



Faculté des Sciences
Département de Physique

Année 2008

MEMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

**Caractérisation microstructurale
des alliages Al-Ti**

Option: Matériaux Emergents

Par

Salim BOULKHESSAIM

Directeur de mémoire: Mohamed DRAISSIA M.C. Univ. Badji Mokhtar-Annaba

DEVANT LE JURY:

Président:

Mohamed Yacine DEBILI Pr. Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Examineurs:

Abd El-Hafid TRIKI M.C Univ. Badji Mokhtar-Annaba

Farid GHELDANE M.C Univ. Badji Mokhtar- Annaba

Abstract

This work consists in studying the microstructural properties of the binary Al-Ti alloys system in the two states, brut and heat-treated at 500 °C. A set of Al-Ti samples were elaborated by high frequency (HF) melting from mixtures of high purity aluminium and titanium.

We gathered the possible phases with their microstructural characteristics from the diagram of phases and ASTM cards. The analysis of the structural evolution from DRX spectra ($\lambda_{k\alpha} = 0,154 \text{ nm}$) revealed the existence of distinctive phases $D0_{22}$ Al_3Ti in aluminium rich-side, $D0_{19}$ $AlTi_3$ in titanium rich-side and orthorhombic Al_2Ti phase in the intermediary compositions. One also observed the formation of metastable phases as well as phase separations.

Measurements of microhardness were made with a load of 800 g for 10 seconds of duration application. Alloy Al-20 wt.% Ti has a microhardness of about 100 MPa stable in the 2 states. The microhardness increases with the titanium content where it reaches the value of 500 MPa. In the heat-treated state, the microhardness increases linearly with the titanium content testifying the homogenisation of alloys by the heat-treatment

Résumé

Ce travail consiste à étudier les propriétés microstructurales du système d'alliages binaires Al-Ti dans les deux états brut et traité à 500 °C. Les matériaux de base utilisés dans l'élaboration sont des poudres d'aluminium et de titane de pureté de laboratoire.

Nous avons rassemblé les phases possibles ainsi que leurs caractéristiques microstructurales à partir du diagramme de phases et des fiches ASTM. L'analyse de l'évolution structurale des spectres DRX ($\lambda_{k\alpha} = 0,154 \text{ nm}$) a révélé l'existence distinctive des phases $\text{DO}_{22} \text{Al}_3\text{Ti}$ coté riche en aluminium, $\text{DO}_{19} \text{Ti}_3\text{Al}$ coté riche en titane et la phase orthorhombique Al_2Ti dans les composition intermédiaires. On a observé aussi la formation de phases métastables ainsi que des séparations.

Les mesures de microdureté ont été effectuées, avec une charge de 800 g, pour une application d'une durée de 10 secondes. L'alliage Al-20 m. % Ti a une microdureté de l'ordre de 100 MPa stable dans les 2 états d'étude. La microdureté augmente avec la teneur en titane où elle atteint la valeur de $\pm 500 \text{ MPa}$. A l'état traité, la microdureté croît linéairement avec la teneur en titane témoignant de l'homogénéisation des alliages par le traitement thermique.

Liste des Tableaux

Tab.	Titre	Page
I-1	Propriétés physiques de l'aluminium	15
I-2	Dénomination des alliages d'aluminium.	16
I-3	Classement des alliages d'aluminium.	17
I-4	Propriétés physiques du Titane	21
I-5	Classification des éléments d'alliages selon leur influence sur les phases α et β	23
I-6	Comparaison des propriétés des alliages Al-Ti avec celles des superalliages base nickel et des alliages de titane classiques.	29
I-7	Tableau des phases des éléments Al et Ti.	30
I-8	Tableau des phases des composés intermétalliques dans le système d'alliages Al-Ti	31
II-1	Compositions étudiées dans les alliages Al-Ti	41
III-1	Caractéristiques cristallographiques des phases Al(Ti).	50
III-2	Structure cristalline et paramètres cristallins de la phase tétragonale Al_3Ti .	63
III-3	Structure cristalline et paramètres cristallins de la phase tétragonale Al_2Ti .	64
III-4	Représentation des structures des alliages Al(riche)-Ti.	66
III-5	Structure cristalline et paramètres cristallins de la phase tétragonale $AlTi_3$.	69
III-6	Structures cristallines des alliages Al-Ti(riche) élaborés par fusion HF	70
III-7	Caractéristiques microstructurales et chimiques des éléments d'alliages Al et Ti.	70

Liste des figures

Fig.	Titre	Page
I-1	Solution solide d'insertion	4
I-2	Solution solide de substitution	5
I-3	Représentation des solutions solides	6
I-4	Représentation des précipités	7
I-5	Diagramme d'équilibre du système Al-Cu.	10
I-6	Forme de l'interface solide/liquide en fonction de la vitesse de avancement	12
I-7	Représentation d'une dendrite.	12
I-8	Cristallographie du titane pur en fonction de la température.	20
I-9	Représentation de la transformation $\beta \leftrightarrow \alpha$	22
I-10	classification des alliages de titane en fonction de la composition chimique.	26
I-11	Représentation de mécanisme de transformation $\beta \rightarrow \omega$ proposé par Fontaine	27
I-12	Diagramme d'équilibre de système Al-Ti	33
I-13	Structure $L1_0$	34
I-14	Structure de la phase Do_{19} $AlTi_3$	34
I-15	Représentation de la structure Do_{22} de la phase Al_3Ti	35
II-1.	Fonctionnement d'inducteur	39
II-2.	Diagramme d'équilibre de phases du système Al-Ti	41
II-3.	Fusion des alliages Al-Ti par HF	43
III-1.	Représentation géométrique de la diffraction des rayons X par un cristal solide	47
III-2.	Spectre de diffraction de rayons X de l'aluminium pur à l'état brut	51
III-3	Spectres de diffraction des rayons X des alliages Al-20 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.	52
III-4.	Spectres de diffractions des rayons X des alliages à composition Al-40 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.	53
III-5.	Spectres de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-50 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.	54
III-6.	Spectres de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-60 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.	55

III-7.	Spectre de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-70 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.	56
III-8.	Spectre de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-80 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.	57
III-9	Spectres DRX des alliages Al-Ti coté riche en Al : (a) Al pur, (b), (c), (d) état brut des alliages Al-20 m.% Ti, Al-40 m.% Ti, Al-50 m.% Ti et (b'), (c') et (d') état traité des même alliages 20 m.% Ti, 40 m.% Ti, 50 m.% Ti à 500 °C	58
III-10	Spectres DRX des alliages Al-Ti coté riche en Ti : (e), (f), (g) état brut des alliages Al-60 m.% Ti, Al-70 m.% Ti, Al-80 m.% Ti et (e'), (f'), (g') état traité des même alliages 60 m.% Ti, 70 m.% Ti, 80 m.% Ti à 500 °C.	59
III-11	Diagramme DRX de l'alliage Al-20 m.% Ti à l'état brut montrant la séparation des phases.	60
III-12	Maille de la phase tétragonale Al_3Ti	62
III-13	Maille de la phase orthorhombique Al_2Ti .	64
III-14	Diagramme d'équilibre de phases du système d'alliages binaires Al-Ti	66
III-15	Maille de la phase orthorhombique $AlTi_3$.	68
III-16	Représentation de la séparation des phases dans l'alliage Al-70 m. % Ti à l'état brut.	69
III-17	Dispositif d'observation optique.	71
III-18	Microscopie optique de l'alliage Al-20 m.% Ti	72
III-19	Microscopie optique de l'alliage Al-40 m.% Ti	73
III-20	Microscopie optique de l'alliage Al-50 m.% Ti	74
III-21	Microscopie optique de l'alliage Al-60 m.% Ti	75
III-22	Microscopie optique de l'alliage Al-70 m.% Ti	76
III-23	Microscopie optique de l'alliage Al-80 m.% Ti	77
III-24	Formation de parois antiphases dans les alliages Al-Fe	79
III-25	Evolution de la taille de grains dans les alliages Al-Ti à l'état brut.	80
III-26	Evolution du paramètre cristallin a_{Al}	81
III-27	Evolution de LRO	84
IV-1	VI-1. Empreinte Vickers laissée par un indenteur pyramide carré sous une charge $F = 0,255 \text{ N}$.	85
IV-2.	Procédure d'un essai de dureté Brinell.	86
IV-3	Représentation schématique de l'essai d'indentation Vickers	87
VI-4	Micoduromètre Vickers	88
VI-5	Représente l'empreinte d'indentation Vickers dans les alliages Al-Ti élaboré par fusion HF.(a) Al-80 m.% Ti brut.(b) Al-60 m.% Ti brut	89

REMERCIEMENTS

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

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

Je tiens à témoigner ma reconnaissance aux membres de Jury:

A monsieur Mohamed Yacine DEBILI, Professeur en physique à l'université de Annaba 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 le Dr. monsieur Abd El-hafid TRIKI maître de conférence en physique à l'université de Annaba d'avoir accepté d'examiner mon mémoire.

Je remercie le Dr. monsieur Farid GHELDANE maître de conférence à l'université de Annaba d'avoir accepté 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.

Introduction générale	P 01
-----------------------	------

Chapitre 01: Recherche bibliographique

1. Introduction	P 03
2. Rappels sur la règle des phases	P 03
2-1. Phase φ	P 03
2-2. Nombre de composants	P 03
2-3. Nombre de degré de liberté du système	P 03
2-4. Les solutions solides	P 04
2-4-1. Définitions	P 04
2-4-2. solutions solides de substitution et d'insertion	P 04
2-4-2-1. Solutions solides d'insertion	P 04
2-4-2-2. Solutions solides de substitution	P 05
2-4-2-3. Solutions solides primaires	P 05
2-4-2-4. Solutions solides intermédiaires	P 05
2-4-2-5. Solutions solides ordonnés et désordonnés	P 06
3. Les alliages	P 07
3-1. Définition d'un alliage	P 07
3-2. Alliage hétérogène	P 07
3-3 Transformations de phase	P 07
3-3-1. Définition	P 07
3-3-2. Mécanisme de transformation de phase	P 08
3-3-2-1. Aspect thermodynamique	P 08
3-3-2-2. Aspect qualitatif	P 08
3-4. Diagramme d'équilibre de phases	P 09
3-4-1. Généralités sur le diagramme d'équilibre	P 09
3-4-2. Lecture d'un diagramme d'équilibre de phases	P 10
3-5. La solidification	P 10
3-5-1. Généralités	P 10
3-5-2. La germination	P 11
3-5-3. La croissance	P 11
3-5-4. Solidification eutectique	P 13
3-5-5. La précipitation	P 13
4. L'aluminium et ses alliages	P 14
4-1. L'aluminium pur	P 14
4-1-1. Généralités	P 14
4-1-2. Les alliages d'aluminium	P 14
4-1-3. Désignation des alliages d'aluminium	P 16
4-1-4. Classement par type de transformation	P 16
4-2. Propriétés générales des alliages d'aluminium	P 17

4-2-1. Quelques caractéristiques des alliages d'aluminium	P 17
4-2-2. Différents traitements des alliages d'aluminium	P 18
4-2-2-1. Généralités	P 18
4-2-2-2. Traitements d'écrouissage	P 18
4-2-2-3. Traitements d'adoucissement	P 18
4-2-2-4. Traitements de trempe structurale	P 19
4-2. Application des alliages d'aluminium	P 19
5. Le titane et ses alliages	P 20
5-1. Le titane pur	P 20
5-1-1. Caractéristiques structurales	P 20
5-1-2. Transition $\beta \rightarrow \alpha$	P 22
5-2. Propriétés du titane	P 23
5-3. Les alliages de titane	P 23
5-3-1. Eléments d'alliage du titane	P 23
5-3-2. Nature des éléments d'alliages du titane	P 24
5-3-2-1. Les éléments alphagènes	P 24
5-3-2-2. Les éléments bétagènes	P 24
5-3-2-3. Les éléments neutres	P 24
5-4. Nature des alliages	P 24
5-4-1. Les alliages « alpha »	P 24
5-4-2. Les alliages « alpha/beta »	P 25
5-4-3. Les alliages « beta »	P 26
5-5. Classification des alliages de titane	P 26
5-5-1. Généralités	P 26
5-5-2. Phases présentes dans les alliages de titane	P 27
5-5-2-1. Phases ω	P 27
5-5-2-2. Phases ω athermique	P 27
5-5-2-3. Phase ω isotherme	P 28
5-5-2-4. Origines de la phase ω	P 28
6. Les alliages binaires aluminium –titane (Al-Ti)	P 29
6-1. Généralités	P 29
6-2. Tableaux des phases du système Al-Ti	P 30
6-3. Diagramme d'équilibre du système de l'alliage Al-Ti	P 32
6-4. Structure des phases des alliages Al-Ti	P 34
6-4-1. Structure de la phase AlTi	P 34
6-4-2. Structure de la phase AlTi ₃	P 34
6-4-3. Structure de la phase Al ₃ Ti	P 35
7. Microstructure des alliages binaires Al-Ti	P 36
7-1. Généralités	P 36
7-2. Structure lamellaire	P 36
7-3. Structure duplex	P 36
7-4. Diffusion dans le système Al-Ti	P 36
8. Conclusion	P 37

Chapitre 02: Elaboration des alliages Al-Ti

1. Introduction	P 38
2. Généralités sur les techniques d'élaboration	P 83
2-1. Fusion des corps massifs par l'induction à haute fréquence	P 38
2-2. Le chauffage par induction	P 38
2-3. Le générateur à haute fréquence (HF)	P 39
2-3-1. Description du générateur HF	P 39
2-3-2. Le coffret d'adaptation d'impédance (CAI)	P 40
2-3-3. La ligne d'induction et l'inducteur	P 40
2-3-4. Le système de refroidissement	P 40
3. Elaboration des alliages Al-Ti par fusion HF	P 41
3-1. Préparation des cibles	P 41
3-1-1. Matériaux étudiés	P 41
3-1-2. L'agglomération à froid	P 42
3-2. Description de l'élaboration des échantillons Al-Ti par fusion HFP	42
3-3. Traitements des échantillons	P 44
3-3-1. Traitement thermique	P 44
3-3-2. Découpe des échantillons	P 44
3-3-2. Polissage mécanique	P 44
3-3-3. Traitement chimique	P 45
4. Conclusion	P 45

Chapitre 03:Caractérisation structurale

1. Introduction	P 46
2. Structure des alliages Al-Ti	P 46
2-1. Généralités sur la diffraction des rayons X	P 46
2-2. Microstructure des alliages bruts et traités	P 49
2-2-1. Recherche des phases	P 49
2-2-2. Discussion des résultats de diffractions des rayons X	P 60
2-2-3. Observations optiques	P 71
2-2-3-1. Généralités	P 71
2-2-3-2. Résultats des observations optiques	P 72
2-2-3-3. Interprétation des résultats de microscope optique	P 77
2-2-3-4. Caractéristiques microstructurales par DRX	P 80
2-2-3-4-1. Taille de grains	P 80
2-2-3-4-2. Paramètres cristallins	P 80
2-2-3-4-3. Degré d'ordre à longue distance (LRO)	P 81
3 Conclusion	P 82

Chapitre 04: Mesures de dureté

1. Introduction	P 84
2. Généralités sur les tests de microdureté	P 84
2-1. Principe de mesure de dureté	P 84
2-2. Dureté Brinell	P 85
2-3. Dureté Meyer	P 86
2-4. Dureté Vickers	P 86
3. Microdureté Vickers des alliages Al-Ti	P 88
3-1. Description du dispositif expérimental	P 88
3-2. Mesure de microdureté des alliages Al-Ti	P 89
4. Conclusion	P 89
Conclusion générale	P 91

Introduction générale

La connaissance des transformations de phase des alliages est restée très étroitement liée à l'étude des relations entre microstructures et propriétés mécaniques. Les transformations de phase à l'état solide accompagnant l'évolution structurale sont souvent utilisées pour le contrôle des propriétés mécaniques des matériaux métalliques. Une transformation de phases consiste en un changement structural ou une variation des propriétés physiques sous l'effet d'une modification des conditions extérieures auxquelles est soumis l'alliage. Les transformations de phases étant gouvernées par des mécanismes de germination et croissance nécessitant de prendre en compte les mécanismes et les paramètres dont ils dépendent.

Un alliage est une combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments. Lorsque dans un alliage la teneur en élément d'alliage augmente, on peut avoir formation de phases sous forme de précipités et d'intermétalliques. On peut constater dans le diagramme de phase de système d'alliages binaires qu'une grande gamme de microstructures peut être obtenue selon des compositions différentes et des traitements thermiques différents. La microstructure du solide obtenu dépend des paramètres de la solidification : vitesse de refroidissement, gradients thermiques.

L'aluminium, par sa faible densité, sa résistance à la corrosion sa facilité de mise en forme et sa conductivité électrique est très important pour l'économie mondiale. Le titane étant un métal de transition, il peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition (en substitution ou en insertion dans le réseau selon la nature d'éléments). Les alliages d'aluminium sont beaucoup employés dans l'industrie aérospatiale, les domaines du transport, la construction,...Il existe de nombreux alliages d'aluminium différents que se soient des alliages corroyés ou des alliages de fonderie.

Les alliages à base Al-Ti possèdent des propriétés attractives telles qu'une faible masse volumique ($\sim 3,8 \text{ g/cm}^3$), une grande résistance spécifique (contrainte à la rupture/masse volumique), une bonne résistance à l'oxydation, et une bonne résistance au fluage, pour toutes ces raisons, ces alliages sont étudiés et développés pour des applications à haute température dans les domaines aérospatial, aéronautique et automobile.

Cette thèse se compose essentiellement de :

Le premier chapitre rassemble des généralités sur les solutions solides et des notions de solidification, germination et les transformations des phases et une synthèse sur les alliages à base d'aluminium et à base de titane et aussi sur les alliages à base Al-Ti.

Le deuxième chapitre est consacré à la description des matériaux utilisés, des conditions et des techniques expérimentales. Dans un premier temps, nous présentons le principe de la préparation des alliages par fusion HF. Ensuite, les différentes méthodes de caractérisations des alliages. Enfin, nous détaillons les conditions expérimentales utilisées pour réaliser les essais.

Le troisième chapitre a pour but d'observer et d'interpréter l'évolution microstructurale des alliages Al-Ti synthétisés en fonction de la teneur en titane. Pour cela, nous avons utilisé la diffraction des rayons X et la métallographie optique, ces méthodes d'observations et d'analyse qui nous ont permis de présenter une étude détaillée de la microstructure des alliages.

Le quatrième chapitre, une étude détaillée sur la microdureté Vickers des alliages à base Al-Ti.

Enfin, une conclusion générale et des perspectives sur les alliages binaire à base Al-Ti et le procédé HF.

Chapitre 01

Recherche bibliographique

1. Introduction

L'étude quantitative thermodynamique et cinétique des transformations de phase accompagnant l'évolution structurale permet d'améliorer les propriétés mécaniques des matériaux métalliques. Ainsi, en science des matériaux, une phase est un milieu dans lequel les paramètres varient de manière continue incluant notamment la composition chimique et la densité. Les transformations de phase étant gouvernées par des mécanismes de germination et croissance, leur étude nécessite de prendre en compte ces mécanismes et les paramètres dont ils dépendent.

2. Rappels sur la règle des phases

2-1. Phase φ

Bien que le concept de phase soit simple, il est difficile de le définir précisément. Une bonne définition de la phase d'un système est « une région de l'espace des paramètres thermodynamiques du système dans lequel l'énergie libre est une fonction analytique ». Ceci signifie que deux états d'un système sont dans la même phase s'il existe une transformation physique passant de l'un à l'autre sans qu'il y ait de changements difficiles dans les propriétés thermodynamiques. En thermodynamique, en chimie et en science des matériaux, une phase est un milieu dans lesquelles paramètres varient de manière continue ; cela inclut notamment la composition chimique et la densité. De ce fait, un corps pur dans un état donné (solide, liquide ou gazeux) constitue en général une seule phase.

2-2. Nombre de composants

Chaque phase contient un nombre d'espèces bien définies. Le nombre de composants est ce nombre d'espèces diminué du nombre de relations chimiques qui les relient.

2-3. Nombre de degré de liberté du système

Lorsque le nombre de composants d'un système et les composants de chacune des phases sont connus, c'est le nombre de facteurs qu'il faut préciser pour que l'équilibre soit défini

Le calcul théorique du nombre de degré de liberté du système [1] est donné par

$$\nu = C + 2 - \varphi \quad (\text{I-1})$$

Dans le cas où la phase gazeuse n'intervient pas (Cas particulier), le paramètre pression n'intervient pas puisque les solides et les liquides sont réputés incompressibles, c'est le cas des courbes de fusion, des transformations allotropiques. Le nombre de degré de liberté du système est alors

$$v = C + 1 - \varphi \quad (I-2)$$

2-4. Les solutions solides

2-4-1. Définitions

Les solutions solides sont les mélanges monophasés (homogènes) de l'un des deux constituants principaux A et B pour une solution solide binaire, le terme solvant est associé au constituant le plus abondant et le terme soluté au constituant le moins abondant.

Il est difficile de prévoir l'allure d'un diagramme d'équilibre de phase d'un système d'alliages quel que soit la nature du mélange, qu'il soit simple pour les alliages binaires ou compliqué pour les alliages ternaires et plus.

2-4-2. solutions solides de substitution et d'insertion

On peut cependant classer les solutions solides en deux catégories et qui sont les solutions interstitielles et les solutions par substitution.

2-4-2-1. Solutions solides d'insertion

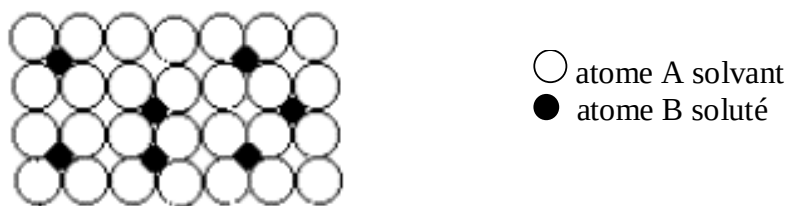


Figure I-1. Solution solide d'insertion

Dans le premier cas (Fig. I-1), les atomes d'un soluté B viennent s'installer dans les interstices, les cavités disponibles entre les atomes du solvant A. Ces solutions ne sont possibles que si le diamètre des atomes B est très inférieur à celui des cavités disponibles dans le réseau cristallin du solvant A. En général, les atomes B ont un diamètre beaucoup plus petit que ceux de A. Les solutions solides d'insertion les plus connues sont formées avec l'hydrogène, le bore, le carbone, l'azote et l'oxygène dissous dans les métaux.

2-4-2-2. Solutions solides de substitution

Dans ce second cas, les atomes B viennent prendre la place des atomes A, on dit que les atomes B viennent substituer les atomes A dans le réseau cristallin (Fig. I-2).

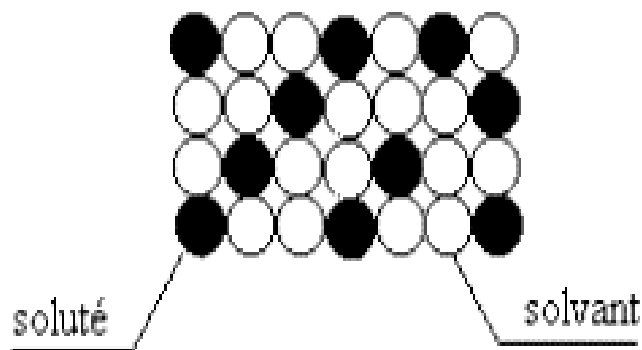


Figure I-2. Solution solide de substitution

2-4-2-3. Solutions solides primaires

Les solutions solides primaires sont formées à partir du solvant pur ou du soluté pur. Elles possèdent une même structure cristalline que celle des constituants purs. Lorsque deux constituants purs ont même structure, ils peuvent former une solution solide continue, on dit alors qu'il y a miscibilité totale [1,2].

2-4-2-4. Solutions solides intermédiaires

Ce sont les solutions solides dont le domaine d'existence n'est pas limité par les constituants purs. Elles possèdent une structure cristalline et des propriétés physiques différentes de celles des constituants purs.

2-4-2-5. Solutions solides ordonnées et désordonnées

Elles peuvent être de substitution ou d'insertion :

Une solution solide est désordonnée si un atome se trouvant sur un site cristallin donné est différent des atomes occupant les sites voisins. La figure I-3 représente les solutions solides ordonnées et désordonnées.

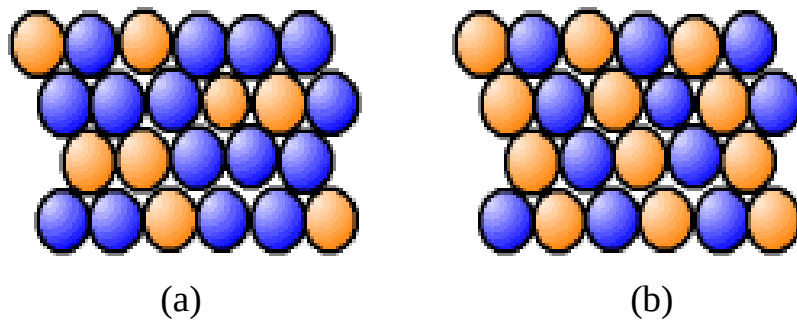


Figure I-3. Représentation des solutions solides :
(a) désordonné
(b) ordonné

3. Les alliages

3-1. Définition d'un alliage

Un alliage est une combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments. Le métal pur a des caractéristiques mécaniques relativement faibles, le fait d'ajouter d'autres éléments permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques ou de modifier les caractéristiques chimiques des métaux, ou améliorer d'autres caractéristiques facilitant la mise en œuvre.

3-2. Alliage hétérogène

Lorsque dans un alliage la teneur en élément d'alliage augmente, on peut avoir formation de deux phases, une phase contenant peu de l'élément d'alliage, et une phase dont la teneur est forte en élément d'alliage. Les cristallites à forte teneur en élément d'alliage sont appelées précipités (Fig. 4).

Les précipités sont souvent des alliages ordonnés, que l'on appelle intermétalliques.

Les intermétalliques ainsi formés sont parfois étudiés en tant qu'alliages indépendants soit comme un nouveau matériau.

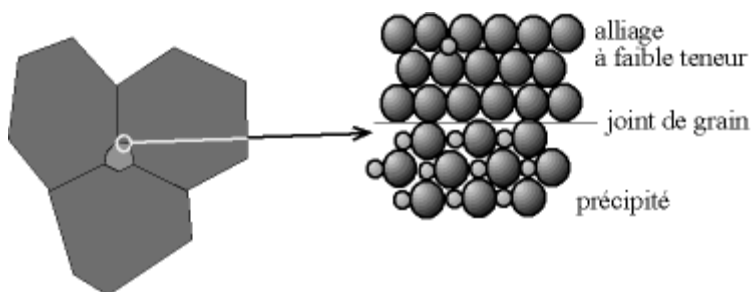


Figure I-4. Représentation des précipités

3-3 Transformations de phase

3-3-1. Définition

Une transformation de phase consiste en un changement structural ou une variation des propriétés physiques d'un alliage, sous l'effet d'une modification des conditions extérieures auxquelles il est soumis.

3-3-2. Mécanisme de transformation de phase

3-3-2-1. Aspect thermodynamique

La modification de phase considérée comme le passage d'un arrangement d'atomes d'enthalpie libre G_I à un autre arrangement d'enthalpie libre G_F inférieure à G_I , la différence d'enthalpie $G_F - G_I$ est négative. Cette différence en constitue l'énergie motrice ΔG , et dépend de l'écart de température par rapport à la température d'équilibre T_E entre phase mère et produit.

$$\Delta G = G_F - G_I \quad (I. 3)$$

Pour qu'un atome puisse participer à la transformation il faut qu'il acquière une énergie appelée énergie libre d'activation qui peut être fournie par activation thermique.

3-3-2-2. Aspect qualitatif

Dans les solides, il existe deux types de transformations avec diffusion et sans diffusion (displacive ou martensitique).

Les transformations avec diffusion sont toutes les transformations à l'état solide nécessitant le déplacement des atomes sur plusieurs distances interatomiques comme par exemple la précipitation à partir de solutions solides sursaturées.

On s'intéresse à deux phénomènes:

La transformation des premiers cristaux lors de la solidification

La transformation d'une nouvelle phase solide que l'on a déjà en phase solide.

La formation de cette phase hétérogène se fait dans les deux cas en deux étapes :

a. germination.

b. croissance.

Les transformations de phase étant gouvernées par des mécanismes de germination et croissance, leur étude et leur modélisation nécessite de prendre en compte ces mécanismes et les paramètres dont ils dépendent :

La composition chimique du matériau.

L'effet thermique subie par le matériau par chauffage ou refroidissement, les contraintes et les déformations extérieures ou intérieures (générées par la transformation).

3-4. Diagramme d'équilibre de phases

3-4-1. Généralités sur le diagramme d'équilibre

Un mélange binaire est un système à deux constituants. En général ces deux constituants ne sont pas miscibles en toutes proportions. Pour pouvoir décrire le système à deux constituants, une étude de la variance réduite de celui-ci s'impose (en effet la pression du système est imposée par l'atmosphère).

Lorsqu'il y a une seule phase la variance réduite est $V = 2$. Mais ce cas nous intéresse peu car il s'agit uniquement du cas où le système est dans l'état liquide.

Lorsqu'il y a deux phases, la variance réduite est $V = 1$.

Lorsqu'il y a trois phases, la variance réduite est $V = 0$.

La variance réduite caractérise le nombre de paramètres intensifs indépendants pour un système donné, la pression étant exclue. Donc, pour un système biphasé si on impose un paramètre intensif (la température par exemple) toutes les autres variables intensives seront imposées. C'est le cas essentiellement des fractions de phase de chaque constituant dans chaque phase. Lorsque trois phases coexistent, tous les paramètres intensifs sont fixés. Cet état est appelé point triple. Dans le cas qui nous intéresse, la coexistence de deux phases solides et d'une phase liquide s'appelle eutectique.

Les états thermodynamiques d'un alliage binaire se représentent sous la forme d'un diagramme d'équilibre qui représente la température en fonction de la fraction molaire d'un des constituant. La figure 5 représente le diagramme du système Al-Cu [3].

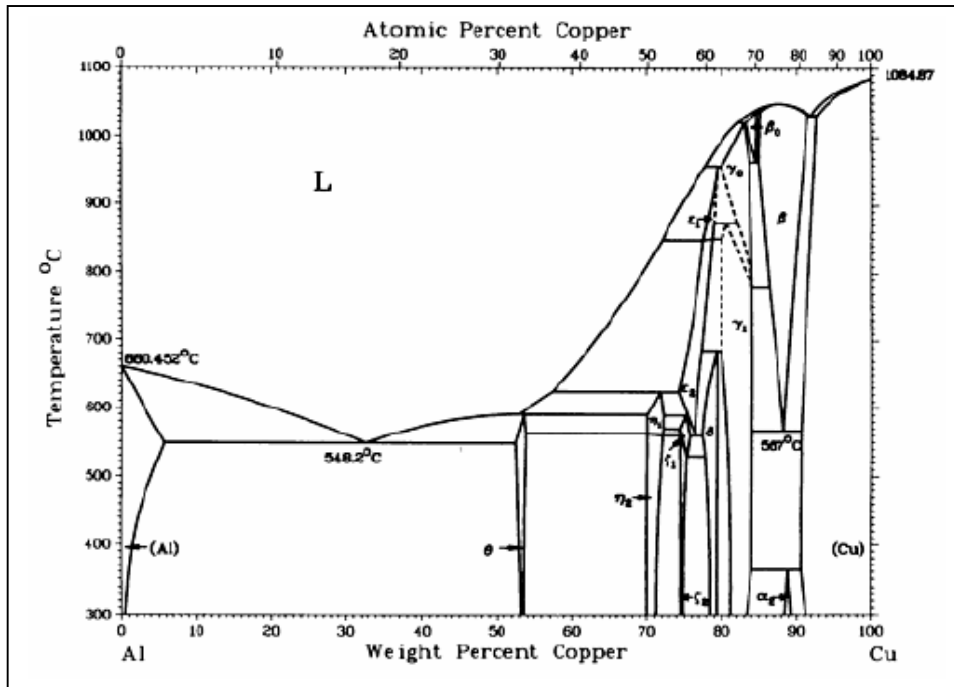


Figure I-5. Diagramme d'équilibre du système Al-Cu.

3-4-2. Lecture d'un diagramme d'équilibre de phases

La lecture du diagramme d'équilibre de phases se fait d'une manière générale comme suit :

Le diagramme se divise en plusieurs domaines, chacun représente l'existence d'une ou deux phases lorsque les paramètres de contrôle sont fixés. Un domaine d'équilibre est délimité par le liquidus et le solidus qui se rejoignent à la température de fusion du solide pur. Pour obtenir les concentrations respectives de chaque phase à l'équilibre, il suffit de tracer l'horizontale à la température donnée. Les intersections du liquidus et du solidus avec cette droite correspondent aux concentrations de chacune des phases. Les phases présentes se déterminent en fonction de la concentration moyenne du système, donc de la concentration de préparation du solide.

3-5. La solidification

3-5-1. Généralités

La solidification est l'opération au cours de laquelle un liquide passe à l'état solide, elle est régie par deux opérations, la germination qui correspond à la formation de nouveaux germes et la croissance qui correspond au développement de ces germes

On peut décrire succinctement la solidification d'un alliage métallique, lors du refroidissement d'un bain d'alliage, par l'existence d'un intervalle de température (intervalle de solidification) entre les températures du liquidus et du solidus où l'on trouve à la fois la phase solide et la phase liquide. L'alliage est alors à l'état pâteux. Au fur et à mesure que la température diminue, la morphologie de la zone pâteuse va évoluer en 4 étapes successives pour atteindre l'état solide. La microstructure du solide obtenu dépend des paramètres de la solidification qui sont en général la vitesse de refroidissement et les gradients thermiques.

3-5-2. La germination

De la même manière que pour les transformations à l'état solide, la première étape de la solidification est la germination de particules solides dans le liquide.

Deux types de germination sont possibles :

la germination homogène, c'est-à-dire la solidification d'un noyau d'atomes du liquide grâce à des fluctuations statiques dues à l'agitation thermique, ou la germination hétérogène. C'est en général cette seconde qui se produit car dans ce cas, la barrière d'enthalpie de germination est plus faible, celle-ci peut se faire sur des particules présentes dans le liquide que l'on appelle affinant, ou sur les parois du moule en fonderie. Celles-ci vont augmenter le nombre de sites de germination et donc permettre d'avoir une taille de grains plus faible. Dans les procédés de fonderie de l'aluminium, on utilise en général un alliage contenant du titane et du bore (AT5B, 5%pds de Ti et 1%pds de B) [4].

3-5-3. La croissance

Au fur et à mesure que la solidification s'effectue, l'interface solide/liquide se déplace. Le front Solide/liquide peut être plan, cellulaire ou dendritique en fonction de la composition et de la vitesse de refroidissement comme indiqué sur la figure 6. En général les alliages d'aluminium se solidifient sous forme de dendrites (Fig. 7).

Il est intéressant de noter que les bras dendritiques se forment selon des directions cristallographiques déterminées comme par exemple la direction $\langle 100 \rangle$ en ce qui concerne l'aluminium.

Les dendrites peuvent être sans direction privilégiée ce qui est le cas lorsque les gradients thermiques sont faibles et qu'il y a présence de nombreux germes de solidification. Leur croissance est alors isotrope. Elles peuvent aussi être colonnaires : il y a alors une direction privilégiée (celle du gradient thermique) selon laquelle les bras primaires vont se développer. Lorsque la fraction de solide est assez importante,

les dendrites vont entrer en contact les unes avec les autres et ainsi former un squelette solide cohérent

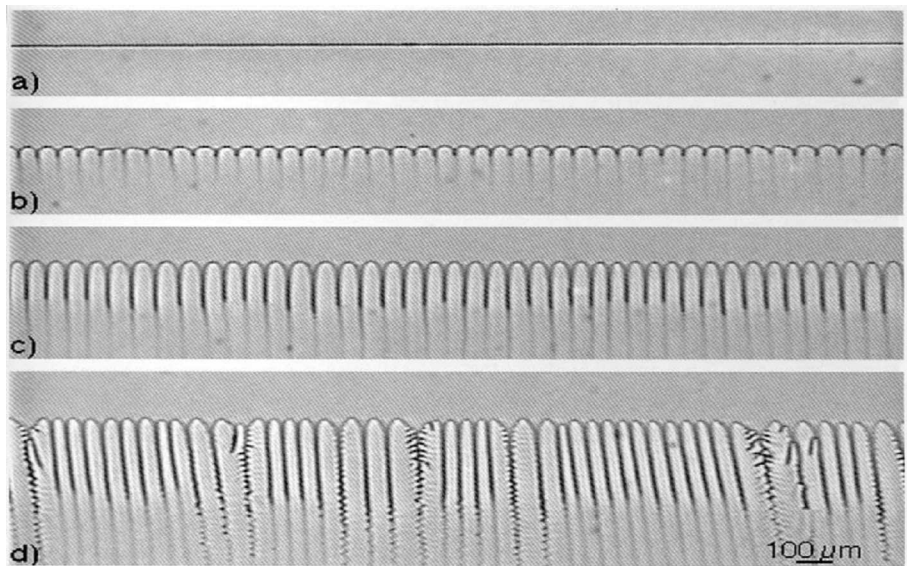


Figure I-6. Forme de l'interface solide/liquide en fonction de la vitesse de avancement.

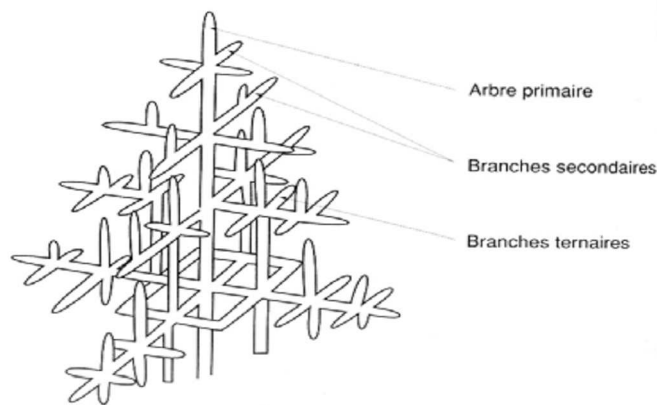


Figure I. 7 Représentation d'une dendrite.

La croissance de la phase solide ne peut plus se faire par l'avancée du front liquide/solide. On assiste à la coalescence des bras primaires des dendrites et développe des bras secondaires. La coalescence des bras primaires est possible lorsque les orientations cristallographiques sont proches : on formera alors des grains de même orientation. Le développement des bras secondaires aura quant à lui les bras les plus petits.

3-5-4. Solidification eutectique

Certains alliages peuvent avoir un palier eutectique en fin de solidification. Le liquide restant se solidifie en deux phases solides qui vont croître simultanément. Dans le cas des alliages complexes, comme il est probable qu'il existe un eutectique en fin de solidification, les dernières poches de liquide inter- dendritiques devraient donner naissance à un eutectique.

3-5-5. La précipitation

La précipitation est l'apparition d'une nouvelle phase de composition de la matrice. Elle est amorcée par deux types de germination : la germination homogène où les précipités sont distribués au hasard dans le réseau et la germination hétérogène où la précipitation se produit sur les défauts cristallins.

La croissance des précipités est dirigée soit par la diffusion d'atomes de solutés au sein de la phase mère, soit par la traversée de l'interface.

On distingue deux types de précipitation :

La précipitation discontinue : pendant la transformation le cristal est divisé en deux catégories de régions, les uns où la transformation est complète, les autres où la solution solide sursaturée reste inchangée.

La précipitation continue: pendant la transformation la concentration en soluté de la phase mère diminue jusqu'à sa valeur d'équilibre, on obtient donc un certain nombre de précipités isolés qui grossissent par le drainage des atomes de soluté.

4. L'aluminium et ses alliages

4-1. L'aluminium pur

4-1-1. Généralités

L'aluminium [5] pur est un métal malléable et ductile, sa densité est faible (métal léger), il est très oxydable, mais à l'air il se forme rapidement une couche de quelques micromètres d'oxyde d'aluminium Al_2O_3 qui protège le reste du métal, sa température de fusion est de 660°C , sa masse atomique 27, son numéro atomique est égal à 13 et sa masse volumique à 20°C est de $2,7\text{ g/cm}^3$, sa structure cristalline est CFC ($a = 0.4041\text{ nm}$) (Tab. I-1).

L'aluminium est très important pour l'économie mondiale est employé dans beaucoup d'industries pour faire de différents produits, est essentiels à l'industrie aérospatiale et dans d'autres domaines du transport et de la constructions.

4-1-2. Les alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium présentent un ensemble de propriétés qui dans certaines circonstances en font des matériaux irremplaçables. Parmi ces propriétés, sa faible densité qui est près de trois fois plus faible que celle des aciers, sa résistance à la corrosion grâce à sa couche protectrice naturelle d'oxyde Al_2O_3 [6] qui se forme spontanément à sa surface, sa facilité de mise en forme et sa conductivité électrique qui dans l'état commercial atteint 62% de celle de cuivre [7].

Il existe de nombreux alliages d'aluminium, environ 310 alliages d'aluminium différents que se soient des alliages corroyés ou des alliages de fonderie [8].

Les alliages d'aluminium pour fonderie sont des alliages dont le constituant principal est l'aluminium, ils sont destinés à être transformés par des techniques de fonderie. On les appelle "alliages légers" pour leur masse volumique nettement inférieure à celles d'autres matériaux métalliques utilisés dans l'industrie.

Les alliages d'aluminium pour corroyage sont des alliages à base d'aluminium destinés pour la majorité à être transformés par des techniques de formage (laminage, filage,...).

Caractéristiques physiques	Structure		CFC
	Paramètre cristallin a	nm	0,4049
	Température de fusion	°C	660
	Point d'ébullition	°C	2467
	Densité à 20 °C	g.cm ⁻³	2,7
	Volume molaire	m ⁻³ /mol	10×10 ⁻⁶
	Conductivité thermique	w.cm ⁻¹ .k ⁻¹	237
	Résistivité électrique	μΩcm	2,67
	Etat ordinaire		solide
Caractéristiques atomiques	Numéro atomique		13
	Rayon atomique	nm	0,143
	Masse atomique	g.mol ⁻¹	27
	Masse volumique	kg.m ⁻³	2700
	valence		3

Tableau I-1. Propriétés physiques de l'aluminium

4-1-3. Désignation des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium appartiennent à 8 familles, certains alliages sont soudables et ont une bonne résistance à la corrosion que d'autres alliages ayant des caractéristiques mécaniques plus élevées mais une mauvaise résistance à la corrosion [6] (Tab. I-2).

Série	Désignation	Elément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al_2Cu - Al_2CuMg
3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al_6Mn
4000	4XXX	Silicium (Si)	-
5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al_3Mg_2
6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg_2Si
7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn_2
8000	8XXX	Autres éléments	-

Tableau I-2. Dénomination des alliages d'aluminium.

4-1-4. Classement par type de transformation

Les alliages d'aluminium peuvent être classés en deux familles en fonction du type de transformation ou de traitement qui permettrait d'obtenir de bonnes caractéristiques mécaniques associées à une bonne résistance à la corrosion [6].

Les alliages à durcissement structural qui seront traités thermiquement

Les alliages sans durcissement structural qui sont déformés par écrouissage.

Le tableau I-3 suivant détaille le classement des alliages binaires à base d'aluminium suivant les normes internationales d'utilisation de ces types d'alliages [6].

	Alliage à durcissement structural	Alliage sans durcissement structural
série	2000	1000
	4000	3000
	6000	5000
	7000	
	8000	

Tableau I-3. Classement des alliages d'aluminium.

4-2. Propriétés générales des alliages d'aluminium

4-2-1. Quelques caractéristiques des alliages d'aluminium

L'ensemble des alliages d'aluminium présente les propriétés générales suivantes [1] :

La résistance mécanique à chaud (100°C) de ces alliages est très faible. Alors ces propriétés ne permettent pas d'utiliser ces alliages pour des mécanismes travaillant à chaud.

La température de fusion de l'alliage d'aluminium varie entre 600°C et 700°C.

Les alliages d'aluminium sont adaptés aux procédés de mise en forme (laminage, filage, emboutissage.)

Tous les alliages d'aluminium présentent une couche naturelle d'oxyde d'aluminium Al_2O_3 [6] qui les protège plus ou moins contre l'attaque chimique extérieure.

4-2-2. Différents traitements des alliages d'aluminium

4-2-2-1. Généralités

Les différents traitements appliqués aux alliages d'aluminium corroyés sont les traitements thermomécaniques appliqués aux alliages à durcissement par écrouissage. Puis, les traitements de trempe structurale appliqués aux alliages à durcissement structural.

Les traitements thermomécaniques appliqués aux alliages à durcissement par écrouissage. Les alliages à durcissement par écrouissage subissent généralement deux traitements successifs.

4-2-2-2. Traitements d'écrouissage

Le traitement d'écrouissage consiste à écrouir l'alliage à chaud ou à froid de façon à augmenter sa résistance mécanique, d'autre part augmenter la densité de dislocations, alors la microstructure présente un très grand nombre de défauts et cet état n'est stable qu'après traitement par vieillissement naturel ayant lieu à température ambiante.

4-2-2-3. Traitements d'adoucissement

Il s'agit de traitements de restauration et de recristallisation. L'alliage subit un recuit, il est maintenu à des températures aux environs de 200°C et 400°C [9] pendant une durée déterminée, ces deux paramètres déterminent le niveau de restauration de recristallisation de la structure.

Au cours du recuit, la restauration va avoir lieu, les dislocations se réarrangent pour former des sous joints de grains de façon à créer une configuration d'énergie minimale.

Cette étape permet de restaurer en partie les propriétés mécaniques de l'alliage sans changement de la microstructure.

Le recuit est poursuivi, de nouveaux grains se développent. Il s'agit de la recristallisation, où une nouvelle structure de grains est formée, l'alliage présente alors une densité de dislocation très faible et une répartition homogène des grains et il sera plus adouci que le temps de maintien est important.

4-2-2-4. Traitements de trempe structurale

Les traitements de trempes structurales sont appliqués aux alliages à durcissement structural.

Les alliages à durcissement structural sont obtenus après un traitement de trempe structurale comprenant plusieurs étapes.

Les composants d'alliage sont mis en solution solide à très haute température, ensuite une trempe pour conserver à température ambiante la structure de la solution solide existant à des températures plus élevées (la résistance mécanique de l'alliage est alors très faible).

Une maturation à température ambiante suit la trempe permettant à la structure d'atteindre un état stable.

Un revenu (maintien de l'alliage à température presque élevée) est appliqué afin d'accélérer le durcissement de l'alliage.

Une précipitation sous une forme cohérente avec la phase mère des éléments initialement présents au sein de la solution solide qui s'est formée, il s'agit de la précipitation de la phase durcissante, alors les propriétés mécaniques sont maximales lors de cette étape.

4-2. Application des alliages d'aluminium

Les alliages légers d'aluminium qui affichent de meilleures performances ont un large champ d'application. Leur position est très importante dans l'industrie aérospatiale, sur le marché des composants automobiles et autres pièces structurelles des équipements de l'industrie agroalimentaire.

5. Le titane et ses alliages

5-1. Le titane pur

5-1-1. Caractéristiques structurales

Le titane [10] est un métal présentant deux structures cristallographiques différentes et stables : la phase α à basse température et la phase β à haute température (Fig. 8).

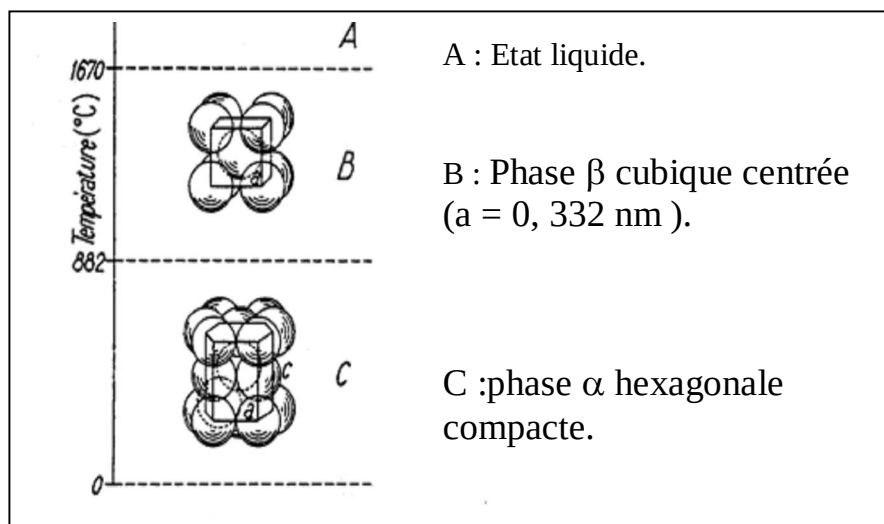


Figure I-8. Cristallographie du titane pur en fonction de la température.

La phase α -Ti est stable à température ambiante. La structure cristalline est de type hexagonale compacte, groupe spatial $P6_3/mmc$ et de paramètre de maille à 25 °C:

$$a = 0,2950 \text{ nm}$$

$$c = 0,4680 \text{ nm}$$

Avec un rapport $c/a = 1,587$. Ce rapport est inférieur à 1,633 qui est le rapport théorique du système hexagonal compact. Ceci induit un certain nombre de propriétés ainsi, dans le cas des alliages de titane, le plan de base perd son privilège de plan atomique de haute densité au profit des faces du prisme et des plans pyramidaux. La multiplication des plans de glissement ou de maclage qui en résulte explique en grande partie la ductilité relativement importante du titane par rapport à d'autres systèmes hexagonaux plus classiques (ex : Zn ou Mg) [11].

Caractéristiques physiques	Structure		HCP
	Paramètre cristallin	nm	a = 0,2950 c = 0,4686
	Température de fusion	°C	1660
	Point d'ébullition	°C	3387
	Densité à 20 °C	g.cm ⁻³	4,5
	Conductivité thermique	W.cm ⁻¹ .K ⁻¹	21,9
	Résistivité électrique	μΩcm	54
Caractéristiques atomiques	Etat ordinaire		solide
	Numéro atomique		22
	Rayon atomique	nm	0,147
	Masse atomique	g.mol ⁻¹	47,90
	valence		4 3

Tableau I-4. Propriétés physiques du Titane

La phase β est la phase stable à haute température dans le titane. Elle présente une structure cubique centrée BCC de paramètre de maille [12]:

$$a = 0,3320 \text{ nm}$$

La température de transition $\alpha \leftrightarrow \beta$, est de 882°C [13] dans le cas du titane pur.

5-1-2. Transition $\beta \rightarrow \alpha$

La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est de type martensitique. Du point de vue cristallographique, il a été révélé l'existence de relations d'orientation particulières entre ces deux phases α et β , caractérisées par :

$$\text{Plan : } \{110\}_\beta // \{0001\}_\alpha \text{ [10]}$$

$$\text{Direction: } \langle 111 \rangle_\beta // \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$$

Selon le mécanisme proposé par Burgers [14], il est possible de passer de la structure cubique centrée à la structure hexagonale compacte par un faible déplacement coordonné des atomes (inférieur à une distance interatomique) et par un léger réarrangement atomique, une direction compacte $\langle 111 \rangle_\beta$ peut alors devenir une des trois directions compactes hexagonales $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$. La figure I-9 représente ce mécanisme.

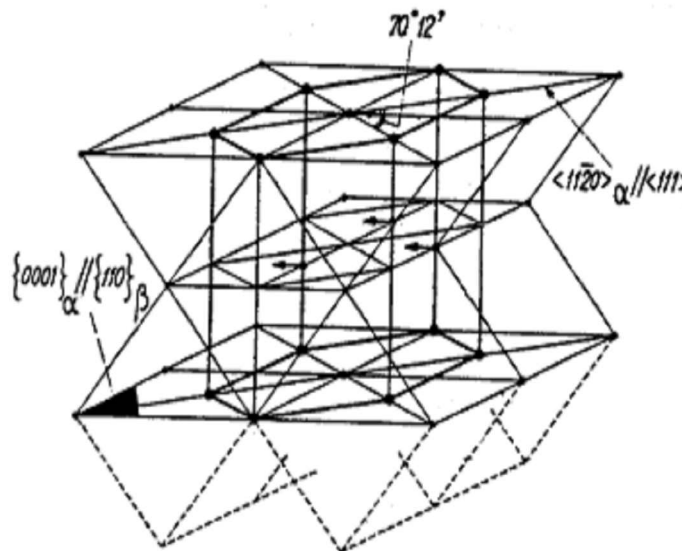


Figure I-9. Représentation de la transformation $\beta \leftrightarrow \alpha$

5-2. Propriétés du titane

Les propriétés remarquables du titane :

- Sa masse volumique est environ 60 % de celle de l'acier.
- Sa tenue à la corrosion est exceptionnelle dans de nombreux milieux tels que l'eau de mer ou l'organisme humain.
- Ses caractéristiques mécaniques restent élevées jusqu'à une température d'environ 600°C [15] et restent excellentes jusqu'aux températures cryogéniques.
- Il est non magnétique.
- Son coefficient de dilatation, légèrement inférieur à celui de l'acier et à la moitié de celui de l'aluminium.

5-3. Les alliages de titane

5-3-1. Eléments d'alliage du titane

Le titane étant un métal de transition, il peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition (en substitution ou en insertion dans le réseau selon la nature d'éléments).

Le tableau I-5 présente une classification des principaux éléments d'alliage rencontrés. Ces éléments agissent sur la transformation de phase en influençant le domaine de stabilité ainsi que les cinétiques de germination et de croissance de l'une ou l'autre des phases β ou α [16].

caractère	Insertion	Substitution
Alphagène	O ₂ , N ₂ , B, C	Al
Betagène isomorphe		Mo, V, Nb, Ta
Betagène eutectoïde	H ₂	Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag , Au, Si

Tableau I-5. Classification des éléments d'alliages selon leur influence sur les phases α et β

Ainsi, selon leur proportion à stabiliser l'une ou l'autre des deux phases, nous pouvons distinguer les éléments alphagènes et les éléments betagènes [17].

5-3-2. Nature des éléments d'alliages du titane

5-3-2-1. Les éléments alphagènes

Les éléments alphagènes tendent à augmenter le domaine de stabilité de la phase α et par conséquent à augmenter la température T_β (température de transition).

5-3-2-2. Les éléments betagènes

Les éléments betagènes stabilisent la phase β et tendent donc à faire baisser la température de transformation $\beta \rightarrow \alpha$.

5-3-2-3. Les éléments neutres

Les éléments neutres ayant peu d'effet sur la valeur des températures de transformation.

5-4. Nature des alliages

5-4-1. Les alliages « alpha »

Ce sont des alliages contenant essentiellement des éléments d'addition de type alphagène. Dans ce cas, leur composition ne permet donc pas à la phase β d'être retenue sous forme métastable à température ambiante. Si la trempe est suffisamment rapide, une structure de type martensitique peut être obtenue.

Après un traitement de recuit, deux types de microstructures peuvent être obtenues lorsque l'alliage est fortement alphagène, des grains α équiaxes peuvent être obtenus suite à un traitement dans le domaine α . Si l'alliage contient moins d'éléments alphagènes, une structure dite « β -transformée » constituée de plaquettes α est obtenue.

Les alliages sont dits « pseudo alpha » si aux éléments alphagènes une faible quantité d'éléments betagènes est ajoutée. Dans ce cas, une faible proportion de phase β peut être retenue à température ambiante sous forme métastable.

Les alliages traités au-dessus de la température de transition présentent toujours une structure « β -transformée » constituée d'une faible quantité de phase β entre les plaquettes α par traitement thermique dans le domaine $\alpha + \beta$, on peut obtenir

à côté de la structure « β -transformée » une faible fraction volumique de grains α primaires.

5-4-2. Les alliages « alpha/beta »

Cette catégorie représente la grande majorité des alliages de titane développés sur le marché. Les éléments alphas et betas sont présents en quantité suffisante pour obtenir un large domaine ($\alpha+\beta$) et de fait, une plus grande diversité de microstructures est possible à température ambiante.

Pendant le refroidissement, la phase β peut se décomposer partiellement en phase α ou en martensites α (hexagonale) ou α (orthorhombique) selon la composition chimique de l'alliage et la vitesse de trempe.

Les traitements de mise en solution dans le domaine α/β conduisent à des structures bimodales constituées de grains α primaires dans une matrice « transformée ». La fraction volumique de chacune des phases varie dans une large mesure en fonction de la température de traitement thermique.

Pour les alliages les plus stables, la phase β métastable, retenue à température ambiante contient parfois de la phase ω formée de façon athermique lors de la trempe. Des traitements thermiques ultérieurs peuvent alors modifier cette structure métastable. Généralement, la phase β résiduelle se transforme partiellement de façon isotherme en phase ω (ω iso) [18].

Une séparation par décomposition spinodale de β en phase riche en soluté (β) et pauvre en soluté (β') a également été observée. Ces phases intermédiaires sont métastables et subissent généralement des nouvelles transformations au cours des traitements ultérieurs pour aboutir aux deux phases α et β dans des proportions correspondant à l'équilibre thermodynamique [19].

Ainsi, selon la nature des procédés thermomécaniques entrepris, la proportion et la morphologie des phases obtenues à l'équilibre peuvent être facilement modulées.

5-4-3. Les alliages « beta »

Dans les alliages pseudo- β ou alliages β -métastables, la concentration en éléments betas est suffisante pour déplacer les points M_s/M_f de transformation martensitique en dessous de la température ambiante.

La cinétique de germination de la phase α est fortement ralentie si bien qu'il est possible de retenir sous forme métastable 100% de phase β à température ambiante.

5-5. Classification des alliages de titane

5-5-1. Généralités

Il est possible de classer les alliages de titane dans différentes classes selon la nature de leur composition chimique. Trois grandes catégories peuvent être distinguées. Selon leur degré de stabilité de la phase β et la nature de la microstructure obtenue par trempe à partir du domaine β , les alliages peuvent être classés soit « alpha », soit « alpha-beta » si les deux phases coexistent, soit enfin β -stable si la phase β est retenue après un refroidissement lent, métastable si une trempe est nécessaire pour empêcher un début de transformation (Fig. 10).

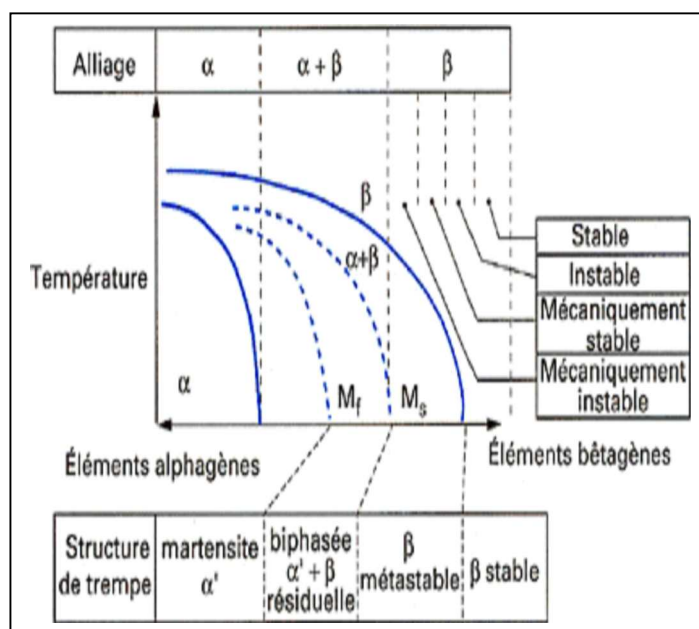


Figure I-10. classification des alliages de titane en fonction de la composition chimique.

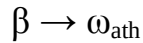
5-5-2. Phases présentes dans les alliages de titane

Les différentes phases dans les alliages de titane :

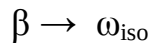
5-5-2-1. Phases ω

Dans les alliages de titane β -métastables, la phase ω peut se former à partir de deux méthodes différentes [20-22].

Au cours d'une trempe depuis le domaine β au dessous d'une température T_s :



Au cours d'un maintien isotherme :



5-5-2-2. Phases ω athermique

La phase ω athermique se forme par trempe dans les alliages de titane métastables.

La structure idéale de la phase ω présente une symétrie hexagonale avec 3 atomes par maille en position :

$$(0, 0, 0), (1/3, 2/3, 1/2) \text{ et } (2/3, 1/3, 1/2)$$

et un rapport théorique $c / a = 0,613$.

La figure I-11. représente la maille de cette phase. La taille de ces particules est faible environ 2 nm [23].

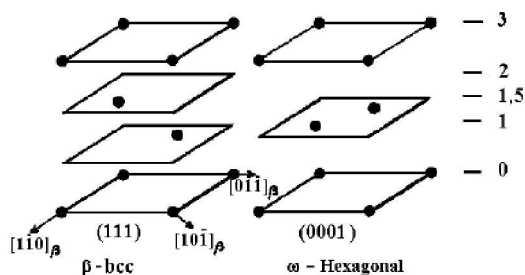


Figure I-11. Représentation de mécanisme de transformation $\beta \rightarrow \omega$ proposé par Fontaine

La réaction $\beta \rightarrow \omega_{\text{ath}}$ est une transformation à caractère displacif et sans diffusion ω athermique a la même composition que la phase β mère [24].

5-5-2-3. Phase ω isotherme

La phase ω isothermique résulte d'une transformation à caractère diffusionnel. Elle se présente après revenu de la phase B_2 trempée sous un aspect particulier de précipités inter-granulaires parfaitement identifiés en forme de plaquettes ou d'ellipsoïdes allongés parallèlement à la direction $\langle 111 \rangle_{B_2}$.

Pour vu que la phase B_2 est cubique centrée, on a quatre axes de symétrie $[111]$, $[\bar{1}11]$, $[1\bar{1}1]$, $[11\bar{1}]$, selon ces 4 directions, 4 variantes de phase ω interviennent.

Selon Chang et al [25], dans les alliages, la phase ω forme de clusters incrustés dans la matrice CC (B_2), les domaine ω ont une taille variant entre 1 et 2 nm pour les faibles teneurs du soluté. Lorsque le teneur du soluté augmente la taille des domaines ω diminue.

La visualisation directe des plans réticulaires en MET a haute résolution montre l'existence de sous variantes dans une variante de la phase ω dans les alliages Zr-Nb [25]. Pour une variante donnée, il y a trois sous variantes selon le type du plan non déformé, pour ce dernier, trois possibilités sont données : le plan non déformé peut être soit un plan A (sous variante ω_1), soit un plan B (sous variante ω_2) ou bien un plan C (sous variante ω_3).

5-5-2-4. Origines de la phase ω

Plusieurs critères ont été proposés pour expliquer l'origine de la phase ω dans les alliages binaires [25] :

- effet électronique.
- modèle des phonons mous.
- modèle de Kuan et sass (effet des lacunes de trempe).
- modèle de cook.

6. Les alliages binaires aluminium –titane (Al-Ti)

6-1. Généralités

La famille des alliages binaires Al-Ti contient trois composés intermétalliques principaux, les phases AlTi_3 , AlTi et Al_3Ti .

La comparaison de propriétés de ces trois composés avec les autres alliages de titane et les superalliages base nickel est montrée dans le tableau I-6.

Propriété	Alliage de Ti classique	AlTi_3	AlTi	Al_3Ti	superalliages base nickel
densité (g/cm ³)	4.5	4,1-4,7	3,7-3,9	3,37	8,3
point de fusion (°C)	1600	1600	1460	1350	1400
module d'élasticité (GPa)	96-110	110-145	176	166	206
résistance à la traction (MPa)	480-1200	800-1140	450-700	-	1250-1450
résistance à l'oxydation (°C)	10-20%	2-7%	1-5%	-	3-5
structure cristallographique	hcp / bcc	D019	L1 ₀	D022	F.c.c/L12

Tableau I-6. Comparaison des propriétés des alliages Al-Ti avec celles des superalliages base nickel et des alliages de titane classiques.

On peut constater dans le tableau I-6 que le module d'élasticité et la résistance à l'oxydation du composé AlTi est supérieure à ceux des alliages de titane classique et de composé AlTi_3 , et que sa densité est presque la moitié de celle du superalliage base nickel. Quant à l'alliage de composé TiAl_3 , sa densité est la plus basse parmi ces matériaux, mais son point de fusion est trop bas, et il est très fragile à la température ambiante. Il a été envisagé de le rendre ductile en transformant sa structure D0_{22} en une structure L1_2 , mais la ductilité ne s'en trouve pas pour autant améliorée [26]. Donc, seul le composé TiAl attire beaucoup d'attention, en particulier ces dernières années, beaucoup de progrès significatifs ont été faits sur son utilisation dans le domaine aéronautique et automobile. Il apparaît que les alliages de composé Al-Ti seront des matériaux très prometteurs pour utilisation à haute température.

6-2. Tableaux des phases du système Al-Ti

Dans les tableaux I-7 et I-8 nous avons regroupé les différentes phases présentes dans le système d'alliages binaires Al-Ti.

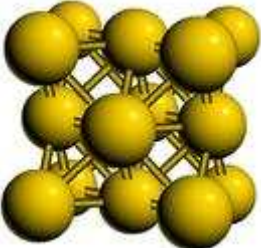
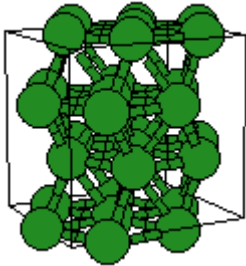
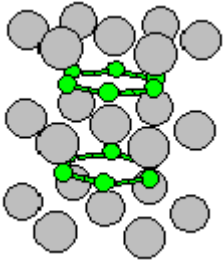
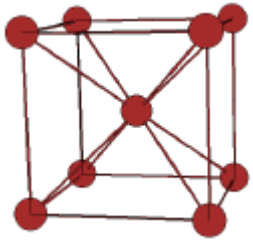
Cristal	composition	Structure	Type	Groupe d'espace	Paramètres cristallins (nm)
	Al [5]	A1	Cu	Fm3m	a=0,405
	Ti (alpha) [10]	A3	Mg	P6 ₃ / mmc	a = 0,295 c = 0,468
	Ti (ω) [27]	C32	AlB ₂	P6/mmm	a = 0,4625 c = 0,281
	Ti (beta) [12]	A2	W	Im3 ⁻ m	a = 0,331

Tableau I-7. Tableau des phases des éléments Al et Ti.

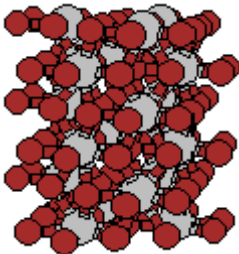
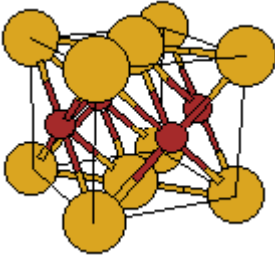
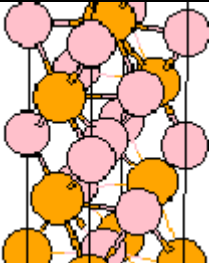
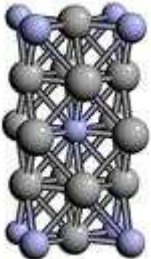
Cristal	composition	Structure	Type	Groupe d'espace	Paramètres cristallins (nm)
	AlTi ₃ [28]	Do ₁₉	Ni ₃ Sn	P6 ₃ /mmc	a = 0,5780 c = 0,4647
	AlTi [29]	L1 ₀	AuCu	P4/mmm	a = 0,400 c = 0,407
	Al ₅ Ti ₃ [30]			I4/mbm	a = 1,126 c = 0,402
	Al ₂ Ti [31]		Ga ₂ Hf	I4 ₁ /amd	a = 0,397 nm c = 0,2436 nm
	Al ₃ Ti [32]	Do ₂₂	Al ₃ Ti	I4/mmm	a = 0,385 c = 0,429

Tableau I-8. Tableau des phases des composés intermétalliques dans le système d'alliages Al-Ti

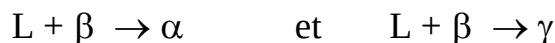
6-3. Diagramme d'équilibre du système de l'alliage Al-Ti

Le diagramme d'équilibre binaire Al-Ti est le sujet de nombreuses controverses [33,34] car l'étude expérimentale d'un diagramme d'équilibre précis est difficile. En effet, des phases présentes à températures élevées, plusieurs d'entre elles sont impossibles à stabiliser par trempe à température ambiante. De plus, l'aluminium est très volatil, ce qui rend difficile la détermination exacte de la composition à haute température.

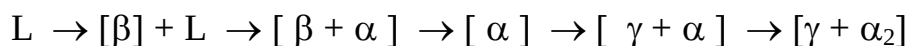
La figure I-13 représente le diagramme d'équilibre des alliages binaire Al-Ti, sur ce diagramme, la majorité des lignes de transition est présentée en pointillés, cela signifie qu'elles restent sujettes à des modifications.

On peut constater que dans le diagramme d'équilibre de phase du système d'alliages binaires Al-Ti, un domaine de composition 35-65 at% Al à 25 °C qui peut comporter soit les deux phases AlTi et AlTi₃, soit la seule phase AlTi [35].

D'après le diagramme de phase de Al-Ti, deux transformations péritectiques existent au voisinage de la composition équiatomique :

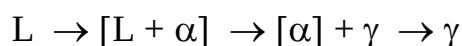


Pour des alliages Al-Ti riches en titane, la phase primaire qui cristallise à partir du liquide est la phase β , le chemin de solidification est le suivant :



Au cours de solidification, la phase β devient instable et se transforme en phase α à une température voisine de 1100 °C.

Pour les alliages de composition variant entre 49 et 55% at.% Al, la phase primaire est α , la solidification et les transformations des alliages dans ce domaine consistent comme suit :



Les alliages monophasés se caractérisent par une plasticité très limitée, la plus part des études portent donc sur les alliages plus riches en titane qu'en aluminium, la seconde phase α_2 permet de contrôler et varier la microstructure et les alliages biphasés présentent de bonnes propriétés mécaniques et électrochimiques.

Dans la partie des alliages binaires Al-Ti riches en aluminium, le travail antérieur révèle l'existence de plusieurs phases ce qui est en contradiction avec la stabilité des phases dans les compositions étudiées.

En général trois phases observées par la plupart des recherches faites sur les alliages binaires Al-Ti et qui sont les phases Al_3Ti , Al_2Ti et Al_5Ti_2 comme montré dans la gamme de compositions dans la gamme 60-75 at.% Al (coté riche en aluminium) [36]. Cependant, plusieurs phases intermétalliques tels que Al_5Ti_3 , $\text{Al}_{11}\text{Ti}_5$ et $\text{Al}_{23}\text{Ti}_9$ ou $\text{Al}_{24}\text{Ti}_8$ ont été identifiées par plusieurs études sur la partie riche en aluminium du système binaire Al-Ti. La stabilité individuelle de ces phases dépend de la composition et de la température.

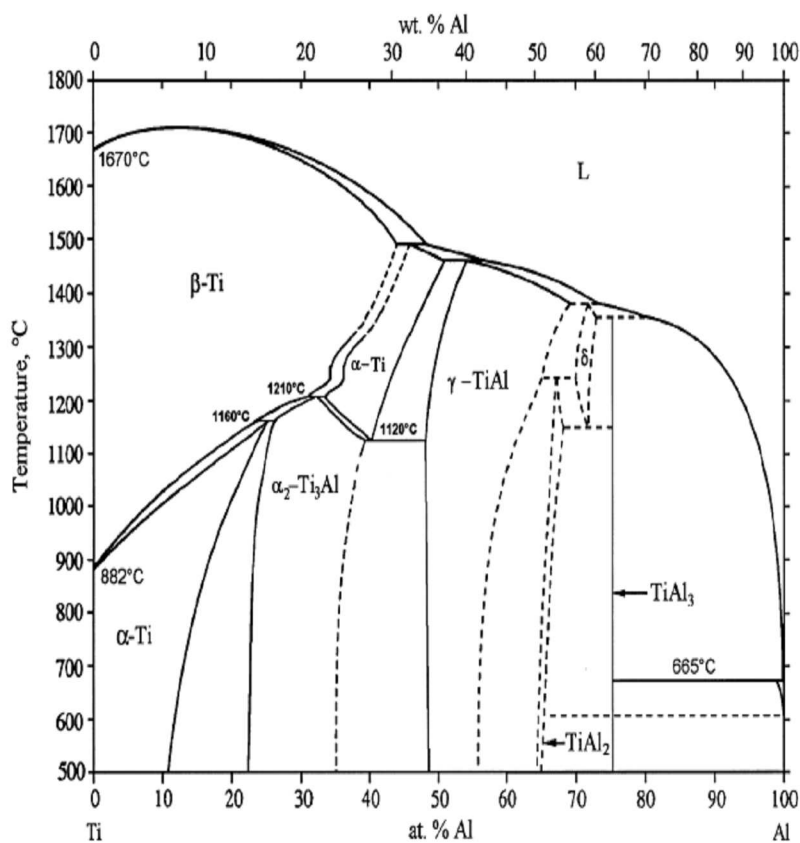


Figure I-12. Diagramme d'équilibre de système Al-Ti [37].

6-4. Structure des phases des alliages Al-Ti

6-4-1. Structure de la phase AlTi

La phase AlTi possède une structure tétragonale à faces centrées de type L1_0 constituée de couches atomiques alternées de natures différentes perpendiculaires à l'axe c (voir le figure 14). Elle reste ordonnée jusqu'au point de fusion (1460°C

environ). Les paramètres cristallins de AlTi [29] sont de : $a = 0,397-0,401\text{nm}$ et $c = 0,404 - 0,408 \text{ nm}$, sa tétragonalité $c/a = 1,02$ croît légèrement avec l'augmentation de la composition d'aluminium [37]. La microstructure de la phase γ est caractérisée par des grains uniformes et équiaxes.

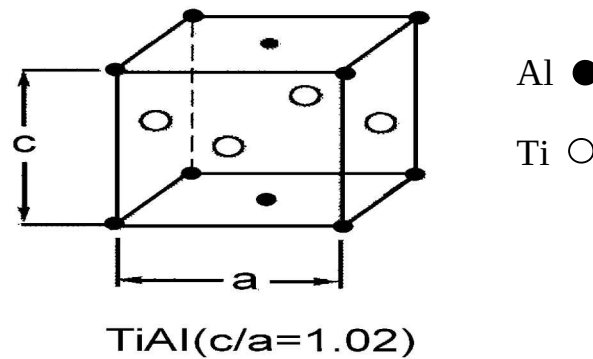


Figure I-13. Structure $L1_0$

6-4-2. Structure de la phase AlTi_3 :

La structure de la phase AlTi_3 est schématisée par la figure 15.

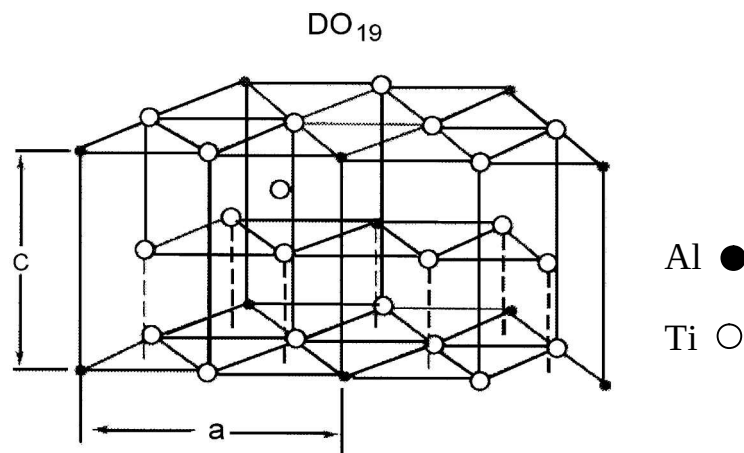


Figure I-14. Structure de la phase $\text{DO}_{19} \text{AlTi}_3$

La phase AlTi_3 [28] est une forme ordonnée de la phase Ti, (phase hexagonale compacte sous laquelle se présente le titane à basse température). En dessous de 1125°C , la phase Ti s'ordonne pour donner la phase AlTi_3 , cette structure est de symétrie hexagonale, du type DO_{19} . La maille contient 8 atomes dont 2 d'aluminium et 6 de titane assemblés en quatre unités hexagonales.

Cette structure existe à l'état monophasé pour des teneurs en aluminium variant de 22%at. Al à 36%at. Al. Les paramètres de maille varient alors en fonction de la teneur en aluminium, le paramètre a varie de 0,578 nm à 0,564 nm alors que le paramètre c varie de 0,476 nm à 0,462 nm. La taille de cette phase varie suivant la concentration en aluminium :

Pour des teneurs en aluminium de 11,8 at. % à 22 %at., la structure consiste en une dispersion de phase ordonnée α_2 dans une phase désordonnée α .

Pour des teneurs en aluminium de 22%at. à 36%at., la phase α apparaît seule, se distribuant sous forme de colonies d'aiguilles ; celles-ci sont alignées au sein d'un même grain. Les joints de grain sont alors caractéristiques de cette structure [38].

6-4-3. Structure de la phase Al_3Ti

La phase intermétallique Al_3Ti (Fig. I-16) possède une structure D0_{22} . Cette structure est en rapport avec une structure de type L1_2 . deux cellules unitaires sont empilées le long de l'axe c , axe avec une limite de l'antiphase de type $1/2 [1\ 1\ 0](0\ 0\ 1)$ à chaque plan $(0\ 0\ 1)$.

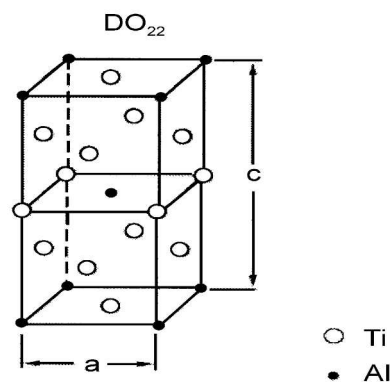


Figure I-15. Représentation de la structure D0_{22} de la phase Al_3Ti

7. Microstructure des alliages binaires Al-Ti

7-1. Généralités

La connaissance des transformations de phase de cette catégorie d'alliages est restée très succincte jusqu'à les années 1990 et a surtout été étroitement liée à l'étude des relations entre microstructures et propriétés mécaniques.

On peut constater dans le diagramme de phase du système d'alliages binaires Al-Ti qu'une grande gamme de microstructures peut être obtenue selon des compositions différentes et des traitements thermiques différents. En général, les

microstructures des alliages biphasés peuvent être classées en deux groupes désignés : structure lamellaire et structure duplex [39-41].

7-2. Structure lamellaire

La structure lamellaire est observée sur l'ensemble des alliages biphasés dès l'état brut d'élaboration ou après un refroidissement lent à partir du domaine monophasé α [42].

Les lamelles constituées de colonies de phase γ et phase α_2 . A la température ambiante, la taille des grains est importante.

7-3. Structure duplex

La structure duplex est obtenue après des traitements thermiques, elle est constituée de deux types de grains différents, grains gamma et grains lamellaires. Le rapport volumique de grains γ /grains lamellaires dépend fortement des conditions de traitement thermique telles que la température de chauffage et le temps de maintien.

La microstructure duplex est généralement fine, la croissance compétitive entre les grains gamma et les grains α dans le domaine biphasé conduit à une microstructure fine.

7-4. Diffusion dans le système Al-Ti

La diffusion dans les alliages à composés intermétalliques est un phénomène beaucoup plus complexe que celle dans les alliages classiques.

Les mécanismes proposés pour le système Al-Ti sont basés sur des sauts de lacune entre deux sites premiers voisins [43,44].

Cependant, de par la coexistence de deux sous-réseaux, le passage d'une lacune d'un site sur le site voisin le plus proche se fait dans la plupart des cas avec un changement de sous-réseau, l'ordre local est alors modifié. Un tel saut de lacune augmente donc l'énergie du système, alors il est défavorisé. Dans ce type d'alliages à composés d'intermétalliques, seul un cycle de plusieurs sauts de lacune consécutifs peut permettre de conserver un degré d'ordre moyen. Au cours du cycle de sauts, l'ordre est détruit lors des premiers sauts et l'énergie du système augmente. Les derniers sauts du cycle rétablissent l'ordre et le système retrouve son énergie initiale. Comme la diffusion dans les alliages binaires Al-Ti est directement liée à la nature des premiers voisins et à l'imbrication des deux sous réseaux entre eux, les phases $AlTi_3$ et $TiAl$ ont des comportements différents [45].

8. Conclusion

La connaissance des transformations de phase des alliages Al-Ti est restée très succincte jusqu'à les années 1990 et a surtout été étroitement liée à l'étude des relations entre microstructures et propriétés mécaniques. On peut constater dans le diagramme de phase de système d'alliages binaire Al-Ti qu'une grande gamme de microstructures peut être obtenue selon des compositions différentes et des traitements thermiques différents.

Chapitre 02

Elaboration des alliages Al-Ti

1. Introduction

Les méthodes de fusion par induction à haute fréquence HF s'appliquent aux matériaux massifs dont le principe consiste à faire fondre la matière dans un réacteur où le circuit inducteur est parcouru par un courant alternatif de haute fréquence. Des courants de Foucault prennent naissance dans le métal à fondre ce qui entraîne la fusion du métal par effet Joule. L'avantage est de chauffer des matériaux sans contact avec la source d'énergie. L'ensemble de l'installation est refroidi par circulation d'eau sous pression dans des circuits indépendants.

2. Généralités sur les techniques d'élaboration

2-1. Fusion des corps massifs par l'induction à haute fréquence

Les techniques de fusion par induction à haute fréquence (HF) qui, utilisées depuis les années 60 [46], permettent la purification et la production de métaux de très haute pureté (fer, chrome par exemple) ainsi que la mise en forme courante de lingots destinés à d'autres étapes de l'élaboration.

Les techniques de fusion par induction à haute fréquence sont équipées de générateurs haute fréquence. Elles s'appliquent aux matériaux massifs dont le principe consiste à faire fondre la matière en milieu cryogénique dans un réacteur où le circuit inducteur est constitué par un tube en silice parcouru par un courant alternatif de haute fréquence. Le circuit induit n'est autre que le métal à vaporiser. Par un phénomène d'interaction mutuelle d'origine électromagnétique entre l'inducteur et l'induit (variation de flux inducteur à travers l'induit), des courants de Foucault prennent naissance dans le métal à fondre ce qui entraîne la fusion du métal par effet Joule [47]. Ce phénomène de fusion est dû au fait que les courants inducteurs et de Foucault sont en opposition de phase ce qui produit leur répulsion. La zone fondue, par une surchauffe importante du métal, pourrait se vaporiser sans le moindre contact avec l'inducteur, ce qui permet d'éviter les problèmes de dépôt sur le support.

2-2. Le chauffage par induction

Le chauffage par induction est une technique de chauffage reposant sur l'induction électrique. Son avantage est de chauffer des matériaux sans contact avec la source d'énergie.

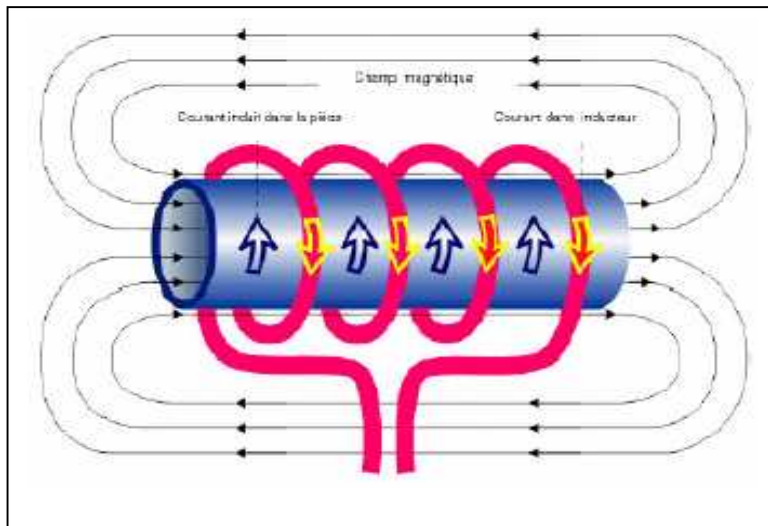


Figure II-1. Fonctionnement d'inducteur [48].

La technique de chauffage par induction consiste à placer un corps conducteur dans le champ magnétique d'un inducteur et on applique un courant alternatif par la source de puissance l'inducteur, alimenté par cette courant alternatif et le coffret d'adaptation, produit un champ magnétique variable (Fig. II-1). 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 chaleur inductive est essentiellement utilisée pour réchauffer les matières plastiques et les métaux. Elle s'utilise également pour les techniques de trempe, de soudure, de fusion de métaux.

Les courants de Foucault sont des courants induits qui prennent naissance par exemple dans un conducteur en mouvement dans un champ magnétique constant ou encore dans un solide métallique immobile soumis à une variation de champ magnétique, toute variation de flux magnétique traversant la masse métallique produit des courants de Foucault.

2-3. Le générateur à haute fréquence (HF)

2-3-1. Description du générateur HF

Le générateur Haute Fréquence fournit une puissance maximale de 11 kW. Ce générateur est refroidi par circulation d'eau sous pression. Le paramètre de régulation du générateur est la puissance délivrée.

La tension et l'intensité délivrées s'adaptent selon la consigne de puissance et l'impédance de la charge, la puissance peut être commandée en local sur le générateur ou à distance devant le four.

2-3-2. Le coffret d'adaptation d'impédance (CAI)

Il permet d'adapter la charge vue par le générateur à haute fréquence HF pour un fonctionnement optimum. En effet, l'impédance varie en fonction de la résistivité du verre dans le creuset ainsi que de la configuration inducteur, charge.

Dans le but de faire face à différents types de verre, le coffret (CAI) est donc composé d'un ensemble de capacités refroidies à l'eau sous pression, montées en élévateur capacitif. Ceci permet d'élever la tension entre la sortie du générateur et les bornes de l'inducteur et permet également d'ajuster la fréquence et l'impédance.

2-3-3. La ligne d'induction et l'inducteur

La ligne d'induction permet de passer la tension corrigée par le CAI à l'inducteur. Cette ligne est dessinée spécifiquement pour amener le courant à haute fréquence vers l'inducteur sans perturbation liée à la HF (concentration de lignes de champ en surface, problème d'ignition d'arcs électriques vers les parois métalliques...) [49]. Elle est constituée de deux plaques de cuivre énergiquement refroidies et isolées par des feuilles de téflon. La ligne est entièrement capotée par un caisson en aluminium qui assure un blindage électromagnétique et une isolation électrique pour les intervenants. La liaison avec l'inducteur est obtenue par serrage d'une entretoise sur les méplats de la ligne et de l'inducteur. Ce dernier, horizontal et plat, ayant une forme de spirale est constitué de tubes de cuivre enroulés en "escargot" formant deux spires d'un diamètre extérieur de 560 mm.

2-3-4. Le système de refroidissement

L'ensemble de l'installation (Four HF) est refroidi par circulation d'eau sous pression dans des circuits indépendants, le système de refroidissement est constitué d'un réservoir mis à la pression atmosphérique. L'eau traverse ensuite un échangeur permettant de refroidir l'eau de retour grâce à la circulation à contre courant d'eau industrielle (à température ambiante), présentant une température constante fixée à 17°C. L'eau de refroidissement de l'installation circule en circuit fermé et sa température est mesurée en sortie de l'échangeur.

3. Elaboration des alliages Al-Ti par fusion HF

3-1. Préparation des cibles

3-1-1. Matériaux étudiés

Notre travail consiste à étudier les propriétés microstructurales du système d'alliages binaires Al-Ti. Pour cela nous avons choisi 6 types de composition (Tab.II-1), en masse (m. %) et les conversions correspondantes en atome % (at. %) en utilisant la formule II-2. Ces compositions sont réparties sur tout le diagramme d'équilibre de phases du système binaire Al-Ti [37] et couvrant au maximum les phases Al(Ti) susceptibles d'apparaître dans ce système.

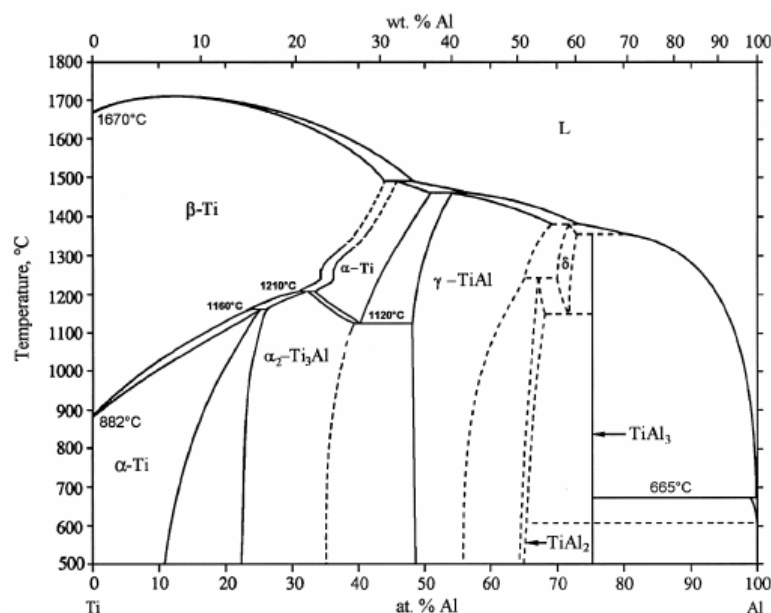


Figure II-2. Diagramme d'équilibre de phases du système Al-Ti

Echantillons Al-Ti	masse de Ti dans l'échantillon (g)	m.% Ti	~ at.% Ti
1	1,0	20	12,4
2	2,0	40	27,4
3	2,5	50	36,1
4	3,0	60	45,9
5	3,5	70	56,9
6	4,0	80	69,3

Tableau II-1. Compositions étudiées dans les alliages Al-Ti

$$\text{at.\% Ti} = \frac{m.\% \text{ Al}}{m.\% \text{ Al} \times A_{\text{Al}} + (100 - m.\% \text{ Ti}) \times A_{\text{Ti}}} \quad (\text{II-1})$$

Où A_{Al} et A_{Ti} sont les masses atomiques correspondantes des éléments chimiques Al et Ti (Tabs. I-1. et I-4.)

Les matériaux de base utilisés dans l'élaboration sont des poudres d'aluminium et de titane de pureté de laboratoire de l'ordre de 99%. Nous avons utilisé pour les pesées des poudres une balance électronique sensible (milli balance, KERN EW/EG-N).

3-1-2. L'agglomération à froid

Les cibles Al-Ti utilisées pour l'élaboration ont été confectionnées par compression à froid sous forme de pastilles. A cet effet la poudre est déversée dans une matrice en acier traité, pour subir une pression mécanique de l'ordre de 640 MPa, puis éjectée sous forme cylindrique de diamètre $d = 16 \text{ mm}$ et de hauteur $h = 4 \text{ mm}$. Les pastilles ainsi obtenues ont une bonne résistance mécanique ce qui permet de les manipuler sans risque de s'effriter.

3-2. Description de l'élaboration des échantillons Al-Ti par fusion HF

Après la compactage, les pastilles ont subi une fusion par générateur haut fréquence (HF) (Fig. II-3.) dans laboratoire de recherche LM2S (Laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des Solides) du département de physique.



Figure II-3. Fusion des alliages Al-Ti par HF.

3-3. Traitements des échantillons

3-3-1. Traitement thermique

Dans le but d'améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux, soit l'homogénéisation des compositions et la stabilisation des microstructures des alliages, un traitement thermique a été appliquée à nos échantillons.

Les conditions du traitement thermique ont été choisies afin d'obtenir tout d'abord un bon compromis résistance mécanique/ductilité et puis stabilité des phases. Parmi les traitements thermiques, seul le traitement à 500°C pour un heure est susceptible de favoriser une assez bonne stabilité microstructurale pour des longues durées d'utilisation de ces matériaux à des températures inférieures à 500°C.

Nous avons utilisé un four pour le traitement thermique dans laboratoire de recherche LM2S, les échantillons ont subi des traitements sous vide à 500°C durant un heure, plus un refroidissement rapide à la température ambiante.

3-3-2. Découpe des échantillons

La découpe des échantillons est une opération très importante en vue de l'examen métallographique. Lors de l'étape de découpe, il est impératif de ne pas modifier la structure du matériau à examiner. Pour cela on utilise une micotronçonneuse électrique à disque de diamant. Les disques donnent une qualité de coupe permettant de diminuer la durée des opérations de traitements ultérieurs.

Nous avons découpé les échantillons sur deux galettes, une partie pour faire le traitement thermique et l'autre pour conserver comme échantillon à l'état brut.

3-3-2. Polissage mécanique

La préparation des échantillons pour l'observation micrographique nécessite un polissage mécanique. Celui-ci a consisté en une série de polissage au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine (120 jusqu'à 4000) suivi à chaque fois d'un nettoyage à l'eau à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient griffer la surface.

3-3-3. Traitement chimique

Dans certains cas les échantillons peuvent être examinés sans attaque chimique. La micrographie révélée après polissage, certains constituants colorés

naturellement et les différences de pouvoir réflecteur et d'orientation cristallographique permettent souvent un premier examen.

Les échantillons sont soigneusement débarrassés des dernières traces d'abrasif par lavage à l'eau, un séchage à l'air comprimé ou avec un chiffon doux, puis nous avons attaqué 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

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

4. Conclusion

Les techniques de fusion par induction à haute fréquence HF permettent faire fondre la matière dans un réacteur refroidi par circulation d'eau sous pression sans contact avec la source d'énergie. Un ensemble d'alliages binaires Al-X m. % Ti (X = 20, 40, 50, 60, 70, 80) ont été élaborés sous vide par induction HF à partir de cibles composites poudre Al-Ti de compactée à froid sous forme de pastilles de 5 g environ. Le choix des compositions a été fixé à partir du diagramme d'équilibre de phases dans le but de faire une étude sur un ensemble de phases couvrant le système Al - Ti. Les échantillons ainsi élaborés ont subi des traitements mécaniques, chimiques et thermiques appropriés aux caractérisations métallographiques et microstructurales des alliages à l'état massif.

Chapitre 03
Caractérisation structurale

1. Introduction

L'utilisation des méthodes de rayons X est un outil très performant et universel pour déterminer la structure des cristaux. Pratiquement tous les domaines de la physique du solide ont recours à l'une ou l'autre des méthodes de caractérisation par rayons X.

La méthode de diffraction des rayons X permet de déterminer les paramètres cristallins de maille d'une phase cristalline.. La condition de diffraction de Bragg donne une information de nature géométrique, angles et distances, qui associée aux données des fiches ASTM permet l'identification des phases présentes dans un cristal.

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

2. Structure des alliages Al-Ti

2-1. Généralités sur la diffraction des rayons X

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques, créées par la collision d'électrons sur des atomes de matière. Un fil de tungstène (w) émet des électrons d'énergie bien déterminée qui entrent en collision avec les électrons des atomes d'une cible en cuivre, on aura donc une désexcitation et émission de photons X. Ces photons X sont filtrés et colmatés à l'aide d'un système optique. [50].

La figure III-1. Est une représentation géométrique de la diffraction de rayons X par un cristal solide. La série de plans réticulaires du cristal reçoit un faisceau de rayons X primaires sous un angle d'incidence θ (angle de Bragg) [51,52].

Les rayons secondaires sont émis par les atomes des plans réticulaires interférents entre eux à cause de la différence de marches, cette interférence donne une intensité maximale quand:

$$\Delta = n\lambda$$

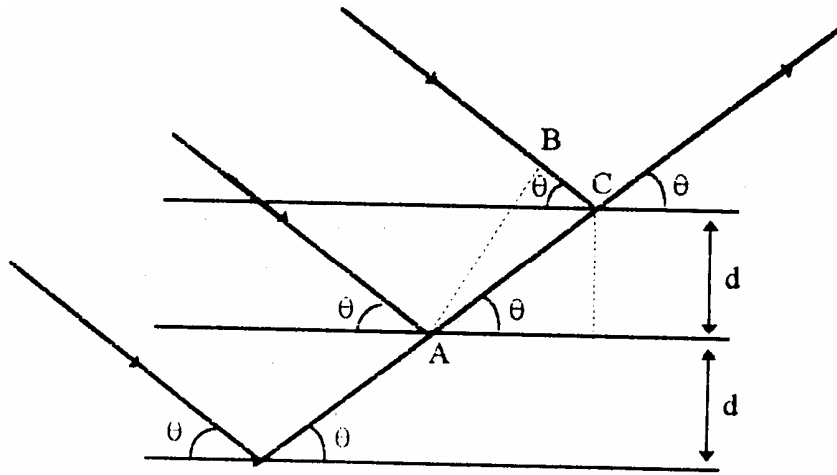


Figure III-1. Représentation géométrique de la diffraction des rayons X par un cristal solide.

$$\Delta = AC - BC = AC (1 - \cos 2\theta) = 2AC \sin^2 \theta$$

$$AC = d / \sin \theta$$

$$\Delta = (2d / \sin \theta) \sin^2 \theta - 2d \sin \theta$$

D'où

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

Cette condition de diffraction (Eq. III-1), appelée formule de Bragg est fondamentale pour la radiocristallographie.

En combinant les indices de Miller (h, k, l) et le facteur de multiplicité $\lambda^2 / 4a^2$, on obtient des formulaires simples dérivées de la loi de Bragg pour les structures cristallines usuelles telles que :

Pour les structures du cristaux cubiques (fcc, bcc), l'équation III-1 peut être exprimée sous la forme (Eq. III-2):

$$\sin^2 \theta_{hkl} = (\lambda^2 / 4a^2) (h^2 + k^2 + l^2) \quad (\text{III-2})$$

Pour les structures cristallines tétragonales et hexagonales, le rapport c / a (rapport d'axes) est impliqué et par conséquent:

Pour les structures tétraogonales, l'équation III-1 est remplacée par (Eq. III-3):

$$\sin^2\theta_{hkl} = (\lambda^2/4a^2) [(h^2 + k^2) + l^2 (a^2/c^2)] \quad (\text{III-3})$$

Pour les structures hexagonales, ou les structures trigonales référées aux axes hexagonaux, l'équation 1 est remplacée par (Eq. III-4):

$$\sin^2\theta_{hkl} = (\lambda^2/4a^2) [(h^2 + hk + k^2) + l^2 (a^2/c^2)] \quad (\text{III-4})$$

Pour les structures de l'orthorhombique, l'équation III-1 transformera à (Eq. III-5)

$$\sin^2\theta_{hkl} = (\lambda^2/4a^2) [h^2 + k^2 (a^2/b^2) + l^2 (a^2/c^2)] \quad (\text{III-5})$$

2-2. Microstructure des alliages bruts et traités

2-2-1. Recherche des phases

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

Pour réaliser les conditions de diffusion sur une famille de plans (hkl), la longueur d'onde incidente est fixée et la variable prise donc est l'angle de diffraction θ_{hkl} . Il est possible d'identifier les phases présentes dans les alliages par les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX), en comparant le spectre expérimental avec des fiches ASTM.

L'exploitation du spectre RX a été faite comme suit:

Détermination sur le spectre de rayons X les angles $2\theta_{hkl}$ correspondants à tous les pics diffractés.

Trouver sur les fiches ASTM les distances réticulaires d_{hkl} correspondantes de toutes phases susceptibles d'apparaître.

Connaissant la structure d'une phase, on peut déterminer les angles de diffraction $2\theta_{hkl}$ à partir des formules déduites de la condition de diffraction de Bragg (Eqs. III-2 à III-5).

Comparer ces positions à celles des pics du spectre RX et confirmer la présence de telle.

Dans notre cas, les diffractogrammes ont été obtenus à l'aide d'un diffractomètre horizontal de type Philips dans les conditions suivantes:

Compteur proportionnel à balayage fait par pas entre 10° et 100° .

Anticathode de cuivre avec la radiation $\lambda_{Cu\alpha} = 0,154$ nm fonctionnant sous 40 eV et 10 mA.

Filtre en nickel

Range 10^4

Une recherche préliminaire dans le but de rassembler (Tab. III-1.) toutes les phases possibles qui peuvent se développer entre Al et Ti du diagramme d'équilibre

de phases (Fig. II-2) et des fiches ASTM (JCPDS-ICDD 1997 cards) des composés intermétalliques Al(Ti).

Phase	Structure	Groupe d'espace	Paramètres cristallins (nm)	Type	Ref.
Al	cfc	Fm3m	0.4049	Cu	[53]
AlTi	tetrag.	<i>P4/mmm</i>	a: 0.3976 c: 0.4049	AuCu	[54]
Ti ₃ Al	hcp	<i>P6₃/mmc</i>	a: 0.577 c: 0.462	Ni ₃ Sn	[55]
Al ₂ Ti	orth.	<i>Cmmm</i>	a: 1.209 b: 0.3959 c: 0.4031	Ga ₂ Zr	[56]
Al ₃ Ti	tetrag.	<i>I4/mmm</i>	a: 0.3853 c: 0.8583	Al ₃ Ti	[57]
Al ₅ Ti ₂	tetrag.	<i>P4/mmm</i>	a: 0.3905 b: 0.2919		[58]
Al ₅ Ti ₃	tetrag.	<i>P4/mbm</i>	a: 1.126 b: 0.402	Ti ₃ Ga ₅	[59]
Al ₁₁ Ti ₅	tetrag.	<i>I4/mmm</i>	a: 0.3923 c: 1.653	Al ₃ Zr	[60]
Al ₂₃ Ti ₉	tetrag.		a: 0.384 c: 3.346	Al ₂₃ Ti ₉	[61]
Al ₂₄ Ti ₈	tetrag.?			Al ₂₄ Ti ₈	[62]
Al _{1+x} Ti _{1-x} (x = 0.28)	orth.	<i>Pmmm</i>	a: 0.4026 b: 0.3962 c: 0.4026		[63]
α-Ti	hcp	<i>P6₃/mmc</i>	a: 0.2950 c: 0.4682	Mg	[64]
β-Ti	bcc	<i>Im3m</i>	a: 0.3306	W	[65]

Tableau III-1. Caractéristiques cristallographiques des phases Al(Ti).

La figure III-2 montre le diagramme de diffraction de rayons X de l'aluminium pur à l'état brut élaboré sous induction HF dans les mêmes conditions d'élaboration des alliages binaires Al-Ti à étudier. L'indexation des pics de diffraction a été faite à l'aide de la fiche ASTM (JCPDS-ICDD 1997) [53].

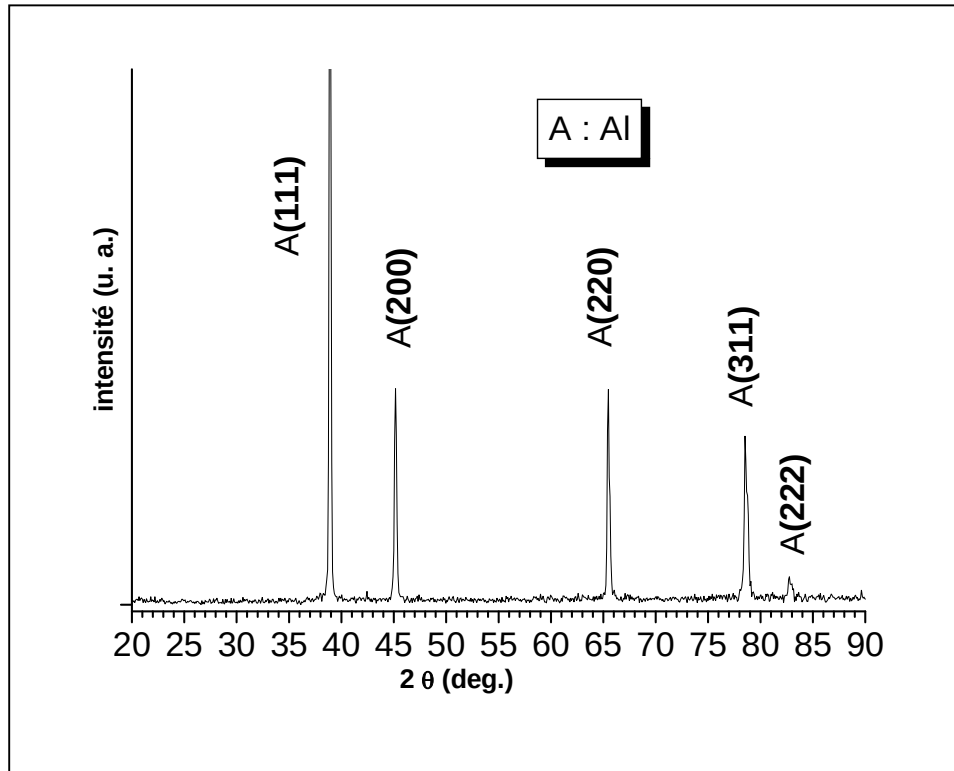


Figure III-2. Spectre de diffraction de rayons X de l'aluminium pur à l'état brut.

Les figures qui suivent montrent les spectres de diffraction des rayons X avec indexations des pics de diffraction à partir des caractéristiques cristallographiques de toutes les phases possibles Al(Ti) pour les compositions Al-X m.% Ti (X = 20, 40, 50, 60, 70, 80) dans les 2 états, brut et traité à 500 °C correspondant.

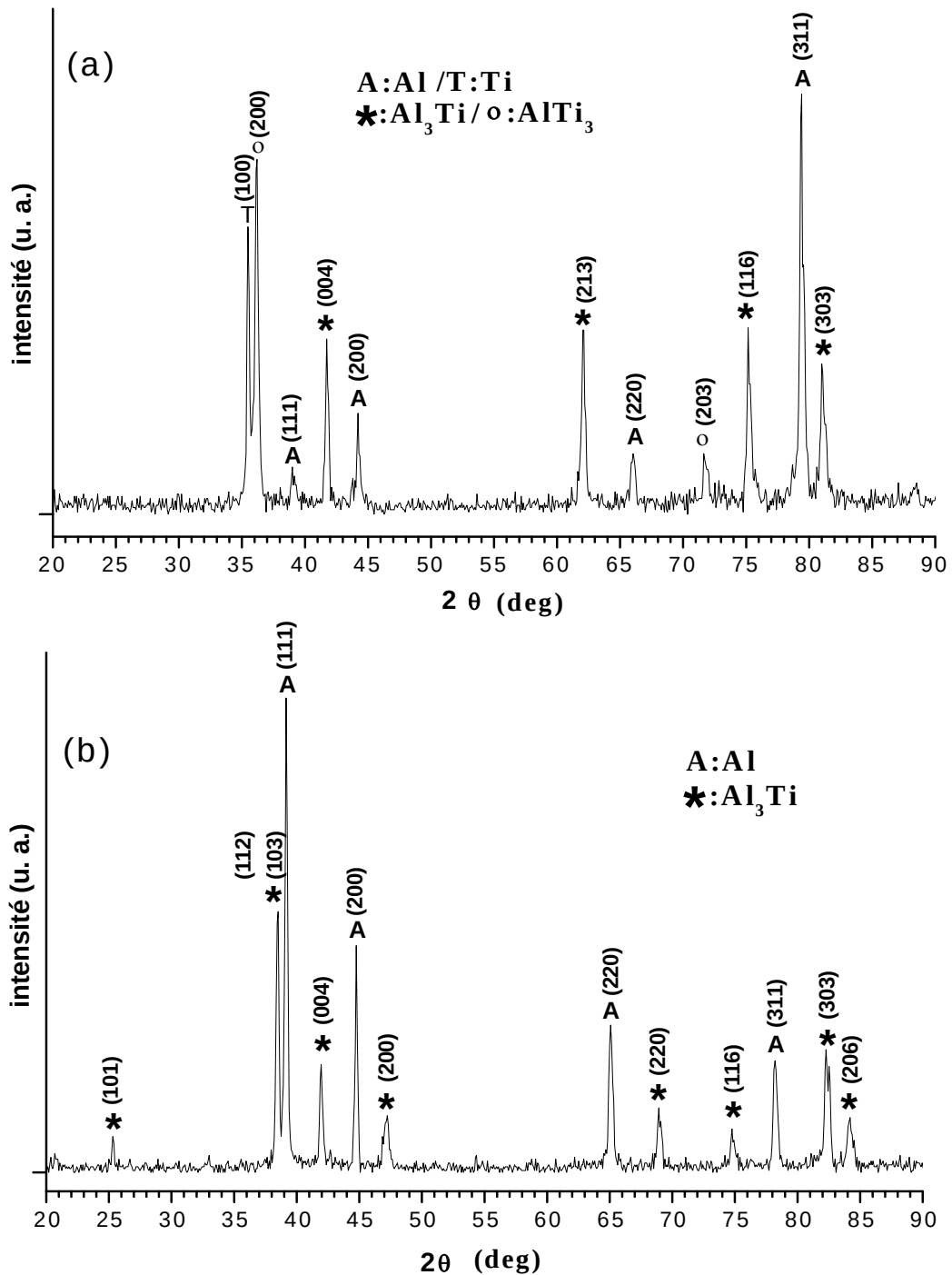


Figure III-3. Spectres de diffraction des rayons X des alliages Al-20 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.

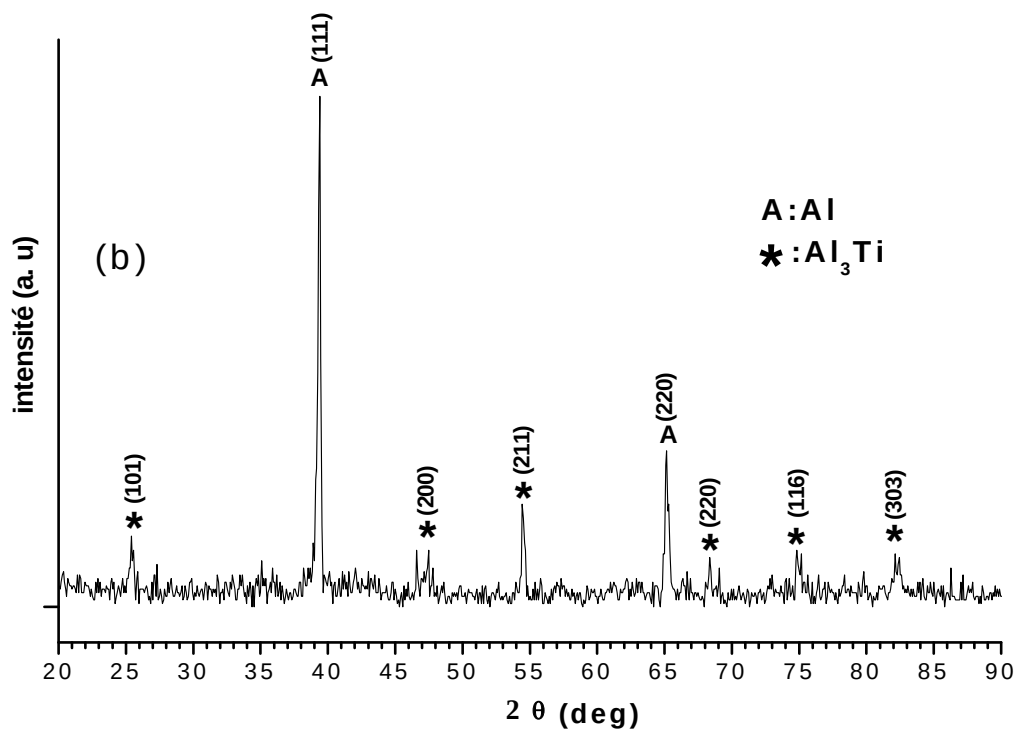
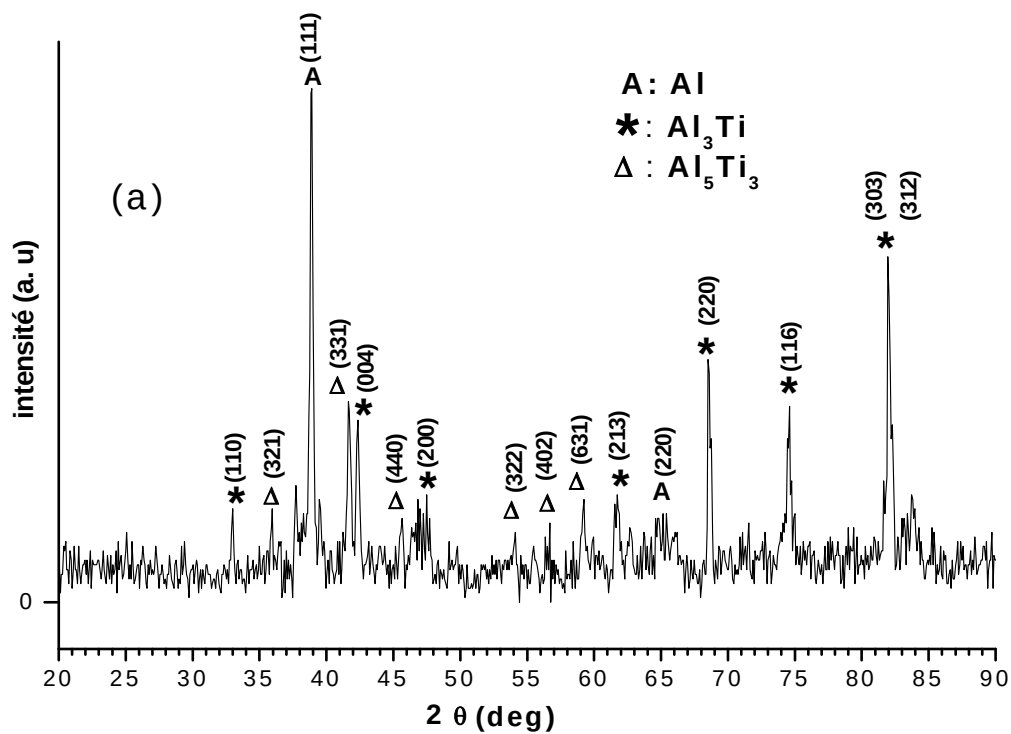


Figure III-4. Spectres de diffractions des rayons X des alliages à composition Al-40 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.

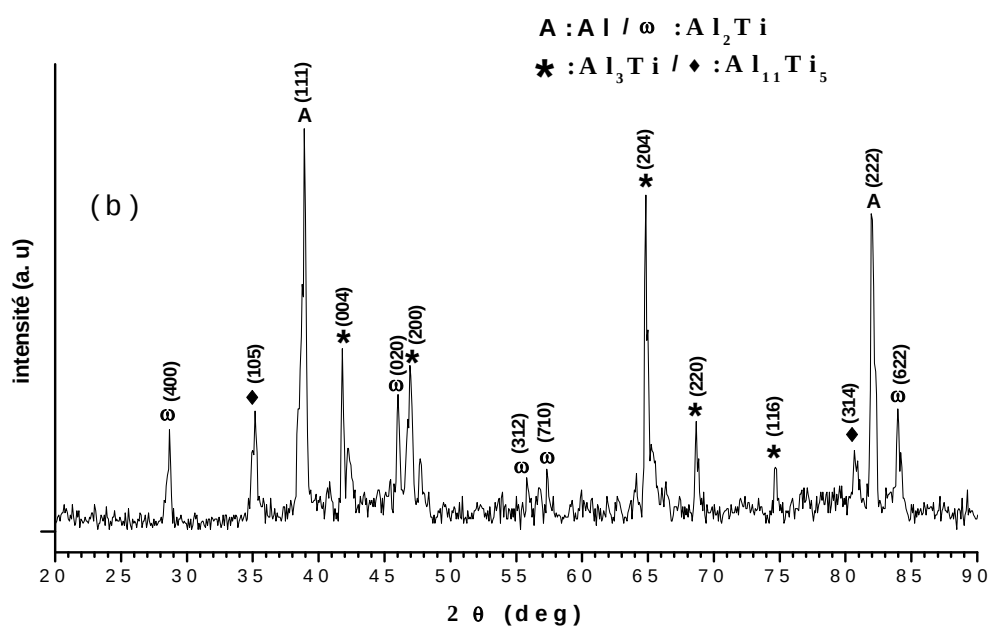
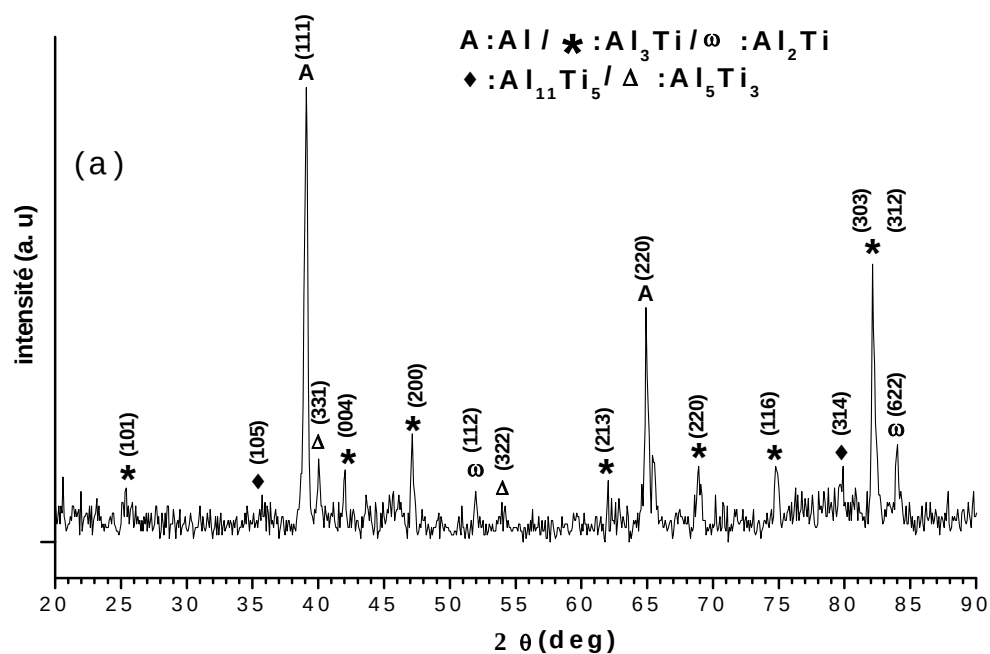


Figure III-5. Spectres de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-50 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.

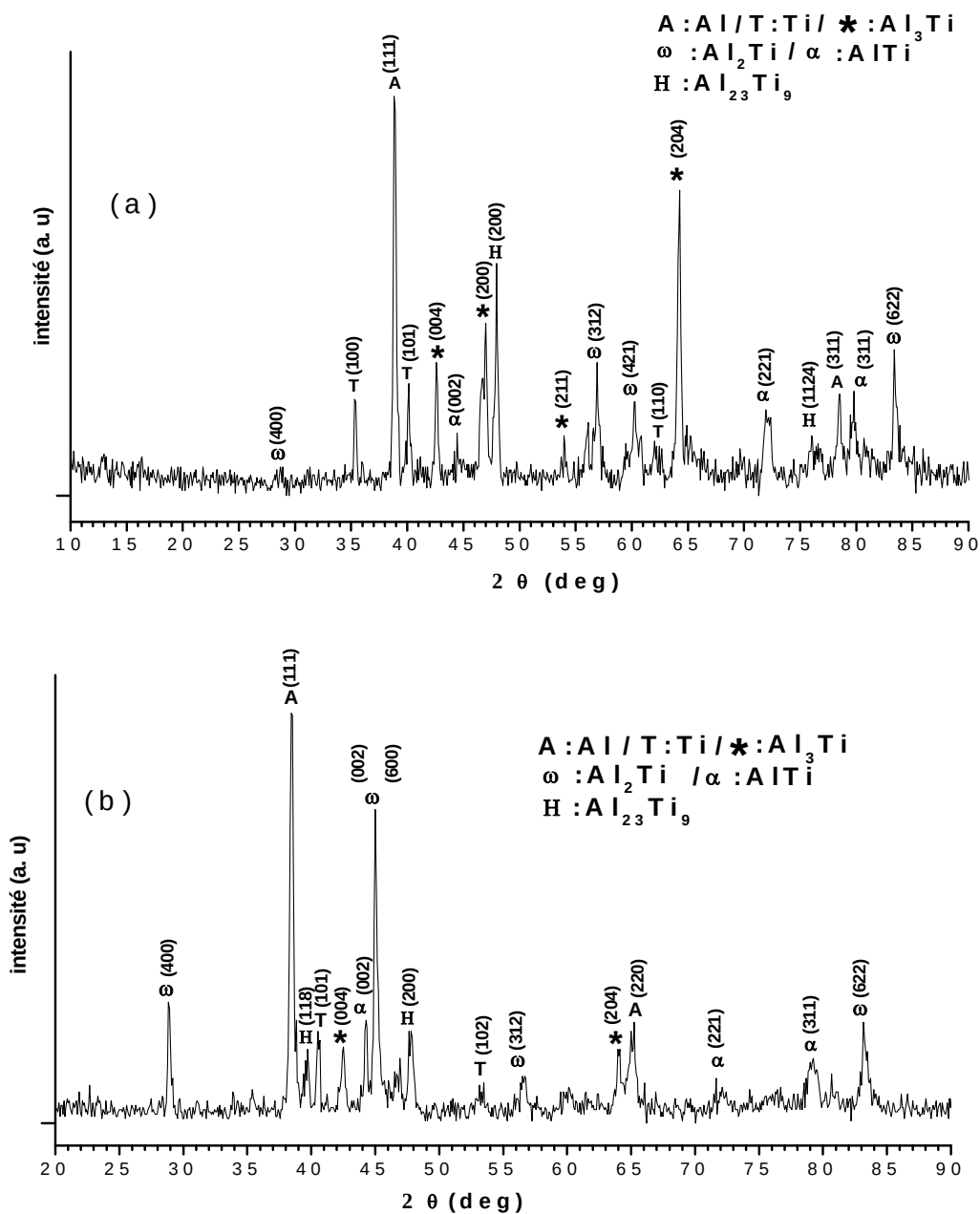


Figure III-6. Spectres de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-60 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.

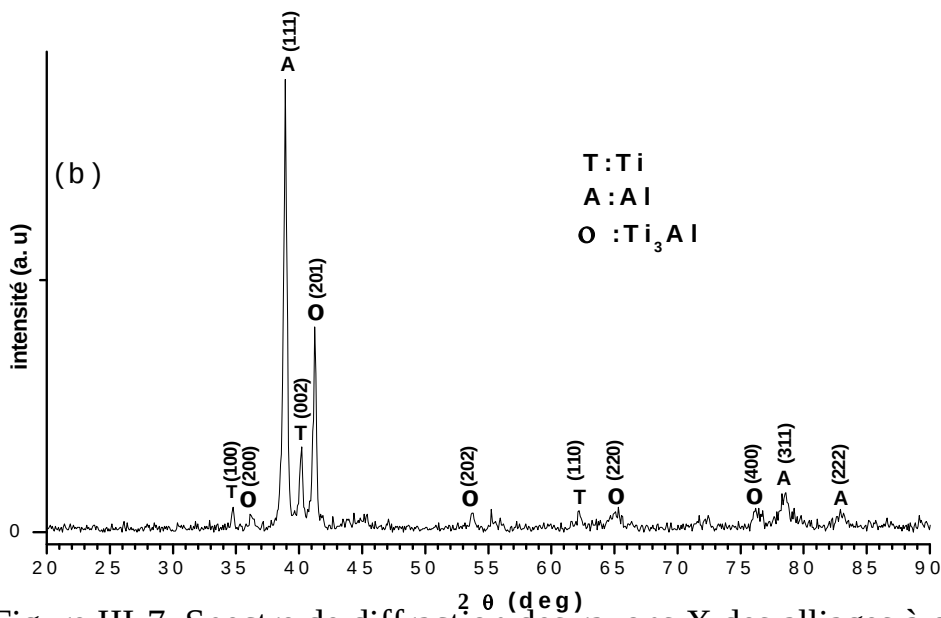
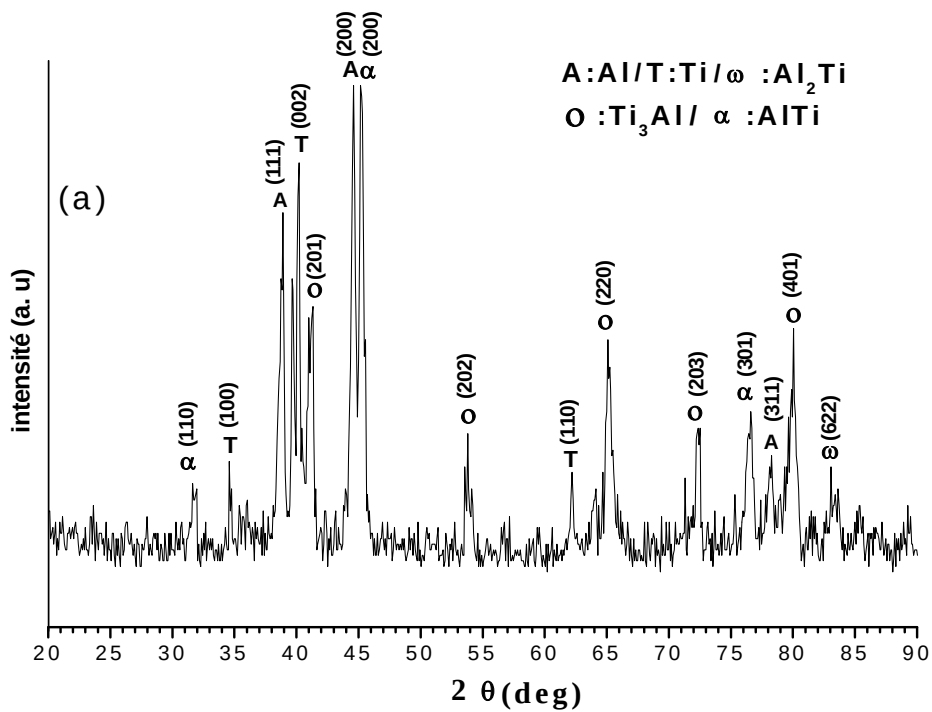


Figure III-7. Spectre de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-70 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.

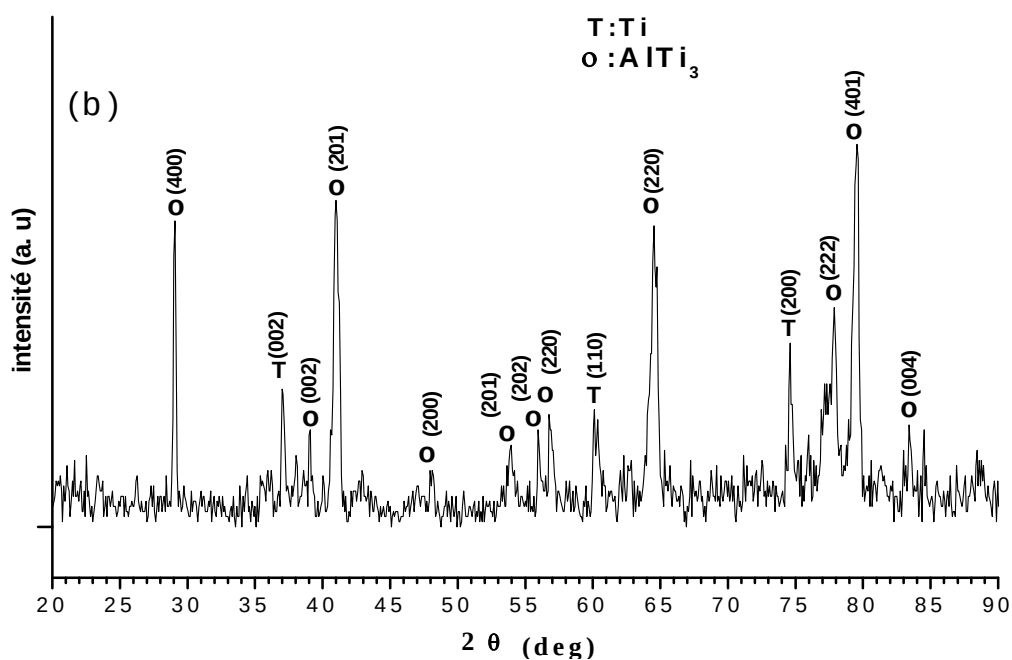
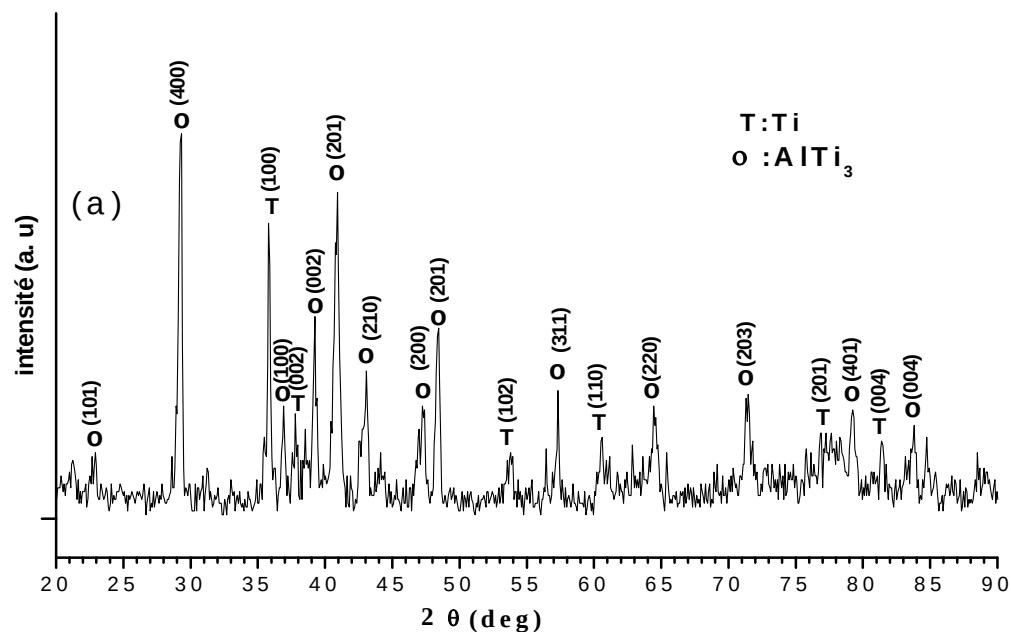


Figure III-8. Spectre de diffraction des rayons X des alliages à composition Al-80 m.% Ti aux états (a) brut et (b) traité à 500 °C.

Les figures III-9 et III-10 rassemblent les spectres de diffraction des rayons X dans les deux états brut et traités à 500 °C des alliages Al-Ti coté riche en aluminium Al pur et Al-20 à 50 m.% Ti et coté riche en titane Al-60 à 80 m.% Ti.

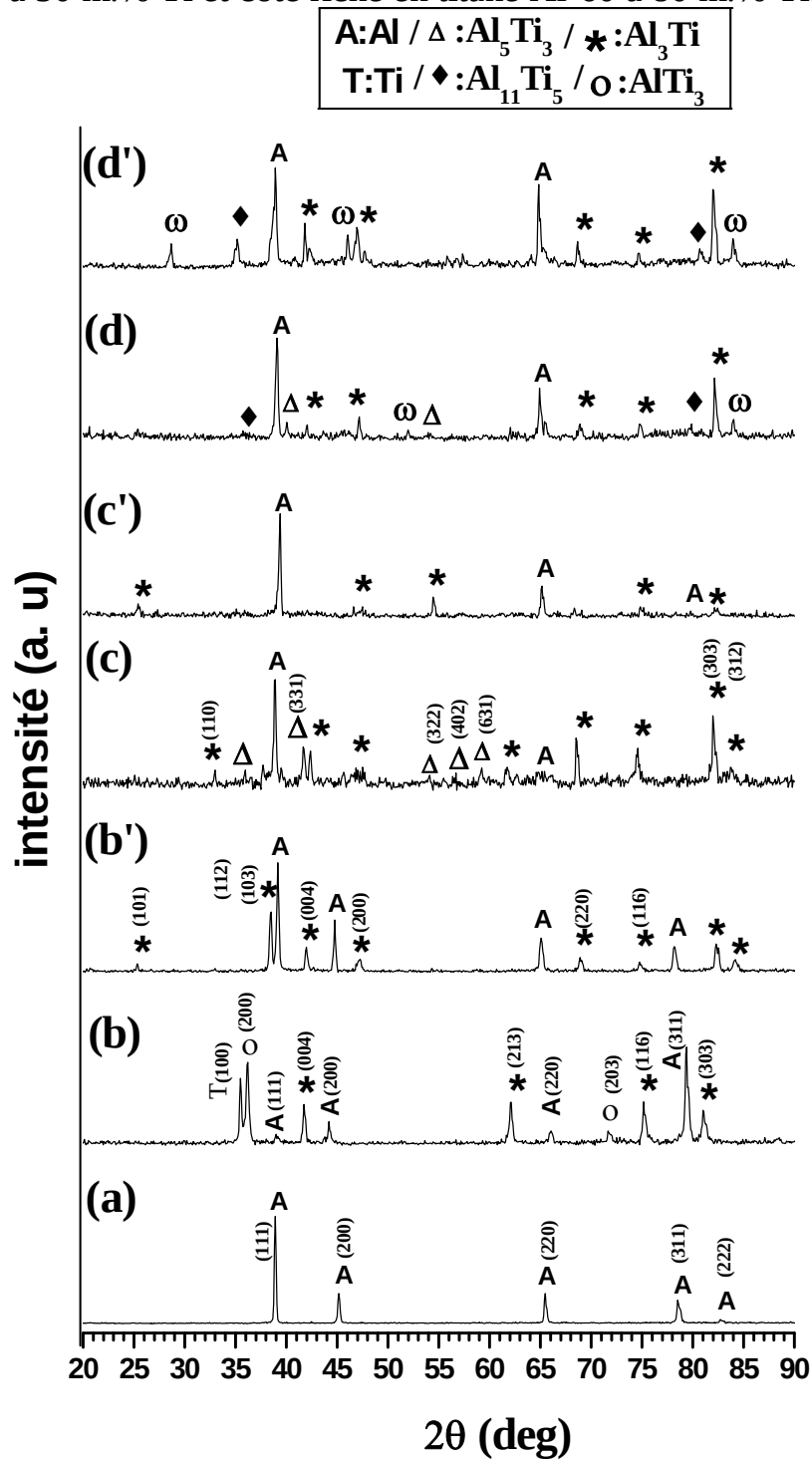


Figure III-9. Spectres DRX des alliages Al-Ti coté riche en Al : (a) Al pur, (b), (c), (d) état brut des alliages Al-20 m.% Ti, Al-40 m.% Ti, Al-50 m.% Ti et (b'), (c') et (d') état traité des même alliages 20 m.% Ti, 40 m.% Ti, 50 m.% TI à 500 °C.

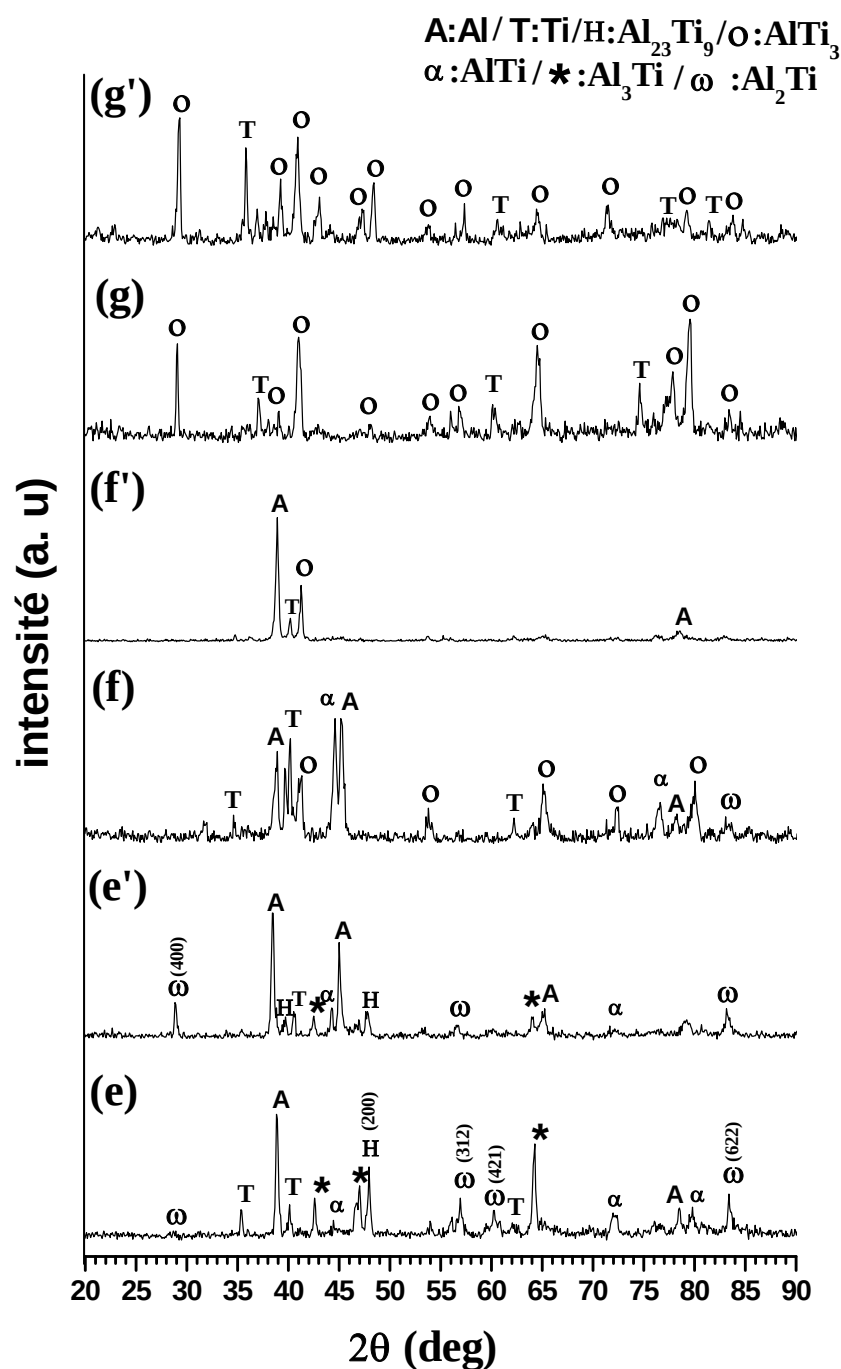


Figure III-10. Spectres DRX des alliages Al-Ti coté riche en Ti : (e), (f), (g) état brut des alliages Al-60 m.% Ti, Al-70 m.% Ti, Al-80 m.% Ti et (e'), (f'),(g') état traité des même alliages 60 m.% Ti, 70 m.% Ti, 80 m.% Ti à 500 °C.

2-2-2. Discussion des résultats de diffractions des rayons X

L'indexation des spectres de diffraction des rayons X à l'état brut et à l'état traité à 500 °C des alliages binaires Al-Ti élaborés par fusion HF a été faite à l'aide des fiches ASTM (JCPDS ICDD 1997) de toutes les phases possibles (composés intermétalliques Al(Ti)) susceptibles d'apparaître dans ces alliages Al-Ti.

Dans la partie riche en aluminium, Al(riche)-Ti, des alliages binaires Al-Ti, les diagrammes de diffraction des rayons X (DRX) obtenus donnent une bonne idée sur la structure des phases présentes dans ces alliages :

Dans la gamme des compositions Al-20 m.% Ti jusqu'à 40 m.% Ti, figure III-9, on trouve dans ces alliages la phase intermétallique tétragonale DO_{22} Al_3Ti et Fcc Al solution solide.

Dans les alliages de composition Al-20 m.% Ti, aux états brut (Fig. III-3 a) et traité (Fig. III-3 b), on observe deux séparations de phases. La figure III-11 montre la séparation de phases à l'état brut.

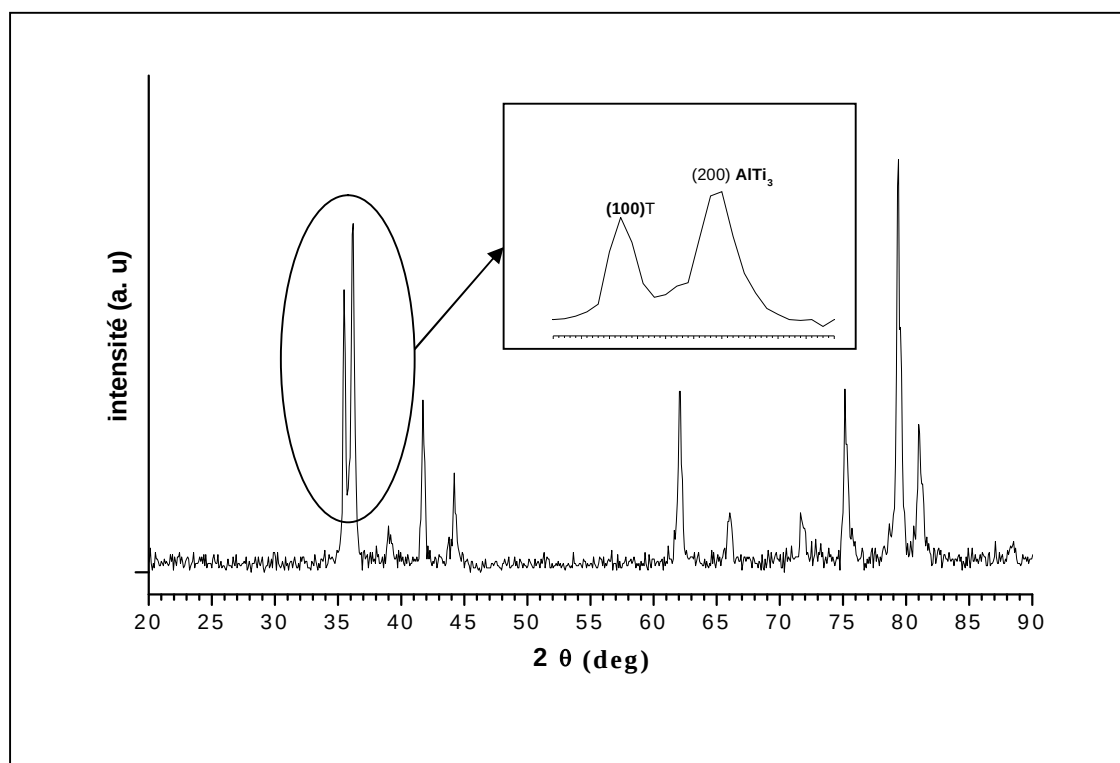


Figure III-11. Diagramme DRX de l'alliage Al-20 m.% Ti à l'état brut montrant la séparation des phases.

A l'état brut de l'alliage de composition Al-20 m.% Ti, la séparation de phases a été identifiée comme étant Ti_3Al + Ti correspondants aux pics (100)Ti et (200)AlTi₃ aux diffractions angulaires 2θ de 35,47° et 36,20° avec les intensités relatives de 68 et 84, respectivement. La figure III-11 montre cette séparation des phases.

Et dans l'état traité, elle a été identifiée à Al_3Ti + Al pour les pics (103) Al_3Ti et (111)Al correspondant aux diffractions angulaires 2θ de 38,52° et 39.16° avec les intensités relatives de 55 et 100.

Dans ce coté riche en Al, la phase intermétallique tétragonale DO_{22} Al_3Ti apparaît dans la gamme de compositions allant de 20 m.% Ti jusqu'à 40 m.% Ti dans l'état brut et traité. Cette phase correspond à une phase stable dans ces alliages élaborés par la méthode fusion à haute fréquence et ce-ci est confirmé par les spectres de diffraction des rayons X. la phase intermétallique tétragonale DO_{22} Al_3Ti est stable aux environs des températures entre 520 et 650°C [66], comme indiqué dans le diagramme de phase (Fig. II-2) de l'alliage binaire Al-Ti qui montre que cette phase Al_3Ti est la seule phase intermétallique stable dans la gamme de compositions allant de 20 à 40 m.% Ti aux états brut et traité.

En ce que concerne les alliages de composition Al-50 m.% Ti, sur les diffractogrammes donnés dans la figure III-5, on observe dans le cas brut (Fig. III-5 a) l'apparition des phases intermétalliques Al_3Ti , Al_2Ti , $Al_{11}Ti_5$ et Al_5Ti_3 et l'aluminium et dans l'état traité (Fig. III-5 b) l'apparition des phases intermétalliques Al_3Ti , Al_2Ti et $Al_{11}Ti_5$ et l'aluminium solution solide.

Pour la solution solide Fcc (Face centered cubic) Al, le paramètre cristallin de la maille a est approximativement d'après l'équation III-2 de 0.4003 nm déduit du pic le plus intense (Intensité relative 100) (111)Al situé à 2θ de 38.92° de la figure III-2. Sur les fiches ASTM, a est de 0,4049 nm pour [53].

Pour la phase tétragonale DO_{22} du composé intermétallique Al_3Ti , les niveaux maximums les plus intenses avec les intensités relatives 24 et 61 sont situés à 2θ de 47,16° et 82,12° correspondant respectivement aux pics des raies caractéristiques $Al_3Ti(200)$ et $Al_3Ti(303)$ du spectre de diffraction des rayons X de l'alliage de composition Al-50 m.% Ti montré sur la figure III-5 a. Le calcul des paramètres cristallins a et c de la maille du composé intermétallique Al_3Ti donne approximativement d'après l'équation II-3 des valeurs de 0,3849 nm pour a et 0,8645 pour c nm avec le rapport c/a de 2,246.

Sur les fiches ASTM pour la phase tétragonale Al_3Ti , a est de 0,3853 nm et c de 0,8583 nm avec le rapport c/a de 2,227 [57].

Dans un travail de recherche [66], la phase Al_3Ti correspondant à la phase tétragonale DO_{22} Al_3Ti (Groupe d'espace $I4/mmm$) a été observée dans les alliages Al-Ti traités à 650 °C sur une large gamme de composition avec les paramètres de maille a de 0,3866 nm et c de 0,8624 nm avec un rapport c/a de 2,230. Ce qui confirme la stabilité de la phase tétragonale DO_{22} Al_3Ti observée dans les alliages Al-Ti traités à des températures proches de la température de fusion de l'aluminium.

La figure III-12 montre la maille de la phase tétragonale DO_{22} Al_3Ti et les résultats des paramètres cristallins sont rassemblés dans le tableau III-2.

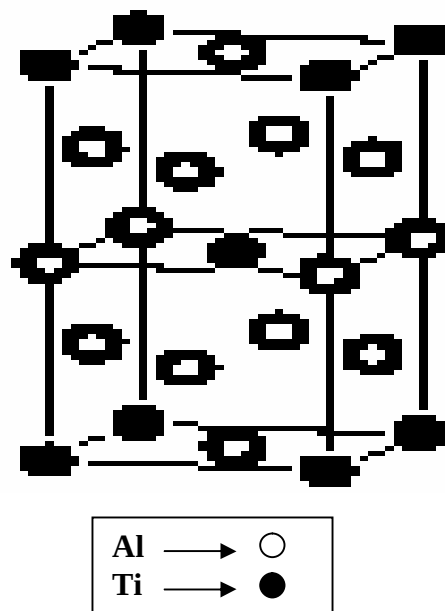


Figure III-12. Maille de la phase tétragonale Al_3Ti

Phase	Structure	Groupe d'espace	Type	Paramètres (nm)	Ref.
Al_3Ti	Tétragonale DO_{22}	$I4/mmm$	Al_3Ti	a: 0.3849 c: 0.8645 c/a: 2.246	Présent travail
				a: 0.3853 c: 0.8583 c / a: 2.227	[57]
				a: 0.3866 c: 0.8624 c/a: 2.230	[66]

Tableau III-2. Structure cristalline et paramètres cristallins de la phase tétragonale Al_3Ti .

La phase composée intermétallique Al_2Ti a une structure orthorhombique de type Ga_2Zr et référée comme h- Al_2Ti [56].

Le calcul de ses paramètres cristallins a et b et c en utilisant l'équation III-5, pour la phase orthorhombique Al_2Ti associées aux pics (400) et (710) des raies diffractées dans les positions angulaires 2θ à $28,83^\circ$ et $57,44^\circ$, donne environ 1,2268 nm et 0,3856 et 0,3968 respectivement avec les rapports b/a et c/a aux environs de 0,314 et 0,323 respectivement.

Les données des fiches ASTM [56] pour a et b et c correspondant à la phase h- Al_2Ti sont respectivement 1,209 nm et 0,3959 nm et 0,4031 nm avec les rapports b/a et c/a de 0,327 et 0,333.

Dans le travail de recherche [66], la phase r- Al_2Ti correspondant à la phase tétragonale type r- HfGa_2 avec groupe d'espace $I4/amd$ a été observée avec les paramètres de maille, a de 0,3982 nm et c de 2,4450 nm avec un rapport c/a de 6,140 et comparée à ceux de [67] qui sont de 0,3971 nm pour a et 2,4320 nm pour c et 6.124 pour le rapport c/a.

La figure III-13 montre la maille de la phase orthorhombique Al_2Ti et le tableau III-3 les caractéristiques cristallines de cette phase.

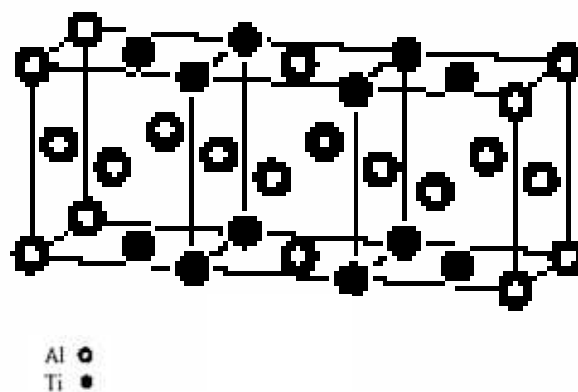


Figure III-13. Maille de la phase orthorhombique Al_2Ti .

Phase	Structure	Groupe d'espace	Type	Paramètres cristallins (nm)	Ref.
r-Al ₂ Ti	Orthorhombique	I4/mmm	Ga ₂ Zr	a: 1.2268 b: 0.3856 c: 0.3968 b/a: 0,314 c/a: 0,323	Travail présent
		I4/mmm	Ga ₂ Zr	a: 1.209 b: 0.3959 c: 0.4031 b/a: 0,327 c/a: 0,333	[56]
	Tétragonale	<i>I4/amd</i>	r-HfGa ₂	a: 0.3982 c: 2.445 c/a: 6.140	[66]
		<i>I4/amd</i>	r-HfGa ₂	a: 0.3397 c: 2.4320 c/a: 6.124	[67]

Tableau III-3. Structure cristalline et paramètres cristallins de la phase tétragonale Al₂Ti.

Dans les alliages Al-Ti de teneur en titane de 40 m.% Ti et 50 m.% Ti aux états bruts (Figs. III-4 et III-5), on observe la présence de la phase Al₅Ti₃.

Cette phase tétragonale Al₅Ti₃ de type Ti₃Ga₅ se développe à haute température, environ 1200°C.

L'élaboration des alliages Al-Ti par le procédé de fusion à haute fréquence, la température peut monter jusqu'aux environs de 2000°C et refroidissement se fait rapidement à température ambiante ce qui a permis la formation des phases métastables.

Dans les états traités de ces alliages (Homogénéisation des alliages), la phase Al₅Ti₃ est de paramètre cristallins a et c de 1,126 nm et 0,402 nm respectivement avec un rapport c/a de 0.357 [59] est disparaît dans les deux alliages qui est concerne que cette phase est métastable et d'après Palm [68].cette phase est fréquemment observée dans les alliages Al-Ti.

La phase $\text{Al}_{11}\text{Ti}_5$ apparaît dans le spectre de diffraction des rayons X de la figure III-5 avec les pics (105) et (314) correspondant aux diffractions angulaires des raies caractéristiques à 2θ de $35,82^\circ$ et $80,76^\circ$.

La structure cristalline de $\text{Al}_{11}\text{Ti}_5$ (DO_{23}) est tétragonale de type Al_3Zr , de paramètres cristallins a et c de 0,3923 nm et 1,653 nm respectivement avec un rapport c/a de 4.213 [60].

Dans littérature, il y a contradiction entre chercheurs au sujet de la stabilisation de cette phase $\text{Al}_{11}\text{Ti}_5$. Nos résultats sont en accord avec le travail de recherche [68,69] qui présente des données, pour des échantillons étudiés par métallographie et DRX aux températures 900 et 1100°C, ont permis de reconstruire le diagramme d'équilibre de phases du système d'alliages binaires Al-Ti représenté sur la figure III-14 [68].

Dans le travail de recherche cité [68], il est trouvé que dans la gamme de composition Ti-64 à 68 at. % Al, la phase $\text{Al}_{11}\text{Ti}_5$ / Al_5Ti_2 est stable, est donnée par la réaction :

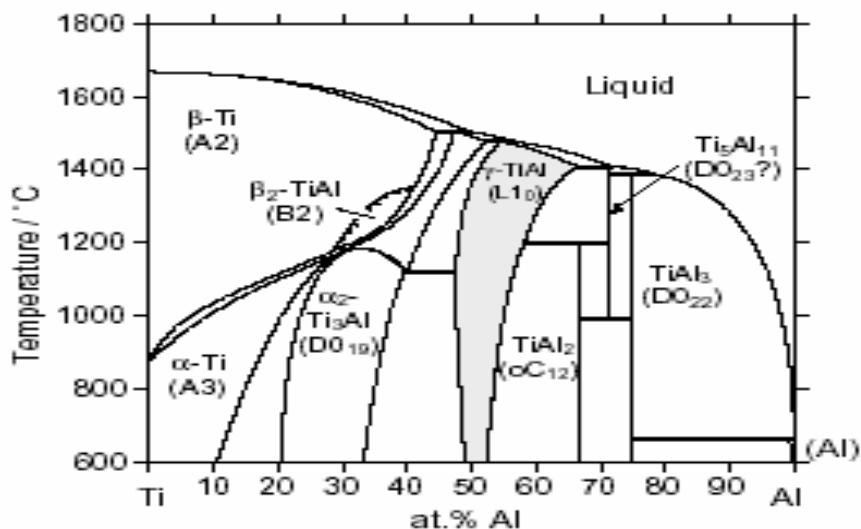


Figure III-14 Diagramme d'équilibre de phases du système d'alliages binaires Al-Ti.

Les phases des composés intermétalliques Al(Ti) observées dans les structures des alliages Al-Ti coté riche en aluminium élaborés par fusion HF et étudiés par diffraction des rayons X aux états brut et traités à 500 °C sont rassemblées dans le tableau III-4.

Etat	Al-X m.% Ti		
	X = 20	40	50
brut	Al + Al ₃ Ti + Ti + Ti ₃ Al	Al + Al ₃ Ti + Al ₅ Ti ₃	Al + Al ₃ Ti + Al ₂ Ti + Al ₁₁ Ti ₅ + Al ₅ Ti ₃
traité	Al + Al ₃ Ti	Al + Al ₃ Ti	Al + Al ₃ Ti + Al ₂ Ti + Al ₁₁ Ti ₅

Tableau III-4. Représentation des structures des alliages Al(riche)-Ti.

Dans la partie des alliages binaires élaborés par fusion HF, riches en titane, Al-Ti(riche), l'analyse de l'évolution structurale des différents spectres de diffraction des rayons X rapportés sur la figure III-10 des échantillons Al-X m.% Ti (X = 60, 70, 80) dans les états bruts et traités à 500 °C permet de dégager les points suivants :

Dans l'alliage de composition Al-60 m.% Ti aux états brut et trait à 500 °C, les diffractogrammes obtenus montés dans la figure III-6 révèlent la présence des phases intermétalliques Al₃Ti et Al₂Ti et la solution solide (Fcc) Al et des traces des phases TiAl et Al₂₃Ti₉ et le Hcp α -Ti solution solide.

La phase de composé intermétallique TiAl, de structure tétragonale L0₁ et type AuCu, est stable et apparaît dans les alliages Ti-Al dans la gamme de composition en général entre 40 et 70 m.% Al.

Dans le spectre de diffraction des rayons X montré dans la figure III-6 a et b, les raies caractéristiques (002) et (221) et (311) sont de faibles intensités relatives, donc c'était difficile d'extrapoler des paramètres cristallins a et c de la maille de la phase TiAl. Dans les fiches ASTM, ces paramètres sont 0,3976 nm pour a et 0,4049 nm pour c avec un rapport c/a de 1,0183 [56]. Dans un travail de recherche récent, ces paramètres sont 0,3983 nm pour a et 0,4012 nm pour c avec un rapport c/a de 1,007 [66].

Pour la phase orthorhombique Al₂Ti de type Ga₂Zr, on observe dans (figure III-6 a), l'alliage Al-60 m.% Ti à l'état brut que le pic de diffraction le plus intense (622) se trouve à 2 θ de 83,4° avec une intensité relative de 37. Alors qu'à l'état traité (figure III-6 b), on observe l'apparition d'un nouveau

pic intense (002) de diffraction angulaire 2θ de 45° et d'intensité relative de 77° permettant de calculer facilement par la formule III-5 un des paramètres cristallins c et qui vaut 0,4024 nm contre 0.3968 nm pour l'alliage Al-60 m. % Ti à l'état brut ou traité (Tab. III-3).

La phase $\text{Al}_{23}\text{Ti}_9$ apparaît dans l'alliage Al-60 m.% Ti à l'état brut avec des angles des diffraction $47,96^\circ$ avec une intensité relative de 58 pour la raie (200). Cette phase est stable dans l'intervalle de température de 800°C à 975°C [69], mais dans l'état traité l'intensité de diffraction de cette phase est très minime.

Dans la le spectre DRX (Fig. III-7 a) de l'alliage Al-70 m. % Ti à l'état brut, on observe l'apparition des phases solution solide Fcc Al et Hcp α -Ti ainsi que les phases de composés intermétalliques Ti_3Al , TiAl et Al_2Ti .

La phase intermétallique Hcp Do_{19} Ti_3Al de type Ni_3Sn apparaît majoritaire dans cet alliage (Al-70 m.% Ti à l'état brut) avec les pics de diffraction de positions angulaires $41,32^\circ$, $53,80^\circ$, $65,24^\circ$, $72,43^\circ$ et $80,04^\circ$ correspondants aux raies caractéristiques (201), (202), (220), (203) et (401).

Les paramètres cristallins de la phase Ti_3Al sont calculés par l'équation III-4 et les 2 pics les plus intenses aux positions angulaires respectives 2θ de $41,32^\circ$ et $80,04^\circ$ correspondant aux raies caractéristiques (201) et (401). On obtient 0,498 nm pour a et 0,4680 nm pour c avec un rapport c/a de 0,939. Pour les fiches ASTM, les paramètres cristallins sont de 0,577 nm pour a et 0,462 nm pour c avec un rapport c/a de 0,800 [55]. Dans le travail de recherche sur la phase Hcp Do_{19} AlTi_3 [66], les paramètres cristallins de la maille de la phase Ti_3Al sont de 0,5813 nm pour a et 0,4713 nm pour c avec un rapport c/a de 0,810.

La figure III-15 montre la maille de la phase intermétallique Ti_3Al et le tableau III-5 regroupe les caractéristiques structurales de cette phase.

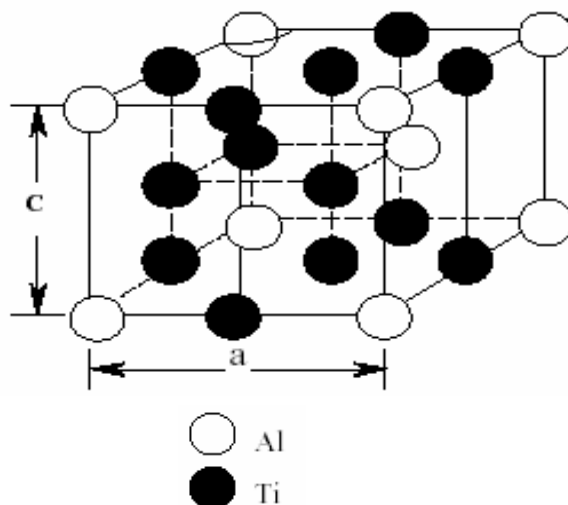


Figure III-15. Maille de la phase orthorhombique Ti_3Al .

Phase	Structure	Groupe d'espace	Type	Paramètres (nm)	Ref.
Ti_3Al	Hcp D_{019}	$\text{P6}_3/\text{mmc}$	Ni_3Sn	a: 0,498 c: 0,4680 c/a: 0,939	Présent travail
				a: 0,577 c: 0,462 c/a: 0,800	[55]
				a: 0,5813 c: 0,4713 c/a: 0,810	[66]

Tableau III-5. Structure cristalline et paramètres cristallins de la phase tétragonale Ti_3Al .

Dans l'état traité de la composition Al-70 m.% Ti, les phases présentes sont les solutions solides Fcc Al et Hcp α -Ti et la phase intermétallique Ti_3Al .

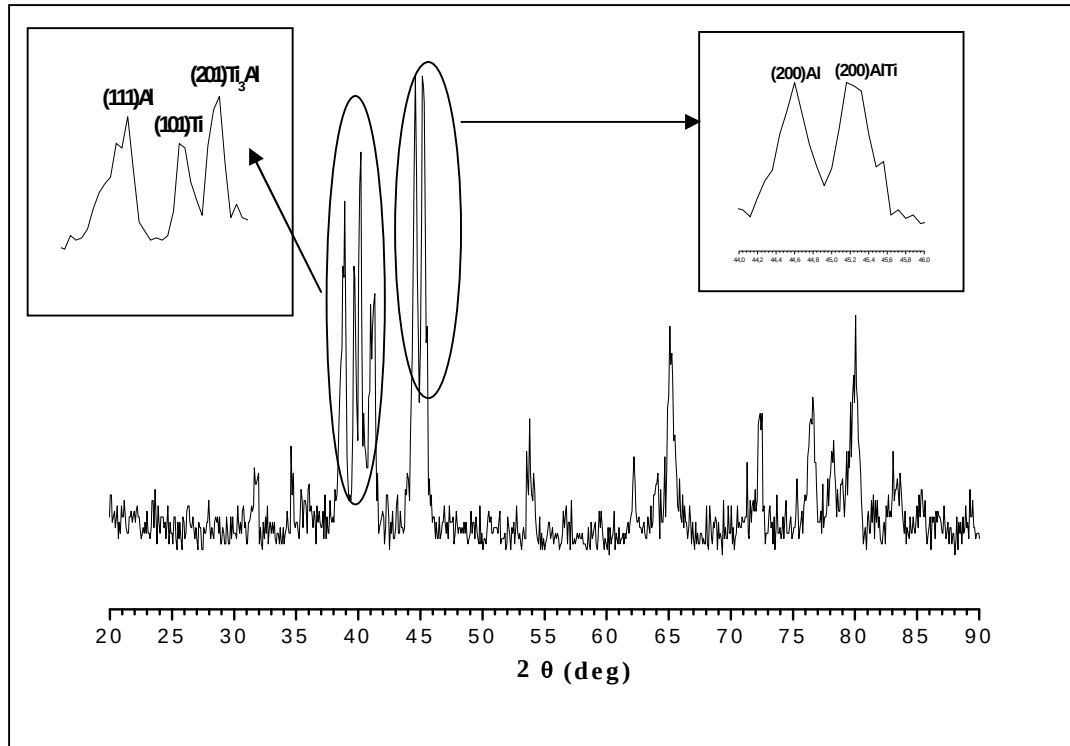


Figure III-16. Représentation de la séparation des phases dans l'alliage Al-70 m. % Ti à l'état brut.

D'autre part on observe dans l'alliage Al-70 m.% Ti à l'état brut (Fig. III-7 a) deux cas de séparation de phases. Le premier cas de séparation de phases se compose de 3 phases distinctes identifiées comme Al+Ti+AlTi₃ correspondant aux raies Al(111) localisée au pic de diffraction angulaire 2θ de $38,92^\circ$ et Ti(101) à $39,64^\circ$ et Ti₃Al (201) à $40,2^\circ$. Le deuxième cas séparation de phase se compose de 2 phases distinctes identifiées comme Al+AlTi localisées à Al(200) à $44,69^\circ$ et AlTi(200).à $45,28^\circ$. La figure III-16 montre ces séparation des phases observées dans l'alliage Al-70 m.% Ti à l'état brut.

En ce que concerne les alliages Al-80 m.% Ti aux états brut et traité à 500°C , l'identification structurale de ces alliages montre qu'ils sont constitués d'un solution solide de Hcp α -Ti et la phase intermétallique Ti₃Al, On observe que la phase Ti₃Al est prédominante, elle apparaît dans l'alliage à l'état brut avec des pics intenses correspondant aux raies caractéristiques (201) localisé à la diffraction angulaire 2θ de $41,20^\circ$ et (220) à $64,65^\circ$ et (401) à $79,61^\circ$.

On observe aussi une séparation des phases Ti + Ti₃Al dans le spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Al-80 m.% Ti à l'état brut (Fig. III-8 a) dans la zone de diffraction localisé à 2θ de $77,88^\circ$ et $79,56^\circ$ correspondants aux raies Ti(201) et Ti₃Al (401).

Le tableau III-6 rassemble les structures cristallines des alliages T(riche)-Al élaborés par fusion HF.

Etat	Al-X m.% Ti		
	X = 60	70	80
brut	Al + Ti + Al ₃ Ti + Al ₂ Ti + TiAl + Al ₂₃ Ti ₉	Al + Ti + Al ₂ Ti + Ti ₃ Al + TiAl	Ti + Ti ₃ Al
traité	Al + Ti + Al ₃ Ti + Al ₂ Ti + TiAl + Al ₂₃ Ti ₉	Al + Ti + Ti ₃ Al	Ti + Ti ₃ Al

Tableau III-6 Structures cristallines des alliages Al-Ti(riche) élaborés par fusion HF

2-2-3. Observations optiques

2-2-3-1. Généralités

Les examens métallographiques permettent une première approche pour une compréhension des différentes microstructures des matériaux cristallins.

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

Pour ce genre d'examen, on a utilisé pour l'observation des surfaces des échantillons d'alliages Al-Ti élaborés par fusion HF et après différents traitements appropriés un microscope métallographique en laboratoire de la métallurgie type RICHTERT équipé d'une camera vidéo de type LEICA et piloté par ordinateur (Figure III-17).



Figure III-17. Dispositif d'observation optique.

Il est possible de visualiser tous types de surfaces avec un grossissement pouvant aller jusqu'à à 1200 fois. De ces nombreuses observations et grâce à une bonne connaissance des phases susceptibles d'apparaître dans les matériaux cristallins et grâce aux diagrammes des phases des matériaux et des paramètres du microscope, une analyse précise des surfaces visualisées peut être menée.

2-2-3-2. Résultats des observations optiques

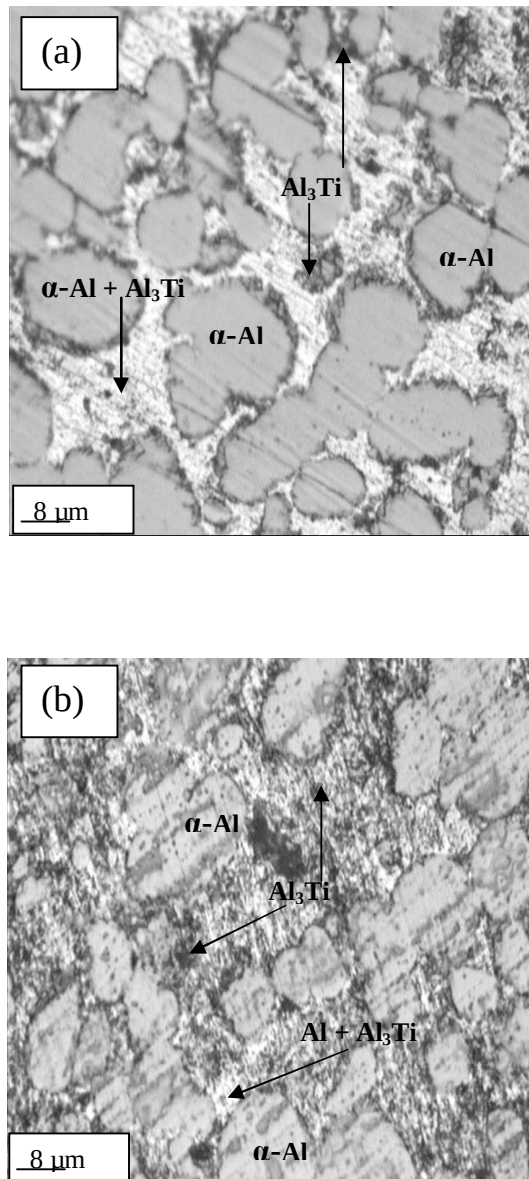


Figure III-18. Microscopie optique de l'alliage Al-20 m.% Ti
(a) état brut
(b) état traité

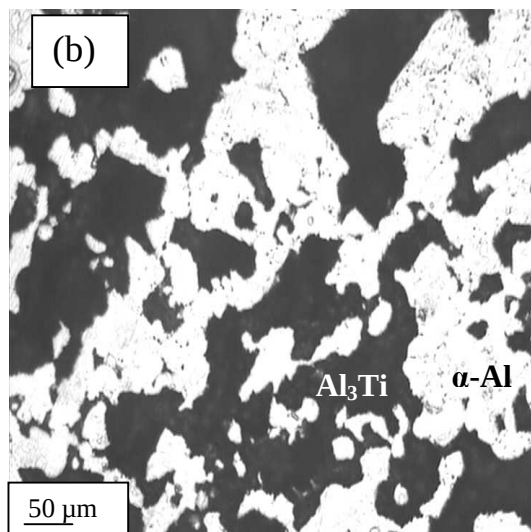
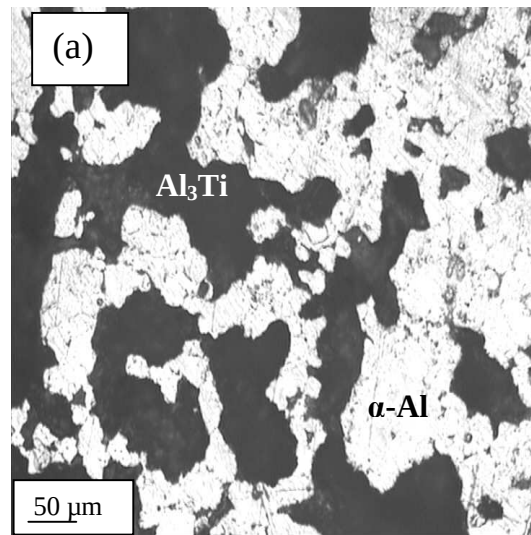


Figure III-19. Microscopie optique de l'alliage Al-40 m.% Ti
 (a) état brut
 (b) état traité

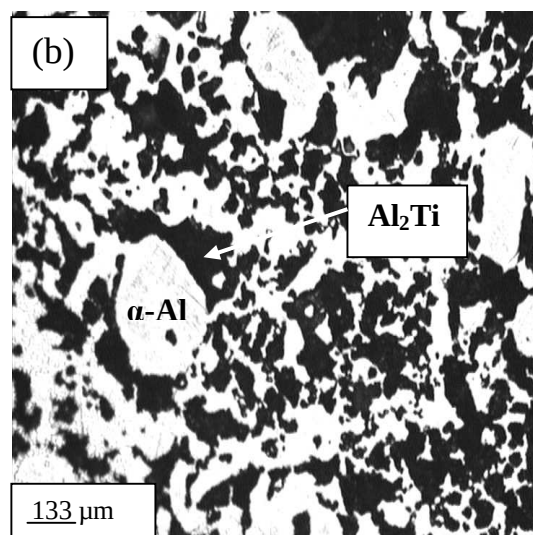
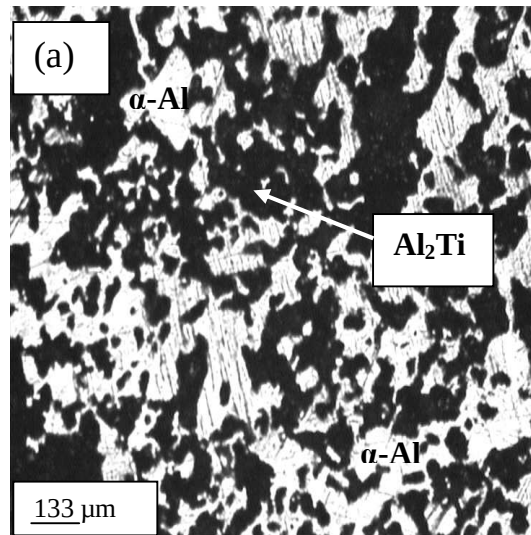


Figure III-20. Microscopie optique de l'alliage Al-50 m.% Ti
 (a) état brut
 (b) état traité

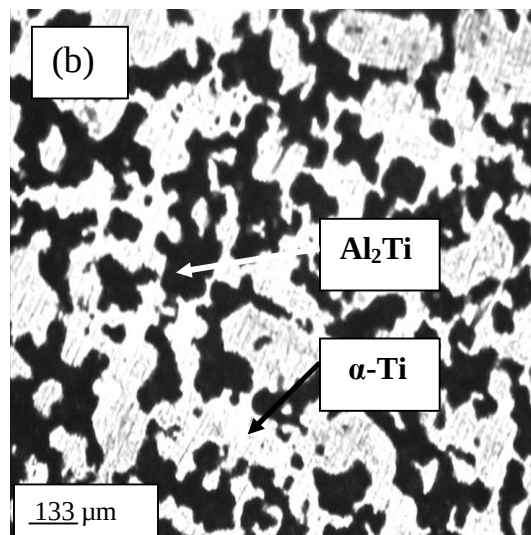
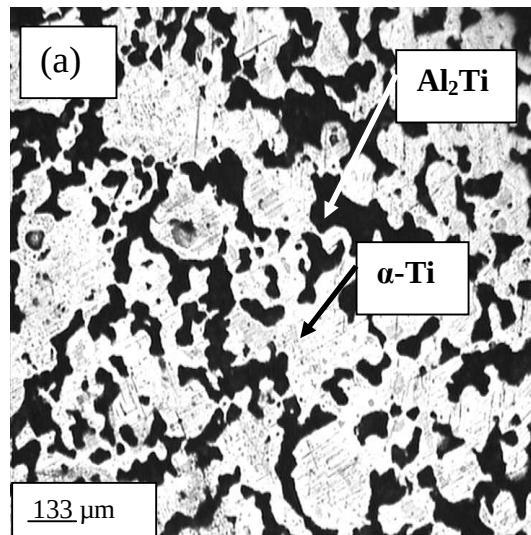


Figure III-21. Microscopie optique de l'alliage Al-60 m.% Ti
 (a) état brut
 (b) état traité

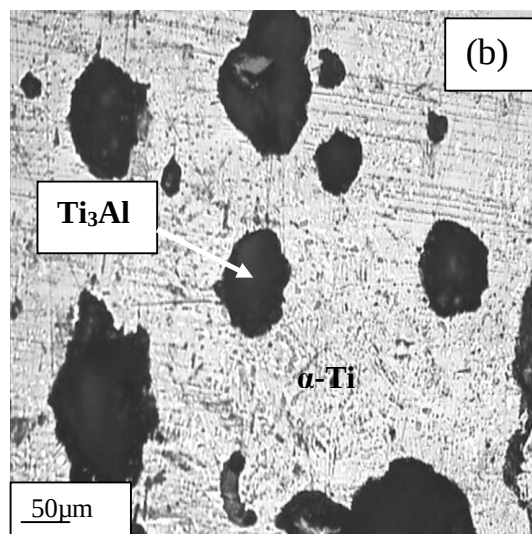
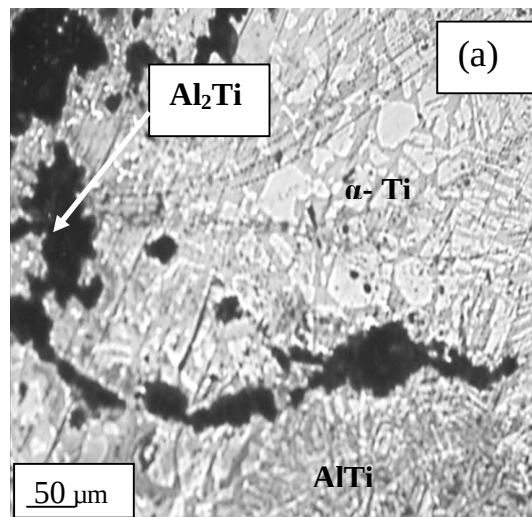


Figure III-22. Microscopie optique de l'alliage Al-70 m. % Ti
 (a) état brut
 (b) état traité

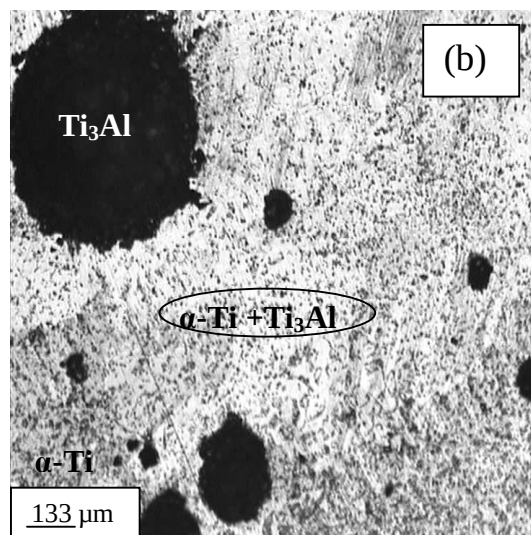
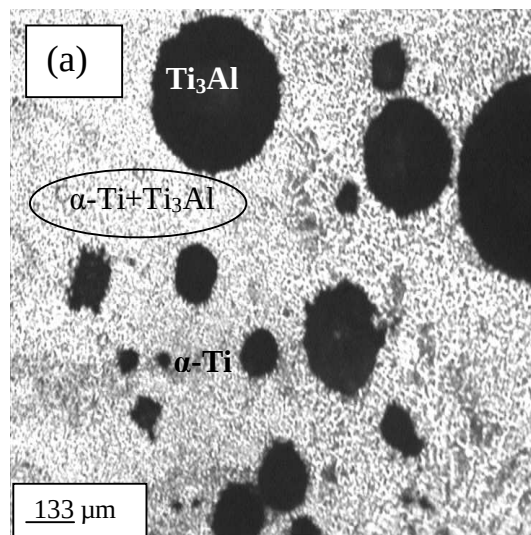


Figure III-23. Microscopie optique de l'alliage Al-80 m.% Ti
 (a) état brut
 (b) état traité

2-2-3-3. Interprétation des résultats de microscope optique

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

Nous avons tenté de relier l'évolution microstructurales des alliages binaires Al-Ti à la morphologie de surface observée au microscope optique.

Dans l'alliage Al-20 m.% Ti brut (Fig. III-18), on a la présence de l'aluminium solution solide et on remarque l'apparition de la phase intermétallique Al_3Ti . Mais dans l'état traité de cet alliage, on observe l'augmentation du taux de la phase intermétallique Al_3Ti et la diminution du volume de la matrice. On peut argumenter que cette augmentation est reliée aux différents processus de diffusion et recristallisation durant le maintien à 500 °C pendant 1 heure.

Pour l'alliage Al-40 m.% Ti dans les 2 états brut et traité, on a mis en évidence la présence de la phase de composé intermétallique Al_3Ti de structure tétragonale DO_{22} dans une matrice de solution solide Fcc Al. On observe la prédominance de la phase intermétallique Al_3Ti dans cette composition.

La micrographie de la figure (III-20) représente une métallographie microstructurale de l'alliage Al-50 m.% Ti, observe que la microstructure de cette alliage est duplex constituée par la phase intermétallique orthorhombique Al_2Ti qui est prédominante dans cet alliage, dans ces 2 états brut et traité, dans une matrice solution solide Fcc Al ainsi que d'autres phases avec des taux infimes.

Dans le cas de l'alliage Al-60 m.%Ti, on remarque l'apparition de la phase solution solide Hcp α -Ti avec un taux de présence élevé dans l'alliage. On observe que la phase intermétallique Al_2Ti prédomine dans cette alliage par rapport aux autres phases intermétalliques AlTi, Al_3Ti , et $Al_{23}Ti_9$, la microstructure observée dans ce cas est de type duplex.

D'autre part, dans l'alliage Al-70 m%Ti, dans l'état brut la microstructure de type presque gamma, on observe l'apparition des phases intermétallique Al_2Ti , AlTi et les solutions solides α -Ti. et α -Al On observe dans le figure III-22 que le taux de présence de la phase Al_2Ti est diminué par rapport à sa présence dans l'alliages Al-60 m%.Ti. La phase AlTi apparaît dans la figure III-22 sous forme dendritique et dans le cas traité, on remarque l'apparition de la phase intermétallique Ti_3Al sous forme des taches noires presque sphériques correspondant donc à des grains homogènes.

Dans le cas de l'alliage Al-80 m.% Ti, c'est un cas spécial, nous sommes arrivé dans l'élaboration jusqu'à la température d'ébullition de l'alliage. Dans la figure III-23 on remarque la présence solution solide de titane et la phase intermétallique Ti_3Al sous forme sphérique et des grains plus fins de paroi antiphase de la phase Ti_3Al dans la matrice. Ce-ci est dû à la présence de l'ordre à longue distance. Un cas semblable a été observé dans les alliages Al-Fe [73] montré dans la figure III-24. Dans l'état traité de l'alliage de Al-80 m.% Ti, on observe une croissance des parois antiphases,elles croissent pendant le traitement d'homogénéisation.

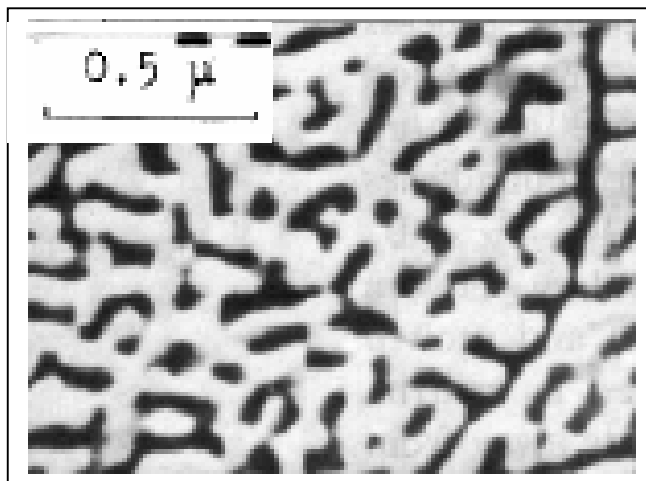


Figure III-24. Formation des parois antiphases dans les alliages Al-Fe

2-2-3-4. Caractéristiques microstructurales des alliages Al-Ti

2-2-3-4-1-. Taille de grains

La figure III-25 montre l'évolution de la taille de grains en fonction de la composition en masse de titane. Ces valeurs ont été extrapolées des observations de microscopie optique.

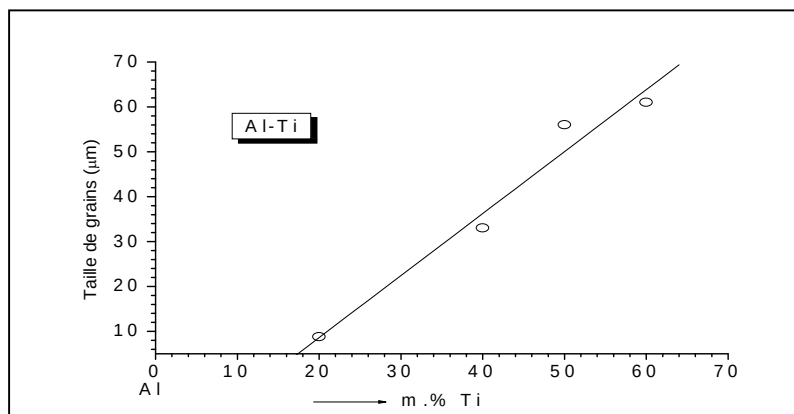


Figure III-25. Evolution de la taille de grains.

On peut dire que la taille des grains évolue sous une forme presque linéaire décroissante. La taille des grains augmente de 10 µm environ pour l'alliage Al-20 m.% Ti atteignant 60 µm environ pour l'alliage Al-60 m.% Ti. Cette augmentation de la valeur de la taille de grain dans les alliages Al-Ti pour l'état brut est dû très probablement aux effets combinés de différences de structure et de la valence (état d'oxydation) cfc et 3 pour l'aluminium et Hcp et 4 pour le titane [70] (Tab. III-7).

Elément	Al	Ti
Rayon atomique (nm)	1,43	1,47
Structure	Cfc	Hcp
Valence	3	4

Tbleau III-7. Caractéristiques microstructurales et chimiques des éléments d'alliages Al et Ti.

2-2-3-4-2. Paramètres cristallins

Nous avons estimé les paramètres cristallins de l'aluminium solution solide dans les alliages Al-Ti élaborés par fusion HF. Les résultats obtenus à partir des spectres des diffractions des rayons X des alliages Al-Ti coté riche en aluminium ont permis de faire une approche de la variation des paramètres cristallins de l'aluminium.

Les résultats obtenus pour les 2 états, brut et traité, sont comparés à l'évolution du paramètre cristallin de maille a_{Al} de l'aluminium en fonction de la teneur en titane utilisant la loi de Vegard.

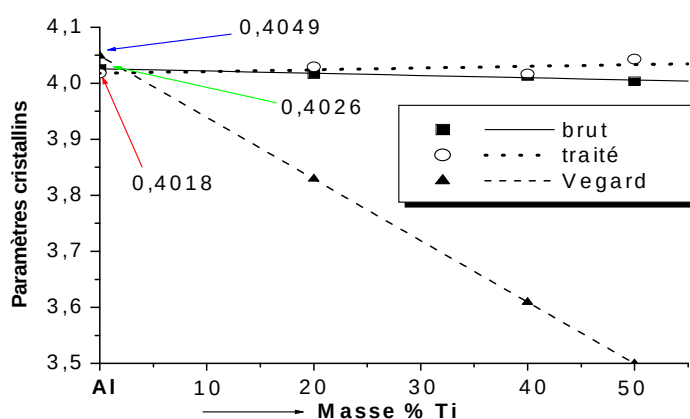


Figure III-26. Evolution du paramètre cristallin a_{Al} .

La figure III-26 montre l'évolution du paramètre cristallin de maille a_{Al} du réseau cfc Al en fonction de l'évolution de la composition en titane dans les alliages Al-Ti. La loi de Vegard donne une évolution linéaire pour tous les alliages binaire. Pour le cas d'alliages binaires Al-Ti, elle est décroissante du fait que le paramètre cristallin de maille a_{Al} (0.4049 nm) du réseau cfc Al pur est nettement supérieur à ce lui a_{Ti} (0.2950 nm) du réseau Hcp α -Ti pur. On observe une variation presque droite de l'évolution de a_{Al} dans les alliages Al-Ti sans changement remarquable entre les 2 états que ce soit brut ou traité. Ce-ci montre que les atomes du cfc aluminium de volume de maille de $0,0664 \text{ nm}^3$ [53] sont substitués par des atomes de du Hcp titane dont le volume de maille de $0,0479 \text{ nm}^3$ [12] est inférieur. L'extrapolation du paramètre cristallin de maille a_{Al} du réseau cfc Al pur est de 0.4026 nm pour l'état brut alors que pour l'état traité il est de 0.4018 nm. On note que l'augmentation des paramètres cristallins en état traité à 500°C pendant une heure par rapport à l'état brut est due à la dilatation de la maille cristalline (effet de taille) et les mouvements des défaut cristallins pendant l'homogénéisation des alliages.

2-2-3-4-3. Degré d'ordre à longue distance (LRO)

On peut estimer le degré d'ordre à longue distance (LRO : Long Range Order) d'une phase stable à partir des diagramme de diffraction de rayons X où cette phase

est présente. L'estimation de LRO est en général déduite de la méthode de Warren(X), celle-ci est basée sur les intensités diffractées $[\ln I_{hkl}]$ et les angles de diffraction correspondants $[(\sin\theta)/\lambda]^2$ pour les raies fondamentales et les raies de surstructure. Dans le cas des alliages Al - 80 m %Ti et, le tracé de graphes de $[\ln I_{hkl}]$ en fonction de $[(\sin\theta)/\lambda]^2$ à permis de noter que la variation de $\ln I_{hkl}$ en fonction de $[(\sin\theta)/\lambda]^2$ est linéaire avec une pente négative aussi bien pour les raies fondamentales et les raies de surstructure (Fig. III-27).

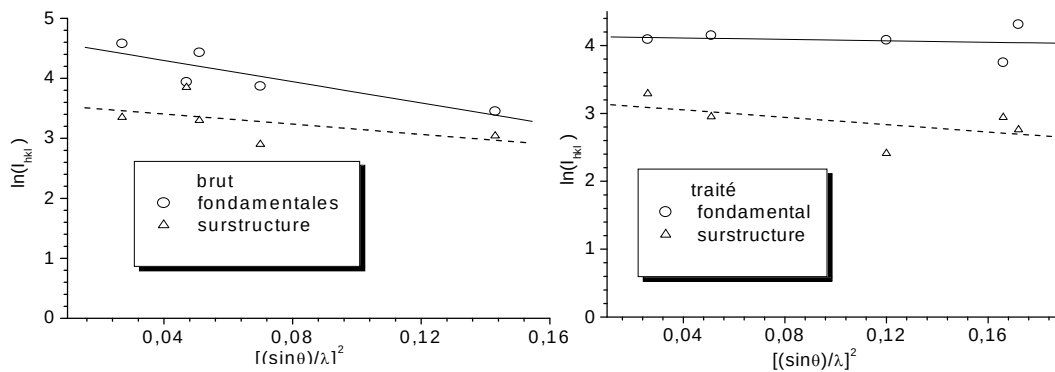


Figure III-27. Evolution de LRO.

Les équations des deux droites obtenues permettent d'atteindre le degré d'ordre à longue distance S de la phase Hcp DO_{19} Ti_3Al dans l'alliage Al-80 m % Ti aux deux états brut et traité:

à l'état brut :

Pour raies de surstructures $\ln I = 3,6 - 4,356 [(\sin\theta)/\lambda]^2$

Pour raies fondamentales $\ln I = 4,652 - 8,860 [(\sin\theta)/\lambda]^2$

$$\ln S^2 = -1,052 \quad \text{ce qui donne} \quad S = 0,534$$

à l'état traité :

Pour raies de surstructures $\ln I = 2,893 - 0,0238 [(\sin\theta)/\lambda]^2$

Pour raies fondamentales $\ln I = 4,132 - 0,526 [(\sin\theta)/\lambda]^2$

$$\ln S^2 = -1,239 \quad \text{ce qui donne} \quad S = 0,538.$$

3. Conclusion

La recherche préliminaire de toutes les phases des composés intermétalliques Al(Cu) susceptibles de se former dans les alliages binaires Al-Ti à partir du diagramme de phase et des fiches ASTM a permis d'identifier la microstructure et donner l'évolution microstructurale dans les alliages en fonction de la teneur en aluminium. Une étude bien détaillée de la microstructure par DRX a été établie en ce qui concerne les phases AlTi, Al₂Ti, Al₃T et Ti₃Al qui font toujours l'objet de recherche dans les sciences des matériaux pour leurs utilités industrielles.

L'observation métallographique par microscopie optique nous a aidé d'observer l'état de surface après différents traitements thermiques, mécaniques, et chimiques subis par les échantillons ce qui permis de faire une approche de l'évolution microstructurale observée et celle déduite par DRX.

L'évolution linéaire et droite du paramètre cristallin de maille a_{Al} du réseau cfc Al dans les alliages Al-Ti en fonction de la teneur en Ti est essentiellement due à un effet de taille (volume de maille) entre l'aluminium et le titane.

Chapitre 04

Mesures de dureté

1. Introduction

L'indentation est une méthode de mesure des propriétés mécaniques des matériaux. L'indentation consiste à appliquer par l'intermédiaire d'un pénétrateur rigide sur la surface d'un matériau, en général plane, un cycle charge-décharge localisé et d'observer sa réponse, à la fois plastique et élastique. Sous l'effet d'une charge, le pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante afin que la pénétration ne déforme le matériau. On mesure les dimensions de l'empreinte et on en déduit la dureté.

2. Généralités sur les tests de microdureté

2-1. Principe de mesure de dureté

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur. Dans les mesures de dureté, on utilise des corps durs appelés pénétrateurs. Les essais de dureté, peuvent être réalisés à l'aide de plusieurs appareils de mesure. La principale différence entre les divers essais réside dans la forme de la pointe. Ces pénétrateurs ont donc une forme spécifique pour un mode de mesure de dureté, telle que pyramide à base carrée pour la dureté Vickers ou boule pour la dureté Brinell ou Meyer [1].

Le principe de mesure de dureté est basé sur le principe d'une pression : application d'une force F , appelée charge, sur la surface plane S , appelée surface de contact, d'un échantillon. Le retrait de l'indenteur (Pénétrateur) laisse une empreinte dont la profondeur est fonction de la réaction du matériau testé. Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante afin que la pénétration ne déforme le matériau. Dans le cas contraire, la mesure ne serait pas fiable. Il faut une épaisseur de au moins huit fois la profondeur h de l'empreinte. Il faut une épaisseur de au moins huit fois la profondeur h de l'empreinte. La dureté est définie comme étant :

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

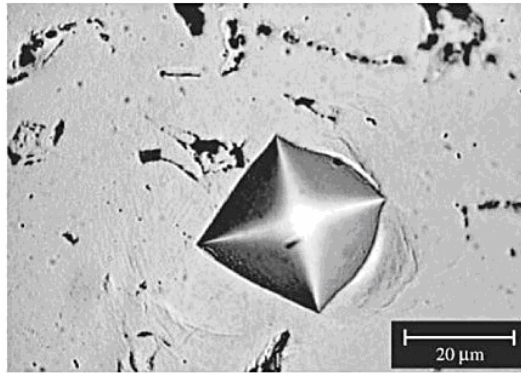


Figure VI-1. Empreinte Vickers laissée par un indenteur pyramide carré sous une charge $F = 0,255 \text{ N}$.

Pendant l'essai de dureté : charge-décharge, il se forme une empreinte d'indentation (Fig. IV-1) [2] entourée d'une zone déformée plastiquement. Plus la dureté est élevée, plus l'empreinte et la zone déformée sont réduites.

La déformation plastique est le résultat de microdéformations intervenantes à l'échelle de la maille cristalline à partir des défauts microstructuraux comme les précipités, les atomes en insertion ou en substitution et les dislocations.

2-2. Dureté Brinell

L'essai Brinell utilise comme poinçon une bille en acier trempé ou en carbure de tungstène, maintenue pendant un temps bien défini et avec une force bien déterminée, L'utilisation principale cette méthode est en général dans les ateliers.

Dans l'essai brinell, la surface de l'échantillon ne nécessite pas une préparation extrêmement soignée comme tournage ou meulage et cette méthode est la plus facile à mettre en œuvre pour des mesures de dureté.

Si F est la charge d'essai, D le diamètre de la sphère (de la bille) et d le diamètre de l'empreinte, alors la dureté Brinell est donnée par la relation suivante:

$$H_B = \frac{0,102 \times 2F}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (\text{IV-2})$$

Où F exprimée en newtons, D et d en mm.

Il faut une épaisseur de au moins huit fois la profondeur de l'empreinte. Placer le pénétrateur en contact avec la surface du matériau, appliquer la force, maintenir

cette charge pendant 10 à 15 secondes, retirer la bille puis mesurer à l'aide d'un dispositif grossissant le diamètre moyen d de l'empreinte (Fig. IV-2) [1].

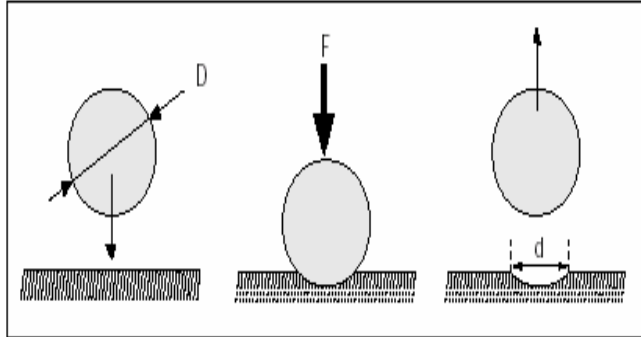


Figure IV-2. Procédure d'un essai de dureté Brinell.

2-3. Dureté Meyer

Le pénétrateur (boule) est d'une manière plus générale identique à celui de la dureté Brinell où la mesure est effectuée avec les mêmes principes. Les valeurs de mesure de la dureté Meyer sont calculées avec l'expression de l'équation 3:

$$H_M = 0.102 \frac{4F}{\pi d^2} \quad (\text{IV-3})$$

2-4. Dureté Vickers

Le principe de l'essai de dureté Vickers est le même que celui de l'essai Brinell, mais l'état de surface plane est très poli pour obtenir de petites empreintes, parce que la présence d'irrégularités gêne la lecture. La méthode Vickers est généralement utilisée pour des pièces de petites dimensions où la lecture des longueurs de diagonale est généralement lente. Cette méthode est généralement utilisée en laboratoire.

Le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée d'angle au sommet 136° , la forme de l'empreinte est donc carré, on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 et c'est d qui sera utilisée pour le calcul de la dureté.

La force (Charge) et la durée de l'appui sont également normalisées, la dureté Vickers H_v est donnée par la relation suivante (Eqs. 4 ou 5) :

$$H_v = 1.854 \frac{P(Kgf)}{d^2} \quad (IV-4)$$

$$H_v = 0.189 \frac{P(N)}{d^2} \quad (IV-5)$$

Où F la charge appliquée et d, la diagonale de l'empreinte.

La figure 3 montre la procédure de l'essai de dureté Vickers.

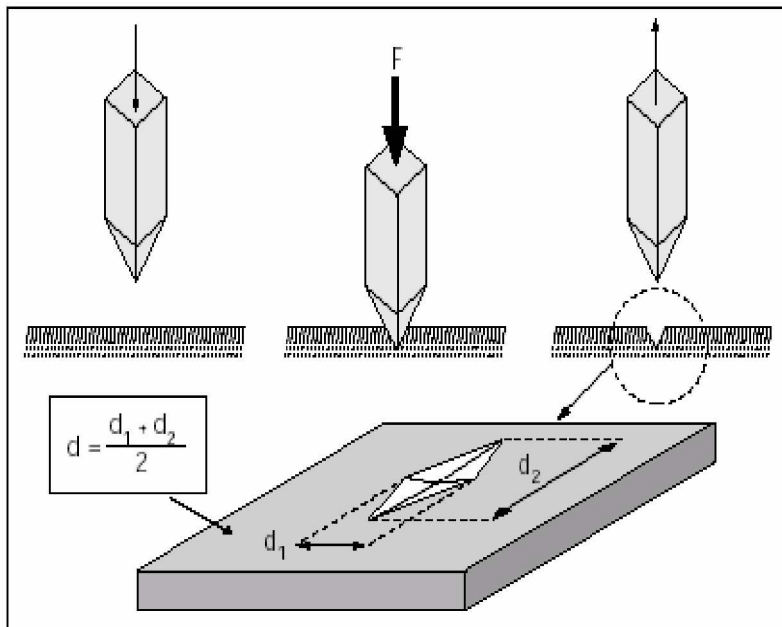


Figure IV-3. Représentation schématique de l'essai d'indentation Vickers.

3. Microdureté Vickers des alliages Al-Ti

3-1. Description du dispositif expérimental

Dans notre cas nous avons utilisé pour les mesures de microdureté un microduromètre Vickers semi-automatique de type HV1 de type ZVP avec un pénétrateur sous formes de pyramide carré en diamant La fig IV-4 est une photo du dispositif de mesure de dureté Vickers.



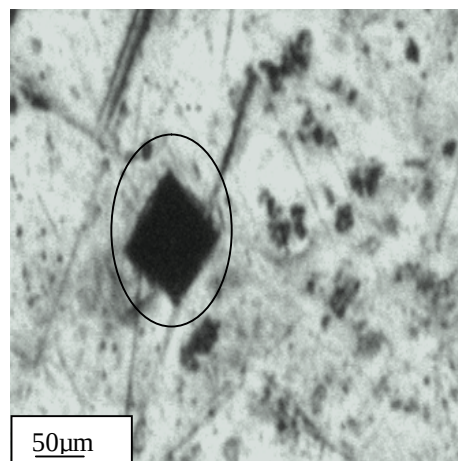
Figure IV-4. Microduromètre Vickers.

Ce microduromètre utilise toute une gamme de charges. Les échantillons destinés pour les mesures de microdureté sont préparés auparavant par polissage mécanique et attaque chimique par réactif. Les mesures consistent en trois tests, la durée d'application est de l'ordre 10 secondes sous une charge fixe de 200g ; ensuite la valeur moyenne représentera la valeur de microdureté Vickers du matériau testé.

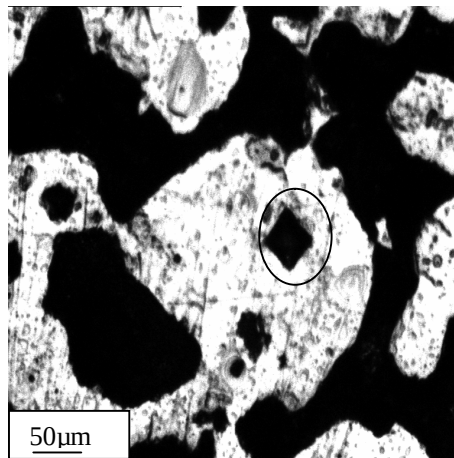
3-2. Mesures de microdureté des alliages Al-Ti

L'étude expérimentale des propriétés mécaniques des alliages binaires Al-Ti contribue à l'amélioration de leurs caractéristiques pour une large utilisation industrielle. Nous avons étudié la microdureté par indentation Vickers des alliages binaires Al-Ti élaborés par fusion HF.

Les mesures de microdureté ont été effectuées, avec une charge de 200 g, pour une application d'une durée de 10 secondes. La figure IV-5 montre l'empreinte laissée après retrait de l'indenteur.



(a)



(b)

Figure VI-5. Représente l'empreinte d'indentation Vickers dans les alliages Al-Ti élaborés par fusion HF.

(a) Al-80 m.% Ti brut.

(b) Al-60 m.% Ti brut.

Nous avons réalisé trois mesures et la valeur moyenne représentera la microdureté Vickers de l'alliage Al-Ti. La figure IV-6 montre l'évolution de la microdureté Vickers pour les différents alliages dans ses 2 états, brut et traités à 500 °C, a permis de déterminer les variations de celle-ci en fonction de la teneur en titane dans les alliages. On peut constater d'après les courbes expérimentales d'évolution de la microdureté obtenues que celle-ci augmente avec la composition en titane. L'addition de titane à l'aluminium renforce les propriétés mécaniques de celui-ci d'où l'utilisation des alliages binaires Al-Ti comme structures légères et solides dans différentes applications industrielles tels que l'aéronautique, l'automobile...

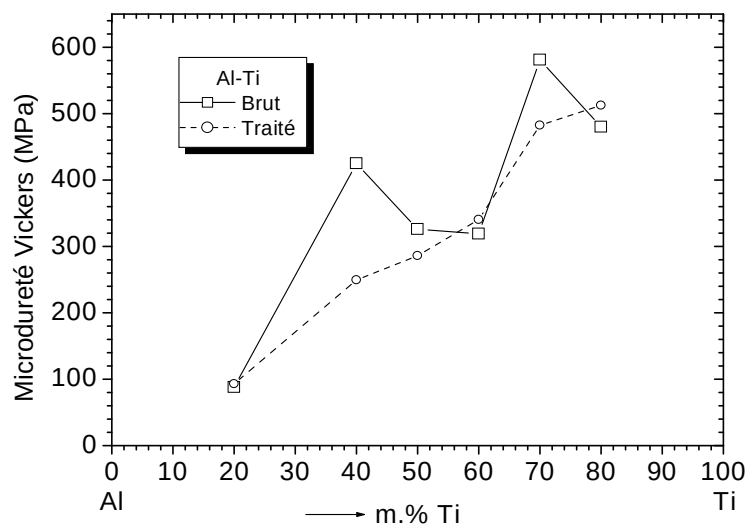


Figure IV-6. Microdureté Vickers des alliages Al-Ti.

L'alliage Al-20 m.% Ti a un microdureté de l'ordre de 100 MPa stable dans les 2 états d'étude. La microdureté augmente avec la teneur en titane où elle atteint la valeur de 500 MPa. A l'état traité, la microdureté croît linéairement avec la teneur en titane témoignant de l'homogénéisation des alliages par le traitement thermique. En appliquant la formule IV-5 avec un diamètre moyen d de l'ordre de 30 μm et 35 μm correspondants aux empreintes les deux alliages à l'état brut Al-80 m.% Ti et Al-60 m.% Ti (Fig. IV-5 a et b), on obtient respectivement les microduretés de 420 MPa et 309 MPa.

Dans le cas de l'alliage Al-40 m %Ti à l'état brut, on a obtenu la valeur de microdureté de l'ordre de 425 Vickers. Cet état de microdureté élevée est essentiellement dû à la présence de la phase intermétallique Al_3Ti réputée pour être une phase durcissante dans les alliages Al-Ti. Cette phase est prédominante dans cette composition avec la présence de la phase métastable Al_5Ti_3 qui a contribué à donner une grande valeur de dureté.

Dans les alliages Al-70 m.% Ti et Al-80 m.% Ti, la microdureté augmente avec la teneur de titane. Dans le cas de l'alliage Al-80 m %Ti brut, la microdureté est de l'ordre de 512,5 MPa.

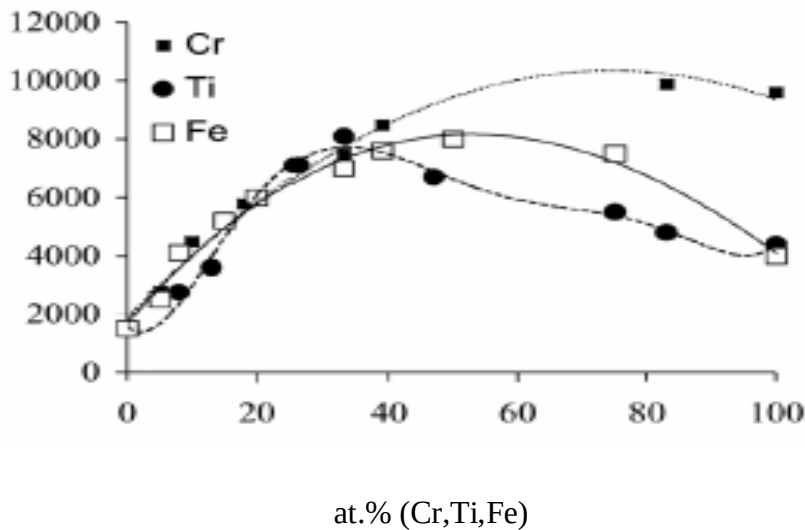


Figure IV-7 Microdureté Vickers des films minces Al-Cr, Al-Ti et Al-Fe.

La figure IV-7 montre l'évolution de la microdureté Vickers sous une charge de 1 g [74]. on observe que la microdureté dans les alliages à d'aluminium augmente avec l'élément d'addition atteignant une valeur maximum pour les compositions proches de la composition équiatomique.

4. Conclusion

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

Les mesures de microdureté ont été effectuées par un indenteur Vickers ont permis de déterminer les variations de celle-ci en fonction de la teneur en titane dans les alliages. On a observe que la microdureté augmente avec la composition en titane. L'addition de titane à l'aluminium renforce les propriétés mécaniques de l'aluminium par la présence de la phase intermétallique tétragonale $DO_{22} Al_3Ti$.

Conclusion générale

Le présent travail a porté sur l'étude des propriétés microstructurales du système d'alliages binaires Al-Ti. Un ensemble d'échantillons Al-X m.% Ti (X = 20, 40, 50, 60, 70,80) ont été élaborés par fusion HF à partir des poudres de l'aluminium et de titane de pureté de laboratoire. De nombreux résultats d'analyse de structure ont été obtenus par la diffraction des rayons X (DRX) et par la métallographie optique ainsi que des mesures de dureté par indentation Vickers ont permis de déterminer des caractéristiques microstructurales du système d'alliages binaires Al-Ti.

La recherche préliminaire de toutes les phases des composés intermétalliques Al_xTi_y dans les alliages binaires Al-Ti à partir du diagramme de phase et des fiches ASTM a permis d'identifier la microstructure et donner l'évolution microstructurale dans les alliages en fonction de la teneur en aluminium pour les deux états, brut et traité à 500 °C. Dans le coté riche en aluminium, les alliages Al(riche)-Ti, pour la gamme de compositions Al-20 à 60 m.% Ti, les phases intermétalliques, la phase tétragonale $DO_{22} Al_3Ti$ et la phase orthorhombique Al_2Ti apparaissent comme phases prédominantes dans ces alliages. On observe aussi la formation de phases métastables, la phase tétragonale Al_5Ti_3 et la phase Bcc β -Ti ainsi qu'une séparation de phases identifiée comme étant $Ti_3Al + Ti$. Dans le coté riche en titane, les alliages Al-Ti (riche), pour les compositions Al-70 m. % Ti et Al-80 m.% Ti, les phases les prédominantes sont la $DO_{19} Ti_3Al$ et la phase la tétragonale $AlTi$, on observe aussi des séparation des phases identifiées comme étant $Al + Ti + Ti_3Al$ et $Al + AlTi$. Il est à noter que les phases métastables disparaissent après traitements thermiques à 500 °C pour une heure et que la séparation de phases $Ti_3Al + Ti$ disparaît complètement et remplacée par $Al_3Ti + Al$.

Nous avons estimé les paramètres cristallins de l'aluminium solution solide dans les alliages Al-Ti coté riche en aluminium élaborés par fusion HF à partir des spectres de diffraction des rayons X. L'évolution du paramètre cristallin de maille a_{Al} de l'aluminium en fonction de la teneur en titane est décroissante du fait que le paramètre cristallin de maille a_{Al} du réseau cfc Al pur est nettement supérieur à ce lui a_{Ti} du réseau Hcp α -Ti pur. On observe une variation de forme presque linéaire et droite de l'évolution de a_{Al} dans les alliages Al-Ti sans changement remarquable entre les 2 états que ce soit brut ou traité. Ce-ci montre que les atomes du cfc aluminium de volume de maille sont substitués par des atomes du Hcp titane dont le volume de maille est inférieur.

La corrélation entre l'évolution microstructurale des alliages binaires Al-Ti à partir des spectres DRX et la morphologie de surface observée au microscope optique montre l'existence dans les alliages Al-20 m.% Ti et Al-40 m.% Ti bruts et traités de la phase intermétallique tétragonale $DO_{22} Al_3Ti$ avec des taux élevés. Les micrographies optiques des alliages Al-50 m.% Ti et Al -60 m.% Ti montrent que la

microstructure est duplex constituée de la phase intermétallique orthorhombique Al_2Ti qui est prédominante. Dans le cas de l'alliage Al -60 m.% Ti, on remarque l'apparition de la phase solution solide Hcp α -Ti avec un taux de présence élevé où la phase intermétallique Al_2Ti prédomine par rapport aux autres phases intermétalliques AlTi , Al_3Ti , et $\text{Al}_{23}\text{Ti}_9$. D'autre part, dans l'alliage Al-70 m.%Ti, dans l'état brut la microstructure de type presque gamma, on observe l'apparition des phases intermétallique Al_2Ti , AlTi et α -Ti. On remarque l'apparition de la phase intermétallique Ti_3Al sous forme des taches noires presque sphériques correspondant donc à des grains homogènes. Dans le cas de l'alliage Al-80 m.% Ti, la présence solution solide α -Ti et la phase intermétallique Ti_3Al sous forme de grains sphériques et des grains plus fins de paroi antiphase de la phase Ti_3Al dans la matrice. Ce-ci est dû à la présence de l'ordre à longue distance dû à la température élevée d'élaboration de cet alliage.

La microdureté Vickers des alliages Al-Ti élaborés par fusion HF dans ses 2 états, brut et traité à 500 °C montre que l'alliage Al-20 m.% Ti a un microdureté de l'ordre de 100 MPa stable. L'évolution de la microdureté montre que celle-ci augmente avec la teneur en titane où elle atteint la valeur approximative de 500 MPa. A l'état traité, la microdureté croît linéairement avec la teneur en titane témoignant de l'homogénéisation des alliages par le traitement thermique.

Références
Bibliographiques

- [1] J. Barralis, G.maeder, Précis de métallurgie, Elaboration, structure et propriétés et normalisation, NATHAN (1983).
- [2] M. Draissia, M.Y. Debili, European Central Journal of Physics, 3 (3) (2005), p. 395.
- [3] Handbook ASM International, Alloy Phase Diagrams, Volume 3 (1992), p. 291.
- [4] Damien FABREGUE. Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000 .Thèse de doctorat -2004.
- [5] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Aluminium>
- [6] Van horn, Aluminium, ASTM (1971).
- [7] <http://www.matthey.ch/index.php?id=alu>
- [8] Jonathan IDRAC. Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse (2005)
- [9] Jonathan IDRAC .Thèse de doctorat Toulouse France (2005)
- [10] <http://ptaaff.ca/titane>
- [11] T. W. Duerig, G. T. Trine, J. C. Williams, titanium 80 science and technology. V. 2 (1980), p 1299.
- [12] ICDD 1997 carte N° 44-1288.
- [13] L. Séraphin. Réponse des alliages des titane aux traitement thermiques .Rey. Métallurgique, 62, n° 4, (1965), p. 291.
- [14] W.G. Burgers, Metallwirtschaft 13 (1993) p. 785.
- [15] <http://fr.wikipedia.org/wiki/Titane>
- [16] J.C. Williams, B.S. Hickman et D.H. Leslie, Metall. Trans. 2, (1971), p. 477
- [17] Gwénaél Texier. Elaborations et caractérisations micro et nanostructurales d'alliages à base de titane à destination biomédicale. thèse de doctorat 2005
- [18] Y. Murakami, Phase transformation and heat treatment, 4th International Conférence on Titanium, (1980), p. 154
- [19] S. Bein, thèse de doctorat du CNAM Paris, (1996)
- [20] Y.Murakami, titanium.80 science and technology (1980), V.1, p.153
- [21] A. Henry, thèse de doctorat onera, France (1993)
- [22] M. H. Campagnac, thèse de doctorat onera, rennes France (2001).
- [23] B. S. Hickman, J. Inst. Met., 96, (1968), p. 330 et D. De Fontaine, N.E. Paton, J.C. Williams, Acta. Met.19 (1971), p. 1153.
- [24] D De Fontaine, N.E. Paton, J.C. Williams, Acta. Met., (1971), 19, p.1153
- [25] Chang, A .L.J, SASS, S.L and KARAKOW, W: Acta metall 24.29. (1976).
- [26] Loiseau A., Lasalmonie A., Acta Cryst., B39 1983, pp. 580.
- [27] <http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/struk/c32.html>
- [28] S.E. Romankov, B.N. Mukashev, E.L. Ermakov, D.N. Muhamedshina, Surf. Coat. Technol. 180-181 (2004) 280-285
- [29] R. Miida, Jpn. J. Appl. Phys. 25 (1986) 1815
- [30] K. Hayashi, T. Nakano, Y. Umakosh Intermetallics 10 (2002).
- [31] Miyazaki, T., Takagishi, S., Mori, H. and Kozakai, T., Nippon Kinzoku Gakkai Shi, 1979, 43, 826.

- [32] Pearson WB. A handbook of lattice spacing and structure of metals and alloys. Oxford: Pergamon; 1987. pp.102.
- [33] A. Loiseau Thèse d'état, Université P. et M. Curie, (Paris 1985)
- [34] M.J. Blackburn, M.P. Smith titanium alloys of TiAl. U.S. Patent N°4, 294, 1981, 615
- [35] Murray J. L., Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys, ASM Int. Metal Park, Ohio (USA), 1987.
- [36] Stein F, Zhang LC, Sautho. G, Palm M. Acta Mater 2001; 49:2919.
- [37] R. Kainuma, M.G. Palm, Intermetallics, 2 (1994), p. 321.
- [38] S. Djanarthany a, J.-C. Viala b, J. Bouix b article
- [39] Y.W. Kim, D.M. Dimiduk Journal of Metals, vol 43 (8), 1991, 40-47
- [40] S.C. Huang, D.W. Mc Kee, D.S. Shih, J.C. Chesnutt proceeding of international symposium on intermetallics compound, structure and mechanical properties. O. Izumi, the Japan Inst. of Metals, 1991, 363
- [41] D.S. Shih, S.C. Huang, G.K. Scarr, H. Jang, J.C. Chesnutt Microstructure/property relationship in titanium aluminides and alloys eds Y.W. Kim et R.R. Boyer, TMS Soc., 1991, 135.
- [42] Denquin, thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 1994.
- [43] G. Sattonnay, C. Dimitrov, O. Dimitrov Atomic mobility and point defects in gamma titanium aluminides .Structural Intermetallics, ed. M.V. Nathal, R. Darolia, C.T. Liu, P.L. Martin, The Minerals, Metals & Materials Society, 1997, 205.
- [44] H. Nakajima, W. Sprengel, K. Nonaka Diffusion in intermetallic compounds Intermetallics 4 (1996), pp. 17-28.
- [45] Y. Mishin, C. Herzig Diffusion in the Ti-Al system. Acta Mater, 48, 2000, 589-623.
- [46] Revue de recherche.270 / novembre 1994.vol 25 ; p1145-1151.
- [47] Braun J, Ellner M. Metall Mater Trans 2001; A32:1037.
- [48] Massalski TB, Muraleedhar and K. In: Ciach R, editor. Advanced light alloys and composites. Dordrecht: Kluwer Academic, 1998. p. 1.
- [49] Hellwig A, Palm M, Inden G. Intermetallics 1998; 6:79.
- [50] Perepezko JH, Mishurda JC. In: Froes FH, Caplan I, editors. Titanium 92, science and technology. TMS, 1993. p. 563.
- [51] E. Flint, Principes de cristallographie, édition MIR, Moscou (1968).
- [52] C. Kittel, introduction à la physique de l'état solide, Dunod 1972.
- [53] ICDD 1997 carte N° 04-0787
- [54] ICDD 1997 carte N° 05-0678
- [55] ICDD 1997 carte N° 14-0451
- [56] ICDD 1997 carte N° 42-1136
- [57] ICDD 1997 carte N° 37-1449
- [58] ICDD 1997 carte N° 42-1134
- [59] ICDD 1997 carte N° 42-0810

- [60] ICDD 1997 carte N° 42-1135
- [61] ICDD 1997 carte N° 18-0069
- [62] S. Malinov, W. Sha, and C. S. Voon, "In-situ high temperature microscopy study of the surface oxidation and phase transformations in titanium alloys., vol. 207, pp. 163- 168, 2002.
- [63] J. C. Williams, "Phase transformations in titanium alloys," in Titanium and titanium alloys, vol. 2, J. C. Williams, Ed.: plenum press, 1982, pp. 1477.
- [64] ICDD 1997 carte N° 05-0682
- [65] ICDD 1997 carte N° 44-1288
- [66] T. Novoselova, S. Celotto, R. Morgan, P. Fox, W. O'Neil, Journal of Alloys and compounds 436 (2007), p. 69.
- [67] H. Mabuchi, T. Asai, Y. Nakayama, Scripta Materialia 23 (1989), p. 685.
- [68] M. Palm, L.C. Zhang, F. Stein, G. Sauthoff, Intermetallics 10 (2002), p. 523.
- [69] K. Kaltenbach, S. Gama, D.G. Pinatti, K. Schulze, Z Metallkde 80 (1989), p. 511.
- [70] A and W. Hume-Rothery Proc. Roy. Soc.A. Vol. 193, (1948), p. 1.
- [71] B.D. Cullity, X-ray diffraction (2002), p. 102.
- [72] A. Guinier, théorie et technique de la radiocristallographie, 3^{ème} Ed. Dunod (1964), p. 461.
- [73]
- [74] F. Sanchette, A. Billard, Surface and Coatings Technology 142-144 (2001), p. 218.
- [75] B.E. Warren.X-ray diffraction.addison-westley.Massacussets (1969) 211
- [76] V. Fournée et al., Phil. Mag. B 79(2) (1999), p. 205.
- [77] M. Draissia, thèse de doctorat en sciences, université Badji-Mokhar à annaba (Algérie).
- [78] M. Draissia, M.Y. Debili, N. Boukhris, M. Zadam, S. Lallouche, proceedings of the international Copper'06, Wiley-VCH (2006), p. 65.