



N° : D05P2024M

République Algérienne Démocratique et Populaire ministère de
l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université 20 août 1955-Skikda

Faculté des Sciences

Département de Physique

Mémoire de Master

Filière : Physique

Spécialité : Physique des Matériaux

Thème

**Élaboration et Caractérisation microstructurale des
alliages légers élaborée par frittage**

Présenté par :

Chiraz HALLACI

Soutenu le : 30/06/2024 devant le jury composé de :

K. khounfais	PR	Université de Skikda	Président
S. Boukhessaim	MCA	Université de Skikda	Rapporteur
N. Sassane	MCB	URMM/CRTI à Annaba	Co-Rapporteur
A. Fekrache	MCA	Université de Skikda	Examineur

Année Universitaire : 2023/2024

Remerciements

Avant tout je voudrai remercier mon Dieu qui m'a permis d'arriver là où je suis en menant à terme ce modeste travail, et remercier mes parents pour leurs sacrifices, durant toute ma scolarité.

*Mes profondes gratitude et mes vifs remerciements à mon encadreur Monsieur **Salim BOULKHESSAIM** qui m'a aidé à effectuer ce travail de mémoire.*

*Mes sincères remerciements vont à Docteur **Nacira SASSANE**. D'avoir accepté examiner ce travail*

*Je remercie infiniment le doctorant **Mohamed Ali BOUTABBA** pour tous ces efforts, il a été très fructueuse dans l'avancement de ce travail.*

*Nos remerciements vont aussi à chef département **Kawthar Dhif** et tous les enseignants du département de physique pour tous les efforts accomplis envers les étudiants.*

*Je tiens à remercier également les membres de jury :
Monsieur <<président>>, d'avoir accepté de présider le jury de ma mémoire.
A. FEKRACHE <<examinatrices>> pour avoir acceptée d'être parmi les membres de jury de ma mémoire.*

*Je remercie aussi tous ceux qui m'ont aidé pendant la période de stage dans unité de **URMM/CRTI** Université de Badji Moukhtar –Annaba monsieur **Mohamed LEMOUCHI**, madame **Sihem LAAMARI** ingénieur au département de métallurgie université d'Annaba.*

Enfin, cet avant-propos serait incomplet sans des remerciements affectueux pour ma famille, pour leur appui, leur patience et leur grande compréhension.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail qu'est fruit d'un long chemin d'étude et recherche :

- ✚ A mes chers parents, mon père **SAAD** et ma mère **LAOUACHERIA FATMA** qu'ont été soutient durant toutes les années des études.*
- ✚ A mes chers frères : **Abd Eldjalil, Rabah Abdallah, Salah Eddine***
- ✚ A mes très chères sœurs : **Rimeh, Moufida, Lamia, Sabrina, Nihed, Isra***
- ✚ A mes neveux et nièces*
- ✚ A mon mari **MOUNA MEHDI** et mes beaux-parents **ABDELAZIZ** et **CHAHER ASSIA** et mon beau-frère **Amine**.*
- ✚ Et à toute la famille **♥HALLACI ♥** et ma deuxième famille **♥MOUNA ♥**.*

Résumé

Ce travail de mémoire est basé sur l'étude de l'impact de l'addition de cobalt et du chrome à l'aluminium pur (99,999%) sur le comportement microstructural, mécanique et électrochimique. Nous avons choisi deux alliages du système (Al, Cr, Co) : Al 40% Cr 10% Co et (Al, Co, Cr) : Al 40% Co 10% Cr, avec une masse totale d'échantillons de 5 g. La poudre mélangée (Al-Cr-Co) et (Al-Co-Cr) a été compactée à froid sous une charge uniaxiale de 3 MPa pour produire un produit relativement dense (60%). Ces alliages sont créés par frittage.

Pour y parvenir, nous avons utilisé la diffraction des rayons X, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) et des essais électrochimiques dans un milieu salin à 3,5 % de chlorure de sodium pour caractériser ces alliages.

Les résultats de nos essais montrent que la méthode d'élaboration par frittage peut former plusieurs phases intermétalliques comme $Al_{13}Co_4$, Al_9Co_2Cr , Al_3Cr , etc.

De plus, la micro-dureté des deux alliages étudiés a été augmentée grâce à un traitement thermique à 500°C. Nous avons observé la formation d'un film passif après avoir immergé les deux alliages traités thermiquement dans une solution de 3,5 % de chlorure de sodium.

Mots clés : Alliages du système (Al, Cr, Co) et (Al, Co, Cr), frittage, traitement thermique, DRX, MEB, corrosion.

Abstract

This thesis work is based on the study of the impact of the addition of cobalt and chromium to pure aluminum (99.999%) on the microstructural, mechanical and electrochemical behavior. We chose two alloys of the system (Al, Cr, Co): Al 40% Cr 10% CO and (Al, Co, Cr): Al 40% Co 10% Cr, with a total sample mass of 5 g. The mixed powder (Al-Cr-Co) and (Al-Co-Cr) was cold-compacted under a uniaxial load of 3 MPa to produce a relatively dense product (60%). These alloys are created by sintering.

To achieve this, we used X-ray diffraction, light microscopy, scanning electron microscopy (SEM) and electrochemical tests in a 3.5% sodium chloride saline medium to characterize these alloys. The results of our tests show that the sintering elaboration method can form several intermetallic phases such as $Al_{13}Co_4$, Al_9Co_2Cr , Al_3Cr , etc. In addition, the micro-hardness of the two alloys studied was increased through heat treatment at 500°C. We observed the formation of a passive film after immersing the two heat-treated alloys in a 3.5% sodium chloride solution.

Keywords: System alloys (Al, Cr, Co) and (Al, Co, Cr), sintering, heat treatment, XRD, SEM, corrosion.

ملخص:

يعتمد عمل الأطروحة هذا على دراسة تأثير إضافة الكوبالت والكروم إلى الألمنيوم النقي (99.999%) على السلوك الهيكلي المجهرى والميكانيكي والكهروكيميائي. اخترنا سبيكة من النظام (Al)، (Al وCo): Al 40% Cr 10% Co، بكتلة عينة إجمالية تبلغ 5 جم. تم ضغط المسحوق المختلط (Al-Cr-Co) و (Al-Co-Cr) على الباراد تحت حمل أحادي المحور يبلغ 3 ميغا باسكال لإنتاج منتج كثيف نسبيا (60%). يتم إنشاء هذه السبائك عن طريق التلييد. لتحقيق ذلك، استخدمنا حيود الأشعة السينية، والفحص المجهرى الضوئي، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) والاختبارات الكهروكيميائية في وسط ملحي كلوريد الصوديوم بنسبة 3.5% لتوصيف هذه السبائك. تظهر نتائج اختباراتنا أن طريقة إعداد التلييد يمكن أن تشكل عدة مراحل بين المعادن مثل $Al_{13}Co_4$ و Al_3Cr و Al_9Co_2Cr وما إلى ذلك. بالإضافة إلى ذلك، تم زيادة الصلابة الدقيقة للسبيكة المدروسة من خلال المعالجة الحرارية عند 500 درجة مئوية. لاحظنا تكوين فيلم سلبي بعد غمر السبيكتين المعالجتين حراريا في محلول كلوريد الصوديوم بنسبة 3.5%.

الكلمات الدالة: سبائك النظام (Al)، (Al وCo)، (Cr)، (Cr)، التلييد، المعالجة الحرارية، XRD، SEM، التآكل.

SOMMAIRE

Introduction Générale. -----	1
<i>Chapitre I : Recherche bibliographique.</i> -----	5
Introduction -----	5
I.1. L'aluminium et ses alliages -----	5
I-1.1. Généralités sur l'aluminium pur-----	5
I-1.2. Caractéristiques de l'aluminium-----	6
1-Légèreté-----	6
2-Conductivité électrique et thermique-----	7
3-Tenue à la corrosion-----	7
4-Aptitude aux traitements de surface-----	7
5-Recyclage-----	7
I-1.3. Les alliages d'aluminium-----	7
I-1.3.1. Désignation des différents alliages d'aluminium-----	8
I-1.3.2. Classification des alliages d'aluminium-----	9
I-1.3.2.1. Catégories des alliages d'aluminium-----	9
I-1.3.2.2. Distinction des caractéristiques des alliages d'aluminium-----	10
I-1.3.2.3. Autres caractéristiques des alliages d'aluminium-----	10
I-1.4. Corrosion de l'aluminium-----	11
I-1.4.1. Définition de la corrosion-----	11
I-1.4.2. Importance de la corrosion-----	11
I-1.4.3. Types de corrosion sur l'aluminium-----	11
1) Corrosion uniforme-----	12
2) Corrosion par piqûres-----	12
I.2. Le cobalt et ses alliages-----	13
I.2.1. Généralités sur le cobalt-----	13
I-2.2. Caractéristiques de cobalt-----	14
I.2.3. Les alliages de cobalt-----	15
I.2.3.1. Quelques caractéristiques des alliages de cobalt-----	16
I.3. Notions de solidification-----	16

SOMMAIRE

I.3.1. Définitions-----	17
I.3.1.1. Une phase -----	17
I.3.1.2. Solutions solides-----	17
I.3.1.2.1. Solutions solides de substitution et d'insertion-----	17
I.3.1.2.1.1. Solutions solides d'insertion-----	17
I.3.1.2.1.2. Solutions solides de substitution-----	18
I.3.1.2.1.3. Solutions solides primaires-----	18
I.3.1.2.1.3. Solutions solides intermédiaires-----	18
I.3.1.2.1.4. Solutions solides ordonnées et désordonnées-----	18
I.3.1.3. Les alliages-----	19
I.3.1.3.1. Définition d'un alliage-----	19
I.3.1.3.2. Alliage hétérogène-----	19
I.4. Propriétés structurales et cristallographiques des systèmes (Al, Co), (Al, Cr), (Co, Cr), et (Al, Co, Cr) -----	20
I.4.1. Système (Al, Co) -----	20
I.4.1.1. Diagramme de phases Al-Co et données cristallines du système (Al, Cr) ----	20
I.4.2. Système (Al, Cr) -----	21
I.4.2.2. Diagramme de phases Al-Cr et données cristallines du système (Al, Cr) ----	21
I.4.3. Système (Co, Cr) -----	23
I.4.3.1. Diagramme de phases Co-Cr et données cristallines du système (Co, Cr) --	23
Références de Chapitre I -----	29
<i>Chapitre II. Méthodes d'élaboration et techniques expérimentales</i> -----	34
Introduction -----	34
II.1. Techniques d'élaboration des matériaux -----	34
II.1.1. Préparation et traitement des poudres-----	34
II.1.1.1. Pesée des poudres -----	34
□ Échantillon A1-----	34
□ Échantillon A2-----	35

SOMMAIRE

II.1.1.2. Compactage des poudres	36
II.2. Élaboration par frittage	37
II.2.1. Définition	37
II.2.2. Principe du frittage	37
II.2.3. Les étapes principales	38
1- La première étape	38
2- La deuxième étape	38
3- La troisième étape	38
• frittage en phase liquide	39
• frittage en phase solide	39
II.2.2. Frittage des métaux	39
II.2.2.1. Propriétés des métaux frittés	39
II.2.3. Four de frittage	41
II.3. Méthodes des caractérisations	42
II.3.1. Diffraction des rayons X (DRX)	42
II.3.1.1. Principe	42
II.3.1.2. Appareillage et mesure	44
II.3.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	45
II.3.2.1. Principe	45
II.3.2.2. Caractéristiques techniques du MEB	46
II.3.3. Polissage mécanique	47
II.3.4. Attaque chimique	48
II.3.5. Microscopie Optique (MO)	48
II.3.6. Essai de micro-dureté	49
II.3.7. Essai de corrosion	51
II.3.7.1. Appareillage et procédures	51
II.3.7.2. Condition de travail	51
II.3.7.3. Courbes de polarisation	52
II.3.7.3.1. Électrolyte	52

SOMMAIRE

II.3.7.3.1. Détermination de la densité de courant de corrosion-----	54
□ Différents types de courbes de polarisation-----	54
Références de Chapitre II -----	55
<i>Chapitre III Résultats et Discussion.</i> -----	53
III.1. Discussion des résultats de diffractions des rayons X .-----	53
III.1.1. Diffractions des rayons X l'alliage Al-40Co-10Cr. -----	53
III.1.2. Diffractions des rayons X l'alliage Al-40Cr-10Co. -----	54
III.2. Observations optiques. -----	56
III.2.1. Résultats des observations optiques. -----	56
III.2.1.1. L'alliage Al-40Co-10Cr. -----	56
III.2.1.2 L'alliage Al-40Cr-10Co. -----	57
III.3. Microscopie électronique à balayage (MEB). -----	58
III.3.1. L'alliage Al-40Co-10Cr. -----	58
III.3.2. L'alliage Al-40Cr-10Co. -----	60
III.4. Mesures de dureté. -----	61
Introduction. -----	61
III.4.1. Mesures de microdureté des alliages ternaires Al-Co-Cr. -----	61
Références bibliographiques du chapitre III. -----	63
Conclusion générale. -----	64

Liste des figures

Figure I.1. Aluminium métal -----	4
Figure I.2. Cobalt métal-----	11
Figure I.3. Les propriétés physiques et chimiques de cobalt -----	12
Figure.I.4. a) structure hexagonale compactage, b) cubique à face centrée. -----	12
Figure I.5. Formes allotropiques du cobalt pur.[4] -----	13
Figure I.6. Solution solide d'insertion. -----	15
Figure I.7. Solution solide de substitution. -----	15
Figure I.8. Représentation des solutions solides : -----	16
(a) désordonné (b) ordonné. -----	16
Figure I.9. Représentation des précipités. -----	17
Figure. I.11. Diagramme d'équilibre binaire aluminium-chrome. -----	20
Figure I.12. Diagramme d'équilibre binaire cobalt- chrome.[8] -----	22
Figure I.13. Section isotherme de la région riche en Al d'Al-Co-Cr à 700 °C. à l'état est liquide. Les lignes provisoires sont indiquées comme brisées. Les compositions mesurées des phases sont marquées par des carrés ouverts, et des alliages par des carrés fermés. -----	24
Figure I.14. Sections isothermes de la région riche en Al d'Al-Co-Cr à 1000 °C. L est le liquide. Les lignes provisoires sont indiquées comme brisées. Les compositions mesurées des phases sont marquées par des carrés ouverts, et des alliages par des carrés fermés. -----	25
Figure I.15. Coupe isotherme de la région d'Al-Co-Cr à 1000 °C. Des lignes provisoires sont montrées brisées. Les compositions mesurées des phases sont marquées par des carrés ouverts, et des alliages par des carrés fermés. Les équilibres de phase à 1000 °C sont indiqués par comparaison de lignes bleues. -----	25
Figure II.1. Balance électronique (KERNEW/EG-N). -----	29

Figure II.2. Les étapes de compactage. -----	30
Figure II.3. Prise photo de la presse de compactage. -----	30
Figure II.4. Prise photo de la pastille compactée et les éléments du dispositif de compactage. - -----	31
Figure II.5. Liaisons entre les grains de poudre par diffusion. -----	32
Figure II.6. Prise photo du four de frittage. -----	36
Figure II.7. Principe de la diffraction-X. [5]. -----	37
Figure II.8. Diffractomètre à rayons X Rigaku D-MaxB. -----	38
Figure II.9. Poire d'interaction électrons primaires / échantillon. -----	40
Figure II.10. Prise photo de poire d'interaction électrons primaires / échantillon. -----	40
Figure II-11 : Microscope électronique à balayage (MEB) FEI Quanta 250. -----	41
Figure II .12. Prise photo d'une polisseuse mécanique. -----	42
Figure II.13. Microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 WD. -----	43
Figure II.14. Principe de l'essai Vickers. -----	44
Figure II.15. Le microduromètre utilisé pour nos essais type INNOVATEST. -----	44
Figure II.16. Photographie du potentiostat/galvanostat piloté par ordinateur. -----	45
Figure.II.17. Photographie de la cellule à trois électrodes. -----	47
Figure.II.18. Courbe courant -tension donnant les droites de Tafel. -----	48
Figure.II.19. Principaux types de courbes de polarisation.[13]. -----	49
Figure III.1. Diagramme DRX de l'alliage Al-40Co-10Cr. -----	53
Figure III.2. Diagramme DRX de l'alliage Al-40 Cr10-Co. -----	54
Figure III.3. Microscopie optique de l'alliage Al-40Co-10Cr. -----	56

Figure III.4. Microscopie optique de l'alliage Al-40Cr-10Co. -----	57
Figure III.5. Micrographie par MEB de l'alliage Al-40Co-10Cr. -----	58
Figure III.6. Micrographie par MEB de l'alliage Al-40Cr-10Co. -----	59
Figure III.7. Empreinte d'indentation Rockwell dans l'alliage Al-40Co-10Cr. -----	60
Figure III.8. Empreinte d'indentation Rockwell dans l'alliage Al-40Cr-10Co. -----	61
Figure III.9. Microdureté HV des alliages Al-Co-Cr en fonction de la teneur de Co. -----	61

Liste des tableaux

Tableau I.1. Désignation des principales	7
Tableau I.2. Paramètres de maille pour les deux structures cristallographiques du Cobalt [HAB79].	13
Tableau.I.3. Données cristallographiques des phases solides du système Al-Co.....	19
Tableau I.4. La structure cristalline et les paramètres cristallins des phases intermétalliques du système Al-Cr.[1] -	20
Tableau II.1. Composition chimique de l'alliage étudié Al-Cr-Co (% en poids et en % atomique).	29
Tableau II.2. on chimique de l'alliage étudié Al-Co-Cr (% en poids et en % atomique). ----	29
Tableau II.3. Conditions d'acquisition du diffractogramme des rayons X.....	38

Liste des abréviations

Al = Aluminium

Co = Cobalt

Cr = Chrome

M = Métal

d- QC = Phase Quasi cristalline sous forme décagonale

β, B2 = Phase ordonnée AlCo.

O, 6 = Notation de la phase orthorhombique Al₁₃Co₄.

m = Notation de la phase monoclinique Al₁₃Co₄.

λ = Notation de la phase Al₁₃Co₄.

CC = Réseau cristallin cubique centré.

CFC = Réseau cristallin cubique à face centré

HC = Réseau cristallin hexagonal compacte.

I = Phase Icosaédrique.

m % = Teneur massique en %.

At % = Teneur atomique en %.

MEB = Microscope Électronique à Balayage.

DRX = Diffraction des rayons X.

V = Volt.

mV = Milli volt.

R_p = La résistance de polarisation.

E_c = Le potentiel de corrosion.

C = Condensateur

C_f = Capacité de la double couche ou capacité du film.

EIS = Spectroscopie d'impédance électrochimique

NaCl = Chlorure de sodium

Ω = Ohm.

Log = Logarithme décimal

E_0 = Potentiel libre ou d'équilibre ou à l'abandon.

E_c = Potentiel de corrosion.

I_c, i_{corr} = Densité du courant de corrosion.

V_c = Vitesse de corrosion.

R_e = Résistance de la solution.

R_t = Résistance de transfert de charge

Introduction

Générale

Introduction Générale

Introduction Générale

Les alliages intermétalliques sont nécessaires pour de nombreuses applications technologiques. La stœchiométrie et les structures cristallines des alliages intermétalliques peuvent être modifiées relativement facilement pour créer de nouveaux matériaux. Les alliages à base d'aluminium, notamment les alliages Al-Cr-Co et Al-Co-Cr, présentent un intérêt croissant dans le domaine des applications à haute température en raison de leur excellente résistance à l'oxydation, à la corrosion et à la fatigue à haute température. Ces alliages possèdent une combinaison unique de propriétés mécaniques et chimiques, les rendant aptes à des applications exigeantes dans l'aérospatiale, l'automobile, la production d'énergie et l'industrie chimique.

L'élaboration de ces alliages par frittage offre plusieurs avantages. En effet, cette technique permet de produire des pièces de formes complexes à faible coût, tout en minimisant la consommation énergétique et l'émission de polluants. De plus, le frittage offre une grande flexibilité en termes de composition chimique et de microstructure, permettant ainsi d'optimiser les propriétés finales de l'alliage.

Le présent travail porte sur l'élaboration et la caractérisation microstructurale de deux alliages légers à base de cobalt : Al-40Cr-10Co et Al-40Co-10Cr. Ces alliages ont été élaborés par frittage à partir de poudres de cobalt, d'aluminium et de chrome. L'influence de la composition chimique sur la microstructure et les propriétés mécaniques de ces alliages a été étudiée en détail.

La caractérisation microstructurale a été réalisée à l'aide de techniques avancées telles que la microscopie électronique à balayage (MEB) couplée à la spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie (EDX). Ces techniques permettent de visualiser la morphologie des grains, la distribution des phases et la composition chimique de l'alliage.

L'étude des phénomènes de recristallisation dynamique (DRX) a été abordée dans ce travail, car elle joue un rôle crucial dans le développement des propriétés mécaniques des alliages. La DRX est un processus de recristallisation qui se produit lors de la déformation plastique à haute température. Elle conduit à la formation de nouveaux grains fins et à une amélioration de la dureté et de la résistance mécanique de l'alliage.

Introduction Générale

L'influence des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages a également été étudiée. Les traitements thermiques permettent de modifier la taille des grains, la distribution des phases et les contraintes résiduelles dans l'alliage, et ainsi d'optimiser les propriétés recherchées.

La résistance à la corrosion de ces alliages a été évaluée par des essais de corrosion électrochimique, l'objectif de ces essais est de déterminer la résistance des alliages à la corrosion dans différents milieux agressifs, tels que les solutions salines ou acides. L'ensemble de ces analyses permettra de mieux comprendre l'influence des différents paramètres de fabrication et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-40Cr-10Co et Al-40Co-10Cr. Ces résultats auront des implications directes sur la conception et l'optimisation de ces alliages pour des applications à haute température.

Ce manuscrit est réparti en Trois chapitres, en plus d'une introduction générale et d'une conclusion

Le premier chapitre représente une recherche bibliographique dans laquelle nous avons rassemblé des propriétés caractéristiques d'aluminium-chrome-cobalt et aluminium-cobalt-chrome, et des alliages (Al, Cr) (Al, Co) (Co, Cr) (Al, Co, Cr) et les phases cristallines, qui se forment entre Les alliages.

Le deuxième chapitre présente les techniques expérimentales utilisées ainsi que les conditions expérimentales adoptées. Un accent tout particulier sera mis sur la méthode d'élaboration des alliages Al-Cr-Co et Al-Co-Cr par frittage.

Enfin, le troisième chapitre présente l'influence des traitements thermomécaniques sur les caractéristiques structurales, mécaniques et chimiques des alliages Al-Cr-Co et Al-Co-Cr les résultats des techniques de caractérisation comme Diffraction des rayons x et microscope optique, microscopie à balayage, la corrosion et la microdureté.

Chapitre I :

Recherche bibliographique

Chapitre I : Recherche bibliographique

Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons une recherche bibliographique permettant d'exposer les connaissances sur les différents points relatifs à ce travail. Une première partie de ce chapitre traite l'aluminium, à son état pur et ses alliages, le cobalt, et ses alliages, et finalement le chrome.

I.1. L'aluminium et ses alliages

I-1.1. Généralités sur l'aluminium pur

L'aluminium est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev, dont le numéro atomique est 13, la masse atomique est de 27 et la température de fusion est de 660°C. A l'équilibre, l'aluminium cristallise sous une structure cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille de l'ordre de 0,404 nm. Sa masse volumique est 2,7 g/cm³, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de $23 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$, son module de Young est de 66 GPa. L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques très réduites et insuffisantes pour son utilisation dans le secteur industriel et structural. Ce métal est léger, ductile et il résiste, considérablement, à la corrosion. Il présente aussi une excellente conductivité thermique et électrique.

L'aluminium industriel contient généralement 0,5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al >99,99%). Ces impuretés ont de différents effets sur les propriétés électriques et mécaniques. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'additions tels que le Cr, Mg, Si, Mn, Zn, Cu.

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche d'oxyde Al₂O₃ (alumine), épaisse et adhérente, qui protège le métal, en revanche, ce film d'alumine n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique alors que les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation, en effet, il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse d'Al₂O₃ mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a également un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants

spéciaux avant le colmatage.[1]



FigureI.1. Aluminium métal

I-1.2. Caractéristiques de l'aluminium

1-Légèreté

L'aluminium est un métal très léger et mou à l'état pur. Les alliages à base d'aluminium présentent des caractéristiques mécaniques très élevées. Comme matériaux légers de structure, ils sont largement utilisés dans les applications aéronautiques et spatiales, dans l'industrie automobile, l'agriculture et les besoins domestiques grandissants. Bien qu'en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2% de celles des aciers, l'aluminium et les alliages qui en dérivent arrivent en seconde position après les matériaux métalliques. L'expérience a montré que l'allégement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable.[1]

2-Conductivité électrique et thermique

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus dans les lignes à haute tension. A

l'instar du cuivre, l'aluminium, en plus d'une bonne conductivité électrique procure également un fort pouvoir caloporteur ce qui explique par exemple sa présence dans les dispositifs de refroidissements.[1]

3-Tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, industriel. Cette bonne tenue à la corrosion alliée à sa faible densité a permis à l'aluminium et ses alliages un développement des applications technologiques industrielles et courantes.[1]

4-Aptitude aux traitements de surface

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

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

5-Recyclage

L'aluminium est un des matériaux dont le recyclage est le plus économique et énergétique. La production d'aluminium par électrolyse consomme beaucoup d'énergie. L'aluminium est seulement 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai.[1]

I-1.3. Les alliages d'aluminium

L'aluminium pur possède malheureusement des caractéristiques mécaniques assez faibles en comparaison avec les aciers, afin d'améliorer ces propriétés, des éléments métalliques ont été ajoutés au cours du traitement thermique, tels que, Mg, Mn, Cu, Si, Ni, Ti, Cr et Zn.

Ces additifs appelés aussi les éléments d'alliages, permettent d'assurer une très bonne résistance

mécanique, tout en conservant sa légèreté et son aptitude à la déformation.[1]

Le choix de ces matériaux dépend de leurs disponibilités, leurs coûts, leurs aptitudes à la déformation et leurs propriétés physiques. Tout progrès technologique important est presque toujours lié au développement des matériaux soit par l'amélioration des propriétés mécaniques ou par l'usinage de nouveaux matériaux.

L'addition du cuivre et l'excès du silicium affecte la stabilité structurale dans les alliages d'aluminium. Les caractéristiques mécaniques telles que la limite d'élasticité, la résistance et la dureté du matériau sont améliorées par réduction de la taille moyenne des grains.

Les éléments de transition, tels que Cr, Mn et Fe, forment des dispersives, parfois assez grossiers. Leurs interfaces avec la matrice, constituent un site de germination préférentielle pour la phase durcissant. Ils sont utilisés afin d'améliorer la résistance de ces alliages. L'addition de ces éléments se fait généralement à des très faibles taux.

Parmi les propriétés des alliages d'aluminium nous pouvons citer :

- La résistance à chaud est faible au-delà de 100°C, sauf pour la série 2000 (Al-Cu) où l'on peut atteindre 300°C.
- Les alliages d'aluminium présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Par contre, ils sont sensibles à la corrosion galvanique et des précautions sont à prendre en particulier avec le fer. Il est à signaler que des risques de corrosion intergranulaire et de corrosion sous tension existent dans les alliages des séries 2000 et 7000.
- Les alliages d'aluminium sont faciles à laminier (coefficient d'écroutissage $n = 0,2$ à $0,3$) et donc facile à emboutir également.[1]

I-1.3.1. Désignation des différents alliages d'aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence et les chiffres subséquents indiquent la composition (Tableau I.1).[1]

<u>Série</u>	<u>Principal élément d'alliage</u>
1xxx	Aluminium pur à 99.xx%
2xxx	Cuivre
3xxx	Manganèse
4xxx	Silicium
5xxx	Magnésium
6xxx	Magnésium-silicium
7xxx	Zinc
8xxx	Lithium ou autre

Tableau I.1: Désignation des principales

I-1.3.2. Classification des alliages d'aluminium

I-1.3.2.1. Catégories des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont subdivisés en groupes, sur la base des principaux éléments d'alliages, de leurs propriétés, des traitements thermiques et traitements mécaniques. Il faut retenir qu'il existe deux catégories totalement différentes, les alliages susceptibles de durcissement par traitement thermique et les alliages insensibles au durcissement par traitements thermiques.[1]

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

- Série 1000 Aluminium pur (minimum 99,00 % Al)
- Série 3000 Aluminium-Manganèse (Al-Mn)
- Série 4000 Aluminium-Silicium (Al-Si)
- Série 5000 Aluminium-Magnésium (Al-Mg)

2- Alliages à durcissement structural ou trempant (Heat- treatable alloys) :

- Série 2000 Aluminium-Cuivre (Al-Cu)
- Série 6000 Aluminium-Magnésium-Silicium (Al-Mg-Si)
- Série 7000 Aluminium-Zinc-Magnésium (Al-Zn-Mg).

I-1.3.2.2. Distinction des caractéristiques des alliages d'aluminium

Les alliages de la série 1xxx sont principalement utilisés pour leur capacité à être déformés à froid. Ils sont largement utilisés pour les produits de la vie quotidienne. Les alliages de haute pureté (99,99%) sont utilisés dans les domaines de l'électronique et de l'optique. Enfin, en tant que métal pur, l'aluminium est très malléable et ductile. L'addition d'autres éléments d'alliage peut améliorer considérablement sa résistance à la traction, mais modifie bien d'autres propriétés. Ainsi, un large éventail d'alliages à base d'aluminium a été développé.

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

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

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

I-1.3.2.3. Autres caractéristiques des alliages d'aluminium

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

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

I.1.4. Corrosion de l'aluminium

I.1.4.1. Définition de la corrosion

On entend par corrosion la détérioration d'un métal sous l'action du milieu ambiant. Le processus de corrosion peut se dérouler selon plusieurs voies : chimique (en atmosphère sèche), biochimique (en présence de bactéries) ou électrochimique (en solution). La corrosion peut être aggravée par des influences mécaniques quand le métal subit une abrasion, une traction, un frottement, ...etc.

En général, quelque soit le type de corrosion, on a toujours en plus une corrosion électrochimique car on se trouve en atmosphère humide. Lorsqu'un métal se corrode en milieu aqueux, il constitue une double électrode, qui sera le siège de deux réactions électrochimique (réaction de dissolution du métal et réaction de réduction de l'oxydant).[2]

I.1.4.2. Importance de la corrosion

L'importance de l'étude de la corrosion est double. La première est économique, elle concerne la réduction des pertes de matériel qui résultent de détérioration ou des ruptures soudaines de tubulures, de réservoirs, de pièces métalliques de machines, de coques de navires, des structures marines etc. La seconde est la conservation appliquée premièrement aux ressources de métal dont les réserves mondiales sont limitées et dont la destruction implique des pertes correspondantes d'énergie et de réserves d'eau accompagnant la production et la fabrication des structures métalliques.[2]

I.1.4.3. Types de corrosion sur l'aluminium

Différents types de corrosion, plus ou moins visibles à l'œil nu, peuvent apparaître sur l'aluminium, tels que la corrosion uniforme (généralisée), la corrosion par piqûres, la corrosion sous contrainte, etc. Le type de corrosion prédominant dépendra d'un certain nombre de facteurs intrinsèques au métal, au support et aux conditions d'utilisation.

Il n'existe aucune forme de corrosion spécifique à l'aluminium et à ses alliages.

1) Corrosion uniforme

Ce type de corrosion se développe sous forme de piqûres de très petit diamètre, de l'ordre du micromètre, et entraîne une diminution uniforme et continue de l'épaisseur sur toute

la surface du métal. Avec l'aluminium, ce type de corrosion s'observe surtout dans les milieux très acides ou milieux alcalins, dans lesquels la solubilité du film d'oxyde naturel est élevée (Figure B.I.18).

La vitesse de dissolution du film est supérieure à sa vitesse de formation ; cependant, le rapport des deux les tarifs peuvent changer avec le temps. A titre d'exemple, dans les solutions d'hydroxyde de sodium, la dissolution taux s'est avéré plus faible pour une exposition à long terme, de l'ordre de 40 ou 80 jours, que pour une exposition à long terme pour les tests sur 20 jours.

La vitesse de dissolution peut varier de quelques micromètres par an jusqu'à quelques micromètres par heure, selon la nature de l'acide ou de la base (voir chapitres E.4 et E.5).

Des inhibiteurs appropriés peuvent le réduire. A titre d'exemple, le silicate de sodium réduit considérablement le taux de dissolution de l'aluminium dans les milieux alcalins le taux de corrosion uniforme peut être facilement déterminé en mesurant la perte de masse, ou la quantité d'hydrogène rejetée (voir section B.4.3.2). C'est un paramètre utile pour évaluer la vitesse de dissolution de l'aluminium dans un bain de décapage. [3]

2) Corrosion par piqûres

Cette forme localisée de corrosion se caractérise par la formation de cavités de forme irrégulière à la surface du métal. Leur diamètre et leur profondeur dépendent de plusieurs paramètres liés au métal, au fluide et aux conditions de service.

L'aluminium est sujet à la corrosion par piqûre dans les milieux dont le pH est proche du neutre, ce qui couvre essentiellement tous les environnements naturels tels que les eaux de surface, l'eau de mer et l'air humide

I.2. Le cobalt et ses alliages

I.2.1. Généralités sur le cobalt

Le cobalt est un élément métallique naturel principalement utilisé dans l'industrie mais c'est aussi un composant essentiel chez l'homme nécessaire à la formation de la vitamine B12 (hydrox cobalamine), qui catalyse des réactions, telles que la synthèse de la méthionine, le métabolisme des purines et des folates, et la formation d'acide méthyl malonique dans l'acide succinique. L'administration excessive de cet oligo-élément peut provoquer un goitre et une réduction de l'activité thyroïdienne.

L'utilisation médicale du cobalt pour le traitement de l'anémie dans les années 1940 a été associée à un blocage de l'absorption de l'iode par la glande thyroïde.⁴ De graves complications pulmonaires dues à l'exposition à la poussière des métaux durs ont été reconnues pour la première fois en Allemagne pendant la Seconde Guerre mondiale.

Dans le milieu industriel, le cobalt est un constituant commun des alliages résistants à la chaleur et des métaux durs contenant du cobalt. L'exposition chronique à la poussière de cobalt provenant du polissage des diamants a été associée à une « pneumoconiose des métaux durs » chez les travailleurs industriels. La forme aiguë de la maladie ressemble à une réaction d'hypersensibilité avec malaise, toux et respiration sifflante ; La forme chronique peut évoluer vers une fibrose pulmonaire et un cœur pulmonaire.[4]



Figure I.2. Cobalt métal

I-2.2. Caractéristiques de cobalt

Cet élément est utilisé dans de nombreuses applications industrielles sous forme de métal ou de composés (oxydes, sulfate, sulfure, chlorure). Le cobalt est un métal de transition, de couleur verre d'un bleu intense, cassant, dur, très proche du fer et du nickel en apparence. Sa perméabilité magnétique est d'environ deux tiers du fer. Dans la figure I.3 nous présentons les propriétés atomiques physiques et mécaniques du cobalt. C'est un métal qui se cristallise en deux structures : de structure hexagonale compacte (hcp), de paramètres cristallins $a = 0,2507$ nm et $c = 0,407$ nm et stable à basse température jusqu'à 427°C . et à haute température une structure cubique à faces centrées (cfc) dans la figure (I.4), de paramètre cristallin $a = 0,3544$ nm et stable à haute température jusqu'à température de fusion (1495°C). Cette structure est

ferromagnétique, devient para magnétique au-dessus.[5]

répartition électronique fondamentale	$1s^2, 2s^2, 2p^6, 3s^2, 3p^6, 3d^7, 4s^2$
densité à 16,5 °C (métal fondu)	8,79 ; 8,81 après un recuit
masse atomique	58,94
volume atomique à 17 °C	6,70 cm ³ /at. g
structure cristalline Co α (t < 417 °C)	réseau hexagonal compact
structure cristalline Co β (t < 417 °C)	réseau cubique à faces centrées
rayon atomique	0,125 nm
rayons ioniques	Co ²⁺ : 0,074 nm ; Co ³⁺ : 0,063 nm
potentiels d'ionisation	1 ^e : 7,81 eV ; 2 ^e : 17,3 eV
température de fusion	1 495 °C
température d'ébullition	(3 000 \pm 100) °C
coefficient de dilatation linéaire à 40 °C	12,59 . 10 ⁻⁶
résistivité électrique	6,3 . 10 ⁻⁸ Ω . m à 20 °C
point de Curie	(1 121 \pm 3) °C
dureté Brinell	fondu : 124 ; électrolytique : 270 à 310
module d'élasticité	non recuit : 21 500 kg/mm ² ; recuit : 18 170 kg/mm ²

Figure I.3. Les propriétés physiques et chimiques de cobalt

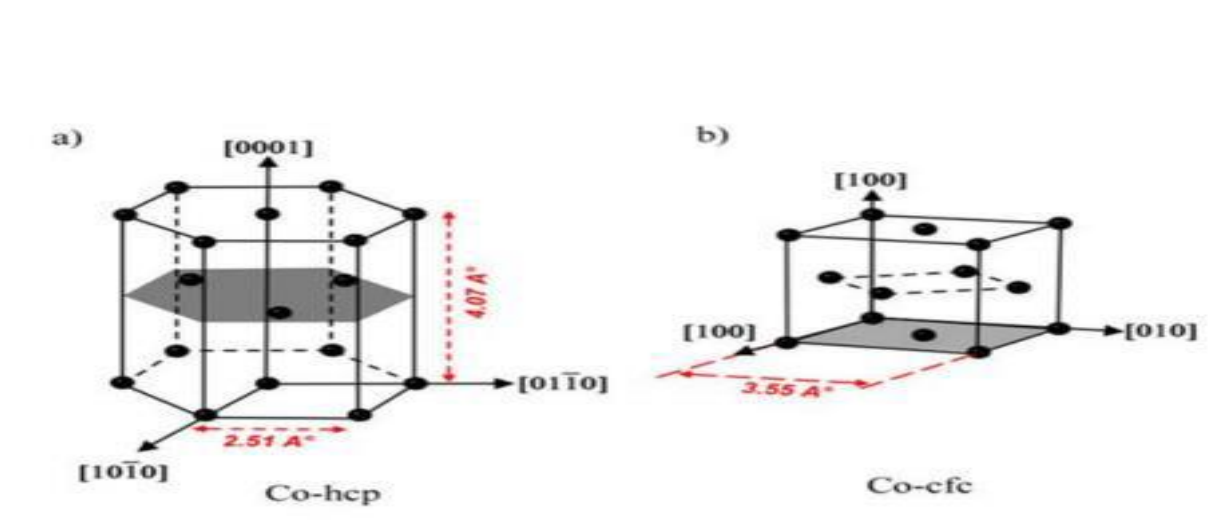


Figure.I.4. a) structure hexagonale compactage, b) cubique à face centrée.

I.2.3. Les alliages de cobalt

Les alliages de cobalt sont extrêmement nombreux et complexes, ce qui rend impossible l'établissement d'une classification pratique d'après leur composition. On les distingue en gros d'après leur emploi.

Le cobalt a été utilisé depuis l'antiquité, vers 2500 av. J.-C., en Mésopotamie et en Égypte, sur des verres bleuâtres teintés par l'oxyde de cobalt. P. Weidenhemmer, qui a créé un colorant à partir de minerai de cobalt vers 1520, a rendu le cobalt pratiquement utilisé comme colorant à Venise. Le Suédois G Brandt (1735) a ensuite isolé l'élément métallique cobalt [HAB79, DEL09]. Les alliages cobalt-chrome et cobalt-tungstène n'ont été brevetés qu'au début des

années 1900. E. Haynes, un américain, a créé les Stellites, un alliage à base de cobalt. Ils sont largement utilisés dans les machines-outils, les prothèses dentaires et en tant que recharges pour toutes les applications nécessitant de bonnes propriétés de surface et une bonne résistance à l'usure [SIM87]. La température de transformation allotropique du cobalt pur est de 417°C à température ambiante dans une structure Hexagonale Compacte (ϵ HC). La phase γ avec une structure cristallographique cubique à faces centrées (γ CFC) est la phase stable au-dessus de cette température. Jusqu'à la température de fusion de 1495°C, cette phase est omniprésente [DAV00, HAB79]. Le tableau I.2 présente les paramètres de la maille cristalline pour les deux structures. Selon les auteurs, la phase CFC du cobalt à haute température est appelée phase γ ou phase α . Le terme γ CFC est principalement utilisé dans la littérature pour parler de la phase CFC du Co et du diagramme d'équilibre Co-Fe pour les diagrammes Co-Cr (paragraphe 3.2). Pour éviter la confusion avec la phase γ CFC du fer, nous emploierons principalement α CFC.[6]

structure	HC		CFC
Paramètre de maille	a(Å)	c(Å)	a(Å)
	2.5071	4.069	3.544

Tableau I.2 : Paramètres de maille pour les deux structures cristallographiques du

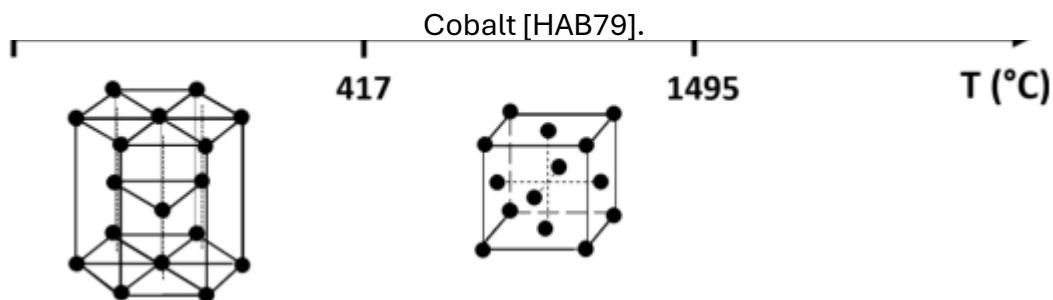


Figure I.5. Formes allotropiques du cobalt pur.[4]

I.2.3.1. Quelques caractéristiques des alliages de cobalt

Le cobalt métallique fut employé pour la première fois vers 1910 comme élément d'addition dans les aciers à coupe rapide. En général, les alliages de cobalt ont des propriétés très spéciales:

- Propriétés magnétiques spécifiques ;
- Bonne résistance à la corrosion ;

- Propriétés mécaniques intéressant les hautes températures ;
- Réfractarité ;
- Résistance aux à l'usure ;
- Résistance aux températures élevées

I.3. Notions de solidification

Les propriétés d'un matériau dépendent dans une large mesure des différentes transformations que celui-ci a subi antérieurement car une modification de la microstructure accompagne généralement ces transformations. La description des propriétés que manifeste un matériau n'est donc possible que si on connaît les conditions dans lesquelles la solidification, et les transformations produites au cours du refroidissement, ont eu lieu.

Dans ce qui suit, nous accorderons une description simple de quelques notions utiles pour la bonne compréhension du contenu. [7]

I.3.1. Définitions

I.3.1.1. Une phase :

C'est une région, ou un ensemble de régions, d'un matériau caractérisé par une structure et un arrangement atomique identique. Une phase est une partie du matériau physiquement et chimiquement homogène.[7]

I.3.1.2. Solutions solides

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.[8]

I.3.1.2.1. 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.

I.3.1.2.1.1. Solutions solides d'insertion

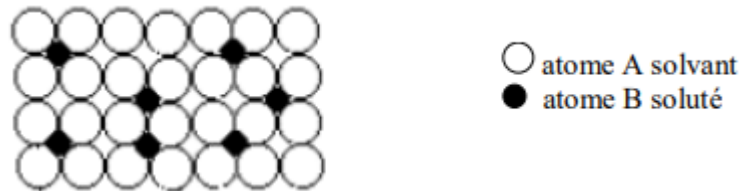


Figure I.6. Solution solide d'insertion.

Dans le premier cas (Fig. I-6), 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.

I.3.1.2.1.2. 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. 7).

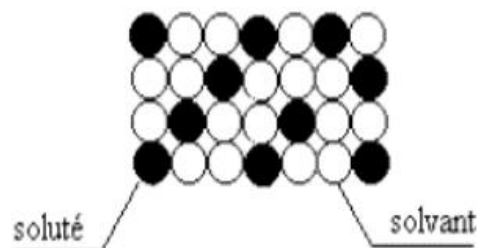


Figure I. 7. Solution solide de substitution.

I.3.1.2.1.3. 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.[8]

I.3.1.2.1.3. 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.

I.3.1.2.1.4. 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-8 représente les solutions solides ordonnées et désordonnées.

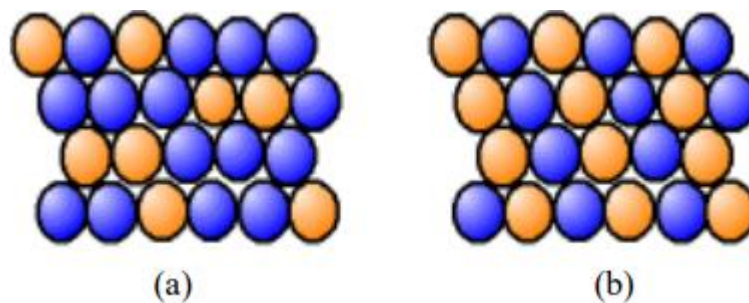


Figure I.8. Représentation des solutions solides :
(a) désordonné (b) ordonné.

I.3.1.3. Les alliages

I.3.1.3.1. 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.

I.3.1.3.3.2. 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. I.9). 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.[8]

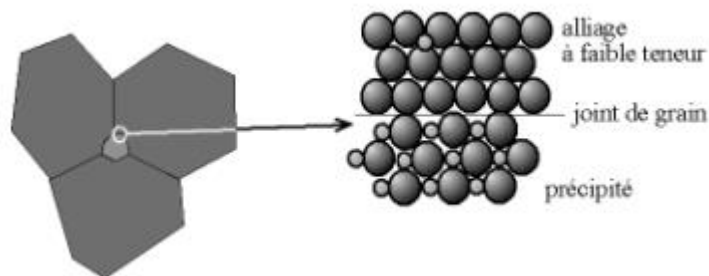


Figure I.9. Représentation des précipités.

I.4. Propriétés structurales et cristallographiques des systèmes (Al, Co), (Al, Cr), (Co, Cr), et (Al, Co, Cr)

I.4.1. Système (Al, Co)

I.4.1.1. Diagramme de phases Al-Co et données cristallines du système (Al, Cr)

A la différence de l'alliage simple β -AlCo, les phases Al_5Co_2 et Al_9Co_2 ainsi que la phase monoclinique $m-Al_{13}Co_4$ et la phase orthorhombique $o-Al_{13}Co_4$, existent sur un domaine très étroit de composition, rendant difficile l'obtention des échantillons monocristallins. La croissance du monocristal Al_5Co_2 , par exemple, nécessite un contrôle de la température et de la composition extrêmement précis pour passer de la phase liquide à la phase de formation de l'alliage (il existe

seulement une fenêtre d'environ 50°C). La figure I.10 permet de détailler une partie du diagramme de phases.[9]

❖ *Structures et données cristallines du Système (Al, Co)*

Dans la partie riche en aluminium, on remarque plusieurs phases intermétalliques : la phase Al_9Co_2 d'un réseau cristallin monoclinique: (22 atomes par maille élémentaire) ; et la phase β - $Al_{13}Co_4$ orthorhombique (102 atomes par maille élémentaire), deux phases du type D811-hexagonales Al_3Co et Al_5Co_2 (28 atomes par maille élémentaire); ce sont des composés intermétalliques complexes d'origine présentant des empilements de clusters, une phase ordonnée B_2 - $AlCo$ du type CsCl ,d'un réseau cristallin CC, 2 atomes par maille élémentaire , présentant une large gamme d'homogénéité entre 48 - 78,5% at. Co.

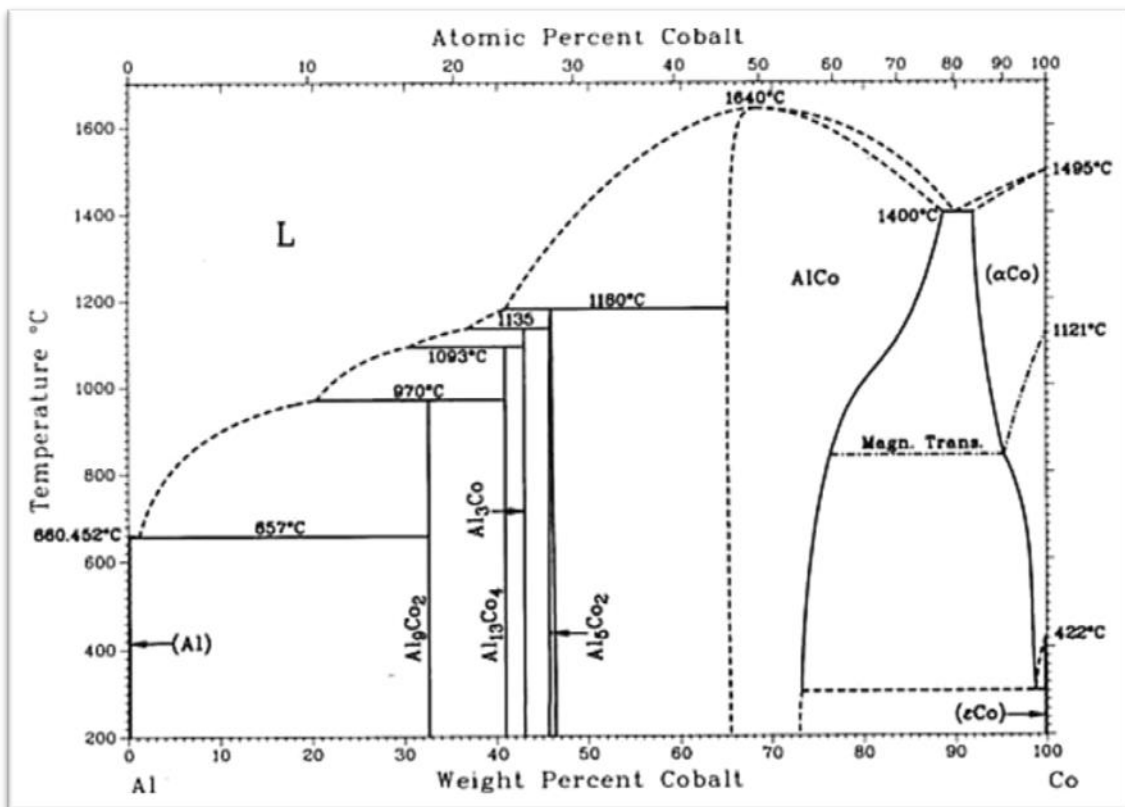


Figure. I.10. Diagramme d'équilibre binaire aluminium-cobalt. [11]

Phase	Prototype	Groupe spatial	Paramètres cristallins			
			a (Å)	b (Å)	c (Å)	β°
(Al)	-	Fm $\bar{3}m$	4.0488	-	-	-
B2-AlCo	CsCl	Pm-3m	2.8611	-	-	-
Al ₅ Co ₂	Co ₂ Al ₅	P6 ₃ /mmc	7.671	-	7.608	-
Z-Al ₃ Co	Fe ₃ C	P2/m	39.83	18.127	32.182	108.03
M-Al ₁₃ Co ₄	Co ₄ Al ₁₃ (m)	C2/m	15.173	8.109	12.349	107.84
O-Al ₁₃ Co ₄	Co ₄ Al ₁₃ (o)	Pmm2 ₁	8.158	12.342	14.452	-
O'-Al ₁₃ Co ₄	-	Pnma	28.890	8.138	12.346	-
Y-Al ₁₃ Co ₄	Os ₄ Al ₁₃	C2/m	17.0525	4.1059	7.5047	116.01
Al ₉ Co ₂	Co ₂ Al ₉	P2 ₁ /C	6.2163	6.2883	8.5587	94.772

Tableau.I.3. Données cristallographiques des phases solides du système Al-Co.

I.4.2. Système (Al, Cr)

I.4.2.2. Diagramme de phases Al-Cr et données cristallines du système (Al, Cr)

Le diagramme a été complètement modifié en 1963. Toutes les phases intermédiaires y figurent, sauf CrAl₃ qui est la phase δ et qui correspond plutôt à Cr₄Al₉. Sur ce diagramme, on voit que la phase δ se divise en trois groupes différents et la phase γ 1 est transformée en deux groupes. Le liquidus et le solidus sont encore approximatifs. Le chrome et la phase β (Cr₂Al) sont antiferromagnétiques aux basses températures. Le changement de couleur de la structure de γ_3 et γ_4 signifie que les ordres et les décisions se transforment. Il a été possible de conserver jusqu'à 5,5 % de la masse de Cr dans l'aluminium en solution solide sursaturée métastable.

Dans certains secteurs, le tracé est difficile et ne peut pas correspondre à la thermodynamique. La figure I.11 permet de détailler une partie du diagramme de phases.

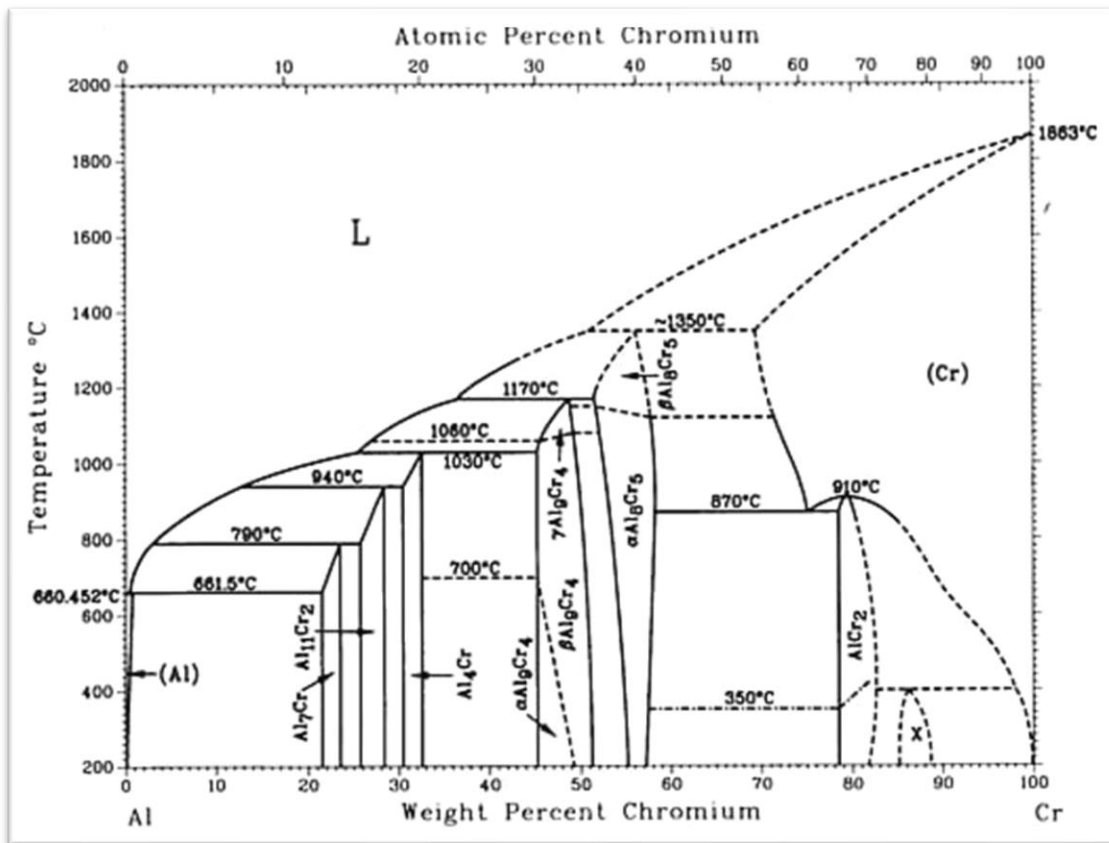


Figure. I.11. Diagramme d'équilibre binaire aluminium-chrome.

La structure cristalline et les paramètres cristallins des phases intermétalliques du système Al-Cr sont représentés dans le tableau (I.4).

Phase	Structure	Paramètres cristallins [nm]			Référence
		A	b	c	
θ -Al ₇ Cr ou Al ₁₃ Cr ₂ ou Al ₄₅ Cr ₇	monoclinique	2,5256	0,7582 $\beta = 128,6^\circ$	1,0955	[14]
η -Al ₅ Cr ou Al ₁₁ Cr ₂	monoclinique	1,2880	0,7652 $\beta = 122,33^\circ$	1,0639	[17]
μ -Al ₄ Cr	monoclinique	0,8716	2,3946 $\beta = 119,33^\circ$	1,6386	[17]
Al ₉ Cr ₄	Cubique	0,9123			[18]
Al ₈ Cr ₅	Cubique	0,9090			[19]

Tableau I.4. La structure cristalline et les paramètres cristallins des phases intermétalliques du système Al-Cr.[1]

I.4.3. Système (Co, Cr)

I.4.3.1. Diagramme de phases Co-Cr et données cristallines du système (Co, Cr)

Il semble que la position du point eutectique soit connue avec une grande précision.

Les vitesses de diffusion incroyablement lentes, même à haute température, ont initialement donné l'impression d'une phase intermédiaire δ (CoCr), dont la structure et le domaine n'ont jamais été déterminés. Plus tard, il a été confirmé qu'il n'y avait qu'une seule phase intermédiaire σ , ordonnée, dans le domaine de composition de 56,6-61 atomes % de chrome.

Cependant, plusieurs phases intermédiaires, Co_3Cr , Co_2Cr et Co_3Cr_2 , auraient été trouvées à des températures inférieures à 620, 640 et 625 degrés Celsius, respectivement. Des décompositions eutectoïdes de la phase ϵ , à environ 610 °C, pourraient produire ces phases. Leurs domaines d'existence n'ont pas été précisément délimités et la présence de ces phases n'est pas encore suffisamment sûre pour qu'elles puissent être présentées sur le diagramme proposé.

Les limites des domaines des phases alpha et ϵ ainsi que les températures de transformation sont encore en dispute dans la région riche en cobalt. En raison de la lenteur de la diffusion à l'état solide à basse température et de son caractère martensitique qui lui impose une hystérésis importante à la fois au chauffage et au refroidissement, cette transformation ne peut être facilement réalisée dans des conditions d'équilibre. Pour cette raison, le diagramme présente deux lignes distinctes pour les transformations de refroidissement et de chauffage pour les faibles teneurs en chrome.

Le diagramme ne montre probablement pas les températures exactes de transformation magnétique des alliages riches en cobalt. [10]

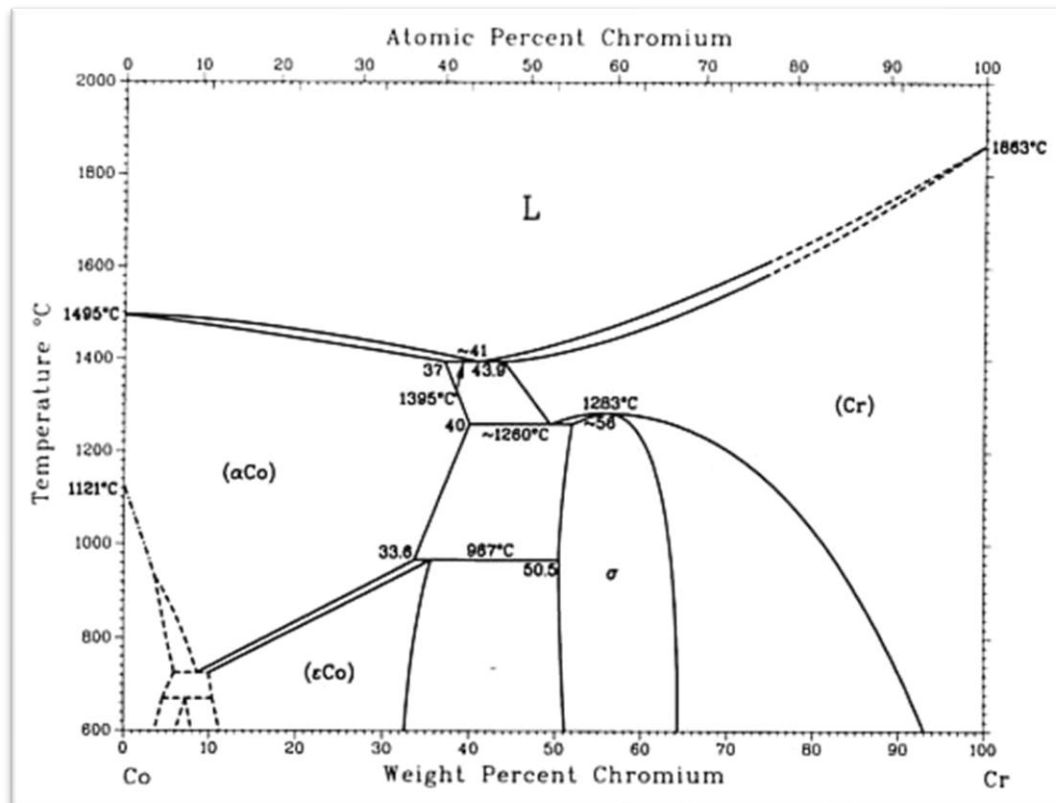


Figure. I.12. Diagramme d'équilibre binaire cobalt- chrome.[8]

❖ Les données cristallographiques :

• Diagramme de phase Co-Cr :

- **Phase α Co (Cobalt alpha) :** 0 à 40 % en poids de Cr, Symbole de Pearson cF4, Groupe spatial Fm3m.
- **Phase ϵ Co (Cobalt epsilon) :** 0 à 36 % en poids de Cr, Symbole de Pearson hP2, Groupe spatial P6₃/mmc.
- **Phase α -Cr (Cobalt-Chrome alpha-chi) :** 43,9 à 100 % en poids de Cr, Symbole de Pearson cI2, Groupe spatial Im3m.
- **Phase σ (sigma) :** 50,5 à 63 % en poids de Cr, Symbole de Pearson tP30, Groupe spatial P4/mmm.

➤ Phases métastables :

- » (**α Cr**) : Environ 16 %, Structure cristalline cI2, Groupe spatial Im3m.

» (αCo) : 40 à 62,9 %, Structure cristalline cF4, Groupe spatial Fm3m.

» (δCr) : 54 à 100 %, Structure cristalline cP8, Groupe spatial Pm3n.

» Co_3Cr ? : 23 %, Structure cristalline hP8, Groupe spatial P6₃/mmc.

Ces données fournissent des informations importantes sur les différentes phases métastables, leurs plages de stabilité approximatives et leurs structures cristallines correspondantes, ce qui est essentiel dans la science des matériaux pour comprendre les transitions de phase, la stabilité et les propriétés des matériaux.[11]

I.4.4. Système (Co, Al, Cr)

I.4.4.1. Diagramme de phases et données cristallines du système (Al, Co, Cr)

L'étude porte sur le système Al-Co-Cr et met en évidence cinq phases ternaires. Ces phases se forment dans une région où l'aluminium représente environ 70 à 80% en poids. L'analyse du spectre de diffraction des rayons X d'un échantillon d' $\text{Al}_{73,4}\text{Co}_{4,7}\text{Cr}_{21,9}$ révèle une structure de type O1 similaire à celle de la phase orthorhombique Al-Fe-Cr O1. Il a été constaté que la phase décagonale D3, observée dans l'Al-Fe-Cr, n'était pas présente dans l'Al-Co-Cr. Une autre phase ternaire a été identifiée dans la plage de compositions $\text{Al}_{75,5}\text{Co}_{5,5}\text{Cr}_{19}$ à $\text{Al}_{81}\text{Co}_{5,0}\text{Cr}_{14}$. Les examens par diffraction électronique ont montré une correspondance avec une figure de référence. Ces résultats suggèrent des différences significatives entre le système Al-Co-Cr et le système Al-Fe-Cr en termes de phases présentes et de répartition des compositions.[12]

Dans cette même référence, une structure hexagonale, appelée v, avec des paramètres de réseau $a \approx 4,0$ nm et $c \approx 1,25$ nm, a été associée à la phase Al-Fe-Cr. Cependant, cette structure n'a pas été mentionnée dans une précédente étude sur le diagramme de phase Al-Fe-Cr. À la place, une autre structure hexagonale, appelée phase H, a été révélée. La structure v a été confirmée par des analyses de diffraction expérimentale. Une troisième phase ternaire a également été révélée, ayant un diagramme de diffraction similaire à la phase Al-Ni-Cr ζ_1 et une structure rhomboédrique avec des paramètres de réseau $a \approx 1,75$ nm et $c \approx 8,0$ nm. Deux autres structures ont été observées à des concentrations de Co légèrement plus élevées, avec une structure monoclinique similaire à la ϕ -phase Al-Ni-Cr. Les résultats ont été confirmés par l'analyse de diffraction électronique. La troisième phase (ζ_1) a une structure rhomboédrique et se trouve

autour de $\text{Al}_{80.5}\text{Co}_{3.5}\text{Cr}_{16.0}$. Deux autres phases (φ et π) ont été observées avec des concentrations de Co plus élevées. La phase π a une structure monoclinique complexe.

Les températures d'existence des phases ternaires et la stabilité de la phase ε ont été étudiées. La phase ε a été trouvée dans les alliages Al-Ni-Cr et Al-Fe-Cr, mais pas dans l'Al-Co-Cr. Les résultats montrent que la composition de la phase ε est plus proche de la région de l'extension ternaire ηCr dans l'Al-Co-Cr.

La présence de la superstructure L21 dans l'alliage AlCo_2Cr n'a pas été confirmée, contrairement à ce qui a été affirmé dans certaines publications. Des échantillons avec des compositions similaires à AlCo_2Cr étaient magnétiquement ferromagnétiques, mais ils présentaient également des diagrammes de diffraction des poudres caractéristiques de la structure B2, sans les réflexions de la superstructure L21 attendues. De plus, les intensités relatives des réflexions supplémentaires dans la structure A2 étaient plus faibles que dans les matériaux binaires AlCo , ce qui suggère un remplacement partiel d'Al par Cr. Ces observations sont cohérentes avec d'autres études antérieures. Dans certaines publications qui affirment la présence de la superstructure L21 dans AlCo_2Cr , les diagrammes DRX présentés correspondent plutôt à la structure B2.[12]

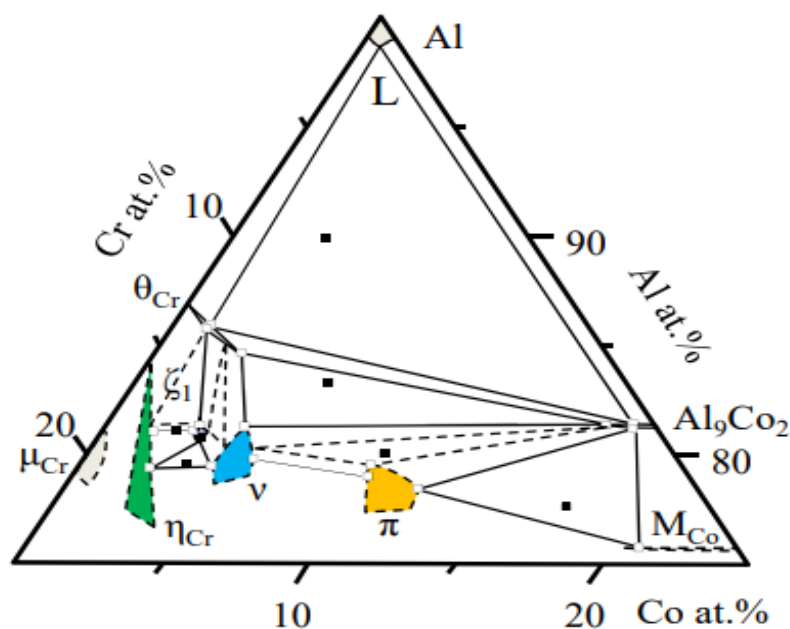


Figure I.13. Section isotherme de la région riche en Al d'Al-Co-Cr à 700 °C. à l'état est liquide. Les lignes provisoires sont indiquées comme brisées. Les compositions mesurées des phases sont marquées par des carrés ouverts, et des alliages par des carrés fermés.

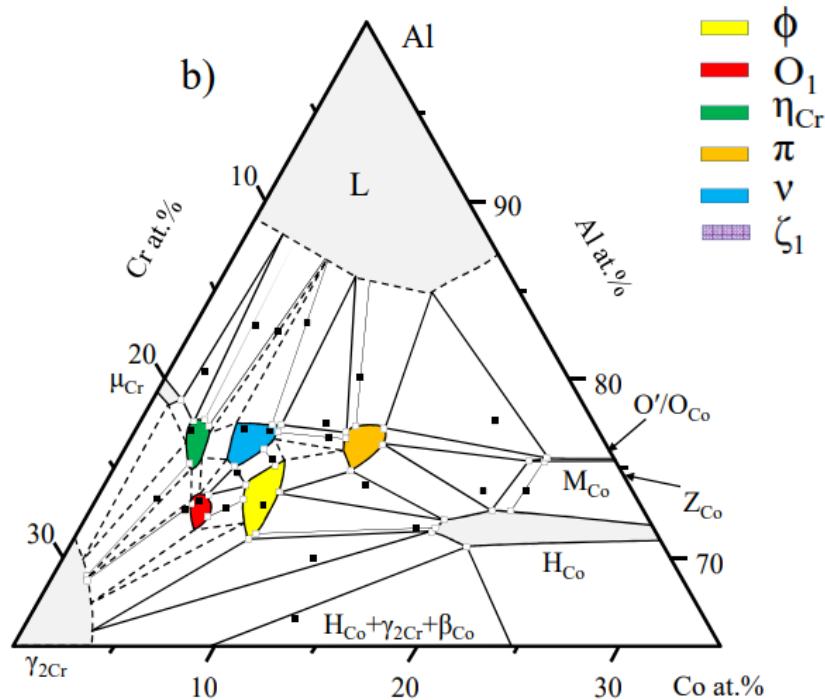


Figure I.14. Sections isothermes de la région riche en Al d’Al-Co-Cr à 1000 °C. L est le liquide. Les lignes provisoires sont indiquées comme brisées. Les compositions mesurées des phases sont marquées par des carrés ouverts, et des alliages par des carrés fermés.

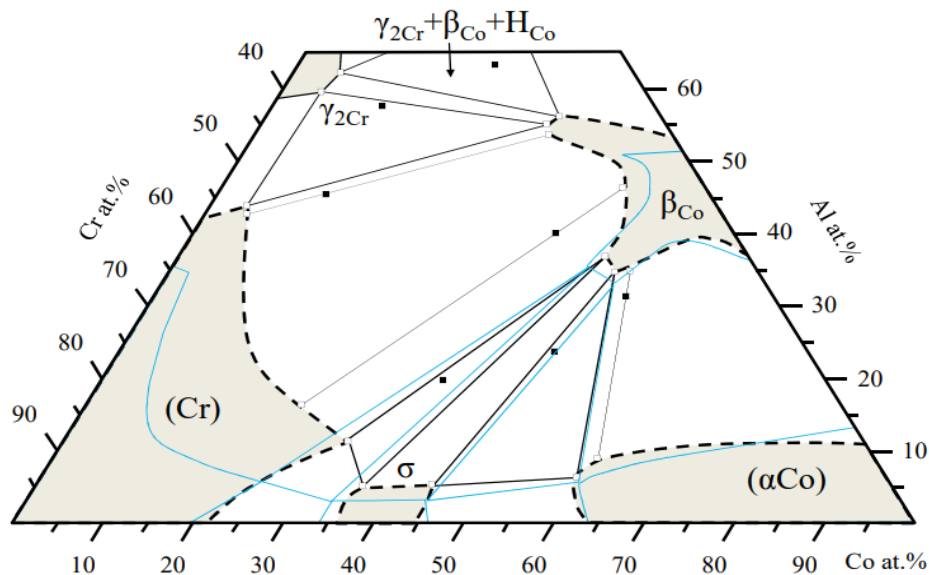


Figure I.15. Coupe isotherme de la région d’Al-Co-Cr à 1000 °C. Des lignes provisoires sont montrées brisées. Les compositions mesurées des phases sont marquées par des carrés ouverts, et des alliages par des carrés fermés. Les équilibres de phase à 1000 °C sont indiqués par comparaison de lignes bleues.

Références bibliographiques du chapitre II

Références de Chapitre I

- [1] NASSI ISSAL, “Caractérisation microstructurale des alliages à base d’aluminium Al-Cr élaboré par fusion HF”.
- [2] AHNIA Fatma, “Etude du comportement en milieu marin de couches Aluminium / Acier réalisés par projection à l’arc électrique,” ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE Ecole Doctorale Sciences de l’Eau et Développement Durable Sciences et Techniques de l’Environnement Laboratoire, 2010.
- [3] V. C, “Types of Corrosion on Aluminium,” p. 113, 2004.
- [4] D. G. Barceloux, “Donald G. Barceloux,” vol. 37, no. 2, pp. 201–216, 1999.
- [5] P. Sp and Y. B. Soutenu, “Mémoire de Master Remerciements,” 2023.
- [6] T. Younsi, “Influence de la microstructure obtenue par procédé de fabrication additive SLM sur le comportement mécanique de revêtements base cobalt,” 2022.
- [7] Boutabba Mohamed Ali, “Etude microstructurale de l’alliage Al-10%Zn-5%Mg solidifié rapidement,” 2020.
- [8] S. BOULKHESSAIM, “Caractérisation microstructurale des alliages Al-Ti Option : Matériaux Emergents,” 2008.
- [9] I. RAHEB, “Elaboration et caractérisation microstructurale des alliages Aluminium-Cobalt,” 2019.
- [10] Philippe POUPEAU, “Diagrammes d’équilibre d’alliages binaires.” [Online]. Available: www.techniques-ingenieur.fr
- [11] A. S. M. International, *ASM METALS HANDBOOK VOLUME 3 Alloy Phase Diagrams*.
- [12] B. Grushko, W. Kowalski, and S. B. Mi, “A study of the Al–Co–Cr alloy system,” *J. Alloys Compd.*, vol. 739, pp. 280–289, Mar. 2018, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.12.226.

Références bibliographiques du chapitre II

- [13] I. Sofiane, K. Abdelmadjid, and D. Boualem, “Élaboration d ’ un biomatériau (CO , CR , W) par métallurgie des poudres et traitement de surface par plasma ionique,” vol. 1, pp. 27–31, 2016.
- [14] KHELOUI Kahina, “Thèse de Doctorat sur Synthèse des composés intermétalliques des métaux de transition et étude de leur application dans les matériaux composites Devant.”
- [15] Abdelouahab Redjehta Thème, “Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodé position,” 2015.
- [16] K. Mourad, “Caractérisation de la réaction interfaciale entre une c o u c h e m i n c e d e t u n g s t è n e e t u n s u b s t r a t d a c i e r,” 2008.
- [17] S. Ali, “Caractérisation microstructurale d ’ un alliage d ’ aluminium 6063 déformé sévèrement par la technique ECAP,” 2017.
- [18] M. Khider, B. Facult, T. Fili, and K. N. Le, “Effet des traitements de vieillissement sur le comportement électrochimique de l ’ alliage Al -Mg₃ (AA5754) dans une,” pp. 2018–2019, 2019.
- [19] K. CHOUCANE épouse KAFI, “Élaboration et caractérisation de dépôts autocatalitiques type Ni-P et Ni-Zn-P alliages d’aluminium AU4G,” El Harrach, ALGER, 2017.
- [20] V. C, “Corrosion de l’aluminiuml,” *Ed. Dunod*, no. ISBN 2-10-006569-6, 2002.

Chapitre 02

Méthodes d'élaboration

Et techniques expérimentales

Chapitre II. Méthodes d'élaboration et techniques expérimentales

Introduction :

L'objectif de ce chapitre est d'expliquer comment élaborer des alliages ternaires des systèmes Al-Cr-Co et Al-Co-Cr par frittage. Nous présenterons également les méthodes expérimentales utilisées pour caractériser les alliages sélectionnés, y compris l'analyse structurale et microstructurale, ainsi que la caractérisation mécanique pour obtenir la micro-dureté des alliages étudiés. En outre, nous étudierons le comportement de ces alliages face à la corrosion à l'aide d'analyses électrochimiques.

II.1. Techniques d'élaboration des matériaux

L'élaboration des matériaux par la métallurgie des poudres peut être décomposée en trois étapes:

II.1.1. Préparation et traitement des poudres

II.1.1.1. Pesée des poudres

Les matériaux de base utilisés dans l'élaboration Al-Cr-Co et Al-Co-Cr à étudier, sont constitués de poudres très fines d'aluminium, de chrome et de cobalt de très grande pureté (pureté de laboratoire de l'ordre de 99,99%).[1] Nous avons pesé des échantillons de masse 5g avec un mélange homogène des poudres d'aluminium pur, de chrome pur et de cobalt pur.[2]

➤ Échantillon A₁

L'alliage Aluminium-Chrome-Cobalt (Al-Cr-Co) dont la teneur en poids de Chrome (et en atomes de Chrome) et cobalt (et en atomes de cobalt) sont représentée dans le tableau ci-dessous Tableau (II-1). Nous avons convertis les pourcentages en masse en pourcentages atomiques par la relation suivant :

$$\text{at.}\% A = \frac{\frac{m\%A}{\text{masse atomique de A}}}{\frac{m\%A}{\text{masse atomique de A}} + \frac{m\%B}{\text{masse atomique de B}} + \frac{m\%C}{\text{masse atomique de C}}} \quad (\text{II.1}).$$

Échantillon 1		Aluminium	Chrome	Cobalt
Masse		2.5	2	0.5
Composition	% en pds	50	40	10
	% at	0.66	0.27	0.06

Tableau II-1. Composition chimique de l'alliage étudié Al-Cr-Co

(% en poids et en % atomique).

➤ Échantillon A₂

L'alliage Aluminium- Cobalt-Chrome (Al-Co-Cr) dont la teneur en poids de Chrome (et en atomes de Chrome) et cobalt (et en atomes de cobalt) sont représentée dans le tableau ci-dessous Tableau (II-2).

Échantillon 2		Aluminium	Cobalt	Chrome
Masse		2.5	2	0.5
Composit ion	% en pds	50	40	10
	% at	0.66	0.25	0.07

Tableau II-2 : Composition chimique de l'alliage étudié Al-Co-Cr

(% en poids et en % atomique).

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



Figure II.1. Balance électronique (KERNEW/EG-N).

II.1.1.2. Compactage des poudres

La poudre est placée dans une matrice cylindrique entre deux poinçons. Un poinçon inférieur fixe et un poinçon supérieur mobile. Le comprimé est obtenu en appliquant une pression axiale par le poinçon mobile supérieur qui est de l'ordre de 3 MPa à l'aide d'une presse hydraulique.[3]

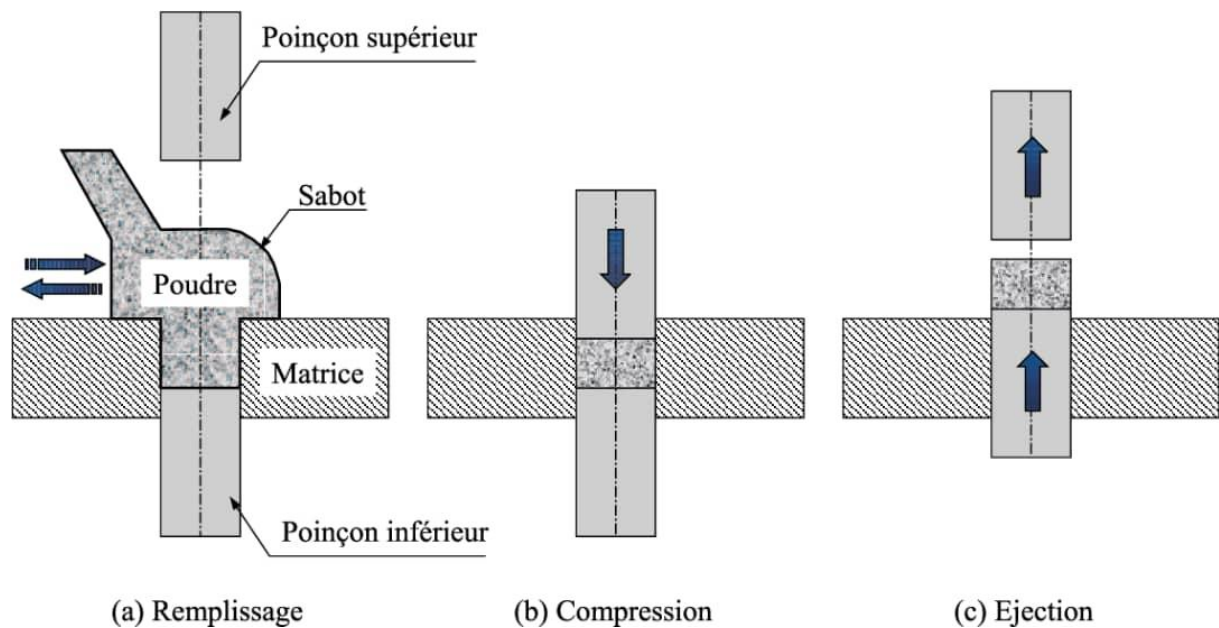


Figure II.2. Les étapes de compactage.

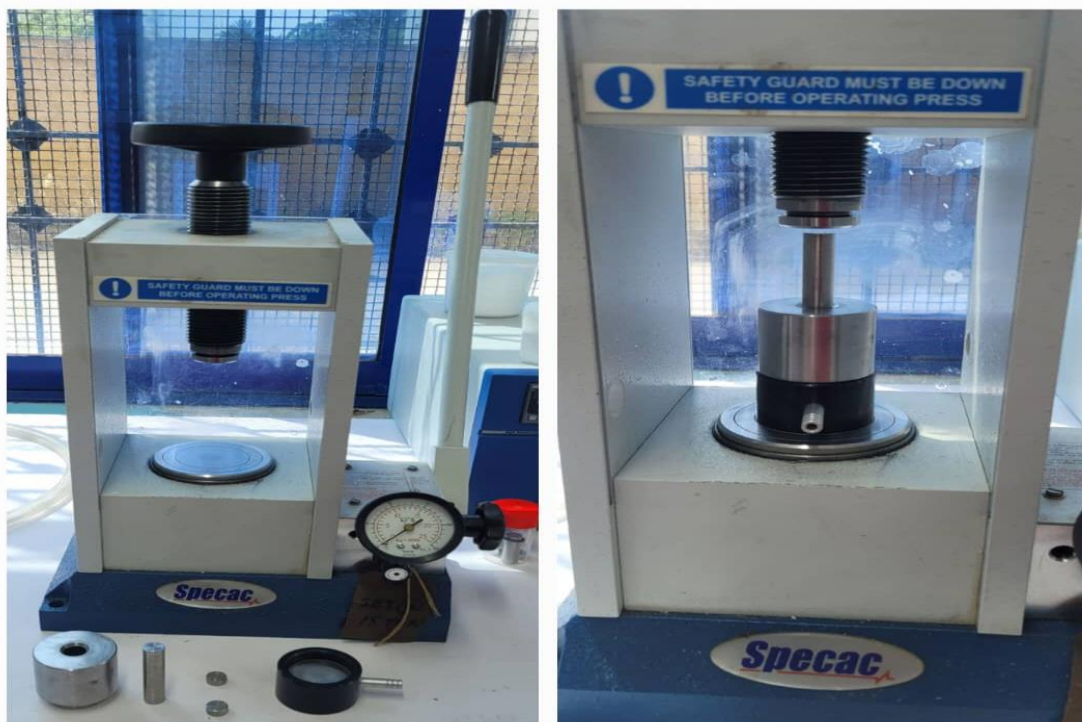


Figure II.3. Prise photo de la presse de compactage.



Figure II.4. Prise photo de la pastille compactée et les éléments du dispositif de compactage.

II.2. Élaboration par frittage

II.2.1. Définition

Le frittage est un processus de traitement thermique menant à la consolidation d'un agglomérat de poudres plus ou moins fines, ce qui s'effectue grâce à la génération de liaisons entre les grains, et qui a pour effet de densifier le matériau et de rehausser ses propriétés mécaniques. Il est effectué à une température inférieure à celle de fusion du constituant principal. Lors du frittage les grains s'unissent et se renforcent entre eux, avec formation de joint de grains et élimination de la porosité. C'est ainsi l'excès d'énergie des surfaces et interfaces des poudres qui induit la densification par transport de matière. Ce dernier, est réalisé dans un four à une température proche de la fusion du métal considéré. Il est souvent réalisé sous une atmosphère protectrice pour éviter l'oxydation par l'oxygène de l'air. Après frittage, si on obtient un matériau ayant la même composition chimique que la poudre initiale alors il s'agit d'un frittage non réactif et si le produit obtenu diffère du produit initial, alors il est dit réactif.[4]

II.2.2. Principe du frittage

Le mécanisme de base du frittage est la création de liaisons entre les grains de poudres par diffusion d'atomes sous l'action de contraintes superficielles et de la température.[5]

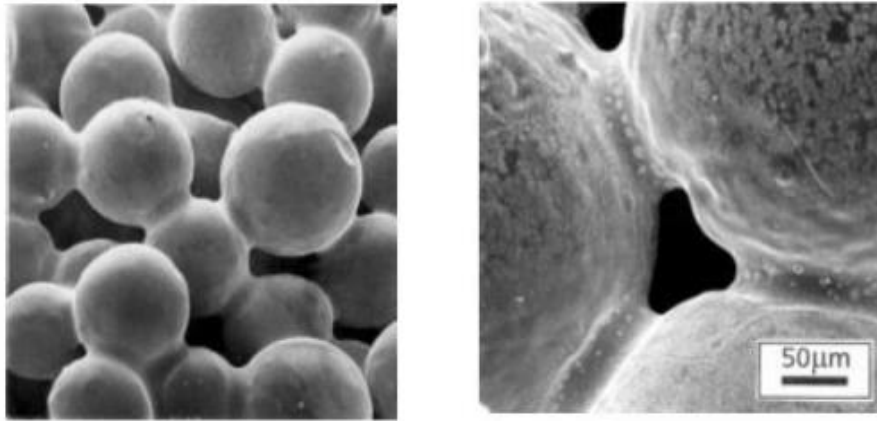


Figure I.5. Liaisons entre les grains de poudre par diffusion.

II.2.3. Les étapes principales

Le procédé de frittage peut être simplement décrit en trois principales étapes, qui sont les suivantes :

1- La première étape

Un accroissement très rapide de la densité apparente du matériau est important dès la fusion du liant. Il y a création des cous entre les particules, c'est-à-dire, formation des joints de grains, et leur croissance. Généralement, ces deux phénomènes sont activés par des mécanismes de diffusion, évaporation-condensation, déformation plastique et/ou écoulement visqueux. Cette étape pourrait entraîner une densification d'environ 15%.

2- La deuxième étape

Les particules forment un empilement de grains liés entre eux par un film de fluide, la compacité augmente de manière importante tandis que le grossissement des grains reste limité. Cette dernière concerne donc l'élimination de la porosité « ouverte » en vue de densifier le matériau. Un certain nombre de lacunes est instable et des pores isolés restent avant la dernière étape de frittage. Il est généralement acquis que la fin de cette deuxième étape correspond à une densification voisine de 90% de la densité théorique.

3- La troisième étape

Durant cette étape, la densification ralentit alors que le grossissement des grains devient important et les petites particules dissoutes se précipitent sur les grandes particules et

contribuent à leur grossissement. Généralement la disparition quasi-complète de la porosité résiduelle dite fermée, constitue des alvéoles et vides séparés les uns des autres, pour se rapprocher de l'état d'un matériau parfaitement dense. Sous l'effet de la chaleur, les grains se soudent entre eux, ce qui forme la cohésion de la pièce. Il existe deux types de frittage :

- Le « **frittage en phase liquide** » se produit lorsqu'on est en présence d'un mélange de poudres de métaux à bas et à haut point de fusion. La température de frittage est supérieure à la température de fusion du composant le plus facilement fusible, de telle sorte que ce dernier baigne la phase solide résiduelle pendant tout ou partie de la durée de l'opération.
- Le « **frittage en phase solide** » Les constituants restent en phase solide et le traitement s'effectue à une température inférieure à la température de fusion des constituants avec un certain temps de maintien à cette température. Le frittage en phase solide est caractérisé essentiellement par des transports d'atomes ou d'ions par diffusion, qui aboutissent à une diminution de l'enthalpie libre globale.[4]

II.2.2. Frittage des métaux

II.2.2.1. Propriétés des métaux frittés

Aujourd'hui, les produits frittés ne sont plus des matériaux de remplacement, mais des produits nouveaux élaborés par des techniques originales, et qui contribuent à résoudre des problèmes de fonction de pièce avec des avantages économiques notables et une fiabilité accrue. A ces conditions les pièces frittées nécessitent certaines caractérisations de propriétés. On se limite à présenter les propriétés mécaniques à cause de sa grande importance, bien que nombreux facteurs influent sur les propriétés des pièces frittées. [6]

II.2.2.1.1. Propriétés physiques

On cite de deux propriétés physiques :

- ✓ Les conductivités électrique et thermique ;
- ✓ La perméabilité magnétique maximale ;

En général, il n'y a pas une relation simple ou même unique entre la valeur de la propriété et de la densité relative. En effet, ce n'est pas seulement la valeur de la porosité relative

qu'a une influence, mais aussi la taille et la forme des pores et leur répartition.

II.2.2.1.2. Propriétés mécaniques

Les caractérisations de la résistance des métaux qu'on appelle propriétés mécaniques sont établies expérimentalement à l'aide d'éprouvette ou dès-pièces finies mises à l'essai. Il existe encore quelques difficultés à obtenir simultanément de hautes caractéristiques mécaniques et une grande précision dimensionnelle à cause de l'existence des pores, qu'ils ont des effets négatifs sur les propriétés mécaniques (dureté, traction, allongement à la rupture ... etc.).

a) Résistance à la traction

En général, la résistance à la traction des pièces frittées (réalisées d'une poudre métallique) est inférieure à celle d'un métal fondu.

b) Allongement à la rupture

A de rares exceptions, l'allongement avant rupture des métaux frittés dont la porosité dépasse 10 % est très faible. Cet allongement décroît avec l'augmentation de la porosité. En effet, lorsque l'on tire sur une éprouvette, le métal se déforme plastiquement de façon importante au seul voisinage des pores. Il n'en résulte qu'une déformation minime pour l'éprouvette entière.

c) Dureté

La dureté macroscopique (Brinell, Rockwell...) varie en fonction de la porosité. La micro-dureté permet de connaître la dureté du métal lui-même pour apprécier la résistance à l'usure, mais la mesure est très difficile à faire, car il faut s'assurer que l'empreinte n'intéresse qu'un seul grain et que celui-ci a un diamètre et une épaisseur supérieurs à trois fois le diamètre ou la diagonale de l'empreinte. Comme l'épaisseur est inconnue, on est conduit à éliminer les deux résultats les plus faibles sur cinq empreintes. La dureté Brinell est égal à trois fois la résistance à la traction dans le cas des aciers faiblement alliés ; à la condition, toutefois, que le métal ait un allongement plastique non négligeable. Cela est d'une importance pratique considérable car, si l'on peut s'assurer que le métal d'une pièce ne casse pas sans allongement, la dureté donne la valeur de la résistance. [6]

d) Ténacité

La ténacité, pour les métaux qui ont un certain allongement avant rupture, fait essentiellement appel à l'énergie de déformation plastique au voisinage de la fissure. Les alliages frittés ont donc une bonne ténacité d'autant que, souvent, l'extrémité de la fissure rencontre un pore dont le rayon de courbure n'est pas négligeable. La concentration de contrainte sera limitée localement par ce rayon. Cela est spécialement vrai lorsque la porosité dépasse environ 7 % et de plus, dans ce cas, on constate que les résultats de mesure sont indépendants des dimensions des éprouvettes. - K_{1C} peut être mesuré sur de petites éprouvettes lorsque la porosité dépasse 7 %.

e) Fatigue

La limite de fatigue suit des règles analogues à celles des métaux ordinaires. En flexion, sa valeur varie en fonction de la résistance, entre 0,5 et 0,3 fois R_m. [6]

II.2.3. Four de frittage

Les pastilles, d'environ 13 mm de diamètre et 18 mm de hauteur, ont été placées sous vide primaire dans un tube en quartz. Le tube scelle est introduit dans le four afin de procéder à un frittage étagé en phase solide et liquide pendant 1 heures à une température de 528 C°, avec une vitesse de chauffage de l'ordre 900 C°/heure. [3]

Condition du frittage

- ✓ Température de frittage : 528 C° ;
- ✓ Temps de frittage : 1 heures ;
- ✓ Atmosphère contrôlée : sous vide primaire;
- ✓ Refroidissement lent dans le four.



Figure II.6. Prise photo du four de frittage.

II.3. Méthodes des caractérisations

II.3.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons-X est une technique de caractérisation essentielle qui permet la détermination de la structure cristalline et la mise en évidence de la nature des différentes phases d'un matériau.

II.3.1.1. Principe

Le phénomène de la diffraction cristalline dépend de la structure du matériau et de la longueur d'onde de la radiation. Lorsque celle-ci est comparable ou inférieure au paramètre du réseau, des raies de diffraction, dans des directions différentes de celle du faisceau incident, apparaissent. L'interaction des photons incidents avec la cible est supposée être élastique.

Les plans parallèles des atomes agissent comme des miroirs où chacun réfléchit une petite fraction du rayonnement. Des rayons diffractés sont obtenus si les ondes réfléchies par

les plans interfèrent de façon additive.

La différence de marche entre les rayons réfléchis par deux plans consécutifs, séparés par une distance interréticulaire d , est $2d \sin \theta$, d'où θ est l'angle entre le plan atomique et l'onde incidente. Une interférence additive apparaît quand la différence de marche est un multiple entier n de la longueur d'onde λ . [7]

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \quad \text{Eq. II-2}$$

d : distance interarticulaire entre deux plans atomiques consécutifs.

θ : angle de diffraction.

n : entier positif qui représente l'ordre de la réflexion.

λ : longueur d'onde du rayonnement, monochromatique, utilisé.

La diffraction des poudres en réalisant un montage ($\theta - 2\theta$), schématisé sur la figure II-12, permet d'obtenir une liste de couple ($2\theta, I$) d'où I est l'intensité des rayonnements-X diffractés.

La loi de Bragg (équation II-1) et l'utilisation d'un rayonnement monochromatique, de longueur d'onde connue, permettent la détermination de la structure cristalline à partir des relations liant le paramètre cristallin à la distance interarticulaire. [7]

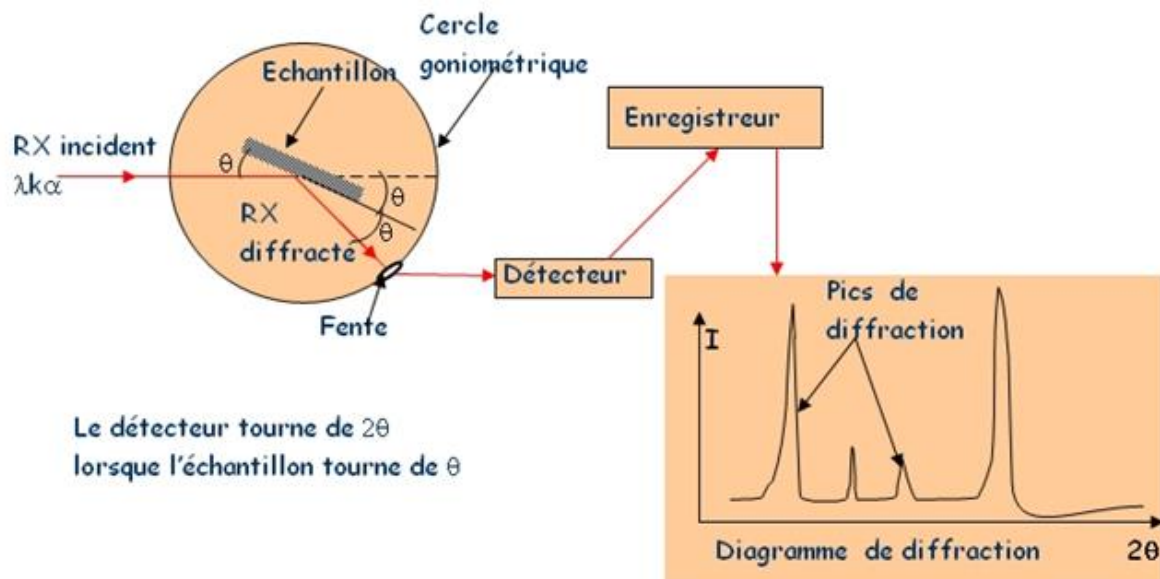


Figure II.7. Principe de la diffraction-X. [5]

II.3.1.2. Appareillage et mesure

Le diffractogramme de l'alliage a été enregistré à l'aide d'un diffractomètre XPert MPD de marque PHILIPS de type X Rigaku D-MaxB (Figure II.8) en configuration $(\theta-2\theta)$ de Bragg-Brentano. Le diffractomètre est muni d'une anticathode en cuivre de longueur d'onde $\lambda=1,5406\text{\AA}$. Les conditions d'acquisition de diffractogramme sont résumées dans le tableau II.3.

Tension	Intensité	Plage angulaire	Pas angulaire
40 kV	40 mA	$5^\circ \rightarrow 100^\circ$	0.002°

Tableau II.3. Conditions d'acquisition du diffractogramme des rayons X.

L'exploitation des résultats pour déterminer les propriétés structurales et les paramètres cristallins ainsi que pour identifier les phases présentes nécessite l'utilisation de deux logiciels : X'PertHighScore Plus, pour extraire les pics pour chaque spectre d'alliage et une base de données (PDF2-2004) pour identifier ces pics.[7]



Figure II.8. Diffractomètre à rayons X Rigaku D-MaxB.

II.3.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le pouvoir de séparation d'un microscope optique, limité par la longueur d'onde de la lumière visible, ne permet d'observer que les détails de dimensions supérieures à 0,2 μm . L'utilisation des particules accélérées avec une longueur d'onde plus courte figure indispensable pour observer les phases plus fines. La longueur d'onde, de de Broglie, associée à un électron accéléré, par l'application d'une différence de potentiel, offre aux microscopes électroniques une résolution, un grossissement et une profondeur de champ largement supérieurs à ceux d'un microscope optique.

II.3.2.1. Principe

Les microscopes électroniques à balayage sont des outils de caractérisation permettant, à travers un balayage point par point, d'étudier les caractéristiques de surface des échantillons. Leur principe réside de l'interaction d'un faisceau incident d'électrons accélérés avec les atomes de la cible. L'interaction des électrons incidents avec la matière à analyser produit un nombre de signaux utiles pour l'examen de l'échantillon. La formation des images est obtenue après collection, avec des détecteurs appropriés, de rayonnements réémis par la cible. Deux modes d'imagerie sont donc possibles :

- Mode à électrons secondaires : l'image est obtenue à partir des électrons, ionisés, de la matière suite à l'interaction inélastique avec les électrons du faisceau incident [8]. Les électrons secondaires sont émis dans une région superficielle et ont une faible énergie. L'image obtenue a un effet de volume ce qui permet d'étudier la morphologie de la surface.
- Mode à électrons rétrodiffusés : l'image est obtenue à partir des électrons incidents réémis suite aux collisions élastiques avec les atomes de la cible. Ils sortent des régions plus profondes avec un volume d'interaction à la forme d'une poire. Le taux d'émission de ces électrons est une fonction croissante du numéro atomique des atomes, l'image obtenue a un effet de surface avec un contraste chimique qui caractérise les variations locales du numéro atomique.

L'analyse des RX, caractéristiques de la matière, et des électrons Auger qui accompagnent la désexcitation des atomes bombardés par le faisceau permet une caractérisation qualitative et quantitative des différentes phases.

II.3.2.2. Caractéristiques techniques du MEB

Le microscope électronique à balayage utilisé est de type FEI Quanta 250 (figure II-11) équipé d'un spectromètre EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometry). Grâce à ces fonctionnalités innovantes, l'instrument ne nécessite qu'un seul outil pour compléter le travail effectué par plusieurs systèmes. Le MEB-EDX FEI Quanta 250 peut être utilisé en trois différents modes de vide : High vacuum ($< 6 \cdot 10^{-4}$ Pa), Low vacuum (10 à 130 Pa) et le mode ESEM (10-2600 Pa) pour les échantillons qui sont incompatibles avec le vide poussé. Dans notre cas, nous avons utilisé le mode de vide High vacuum.[7]

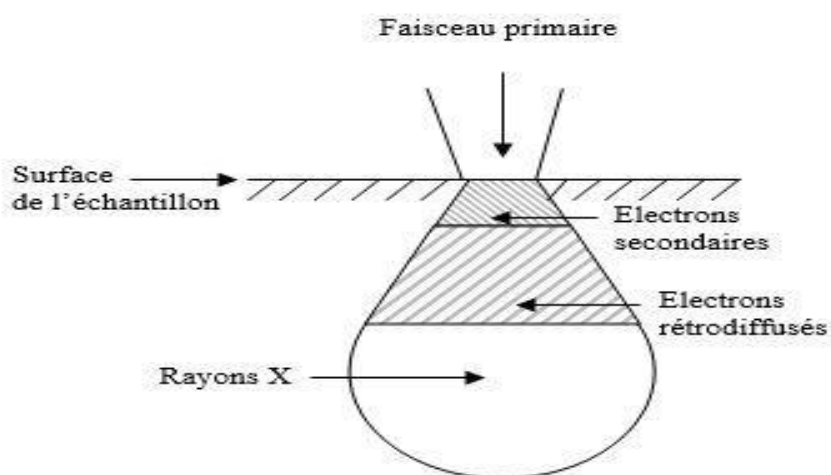


Figure II.9. Poire d'interaction électrons primaires / échantillon.

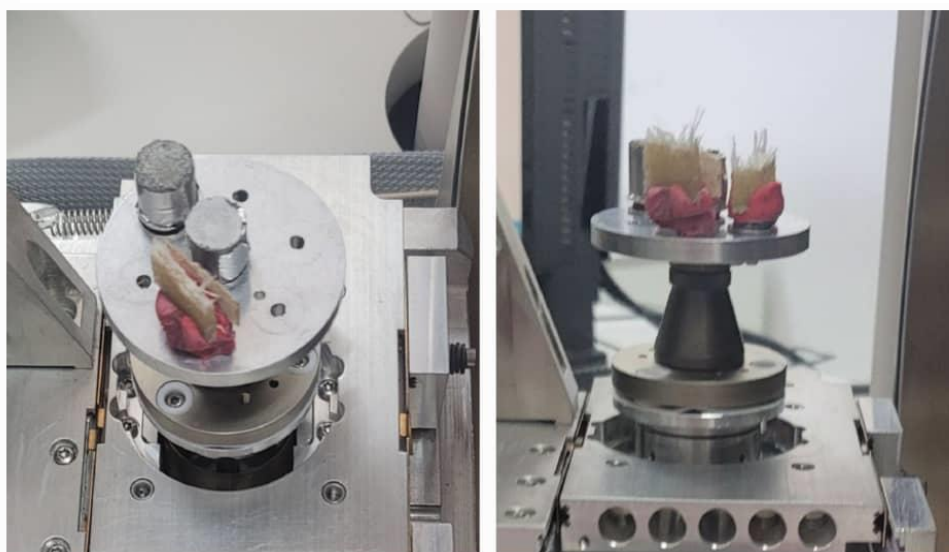


Figure.II.10. Prise photo de poire d'interaction électrons primaires / échantillon.



Figure II-11 : Microscope électronique à balayage (MEB) FEI Quanta 250.

II.3.3. Polissage mécanique

Le polissage mécanique par abrasion s'effectue en deux étapes principales dans des conditions métallographiques standard (le dégrossissage et le finissage) la première étape consiste à polir grossièrement la surface sur des papiers sablés (en SiC) en rotation à pouvoirs abrasifs décroissant set en présence d'eau. La seconde étape consiste à finir le polissage en appliquant la pièce sur des papiers de feutre en rotation en présence d'alumine:

- **Le dégrossissage** : il se fait avec des papiers abrasifs de grains de plus en plus fins. On a utilisé les papiers de numéro : (320, 600, 800, 1000, 1200, 2400, 4000), montés successivement sur un touret horizontal tournant à une vitesse constante. Le polissage se fait manuellement en tenant l'échantillon perpendiculaire, tout en le remuant dans le sens opposé à la rotation du plateau. Ceci est fait sous coulée d'eau pour éviter l'échauffement du substrat. Suivi à chaque fois d'un nettoyage de surface à l'eau (distillée) à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient griffer la surface.

Ce type de polissage permet d'éliminer qualitativement les impuretés qui adhèrent fortement et résistent en particulier à une attaque chimique. Il permet aussi de supprimer éventuellement tout endommagement de la surface. Notons qu'il faut éviter tout au long de cette opération, l'apparition de facettes sur les substrats. L'échantillon est séché par essuyage

avec papier absorbant après chaque polissage à papier différent.

- **Le finissage** : On termine le polissage des substrats par un polissage de précision en les frottant sur un disque de feutre sur lequel on projette l'alumine (Al_2O_3) en suspension dans l'eau.[8]



Figure II .12. Prise photo d'une polisseuse mécanique.

II.3.4. Attaque chimique

L'observation des échantillons en microscope optique nécessite une attaque chimique pour révéler sa microstructure, pour cela on a utilisé un réactif de Keller dont sa composition est la suivante :

- Acide fluorhydrique (HF, $d = 1,14$) : 03 %;
- Acide nitrique (HNO_3): 03 ml;
- Eau distillée : 97 ml.

La durée de l'attaque varie entre 5 et 15 secondes pour notre type d'alliages à base d'aluminium.[9]

II.3.5. Microscopie Optique (MO)

Après polissage et l'attaque chimique, nos échantillons sont envoyés pour l'observation de leurs microstructures afin de voir le changement de la taille des grains au niveau de chaque passe, pour cela on a utilisé un microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 W,

couplé à une caméra vidéo de type Leica (figure II.13) au laboratoire de Métallurgie et Mécanique au Centre de Recherche en Technologies industrielles CRTI). Les agrandissements utilisés sont x200 et x500.[3]



Figure II.13. Microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 WD.

II.3.6. Essai de microdureté

A l'inverse des essais de dureté usuels, les essais de micro-dureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers constituants. La micro-dureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivis durant les traitements thermiques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. Avant qu'on procède aux essais, il est nécessaire que les échantillons soient polis, La charge choisie est de 50 gf. L'objectif est de maximiser les écarts de tailles d'empreintes entre les différents états. Le test s'effectue pendant une durée de 10 secondes. Vickers HV est liée à la diagonale moyenne (d) de l'empreinte mesurée en μm et à la charge pondérale appliquée (F) en grammes ; elle se calcule par la relation suivante :

$$Hv = \frac{1,854F}{D^2} \quad (\text{II.3})$$

Où F est le niveau de la charge appliquée ; d est le diamètre de l'empreinte et d_m est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte[9] ; La figure (II.14) montre la dimension de l'empreinte et la formule de calcul de la dureté selon Vickers. [10]

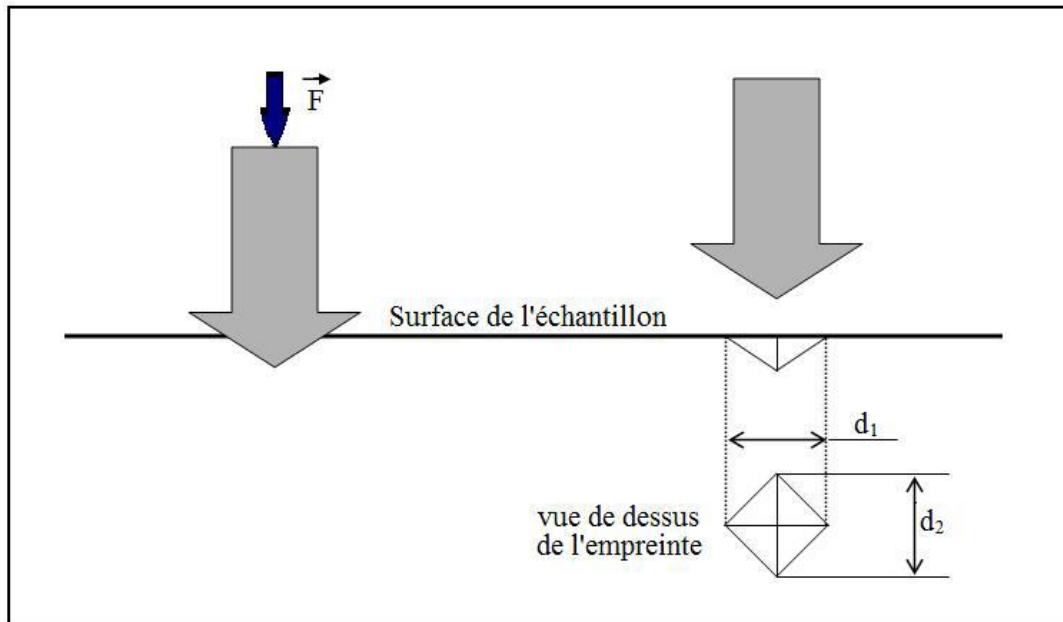


Figure II.14. Principe de l'essai Vickers.



Figure II.15. Le microduromètre utilisé pour nos essais type INNOVATEST.

II.3.7. Essai de corrosion

Les essais électrochimiques ont été réalisés à l'unité de recherche en matériaux émergents, dans le laboratoire de corrosion à l'URMM/centre de recherche en technologies industrielles. Les techniques électrochimiques permettent aussi d'obtenir des renseignements sur quelques paramètres de corrosion et des réactions militantes des phénomènes : diffusion, transfert de charge, formation d'un film protecteur...

II.3.7.1. Appareillage et procédures

Les essais électrochimiques ont été effectués à l'aide d'un potentiostat/galvanostat (type), pilotée par un micro-ordinateur doté d'un logiciel de corrosion (NOVA, Version 2.0) dans une cellule à trois électrodes, dans le laboratoire de corrosion à l'URMM/centre de recherche en technologies industrielles, (Figure II.16).[11]



Figure II.16. Photographie du potentiostat/galvanostat piloté par ordinateur.

II.3.7.2. Condition de travail

Avant chaque expérience, la cellule a été nettoyée à l'eau distillée. Tout le système est connecté à un ordinateur. Avant de réaliser les essais électrochimiques, l'électrode de travail est plongée dans l'électrolyte au potentiel en circuit ouvert pendant 30 minutes pour atteindre un état stable. Dans cette étude, on a réalisé des mesures potentiodynamiques avec une variation du potentiel de -250 mV à $+250$ mV par rapport au potentiel de corrosion, à une vitesse de balayage de $0,2$ mV/s et nous mesurons la densité de courant en fonction du potentiel. Pour

tracer les courbes, traiter et analyser les mesures électrochimiques, tous les résultats sont transférés du logiciel NOVA 2.0 à ORIGINE 6.0 (logiciel de traitement et d'analyse de données scientifiques).

La solution représentant l'électrolyte est préparée à partir de Chlorure de sodium solide (35gNaCl/1L H₂O).[11]

II.3.7.3. Courbes de polarisation

Les courbes de polarisation sont les tracés des courbes courant-tension, qui permettent l'étude d'un système dans un état approximativement équilibré thermodynamiquement ; par lesquelles on peut déterminer la valeur de la vitesse de corrosion et la densité du courant de corrosion pour chaque courbe d'alliage et d'une autre part peuvent appréhender la formation d'un film protecteur qui se présente sur les courbes par l'invariance du courant sur un large domaine de surtension appliquée. Les droites de Tafel sont réalisées comme le montre l'équation suivante :

$$\eta_a^A = b_a \log \frac{i}{i_0} \quad \text{et} \quad \eta_c^A = -b_c \log \frac{|i|}{i_0} \quad (\text{II-2})$$

Où :

η_a^A, η_b^A : La surtension anodique et cathodique : $\eta = E - E_{\text{corr}}(\text{V})$.

b_a : La pente de Tafel anodique (V/décade).

b_c : La pente de Tafel cathodique (V/décade).

i : La densité de courant.

i_0 : La densité de courant d'échange.[14]

II.3.7.3.1. Électrolyte

L'électrolyte utilisé est un milieu salin 3.5% NaCl (35g de NaCl par litre d'eau distillée) à température ambiante ($25 \pm 1^\circ\text{C}$), aéré normalement et avec agitation modérée $V=250$ tr/min.

II.3.7.3.1. Cellule électrochimique

La cellule électrochimique utilisée est une cellule classique à trois électrodes reliées au système par des câbles ; ces électrodes sont immergées dans l'électrolyte à température ambiante, à température ambiante et avec une agitation modérée (figure II.17.).

1. **Électrode de référence** : est une électrode au calomel saturé par KCl (ECS).
2. **Électrode de travail** : c'est l'échantillon à analyser, placée juste à proximité de l'électrode de référence.
3. **Contre électrode** : c'est une grille en platine.[5]

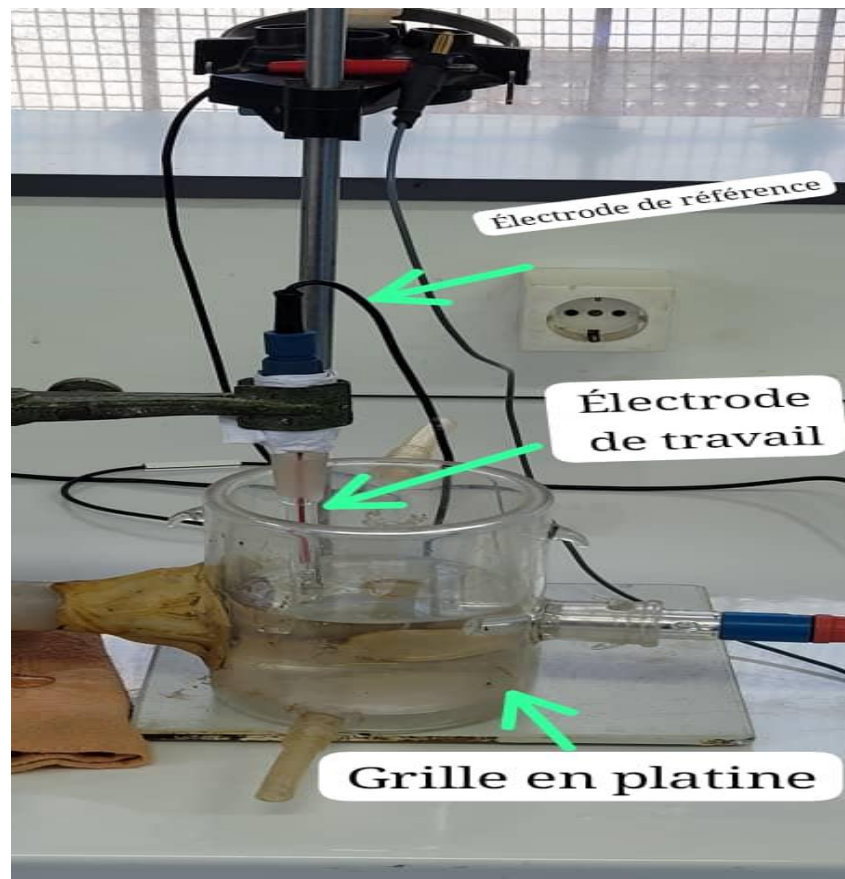


Figure.II.17. Photographie de la cellule à trois électrodes.

II.3.7.3.1. Détermination de la densité de courant de corrosion

Si on relie les deux demis plans (E_a) et (E_c) par deux pentes et dites droites de Tafel correspondant à η_a et η_c , l'intersection de ces deux pentes donne i_{corr} (Figure II.18). La relation suivante détermine la densité du courant de corrosion :[12]

$$i_{corr} = \left[\frac{b_a \cdot b_c}{2.3(b_a + b_c)} \right] \left(\frac{\Delta i}{\Delta E} \right) \quad (\text{II-3})$$

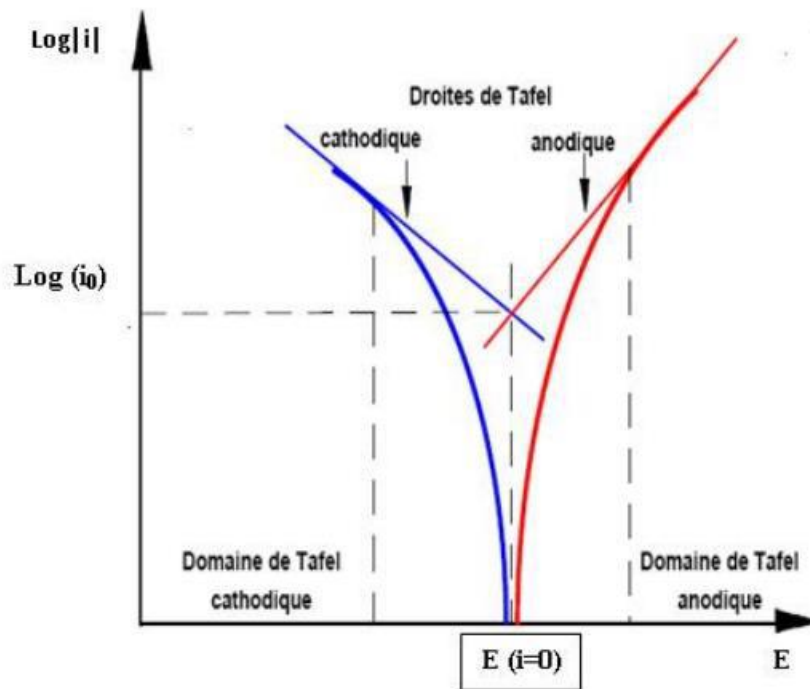


Figure.II.18. Courbe courant -tension donnant les droites de Tafel.

➤ Différents types de courbes de polarisation

- 1) Les deux électrodes sont impolarisables, l'intensité débitée par la pile dépend de la résistance du circuit.
- 2) La cathode est impolarisable, on dit que la pile fonctionne sous contrôle anodique.
- 3) L'anode est impolarisable, on dit que la pile fonctionne sous contrôle cathodique.
- 4) d) Les deux électrodes sont polarisables, on dit que la pile fonctionne sous contrôle mixte.
- 5) L'une des électrodes peut être passive. Elle se recouvre donc d'un film qui introduit une résistance au passage de courant, la pile fonctionne sous contrôle ohmique. L'intensité de courant de corrosion est faible. Dans la pratique, les courbes de polarisation les plus fréquentes sont celles qui correspondent à un contrôle cathodique.[13]

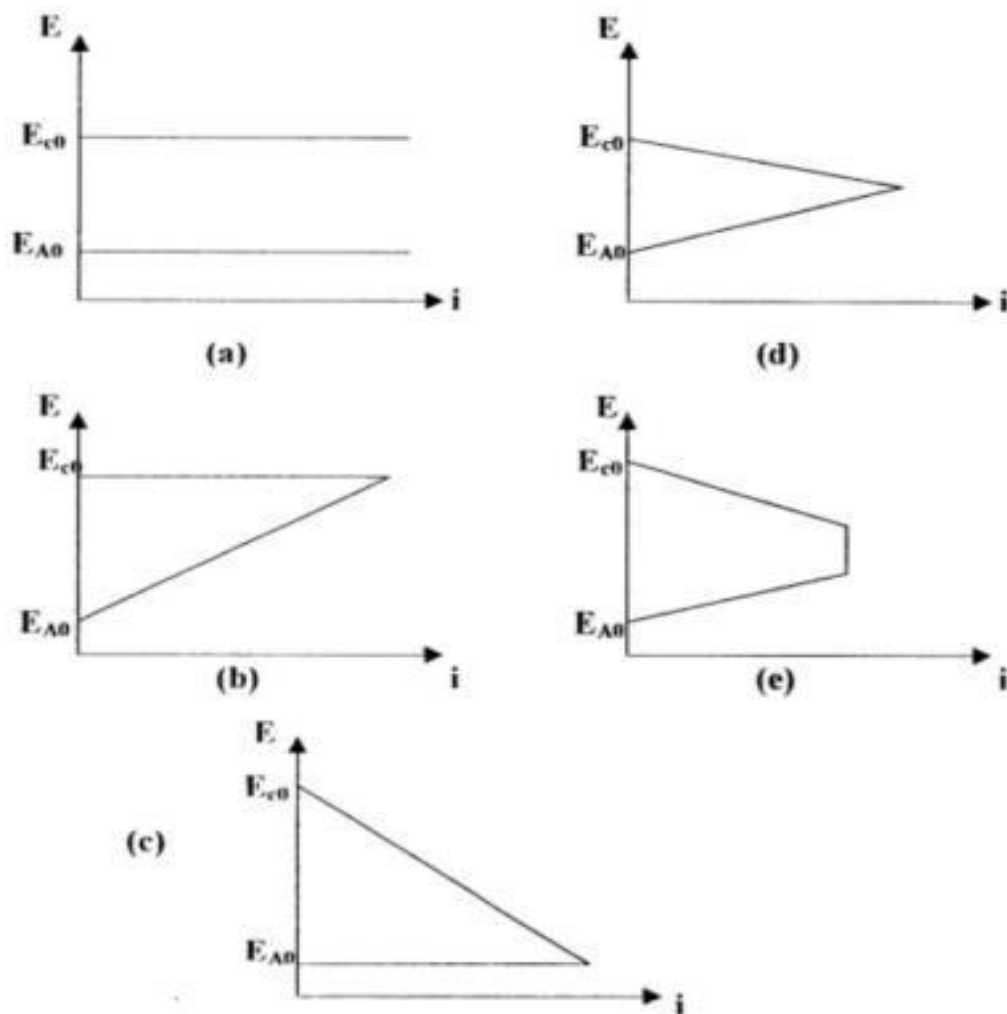


Figure.II.19. Principaux types de courbes de polarisation.[13]

Ces techniques stationnaires restent toutefois insuffisantes pour caractériser des mécanismes complexes, mettant en jeu plusieurs étapes réactionnelles et ayant des cinétiques caractéristiques différentes ; L'utilisation des techniques transitoires devient alors indispensable.

Références bibliographiques du chapitre II

Références bibliographiques du chapitre II

- [1] NASSI ISSAL, “Caractérisation microstructurale des alliages à base d’aluminium Al-Cr élaboré par fusion HF”.
- [2] P. Sp and Y. B. Soutenu, “Mémoire de Master Remerciements,” 2023.
- [3] I. Sofiane, K. Abdelmadjid, and D. Boualem, “Élaboration d ’ un biomatériau (CO , CR , W) par métallurgie des poudres et traitement de surface par plasma ionique,” vol. 1, pp. 27–31, 2016.
- [4] KHELOUI Kahina, “Thèse de Doctorat sur Synthèse des composés intermétalliques des métaux de transition et étude de leur application dans les matériaux composites Devant.”
- [5] I. RAHEB, “Elaboration et caractérisation microstructurale des alliages Aluminium-Cobalt,” 2019.
- [6] Abdelouahab Redjehta Thème, “Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodé position,” 2015.
- [7] Boutabba Mohamed Ali, “Etude microstructurale de l’alliage Al-10%Zn-5%Mg solidifié rapidement,” 2020.
- [8] K. Mourad, “Caractérisation de la réaction interfaciale entre une couche mince de tungstène et un substrat d’acier,” 2008.
- [9] S. Ali, “Caractérisation microstructurale d ’ un alliage d ’ aluminium 6063 déformé sévèrement par la technique ECAP,” 2017.
- [10] AHNIA Fatma, “Etude du comportement en milieu marin de couches Aluminium / Acier réalisés par projection à l ’ arc électrique,” ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE Ecole Doctorale Sciences de l’Eau et Développement Durable Sciences et Techniques de l’Environnement Laboratoire, 2010.
- [11] M. Khider, B. Facult, T. Fili, and K. N. Le, “Effet des traitements de vieillissement sur le

Références bibliographiques du chapitre II

- comportement électrochimique de l' alliage Al -Mg₃ (AA5754) dans une," pp. 2018–2019, 2019.
- [12] K. CHOUCANE épouse KAFI, "Élaboration et caractérisation de dépôts autocatalitiques type Ni-P et Ni-Zn-P alliages d'aluminium AU4G," El Harrach, ALGER, 2017.
- [13] V. C, "Corrosion de l'aluminium," *Ed. Dunod*, no. ISBN 2-10-006569-6, 2002.

Chapitre III

Résultats et Discussion

III.1. Discussion des résultats de diffractions des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique couramment utilisée pour identifier les phases présentes dans les matériaux en fonction des motifs de diffraction caractéristiques de chaque phase cristalline. Pour des alliages Al-40 Cr-10Co et Al-40 Co-10Cr les phases probables peuvent être prédites en tenant compte des diagrammes de phases des systèmes binaires et ternaires impliqués.

L'indexation des spectres de diffraction des rayons X est une technique utilisée dans divers domaines scientifiques pour analyser la composition et la structure des matériaux. La structure cristalline des alliages Al-Cr-Co peuvent présenter plusieurs phases cristallines. Les phases possibles doivent être connues ou déterminées au préalable à partir de la littérature scientifique ou de bases de données.

III.1.1. Diffractions des rayons X l'alliage Al-40Co-10Cr

Des logiciels comme X'Pert HighScore, JADE, ou Match peuvent faciliter l'indexation en comparant les spectres avec les bases de données et en proposant des indexations appropriées.

L'indexation des spectres XRD pour l'alliage Al-40Cr-10Co nécessite une méthodologie rigoureuse et souvent l'utilisation de logiciels spécialisés pour comparer les données expérimentales avec des bases de données. Une connaissance approfondie des phases possibles et de leurs structures cristallines est essentielle pour une indexation précise.

Dans notre travail de recherche nous avons utilisé le logiciel HighScore pour l'indexation des spectres de diffraction de rayon X.

La figure III-1 montre le diagramme de diffraction de rayons X de l'alliage ternaire Al-40Co-10Cr élaboré par frittage à phase solide.

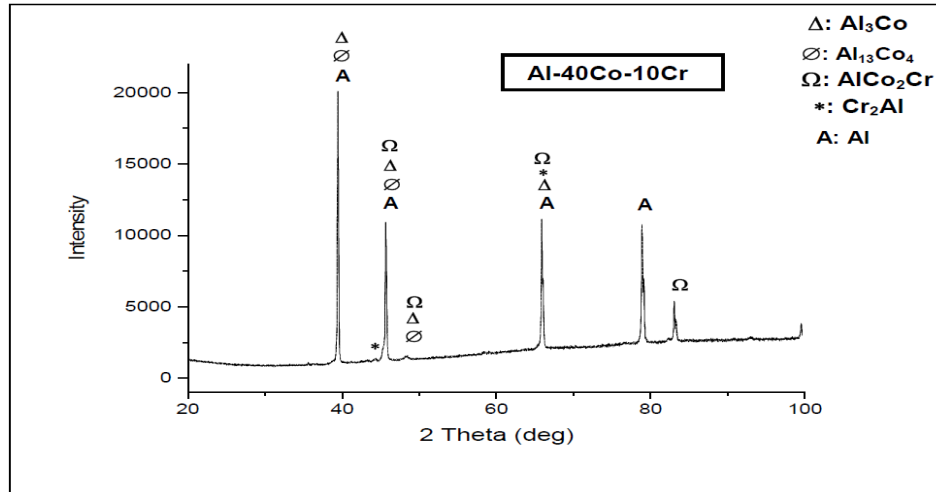


Figure III.1. Diagramme DRX de l'alliage Al-40Co-10Cr.

III.1.2. Diffractions des rayons X l'alliage Al-40Cr-10Co

Dans l'alliage de composition Al-40Cr-10Co, (Fig. III-1), la phase α Al apparaît dans le diffractogramme sa structure cubique à face centrées (CFC), les pics de diffraction caractéristiques sont situés à des angles 2θ de 38.5° , 44.7° , 65.1° , et 78.0° (correspondant respectivement aux plans (111), (200), (220), et (311), On observe l'apparition des phases intermétalliques $\text{Al}_{13}\text{Co}_4$, Al_3Co , AlCr_2 et la phase ternaire AlCo_2Cr

La phase intermétallique $\text{Al}_{13}\text{Co}_4$ est une phase intermétallique importante dans les alliages aluminium-cobalt. Sa structure cubique à faces centrées (cfc), connue pour ses propriétés spécifiques.

Le calcul des paramètres cristallins a de la maille du composé intermétallique $\text{Al}_{13}\text{Co}_4$ donne approximativement d'après l'équation de Bragg des valeurs de $13,4549 \text{ \AA}$ et la valeur théorique et environ 13.5 \AA . [1]

La phase Orthorhombique Al_3Co bien connue dans les alliages Al-Co. L'estimation de paramètres de maille pour la phase Al_3Co , on obtient : $\mathbf{a} = 6.123 \text{ \AA}$, $\mathbf{b} = 7.506 \text{ \AA}$, $\mathbf{c} = 4.880 \text{ \AA}$ et la valeur théorique et environ $\mathbf{a} = 6.14 \text{ \AA}$, $\mathbf{b} = 7.46 \text{ \AA}$, $\mathbf{c} = 4.90 \text{ \AA}$. [2]

La phase AlCr_2 est une phase intermétallique importante dans les alliages binaire Al-Cr. Elle apparaitre dans cet alliage avec une petit fraction volumique. Cette phase est connue pour ses

propriétés mécaniques et thermiques distinctes.[3] ainsi que pour sa structure cristalline spécifique de type orthorhombique.

L'estimation des paramètres de maille pour la phase AlCr_2 , on obtient : $a = 4.801 \text{ \AA}$, $b = 6.212 \text{ \AA}$, $c = 8.4038 \text{ \AA}$ et la valeur théorique et environ $a = 4.88 \text{ \AA}$, $b = 6.24 \text{ \AA}$, $c = 8.48 \text{ \AA}$. [4]

La phase ternaire AlCo_2Cr est un composé intermétallique caractérisé par : dureté élevée -bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion - stabilité thermique. Utilisée dans les alliages à haute température pour ses propriétés mécaniques et de résistance à l'usure.

Dans l'alliage de composition Al-40Cr-10Co, (Fig. III-2), le spectre de DRX révèle la présence des phases intermétalliques AlCr_7 , AlCr_2 et la phase ternaire AlCo_2Cr et la solution solide (Fcc) Al.

La phase Al_7Cr est une phase intermétallique présente dans certains alliages d'aluminium-chrome. Cette phase est connue pour ses propriétés uniques et sa structure cristalline spécifique de type monoclinique

Le calcul des paramètres cristallins a de la maille du composé intermétallique Al_7Cr donne approximativement des valeurs de : $a = 12.23 \text{ \AA}$ et $b = 8.54 \text{ \AA}$, $c = 14.45 \text{ \AA}$ et les valeurs théoriques et environ $a = 6.14 \text{ \AA}$, $b = 7.46 \text{ \AA}$, $c = 4.90 \text{ \AA}$. [5]

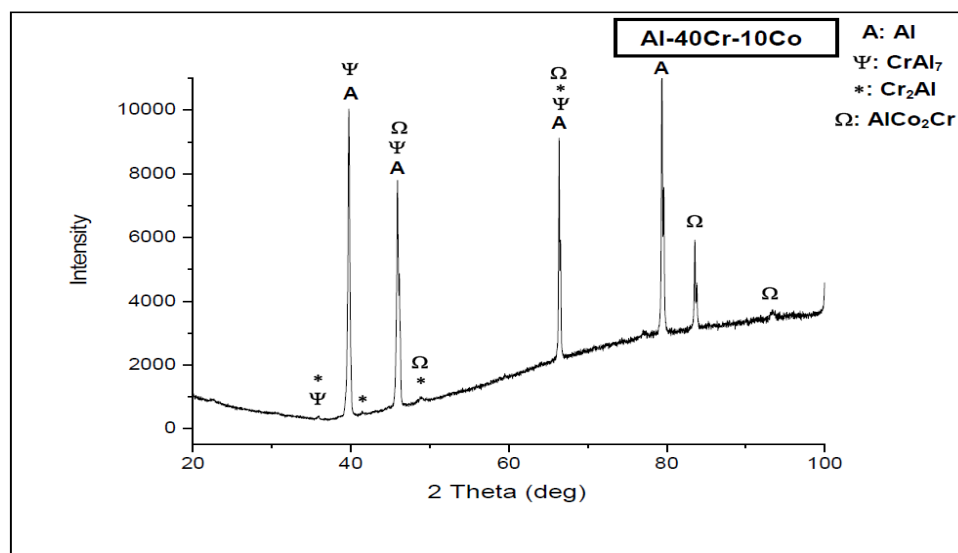


Figure III.2. Diagramme DRX de l'alliage Al-40 Cr10-Co

III.2. Observations optiques

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

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

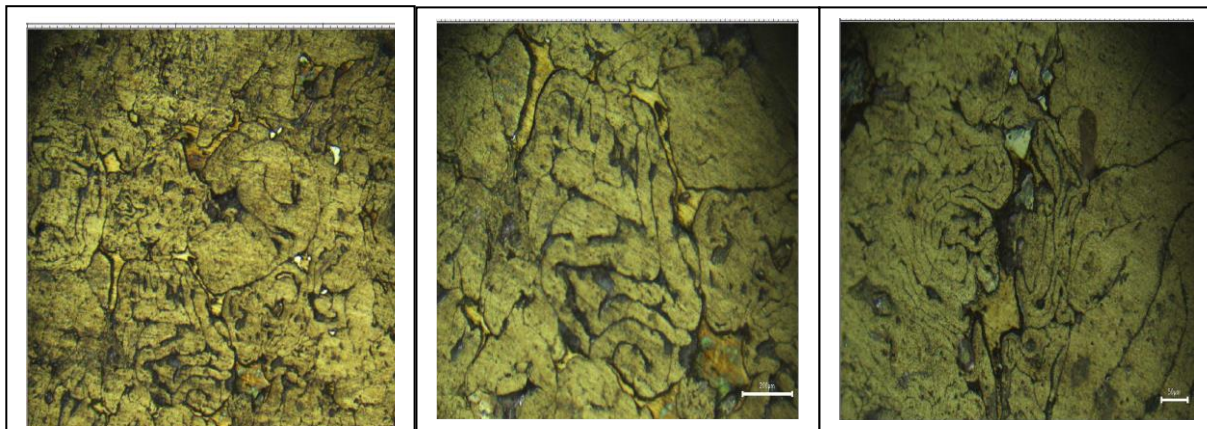
Pour ce genre d'examen, on a utilisé pour l'observation des surfaces des échantillons d'alliages Al-Co-Cr et Al-Cr-Co élaborés par frittage et après différents traitements appropriés un microscope optique.

III.2.1. Résultats des observations optiques

III.2.1.1. L'alliage Al-40Co-10Cr

L'échantillon à caractériser doit remplir certaines conditions telles que la planéité de la surface à observer pour que l'objectif en donne avec un 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.

La figure III-3 représente une métallographie microstructurale de l'alliage Al-40Co-10Cr.



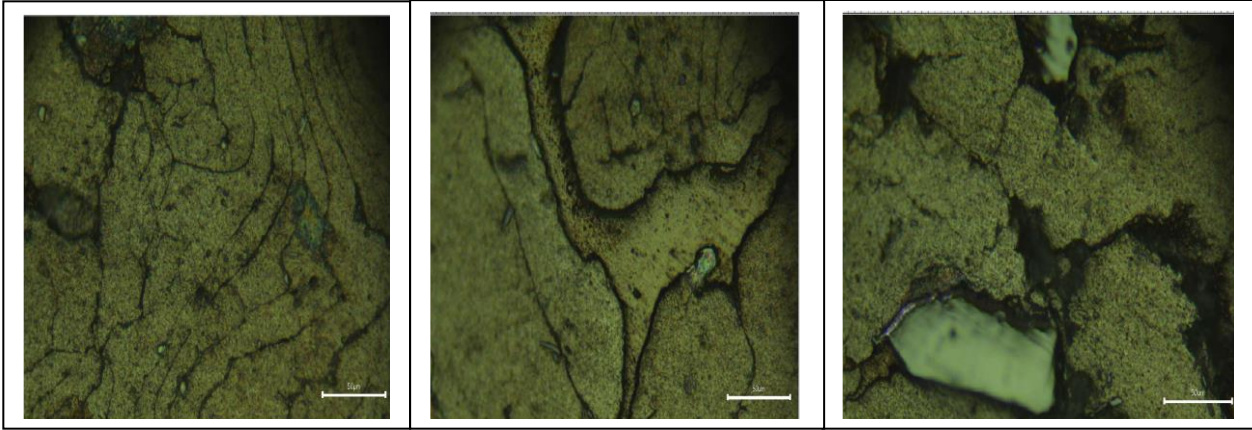
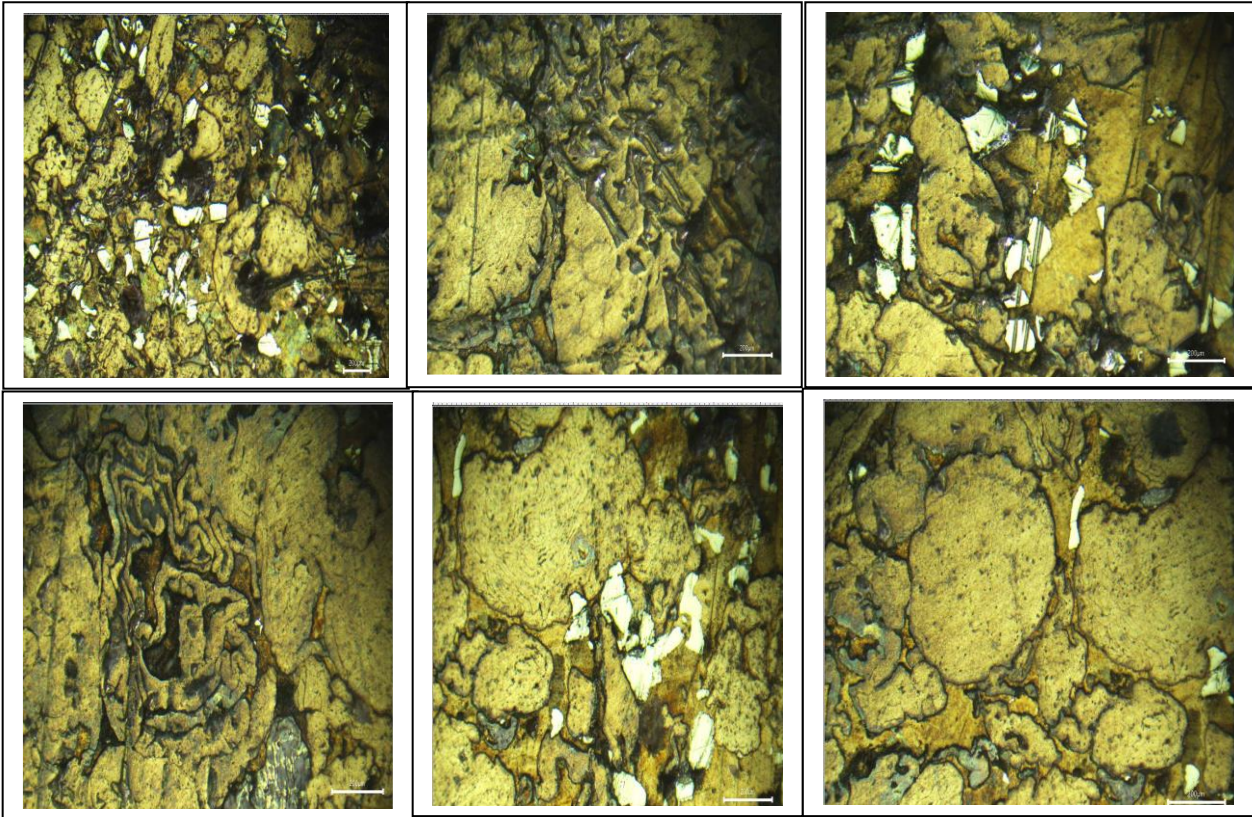


Figure III.3. Microscopie optique de l’alliage Al-40Co-10Cr

III.2.1.2 L’alliage Al-40Cr-10Co

Dans le cas du deuxième alliage préparé, la (figure III.4) montre les caractéristiques de la surface destinée.



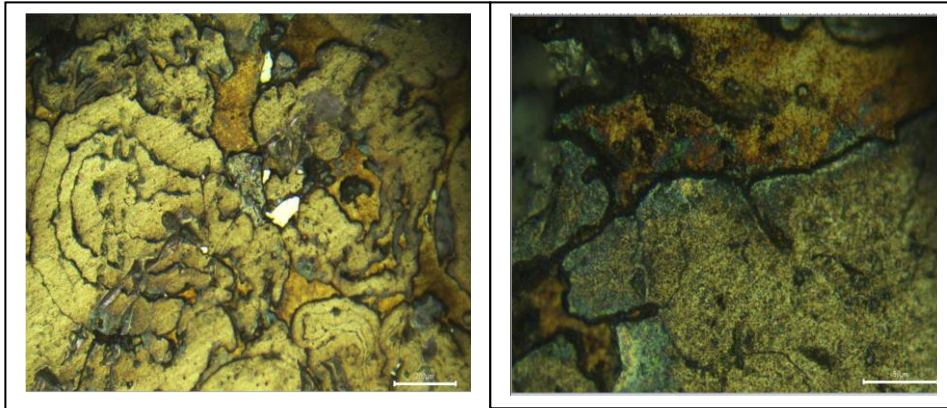


Figure III.4. Microscopie optique de l'alliage Al-40Cr-10Co

L'analyse des micrographies de microscopie optique des alliages étudiées Al-40Cr-10Co (40 % en poids de chrome, 10 % en poids de cobalt, et le reste en aluminium) et Al-40Co-10Cr. Peut révéler des informations précieuses sur sa microstructure. On observe la présence de l'aluminium solution solide dans les deux alliages élaborés est généralement représentée une matrice continue dans l'alliage. Les grains de la phase α (Al) sont souvent plus grands et dendritiques. Mais La présence de Cr et Co peut modifier la morphologie dendritique, en influençant la croissance des bras secondaires. et on remarque l'apparition des phases intermétalliques Cr_7Al et Al_3Co , $Al_{13}Co_4$ et les phases Cr_7Al , $AlCo_2Cr$ apparaitre dans les deux alliages.

Les phases peuvent être distribuées de manière homogène ou hétérogène. La distribution uniforme indique un bon mélange lors de la solidification et prennent différentes formes, sphériques et granuleuses.

III.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

L'étude de la morphologie de surface des alliages ternaire Al-Co-Cr et Al-Cr-Co élaborée par frittage a été réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB) et microscopie optique. Sur la base des micrographies on peut mettre en évidence l'évolution de microstructure des alliages étudiés.

III.3.1. L'alliage Al-40Co-10Cr

La figure (III.5) montre la morphologie de surface de l'alliage ternaire à base Al-40Co-10Cr dans déférent zone.

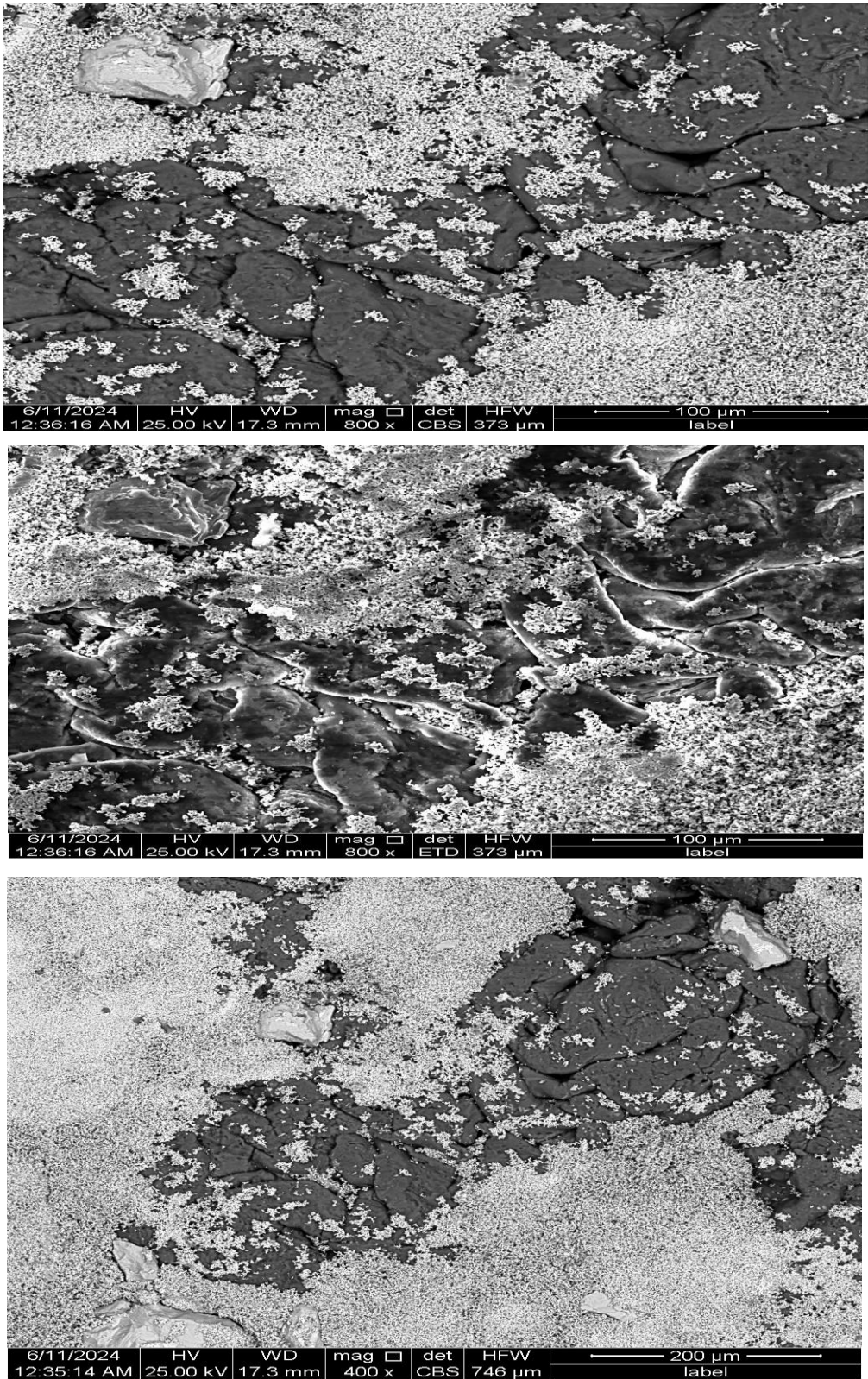


Figure III.5. Micrographie par MEB de l'alliage Al-40Co-10Cr.

III.3.2. L'alliage Al-40Cr-10Co

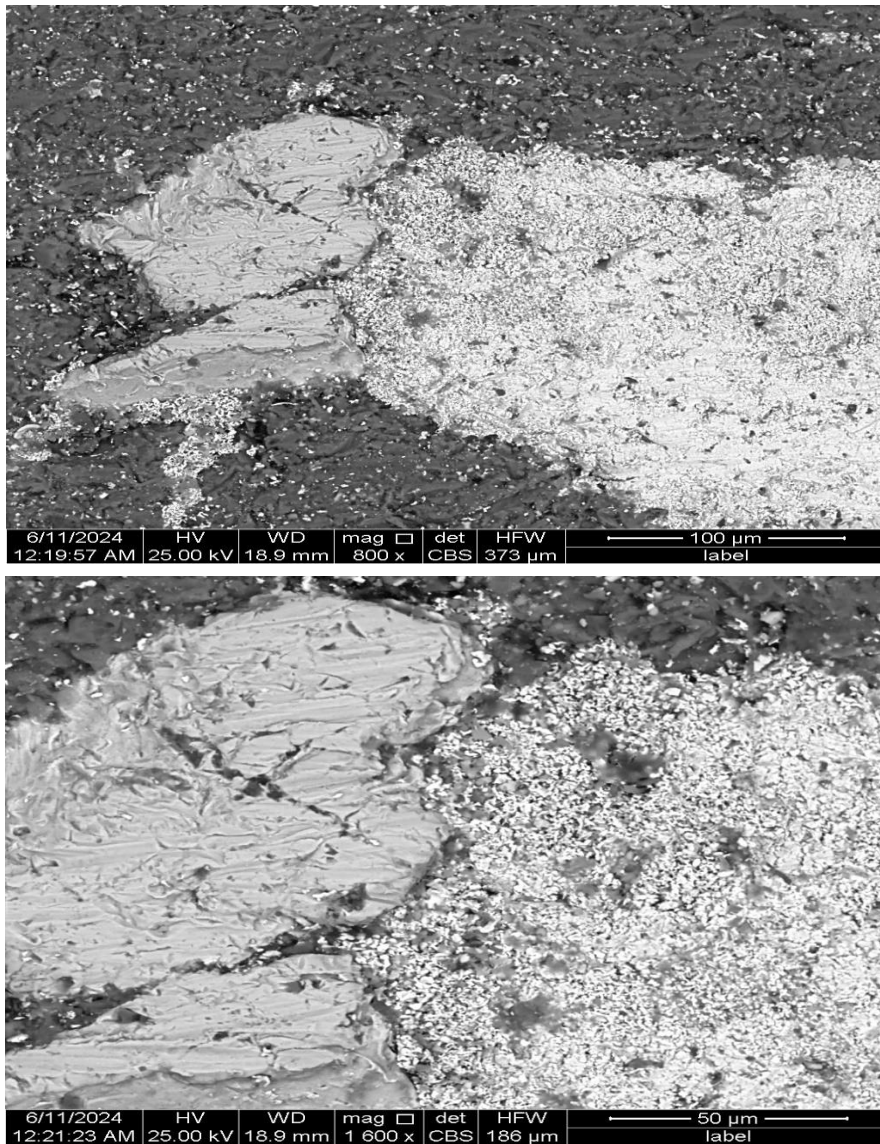


Figure III.6. Micrographie par MEB de l'alliage Al-40Cr-10Co.

L'interprétation des micrographies obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) des alliages élaborés par frittage à phase solide nécessite une analyse minutieuse de la morphologie, de la distribution des phases, et des caractéristiques microstructurales visibles dans les micrographies. En remarque différentes phases présentes en fonction de la morphologie des grains. La matrice d'aluminium pur présente souvent des grains polygonaux ou équiaxes et les précipités qui apparaissent souvent comme des particules plus sombres. [6 -7-8] ou plus claires dans la matrice.

Ces particules peuvent indiquer la présence de phases intermétalliques comme $\text{Al}_{13}\text{Co}_4$, Al_3Co , ou Cr_2Al , Cr_7Al et AlCo_2Cr .

Les phases les plus lourdes (plus riches en Cr ou Co) apparaissent généralement plus sombres dans les micrographies.

III.4. Mesures de dureté

Introduction

La dureté 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.[10]

III.4.1. Mesures de microdureté des alliages ternaires Al-Co-Cr

L'étude expérimentale des propriétés mécaniques des alliages ternaire à base Al-Co-Cr contribue à l'amélioration de leurs caractéristiques pour une large utilisation industrielle. Nous avons étudié la dureté par indentation Rockwell des alliages ternaire à base Al-Co-Cr élaborés par frittage à phase solide.[11]

Les mesures de dureté ont été effectuées, avec une charge de 200 gf et 50 gf, pour une application d'une durée de 10 secondes. La (figure III.7) montre l'empreinte laissée après retrait de l'indenteur.

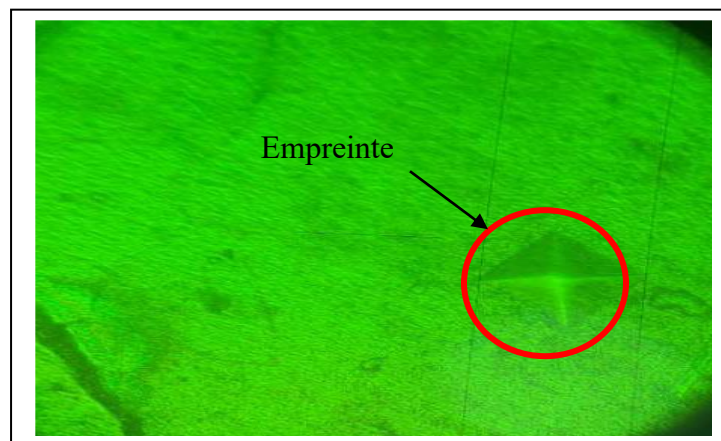


Figure III.7. Empreinte d'indentation Rockwell dans l'alliage Al-40Co-10Cr.

La figure III.8 montre l’empreinte dans la surface de l’échantillon d’alliage Al-40Co-10Cr

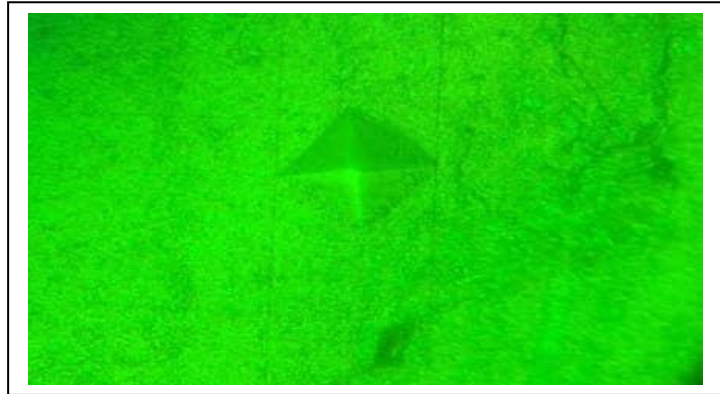


Figure III.8. Empreinte d’indentation Rockwell dans l’alliage Al-40Cr-10Co

Nous avons réalisé trois à quatre mesures et la valeur moyenne représentera la microdureté Rockwell des l’alliages Al-Cr-Co élaborée par frittage. La figure III.- montre l’évolution de la microdureté Rockwell pour les différents alliages étudiées, a permis de déterminer les variations de celle-ci en fonction de la teneur en cobalt dans les alliages[12]. On peut constater d’après les courbes expérimentales d’évolution de la microdureté obtenues que celle-ci diminue avec la composition en cobalt. L’addition de cobalt à l’aluminium et chrome avec petit quantité renforce les propriétés mécaniques de celui-ci d’où l’utilisation des alliages comme structures légères et solides dans différentes applications industrielles tels que l’aéronautique, l’automobile.

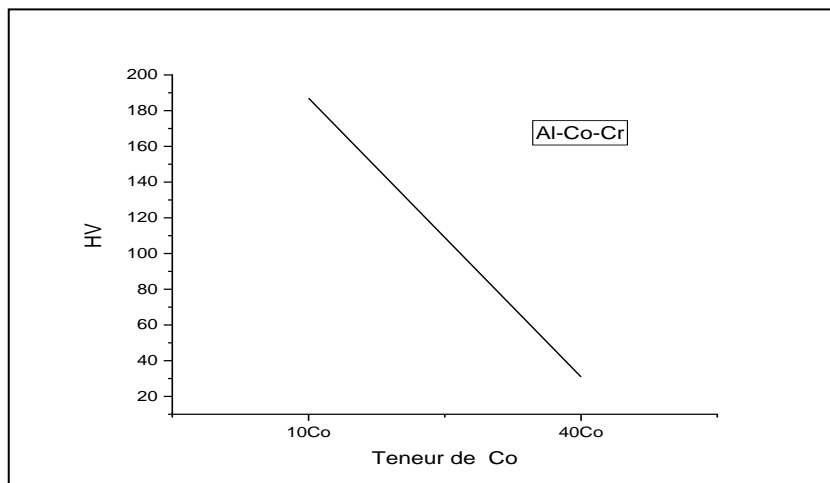


Figure.9. Microdureté HV des alliages Al-Co-Cr en fonction de la teneur de Co.

En contraire l’augmentation de la teneur de chrome dans les alliages ternaire Al-Co-Cr donne un bon état des propriétés mécaniques et une dureté plus élève et la présence phase

intermétallique AlCr_2 offre une bonne résistance mécanique et dureté, ce qui la rend utile dans des applications nécessitant des matériaux. [13-14]

Les phases intermétalliques donnent une microdureté plus élevée des alliages métalliques et dans notre travail les alliages élaborés par frittage conservent plusieurs phases intermétalliques.

Références bibliographiques du chapitre III

Références bibliographiques du chapitre III

[53] ICDD 1997 carte N° 04-0387

[1] ICDD 1997 carte N° 05-0608

[2] ICDD 1997 carte N° 15-0461

[3] M. Palm, L.C. Zhang, F. Stein, G. Sauthoff, *Intermetallics* 10 (2002), p. 553

[4] ICDD 1997 carte N° 03-0600

[5] ICDD 1997 carte N° 12-0469

[6] ICDD 1997 carte N° 03-0600

[7] Dinsdale, A., *CALPHAD*, 1991, 15, 317.

[8] Sundman, B., Jansson, B. and Anderson, J.-O., *CALPHAD*, 1985, 9, 153. [9]

[9] Esin, Y. O., Bobrov, N. P., Petrushevskii, M. S. and Gel'd, P. V., *Russ. Metall.*, 1974, 5, 86.

[11] Kubashewski, O. and Dench, W. A., *Acta metall.*, 1955, 3, 339.

[12] Schuster, J. C. and Ispier, H., *Z. Metallk.*, 1990, 81, 389.

[13] Bumps, E. S., Kessler, H. D. and Hansen, M., *Trans. Am. Inst. Min. Engrs*, 1952.

Conclusion

Générale

Conclusion générale

Conclusion générale

Le présent travail a porté sur l'étude de la microstructure du système d'alliages ternaire Al-Co-Cr. Deux échantillons Al-40Co-10Cr et Al-40Cr-10Co ont été élaborés par frittage à phase solide à partir des poudres de l'aluminium et de Cobalt et Chrome 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 observations de microscopie électronique à balayage (MEB) de dureté par indentation Rockwell ont permis de déterminer des caractéristiques microstructurales du système d'alliages ternaire Al-Co-Cr.

La recherche de toutes les phases des composés intermétalliques dans les alliages ternaire Al-Co-Cr à partir du diagramme de phase et des logiciels HighScore et les fiches ASTM a permis d'identifier la microstructure et donner l'évolution microstructurale dans les alliages. Dans le côté riche en cobalt par rapport au chrome (l'alliage Al-40Co-10Cr), la phase intermétallique $Al_{13}Co_4$ (CFC), Les phases orthorhombiques Al_3Co et $AlCr_2$ apparaissent comme phases prédominantes dans cet alliage. On observe aussi la formation de phases ternaires dans les deux alliages élaborés, la phase solution solide d'aluminium est représentée la matrice.

Nous avons estimé les paramètres cristallins des phases métalliques à partir de la relation de Bragg, on obtient des résultats plus proches des autres recherches scientifiques.

La corrélation entre l'évolution microstructurale des alliages ternaire Al-Co-Cr à partir des spectres DRX et la morphologie de surface observée au microscope électronique à balayage (MEB) et microscope optique montre l'existence dans les alliages Al-40Co-10Cr et Al-40Cr-10Co les phases intermétalliques $Al_{13}Co_4$ et Al_3Co et $AlCr_2$ et la matrice de l'aluminium avec des morphologies dendritiques et globulaires.

La solution solide αAl est la phase prédominante dans les deux alliages avec des fractions volumiques plus importantes.

La microdureté Vickers des alliages Al-Co-Cr élaborés par frittage montre que l'alliage qui contient des quantités de chrome élevées donne une dureté plus élevée. L'évolution de la microdureté montre que celle-ci augmente avec la teneur en chrome la microdureté croît

Conclusion générale

linéairement avec la teneur en Cobalt témoignant de l'homogénéisation des alliages par le traitement thermique.

Un complément d'analyse par MET, et DSC et essai de corrosion est nécessaire pour l'étude des caractéristiques microstructurales des alliages ternaire Al-Co-Cr élaborés par frittage.