



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE



MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE SAAD DAHLEB BLIDA -1-
INSTITUT D'AERONAUTIQUE ET DES ETUDES SPATIALES

Mémoire de fin d'études

En Vue De L'obtention Du Diplôme De Master En Aéronautique

Thème

ELABORATION ET CARACTERISATION D'ALLIAGE $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$
PAR MECHANOSYNTHESE

Département De Construction Aéronautique
Spécialité : Structures Aéronautiques

Présenté par :

Étudiant : M. BEGHADADI MOHAMED

Encadreur : M. ABADA ABDERAHIM

Année universitaire : 2021 / 2022

Remerciements

Au nom d'Allah, le plus généreux et le plus
miséricordieux.

Nous louons et remercions Allah, Seigneur des
Mondes, pour Sa grandeur et pour nous avoir donné
La force, le courage et la patience pour accomplir
ce travail.

Deuxièmement, nous tenons à remercier notre
directeur de thèse, M.Abada Abderahim , pour ses
Précieus conseils et son aide pendant toute la
durée du travail.

Nos sincères remerciements vont également aux
membres du jury pour l'intérêt porté à notre recherche

Et la volonté de revoir notre travail et
l'enrichissement de leurs propositions.

Enfin, nous tenons à remercier tous ceux qui ont
participé à ce travail.

Merci à tous.

Dedicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mon père qui m'a toujours soutenu

Ma mère qui était toujours derrière moi

*A mes grand-mères, la source de tendresse,
d'affection et d'Amour éternel*

*A toute la famille BEGHDADI et la famille
BENSMIRA sans exception et tous mes
amis(djalil,hakim,hamdi,imed,saber,saleh et amine) et
mes camarades ceux que j'ai passés des magnifiques
moments et à tous les professeurs que j'ai rencontrés
pendant mon cursus universitaire et scolaire.*

Table des matières

Remerciements	i
Dédicace	ii
Table des matières	i
Appendice liste des symboles	vi
Liste des figures	viii
Liste des Tableaux.....	xi
Resumé	xiii
Introduction générale.....	xiv

CHAPITRE I : REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Introduction.....	2
I.2 Définition des nanomatériaux.....	2
I.3 Historique des nanomatériaux.....	3
I.4 Types de matériaux nanostructures.....	3
I.5 Classification des nanomatériaux.....	4
I.6 Différents défauts structuraux.....	5
I.7 Voies de synthèse des nano particules.....	7
I.8 Elaboration des nanomatériaux.....	8
I.8.1 Dépôt physique en phases vapeurs	8
I.8.2 Spray conversion procession	9
I.8.3 Pulvérisation	9
I.8.4 Condensation des gaz inertes	9
I.8.5 Processus sol-gel :	9
I.8.6 Synthèse mécano chimique	9
I.8.7 Cristallisation des rubans amorphes	9
I.8.8 Broyage mécanique	9
I.9 Elaboration par mécanosynthèse.....	10
I.9.1 Généralité sur la mécanosynthèse	10
I.9.2 Historique de la mécanosynthèse.....	11
I.9.3 Principe de la mécanosynthèse.....	11
I.10 Broyage à haute énergie	12

I.10.1. Les broyeurs planétaires	13
I.10.2. Les broyeurs attriteurs	14
I.10.3. Les broyeurs vibratoires	14

CHAPITRE II : TECHNIQUE D'ELABORATION ET CARACTERISATION.

II.1 Titanium.....	20
II.1.1 Historique du titane.....	20
II.1.2 Propriétés du titane.....	20
II.1.3 Application de l'alliage de titane dans l'industrie aéronautique.....	21
II.2 Aluminium.....	24
II.2.1 Historique de l'aluminium	24
II.2.2. Propriétés de l'aluminium	24
II.2.3. Alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie aéronautique.....	26
II.3 vanadium.....	27
II.3.1. Historique du vanadium	27
II.3.2. Propriétés du vanadium.....	27
II.3.3. Utilisation du vanadium.....	28
II.4 Principales familles d'alliages de titane	29
II.5 Propriété mécaniques du titane Ti-6Al-4V en fusion sur litde poudres	31
II.6 Techniques d'élaboration.....	33
II.6.1 Conditions d'élaboration	33
II.6.2 Les paramètres du broyage.....	34
II.6.3 Le broyeur utilisé	35
II.6.4 Principe de fonctionnement	37
II.6.5 paramètres du broyage	38
II.6.6 La pesée des matières premières.....	38
II.6.7 Les jarres et les billes utilisées	39
II.6.8 atmosphère de broyage	39
II.6.9 Vitesse de broyage	40
II.7 Techniques de caractérisation	41
II.7.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB)....	41
II.7.2 Caractéristiques du MEB.....	42
II.7.3 Principe et description du dispositif	42

II.7.4 La diffraction de rayons X (DRX)	45
II.7.5 Détermination de la taille des cristallites.....	49

CHAPITRE III : TECHNIQUE D'ELABORATION ET

III Caractérisation structurale par DRX.....	52
III .1 Procédure d'identification des phases.....	52
III.2 Les phases présentes dans l'alliage $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ et leur évolution.....	59
III.3 Synthèse et étude microstructurale du TiAlV.....	70
III.4 Cartographie de l'alliage TiAlV.....	75
Conclusion générale.....	76
Reference bibliographiques	i

APPENDICE LISTE DES SYMBOLES

- σ Contrainte minimale nécessaire pour déformer plastiquement un matériau.
- σ_0 Contrainte initiale
- K** Constantes dépendant du matériau
- D** Taille moyenne des grains
- Ω Vitesse du plateau et des jarres
- CC** Cubique centrée.
- CFC** Cubique à face centrée.
- Hc** Hexagonal compacte.
- D.R.X** Diffraction aux rayons-X.
- M.E.B** Microscope électronique à balayage.
- EDS** Analyse dispersive en énergie.
- Vg** Fraction volumique d'atome
- e** L'épaisseur effective moyenne de la zone d'influence du joint de grain
- CVD** Dépôt chimique en phase vapeur.
- a** Paramètre de la maille.
- C** Paramètre de la maille
- λ_x La longueur d'onde des rayons-X

- d_{hkl}** La distance inter réticulaire d'une famille de plan
- d_0** La distance inter réticulaire
- $\Delta 2\theta$** La variation de position du pic.
- $\Delta 2\theta_0$** La variation de position du pic de référence. ngle d'incidence.
- ϵ_x** La déformation de la maille
- M.A** Mécanosynthèse (Mechanicalalloying).
- Ω_1** Vitesse angulaire du jarre.
- Ω_2** Vitesse angulaire du plateau
- F_r** Force centrifuge due à la rotation du plateau.
- F_p** Force centrifuge due à la rotation du bol.
- R.M.B** Rapport masse billes sur masses poudres
- p** La charge appliquée
- F_{max}** Force maximale

Liste des figures

Chapitre I

Figure (I.1): Représentation schématique d'une nanostructure 3D, où les grains cristallisés (en blanc) sont liés par des joints de grains (en gris) possédant un ordre topologique et chimique différent.....	4
Figure (I.2): Types de nanomatériaux répertoriés en fonction de la dimension de la phase ou des phases nanométriques.....	4
Figure (I.3): les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité.....	6
Figure(I.4) : Proportion des atomes.....	7
Figure (I.5): Approche ascendante et approche descendante.....	8
Figure (I.6) : Schéma montrant l'effet de la mécanosynthèse sur les particules et les grains.....	10
Figure (I.7) : Schéma du principe de broyage à haute énergie–Alternance entre déformation plastique, fracture et collage [22]	12
Figure (I.8) : Schéma du broyeur planétaire	13
Figure (I.9): Schéma d'un broyeur de type attriteur.....	14
Figure(I.10) : Broyeur vibratoire spex 8000.....	15

Chapitre II

Figure (II.1): Usage of various materials in the Boeing 787 Dreamliner (Katunin et al. 2017; Rosato 2013.....	22
Figure (II.2): formage à chaud des tôles de titane dans l'industrie aérospatiale. Matec.....	23
Figure (II.3): 17 Température de fonctionnement des alliages de titane.....	23
Figure (II.4): Un grand fournisseur de tôles d'aluminium pour avions en Chine Alliage d'aluminium pour avions .7068 (2).....	26
Figure(II.5) : Vanadium pur.....	28
Figure (II.6): Cristallographie du titane pur.....	29

Figure (II.7): Les résultats de simulation des transitions de phase des phases α et β dans les alliages de titane avec une température croissante (4).....	30
Figure (II.8): Diagramme binaire titane-aluminium, en rouge: la position de l'alliage Ti-6Al-4V	32
Figure (II.9): Broyeur planétaire type RETSCH PM400.....	36
Figure (II.10): Présentation schématique du mouvement du plateau et les jarres..	37
Figure (II.11): Broyeur à billes planétaire.....	38
Figure (II.12): Schéma représentant les forces exercées sur la jarre.....	38
Figure (II.13): Microbalance en quartz.....	40
Figure (II.14): Boite à gants.....	41
Figure(II.15) : microscopie electronique a balayage-meb.....	42
Figure (II.16): Répartition des particules émises sous l'impact faisceau. (Poire de diffusion)	44
Figure (II.17) : Photographie du diffractomètre de type Philips X'Pert Pro en configuration de Bragg-Brentano.....	47
Figure (II.18) : illustre le principe de la Loi de Bragg	48
Figure (II-19) : Le porte-échantillon.....	49

Chapitre III

Figure (III.1) : Détermination du bruit de fond.....	53
Figure (III.2) :(a): Les paramètres établis pour la recherche des pics.	
(b) : Représentationschématique d'un pic	53
Figure (III.3): Le diffractogramme calculé après la recherche des pics en	54
Figure (III.4): le rapprochement entre les deux profils par la fonction « fit profilé »..	55
Figure (III.5): (a) Le tableau périodique qui permet le choix des éléments probables. (b) Liste des phases candidates.....	56
Figure (III.6) : (a) :les paramètres de maille.....	57
(b) : liste des pics	58

Figure (III.7) : Diffractogrammes aux rayons-X du mélange de poudre de TiAlV durant le présente les schémas XRD de la poudre $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ avant et après 10, 20, 40, 60, 80 heures de fraisage.....	59
Figure (III.8) : déplacement des pics après broyage.....	60
Figure (III. 9): Diffractogramme X de la poudre initiale $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ utilisé (0h).....	62
Figure (III.10): Diffractogramme des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ obtenu après 10h de broyage.....	63
Figure (III.11): Diffractogramme des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ obtenu après 20h de broyage.....	64
Figure (III.12): Diffractogramme des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ obtenu après 40h de broyage.....	65
Figure (III.13): Diffractogramme des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ obtenu après 60h de broyage.....	66
Figure (III.14): Diffractogramme des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ obtenu après 80h de broyage.....	67
Figure (III.15) : Évolution de la taille des cristallites TiAlV en fonction du temps de broyage.....	68
Figure (III.16) : Évolution la contrainte de réseau du TiAlV en fonction du temps de broyage.....	69
Figure. (III.17) : Paramètres de maille de l'alliage TiAlV nanostructuré déterminé à différents temps de broyage.....	70
Figure (III.18): Morphologie de la poudre de TiAlV en fonction du temps de broyage: (a) 0 h, (b) et (c) 20h.....	71
Figure (III.19): Morphologie de la poudre de TiAlV en fonction du temps de broyage: 10 h, (d) 40h, (e) 60 and (f) 80 h.	72
Figure (III. 20): Analyse quantitative du TiAlV en fonction du temps de broyage 0h,40h et 80h.....	73
Figure (III. 21): Cartographie de l'alliage TiAlV broyé durant le défèrent temps broyage,0h, 40h et 80h.....	75

Liste des Tableaux

Chapitre I

Tableau (I.1) : Grandeurs caractéristiques des trois broyeurs de laboratoire.....	16
--	----

Chapitre II

Tableau (II.1) : Propriétés du titane.....	21
Tableau (II.2) : Propriétés de l'aluminium.....	25
Tableau (II.3): Propriétés du vanadium.....	28
Tableau (II.4): Composition chimique du titane Ti-6Al-4V d'après la norme ASTM F2924.....	32
Tableau (II.5): Propriétés physiques de l'alliage TiAlV.....	33
Tableau (II.6): : Les paramètres d'élaborations.....	37

Chapitre III

Tableau (III.1) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 0 h de broyage.....	63
Tableau (III.2) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 10 h de broyage.....	64
Tableau (III.3) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages à 20 h de broyage.....	65
Tableau (III.4) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 40 h de broyage.....	66
Tableau (III.5) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a60 h de broyage.....	67
Tableau (III.6) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages à 80 h de broyage.....	68

Résumé

Le but de cette étude est de fabriquer un alliage nanostructuré de type $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{X}_{20}$ en utilisant de la poudre de titane, de l'aluminium et du vanadium pur, où X représente le vanadium (V). Nous avons mélangé ces poudres dans un broyeur mécanique à haute énergie contenant des particules métalliques pendant plusieurs temps différents, allant de 10 à 80 heures. Les structures morphologiques et les propriétés mécaniques structurelles de ces alliages ont été étudiées par des expériences au microscope électronique, aux rayons X et à l'échelle nanométrique. Dans un deuxième temps, nous avons étudié l'effet du temps de broyage sur ces propriétés. Grâce aux résultats, l'examen des propriétés structurelles a montré que pendant le broyage mécanique, le volume moyen des cristaux a diminué de 49 nm à 6,02 nm, tandis que la pression rétinienne des cristaux a augmenté de 0,15 % à environ 0,89 %. En outre, nous avons constaté que les propriétés mécaniques des mélanges de nano- $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{V}_{20}$ dépendent fortement de la structure et de la taille des cristaux des nouveaux matériaux produits au cours du processus de broyage mécanique.

Mots Clés :

Matériaux nanostructurés, Mécanosynthèse, propriété microstructurale et morphologique, propriété mécanique.

Absract

The purpose of this study is to fabricate a nanostructured $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{X}_{20}$ type alloy using titanium powder, aluminum and pure vanadium, where X represents vanadium (V). We blended these powders in a high-energy mechanical grinder containing metal particles for several different times, ranging from 10 to 80 hours. The morphological structures and structural mechanical properties of these alloys were investigated by electron microscope experiments, X-ray and nanoscale experiments. In the second stage, we investigated the effect of milling time on these properties. Through the results, examination of the structural properties showed that

during mechanical grinding, the average crystal volume decreased from 49 nm to 6.02 nm, while the crystal retinal pressure increased from 0.15% to approximately 0.89%. Furthermore, we found that the mechanical properties of nano- $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{V}_{20}$ mixtures are highly dependent on the crystal structure and crystal size of the new materials produced during the mechanical milling process.

Keywords:

Nanostructured materials, mechanical alloying, micro-structural and morphological properties, Nano-indentation

ملخص

الغرض من هذه الدراسة هو تصنيع سبائك نانوية $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{X}_{20}$ النوع باستخدام مسحوق التيتانيوم والألومنيوم والفاناديوم النقي، حيث يمثل X الفاناديوم (V). قمنا بخلط هذه المساحيق في مطحنة ميكانيكية عالية الطاقة تحتوي على جزيئات معدنية لعدة مرات مختلفة، تتراوح من 10 إلى 80 ساعة. تم فحص الهياكل المورفولوجية والخصائص الميكانيكية الإنشائية لهذه السبائك من خلال تجارب المجهر الإلكتروني وتجارب الأشعة السينية والنانوية. في المرحلة الثانية، قمنا بالتحقيق في تأثير وقت الطحن على هذه الخصائص. من خلال النتائج، أظهر فحص الخصائص الهيكلية أنه أثناء الطحن الميكانيكي، انخفض متوسط حجم البلورة من 49 نانومتر إلى 6.02 نانومتر، بينما زاد ضغط الشبكة البلوري من 0.15% إلى حوالي 0.89%. علاوة على ذلك، وجدنا أن الخصائص الميكانيكية للمخاليط nano- $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{V}_{20}$ تعتمد بشكل كبير على الهيكل البلوري والحجم البلوري للمواد الجديدة المنتجة أثناء عملية الطحن الميكانيكية.

الكلمات المفتاحية:

المواد ذات البنية النانومترية، الطحن الميكانيكي، لخصائص المورفولوجية البنوية؛ الخصائص الميكانيكية

Introduction générale

Introduction générale

Depuis plusieurs décennies, les alliages intermétalliques TiAlV font l'objet d'un développement important pour des applications structurales à haute température. À l'origine, ils ont été envisagés, au début des années 80.

L'élaboration des matériaux nanostructurés est devenue une partie importante dans la recherche ces dernières années. L'effet d'affinement de la taille de cristallites, permet d'améliorer les propriétés physico-chimiques et mécaniques de ces matériaux. Les matériaux nanostructurés sont des solides dans lesquels un paramètre au moins, tel que l'orientation du réseau cristallin, la composition chimique ou la densité atomique varie sur une échelle de l'ordre de quelques nanomètres.

De nombreuses méthodes d'élaboration des matériaux nanostructurés ont été développées ces dernières années. Parmi celles-ci, il y a la mécanosynthèse. Cette dernière permet d'envisager une production à l'échelle industrielle en raison de son faible coût de mise en œuvre et la facilité avec laquelle on peut élaborer de grandes quantités de matériaux. Cette technique constitue aujourd'hui un des modes d'élaboration d'alliages amorphes, de composés intermétalliques ainsi que certains systèmes métalliques difficiles à obtenir par des méthodes conventionnelles.

La mécanosynthèse est une technique de la métallurgie des poudres qui consiste à broyer des poudres micrométriques de plusieurs alliages pour les mélanger. Son principe est basé sur le phénomène de soudage et fracture des particules de poudre, le soudage à froid minimise la distance de diffusion entre les atomes des différents composants. Tandis que la fracturation des particules soudées entrave le regroupement des particules favorisant le transfert de l'énergie de collision entre la bille et les particules de la poudre.

Les alliages de titane ont été largement utilisés en raison de leur faible module d'élasticité, densité relativement faible, résistance spécifique élevée, bonne biocompatibilité et résistance à la corrosion.

Les alliages de titane sont de plus en plus utilisés dans de nombreux domaines industriels. Dans le domaine aéronautique, ils sont principalement employés pour

Introduction générale

des pièces structurales ou pour des pièces travaillant à haute température (aubes de turbine, mat moteur, ...), ces pièces subissant en service de fortes contraintes en fatigue. Parmi les alliages de titane, le TiAlV représente environ 50% de la consommation en titane métallique dans le monde, puisqu'il présente un très bon compromis entre diverses propriétés. Malgré tout, pour certaines applications il serait intéressant d'augmenter encore ses propriétés de surface, à l'exemple de la résistance à la corrosion en milieu fluoré, ou bien de ses propriétés tribologiques ou mécaniques.

Ce travail est consacré à l'étude des propriétés mécanique et structurales des poudres nanostructurées de type TiAlV par broyage à haute énergie.

L'objectif de notre recherche est donc d'élaborer des Alliages TiAlV et d'améliorer leurs propriétés structurales et mécaniques en variant de temps de broyage 0h à 80h.

L'approche adoptée dans cette étude consiste pour suivre l'évolution des propriétés microstructurales, morphologiques de cet alliage durant toutes les étapes d'élaboration et de trouver une relation entre les propriétés structurales et morphologiques.

Ce manuscrit de thèse s'articule en trois chapitres :

- Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique assez générale dans laquelle nous avons présenté quelques notions sur les matériaux nanostructurés, les différentes techniques d'élaboration telle que la mécanosynthèse.
- Le deuxième chapitre est consacré des différentes techniques d'élaboration et caractérisation des poudres nanostructurées.
- Le troisième chapitre sera consacré à l'étude microstructurale et morphologique des poudres nanostructurées

Chapitre I

Revue Bibliographique

Chapitre I: Revue Bibliographique

I.1 Introduction

Depuis plusieurs décennies, un important effort de recherche sur les nanomatériaux vise à développer et améliorer les méthodes de synthèse. En effet, pour obtenir des matériaux à l'échelle nanométrique est un objectif très important pour de nombreuses applications. Les nanomatériaux constituent aujourd'hui un secteur scientifique et technique en pleine expansion. Ils sont en voie de constituer le cœur de la prochaine révolution industrielle qui s'explique par plusieurs facteurs notamment les progrès des techniques de la microscopie qui d'explorer la matière jusqu'aux dimensions de l'atome. Cela rendait le monde des nanomatériaux et de leur réalité plus tangible. A cette échelle le comportement de la matière conduit à de nouvelles propriétés fondamentales (mécaniques, structurelles, optiques, électroniques et magnétiques) différentes de celles des matériaux solides.

I.2 Définition des nanomatériaux

Le préfixe nano vient du grecque nano qui signifie très petit considéré comme une sous unité de mètre dès 1956 et correspond à un milliardième de mètre ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) [1]. Selon les différentes définitions trouvées pour les nanomatériaux, on peut faire sortir une définition qui est : Les nanomatériaux (naturel, non intentionnels et manufacturés) sont des matériaux dont au moins une des dimensions externes est à l'échelle nanométrique (nano-objets), ou possèdent une structure interne, ou une surface structurée à l'échelle nanométrique (matériaux nanostructures). Ces nanomatériaux présentent une ou plusieurs propriétés (physiques, chimiques, biologiques, etc.) exceptionnelles voire uniques. Ils possèdent des propriétés particulières, grâce à une fraction très élevée d'atomes libres situés aux limites de leurs grains, et aussi à leurs taille et structures nanométriques, qui sont inférieures à 100nm.

I.3 Historique des nanomatériaux

Au 20ème siècle, les progrès de la physique permirent peu à peu d'étudier la matière à l'échelle atomique. Ces avancées conduisirent le physicien américain Richard Feynman à encourager dès 1959 les recherches sur des agrégats dont les dimensions sont inférieures au micromètre [2,3].

Feynman était en effet certain que des matériaux formés à partir de tels grains présenteraient des propriétés remarquables. Ainsi fut lancé le développement des nanomatériaux, appelés encore matériaux nano phases. Les recherches furent d'abord menées de manière discrète en URSS et au Japon, puis à la fin des années 80, on commença à fabriquer et à utiliser les matériaux nano phases dans l'industrie. Bien qu'a priori seuls la dimension des agrégats et le nombre d'atomes qui les composent différencient les nanomatériaux des matériaux classiques, formés à partir des mêmes éléments chimiques, il s'avère que c'est tout un ensemble de propriétés qui varient fortement avec la taille des grains [3].

I.4 Types de matériaux nanostructures

Les matériaux nanostructures sont classés selon différents critères et la dimensionnalité. Ainsi, nous avons représenté ci-dessous la classification des nanomatériaux d'après Siegel.

Les matériaux nanostructures sont constitués des grains mono ou polyphasés dont la taille est inférieure à 50 nm. Ces matériaux sont composés essentiellement de deux grandes parties : une phase cristallisée et une phase interraciales avec un arrangement d'désordonné communément appelée joint de grain. A cause de la taille des grains, une large fraction d'atomes dans ces matériaux est localisée à l'interface.

Les propriétés et la structure des nano grains ne dépendent pas seulement de la composition chimique, de la taille et de la forme des grains, elles dépendent également du mode d'élaboration. Par exemple, l'utilisation de la mécanosynthèse (broyage) entraîne l'introduction par des d'déformations d'une très grande densité de défauts (dislocations, impuretés ou lacunes) dans les grains microcristallins, conduisant à des nano grains cristallins séparés par des joints de grains. La caractéristique commune de ces systèmes est la forte influence des zones interraciales et superficielles sur les propriétés macroscopiques. L'effet de surface ou interface confère alors au matériau un caractère biphasé.

Il devient nécessaire de comprendre la composition chimique et la structure de la surface ou du joint de grain (nombre de proches voisins et la densité). Par ailleurs, l'orientation cristallographique varie d'un grain à un autre. (Figure I.1),

nous avons schématisé un modèle de nanostructure 3D composé de grains cristallins séparés par des joints de grains [6].

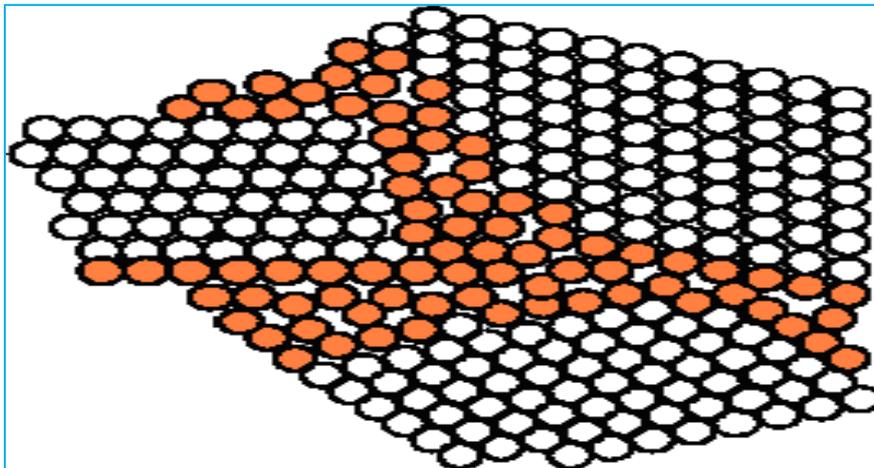


Figure (I.1): Représentation schématique d'une nanostructure 3D, où les grains cristallins (en blanc) sont liés par des joints de grains (en gris) possédant un ordre topologique et chimique différent.

I.5 Classification des nanomatériaux

Selon leur dimension, il est possible de reprendre la classification suivante des matériaux nanocristallins (Figure I.2) [7].

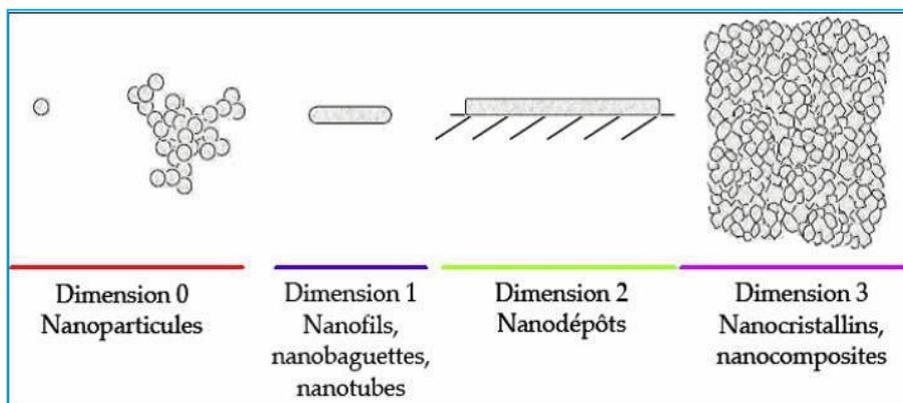


Figure (I.2): Types de nanomatériaux répertoriés en fonction de la dimension de la phase ou des phases nanométriques.

a) **Matériaux de dimension 0 :** Matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, comme dans les cristaux colloïdaux pour l'optique ou les fluides magnétiques.

b) Matériaux de dimension 1: Matériaux sous forme de nano fils ou de nanotubes.

c) Matériaux de dimension 2: Matériaux sous forme de couche mince, comme dans les dépôts d'agrégats ou de revêtements d'épaisseurs obtenus par projection plasma ou voie électrochimique.

d) Matériaux de dimension 3 : matériaux sous forme compacte comme dans les céramiques et les métaux nanostructures.

I.6 Différents défauts structuraux

Si l'on veut distinguer les nanomatériaux des matériaux dits classiques, l'on considérera un nanomatériau, un objet pour lequel l'une ou l'autre de ses caractéristiques physico chimiques présentent une brutale variation pour une décroissance de la taille de ses cristallites. Typiquement, cette dimension critique des cristallites se situe dans la gamme 10 – 100 nm. Elle est très liée à la caractéristique visée mais également pour une propriété spécifique à la nature du matériau lui-même (inorganique, organique, semi – conducteur, métallique) [8].

Il convient de distinguer 4 grandes classes de nanomatériaux (Figure I.2) en fonction de la dimensionnalité :

i) Dimension 0 : cette classe de nanomatériaux recouvre les nanoparticules de dimension inférieures à la centaine de nanomètres.

ii) Dimension 1 : Nous retrouvons les fibres ultrafines, les nanotubes. Le diamètre de ces objets est de quelques dizaines de nanomètres pour une longueur atteignant désormais quelques millimètres.

iii) Dimension 2: Ce sont les dépôts en couches minces. Nous retrouvons dans cette catégorie les multicouches pour applications électroniques mais également depuis

une dizaine d'années, les revêtements hyper durs pour applications mécaniques (résistance au frottement et/ou à l'abrasion).

iv) **Dimension 3:** Les nanomatériaux massifs constituent cette classe.

Nous y ajouterons également les poudres microniques nanostructures essentiellement produites par des procédés mécaniques de type mécanosynthèse. Nous pourrions introduire dans cette classe tous les revêtements d'épaisseur (de quelques dizaines de micromètres à quelques millimètres). Ces revêtements peuvent être élaborés par voie électrochimique ou par déposition par voie plasma.

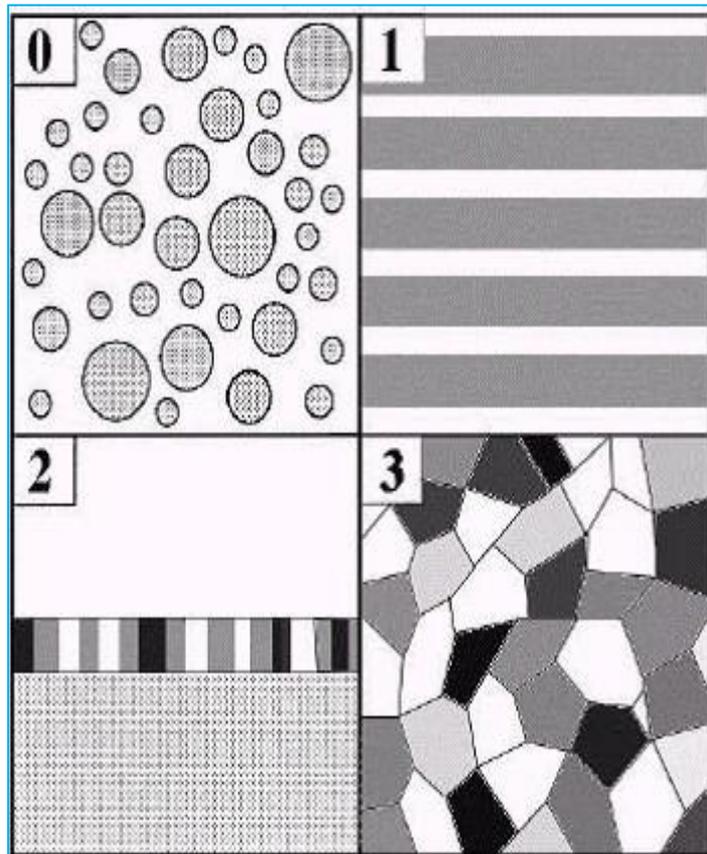


Figure (I.3): les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité [9].

La caractéristique essentielle des nanoparticules repose sur leur très importante surface spécifique. Autrement dit, le rapport particulièrement important de nombre d'atomes en surface / nombre d'atomes total de l'agrégat. La figure suivante permet de réaliser cette spécificité

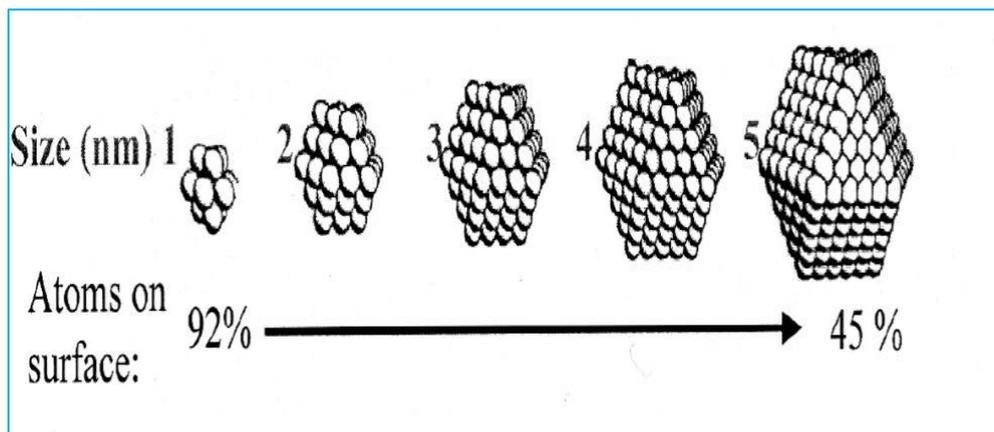


Figure (I.4) : Proportion des atomes en fonction de la taille de l'agrégat. [10]. En surface en fonction de la taille de l'agrégat. [10]

I.7 Voies de synthèse des nano particules

Les nano-objets et les nanomatériaux manufacturés et destinés a des usages industriels peuvent être synthétisés selon deux approches différentes. On différencie la méthode dite ascendante (Botton-up) de la méthode dite descendante (top-down) Figure (I.5) L'approche ascendante vient des laboratoires de recherche et des nanosciences. Elle consiste à construire les nano-objets et les nanomatériaux atome par atome, molécule par molécule ou agrégat par agrégat.

L'assemblage ou le positionnement des atomes, des molécules ou des agrégats s'effectue de façon précise, contrôlée et exponentielle, permettant ainsi l'élaboration de matériaux fonctionnels dont la structure est complètement maîtrisée. L'approche descendante est issue de la microélectronique. Elle consiste à réduire et plus précisément à miniaturiser les systèmes actuels en optimisant les technologies industrielles existantes. Les dispositifs ou les structures sont ainsi graduellement sous dimensionnés ou fractionnés jusqu'à atteindre des dimensions nanométriques. Les procédés actuels, permettant la fabrication de nano-objets ou de nanomatériaux, sont classés en trois grandes catégories : procédé par voie physique, par voie chimique et par voie mécanique.

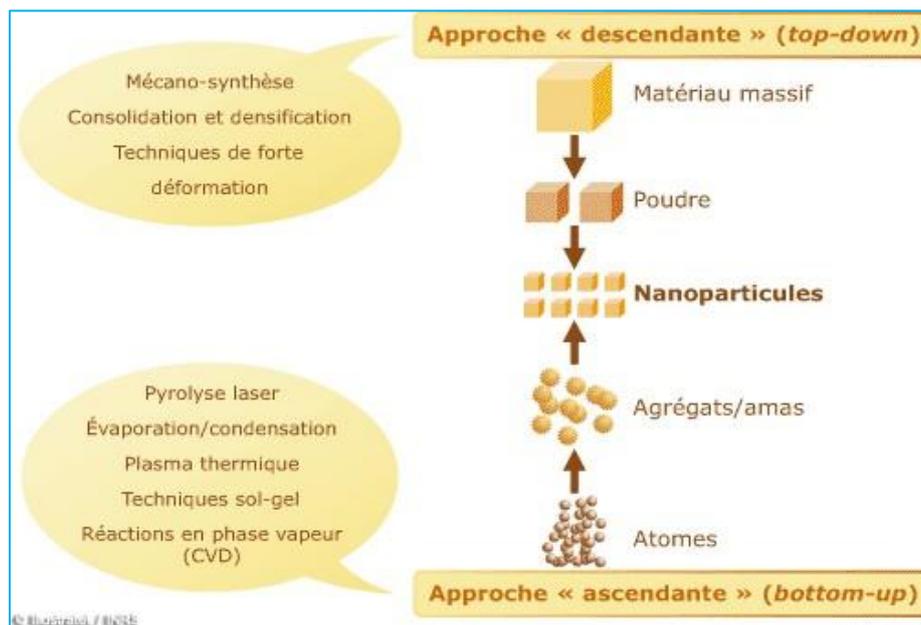


Figure (I.5): Approche ascendante et approche descendante.

I.8 Elaboration des nanomatériaux

L'élaboration des matériaux nano structures est devenue une partie importante de la recherche sur les matériaux ces dernières années, Pour préparer des matériaux nanocristallins, il existe plusieurs techniques qui par leur nature peuvent produire des matériaux ayant des petites dimensions. Pour produire des nanoparticules en grande quantité, pour le moment seulement la recristallisation des rubans amorphes et le broyage mécanique semblent utilisables [11]. Parmi les techniques utilisées dans la production des matériaux nanocristallins nous rappelons :

I.8.1 Dépôt physique en phases vapeurs :

Les vapeurs sont générées par diverses méthodes (évaporation, pulvérisation, ablation laser ou par faisceau d'ions), vapeurs qui sont après condensées sous un substrat. Cette méthode demande un vide très élevé (UHV) [12]. Dépôt chimique en phases vapeurs Dans cette technique, les espèces gazeuses réagissent chimiquement sur une surface chaude, dans le but de former un nouveau composé [12].

I.8.2 Spray conversion procession :

La méthode implique l'atomisation des précurseurs dans des aérosols et leur dispersion par un milieu gazeux vers un réacteur chauffé ou cette solution est évaporée et forme des particules ultrafines ou des couches minces [12,13].

I.8.3 Pulvérisation :

C'est une méthode de vaporisation des atomes et clusters (neutres et chargés) par l'action des ions accélérés a grandes énergies [14].

Ablation laser Utilise des lasers de haute énergie en impulsion pour vaporiser des clusters d'ions de la surface des solides [14].

I.8.4 Condensation des gaz inertes :

Cela consiste en la volatilisation des monomères, le refroidissement de ces monomères par un gaz inerte froid et la croissance des clusters par l'addition des monomères aux clusters ou par l'agrégation des clusters [14].

I.8.5 Processus sol-gel :

Cette méthode consiste dans la génération d'une suspension liquide (sol) qui est après transformée en un gel visqueux et ensuite en un solide [12].

I.8.6 Synthèse mécano chimique :

Dans ce processus, les matériaux sont activés mécaniquement par broyage mécanique dans le but d'induire des réactions chimiques entre eux pendant ou après broyage [12].

I.8.7 Cristallisation des rubans amorphes :

Un ruban amorphe est préparé par refroidissement rapide par exemple et ensuite il est recuit pour réaliser la recristallisation du solide amorphe [15].

I.8.8 Broyage mécanique

Dans cette technique, des poudres élémentaires ou palliées sont déformées plastiquement, mélangées et déformées plastiquement de nouveau [12,13].

I.9 Elaboration par mécanosynthèse

I.9.1 Généralité sur la mécanosynthèse :

Depuis quelques décennies, le broyage a évolué d'une technique basique qui consiste à réduire la taille des particules permettant l'obtention de poudres homogènes, en une technique produisant des matériaux améliorés ou des nouvelles phases [16]. La mécanosynthèse est une technique de broyage à très haute énergie (high Energy milling) qui consiste en une technique de traitement de poudre à l'état solide. Ce procédé nous permet d'obtenir des phases cristallines ou nanocristallines métastables et aussi de transformer des phases cristallines en phases amorphes.

Les matériaux nanocristallins obtenus par mécanosynthèse ont fait l'objet de nombreuses recherches au cours des deux dernières décennies et leur compréhension a considérablement progressé, en particulier ces dernières années.

Comme leur nom l'indique, il s'agit de poly cristaux monophasés ou multiphasés avec une granulométrie à l'échelle nanométrique (1 – 100 nm), de sorte qu'environ la moitié du matériau en volume est constituée de joints de grains ou d'interphases. Cette technique permet de mélanger et de combiner des solides allant de l'échelle micrométrique d'une particule de poudre, tandis que les cristallites (grains qui constituent la particule) sont réduites à une taille nanométrique, ce qui permet d'obtenir des matériaux nanostructures (voir Figure I.6) [16].

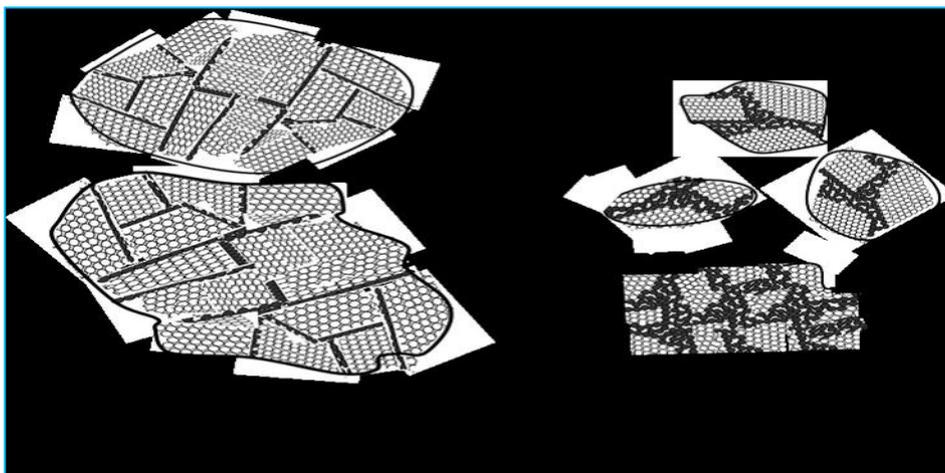


Figure (I.6) : Schéma montrant l'effet de la mécanosynthèse sur les particules et les grains.

I.9.2 Historique de la mécanosynthèse

La mécanosynthèse (Mechanical Alloying en anglais) a été développée par John Benjamin et ses collègues chez Paul D. Merica Research (International Nickel Company (INCO)). Ils ont développé ce processus autour de l'année 1966 [18]. Cette technique a été le résultat de longues années de recherches pour combiner les avantages du durcissement par précipitation et du renforcement par dispersion d'oxydes pour des superalliages base de fer et de nickel [17].

- Mécano synthèse directe : elle consiste à faire de l'activation mécanique d'une ou plusieurs poudres pour une durée déterminée (courte ou longue durée).

I.9.3 Principe de la mécano synthèse

La technique de mécano synthèse consiste à mettre du 'solides –solides' (en générale sous forme de poudre), 'solides-liquides' ou 'solides –gaz', et les outils de broyage (billes ou tiges d'acier ou de tungstène) dans un récipient en acier (ou autres) inoxydable scellé (le scellage peut être effectué sous différents milieux gazeux : air, argon, etc.) Et broyé pendant une durée déterminée.

Lors du broyage, les particules de poudre peuvent être piégées entre 2 billes ou entre une bille et les parois d'une jarre, et grâce à l'énergie apportée par le broyeur, les particules sont soudées entre elles, fracturées et ressoudées à plusieurs reprises (Figure I.6) [20]. Dans le cas d'un mélange de 2 ou plusieurs produits, lors du broyage, ces dernières vont se mélanger et se lier entre elles pour produire un produit fini sous forme d'une poudre.

Ce processus peut être divisé en 3 étapes : dans la première étape, les particules se réarrangent et se remplissent, les particules glissent les unes sur les autres avec un minimum de déformation et de fractures, ce qui induit à une réduction de la taille des particules ainsi la modification de leurs formes.

Dans la seconde étape, des déformations élastiques et plastiques sont appliquées sur les particules. Durant cette phase, le phénomène de collage (soudage à froid) est le plus observé, ce qui a pour effet d'augmenter la taille des particules de poudre à cause de leur agglomération. Il est à noter que dans le processus de la mécano synthèse la température peut atteindre entre 60°C jusqu'à

300 °C en fonction des matériaux broyés. Néanmoins le collage ou le soudage est appelé soudage à froid ne pourra pas dépasser les 1000 °C, c'est pour cela, on ne peut pas parler d'un soudage à chaud.

Dans la dernière étape, les particules sont fracturées, ce qui entraîne une déformation supplémentaire et/ou une fragmentation des particules, ce qui a pour conséquence de réduire la taille des particules.

Lorsque le broyage s'effectue sur une durée prolongée, on observe un équilibre entre les 2 phénomènes de soudage à froid et de fracturation des particules.

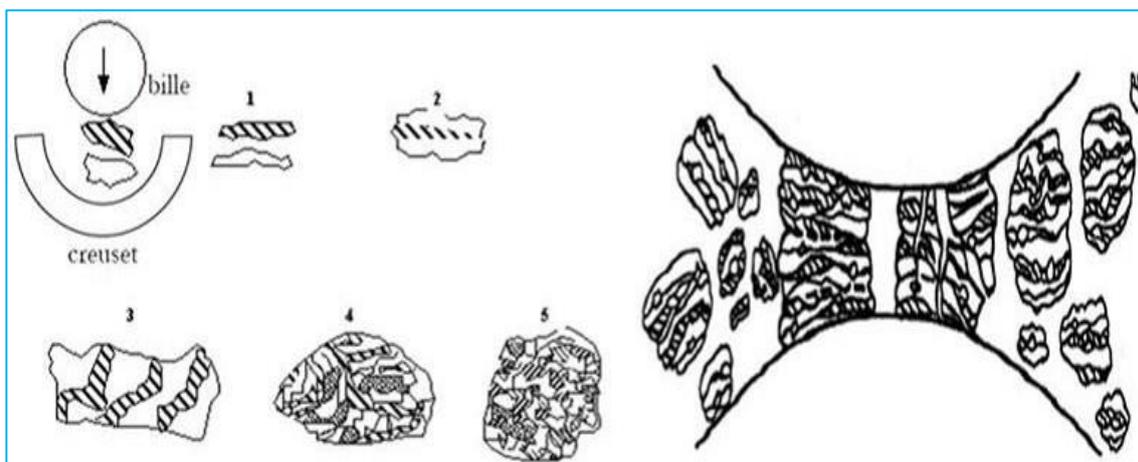


Figure (I.7) : Schéma du principe de broyage à haute énergie–Alternance entre déformation plastique, fracture et collage [22]

I.10 Broyage à haute énergie

Le broyage à haute énergie (ou B. H. E.) permet d'élaborer des poudres à grains

Manométriques avec une densité importante de défauts. Ces matériaux ont propriétés physico-chimiques originales. En particulier, ils sont La surface peut être modifiée par un simple effet de meulage, qui peut être considéré Entre autres choses, l'activité catalytique du matériau est améliorée par ce procédé [25]. Broyage par impact et/ou frottement de la bille sur la poudre selon le type Broyeur utilisé.

Dans la gamme des broyeurs, il y a des industriels et des Laboratoire. Les broyeurs de laboratoire utilisent 1 à 10 grammes de poudre, tandis que Les concasseurs industriels peuvent utiliser jusqu'à une tonne.

Il existe plusieurs types de broyeurs dont trois sont principalement utilisés en laboratoire : Dans l'industrie des différents types de broyeurs à haute énergie sont utilisés, ils diffèrent par leurs efficacités de broyage, leurs vitesses de broyage, l'efficacité du système de refroidissement et de contrôle de l'atmosphère...

I.10.1. Les broyeurs planétaires :

Il en existe une large gamme dont celle de type FRITSCH pulvérisette P5 et P7, doté de

Jarres, pouvant contenir jusqu'à 10 billes de roulement de 1 à 2 cm de diamètre. Chaque Jarre est en rotation sur son axe et fixée sur un plateau, lui-même en rotation inverse.

Jarres et billes peuvent être en acier chromé. La vitesse de rotation du plateau peut varier de 50 à 360 tours / minute. L'énergie cinétique transmise à la poudre, suite à chaque collision, peut varier entre 10×10^{-3} et 400×10^{-3} J [26]. Pour éviter que l'échauffement ne soit trop important, les cycles de broyage sont interrompus par des périodes de repos. Le broyage peut durer de 24 à 100 heures.

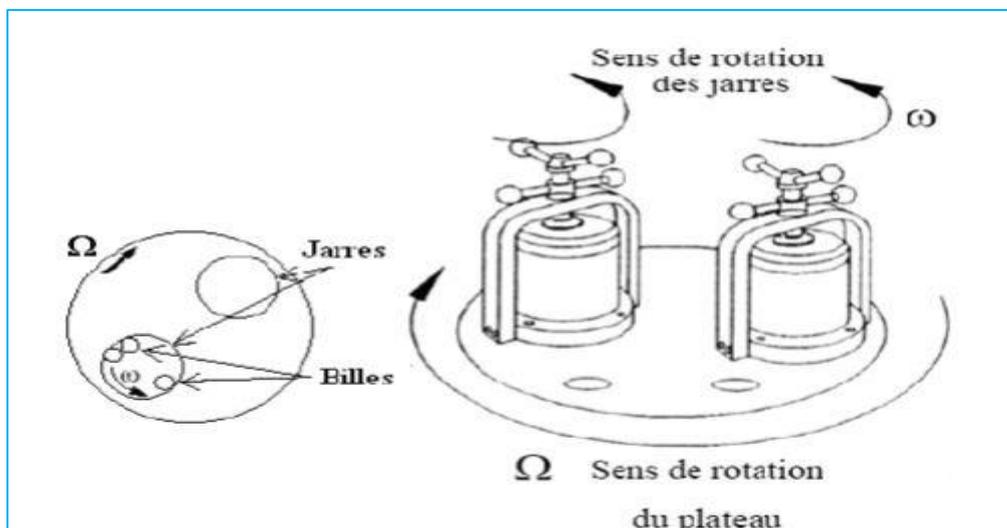


Figure (I.8) : Schéma du broyeur planétaire [24].

I.10.2. Les broyeurs attriteurs :

Ils utilisent jusqu'à 1000 billes de 0.2 à 1 cm de diamètre enfermées avec la poudre dans un caisson vertical. L'attrition est assurée par le mouvement rotatoire d'un tronc vertical fixé à l'axe et portant trois articulations transversales. Tronc et

articulations sont des barres dont la matière est généralement en acier. Le broyage agit uniquement par frottements des billes sur la poudre et peut durer quelques heures.

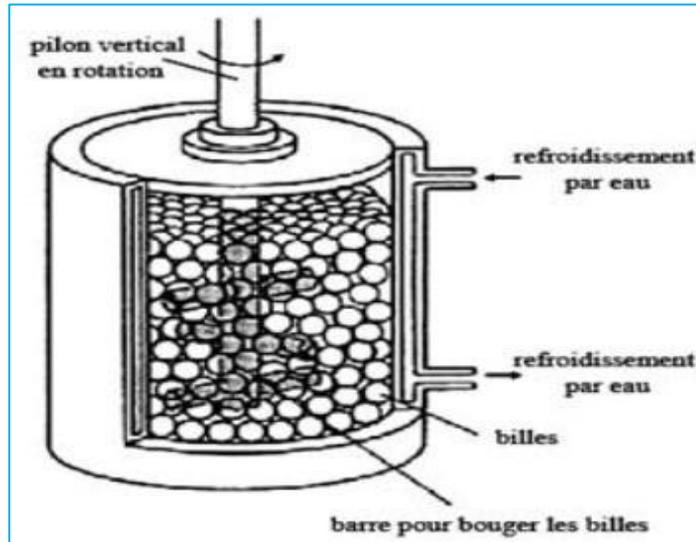


Figure (I.9): Schéma d'un broyeur de type attriteur.

I.10.3. Les broyeurs vibratoires :

L'un d'eux, appelé broyeur à vibrations verticales, fournit des vibrations grâce à une bille unique de 2 à 7 cm de diamètre qui vient frapper la poudre.

Ce mouvement oscillatoire est assuré par un électroaimant du socle du broyeur. La durée moyenne des broyages est de l'ordre d'une semaine. L'autre broyeur vibratoire, celui même utilisé dans notre étude, est un SPEX 8000, de type Mixer / mill, son enceinte, de capacité d'environ 10 cm³, ainsi que les billes de roulement sont en acier chromé. Le spex 8000 confère à la poudre des mouvements oscillatoires dans les trois directions de l'espace. L'énergie cinétique transmise à la poudre, suite à chaque collision, est inférieure à 120×10^{-3} J. L'enceinte du broyeur peut atteindre une température de 60°C pendant l'opération de broyages sachant que l'élévation locale de la température est inférieure à 200°C. La durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de 24 heures [26].



Figure (I.10) : Broyeur vibratoire spex 8000. [28].

Le tableau (I. 1) présente quelques données comparatives entre les trois types de broyeurs de laboratoire.

Tableau (I. 1) : Grandeurs caractéristiques des trois broyeurs de laboratoire [27]

Types de Broyeurs	Planétaire	Attriteur	Vibrant(Spex8000)
Vitesse de Collision des Billes et de la Poudre V_{max} (m/s)	0.28 à 11.24	0.01 à 0.8	≤ 3.9
Fréquence De collision Pour une Bille f (Hz)	4.5 à 90.7	/	200
Température Moyenne du Broyeur (°C)	50 à 120	150	60
Élévation Locale de Température Calculée par Y. Chen (°C)	60 à 290	< 1 pour 1 bille	< 200

Chapitre II
Technique D'élaboration et
Caractérisation

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

II.1 Titanium

II.1.1 Historique du titane:

En 1791, William Gregor isola l'un des composés du titane, l'ilménite. Indépendamment, Martin Heinrich Klaproth trouva en 1795 un métal inconnu dans le rutile (dioxyde de titane avec des traces de fer), semblable à celui de Gregor, et lui donna le nom de titane, en référence aux géants de la mythologie grecque. La production de titane presque pur date de 1910, tandis qu'un procédé industriel de fabrication ne sera mis au point qu'en 1939.

II.1.2 Propriétés du titane:

Le titane est très apprécié dans l'industrie à plus d'un titre : sa masse volumique est inférieure de 40 % à celle de l'acier mais sa résistance mécanique est importante ainsi que sa résistance au feu et il a une excellente tenue à la corrosion. En outre, il est très biocompatible, comme l'or et le platine.

Portes, la structure des ailes, les aubes de soufflante, les aubes de compresseurs et d'autres pièces sont principalement en alliage de titane.

Tableau (II.1) : Propriétés du titane

Symbole :	Ti
Numéro atomique :	22
Électrons par niveau d'énergie :	2, 8, 8, 4
Masse atomique :	47,867 u

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Isotopes les plus stables :	^{46}Ti stable avec 24 neutrons (8 %), ^{47}Ti stable avec 25 neutrons (7,3 %), ^{48}Ti stable avec 26 neutrons (73,8 %), ^{49}Ti stable avec 27 neutrons (5,5 %), ^{50}Ti stable avec 28 neutrons (5,4 %)
Série :	métaux de transition
Groupe, période, bloc :	4, 4, d
Densité :	4,51
Point de fusion :	1.668 °C
Point d'ébullition :	3.287 °C

II.1.3 Application de l'alliage de titane dans l'industrie aéronautique

Le titane est l'un des matériaux structurels importants de la carrosserie et du châssis de l'avion. En tant que type de matériau de réduction de poids, les alliages de titane utilisés dans les avions commerciaux et militaires ont augmenté régulièrement au cours des dernières années 50 et l'utilisation de l'alliage de titane sur les avions militaires a atteint 30% ~ 40%. Les États-Unis sont le premier pays à appliquer avec succès les critères de conception en matière de sécurité et de tolérance aux dommages aux avions de combat perfectionnés. Le chasseur F-22 utilise une grande quantité d'alliage de titane à tolérance de dommages et ses grands composants intégrés pour répondre aux exigences de conception en termes de perte de poids élevée et de longue durée de vie. La quantité d'alliage de titane dans les avions civils peut également représenter environ 10% ~ 15% de son

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

utilisation totale, parmi lesquels la cellule Boeing 787 atteint 15%, ce qui enregistre le plus haut niveau d'alliage de titane utilisé dans la cellule. Le fuselage des aéronefs modernes, les conduites hydrauliques, les trains d'atterrissage, les encadrements de fenêtre du cockpit, les revêtements, les attaches, les portes, la structure des ailes, les aubes de soufflante, les aubes de compresseurs et d'autres pièces sont principalement en alliage de titane.

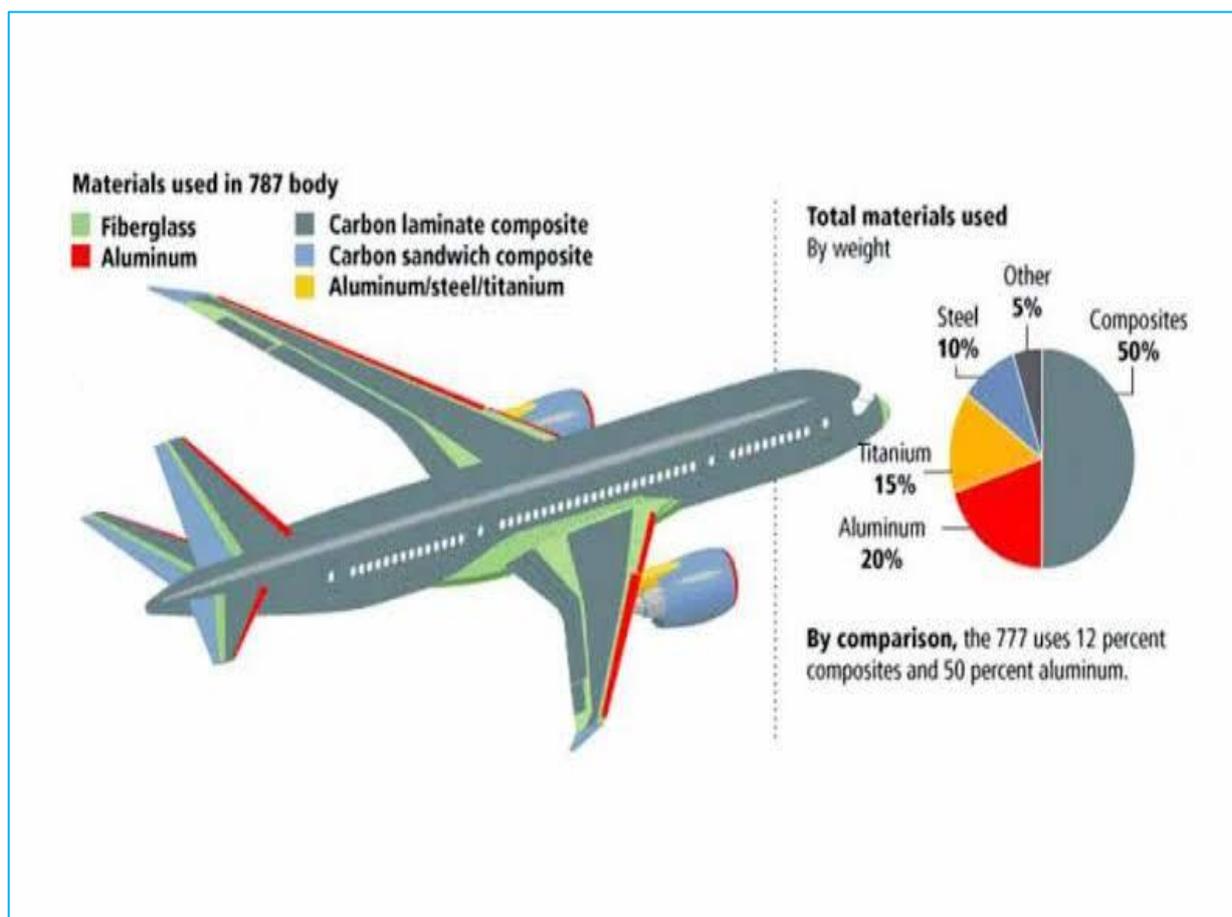


Figure (II.1): Utilisation de divers matériaux dans le Boeing 787 Dreamliner
(Katunin et al. 2017; Rosato 2013 (1))

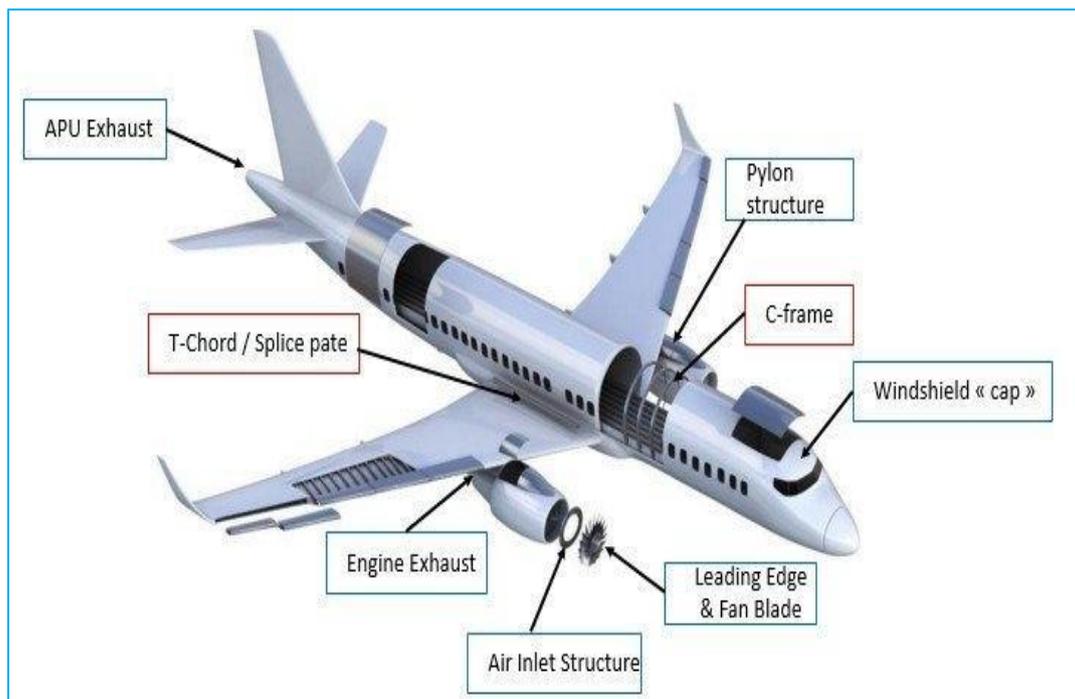
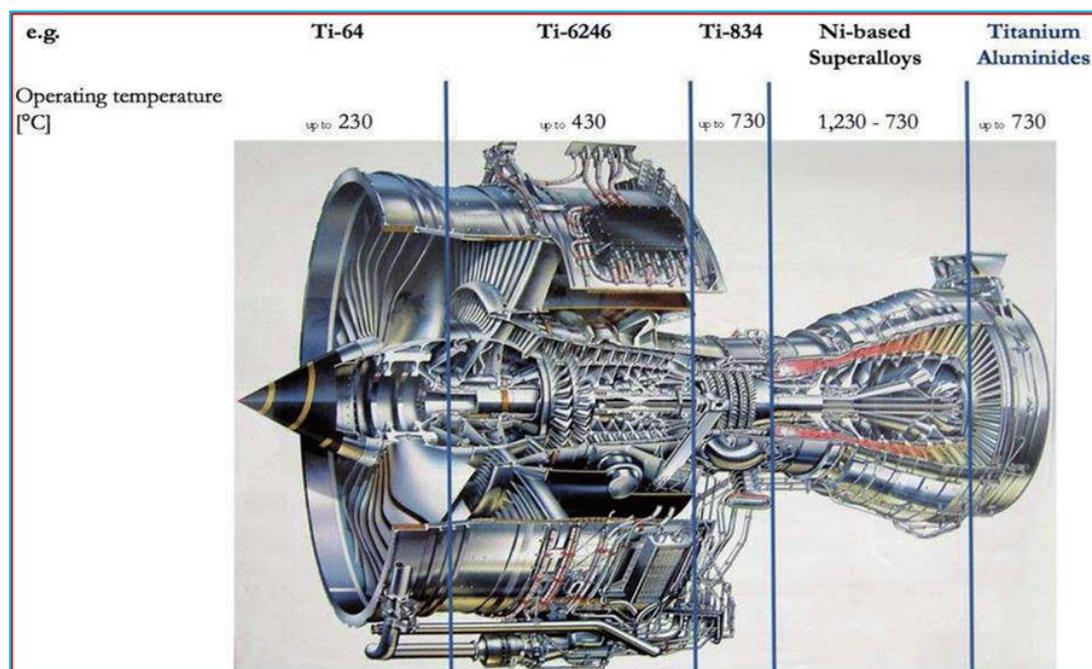


Figure (II.2): formage a chaud des tôles de titane dans l'industrie aérospatiale.



Figure(II.3): 17 Température de fonctionnement des alliages de titane.

II.2 Aluminium

II.2.1 Historique de l'aluminium :

Les recherches d'Humphry Davy sur l'alun (*alumen* en latin) en 1807 lui font postuler la présence d'un métal autre que le sodium et le magnésium dans sa composition, qu'il baptise « aluminium ». Hans Christian Ørsted en isole une forme impure en 1825, puis Friedrich Wöhler l'isole sous forme de poussière grise. Il met aussi en évidence les propriétés de cet élément.

II.2.2. Propriétés de l'aluminium :

Métal mou et léger, l'aluminium est néanmoins résistant avec un aspect gris mat. Celui-ci provient d'une mince couche d'oxydation (cinq à dix nanomètres) qui se forme spontanément quand il est exposé à l'air. Cette couche empêche la corrosion de progresser dans des conditions normales. À la différence de la plupart des métaux, il est utilisable même s'il est oxydé en surface. D'ailleurs, sans cette couche d'oxyde, il serait inadapté à la plupart de ses applications. L'anodisation permet d'augmenter artificiellement l'épaisseur de cette couche d'oxydation, afin d'accroître la protection et de décorer les pièces (par coloration de la couche d'oxyde). Contrairement à l'aluminium qui est un très bon conducteur, l'oxyde d'aluminium est un excellent isolant.

La densité de l'aluminium est trois fois plus faible que celle de l'acier ou du cuivre. Deuxième métal le plus malléable et sixième plus ductile, l'aluminium est facilement usiné ou moulé. Il est paramagnétique et ne provoque pas d'étincelles. L'aluminium devient transparent dans les ultraviolets extrêmes quand il est bombardé par un laser à électrons libres.

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Tableau (II.2): Propriétés de l'aluminium

Symbole :	Al
Numéro atomique :	13
Électrons par niveau d'énergie :	2, 8, 3
Électrons par niveau d'énergie :	26,98 u
Isotopes les plus stables :	^{27}Al stable avec 14 neutrons (100%)
Série :	Métal pauvre
Groupe, période, bloc :	13 (IIIA), 3, p
Densité :	2,7
Point de fusion :	660 °C
Point de fusion :	2.519 °C

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

II.2.3. Alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie aéronautique:

Les alliages d'aluminium utilisés dans l'aviation sont les séries 2xxx, 3xxx, 5xxx, 6xxx et 7xxx.

- Les alliages 2xxx sont à haute résistance pouvant être exposés à des environnements à haute température ainsi que ceux nécessitant un haut coefficient de rendement.
- Les alliages 3xxx, 5xxx et 6xxx sont utilisés dans les systèmes hydrauliques, de lubrification, de carburant et surtout dans les composantes qui ne nécessitent pas une grande résistance mécanique.
- Les alliages 7xxx sont utilisés pour des environnements à température ambiante dans des composantes nécessitant une haute résistance mécanique et dans des composantes fournissant une haute résistance à la corrosion sous tension.

L'alliage le plus couramment utilisé est le 7075. Il se compose d'aluminium, de zinc, de magnésium et de cuivre pour maximiser la résistance. C'est un alliage, dont la résistance mécanique se compare à celle de l'acier, mais il ne pèse qu'un tiers du poids de l'acier. La présence du cuivre rend le soudage difficile. Néanmoins, cet alliage s'anodise.

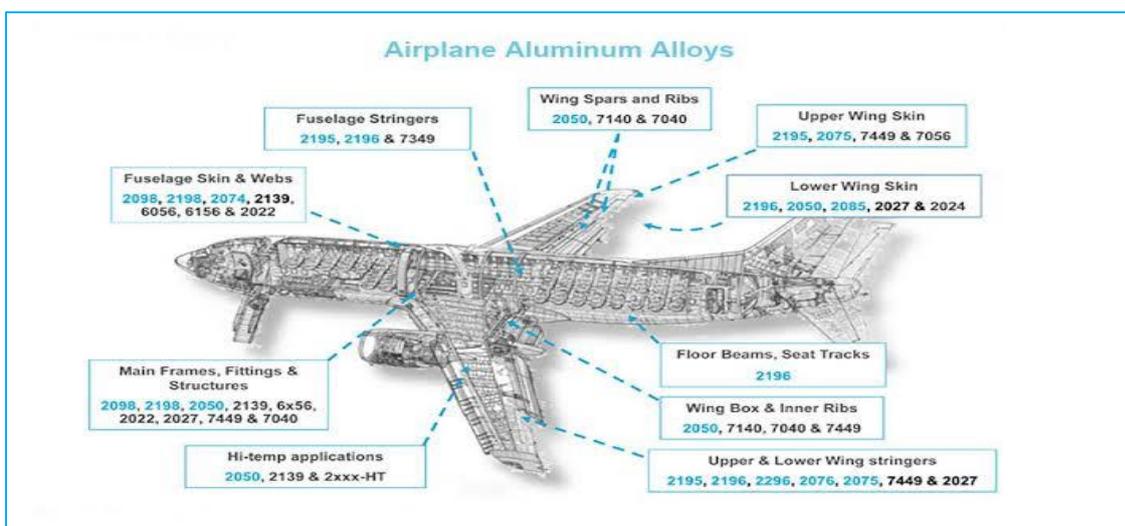


Figure (II.4): Un grand fournisseur de tôles d'aluminium pour avions en Chine

Alliage d'aluminium pour avions .7068 (2)

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

II.3 vanadium

II.3.1. Historique du vanadium :

Le vanadium a été découvert en 1801 par l'Espagnol del Rio. Le Suédois Sefström le redécouvrit en 1831 dans de nouveaux oxydes. Son nom vient de Vanadis, la déesse scandinave de la beauté. Il a été choisi à cause des nombreuses couleurs vives que le vanadium apporte dans ses composés.

II.3.2. Propriétés du vanadium

Métal blanc et brillant, le vanadium est aussi ductile et dur. Il est peu sensible à la corrosion par les composés alcalins, l'acide chlorhydrique et l'acide sulfurique. Il interagit moins que d'autres métaux aux neutrons issus de la fission nucléaire. Il est également acide et basique. Tous les états d'oxydation entre +1 et +5 existent.

Tableau (II.3): Propriétés du vanadium

Symbole :	V
Numéro atomique :	23
Électrons par niveau d'énergie :	2, 8, 11, 2
Masse atomique :	50,94 u
Isotopes les plus stables :	51V stable avec 28 neutrons (99,75 %), 50V avec une demi-vie de 150 millions de milliards d'années (0,25 %)
Série :	Métaux de transition
Groupe, période, bloc :	5, 4, d
Densité :	6
Point de fusion :	1.910 °C

II.3.3. Utilisation du vanadium :

On emploie principalement le vanadium comme additif pour les aciers ou dans le ferro-vanadium. Par ailleurs, le pentoxyde de vanadium V_2O_5 sert de catalyseur dans le domaine des céramiques.

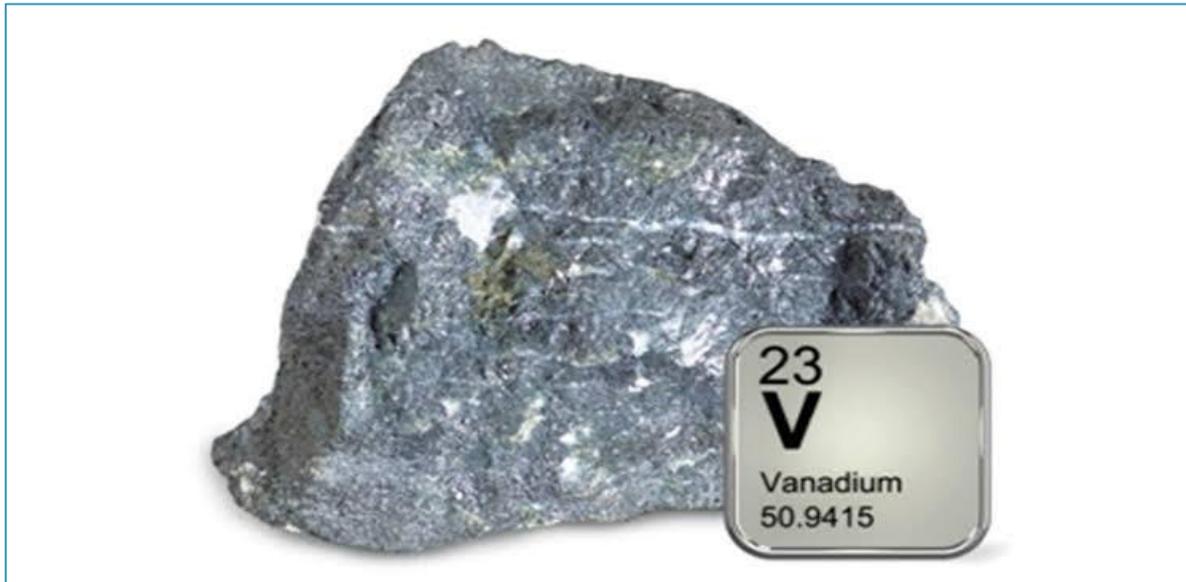


Figure (II.5) : Vanadium pur

Les batteries à flux l'utilisent pour le stockage d'électricité. Certains aciers chirurgicaux contiennent du vanadium. Le bleu vanadium contient ce métal en tant que pigment. Sous forme de composés, il catalyse la synthèse de l'acide sulfurique ou encore de l'anhydride maléique. On trouve aussi le vanadium associé à l'aluminium et au titane dans certains moteurs de jet.

Le titane pur :

Le titane pur appartient à la colonne IV-B du tableau de Mendeleïev. C'est un métal de transition, il peut former des solutions solides avec de nombreux éléments d'addition, ce qui suscite l'existence de nombreux alliages de titane aux propriétés mécaniques et microstructurales variées [Besse, 2010]. Le titane possède deux phases thermodynamiquement stables que sont la phase α (phase basse température) et la phase β (phase haute température).

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Il présente une transformation allotropique de type martensitique aux environs de 882°C. Cette température correspond à la température de transition $\alpha \rightarrow \beta$ que l'on appelle également température de transus β , notée $T\beta$. Sa valeur dépend des éléments d'addition présents (en insertion ou en substitution), et donc de la pureté du métal [Besse, 2010]. La transformation $\beta \rightarrow \alpha$ est une transformation qui présente des caractéristiques de type martensitique, sans diffusion, selon le mécanisme proposé par Burgers [Burgers, 1934]. Ainsi, pour passer d'une structure cubique centrée à une structure hexagonale compacte, cela nécessite un faible déplacement des atomes (inférieur à une distance interatomique) et d'un léger réarrangement de ces atomes.

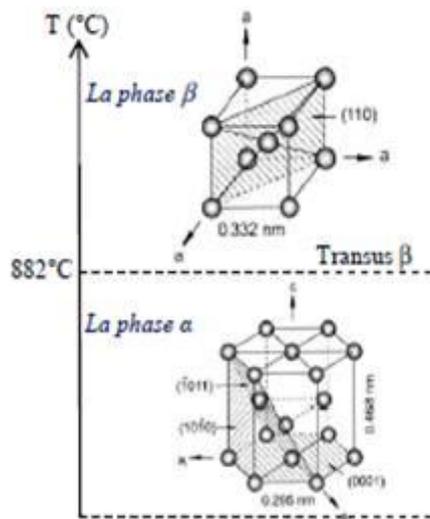


Figure (II.6): Cristallographie du titane pur

II.4 Principales familles d'alliages de titane

Le titane se présente sous deux formes allotropiques, c'est-à-dire qu'il existe sous deux structures cristallines différentes, α et β .

❖ Transformations de phase :

La température de transformation allotropique se situe entre 882°C et 890°C en fonction de la méthode d'obtention du titane et de la présence d'éléments d'addition.

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Au-dessous de 882,5 °C, le titane se présente sous sa forme α , stable, de structure hexagonale compacte ou pseudo compacte [6]. Au-dessus de 882,5°C, la phase β est de structure cubique centrée, stable. La température des transitions $\alpha \leftrightarrow \beta$ est appelée transus β ($T \beta$).

Les alliages de titane peuvent être constitués soit exclusivement par la phase α , soit exclusivement par la phase β ou encore, le plus souvent, par un mélange des deux. On peut donc les classer en trois grandes familles α , β et $\alpha + \beta$ (3).

Les alliages α (100 % α à 20°C) sont résistants ; les alliages β (100 % β à 20°C) sont plastiques et sensibles aux traitements thermiques. Il est possible, en faisant varier les proportions de chaque phase, d'obtenir différents compromis. Les alliages $\alpha + \beta$ sont donc mixtes.

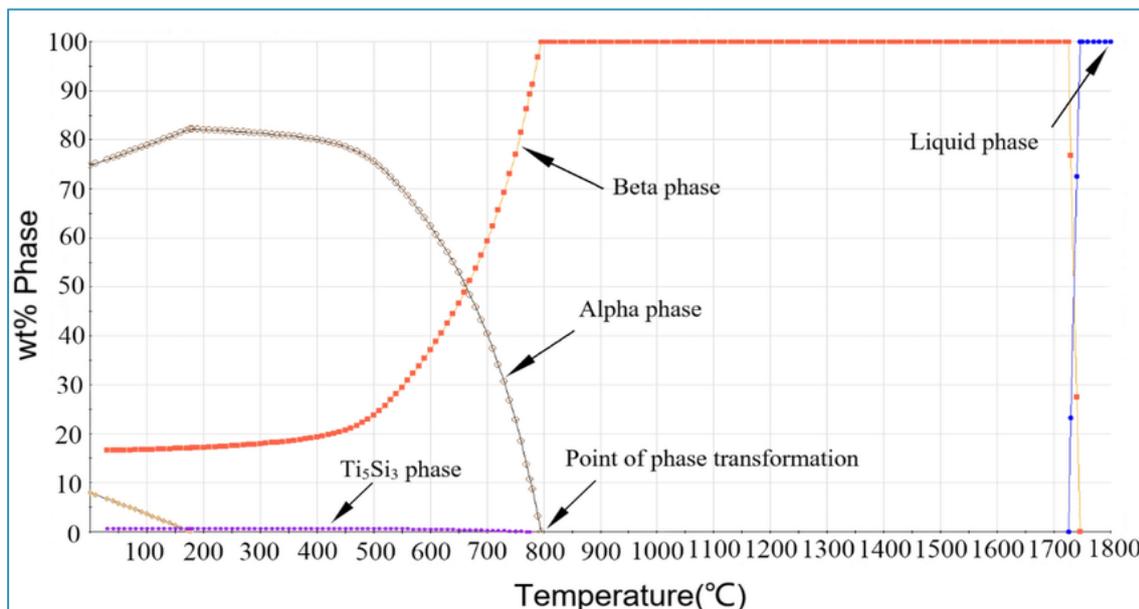


Figure (II.7): Les résultats de simulation des transitions de phase des phases α et β dans les alliages de titane avec une température croissante (4)

❖ Caractéristiques physico-chimiques de titane :

Caractéristiques physiques remarquables du titane :

- Sa masse volumique est environ 60 % de celle de l'acier.
- Sa tenue à la corrosion est exceptionnelle dans de nombreux milieux tels que l'eau de mer ou l'organisme humain.
- Ses caractéristiques mécaniques restent élevées jusqu'à une température d'environ 600 °C et restent excellentes jusqu'aux températures cryogéniques.

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Il est disponible sous des formes et des types de produits très variés : lingots, billettes, barres, fils, tubes, brames, tôles, feuillard.

- Sa valeur de susceptibilité magnétique ($1,8$ à $2,3 \times 10^{-4}$) est inférieure à celle du fer (3×10^5). C'est donc un matériau avantageux en cas de diagnostic par IRM : diminution des artefacts.
- Son coefficient de dilatation, légèrement inférieur à celui de l'acier, est moitié moins que celui de l'aluminium. On prendra pour valeur moyenne un coefficient de dilatation de $10,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.
- Son module de Young ou module d'élasticité longitudinal se situe entre $100\,000 \text{ MPa}$ et $110\,000 \text{ MPa}$. Cette valeur assez faible comparée à l'acier inox ($220\,000 \text{ MPa}$) en fait un matériau particulièrement intéressant pour sa biocompatibilité (5).

II.5 Propriété mécaniques du titane Ti-6Al-4V en fusion sur litde poudres

❖ *Caractéristiques du Ti-6Al-4V :*

L'alliage de titane Ti-6Al-4V (ou TA6V ou Ti64 ou titane Grade 5) est très utilisé dans le domaine de l'aéronautique. En effet, cet alliage de titane a de très bonnes propriétés mécaniques, est léger et a une très bonne résistance à la corrosion [8]. Son utilisation en fabrication additive adonc été rapidement développée.

La composition de l'alliage Ti-6Al-4V est indiquée dans le **Tableau II-4** [9].

Tableau (II.4): Composition chimique du titane Ti-6Al-4V d'après la norme ASTM F2924 [9]

Elément	Ti	Al	V	O	N	C	H	Fe
Composition (% en masse)	reste	5,5- 6,75 %	3,5- 4,5 %	<0,2%	<0,05 %	0,08 %	<0,015 %	0,3%

Les deux principaux composants de cet alliage sont l'aluminium et le vanadium. L'aluminium est α -gène (il favorise la phase α) et permet d'atteindre une meilleure résistance mais une moins bonne ductilité. Le taux est cependant limité

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

pour ne pas favoriser l'apparition de précipités Ti_3Al qui sont fragilisants. Le vanadium, β -gène, permet d'améliorer la ductilité. Le taux est limité car il n'est pas favorable à la tenue à l'oxydation [11].

Le diagramme binaire titane-aluminium est donné Figure (II-8). En rouge, la position de l'alliage Ti-6Al-4V. Cet alliage de titane est un alliage $\alpha+\beta$. La fusion de l'alliage a lieu à environ 1650 °C et la mise en solution de la phase β a lieu à environ 1000 °C.

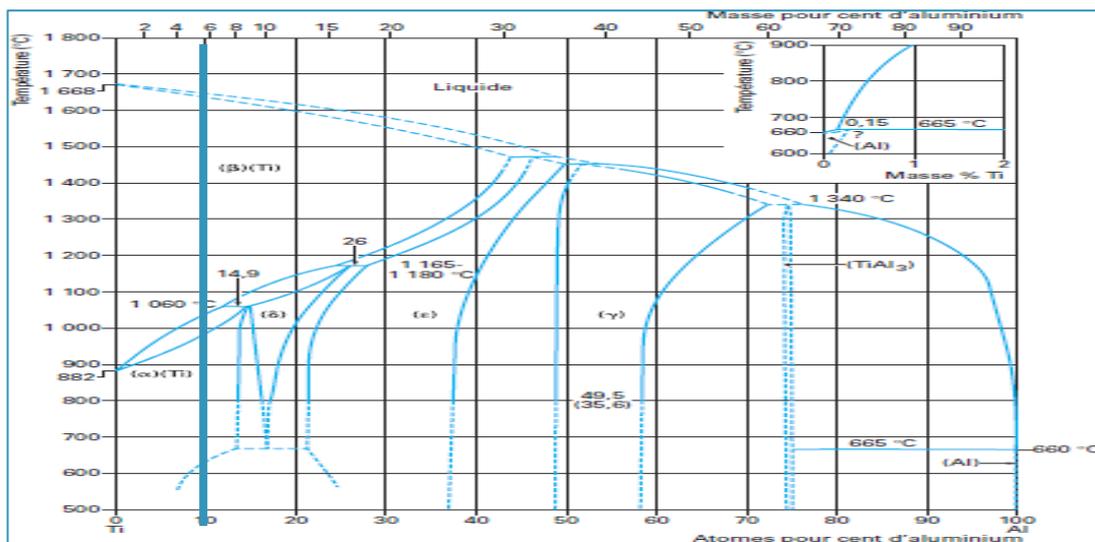


Figure (II.8): Diagramme binaire titane-aluminium, en rouge: la position de l'alliage Ti-6Al-4V [12].

Un autre type d'alliage Ti-6Al-4V est utilisé, le Ti-6Al-4V ELI (Extra Low Interstitials) ou titane Grade 23. Cet alliage contient moins d'oxygène et de fer que le Ti-6Al-4V classique [12]. Il est utilisé pour certaines applications, notamment pour les applications médicales. L'étude suivante concerne le Ti-6Al-4V Grade 5.

Tableau (II.5): Propriétés physiques de l'alliage TiAlV.

Propriété	Valeur
Modules d'Young (GPa)	110-140
Limite d'élasticité (MPa)	800-1100
Dureté (Hv)	300-40
Résistance maximale à la traction (MPa)	900-1200
Allongement à la rupture (%)	13-16

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Ténacité (MPa \sqrt{m})	33-110
Masse volumique (kg /m³)	4430
Conductivité thermique (Wm⁻¹K⁻¹)	7
Capacité thermique massique (Jkg⁻¹K⁻¹)	530
Température de transformation allotropique (°C)	995°C

II.6 Techniques d'élaboration

II.6.1 Conditions d'élaboration :

L'élaboration des poudres nanostructurées a été réalisée dans un broyeur planétaire RETSCH PM 400 (figure II.9) au niveau du laboratoire des Sciences et de Génie des Matériaux (LSGM/USTHB). Il est équipé de deux jarres en carbure de tungstène (figure II.10).

L'élaboration a été effectuée par cycle de 20 min de broyage à 300 tr/min, suivi de 10 min de repos afin d'éviter une élévation trop importante de la température à l'intérieur de jarres. L'alliage TiAlV a été synthétisé à partir d'un mélange de poudres d'éléments purs Ti, Al et V.

Pour chaque échantillon, 16 g d'un mélange de poudres élémentaires qui contient du Ti, Al et V sont placées dans les jarres avec six billes en acier chromé d'un diamètre de 20 mm. La granulométrie moyenne et la pureté de la poudre pure utilisée dans cette étude sont : (80 μ m, 99,5% pour la poudre de Ti, 80 μ m, 99,5% pour Al et 100 μ m, 99,98% pour la poudre de V, respectivement).

Le choix des billes et des jarres utilisées (en acier chromé) a été fait de façon à réduire le problème de contamination due aux chocs billes-poudre et poudre-parois de la jarre. La capacité de la jarre a été choisie de manière à réduire la contamination par l'oxygène.

Nous avons élaboré une série de 08 échantillons pour des temps de broyage de 0 h, 10 h, 20 h, 40 h, 60 h, et 80 h. Tous les broyages ont été effectués avec une vitesse de rotation du plateau de 300 tours par minute et par cycles de 15 minutes. Un cycle est constitué de 15 mn de broyage suivi de 15 mn de

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

pause, c'est pour éviter un échauffement trop important des jarres. Les paramètres d'élaborations sont résumés sur le tableau (II. 1).

Nous avons utilisé un rapport masse bille / masse poudre (R.B.P), sachant que:

$$\text{RBP} = (\text{Masse des Billes}) / (\text{Masse poudre}) \quad (2.1)$$

Dans notre cas RBP= 1:12. Les jarres sont ensuite fermées. Une fois toutes ces opérations terminées, les jarres sont solidement fixées sur le plateau du broyeur.

II.6.2 Les paramètres du broyage :

Les poudres de départ et celles obtenues après broyage dépendent de nombreux paramètres. Ces derniers on peut les déviser en deux types :

❖ Paramètres contrôlables :

1) Type de broyeur : l'utilisation des différents broyeurs peut être conduire à différents mécanismes et cinétiques de formation pour le même mélange. De plus, l'énergie de broyage qui varie selon la vitesse de rotation des jarres, joue un rôle important dans la formation des alliages et la nature des poudres finales.

2) Le rapport masse billes/ masse poudre : Ce rapport influe directement sur le temps nécessaire pour obtenir une phase particulière. Il peut varier de 1/1 jusqu'à 220/1 [16]. Un grand rapport implique un grand nombre de collisions par unité du temps et donc un grand transfert d'énergie à la poudre et par conséquent une formation des alliages rapide.

3) L'intensité de broyage : c'est un paramètre critique en mécanosynthèse, car elle mesure l'énergie de broyage qui est directement proportionnelle à la puissance générée durant le processus de broyage.

❖ Les paramètres incontrôlables :

1) La contamination : l'un des problèmes cruciaux en mécanosynthèse est la contamination. Cette dernière peut être liée aux outils de broyage (nature des billes et de jarres), à l'atmosphère dans laquelle se fait le broyage (l'argon ou l'azote). Pour cela la préparation des jarres se fait dans une boîte à gants sous atmosphère d'argon.

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

2) La température de broyage : Au cours de broyage, la poudre est soumise à des contraintes de cisaillement importantes, il en résulte une augmentation de la température qui est avantageuse dans certains cas car elle provoque l'homogénéisation et la formation d'alliages, mais l'augmentation excessive de cette température accélère le processus de transformation et la décomposition de solutions solides ou de phases métastables formées durant le broyage ou encore la cristallisation de la phase amorphe.

Afin donc d'éviter cet effet de température, le broyage est interrompu chaque 15 minute pour une pause de 15 minutes. [17].

II.6.3. Le broyeur utilisé :

Pour l'élaboration, nous avons utilisé un broyeur planétaire de type RETSCH PM400 (modèle Pulvérisette 7) Figure (II-11), équipé d'un plateau tournant muni de quatre jarres contenant des billes et de la poudre.

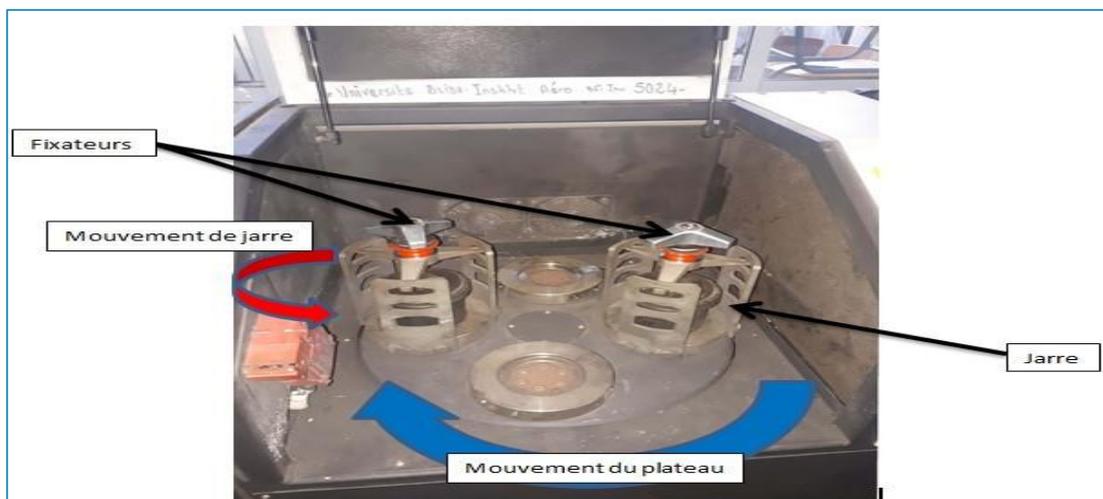


Figure (II.9): Broyeur planétaire type RETSCH PM400.

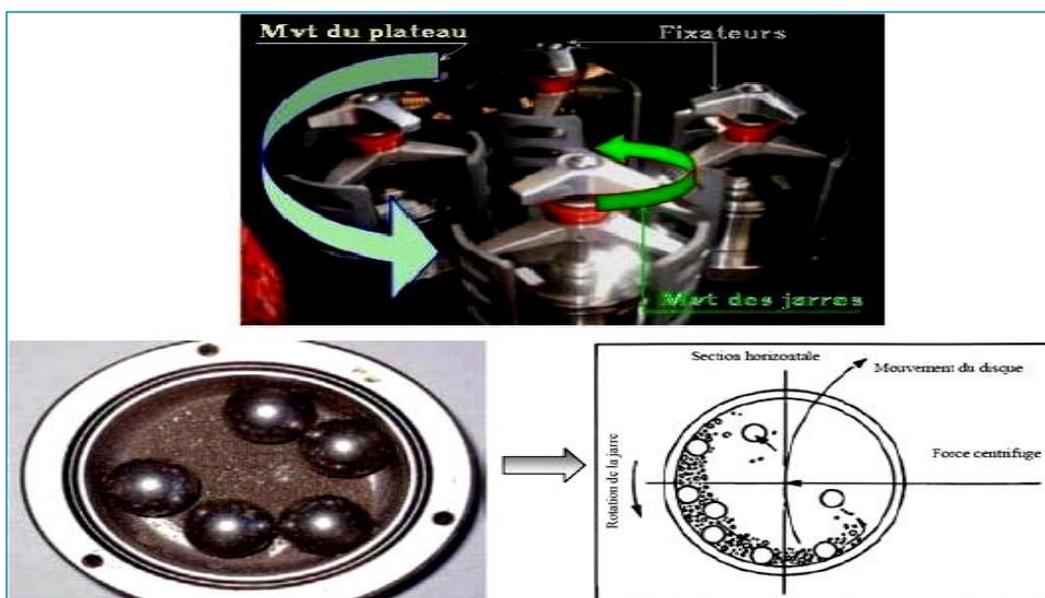
Les jarres sont fixées au plateau d'une vitesse pouvant atteindre la valeur $\Omega_{\max} = 380$ tr/min. Les jarres sont elles même animées d'un mouvement de rotation dont le sens est contraire à celui du plateau. La vitesse de rotation ω des jarres est corrélée à celle du plateau par la relation $\omega = -1,25 \Omega$ (Figure II-12). Les forces centrifuges qui résultent du mouvement des jarres et du plateau agissent sur les

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

poudres dans les jarres en produisant à partir des chocs et des frottements des billes sur les parois des jarres, des effets à très haute énergie.

Tableau (II.6): Les paramètres d'élaborations

Vitesse de broyage en tours par minute (tr/mn)	300tr /mn
Capacité de la jarre en acier chromé (ml)	250ml
Diamètre des billes en acier chromé D (mm)	20 mm
Différentes durées de broyage utilisées en heures (h)	0, 10, 20, 40, 60, 80h
Taille moyenne des particules de la poudre de Titane de départ (μm)	99.5 μm
Taille moyenne des particules de la poudre d'Aluminium de départ (μm)	80 μm
Taille moyenne des particules de la poudre de Vanadium de départ (μm)	99 μm
Masse totale de poudre utilisée dans une jarre (g)	16g
Rapport de masse billes-poudre	12 :1



Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Figure II.10: Présentation schématique du mouvement du plateau et les jarres. [18]

$$P = m_b R_j R_p \omega \Omega^2 (W/g) \quad (2.2)$$

Où : m_b c'est la masse des billes(g) ;

R_j : le rayon des jarres(mm) ;

R_p : le rayon du plateau tournant (mm) ;

W : la vitesse de rotation des jarres ;

Ω : la vitesse de rotation du plateau tournant.

II.6.4 Principe de fonctionnement :

Le broyeur planétaire PM 400 est équipé d'une roue qui tourne avec une vitesse angulaire Ω sur laquelle deux récipients de broyage tournent autour de leurs axes symétriques (**Figure II-12**), avec une vitesse ω dans la direction opposée. Les forces exercées sur la bille dans le récipient de broyage sont les suivantes :

- Les forces centrifuges vers le centre de la roue et vers le centre du récipient de broyage.
- Le frottement résultant des interactions entre la bille et le pourtour du récipient.
- La gravité.

Chaque fois que deux billes de broyage entrent en collision, elles coincent des particules de poudre, et grâce aux phénomènes physiques décrits ci-dessus, la fragmentation de la poudre prend effet (**Figure II.11**).

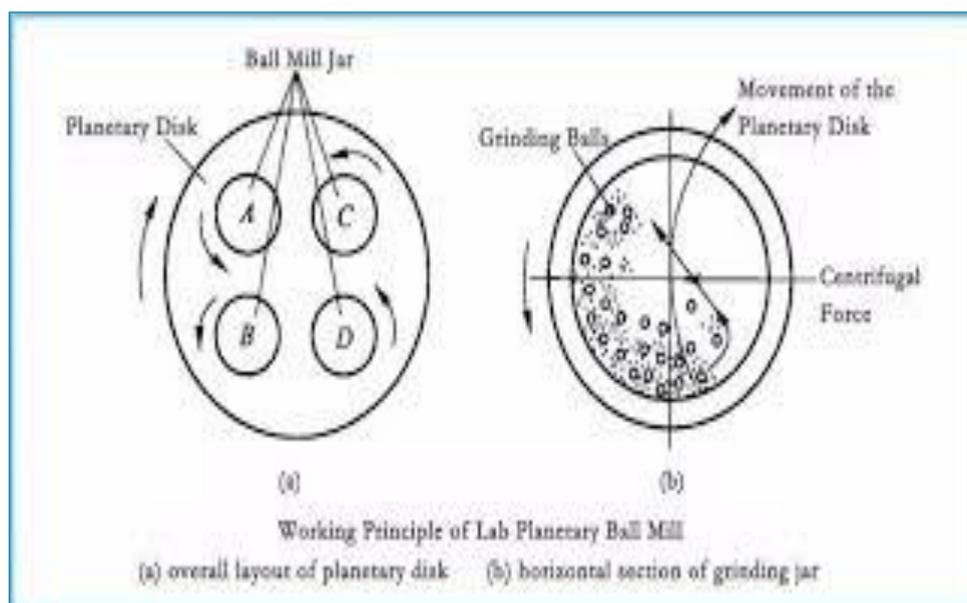


Figure (II.11): Broyeur à billes planétaire

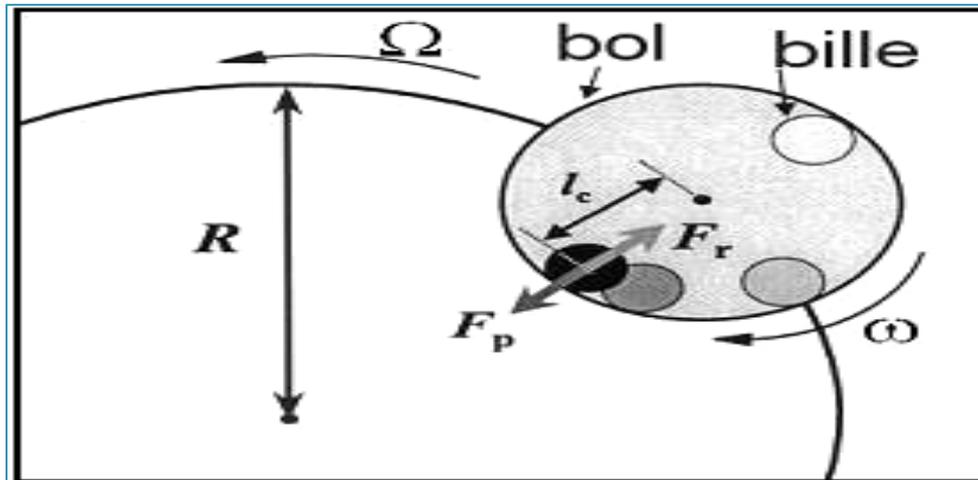


Figure (II.12): Schéma représentant les forces exercées sur la jarre [19].

Avec :

F_r : Force centrifuge due à la rotation du plateau,

F_p : Force centrifuge due à la rotation du bol,

Ω_1 : La Vitesse de rotation du plateau,

Ω_2 : La Vitesse de rotation des jarres

II.6.5 paramètres du broyage :

Pour de meilleurs résultats, nous avons fixé certains paramètres qui concernent le broyeur planétaire ainsi que les poudres utilisées, et ce, selon les travaux déjà effectués et publiés dans la littérature.

II.6.6 La pesée des matières premières

La pesée des matières premières ou bien les précurseurs se fait à l'aide d'une microbalance (**Figure II-13**), en se basant sur les critères de pureté,

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

granulométrie et aussi les proportions stœchiométriques de la composition souhaitée à élaborer. Nous devons utiliser des poudres de qualité commerciale et De granulométrie moyenne inférieure à 100 μm et de pureté supérieure à 99 %. La masse totale de la quantité de poudre (mélange de Ti, Al et de V) selon les différentes proportions est de 16 g.



Figure (II.13): Microbalance en quartz.

II.6.7. Les jarres et les billes utilisées :

Les jarres et les billes utilisées dans notre travail sont en acier inoxydable (acier chromé), les jarres ayant une capacité de 250 ml chacune. Nous avons également utilisé 7 billes de 20mm de diamètre chacune Les jarres et les billes utilisées dans notre travail sont en acier inoxydable (acier chromé), les jarres ayant une capacité de 250 ml chacune. Nous avons également utilisé 7 billes de 20mm de diamètre chacune.

II.6.8. Atmosphère de broyage :

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

Si aucune précaution n'est prise lors du broyage des poudres (broyage à l'air ambiant), nos poudres risqueront d'être contaminées au contact de l'air, ce qui augmente les risques d'oxydation des poudres. Le remplissage des jarres se fait dans une boîte à gants sous atmosphère contrôlée (gaz inerte).

Par la suite, elles sont fermées hermétiquement et peuvent alors être extraites de la boîte à gants pour les fixer solidement sur le plateau du broyeur. L'atmosphère régnant dans les jarres au cours du broyage est la même que dans la boîte à gants (l'argon). Les jarres ne seront à nouveau ouvertes qu'après la fin de l'opération de broyage. [17].

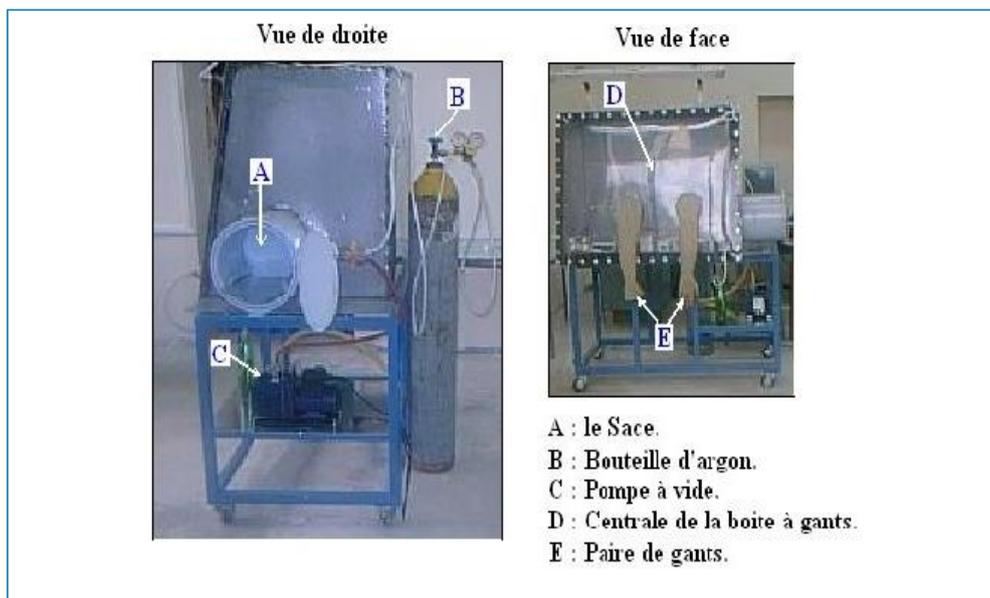


Figure (II.14): Boîte à gants

II.6.9. Vitesse de broyage :

Dans notre étude, nous avons utilisé une vitesse de rotation du plateau Ω égale à 300 trs/min et une vitesse des jarres ω égale à 500 trs/min avec un rapport de multiplicité égale à (-2). Notons que le signe négatif (-) signifie que le sens de rotation du plateau est inverse à celui des jarres.

Dans le tableau ci-dessous, nous avons mentionné les différentes conditions de synthèse des poudres nanostructurées (TiAlV).

II.7 Techniques de caractérisation

Cette partie comprend la description et le principe de fonctionnement du dispositif expérimental de toutes les techniques utilisées lors de la caractérisation de l'alliage nanocristallin élaboré.

Afin de comprendre les mécanismes de formations des alliages nanostructurés à travers l'évolution structurales et microstructurales des particules de poudres broyées, plusieurs méthodes d'analyse sont utilisées. Pour notre étude nous avons basé sur deux méthodes ; la microscopie électronique à balayage (MEB), qui est un appareil d'observation, pouvant fournir des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet. Et la diffraction de rayons X (DRX), qui permet l'identification des structures et les phases cristallines existantes dans les particules, ainsi que le calcul des tailles de grains.

II.7.1 Caractérisation par microscopie électronique à balayage(MEB)

❖ INTRODUCTION :

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un appareil d'analyses, pouvant fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide.

Sa grande commodité d'utilisation, sa souplesse pour visualiser des champs d'extension très variables sur des échantillons massifs, l'étendue de sa profondeur de champ font du MEB un outil indispensable dans l'exploration du monde microscopique.

Son utilisation est courante en biologie, chimie, médecine, géologie, métallurgie ainsi qu'en mécanique. Les premiers appareils ont été mis au point dans les années 40 mais les premiers appareils commerciaux ont été disponibles vers le milieu des années 60. Les observations, ainsi que les analyses de composition chimique, ont été réalisées en microscope électronique à balayage au laboratoire sciences

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

des matériaux de la faculté FGMGP de marque JOEL (XL30). Il est couplé à un système d'analyse



Figure(II.15) : microscopie electronique a balayage-meb

II.7.2 Caractéristiques du MEB :

Les caractéristiques principales du MEB sont:

1. La profondeur de champ ;
2. La résolution ;
3. Le grandissement.
4. D'images de marque.

II.7.3. Principe et description du dispositif :

Le fonctionnement du microscope est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon. Ces électrons qui irradient la surface de l'échantillon pénètrent profondément dans le matériau et affectent un volume appelé "poire d'interaction" **Figure (II-16)**. Le volume de cette poire dépend du numéro atomique moyen de l'échantillon et de l'énergie des électrons incidents (22). Dans ce volume

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

d'interaction, les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreux phénomènes secondaires :

- Réémission d'électrons et de photons
- Absorption d'électrons
- Courants induits
- Potentiels électriques
- Élévation de température locale
- Vibration du réseau

La figure ci-dessous illustre l'ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. Toutes ces radiations sont produites simultanément et rendent possibles à la fois l'observation et l'analyse d'un objet choisi (par ex. des inclusions sur une surface de rupture).

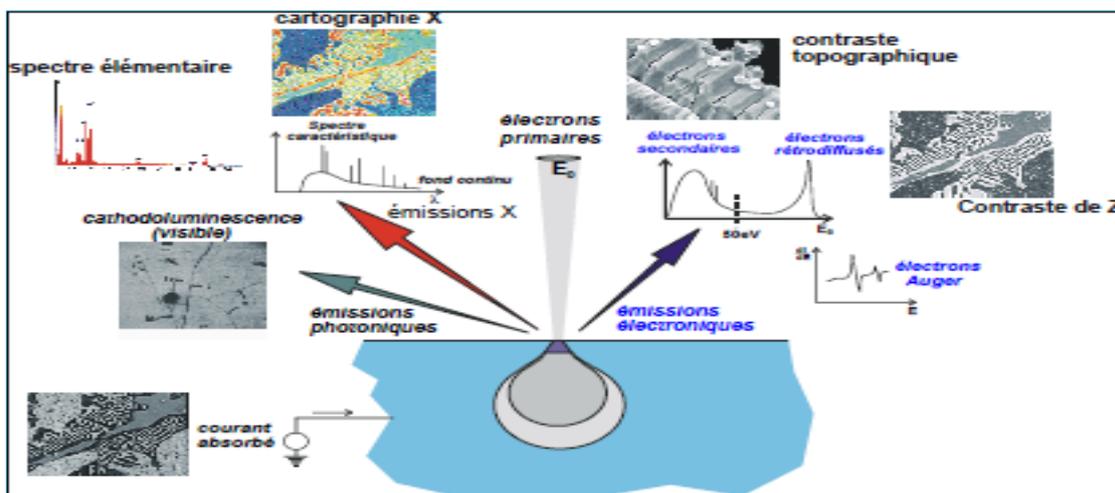


Figure (II.16): Répartition des particules émises sous l'impact du faisceau. (Poire de diffusion).

Le MEB possède trois types de détecteurs : un détecteur d'électron secondaire, un détecteur d'électrons rétro diffusés et un détecteur de photons X. Les émissions non détectées se dissipent en chaleur dans les parois de la chambre,

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

de l'échantillon ou sont mises à la terre. Si on fait une spectroscopie d'électrons réémis par l'échantillon, la courbe obtenue possède deux pics :

1 pic de faible énergie ($<50\text{eV}$) : c'est le pic des électrons secondaires.

1 Pic de forte énergie ($>50\text{eV}$) : c'est IE pic des électrons rétro diffusés.

Dans ce travail, nous avons utilisé le microscope Philips XL 30 FE-SEM qui peut fonctionner avec trois différents modes ; l'imagerie en électrons secondaires, l'imagerie en électrons rétrodiffusés et la micro-analyse (EDAX) qui nous a permis d'effectuer de la microanalyse en mode global et local. En plus des fonctions d'observation, la microscopie électronique à balayage est équipée d'un spectromètre à rayon d'énergie dispersive (EDX). Lorsque les électrons de hautes énergies frappent un solide, il se produit une émission X caractéristique des éléments présents dans le solide. Si l'on concentre une sonde fine d'électrons en un point d'un échantillon et que l'on analyse cette émission, on peut obtenir une information sur la composition chimique du point considéré. Parmi l'ensemble des rayonnements électromagnétiques, les rayons X sont caractérisés par des longueurs d'onde comprises entre 0.1 et 100 Å [24].

1.1 - Les électrons secondaires

Arrachement d'électrons par ionisation. Certains électrons incidents de faible énergie ($< 50\text{ eV}$) sont éjectés de l'échantillon sous l'effet du bombardement. Comme seuls les électrons secondaires produits près de la surface sont détectés, ils formeront des images avec une haute résolution (3-5 nm). Le contraste de l'image est surtout donné par le relief de l'échantillon mais on peut également observer un contraste chimique dans le cas de grandes différences de numéros atomiques. (25)

1.2 - Les électrons rétro-diffusés

Les électrons accélérés dans la colonne pénètrent dans l'échantillon. Un parcours plus ou moins important dans la matière leur fait perdre une fraction de leur énergie. La trajectoire suivie est aléatoire et ils peuvent revenir vers la surface. Ils sont alors détectés après leur sortie de l'échantillon. Du fait de leur plus grande énergie, les électrons rétrodiffusés peuvent provenir d'une profondeur plus importante et la résolution de l'image sera moins bonne qu'en électrons secondaires (6-10 nm). Suivant le type de détecteur utilisé, les électrons rétrodiffusés fournissent

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

une image topographique (contraste fonction du relief) ou une image de composition (contraste fonction du numéro atomique). (25)

1.3 - Les Rayons X (ou photons X)

Le faisceau d'électrons est suffisamment énergétique pour ioniser les couches profondes des atomes et produire ainsi l'émission de rayons X. La résolution spatiale d'analyse dépend de l'énergie de la raie X détectée, de la nature du matériau, de la fluorescence secondaire. Elle est en général supérieure au micromètre. (25) élastique.

II.7.4 La diffraction de rayons X (DRX) :

La caractérisation par diffraction de rayons X permet de mesurer l'intensité et la position des pics afin d'identifier les phases présentes dans l'échantillon. La connaissance des positions conduit en général la détermination des distances entre plans réticulaires associés aux réflexions en appliquant la relation de Bragg.

❖ Dispositif expérimental :

Pour caractériser la structure des poudres issues du processus de broyage mécanique, nous avons utilisé la diffraction de rayons X. Cette technique d'analyse permet de déterminer la structure des phases cristallisées, les paramètres de maille, la taille moyenne des cristallites de ces phases et éventuellement, leur état de contrainte mécanique.

Les expériences de la diffraction des rayons X ont été effectuées à l'aide d'un diffractomètre du type Phillips X'pert pro disponible au Centre de Recherche Nucléaire d'Alger (**Figure II.17**). Ce mode de fonctionnement permet de travailler en gardant l'échantillon immobile et faire varier systématiquement la position du tube à rayons X et du détecteur d'un angle θ [26]. Le diffractomètre est équipé d'un tube à rayons X avec une anticathode en Cuivre (Cu) et d'un filtre pour éliminer la raie $K\beta$ et de sélectionner la raie $K\alpha$ de longueur d'onde = 1.5418 Å.

Il est alimenté par une déférence de potentiel de 45 KV et un courant de 40 mA. Les plans qui peuvent diffracter sont repérés par des positions angulaires 2θ .

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

L'ensemble de l'appareillage est connecté à un ordinateur comportant un programme qui permet de contrôler et de traiter les données de chaque échantillon. Cette technique consiste à éclairer un cristal avec un faisceau de rayons X sous un angle d'incidence θ . Ce faisceau est diffusé dans toutes les directions par les électrons des atomes du cristal en conservant la même longueur d'onde.

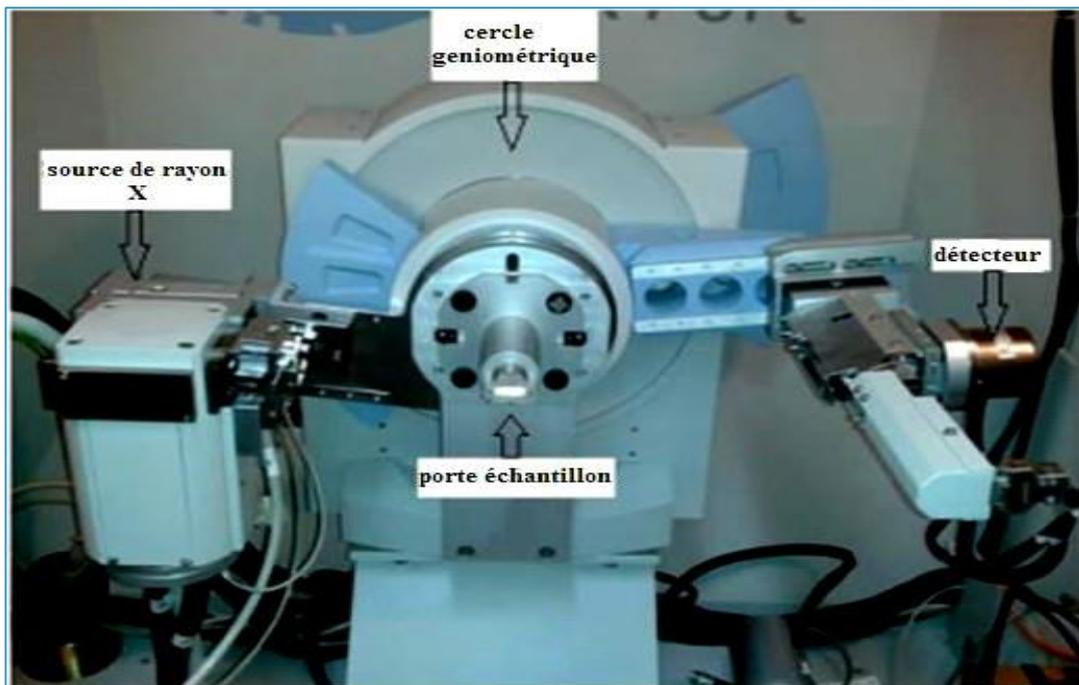


Figure (II.17) : Photographie du diffractomètre de type Philips X'Pert Pro en configuration de Bragg-Brenta

❖ Principe :

La diffraction de rayons X est une méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallisés. Cette méthode ne s'applique qu'à des matériaux présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire un arrangement ordonné et périodique des atomes qui les constituent. Dans ces matériaux, les atomes s'organisent en plans réticulaires qui sont désignés par les indices (h, k, l) appelés indices de Miller. En éclairant une famille de plans réticulaires avec un rayonnement de longueur d'onde suffisamment petite on peut obtenir un phénomène de diffraction **Figure (II-18)**, de la même manière que les rayons lumineux sont diffractés par les petites fentes d'un réseau [27].

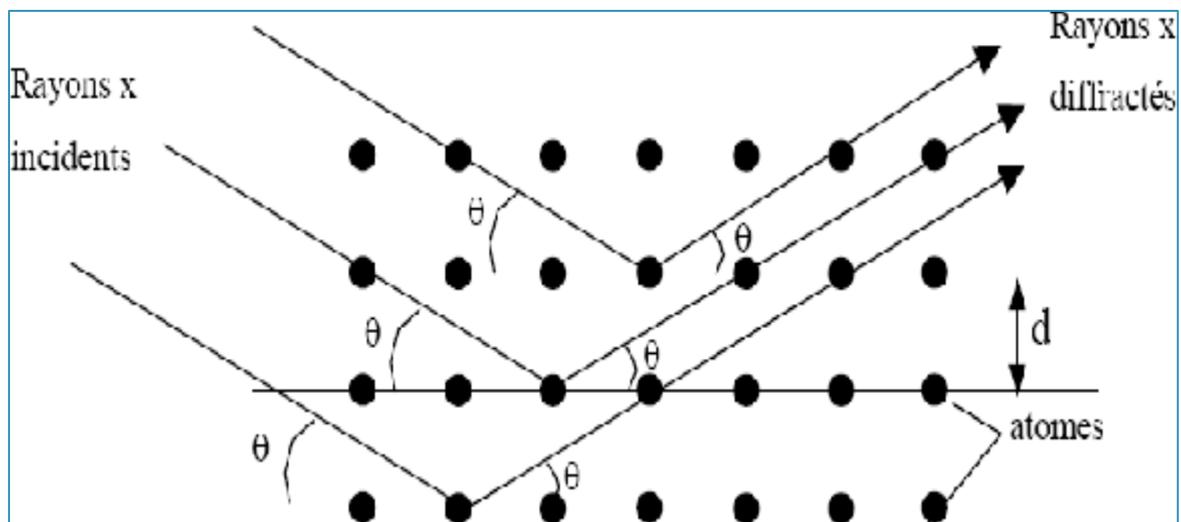


Figure (II.18) : illustre le principe de la Loi de Bragg [28]

Les rayons X, qui ont des longueurs d'onde inférieures à 1 nm, permettent d'observer ces phénomènes de diffraction par les cristaux. Ainsi, en éclairant un cristal avec un faisceau de rayons X, on obtient une figure de diffraction constituée de pics caractéristiques des plans réticulaires diffractants. La position de chaque

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

pic, c'est à dire l'angle de diffraction θ , dépend de l'orientation et de la distance réticulaire de la famille de plans diffractants. Cet angle θ vérifie la relation de Bragg

$$2d_{(hkl)} \cdot \sin\theta_{(hkl)} = n\lambda \quad (2.1)$$

Avec λ : La longueur d'onde du faisceau de rayons X

d_h : La distance inter-réticulaire

θ_{hkl} : L'angle d'incidence des rayons X

n : L'ordre de diffraction.

❖ Préparation des échantillons de poudre pour la DRX :

Plusieurs méthodes de préparation de poudre pour l'analyse DRX existent. La poudre peut être disposée dans un porte-échantillon puis mise au niveau de référence. Cette mise à niveau consiste à égaliser la surface, par exemple à l'aide d'une lame de verre. Ce procédé induit une compression de la poudre qui peut favoriser l'orientation des cristaux et influencer sur les résultats DRX. Le porte-échantillon peut être rectangulaire ou circulaire (**figure II.19**). L'empreinte dans laquelle est disposée la poudre peut elle aussi être rectangulaire ou circulaire, avec des dimensions variables de 1 à 2 cm. La profondeur de l'empreinte (quelques dixièmes de mm) est choisie pour assurer une absorption quasi-complète d'un faisceau RX perpendiculaire à la surface.

La préparation de la surface a une très grande importance expérimentale [29]

- Assurer le niveau "0" du goniomètre.
- Eviter de créer une "rugosité de surface" et des "orientations préférentielles" qui modifient les valeurs relatives des intensités diffractées.

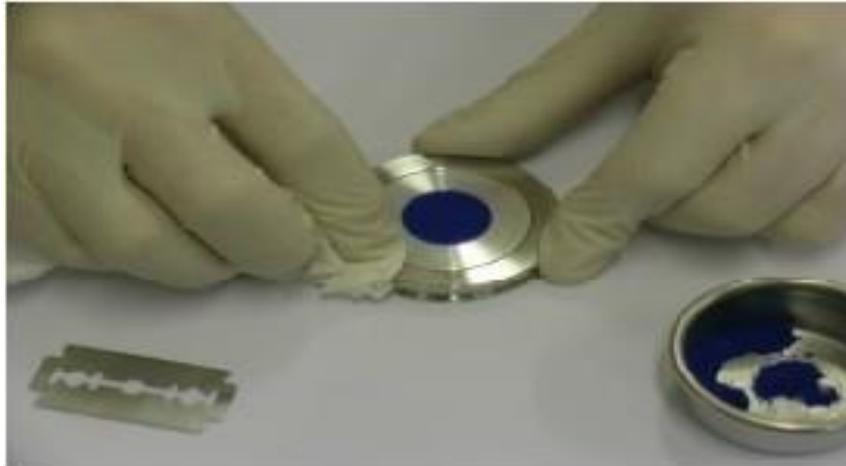


Figure II-19 : Le porte-échantillon.

II.7.5 Détermination de la taille des cristallites :

Dans notre étude, nous avons évalué la taille des cristallites aux différentes étapes de l'élaboration de l'alliage. Il est important de ne pas confondre les cristallites et les particules :

- Les cristallites sont les entités élémentaires monocristallines, les domaines de cohérence qui diffractent le faisceau X.
- Les particules sont des blocs constitués parfois d'une seule cristallite, mais souvent de plusieurs cristallites, elles sont alors polycristallines.

Le calcul de la taille des cristallites n'est possible qu'entre certaines limites. Dans cette étude, nous avons utilisé la formule de Scherrer. De plus, la taille calculée dépend des indices du pic choisi, des conditions de préparation de l'échantillon, du mode de détermination de la largeur du pic, de l'appareillage. Le résultat de la détermination de la taille de la cristallite s'est donc à prendre avec précaution. Malgré ces restrictions, ce calcul effectué de manière systématique pour une procédure expérimentale donnée est un bon indicateur des évolutions générales dans des échantillons de même nature, ce qui est le cas des divers échantillons de

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

TiAlV, tous préparés de la même manière et caractérisés par DRX avec des conditions d'acquisition identiques.

❖ Calcul des paramètres de maille :

Il est bien connu que pour chaque type de structure cristalline (cc, cfc, hcp...), la connaissance de la position de chaque pic et des indices (h, k, l) des plans diffractant associés permet de calculer les paramètres de maille. Dans le cas d'une structure cubique (TiAlV), le paramètre de maille a (nm) est relié aux indices (h, k, l) et à la distance inter réticulaire $d_{h,k,l}$ par la relation suivante :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2} \quad (2.2)$$

❖ Application de la formule de Scherrer :

Parmi toutes ces méthodes existantes pour extraire les paramètres microstructuraux à partir des pics de diffraction, la formule de Scherrer [30] (mentionnée sur la partie effet de taille), reste actuellement la plus utilisée:

L'équation de Scherrer est largement acceptée pour l'évolution des tailles des cristallites à l'échelle nanométrique bien qu'elle ne tienne pas compte de l'élargissement dû aux microdéformations [31].

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.3)$$

Où D_{hkl} est la taille moyenne des cristallites dans la direction perpendiculaire

Aux plans (D),

λ est la longueur d'onde de la radiation monochromatique utilisée (pour la $K\alpha$ du cuivre, $\lambda=1.54059 \text{ \AA}$),

B est la largeur du pic en radians. Nous avons le choix de travailler soit avec la largeur à mi-hauteur, soit avec la largeur intégrale du pic β_i qui est égale à sa surface divisée par sa hauteur (c'est la largeur d'un rectangle qui a la même hauteur

Chapitre II : Technique D'élaboration et Caractérisation

et la même surface que le pic). K est une constante (entre 0.87 et 1) qui dépend du facteur de forme des cristallites. Nous prendrons K=1.

La contrainte de la maille (ϵ) a été calculée pour les mêmes lignes de diffraction

En utilisation l'équation suivante [32,33] :

$$\epsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} \quad (2.4)$$

Où :

$\lambda = 1.54059 \text{ \AA}$ (Cu $k\alpha$),

β est la largeur à mi-hauteur

θ est l'angle en radians

Chapitre III
Résultat Et Discussion

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Introduction

Ce chapitre concerne les résultats des caractérisations morphologiques, structurelles et microstructurales. Nous présentons les différents résultats obtenus principalement par DRX et MEB, Les résultats de ces analyses seront donnés pour les alliages ternaires $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ (% de masse) développés par mécanosynthèse pendant 0, 10,20,40,60 et 80h.

III Caractérisation structurale par DRX

La cristallinité des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$, l'identification des phases, le paramètre de maille, la taille moyenne des cristallites ainsi que le taux moyen des microdéformations ont été identifiées par analyse des rayons X. Son diffractogramme a été traité à l'aide du programme X'Pert HighScore Plus. L'indexation des raies est faite par comparaison avec les valeurs présentées dans les fichiers ICDD PDF-2 du programme Search/Match.

III .1 Procédure d'identification des phases

➤ Détermination de bruit de fond (background)

Pour le traitement des diffractogrammes, la première étape consiste à déterminer le bruit de Fond, sa suppression affecte la position et la forme des pics, donc la définition de ce bruit est Très importante. Les paramètres "Granularity" et "Bending Factor" représentent respectivement les lignes de courbure et d'intervalle. Après avoir accepté ces paramètres, une ligne verte apparaîtra sur le diffractogramme, indiquant que Données expérimentales (Figure III.1). Ces valeurs peuvent être ajustées pour obtenir un bon Récupération, mais ils donnent de bons résultats. Surtout, ces valeurs Sont les mêmes pour tous les échantillons analysés afin de pouvoir effectuer Comparées; en fait, ces valeurs affectent le calcul de la taille des cristallites.

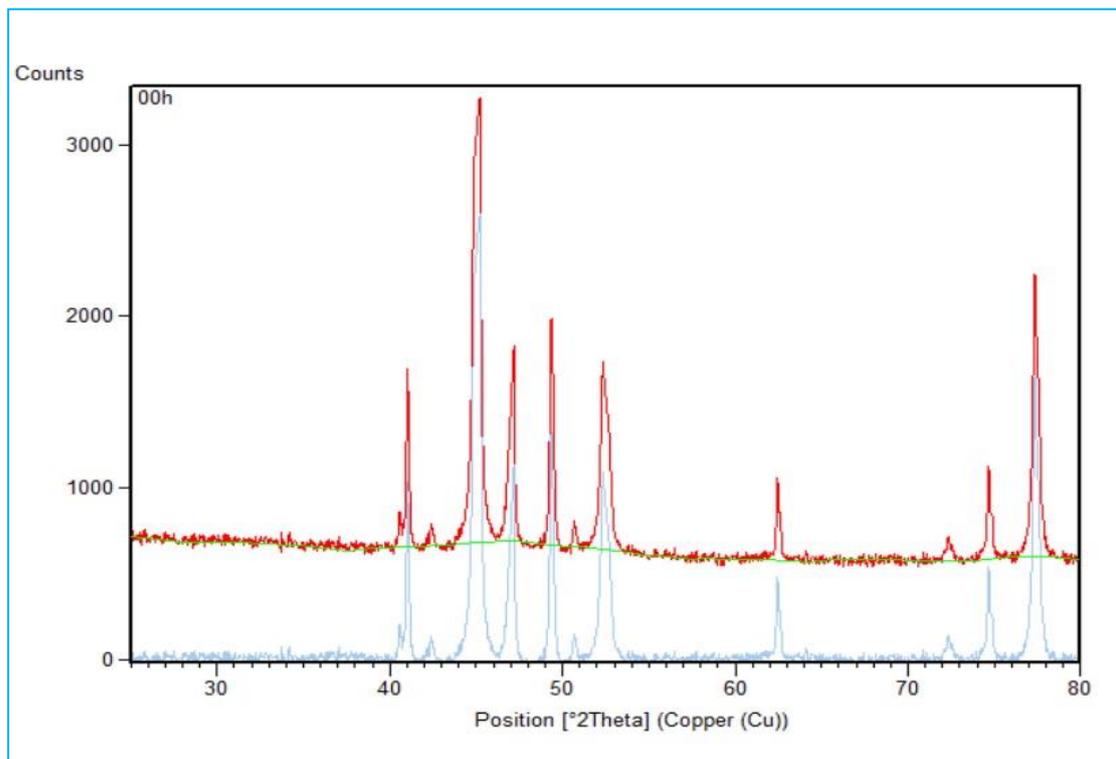
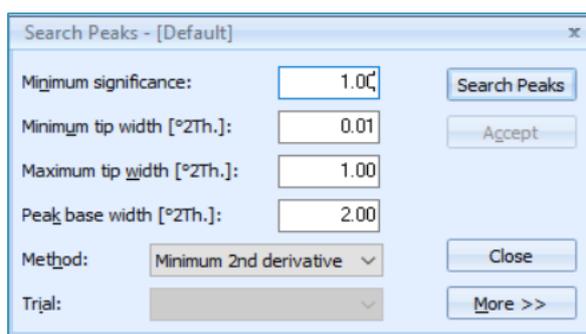


Figure (III.1) : Détermination du bruit de fond à 0h.

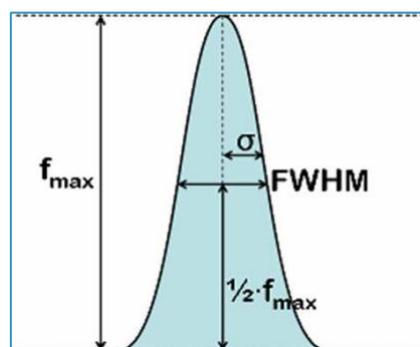
➤ Etape de recherche de pics (search peaks)

Cette étape localise les pics dans le diffractogramme et estime la largeur et l'intensité des pics. Pour obtenir le vrai pic, nous devons établir plusieurs paramètres (voir Figure III.2(a)). Nous avons choisi la méthode "Least Second Derivative". Pour la plupart des diffractogrammes, les valeurs par défaut donnent de bons résultats.

(1)



(a)



(b)

Figure (III.2) : (a) : Les paramètres établis pour la recherche des pics.
(b) : Représentation schématique d'un pic

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Définition de la bande passante pleine largeur à mi-hauteur (FWHM) pour la courbe gaussienne. L'axe horizontal est la fréquence, l'axe vertical est l'amplitude. La zone FWHM est représentée par la largeur dans la région ombrée entre les points de la courbe où l'amplitude a chuté à la moitié de l'amplitude maximale. La largeur de la courbe gaussienne est contrôlée par la valeur c (écart-type), qui est inversement proportionnelle à la fréquence dominante de l'analyse.

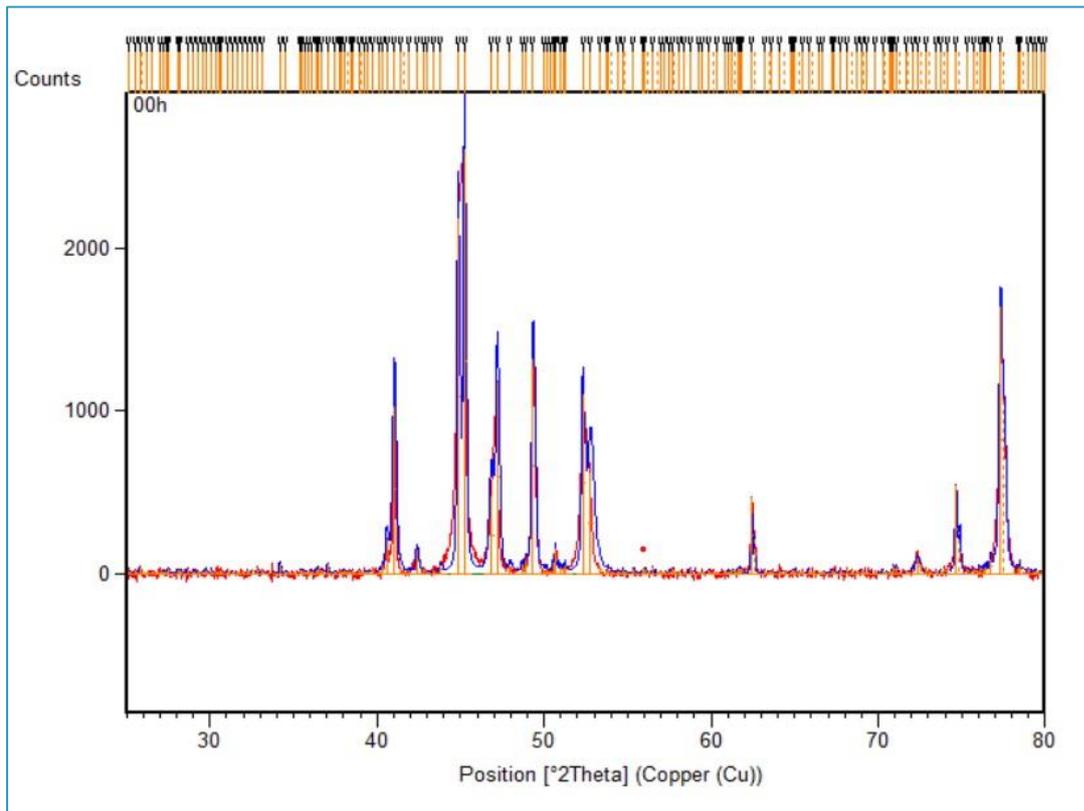


Figure (III.3): Le diffractogramme calculé après la recherche des pics à 0h

➤ Étape de fitting

En sélectionnant "fit profile", la ligne bleue se superpose à la ligne rouge du diffractogramme expérimental, et cette opération est répétée plusieurs fois jusqu'à ce que cette superposition soit parfaite. La figure (III.4) illustre un exemple de coordination entre deux profils (expérimental et simulé)

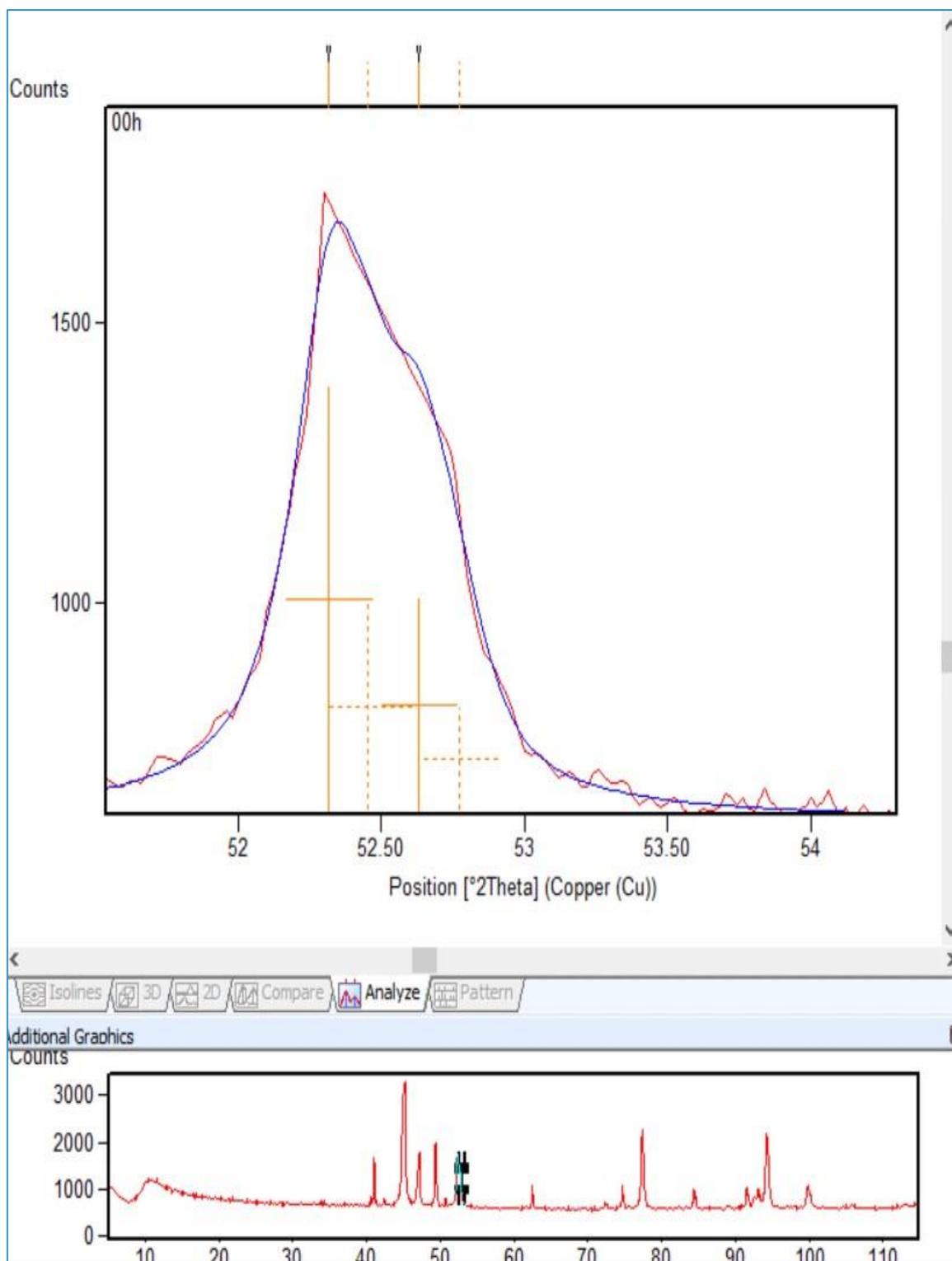


Figure (III.4): le rapprochement entre les deux profils par la fonction « fit profile ».

Chapitre III: Résultat Et Discussion

➤ Identification des phases

L'étape d'identification des phases se fait en deux parties : la première consiste à la recherche des phases en éditant les restrictions où nous imposons les éléments élémentaires « Search » (Figure III. 5 a), les restrictions Permet de comparer des données des similarités (2). La deuxième consiste à identifier les phases présentent qui correspondent à nos pics permet les phases candidates (Figure III.5 b). Un score plus élevé indique une meilleure correspondance « Match ».

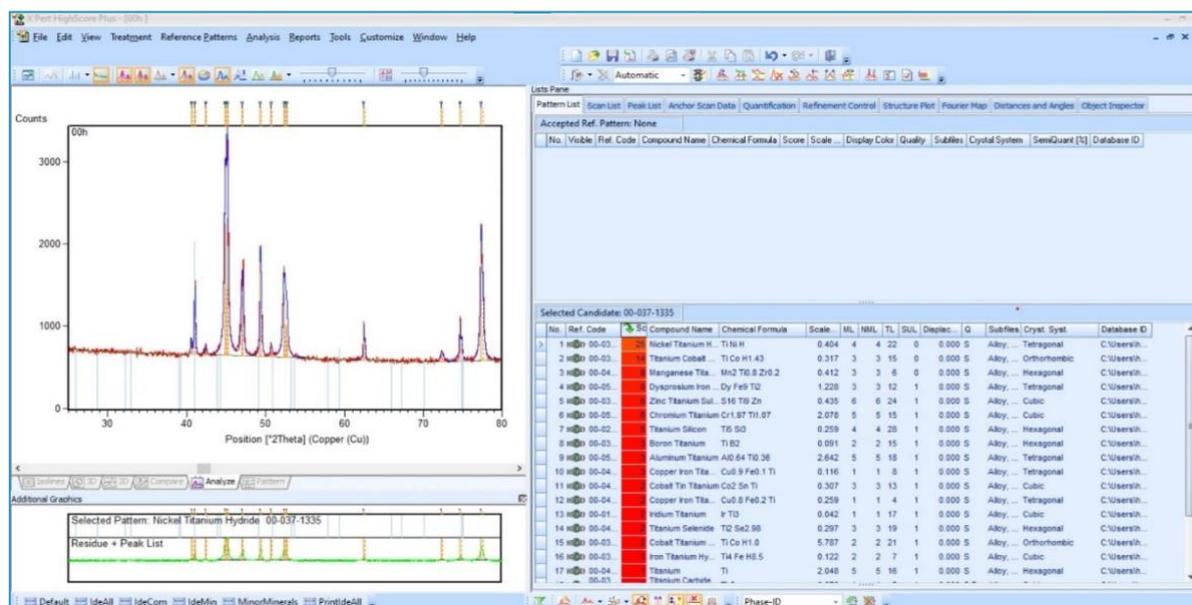
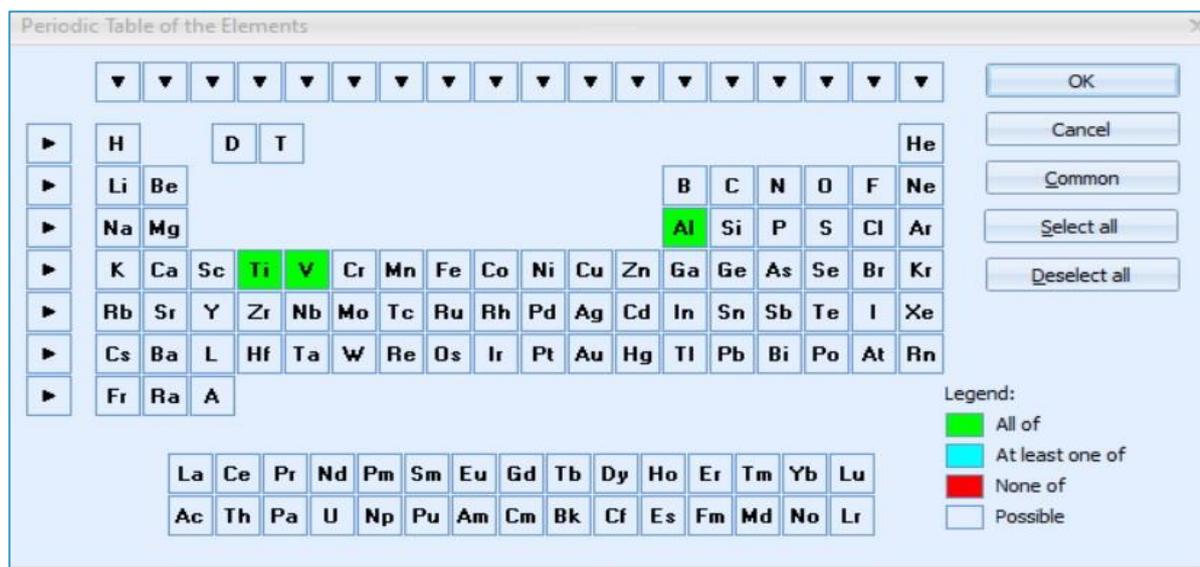


Figure (III. 5): (a) Le tableau périodique qui permet le choix des éléments probables.

(b) Liste des phases candidates.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Après le choix des éléments probables, Le diagramme mesuré sur l'échantillon est comparé à toutes les fiches de la base des données, on obtient une liste des phases possibles. Par identification des pics entre les phases possibles et le diffractogramme on pourra déterminer les phases présentes.

Pour l'alliage $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ nous avons déterminé toutes les phases présentes avant le broyage, et après le broyage pendant 6 durées différentes.

<u>Name and formula</u>	
Reference code:	00-044-1294
Compound name:	Titanium
PDF index name:	Titanium
Empirical formula:	Ti
Chemical formula:	Ti
<u>Crystallographic parameters</u>	
Crystal system:	Hexagonal
Space group:	P63/mmc
Space group number:	194
a (Å):	2.9505
b (Å):	2.9505
c (Å):	4.6826
Alpha (°):	90.0000
Beta (°):	90.0000
Gamma (°):	120.0000
Calculated density (g/cm ³):	4.50
Volume of cell (10 ⁻⁶ pm ³):	35.30
Z:	2.00
RIR:	0.90
<u>Subfiles and Quality</u>	
Subfiles:	Alloy, metal or intermetallic Common Phase Explosive Forensic Inorganic Star (S)
Quality:	Star (S)
<u>Comments</u>	
Color:	Gray
Creation Date:	01/01/1970
Modification Date:	01/01/1970
Color:	Gray
Sample Source or Locality:	Sample was obtained from A.D. Mackay Inc. Average relative standard deviation in intensity of the ten strongest reflections for three specimen mounts = 6.7%
Additional Patterns:	Validated by calculated pattern
Additional Patterns:	To replace 5-682. Component of pyrotechnic boom powders.
<u>References</u>	
Primary reference:	Sailer, R., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA., <i>JCDD Grant-in-Aid</i> , (1993)

Figure (III.6) : (a) : les paramètres de maille

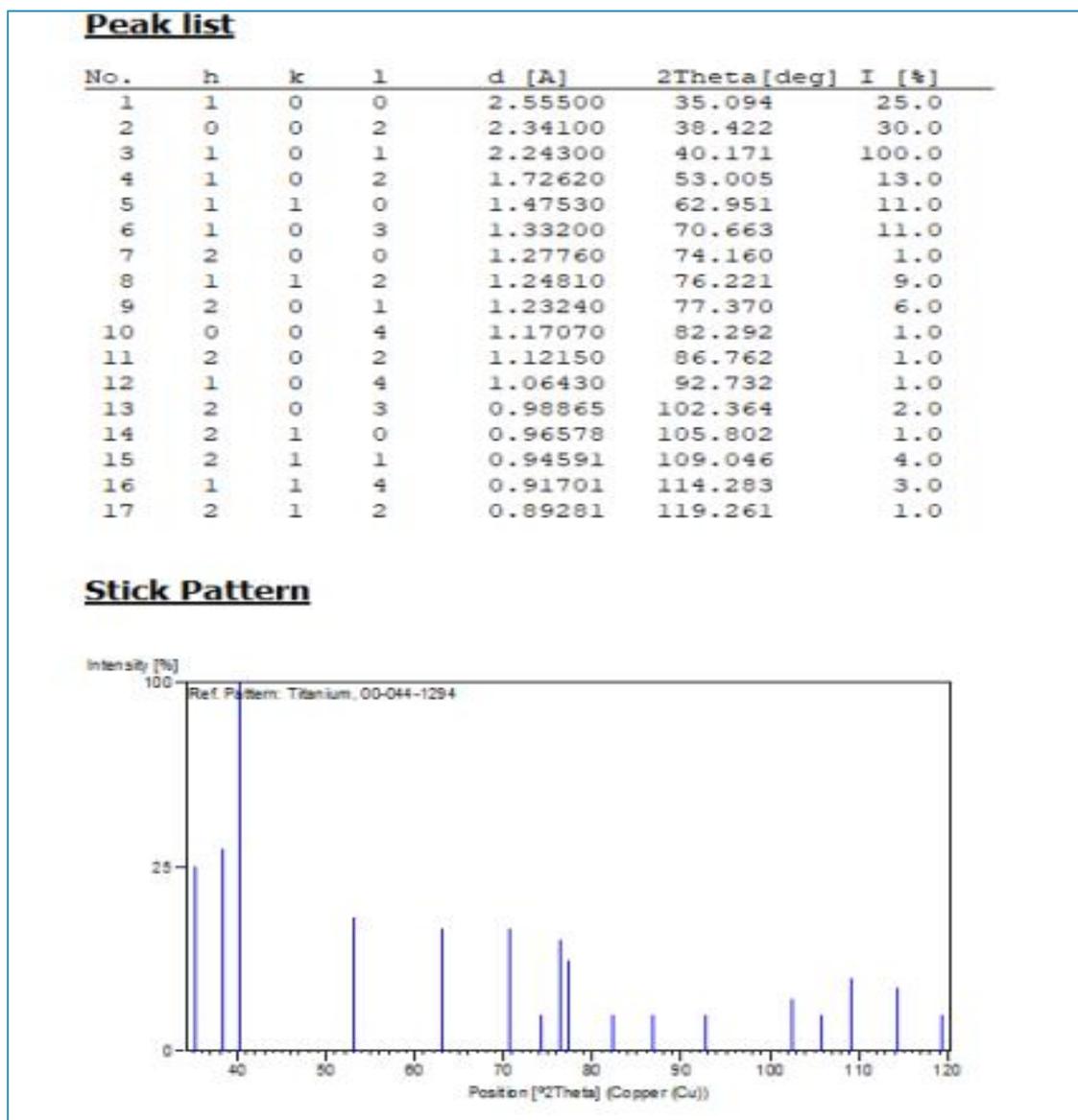


Figure (III.6) : (b): liste des pics

III.2 Les phases présentes dans l'alliage $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ et leur évolution

Sur la Figure (III.7) nous avons superposé les diffractogrammes DRX de $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ (0h, 10h, 20h, 40h,60h,80h) pour avoir une bonne observation de l'évolution des pics et des phases obtenues

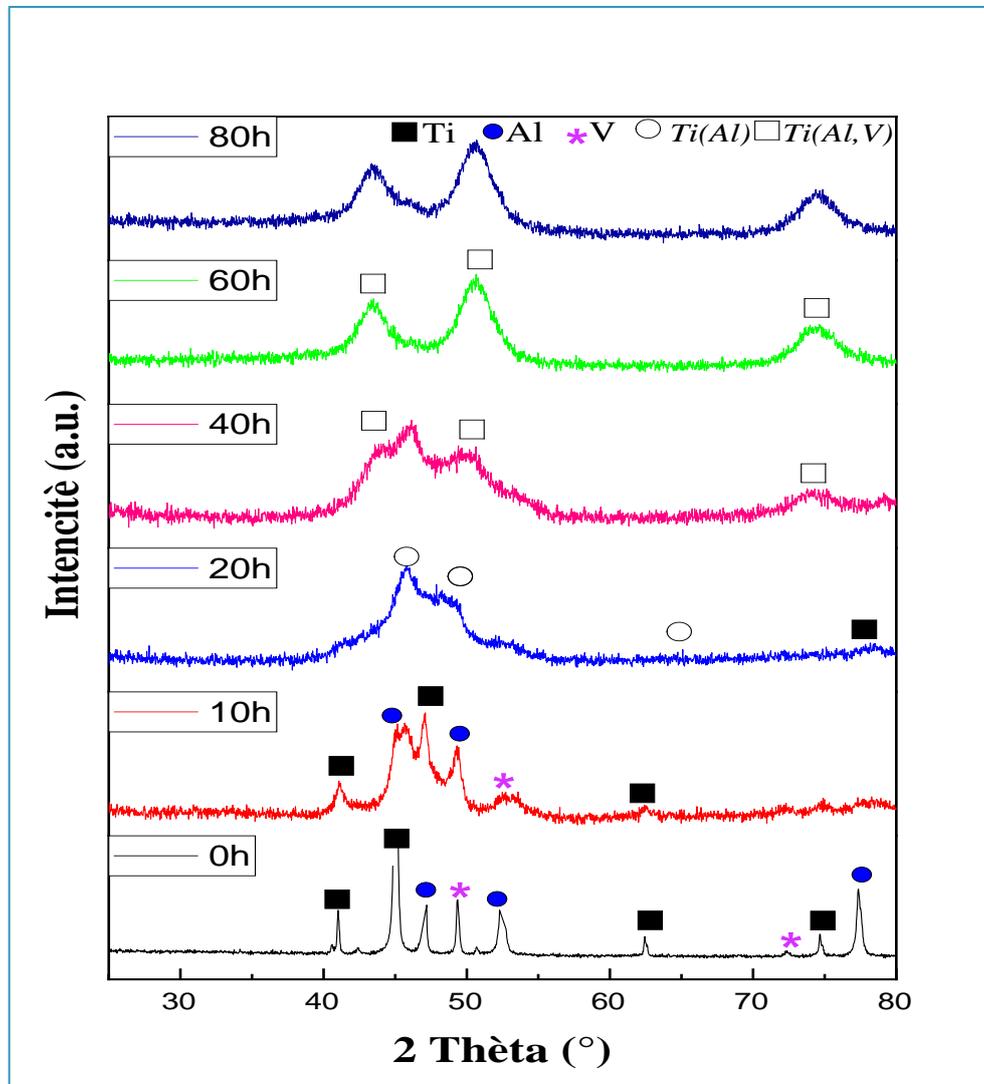


Figure (III.7): Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ durant les différents temps de broyage 0,10, 20, 40, 60, 80 heures.

La Figure (III.7) montre l'analyse par diffraction des rayons X (DRX) du mélange de poudre broyée à différents temps de broyage (0, 10, 20, 40, 60 et 80 heures). Le diagramme DRX de la poudre de $TiAlV$ avant broyage mécanique montre l'apparition de tous les pics pour Ti avec structure hcp, Al avec structure cubique et V avec structure cubique. On peut voir que le déplacement angulaire progressif du pic de Ti vers des angles plus élevés après broyage pendant 10 h est principalement attribué à la formation de solution solide de Ti (Al).

Chapitre III: Résultat Et Discussion

En raison du plus petit rayon atomique de l'aluminium (1,43 Å) et d'un point de fusion inférieur (660 ° C) par rapport au titane (1,47 Å). Au début du meulage, le processus de soudage à froid des particules d'aluminium avec un coefficient de diffusion plus élevé peut facilement se dissoudre dans le titane, créant une solution solide homogène de Ti (Al) [3]. Comme le montre la XRD de la Figure (III.7), il y a encore du vanadium pur à 20h. Comme il a un rayon atomique plus petit que le titane ($V_r = 1,35 \text{ \AA}$, $T_{ir} = 1,47 \text{ \AA}$) et aussi un coefficient de diffusion plus faible que l'aluminium ($T_m(V) = 1890 \text{ C}$), la formation d'une solution solide contenant V prend plus de temps que le broyage périodes.

Des temps de broyage supplémentaires allant jusqu'à 40 h, des soudures à froid et des fractures répétées, ainsi qu'une densité élevée de défauts cristallins et de dislocations a entraîné une diffusion réussie de V et la formation d'une solution solide de Ti (Al, V) [4]. Après 60 h de broyage, les pics de la phase Ti (Al, V) s'élargissent et la solution solide semble s'être partiellement transformée en phase amorphe.

Compte tenu du DRX, après 80 heures de broyage [5], les structures obtenues deviennent typiquement amorphes

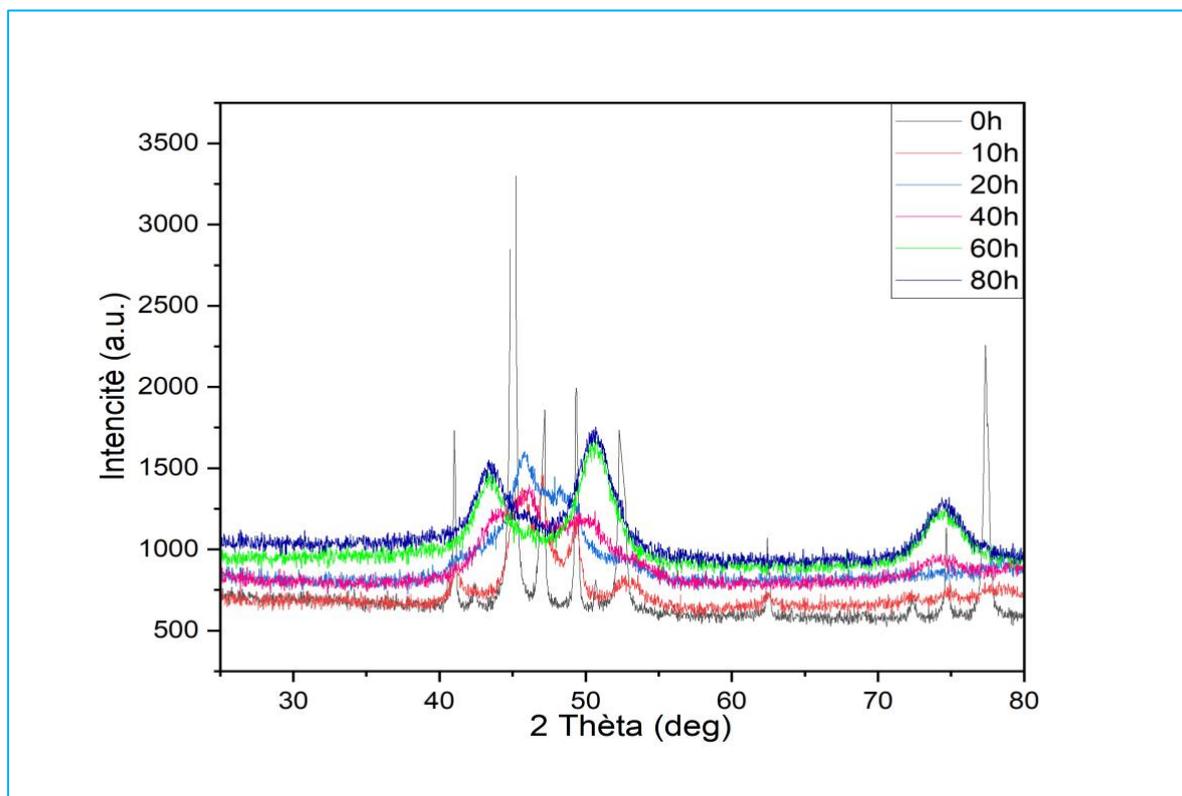


Figure (III.8) : déplacement des pics après broyage

Fig (III.8) indique un décalage de crête Ti après 10 h de fraisage à magnitude plus élevée. Le déplacement angulaire graduel de ce pic Ti vers un pic plus élevé est principalement attribué à la formation de Ti(Al) solution solide et négligemment à la réduction des paramètres de maille en raison du grain compression. Considérant que le point de fusion Al (660 C) et rayon atomique (1,43 Å) sont plus petits que pour Ti (1,47 Å), en raison du froid soudage de particules et formation d'une structure lamellaire dans la première étape du processus d'alliage mécanique, Al avec une diffusion plus élevée le coefficient peut facilement se dissoudre dans le Ti, formant un homogène Solution solide de Ti(Al). En conséquence, le paramètre de maille de Ti et par la suite la distance des plans réduite, suivie par une augmentation de l'angle de diffraction conformément à la Loi de Brag [6]. L'ampleur du remplacement des pics Ti est en relation directe avec pourcentage d'Al dissous [7]. En raison du faible ratio Al à Ti (30 à%Al–50 à%Ti) dans la présente étude, le changement de paramètres de maille et la distorsion globale de la maille qui a résulté d'Al diffusion était négligeable

➤ **Ti₅₀Al₃₀V₂₀ avant broyage (0h)**

La Figure (III. 9) montre les pics de diffraction correspondant à. La présence de trois poudres basiques dans le mélange de départ permet d'avoir un couple diffusant possible, à savoir **Ti₅₀Al₃₀V₂₀**. L'ajustement du diagramme de diffraction des rayons X devient quelque peu compliqué en raison des pics de diffraction qui se chevauchent des différentes phases. Cependant, les différents pics peuvent toujours être distingués par le raffinement du spectre entre les différents éléments.

En sachant que l'espace cristallin pour le Titane est hexagonal et pour l'Aluminium et le Vanadium est cubique.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

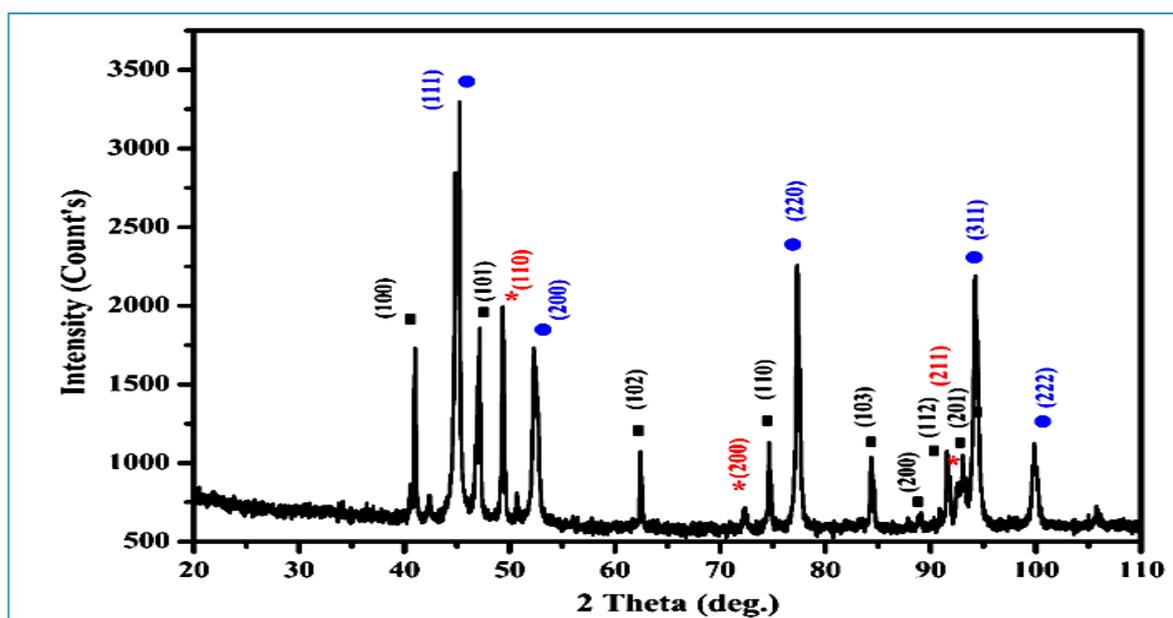
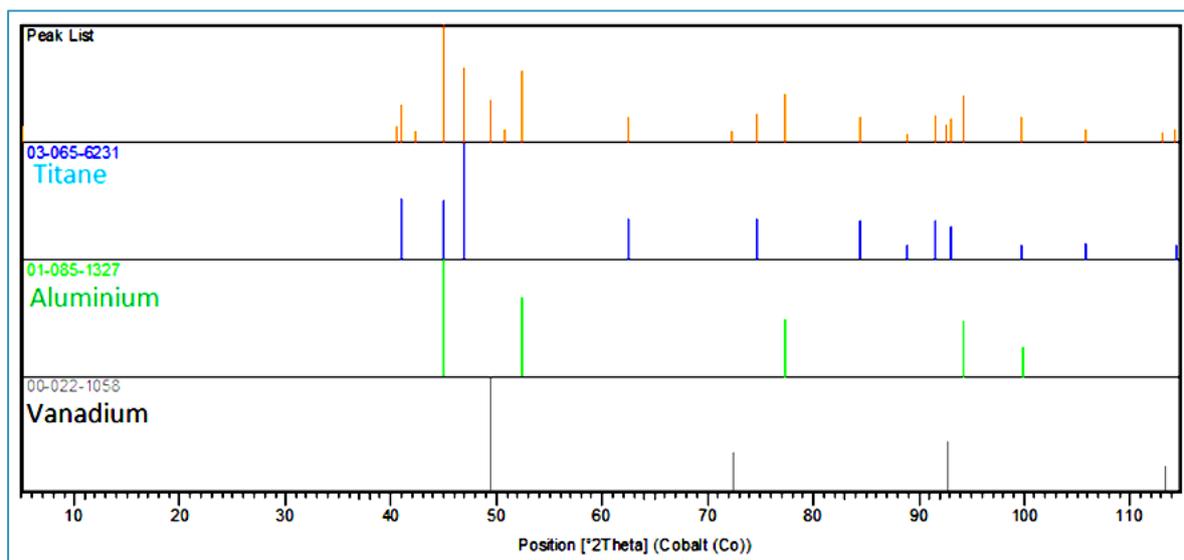


Figure (III. 9): Diffractogramme X de la poudre initiale $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ utilisé (0h).

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Tableau (III.1) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 0 h de broyage.

0 heure	2 Théta	FWHM	d(hkl)	D(nm)	D moy	Lacontrainte ϵ
Peak(1)	41,02545	0,1847	2,19824813	45,9236702	29,22998198	0,00075481
Peak(2)	45,03432	0,44685	2,01143662	19,2456165		0,00180111
Peak(3)	47,00451	0.29684	1,93161651	29,1838281		0,00118776
Peak(4)	49,37003	0,2483	1,84445805	35,2125316		0,00098441
Peak(5)	52,47131	0,51219	1,74250737	17,2917724		0,00200462
Peak(6)	74,70136	0,29789	1,2696727	33,5479754		0,00103325
Peak(7)	77,39414	0.42054	1,23208032	24,2044797		0,00143211

➤ **Ti₅₀Al₃₀V₂₀ Après 10h de broyage**

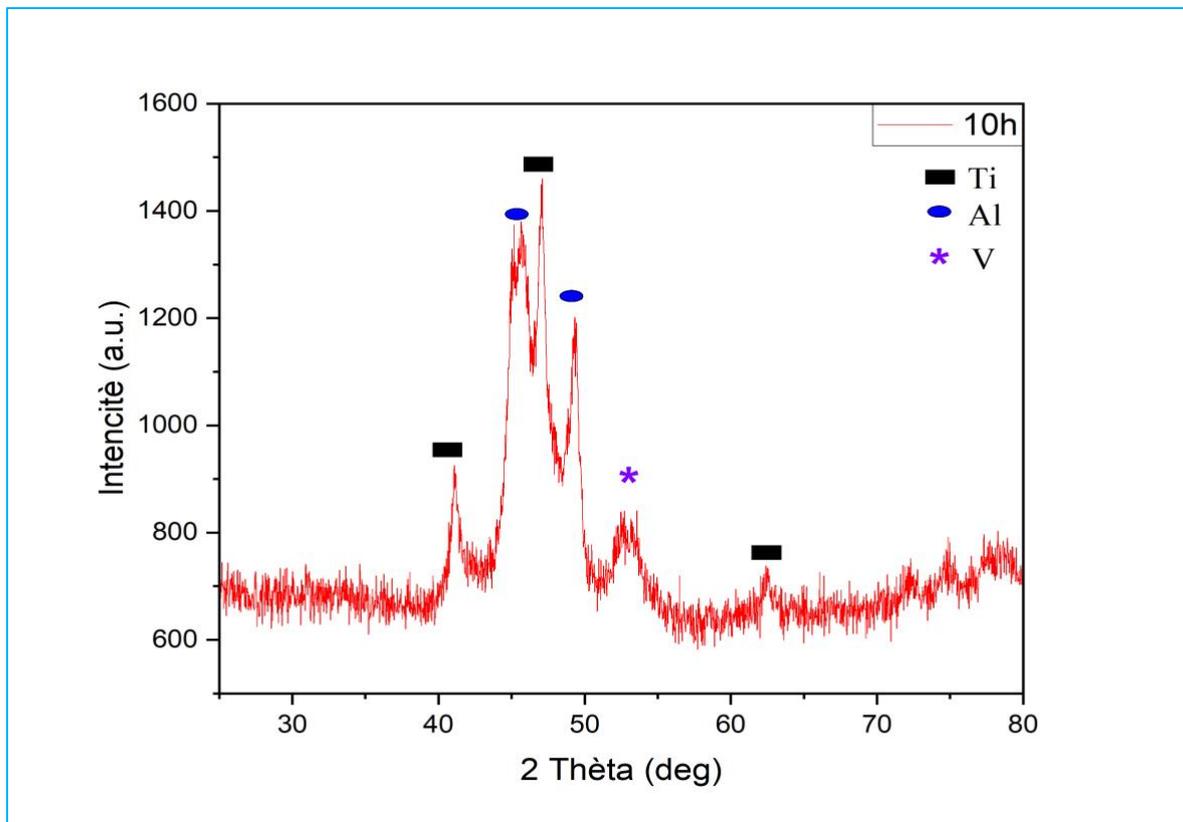


Figure (III.10): Diffractogramme des poudres **Ti₅₀Al₃₀V₂₀** obtenu après 10h de broyage.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Tableau (III.2) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 10 h de broyage.

10heure	2 Théta	FWHM	d(hkl)	D(nm)	D moy	la contrainte ϵ
Peak(1)	41,15311	0,63636	2,19172335	13,3346596	9,13272838	0,0025995
Peak(2)	45,67181	2,02143	1,98483248	4,26426687		0,00812883
Peak(3)	47,02039	0,56117	1,93100116	15,4381911		0,00224531
Peak(4)	49,28695	0,9556	1,84737252	9,1464643		0,00378983
Peak(5)	52,8389	2,54902	1,73124771	3,48006		0,0099606

➤ **Ti₅₀Al₃₀V₂₀Après 20h de broyage**

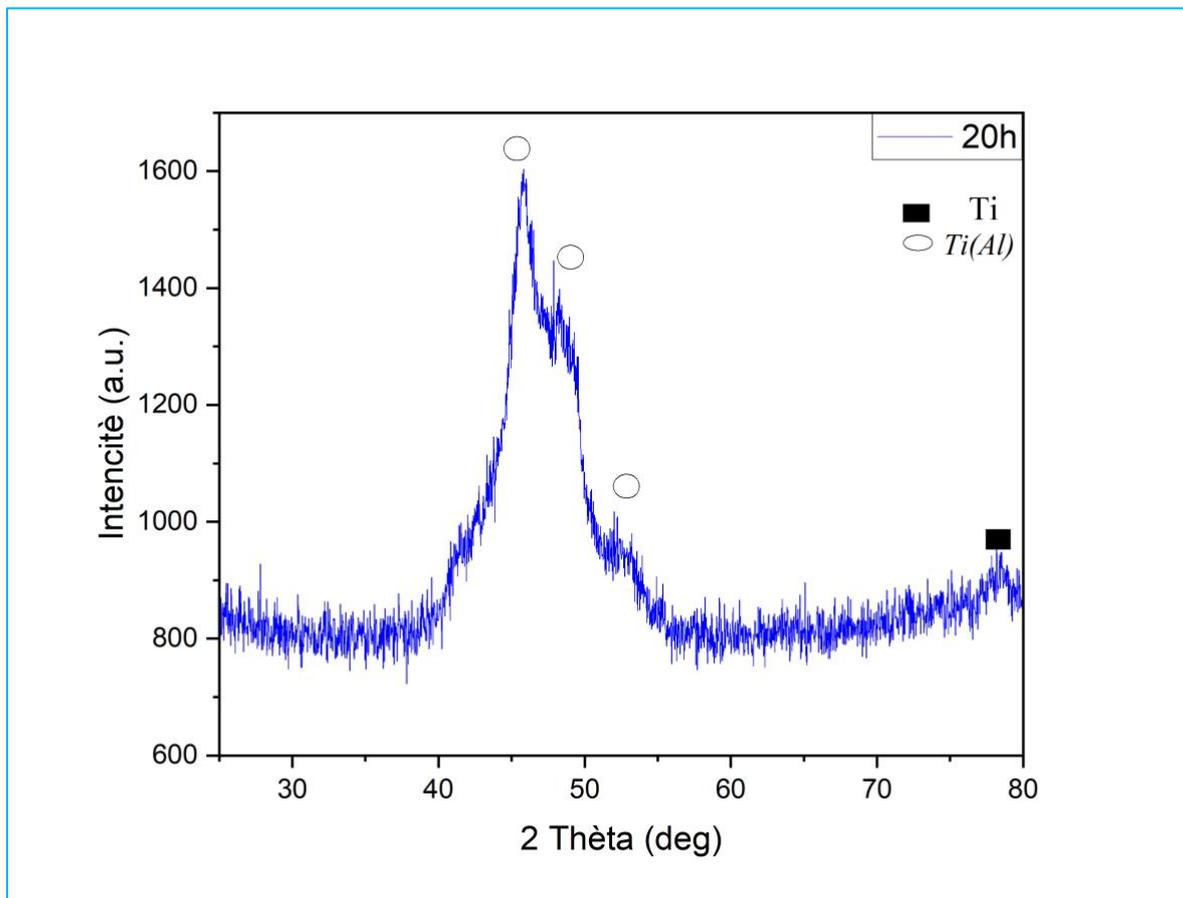


Figure (III.11): Diffractogramme des poudres **Ti₅₀Al₃₀V₂₀** obtenu après 20h de broyage.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Tableau (III.3) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ Des alliages à 20 h de broyage.

20 heure	2 Théta	FWHM	d(hkl)	D(nm)	D moy	la contrainte ϵ
Peak(1)	45,86245	1,02366	1,97702453	8,42659861	4,77308023	0,00411358
Peak(2)	48,01135	4,65501	1,89343323	1,86820018		0,01855449
Peak(3)	52,11082	3,2644	1,75371034	2,70892249		0,01279605
Peak(4)	78,31906	1,68274	1,21982935	6,08859965		0,00569318

➤ **Ti₅₀Al₃₀V₂₀ Après 40h de broyage**

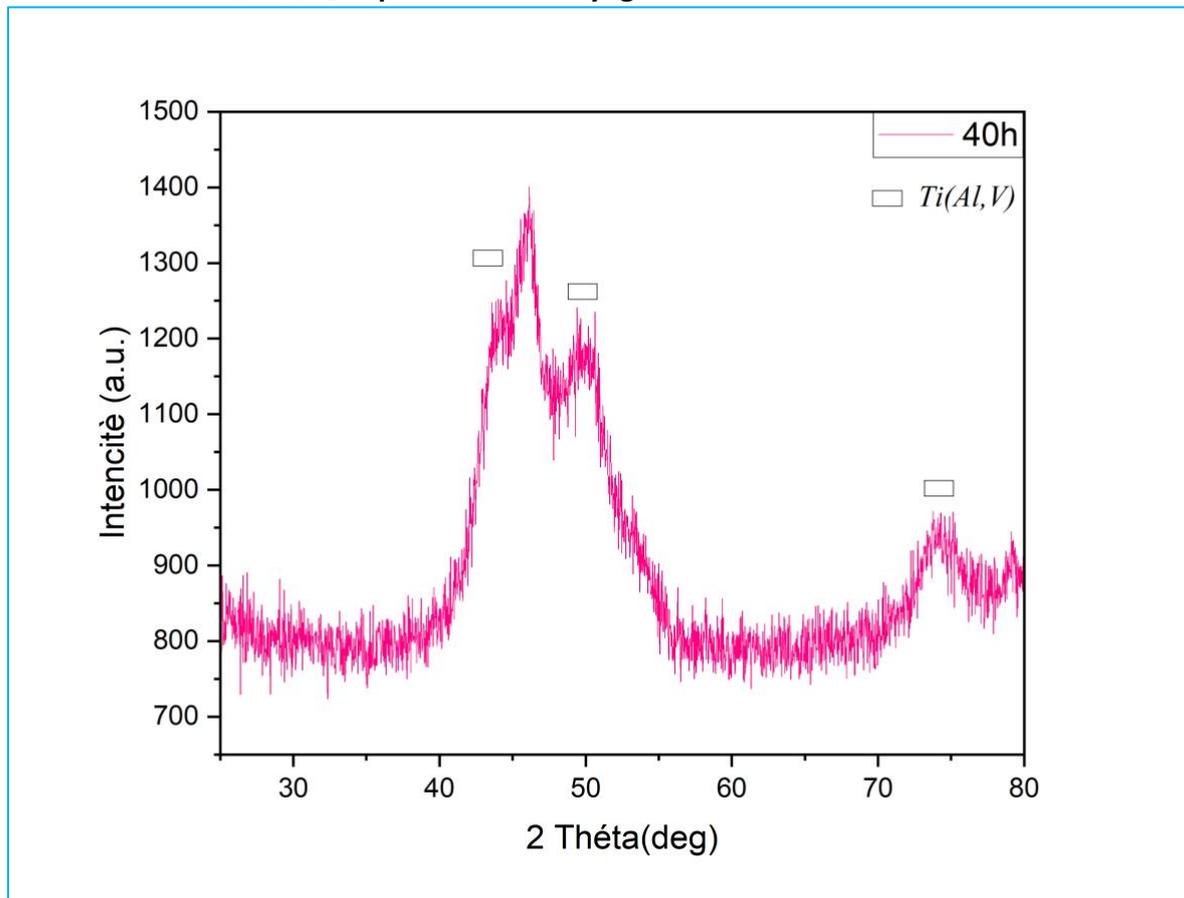


Figure (III.12): Diffractogramme des poudres **Ti₅₀Al₃₀V₂₀** obtenu après 40h de broyage.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Tableau (III.4) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 40 h de broyage.

40 heure	2 Théta	FWHM	d(hkl)	D(nm)	D moy	la contrainte ϵ
Peak(1)	45,92809	1,21635	1,97435161	7,09340587	4,10327891	0,00488672
Peak(2)	49.76395	3.99843	1,83077646	2,19014961		0,015827
Peak(3)	74.42292	3.29617	1,27373175	3,02628126		0,01145416

➤ **Ti₅₀Al₃₀V₂₀ Après 60h de broyage**

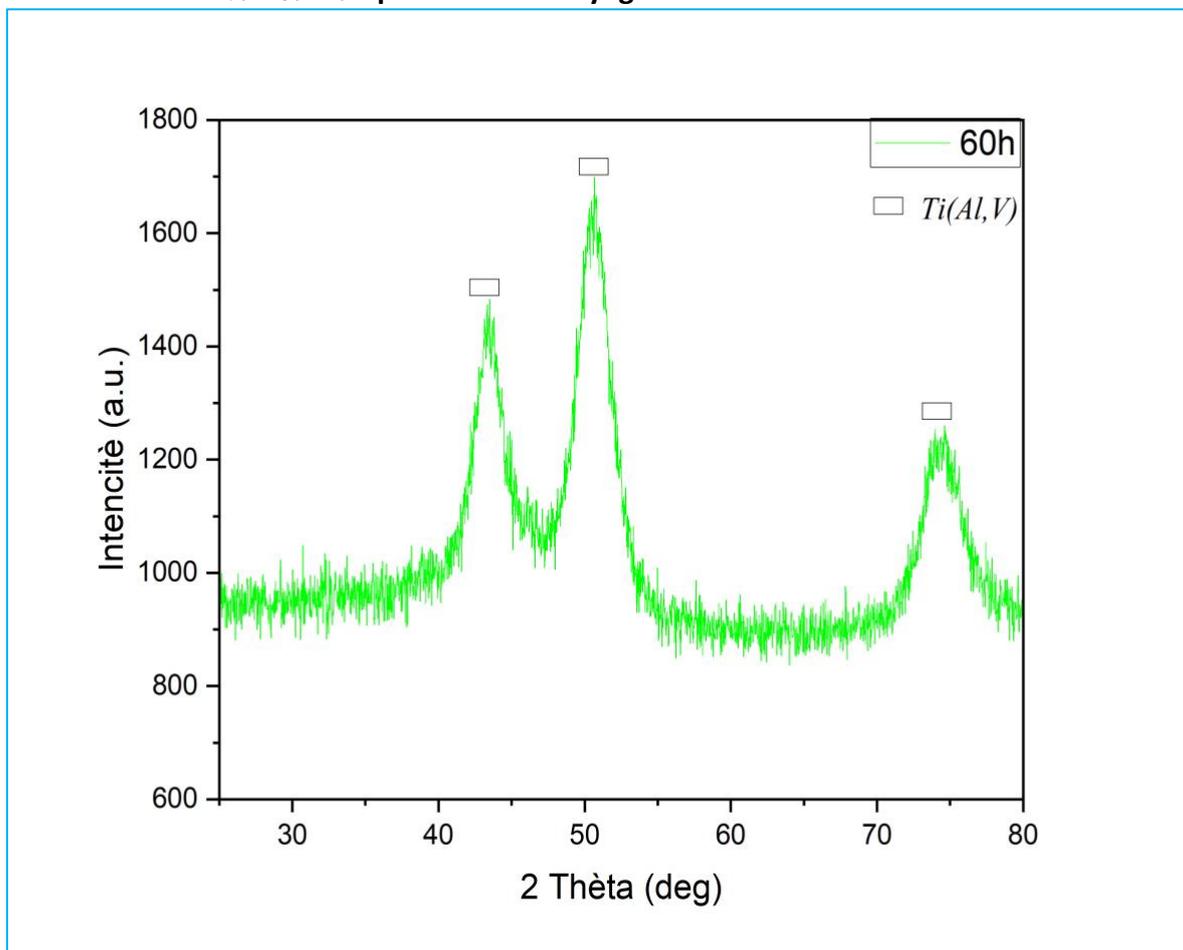


Figure (III.13): Diffractogramme des poudres Ti₅₀Al₃₀V₂₀ obtenu après 60h de broyage.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Tableau (III.5) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ Des alliages a 60 h de broyage.

60 heure	2 Théta	FWHM	d(hkl)	D(nm)	D moy	la contrainte ϵ
Peak(1)	43,48534	2,0396	2,07942 688	4,1933 5081	3,70919735	0,008266 3
Peak(2)	50,59584	2,31282	1,80260 908	3,7992 4816		0,009123 78
Peak(3)	74,49925	3,18348	1,27261 57	3,1349 9309		0,011056 96

- $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ Après 80h de broyage

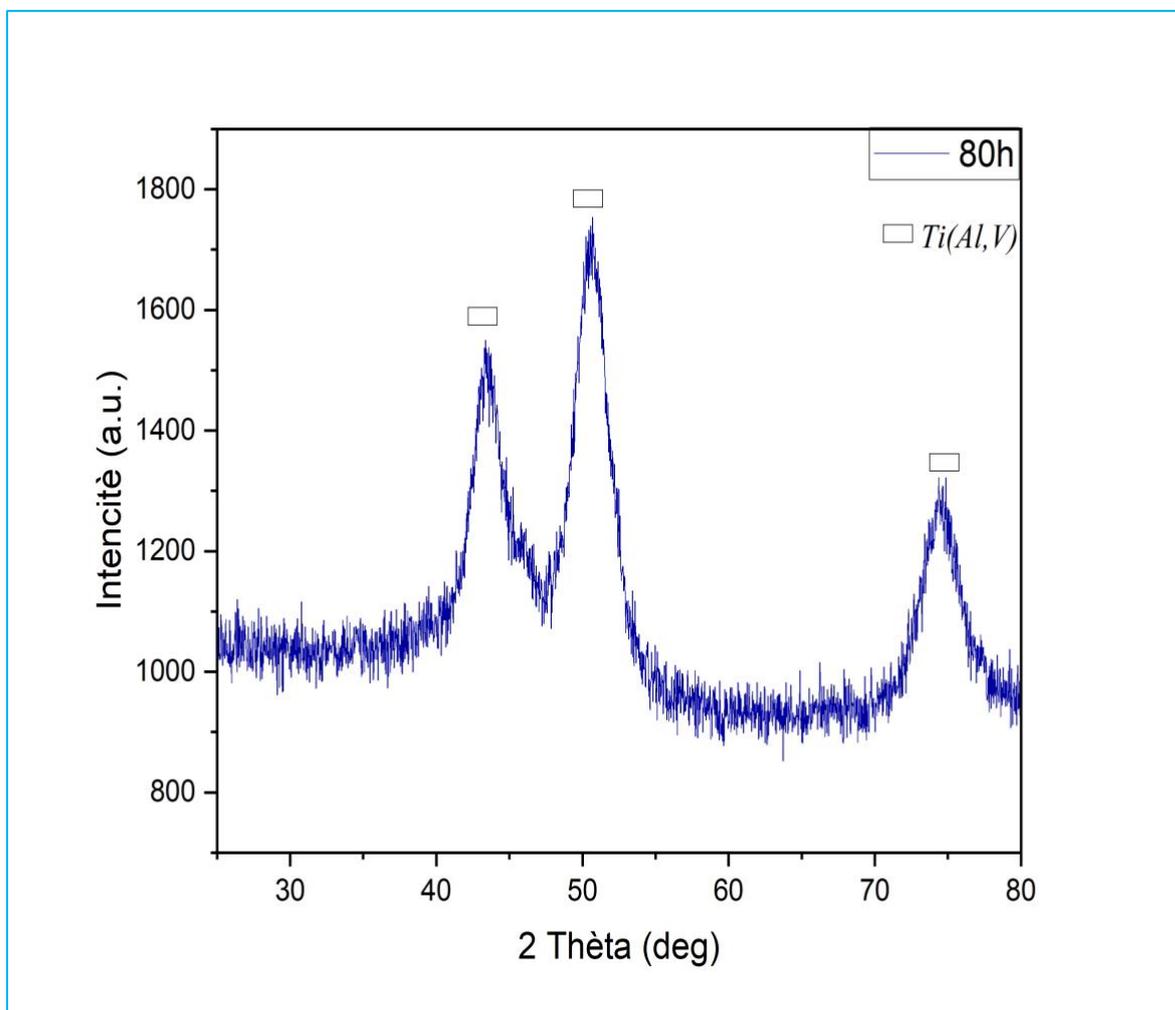


Figure (III.14): Diffractogramme des poudres $Ti_{50}Al_{30}V_{20}$ obtenu après 80h de broyage

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Tableau (III.6) : Résultat obtenus de taille $\langle D \rangle$ et de microdéformation $\langle \epsilon \rangle$ des alliages a 80 h de broyage.

80 heure	2 Théta	FWHM	d(hkl)	D(nm)	D moy	la contrainte ϵ
Peak(1)	43,58019	4,18944	2,07512073	2,04217878	2,98423277	0,01697378
Peak(2)	50,58317	3,01096	1,80303087	2,91817826		0,01187847
Peak(3)	74,49302	2,49973	1,27270669	3,99234127		0,0086825

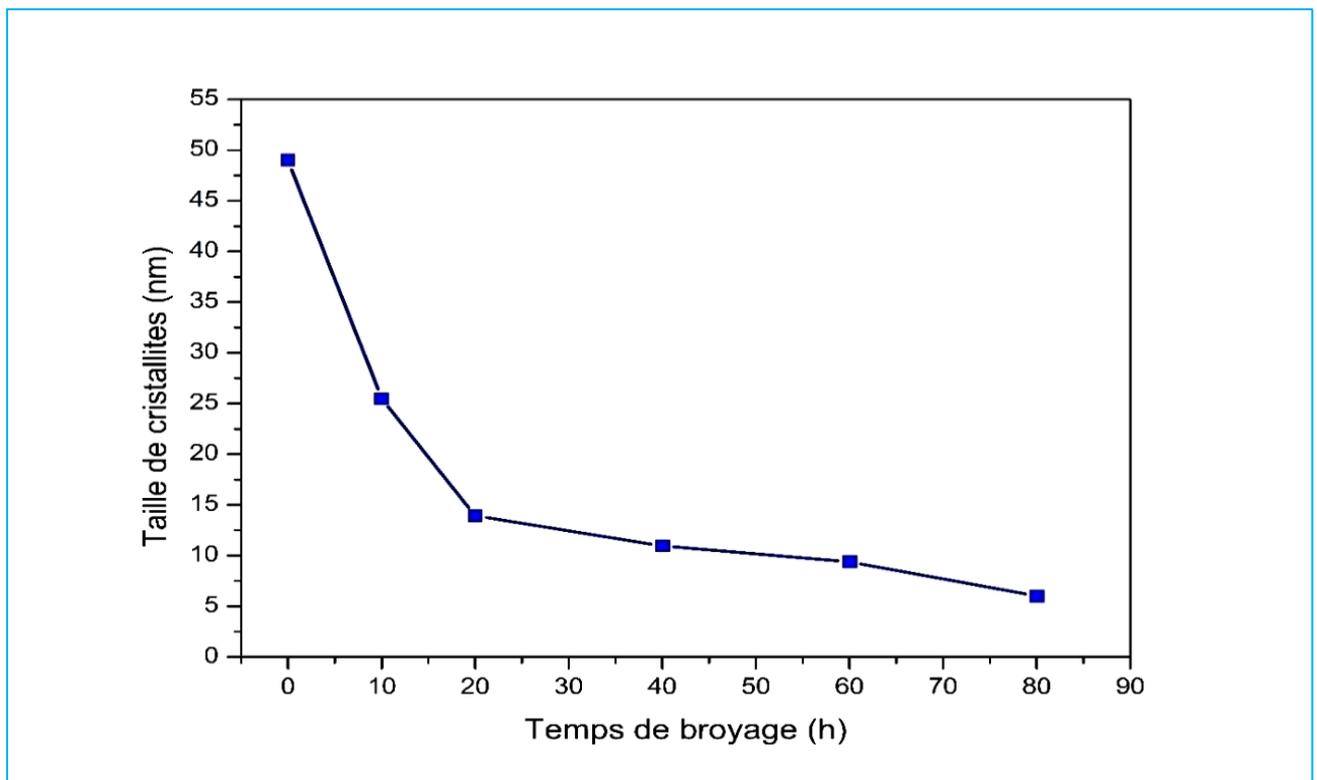


Figure (III.15) : Évolution de la taille des cristallites TiAlV en fonction du temps de broyage.

La taille des cristallites et la déformation de la maille des alliages de poudre de TiAlV lors du broyage mécanique sont illustrées à la Figure (III.15). Dans la première étape, la taille des cristallites décroît rapidement de 49 nm à 13,93 nm, ce qui est dû au phénomène de déformation plastique sévère. Cependant, au stade intermédiaire, la taille des cristallites diminue lentement de 13,93 à 6,02 nm ; cette faible diminution est due à un équilibre entre les phénomènes de rupture et de soudage.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

La figure (III.15) montre la taille des particules en fonction du temps de broyage. Quand cela a été démontré dans le broyage de 10 à 20 heures, la fracture dominait, pendant 20 à 80 heures soudure à froid et rupture a été actif.

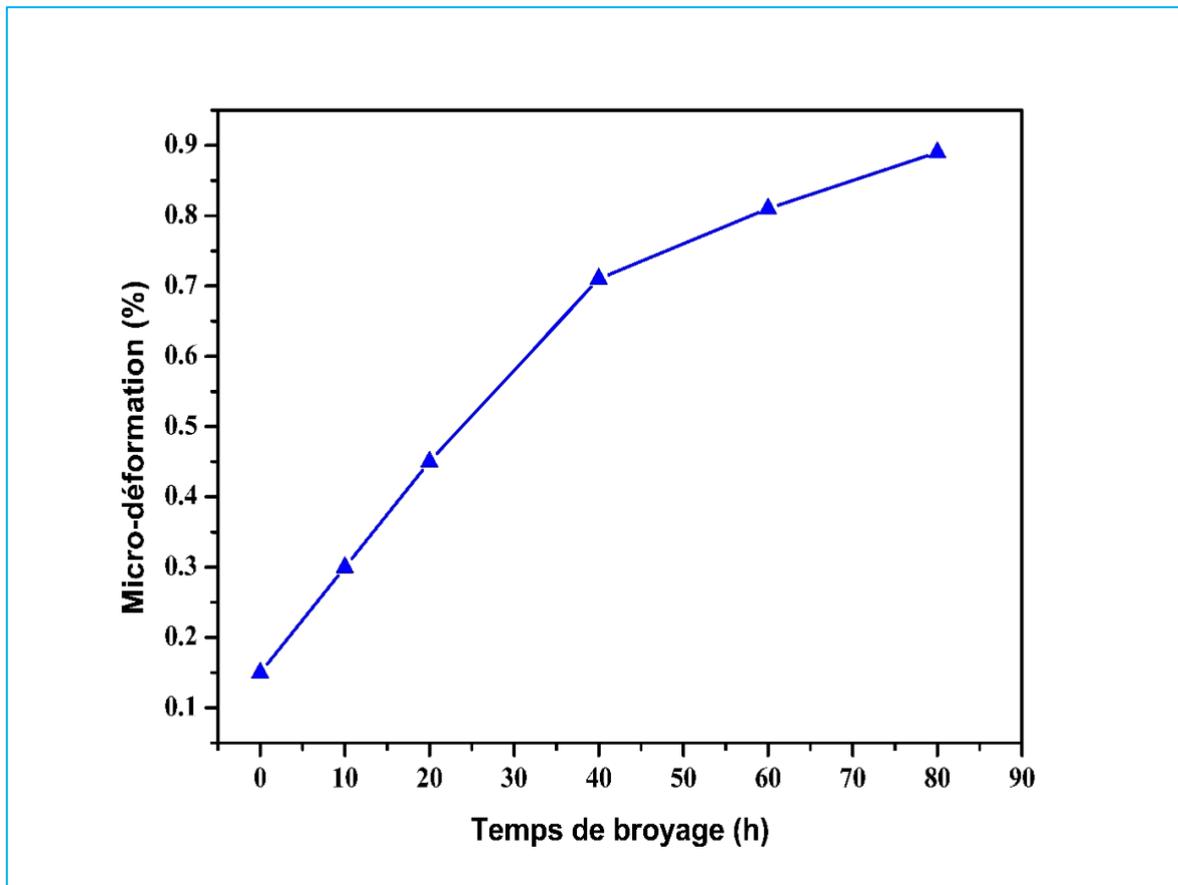


Figure (III.16) : Évolution la contrainte de réseau du TiAlV en fonction du temps de broyage.

La figure (III.16) montre évolution la contrainte de réseau en fonction de temps de broyage, La microdéformation augmente à 0,15 de 0,89%; cette élévation est causée par l'écroutissage pendant le broyage mécanique et l'introduction de différents défauts tels que les dislocations, les impuretés et d'autres défauts de réseau [8].

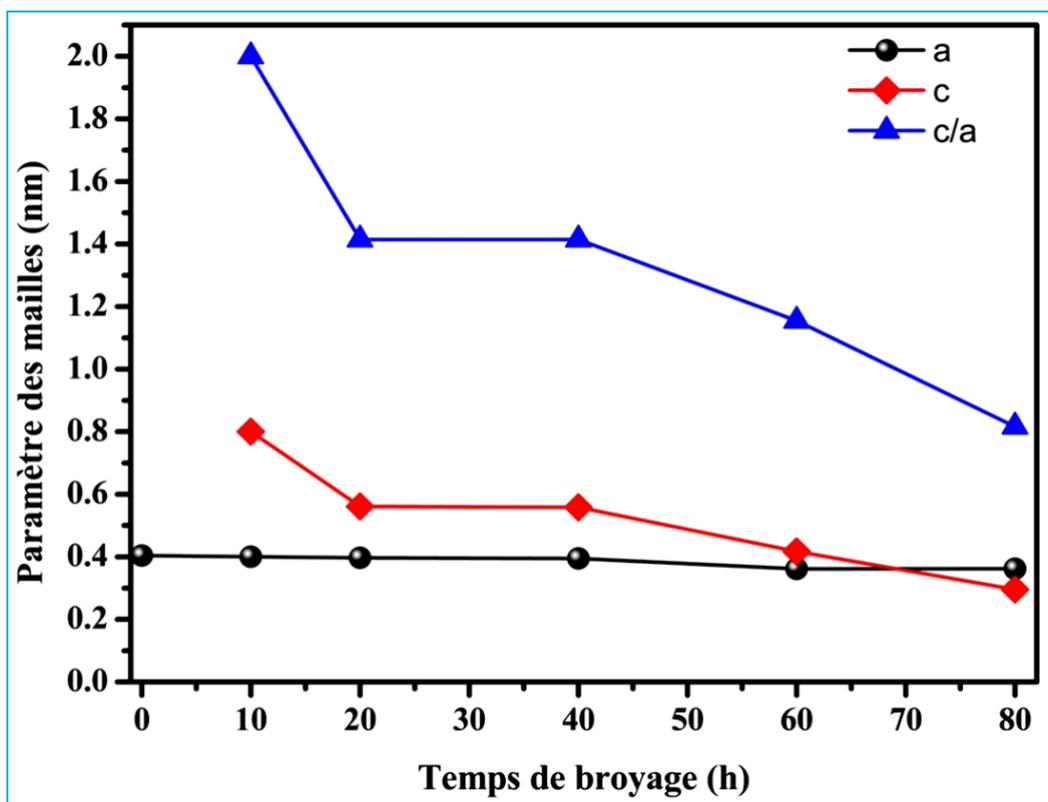


Figure. (III.17) : Paramètres de maille de l'alliage TiAlV nanostructuré déterminé à différents temps de broyage.

La figure (III.17) montre l'évolution des paramètres de réseau mesurés pour les alliages de poudre TiAlV à différents temps de broyage, montrant que les paramètres de maille (c) diminuent avant le broyage pendant 20 h et (a) restent presque inchangés pour des temps de broyage jusqu'à 20 h. Après broyage pendant 20 h, le paramètre de maille (a) est resté presque stable pendant le broyage, estimant la quantité d'Al et de V dissous dans le réseau de Ti.

III.3 Synthèse et étude microstructurale du TiAlV

Des observations au MEB ont été effectuées sur des échantillons de poudre obtenus à différents temps de broyage. Le processus de broyage s'accompagne de séquences de soudure-fracture qui provoquent la déformation des particules. Le Ti, Al et V apparaissent plastiquement sous forme de particules allongées et de lamelles dues aux collisions entre les billes et la paroi du jarre.

La figure (III.17) montre la morphologie de la poudre d'alliage mécanique à différents temps de broyage de 0, 10, 20, 40, 60 et 80 heures en utilisant une vitesse constante de 300 tr / min. Il convient de noter sur la Figure (III.18): qu'avec des

Chapitre III: Résultat Et Discussion

temps de broyage variables Il est à noter qu'avec le changement du temps de broyage, la taille, les formes et la nature des particules ont été modifiées de manière significative.

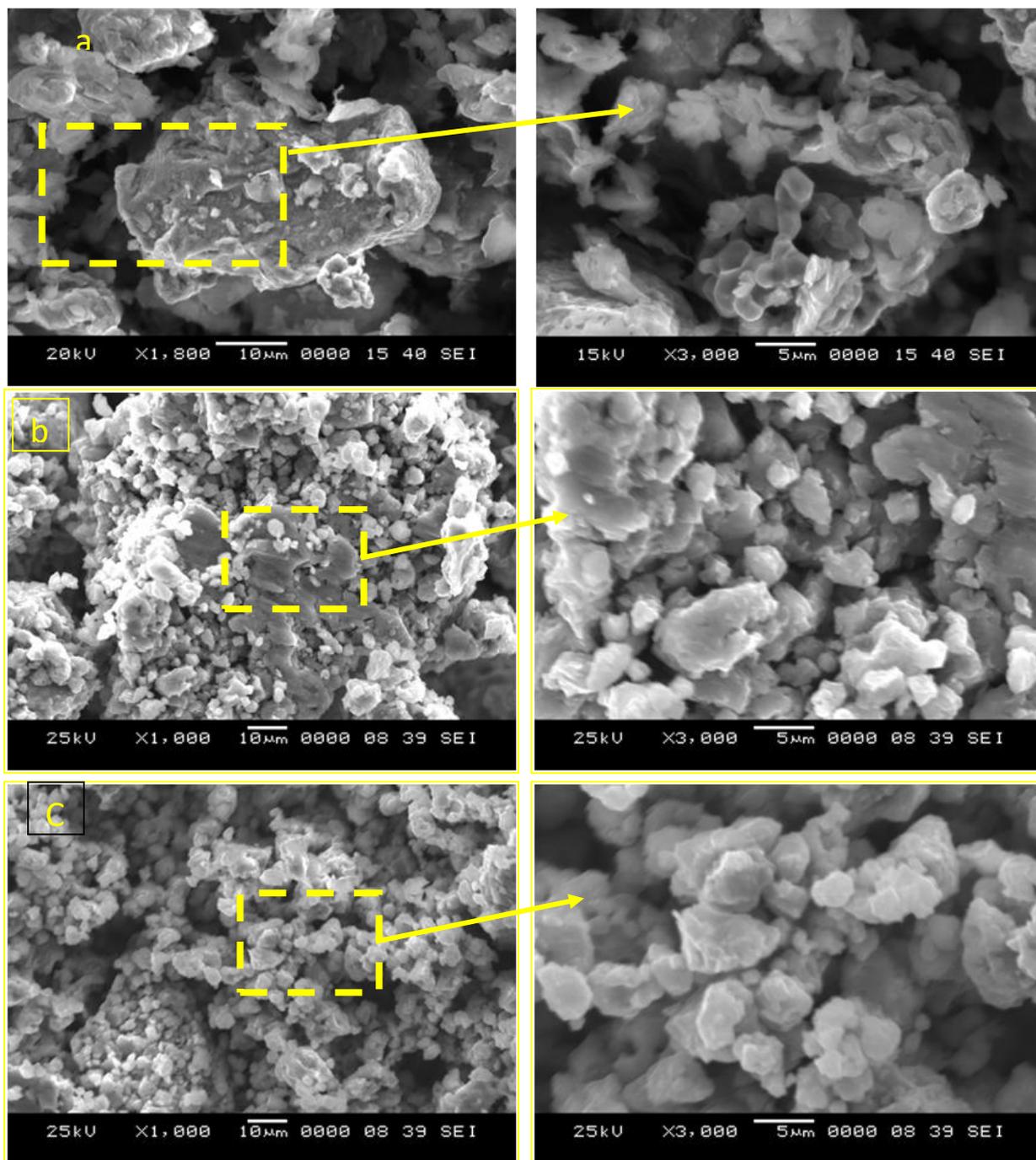


Figure (III.18): Morphologie de la poudre de TiAlV en fonction du temps de broyage: (a) 0 h, (b) et (c) 20h

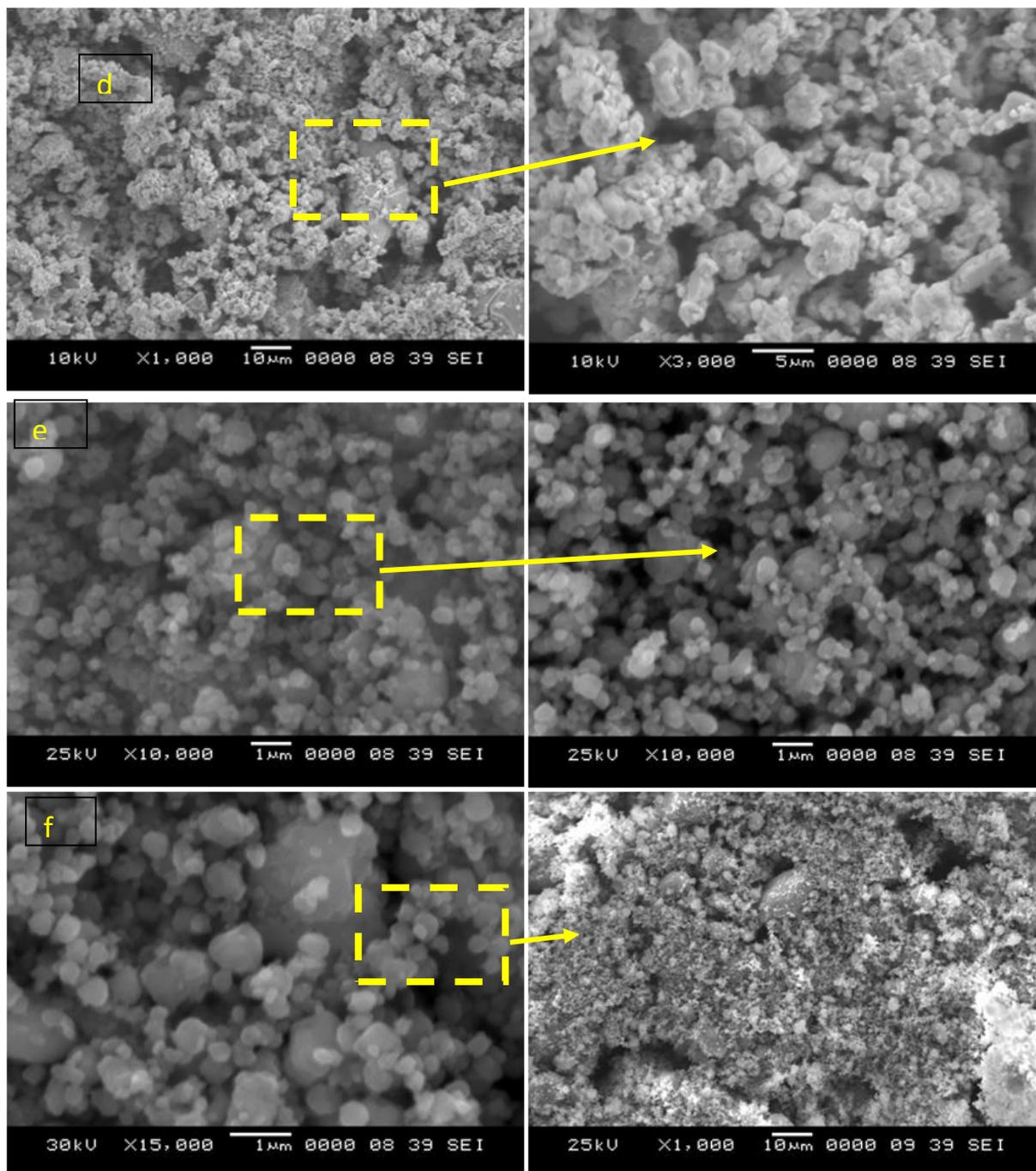
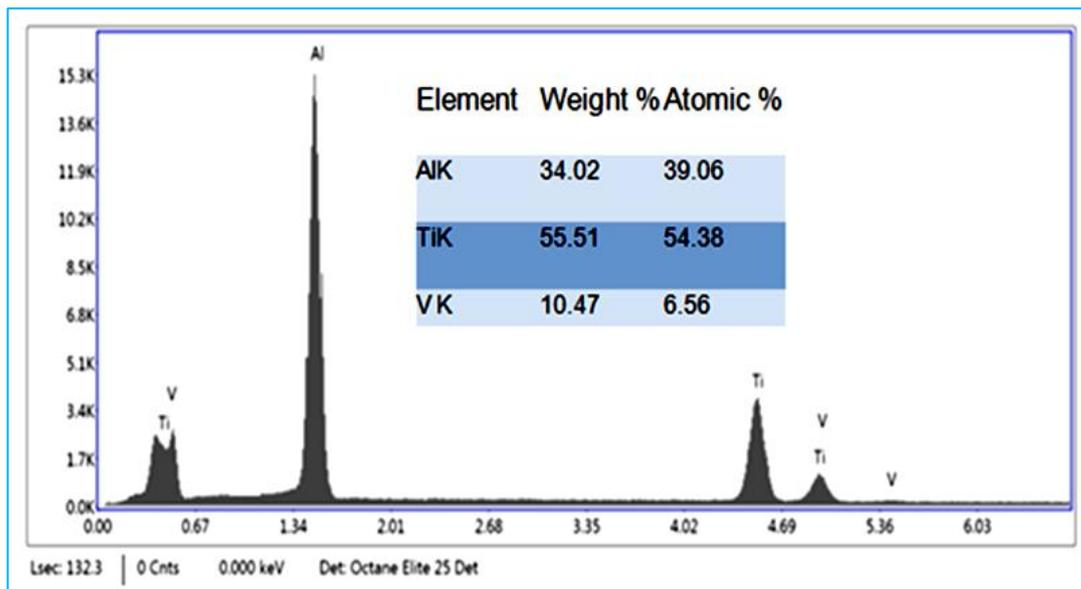


Figure (III.19): Morphologie de la poudre de TiAlV en fonction du temps de broyage:10h, (d) 40h, (e) 60 and (f) 80 h.

Chapitre III: Résultat Et Discussion

Cette variation est causée par des phénomènes répétés de soudure et de fracture au cours du processus de meulage. La morphologie du mélange de poudres avant broyage apparaît être constituée de particules agglomérées à 0h, avec une distribution granulométrique et morphologique irrégulière ; il apparaît être constitué de particules agglomérées. Après 10 heures de broyage (Figure. III.18.b), les particules de poudre sont sphériques et de forme irrégulière, avec une granulométrie moyenne d'environ 10 μm , tandis que le broyage ultérieur a affiné la granulométrie, et cette réduction est due au processus de fracturation. La taille moyenne des particules après 20 heures de broyage était de 5 μm (Figure. III.18.c).

Après 40 heures de broyage comme le montre la figure d, les particules de poudre sont devenues homogènes tout en conservant la morphologie des particules. Après 60 heures de broyage, comme le montre la Figure (III.19). F et e, Équilibre du processus de fracturation et de soudage à froid, les particules de poudre deviennent plus homogènes et nanoparticules par rapport au broyage précédent.



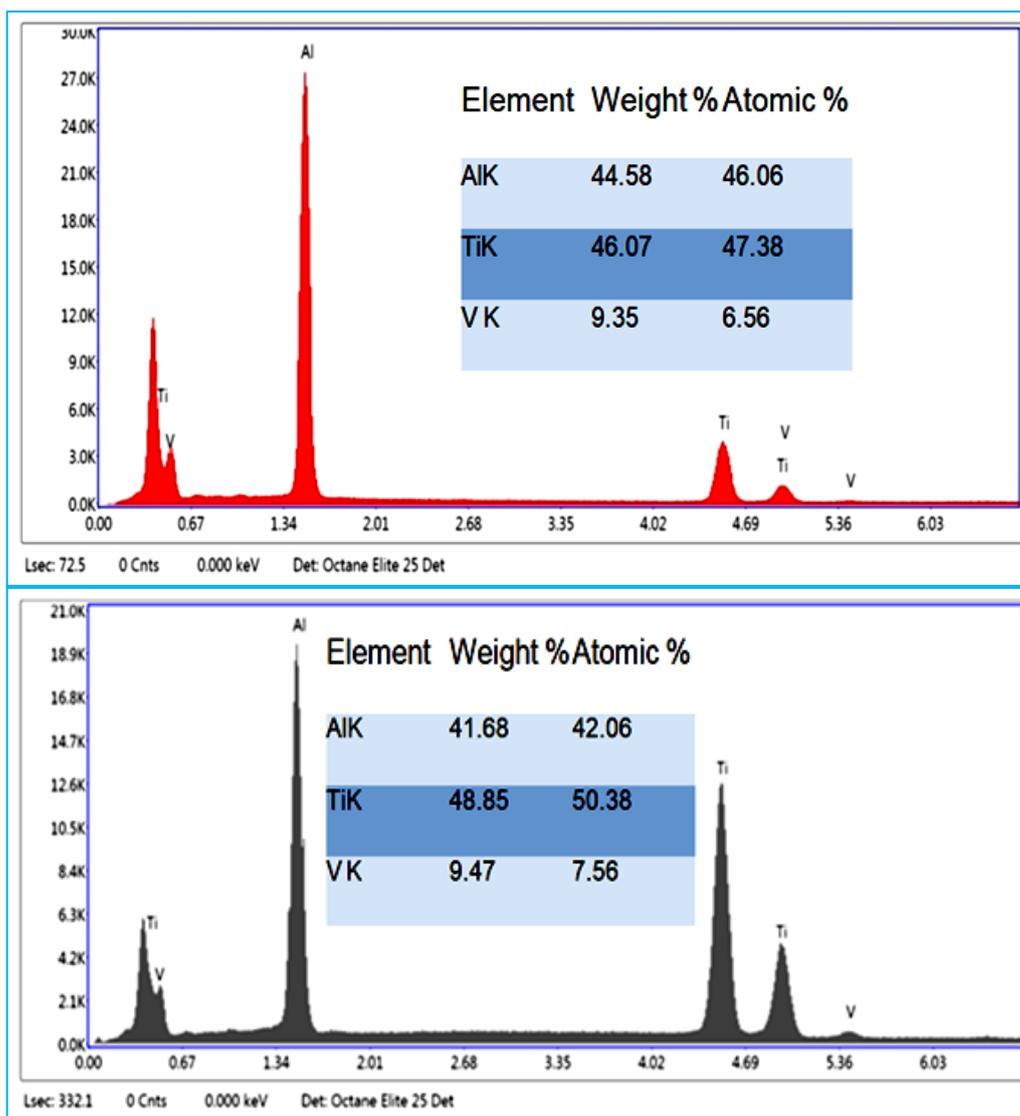


Figure (III. 20): Analyse quantitative du TiAlV en fonction du temps de broyage
0h,40h
Et 80h

La microanalyse par rayons X à dispersion d'énergie (EDS) de la poudre de TiAlV a révélé la présence de trois éléments, Ti, Al et V (Figure III.20). Au cours du broyage, le nombre d'éléments de mélange a légèrement varié et est resté proche du mélange de départ. Sur cette figure, la composition de la poudre est la même que celle du mélange initial

Chapitre III: Résultat Et Discussion

III.4 Cartographie de l'alliage TiAlV

Des études EDS ont été réalisées sur les alliages suivants ; TiAlV pour voir la distribution des différents éléments chimiques Ti, Al et V pour chaque alliage. La Figure (III. 21): montre tous les éléments chimiques présents dans chaque alliage. Des cartes fondamentales ont été réalisées sur les particules de chaque alliage, montrant une distribution uniforme de ces éléments.

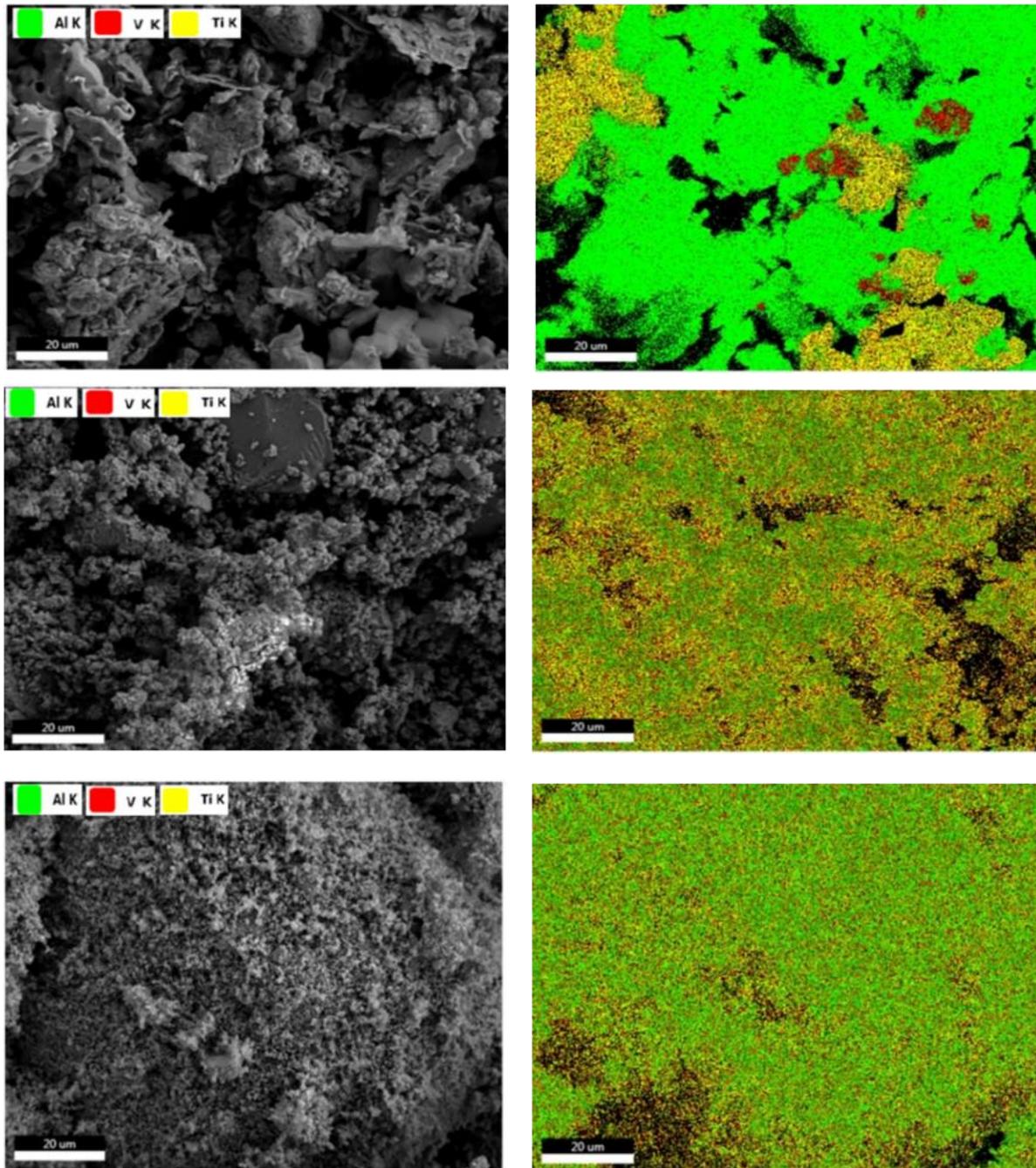


Figure (III. 21): Cartographie de l'alliage TiAlV broyé durant le différent temps broyage, 0h, 40h et 80h.

Conclusion générale
Caractérisation

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail, nous avons utilisé un broyeur à haute énergie PM 400 pour différents temps de broyage, en respectant toutes les considérations de préparation telles que la vitesse de rotation, le rapport masse/bille, etc.

Le choix de la mécano synthèse comme technique de finition dépend de la facilité de manipulation des poudres en vrac et de la possibilité d'obtenir des nanostructures uniformes pour d'éventuelles applications industrielles.

L'affinement de la taille des cristallites a pour effet d'améliorer les propriétés mécaniques et structurelles du matériau. La caractérisation de ces poudres par microscopie électronique à balayage (MEB) et diffraction des rayons X (XRD) nous a permis de suivre leur morphologie et leur état structural (taille des cristallites, microdéformation, paramètres de maille, etc.), le comportement mécanique déterminé par nano indentation La détermination technique nous permet pour déterminer les propriétés mécaniques. Ces propriétés fournissent des informations sur l'état structural des échantillons examinés et sont confirmées par des méthodes conventionnelles (SEM et DRX).

D'après les résultats XRD, nous avons constaté que le début de la formation d'une solution solide de l'alliage $\text{Ti}_{50}\text{Al}_{30}\text{V}_{20}$ a été détecté à partir de 40 heures de broyage.

Des études morphologiques nous ont permis de montrer que la fragmentation et l'agglomération se produisent lors du broyage mécanique. Les particules se brisent puis le long des lignes de fissures, formant d'abord des fragments grossiers puis des fragments de plus en plus petits. Un broyage prolongé jusqu'à 40 heures entraîne une réduction du diamètre moyen des particules. La poudre apparaît plus homogène et plus fine, et les particules ont une forme équiaxe. Un équilibre entre rupture et soudure est atteint après 60 heures de meulage.

L'analyse structurale (taille des cristallites et déformations analysées) en fonction du temps de broyage a montré une diminution rapide de la taille des cristallites et une augmentation des Microdéformations.

Conclusion générale

Une raison possible de cette évolution microstructurale est la génération de dislocations au sein des cristallites lors de l'impact des billes de broyage avec la poudre.

BIBLIOGRAPHIQUES

CHAPITRE I

[1] : Marcel Lahmani et Francelyne Marano Et Philippe Houdy Les nanosciences4 : les nano toxicologie et nano éthique édition Belin (2013), p 2.ed.

[2]: Siegel, R.W., “Nanostructured materials -mind over matter-“Nanostructured Mater., Vol. 4, No. 1, (Jan. 1994), Pp. 121–138.

[3] : Siegel, R.W., “Nanostructured materials -mind over matter-“, Nanostructured Mater., Vol. 3, No. 1–6, (Jan. 1993), Pp. 1–18.

[4] : G. J. Thomas, R. W. Siegel and J. A. Eastman, Scr. Metall. Mater. 24201 (1990).

[5]: H. M. Rietveld, a Profile Refinement Method for Nuclear and Magnetic Structures, J. Appl. Cryst. 2 (1969) 65.

[6] : E. Gaffet, S. Begin - Colin, O. Tillement - Rapport d’Expertise - Editeur Innovation 128 (1998) - 185 pages.

[7] : H. Gleiter - Acta Mater. 48 (2000) 1 – 29.

[8] : extrait selon A. Claverie – CEMES / CNRS.

[9] : Baviera, P, Harel.S, Garem.H et Grosbras.M, laboratoire de Métallurgie physique UMR6630(1999).

[10]: S. C. Tjong, H. Chen, Nanocrystalline materials and coatings, Mater.Sci. Eng. R 45 (2004).1-88

[11]: C. Suryanarayana, Nano crystalline materials, International Mater. Reviews, vol. 40 (1995) 41-64

[12]: H. Gleiter, Nanocrystalline materials, Progress Mater. Sci. Vol. 33(1989) 223-315

[13]: K. Lu, Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nano crystallization structure, and properties, Mater. Sci. Eng. R 16 (1996)161-221

[14]: M.S. El-Eskandarany, Mechanical Alloying, Nanotechnology, Materials Science and Powder Metallurgy, 2 nd, William Andrew, 2015.doi:10.1007/BF03258604.

CHAPITRE II

[1]: site: https://www.researchgate.net/figure/Usage-of-various-materials-in-the-Boeing-787-Dreamliner-Katunin-et-al-2017-Rosato_fig6_332090040 [accessed May 22, 2022]

[2]: site :<https://www.aircraftaluminium.com/product/7068-aircraft-aluminum-alloy.html>

[3] : Société Francophone des Biomatériaux Dentaires (SFBD) - Pr. G. GREGOIRE, Dr. B. GROSGOGEAT-BALAYRE, Pr. P. MILLET, Dr. P. ROCHER

[4]: Effects of heat treatment and carbon nanotubes content on microstructure and mechanical properties of CNTs/Ti–Mo–Nb–Al–Si composites - Scientific Figure on ResearchGate. Available from: https://www.researchgate.net/figure/The-simulation-results-of-phase-transitions-of-a-and-b-phases-in-titanium-alloys-with_fig1_352751605 [accessed 23 May, 2022]

[5] : site :<https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Titane-page-3.html>

[6] : H. K. Rafi, N. V. Karthik, H. Gong, T. L. Starr, and B. E. Stucker, “Microstructures and Mechanical Properties of Ti6Al4V Parts Fabricated by Selective Laser Melting and Electron Beam Melting,” J. Mater. Eng. Perform., vol. 22, no. 12, pp. 3872–3883, Aug. 2013.

[7]: J. Karlsson, A. Snis, H. Engqvist, and J. Lausmaa, “Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions,” J. Mater. Process. Technol., vol. 213, no. 12, pp. 2109–2118, Dec. 2013.

[8]: R. R. Boyer, “An overview on the use of titanium in the aerospace industry,” Mater. Sci. Eng. A, vol. 213, pp. 103–114, 1996.

[9]: ASTM, “ASTM F2924 Standard Specification for Additive Manufacturing Titanium-6 Aluminum- 4 Vanadium with Powder Bed Fusion.” 2014.

[10] : R. K. Nalla, B. L. Boyce, J. P. Campbell, J. O. Peters, and R. O. Ritchie, “Influence of Microstructure on High-Cycle Fatigue of Ti-6Al-4V: Bimodal vs. Lamellar Structures,” Metall. Mater. Trans. A, vol. 33, no. March, 2002.

Bibliographie

[11]: P. Li, D. H. Warner, A. Fatemi, and N. Phan, "Critical assessment of the fatigue performance of additively manufactured Ti-6Al-4V and perspective for future research," *Int. J. Fatigue*, vol. 85, pp. 130–143, 2016.

[12]: M. Svensson, "Material Properties of EBM-Manufactured Ti6Al4V & Ti6Al4V ELL under raw and HIP conditions," 2009.

[13]: A. A. Antonysamy, J. Meyer, and P. B. Prangnell, "Effect of build geometry on the β -grain structure and texture in additive manufacture of Ti6Al4V by selective electron beam melting," *Mater. Charact.*, vol. 84, pp. 153–168, Oct. 2013.

[14]: A. Safdar, L. Wei, A. Snis, and Z. Lai, "Evaluation of microstructural development in electron beam melted Ti-6Al-4V," *Mater. Charact.*, vol. 65, pp. 8–15, 2012.

[15]: F. Louchet, Modeling strength anomalies in crystalline materials, Research Signport, Ed. S. G. Pandalai, India, (1999)

[16]: A. Chebli, thèse de doctorat, université de Badji Mokhtar Annaba, 2016.

[17]: C.Suryanarayana « Mechanical alloying and milling », Marcel Dekker, 2004.

[18]: E. Gaffet and G. LeCaër. Broyage Mécanique, Les nanosciences : 2. nanomériaux etnanochimieParis, 2006

[19]: Gaffet, E. et Le Caër, G., "Mechanical Milling", (2008), Pp. 455-471.

[20]: S.Bergheul. Contribution à l'étude des nanocompositesà base de fer : élaboration etcaractérisation. PhD thèses, Université de Blida, 2006.

[21]: H. Mechri, thèses de doctorat, USTHB, 2017.

[22]: Gonzalez JEG, Mirza Rosca JC. Study of the corrosion behavior of titanium and some of its alloys for biomedical and dental implant applications. *J ElectroanalChem* 1999;471:109–15.

[23]: Khal, Hana. (2017). Relations frittage - microstructure - propriétés électriques des céramiques de type LAMOX.

Bibliographie

[24] : Mu Y, Kobayashi T, Sumtra M, Yamamoto A, Hanawa T. Metal ion release from titanium with active oxygen species generated by rat macrophages in vitro. J Biomed Mater Res 2000;49:283–7.

[25] : S.Bergheul. Contribution à l'étude des nanocomposites à base de Fer Elaboration et Caractérisation. Thèse Doctorat, Université de Blida, 2006.

[26] : F. Brisset, Microscopie électronique à balayage et Microanalyses, EDP Sciences

(2008).

[27] : R. Lardé, " Étude d'alliages granulaires Cu-Fe-Co: corrélation microstructure-comportements magnétiques- propriétés magnéto-résistives" thèse de doctorat Université de Rouen, Mai 2005

[28] : Hamdaoui Karim-Ahmed, "" Travail de recherche documentaire – MI Rayons X Haute"" , ""Ecole spécialisée de Suisse occidentale"" (2009)

[29]: I. Gurrappa, D-V. Reddy, Characterisation of titanium alloy, IMI-834 for corrosion resistance under different environmental conditions, Journal of Alloys and Compounds, 390 (2005) 270– 274.

[30] : M. Grafoute, thèse doctorat, université de Maine, 2004.

[31] : A. Chebli, thèse de doctorat, université de Badji Mokhtar Annaba, 2016.

[32]: Gaffet, E. et Le Caër, G., "Mechanical Processing for Nanomaterials", Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, American Scientific Publishers, Vol. 5, (2004), Pp.91-129.

[33]: R.B. King. Elastic analysis of some punch problems for layered medium. Int. J. Solids struct., 23(12) (1987) 165.

Chapitre III

[1]: Abbasian, Nima. (2021). Re: How to export individual profile peaks from X'pert highscore plus.

[2]: Lizarazu, Jorge & Göbel, Luise & Linne, S. & Kleemann, Susanne & Lahmer, T. & Rößler, Christiane & Hildebrand, Jörg. (2020). Experimental characterization and numerical analysis of additively manufactured mild steel under monotonic loading conditions. *Progress in Additive Manufacturing*. 5. 10.1007/s40964-020-00111-z.

[3]: Xiangkai Zhang, Hanting Ye, Jacob C. Huang, Taiyou Liu, Pinhung Lin, Yaocheng Wu, Mintsang Tsai, Yuchin Liao and Jason S. C. Jang, : 'Nano-Scaled Creep Response of TiAlV Low Density Medium Entropy Alloy at Elevated Temperatures', *Materials*, 2020, 13 (36), pp. 1-13

[4]: Dutkiewicz, J., Maziarz, W., and Jaworska, L.: 'Structure of nanocrystalline Ti-based alloys obtained by mechanical alloying and ultra high pressure sintering'. *Rev AdvSci* 2008, 18, pp. 264–8

[5]: Yang, J., Yu, H., Yin, J., Gao, M., Wang, Z., and., Zeng, X.: 'Formation and control of martensite in Ti6Al-4V alloy produced by selective laser melting', *Mater. Des.*, 2016, 108, pp.308–318.

[6]: Liu W, Liu Y. Mechanical alloying and spark plasma sintering of the intermetallic compound Ti50Al50. *J Alloys Compd* 2007;440:154–7.

[7]: Zhou JB, Rao KP, Chung CY. Preparation of metastable precursors with different compositions of Ti–Al–Si by mechanical alloying. *J Mater Process Technol* 2003; 139:434–9

[8]: Younes, A., Dilmi, N., Khorchef, M., Bouamer, A., Bacha N.A., Zergoug, M., 'Structural and magnetic properties of FeCuNi nanostructured produced by mechanical alloying', *Applied Surface Science*, 2018, 446, pp. 258–265.