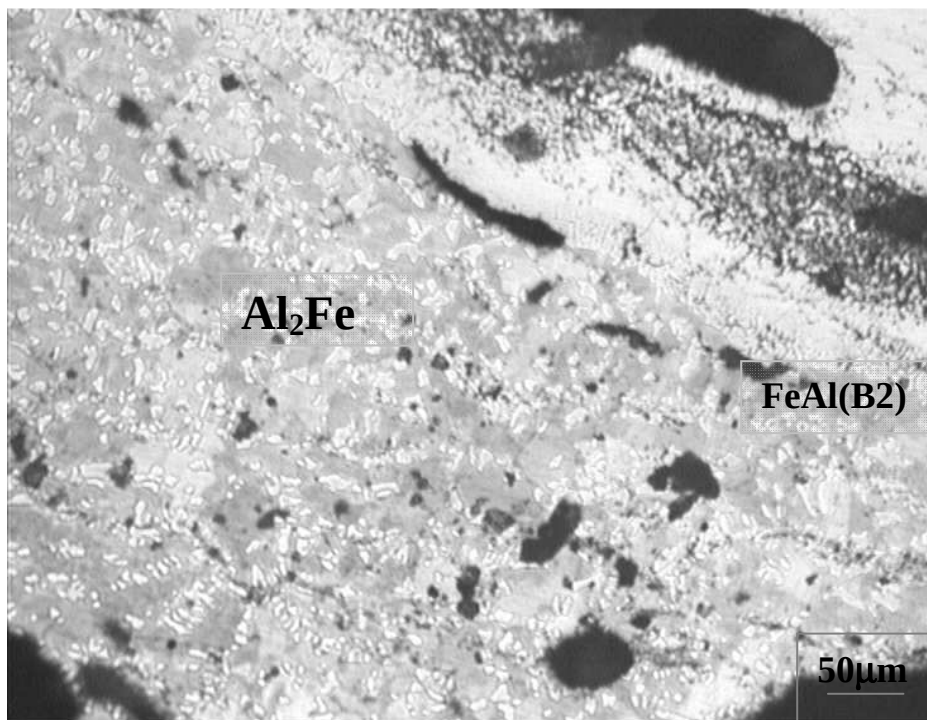
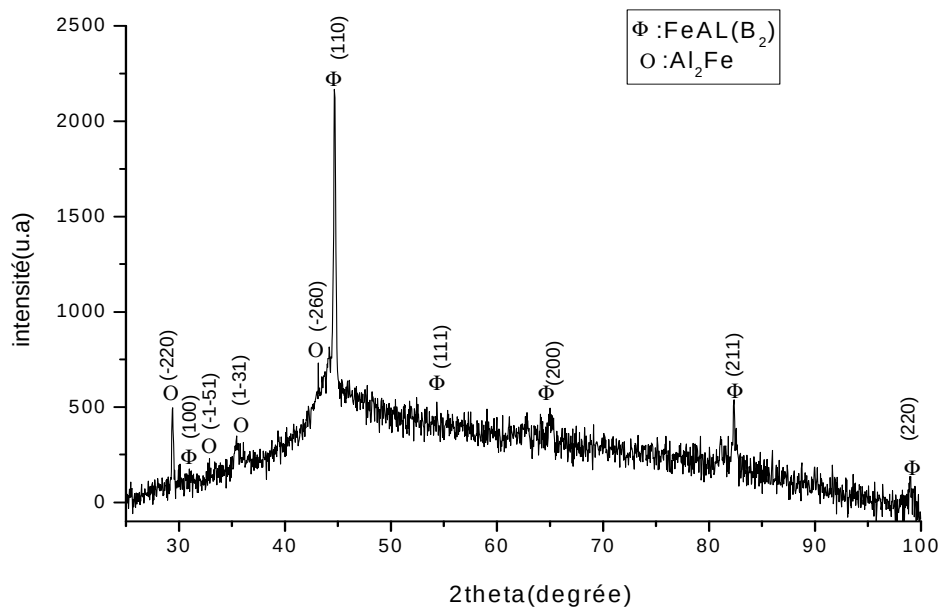


Fig III-13- Diagramme de diffraction des rayons X et micrographie optique de l'alliage Al-74% poids Fe (Al-57.91%at Fe) traité

III-1-5-1- Détermination du Paramètre d'ordre :

A- Echantillon Al-60%poids Fe traité :

-Les raies fondamentales sont les plus intenses et issues des réflexion sur les plans (hkl) de la structure cubique centrée tel que (h+k+l) soit paire, (110), (200), (211).

-Les raies de sur structures dues au réseau ordonné ont relativement une faible intensité et correspondent aux réflexion sur les plans (hkl) tel que (h+k+l) soit impair, (100), (111), (210).

B- Echantillon Al-74%poids Fe brut :

-Les raies fondamentales sont les plus intenses (110), (200), (211), (220).

-les raies de sur structures sont de faibles intensités est : (100), (111),(210).

Pour déterminer le paramètre d'ordre de chaque échantillon on a utilisé la méthode de Warren présentée au premier chapitre qui est basée sur l'évolution de $\ln I$ en fonction de $[\sin\theta/\lambda]^2$.

Le tracé de la variation de $\ln I$ en fonction de $[\sin\theta/\lambda]^2$ donne des droites de pentes négatives et positives, Les droites obtenues sont :

-Alliages Al-60%poids Fe traité:

*Raies fondamentales : $\ln I = 8.069 - 14.418 [\sin\theta/\lambda]^2$

*Raies de surstructure : $\ln I = 5.846 - 2.508 [\sin\theta/\lambda]^2$

- Alliage Al-74 %poids Fe brut:

*Raies fondamentales : $\ln I = 8.25 - 11.86 [\sin\theta/\lambda]^2$

*Raies de surstructure : $\ln I = 5.25 + 6.48 [\sin\theta/\lambda]^2$

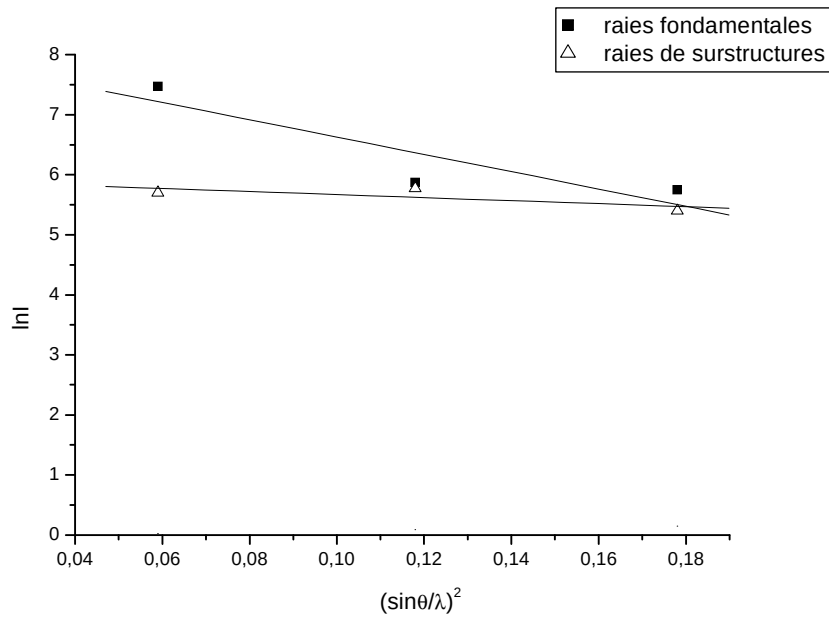


Fig III-14-Relation entre $\ln I_{hkl}$ et $[\sin\theta/\lambda]^2$ dans l'échantillon Al-60% poids Fe traité.

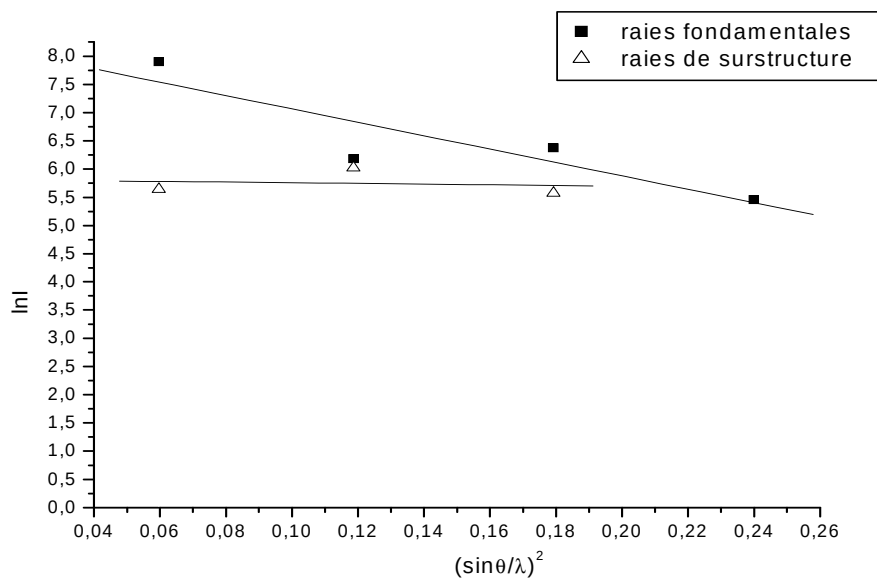


Fig-III-15-Relation entre $\ln I_{hkl}$ et $[\sin\theta/\lambda]^2$ dans l'échantillon Al-74%poids Fe brut

A partir des équations des droites obtenues on peut déterminer les degrés d'ordres des échantillons précédents par la comparaison entre les équations qui correspondent aux réflexions fondamentale et de sur structure de la phase B_2 :

- Alliage Al-60%poids Fe traité le paramètre d'ordre est : $S=0.32$
- Alliage Al-74%poids Fe brut le paramètre d'ordre est: $S=0.29$

II-1-5-2-Détermination du facteur de température :

Pour déterminer la valeur du facteur de température de chaque atome constituant les alliages Al-60%poids Fe traité et Al-74%Poids Fe brut on utilise les pentes à l'origine des deux courbes (III-14) et (III-15). A partir de la méthode de Warren indiqué au premier chapitre le facteur de température des deux atomes Fe et Al est donné par les relations suivantes :

$$B_{Fe} = \{(u_1+1)(B-u_2z) - (u_2+1)(B-u_1z)\} / (u_1-u_2)$$

$$B_{Al} = \{(u_1-1)(B-u_2z) - (u_2-1)(B-u_1z)\} / (u_1-u_2)$$

Nous avons calculé u_1 , u_2 , B et z en posant que $a=b$, et par suite les facteurs de températures B_{Al} et B_{Fe} nous trouvons :

$$u_1=9 \text{ et } u_2=0.11$$

$$\begin{array}{lll} \text{-Pour l'alliage Al-60 wt\%Fe traité :} & z=0.95 & B=7.27 & B_{Fe}=8.26 \\ & & & B_{Al}=6.36 \end{array}$$

$$\begin{array}{lll} \text{-Pour l'alliage Al-74 wt\%Fe brut :} & z=0.7 & B=5.95 & B_{Fe}=6.7 \\ & & & B_{Al}=5.3 \end{array}$$

On remarque que la valeur de B , dans le cas des deux alliages ci dessus, n'est autre que la valeur moyenne des facteurs de température B_{Fe} et B_{Al} .

Pour un alliage Al-47.5%at.Fe solidifié rapidement sur roue [23], les valeurs des facteurs de température pour Fe et Al sont comme suit :

$$B= 4.52, B_{Fe}= 4.44, B_{Al}= 4.60 \text{ avec } B_{Fe} < B_{Al}$$

Ces valeurs sont plus faibles que celles issues de notre l'alliage Al-60%poids (42.04%atFe) ($B=7.27$, $B_{Fe}= 8.26$, $B_{Al}= 6.36$) avec $B_{Fe} > B_{Al}$

Par ailleurs, on a pu mesurer les propriétés de vibration atomique de la solution solide Al-Fe. Les intensités des raies sont atténuées par le facteur de Debye Waller [24] $\exp(-2M)$ ou facteur de température (B).

Partant du fait que les atomes d'Aluminium et de fer ont le même déplacement quadratique moyen (dqm)[25] : $\langle u_{tot}^2 \rangle$, il peut être montré que $\langle u_{tot}^2 \rangle$ est relié à M conformément à l'expression $M= 8 \pi^2 \langle u_{tot}^2 \rangle [(\sin\theta/\lambda)]^2$

Où λ est la longueur d'onde des rayons X utilisés, θ est l'angle de Bragg.

$$M = [(\sin\theta/\lambda)]^2 ; \quad \text{avec } B = 8 \pi^2 \langle u_{\text{tot}}^2 \rangle$$

Alors on peut estimer la valeur de $\langle u_{\text{tot}}^2 \rangle$ à partir des spectres des rayons X de nos alliages : $\langle u_{\text{tot}}^2 \rangle^{1/2} = 0.3$ Angstrom pour 42.04%atFe comparée à $\langle u_{\text{tot}}^2 \rangle^{1/2} = 0.23$ Angstrom dans le cas de l'alliage Al-47.5%at Al solidifié rapidement sur roue[23].

III-6-Evolution du Paramètre cristallin de l'aluminium :

D'ou les spectres des diffraction des rayons X, nous avons calculé le paramètre cristallin de la solution solide d'aluminium de chacune des compositions d'alliages étudiés dans l'état brut et traité du côté riche en aluminium :

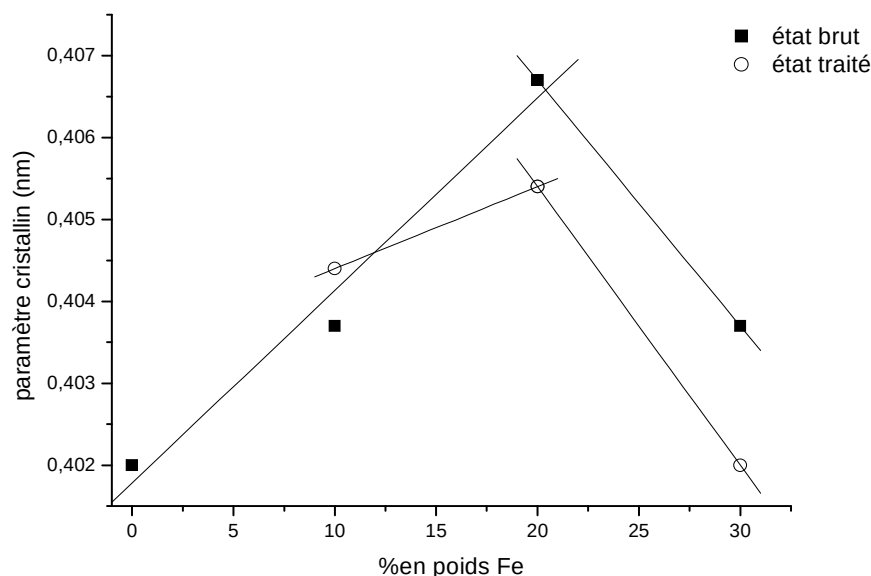


Fig.III-16- Evolution du paramètre cristallin de l'aluminium en fonction de la teneur en fer à l'état brut et à l'état traité.

Nous avons tracé la variation du paramètre cristallin, en fonction de la teneur en fer à l'état brut et à l'état traité du côté riche en aluminium. A l'état brut, on note une augmentation linéaire du paramètre cristallin jusqu'à 20%poids Fe. Cette variation est due à la différence de taille entre les atomes de soluté ($r_{\text{Fe}}=1.24\text{\AA}$) et du solvant ($r_{\text{Al}}=1.43\text{\AA}$) (solution solide de substitution du fer dans l'aluminium). Au-delà de 20%poids Fe, le paramètre cristallin chute brusquement jusqu'à 30%poids Fe, cette

chute peut être expliquée par l'apparition de la phase Al_6Fe à côté de la phase Fe_3Al déjà présente pour $\% \text{Fe} < 20\%$ poids. Après recuit à 500°C , le paramètre évolue de la même manière qu'à l'état brut avec toutefois une contraction notable du réseau.

La figure (III-17) montre la variation du paramètre cristallin avec la teneur en fer pour des alliages Fer-Aluminium riches en aluminium, élaborés par solidification rapide [26-27] et par mécanosynthèse [15]. Dans les deux cas on note une diminution continue du paramètre du réseau, au fur et à mesure qu'on rajoute de l'aluminium. Il faut noter que le mode d'élaboration utilisé aussi bien par solidification rapide que par mécanosynthèse conduit à des états hors équilibre des alliages Fer-aluminium.

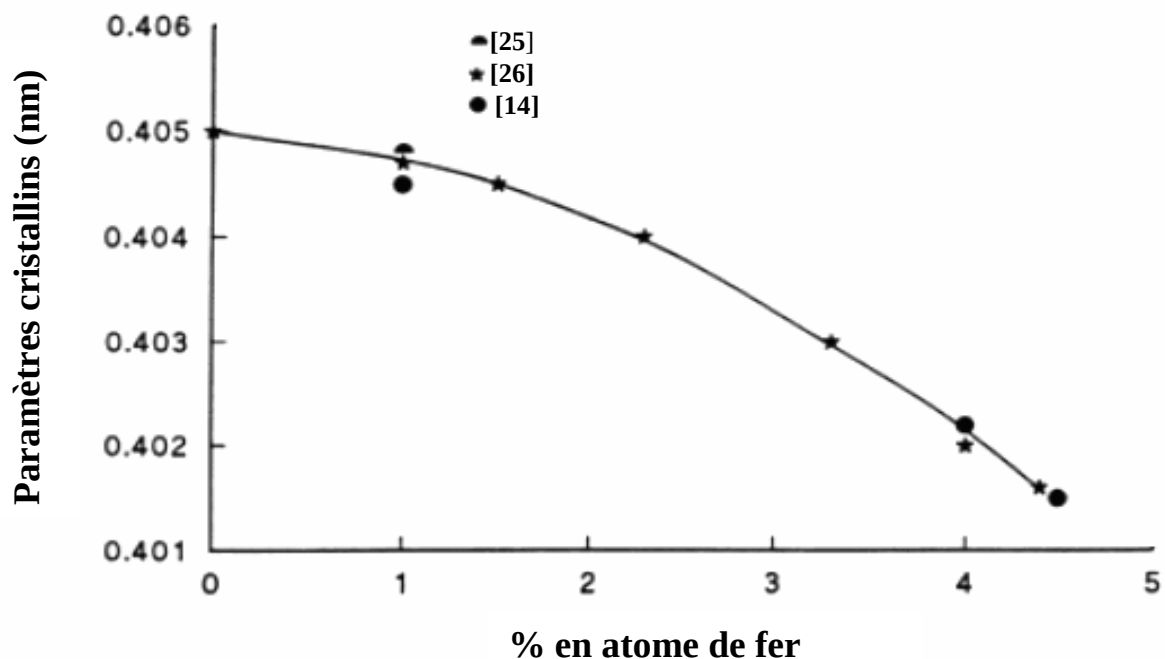


Figure-III-17-Variation du paramètre cristallin avec la teneur en fer de plusieurs cas présentés par [14],[25],[26].

III-I-7-Evolution du Paramètre cristallin du fer :

A l'état brut, le paramètre cristallin du fer augmente de façon monotone au fur et à mesure qu'on rajoute du fer. Alors qu'après traitement à 500°C, le paramètre varie dans le sens inverse, c'est-à-dire diminue sensiblement avec la teneur en fer, là aussi cette variation du paramètre cristallin peut être expliquée par la différence de taille entre les atomes de fer et d'aluminium.

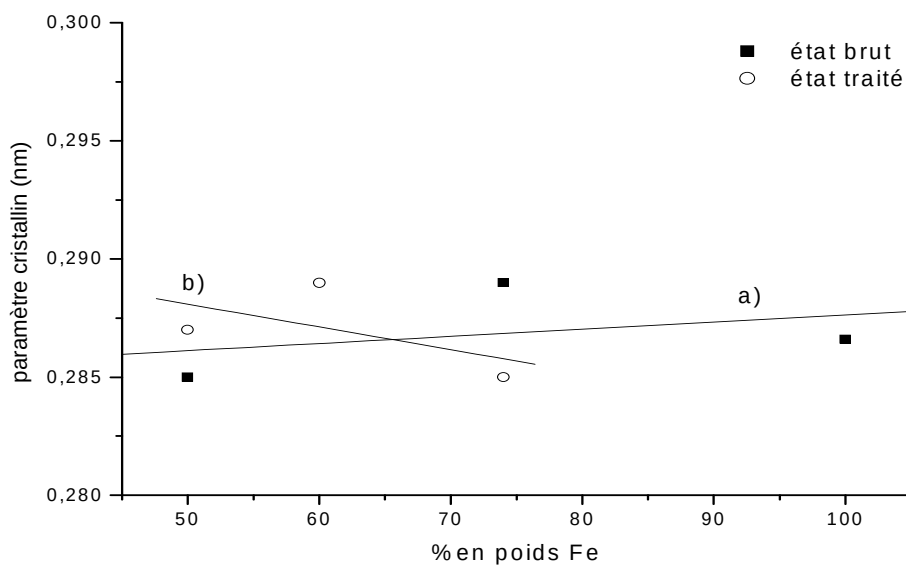


Fig.III-18- Evolution du paramètre cristallin du Fer en fonction de la teneur en fer :a)- état brut b)- état traité

III-2- Microdureté Vickers :

L'essai de microdureté est effectué par une charge de 200g pour tous les alliages Al - Fe élaborés par fusion :

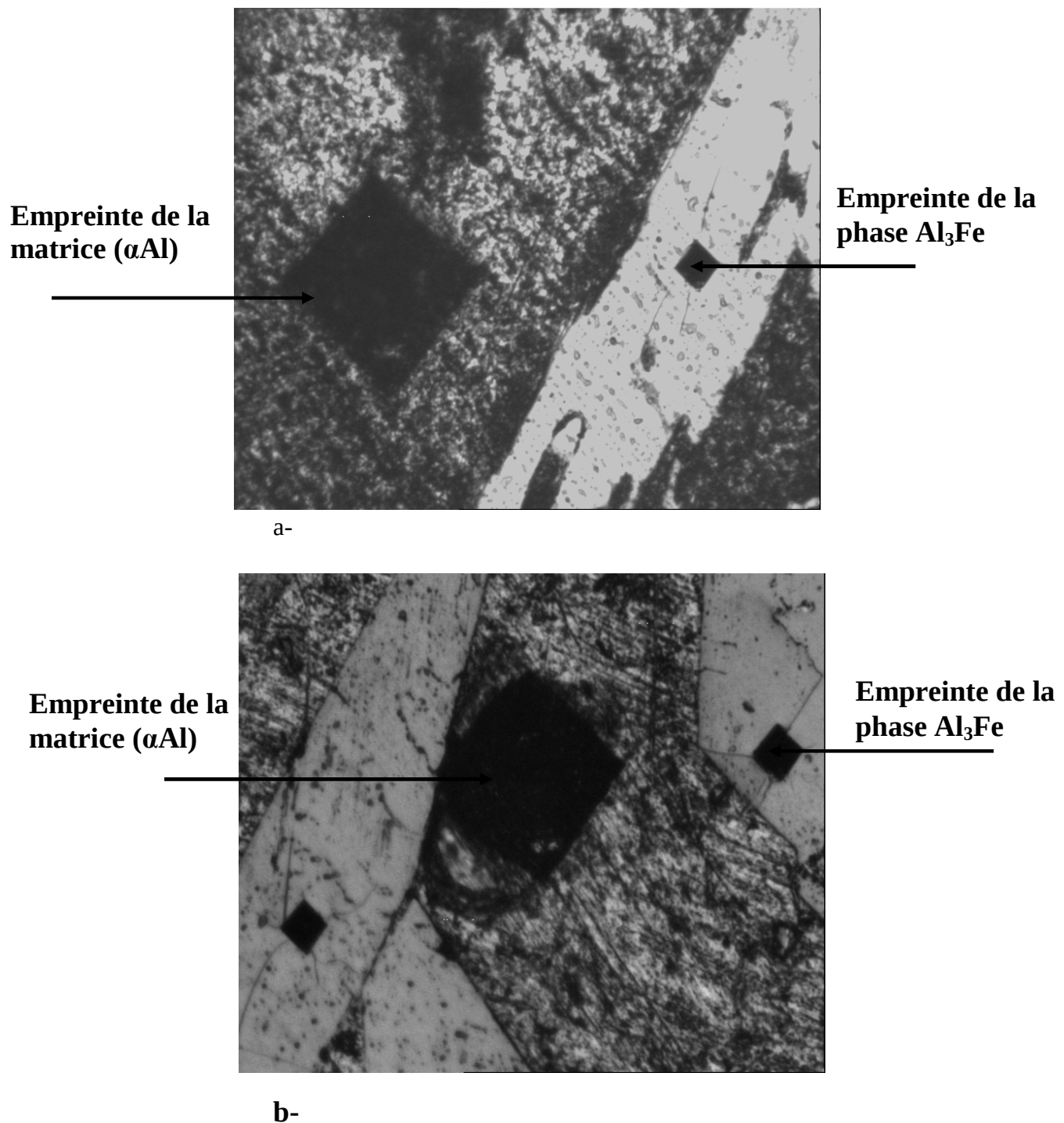


Fig-III-19- Micrographies optiques montrant les empreintes faites par l'indentation Vickers des échantillons a- Al-30%poids Fe b- Al-20%poids Fe

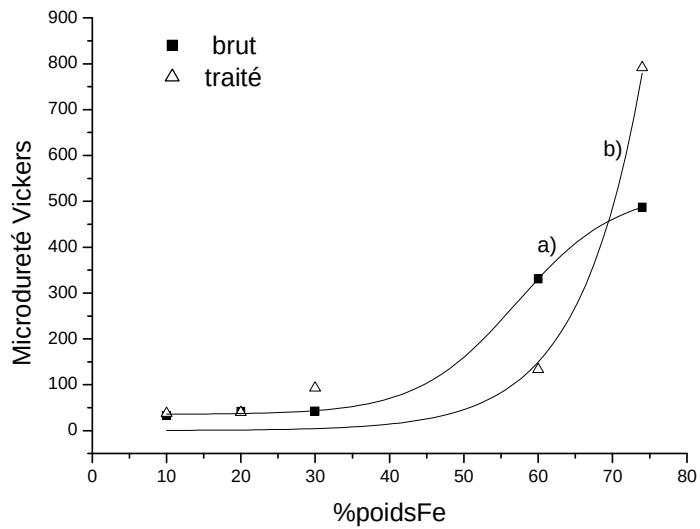


Fig-III-20-Courbe de variation de la microdureté avec les différentes compositions des alliages Al-Fe: à l'état brut et à l'état traité.

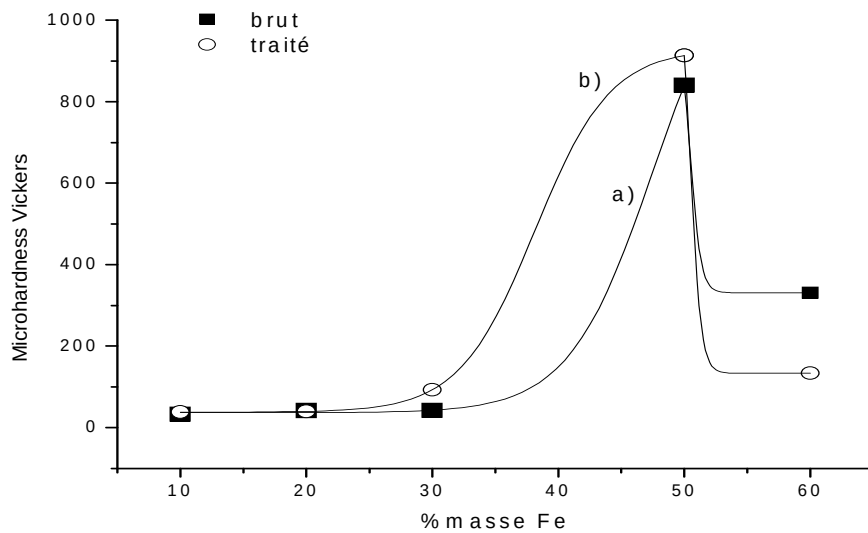


Fig-III-21-Courbe de variation de la microdureté des compositions englobant l'alliage Al-50%poids Fe : à l'état brut et à l'état traité.

La micrographie optique (figure-III-19), après indentation, montre clairement la forme de l'empreinte de la matrice et celle de la phase intermétallique Al_3Fe pour les deux alliages Al-20,30 %poids Fe.

Sur la figure (III-20) on constate que les deux courbes de variation de la microdureté des échantillons brut et traité ont qualitativement une allure similaire (courbe en S). Entre 10% et 30% poids Fe les microduretés des échantillons bruts et traités sont quasiment voisines et demeurent presque constantes. Au-delà de 60% en poids Fe la valeur de la microdureté augmente brusquement.

Dans la figure (III-21) et à la composition Al-50%poids Fe, la dureté atteint une valeur maximale dans les deux états brut et traité avec une augmentation plus prononcée pour l'état traité ce qui prouve qu'il y'a eu compétition entre les effets de la précipitation et de la taille du grain.

Notons que pour des dépôts Al-Fe [28], la microdureté intrinsèque des dépôts augmente en fonction de la teneur en fer à partir de 1300 MPa (aluminium pur) jusqu'à un maximum en forme de plateau de 8000 MPa situé entre 45 et 70 % at Fe s'ensuit une décroissance pour atteindre celle du fer vers 4000MPa.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette étude a permis de caractériser plusieurs alliages Al-Fe de différentes compositions en fer élaborés par fusion haute fréquence. Différentes phases métastables ont pu être identifiées à l'état brut aux cotés des phases déjà prévues par le diagramme d'équilibre.

Le degré d'ordre à grande distance et le facteur de température ont également été déterminés. Les mesures de microdureté Vickers montrent un maximum prononcé vers 50% poids Al, ce qui est en faveur d'un effet de durcissement combiné mettant en jeu le durcissement de solution solide et le durcissement par précipitation.

L'analyse par diffraction des rayons x des échantillons Al-74poids%Fe brut Al-60poids%Fe et Al-74poids%Fe, Al-60poids%Fe traités indique qu'il y a une phase ordonnée. Nous avons pu observer des raies de diffraction correspondant à la structure ordonnée B_2 (C.C, $a_{B_2}=0.289\text{nm}$) en plus d'autres raies correspondant à la phase d'équilibre stable Al_2Fe .

Les spectres des différentes compositions de l'alliage Al-Fe réalisés par diffraction des rayons X, permettent également de déterminer la variation du paramètre cristallin de l'aluminium. Nous avons tracé la variation des paramètres cristallins, en fonction de la teneur en fer à l'état brut et à l'état traité du côté riche en aluminium. A l'état brut, on note une augmentation linéaire du paramètre cristallin jusqu'à 20%poids Fe. Cette variation est due à la différence de taille entre les atomes de soluté ($r_{\text{Fe}}=1.24\text{\AA}$) et du solvant ($r_{\text{Al}}=1.43\text{\AA}$) (solution solide de substitution du fer dans l'aluminium). Au-delà de 20%poids Fe, le paramètre cristallin chute brusquement jusqu'à 30%poids Fe, cette chute peut être expliquée par l'apparition de la phase Al_6Fe à côté de la phase Fe_3Al déjà présente pour %Fe < 20%poids. Après recuit à 500°C, le paramètre évolue de la même manière qu'à l'état brut avec toutefois une contraction notable du réseau.

Références

Références:

- [1] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Alliage>
- [2] http://fr.wikipédia.org/wiki/aluminium_et_ses_alliages
- [3] Blanchard, P. Colombie, c. pellerin, V. Fayelle, S, Vincent, (1991) material effects in fretting wear. Application to iron, titanium, and aluminium alloy. Metallurgical transaction A, 22A, 1535-1543
- [4] Elleuch, K, fouvery, S. (2001) Wear analysis of a357 aluminium alloy under fretting, wear (soumise le 15 novembre 2001).
- [5] W.Chen, map for the magnesium alloy Mg-2Al-0.9 Zn (AZ91). P.246, 106-116
- [6] http://www.lpmc.univ-montp2.fr/site/Cours_en_ligne/metallographie.pdf
- [7] T.B. Massalski (Ed.), Binary Alloy Phase Diagrams, ASM, Metals
- [8] O.kubaschewski, Iron-binary phase diagrams, p.5, spinger, berlin (1982)
- [9] McKamey CG, DeVan JH, Tortorelli PF, Sikka VK. J Mater Res 1991; 6:1779 Park, Ohio, 1990, p. 147.
- [10] B.E. Warren X ray diffraction, Addison. Wesley, Massachusetts, (1969), P.211.
- [11] M.Gantois, diffraction des rayons X et des électrons Institut Nationale Polytechnique de nancy.
- [12] M.Y.Débili, Thèse de doctorat, Annaba Juin 1998. « Solidification rapide sur roue et pulvérisation cathodique magnétron d'alliages Fe-Al ou Al-Fe »
- [13] M.M.Celis, Transformation De Phases et Comportement à L'Oxydation D'Alliages Fe-AL, thèse de doctorat Mai 2007 INP Toulouse.
- [14] P.j.black, Jimm A23, 37112, R.Candel, Jimma 242.55.
- [15] D.Mukhopadhyay, Structure Evolution in Mechanically Alloyed Al-Fe powder Mixture paper contest winner. 1994. p1-9.
- [16] ICDD JCPDS N°33-0019 (1997).
- [17] BY.D. H. Kim. Philosophical Magazine. A. 1994.Vol. 69. N°. 1. p45. 55.
- [18] André. Roos, Bernard Milet, précis de métallurgie Appliqué (1982).

- [19] Jeun.luc.Martin, Analyse par rayons X et neutrons. Caractérisation expérimentale des matériaux2. Traité des matériaux
- [20] Revue de recherche. 270/novembre 1994.vol 25 : p1145-1151
- [21] Elliott et al, thermodynamique for steelmaking, vol.2, p. 343.
- [22] Ioannis Iglissis, « Etude de l'influence des paramètres de solidification sur la structure et les propriété d'alliages Aluminium-silicium» Thèse de magister, Université Technique nationale d'Athènes,(1976).
- [23] H.Boudemagh, «Contribution à l'étude de la phase oméga (ω) et de l'ordre à longue distance (LRO) dans les alliages Fe-Al solidifié rapidement»thèse de magister, université annaba,(2004).
- [24] B.E. Warren, X ray diffraction (New york, Dover, (1990).
- [25] C.E.Krill, John son, J.Matter. Res. 10, 280 (1995).
- [26] B.Hung; Non equilibrium structures in Al-Fe Alloys by mechanical Alloying, Ph. D; Thesis, Kyoto University, Japan (1990).
- [27] A. Tonejet, A. Bonefacic, J.Appl. phys, 1968, Vol.40, p.119.
- [28] M.Y.Débili, La revue de métallurgie-CIT/science et génie des matériaux, 1998, p 1501-1507.