

*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*



**Université Saad Dahlab Blida 1**  
**Institut d'Aéronautique et des Études Spatiales**  
**Département Construction Aéronautique**



**Mémoire de fin d'études**  
**En vue de l'obtention du diplôme de**  
**Master en Aéronautique**  
**Option : Structure avions**

**THEME**

*Etude structurale de l'alliage Ti60Al40 et Ti50Al40V10  
synthétiser par la technique de la mécanosynthèse*

**Proposé et dirigé par :**

**Dr. Encadreur**

**Mr Abada Abderrahim**

**Dr. Co encadreur**

**Mr Abderrahmane Younes**

**Réalisé par :**

**Latreche Adem**

***Promotion : 2022 / 2023***

## Remerciements

*A l'issue de ce travail, Nous remercions en premier lieu notre Allah qui nous à donner le courage, la force et la patience pour tirer le meilleur de nous-même pour réaliser et accomplir ce travail.*

*Deuxièmement, je tiens à remercier très vivement mon promoteur M. Abada Abderrahim pour m'avoir accueilli, conseillé et encadré tout au long de ce travail,*

*Nous remercions également tous les membres de jury qui nous avons fait l'honneur d'examiner et de juger mon travail, et l'enrichissement de leurs propositions.*

*Finalement, un merci tout particulier à ma famille et mes amies qui m'ont toujours encouragés et soutenus tout au long de mes études, et à tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué au succès de ce travail.*

## Résumé

Ce mémoire se concentre sur l'élaboration et l'étude de deux alliages nanostructurés, à savoir TiAl et TiAlV, qui sont des alliages à base d'aluminures de titane. Ces alliages présentent un grand intérêt pour des applications structurales à haute température en raison de leurs propriétés avantageuses telles qu'une faible densité, une résistance spécifique élevée, une meilleure tenue mécanique, une plus grande résistance à l'oxydation et une résistance élevée à haute température. La méthode utilisée pour élaborer ces alliages est la mécanosynthèse, qui consiste en un broyage mécanique intensif d'un mélange de poudres d'éléments purs de titane, d'aluminium et de vanadium à l'aide d'un broyeur planétaire. Cette technique permet d'obtenir des structures nanostructurées avec une distribution homogène des éléments constitutifs. Pour caractériser ces alliages, des techniques telles que la microscopie électronique à balayage (MEB) et la diffraction des rayons X (DRX) ont été utilisées. La MEB permet d'observer les structures morphologiques des alliages et d'analyser la taille moyenne des grains pendant le processus de broyage. La DRX permet de déterminer les paramètres de maille et les taux de microdéformations, qui sont des indicateurs de l'évolution structurale des alliages. Les résultats de l'étude ont montré que le temps de broyage joue un rôle important dans l'évolution structurale des alliages. La taille moyenne des grains diminue avec l'augmentation du temps de broyage. De plus, la MEB a révélé que la taille moyenne des particules augmente au début du processus de broyage, puis diminue jusqu'à atteindre un équilibre entre les phénomènes de soudage et de fracture.

**Mots Clés:** Mécanosynthèse, Matériaux nanostructurés, la diffraction des rayons X(DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB)

## Abstract

This thesis focuses on the elaboration and study of two nanostructured alloys, namely TiAl and TiAlV, which are titanium aluminide-based alloys. These alloys are of great interest for high-temperature structural applications due to their advantageous properties such as low density, high specific strength, improved mechanical resistance, enhanced oxidation resistance, and high-temperature stability. The method used to fabricate these alloys is mechanosynthesis, which involves intensive mechanical milling of a mixture of pure titanium, aluminum, and vanadium

powders using a planetary mill. This technique enables the production of nanostructured materials with a homogeneous distribution of the constituent elements. To characterize these alloys, techniques such as scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) were employed. SEM allows for the observation of morphological structures and analysis of the average grain size during the milling process. XRD provides information on lattice parameters and micro-strain rates, which are indicators of the structural evolution of the alloys. The results of the study revealed that milling time plays a crucial role in the structural evolution of the alloys. Lattice parameters and micro-strain rates increase, while the average grain size decreases with longer milling times. Furthermore, SEM analysis showed that the average particle size initially increases during milling and then decreases as an equilibrium is reached between welding and fracture phenomena.

**Keywords:** Mechano-synthesis, Nanostructured materials, X-ray diffraction (XRD), Scanning electron microscopy (SEM)

## ملخص

تركز هذه الأطروحة على تطوير ودراسة اثنين من السبائك ذات البنية النانوية، وهما  $TiAl$  و  $TiAlV$ ، وهما سبائك تعتمد على ألومينات التيتانيوم. هذه السبائك ذات أهمية كبيرة للتطبيقات الهيكلية في درجة حرارة عالية بسبب خصائصها المفيدة مثل الكثافة المنخفضة، ومقاومة محددة عالية، ومقاومة ميكانيكية أفضل، ومقاومة أكبر للأكسدة ومقاومة عالية عند درجة حرارة عالية.

الطريقة المستخدمة في صنع هذه السبائك هي التركيب الميكانيكي، والذي يتكون من طحن ميكانيكي مكثف لمزيج من مساحيق العناصر النقية من التيتانيوم والألمنيوم والفضة باستخدام مطحنة كوكبية. تتيح هذه التقنية الحصول على هياكل بنية نانوية مع توزيع متجانس للعناصر المكونة. لتوصيف هذه السبائك، تم استخدام تقنيات مثل مسح المجهر الإلكتروني (MEB) وحيود الأشعة السينية (DRX). يجعل MEB من الممكن مراقبة الهياكل المورفولوجية للسبائك وتحليل متوسط حجم الحبوب أثناء عملية الطحن. يجعل DRX من الممكن تحديد معالم الشبكة ومعدلات التشوه الدقيق، والتي هي مؤشرات للتطور الهيكلي للسبائك. أظهرت نتائج الدراسة أن وقت الطحن يلعب دورًا مهمًا في التطور الهيكلي للسبائك. ينخفض متوسط حجم الحبوب مع زيادة وقت الطحن. بالإضافة إلى ذلك، كشف MEB أن متوسط حجم الجسيمات يزداد في بداية عملية الطحن، ثم ينخفض حتى يصل إلى التوازن بين ظاهرة اللحام والكسر.

**الكلمات الرئيسية:** التركيب الميكانيكي، المواد ذات البنية النانوية، حيود الأشعة السينية (DRX)، مسح المجهر الإلكتروني (MEB)

## Table des matières

**Remerciements**

**Résumé**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Liste d'abréviation**

<b>Introduction Générale.....</b>	<b>1</b>
<b>CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE.....</b>	<b>3</b>
I.1. Introduction.....	4
I.2. Historique des nanomatériaux.....	4
I.3. Définition des nanomatériaux.....	4
I.4. Propriétés des nanomatériaux.....	5
I.4.1. Propriétés mécaniques.....	5
I.4.2. Propriétés physiques.....	5
I.4.3. Propriétés chimiques.....	6
I.5. Toxicité et risque des nanomatériaux.....	6
I.6. Classification des nanomatériaux.....	6
I.7. Voies de synthèse des nano particules.....	7
I.8. Différents défauts cristallines.....	8
I.9. Elaboration des nanomatériaux.....	9
I.10. Elaboration par mécanosynthèse.....	10
I.10.1. Différents procédés de la mécanosynthèse.....	10
I.10.1.1. Mécanosynthèse directe.....	10
I.10.1.2. Mécanosynthèse indirecte.....	10

I.10.1.3. Mécanochimie.....	11
I.10.2. Principe de la mécanosynthèse.....	11
I.10.3. Changement de la structure.....	12
I.10.3.1. Mélanges ductiles-ductiles.....	12
I.10.3.2. Mélanges ductiles-fragiles.....	12
I.10.3.1. Mélanges fragiles-fragiles.....	12
I.11. Différents types de broyeurs en mécanosynthèse.....	13
I.11.1. Broyeur planétaire.....	13
I.11.2. Broyeur attriteur.....	13
I.11.3. Broyeur vibratoire.....	14
I.12. Matériaux étudiés et ses alliages.....	15
I.12.1. Propriétés de l'aluminium.....	15
I.12.2. Propriétés du Titane.....	17
I.12.3. Propriétés de vanadium.....	18
I.12.4. Alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie aéronautique.....	18
I.12.5. Application de l'alliage de titane dans l'industrie aéronautique.....	20
I.12.6. Utilisation du vanadium.....	22
I.12.7. Les phases d'aluminium.....	22
I.12.8. Les phases de titane.....	23
I.13. Les alliages (intermétalliques) à base de l'aluminium et titane.....	24
I.13.1. Propriétés des alliages à base de l'aluminium et titane.....	24
I.13.2. Le diagramme de phases Ti – Al à l'équilibre.....	25
I.13.3. Les phases de l'alliage à base de Ti-Al.....	26
<b>Chapitre II : TECHNIQUE D'ELABORATION ET CARACTERISATION.....</b>	<b>28</b>
II.1. Introduction.....	29
II.2. Techniques d'élaboration.....	29
II.2.1. Conditions d'élaboration.....	29
II.2.2. Les paramètres du broyage.....	32

II.2.3. Principe de fonctionnement du broyeur.....	33
II.3. Techniques de caractérisation.....	33
II.3.1. Caractérisation par microscopie électronique à balayage(MEB).....	33
II.3.1.1. Appareillage.....	34
II.3.1.2. Principe du dispositif.....	34
II.3.2. La diffraction de rayons X (DRX).....	37
II.3.2.1. Appareillage.....	37
II.3.2.2. Principe.....	37
II.3.2.3. Détermination de la taille des cristallites.....	39
II.3.2.4. Calcul des paramètres de maille.....	40
II.4. La microdureté.....	40
<b>CHAPITRE III : RESULTAS ET INTERPRITAIONS.....</b>	<b>41</b>
III.1 Introduction.....	42
III.2 Evolution structurale des poudres TiAl et TiAlV durant le broyage.....	42
III.3 Evolution morphologique de la poudre TiAl et TiAlV durant le broyage.....	48
III.4 La Microdureté.....	51
<b>Conclusion Générale.....</b>	<b>53</b>
<b>Références Bibliographiques.....</b>	<b>54</b>

## Liste des figures

<b>Figure I.1</b> : les nanomatériaux.....	5
<b>Figure I.2</b> : Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité.....	7
<b>Figure I.3</b> : Approches d'élaboration des nanomatériaux manufacturés.....	8
<b>Figure I.4</b> : Exemple de défauts ponctuels dans un cristal ordonné AB.....	9
<b>Figure I.5</b> : Evolution de La poudre élémentaire durant le broyage.....	12
<b>Figure I.6</b> : Représentation schématique d'un broyeur planétaire de type P4 et le mouvement des billes à l'intérieur des jarres.....	13
<b>Figure I.7</b> : Le broyeur de type attriteur vertical.....	14
<b>Figure I.8</b> : Broyeur vibratoire Spex 8000.....	15
<b>Figure I.9</b> : Exemples d'utilisation d'alliages d'aluminium en aéronautique.....	20
<b>Figure I.10</b> : Titane et alliages de Titane Utilisation au sein d'Airbus A380.....	21
<b>Figure I.11</b> : Composition de matériaux d'un Boeing 787 Dreamliner.....	21
<b>Figure I.12</b> : Vanadium.....	22
<b>Figure I.13</b> : Représente une structure cubique à faces centrées (CFC).....	23
<b>Figure I.14</b> : Représente une structure hexagonale compacte.....	24
<b>Figure I.15</b> : Diagramme de phase Ti – Al d'après Murray.....	26
<b>Figure II.1</b> : Broyeur planétaire type RETSCH PM400.....	30
<b>Figure II. 2</b> : Les jarres et les billes de broyage appropriés dans le PM400.....	31
<b>Figure II.3</b> : microscopie électronique à balayage (MEB).....	34
<b>Figure II.4</b> : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur EDS.....	36
<b>Figure II.5</b> : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électron et la surface d'un échantillon.....	36
<b>Figure II.6</b> : Photographie de l'appareil utilisé pour réaliser DRX.....	37

<b>Figure II.7</b> : illustre le principe de la Loi de Bragg.....	38
<b>Figure III.1</b> : Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 0h de broyage.....	42
<b>Figure III.2</b> : Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 12h de broyage.....	43
<b>Figure III.3</b> : Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 24h de broyage.....	44
<b>Figure III.4</b> : Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 48 h de broyage.....	45
<b>Figure III.5</b> : Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 60h de broyage.....	46
<b>Figure III.6</b> : L'évolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV .....	47
<b>Figure III.7</b> : Variation de paramètre de maille en fonction du temps de broyage du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV.....	48
<b>Figure III.8</b> : la microstructure du TiAl et du TiAlV après 12h de broyage.....	49
<b>Figure III.9</b> : la microstructure du TiAl et du TiAlV après 24h de broyage.....	50
<b>Figure III.10</b> : la microstructure du TiAl et du TiAlV après 60h de broyage.....	51
<b>Figure III.11</b> : Variation de la microdureté en fonction de la durée de broyage.....	52

## Liste des tableaux

<b>Tableau I.1 :</b> Propriétés de l'aluminium.....	16
<b>Tableau I.2 :</b> Propriétés de titane.....	17
<b>Tableau I.3 :</b> Comparaison des propriétés de l'alliage à base de TiAl avec celles des superalliages base nickel et des alliages de titane classique.....	25
<b>Tableau II.1 :</b> Les paramètres d'élaborations des alliages TiAlV.....	31
<b>Tableau II.2 :</b> Les paramètres d'élaborations des alliages TiAl.....	32

## Liste d'abréviation

Symbole	Signification
<b>D</b>	Taille moyenne des grains
$\Omega_i$	Vitesse du plateau et des jarres
<b>CC</b>	Cubique centrée
<b>CFC</b>	Cubique a face centrée
<b>Hc</b>	Hexagonal compacte
<b>D. R. X</b>	Diffraction aux rayon-X
<b>M. E. B</b>	Microscope électronique à balayage
<b>a</b>	Paramètre de la maille
<b>C</b>	Paramètre de la maille
$d_{hkl}$	La distance inter réticulaire d'une famille de plan
$\Delta 2\theta$	La variation de position du pic
<b>R.M.B</b>	Rapport masse billes sur masses poudres
$\lambda$	la longueur d'onde
$\sigma$	limite élastique.
$\sigma_0$ et $k$	constantes liées au matériau
<b>Nm</b>	Nanomètre
$\theta$	l'angle de diffraction
$\beta$	la largeur intrinsèque du pic

## Introduction Générale

Les matériaux ont de tout temps défini le niveau de développement de notre civilisation. Aujourd'hui, ils jouent un rôle déterminant dans toutes les mutations technologiques. Le comportement de certains matériaux en déséquilibre thermodynamique a attiré l'attention d'un certain nombre de scientifiques et ingénieurs, à cause de la possibilité de produire des matériaux améliorés, avec de nouvelles propriétés ou même des propriétés améliorées qu'il est possible de produire avec des méthodes conventionnelles telle la mécanosynthèse (Mechanical Alloying).

Des matériaux nanostructurés qui sont des matériaux mono ou polyphasés à grains nanométriques (allant jusqu'à 100 nm), sont ainsi produits par mécanosynthèse, à partir d'un mélange de poudres élémentaires à température ambiante ou même à des températures beaucoup plus basses. Cette technique permet la formation des alliages de taille de grain nanométrique, C'est une technique d'élaboration hors équilibre, basée sur des moyens mécaniques et qui forme des alliages par des déformations plastiques répétées. Elle permet aussi 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.

Les alliages intermétalliques constituent une nouvelle classe de matériaux de structure pour des applications très variées: spatiales, automobiles, aéronautiques...etc. Parmi ces composés intermétalliques les alliages de titane qui sont considérés extrêmement prometteurs pour les applications à haute température. Ils présentent par rapport aux alliages conventionnels divers avantages : module d'élasticité plus élevé, densité plus faible, meilleure tenue mécanique et plus grande résistance à l'oxydation. Ces alliages conservent par ailleurs une bonne stabilité dimensionnelle et des conductivités thermiques plus grandes.

Nous avons cependant, choisi d'élaborer deux alliages, le TiAl et le TiAlV à structure nanométrique par mécanosynthèse et à suivre l'évolution des propriétés microstructurales, morphologiques de ces alliages durant toutes les étapes d'élaboration et de trouver une relation entre les propriétés structurales et morphologiques.

Le calcul des différents paramètres structuraux et microstructuraux de nos poudres a été obtenu par la méthode de diffraction des rayons X (DRX), l'évolution de la taille des particules a été effectuée par granulométrie laser, suivie d'une description de la morphologie des poudres, réalisée par microscopie électronique à balayage (MEB).

Le plan de ce mémoire se compose de trois chapitres :

- ❖ Un premier chapitre est consacré à une étude détaillée sur les matériaux nanostructurés énonçant leurs propriétés structurales, leurs classifications ainsi que les différents processus de fabrication notamment la mécanosynthèse.
- ❖ Dans le deuxième chapitre, nous présentons les différentes techniques d'élaboration et de caractérisation qui ont été utilisées dans notre étude.
- ❖ Le dernier chapitre décrit les différents résultats obtenus avec leurs interprétations.

**CHAPITRE I**  
**SYNTHESE**  
**BIBLIOGRAPHIQUE**

## **I.1. Introduction**

La nanotechnologie est un terme général qui décrit la De nombreux domaines scientifiques, mais couvre généralement l'étude des principes qui existent à l'échelle nanométrique (c'est-à-dire au niveau atomique et moléculaire). Un nanomètre (nm) est un milliardième de mètre. Les nanomatériaux développés ou fabriqués par l'homme et d'autres existent dans la nature [1]. Ces nanomatériaux sont constitués de matériaux nanostructurés, qui peuvent être des nanoparticules, des nanotubes (comme les nanotubes de carbone) ou encore des nanocristaux, qui présentent l'avantage d'avoir des propriétés spécifiques par rapport à des matériaux similaires à l'époque. L'accès à ces nouvelles propriétés physico-chimiques ouvre un immense champ de recherche fondamentale et appliquée, qualifié de "nanosciences".

## **I.2. Historique des nanomatériaux :**

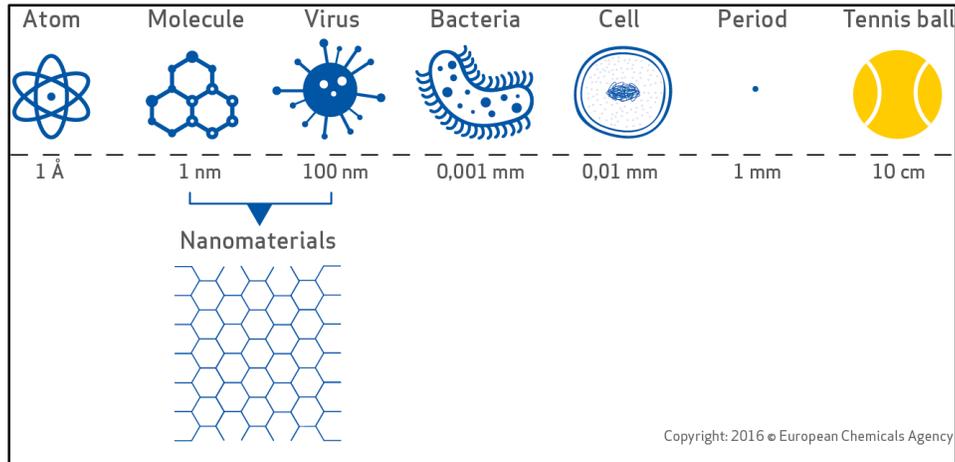
Au 20ème siècle, les progrès de la physique permirent peu à peu d'étudier la matière à l'échelle atomique. Ces avancées conduisirent le physicien américain Richard Feynman à encourager dès 1959 les recherches sur des agrégats dont les dimensions sont inférieures au micromètre.

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 [2].

## **I.3. Définition des nanomatériaux :**

Généralement, les matériaux nanostructurés sont définis comme des matériaux composés de polycristaux, qui peuvent être monophasés ou multiphasés, avec une taille de cristallite inférieure à 100 nm ou même dans une seule dimension [3-4]. Ces matériaux contiennent des atomes majoritairement situés aux joints de grains, ce qui peut leur conférer des propriétés intéressantes que l'on ne retrouve pas dans les équivalents massifs [5]. La structure des

nanomatériaux peut être considérée comme composée de deux parties: le cœur cristallin (avec structure, paramètres de maille, etc.) Et l'extérieur (gap, défauts, impuretés, etc.) formé par les interfaces [6]. Les matériaux nanocristallins ont des propriétés supérieures par rapport aux matériaux avec des granulométries plus importantes, ces propriétés sont amplifiées par la présence d'interfaces et un rapport surface/volume plus important, on peut citer : dureté plus élevée, vitesse de diffusion amplifiée, ductilité plus élevée, densité, Module élastique inférieur et inférieur, résistivité supérieure, chaleur spécifique supérieure, coefficient de dilatation thermique supérieur, conductivité thermique inférieure et meilleures propriétés magnétiques douces [7]. Leurs applications sont extrêmement diverses: Ils serviront par exemple à rendre des filtres plus sélectifs contre la pollution, des composants électroniques plus fiables, des plastiques plus résistants à la corrosion, etc.



**Figure (I.1) : les nanomatériaux [32]**

## **I.4. Propriétés des nanomatériaux :**

Les nanomatériaux se différencient des matériaux massifs par la réduction de la taille jusqu'à l'échelle nanométrique. La très petite taille des nanoparticules conduit à une surface spécifique très importante ce qui implique une augmentation du nombre d'atomes de surface. Ainsi que le nombre d'atomes par gramme croît considérablement.

### **I.4.1. Propriétés mécaniques :**

Il est apparu que la réduction de la taille des grains influe considérablement sur l'évolution des propriétés mécaniques des Nanomatériaux. Dans les nanomatériaux, la fraction des dislocations est très faible par rapport aux joints de grains et joints triples, ainsi que la distance

séparant les dislocations est réduite par la réduction de la taille des grains. Ce qui conduit, à une augmentation de la déformation plastique qui correspond au mouvement des dislocations dans le matériau, et une résistance à la déformation plus importante, traduite par une dureté élevée pour les nanomatériaux par rapport à ceux des matériaux massifs.

#### **I.4.2. Propriétés physiques :**

Entre les dimensions à l'échelle atomique et les dimensions normales, on distingue des propriétés remarquables spécifiques pour les Nanomatériaux, certaines sont liées à des origines différentes par exemple : la fraction importante des atomes de la surface, la grande énergie de surface, l'isolement du territoire et la réduction des imperfections.

#### **I.4.3. Propriétés chimiques :**

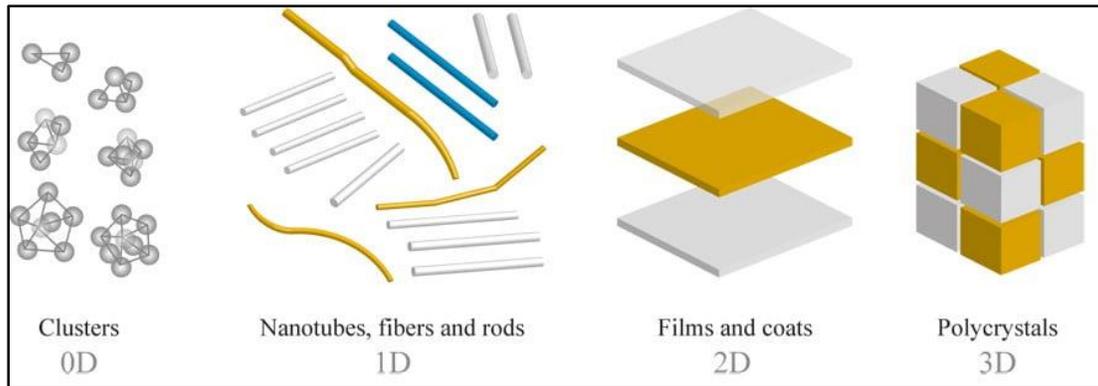
Les nanomatériaux ont des propriétés chimiques qui diffèrent de celles des matériaux massifs : potentiel chimique et solubilité différente, réactivité accrue, modification en particulier de l'électroaffinité et du potentiel d'ionisation.

#### **I.5. Toxicité et risque des nanomatériaux :**

Les nanomatériaux manufacturés dont la taille se mesure en nanomètre peuvent présenter ou conférer aux matériaux dans lesquels ils sont incorporés des propriétés physiques, chimiques ou biologiques spécifiques et parfois exceptionnelles. Mais pour les travailleurs industriels qui produisent ou utilisent ces nanomatériaux, la question de leur éventuelle nocivité, notamment par inhalation. L'appareil respiratoire constitue la voie majeure de pénétration des nanomatériaux dans l'organisme humain. Lorsqu'ils pénètrent dans le système respiratoire, soit ils sont rejetés (exhalés) ou soient ils se déposent dans les différentes régions du poumon. Les particules de diamètre compris entre 10 et 100 nm se déposent ainsi majoritairement dans les poumons profonds (au niveau des alvéoles pulmonaires), dans une proportion nettement supérieure à celle des particules micrométriques.

#### **I.6. Classification des nanomatériaux :**

Les matériaux nanostructurés peuvent être classifiés selon leur dimension (le critère le plus pertinent), Il convient de distinguer 4 grandes classes de nanomatériaux (Figure I.2) :



**Figure (I.2) :** Classification des nanostructures selon leur dimensionnalité [23]

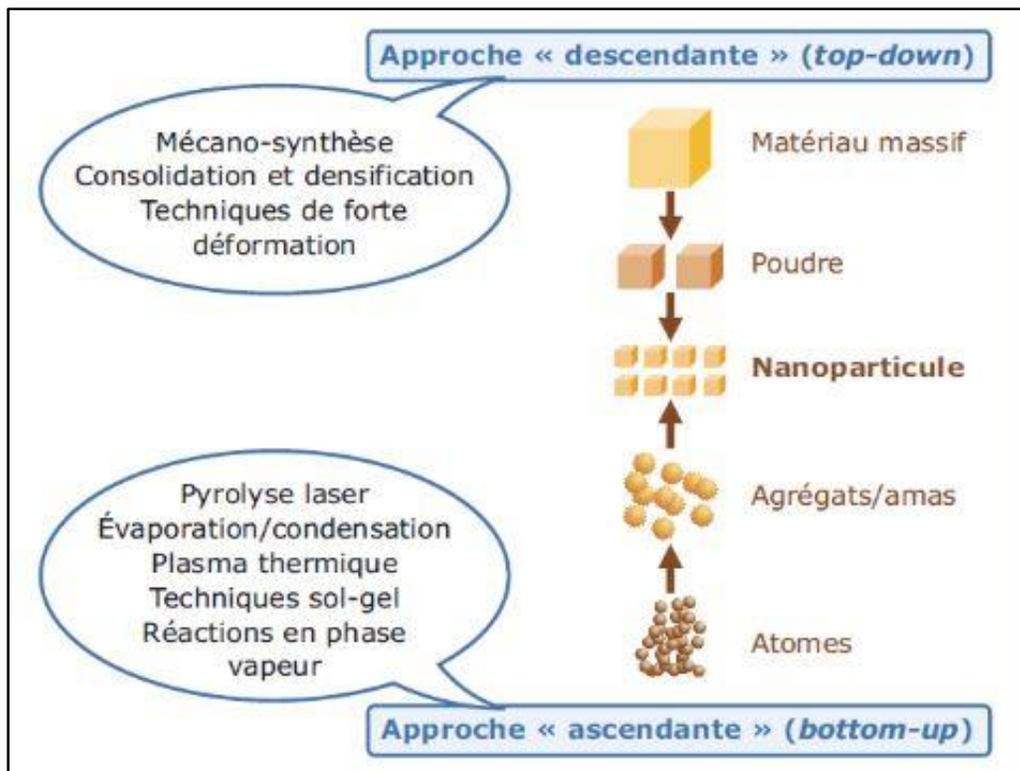
- **clusters d'atomes (0D):** La dimension 0 signifie que le matériau est nanométrique suivant les 3 directions de l'espace. Ces des matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, regroupe les clusters d'atomes ou les nanoparticules généralement obtenus à partir d'une phase vapeur sursaturée.
- **Les lamellaires (1D):** sous forme de nano fils ou de nanotubes, ce type de cristaux possèdent une structure dans une seule direction.
- **Les filamentaires (2D):** sous forme de couche mince ou la dimension nanométrique caractérise l'épaisseur du revêtement les d'édépôts d'agrégats, c'est un matériau nano structuré dans deux directions.
- **Les cristallites (3D):** sous forme compacte ou la structure est celle des nano cristaux dans trois directions.

### **I.7. Vois de synthèse des nano particules :**

Les nanomatériaux peuvent êtres synthétisés selon deux approches différentes : la première est dite approche ascendante (Botton-Up) et la deuxième est dite approche descendante (Top-Down) comme illustré sur la (figure 1.3).

Dans une approche "ascendante" typique, la matière est assemblée atome par atome, formant des particules ou des molécules qui peuvent être intégrées dans des systèmes plus grands. En revanche, dans une approche "descendante", nous commençons avec des matériaux en vrac et les réduisons à l'échelle nanométrique. Par conséquent, diverses techniques chimiques et physiques peuvent être utilisées pour produire des nanoparticules. Ces différentes approches permettent d'obtenir des nanoparticules libres ou encapsulées dans une

matrice. Dans ce dernier cas, ils sont protégés de l'atmosphère extérieure (de l'oxydation dans le cas des métaux) et leur agglomération en particules plus grosses est évitée. [8]



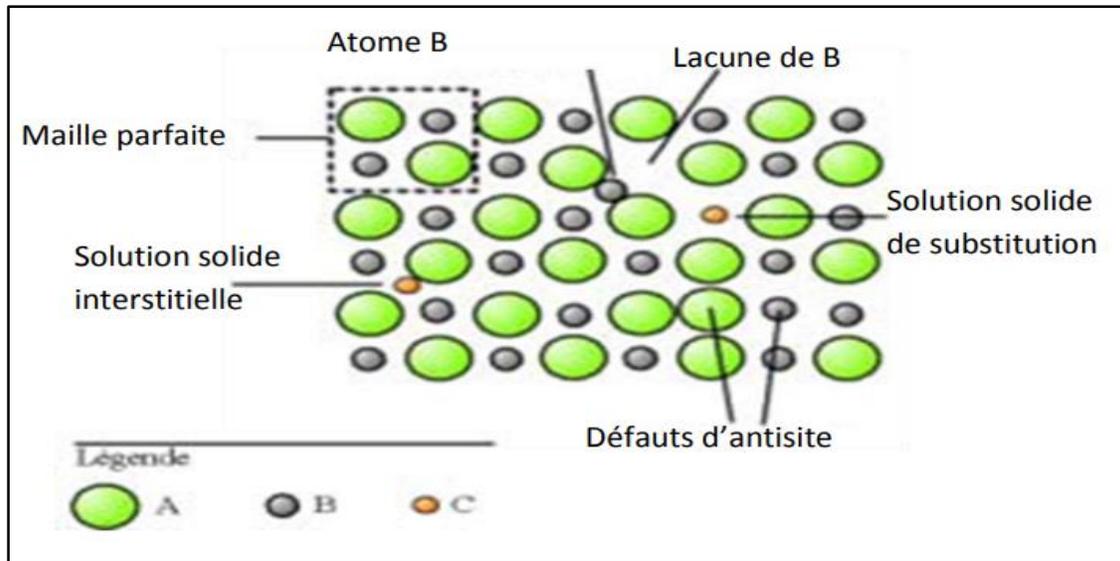
**Figure(I.3):** Approches d'élaboration des nanomatériaux manufacturés [8]

### I.8. Différents défauts cristallines :

Les propriétés mécaniques des métaux, alliages et composés intermétalliques sont influencées à des degrés divers par des défauts qui sont à l'origine de certaines propriétés intéressantes de la matière, telles que la déformation plastique, la résistance à la rupture, la conductivité électrique et notamment électronique, On distingue quatre types de défauts :

- les défauts ponctuels, de dimension 0 : ils concernent un nœud unique, et ne perturbent que les quelques nœuds voisins; voir par exemple les atomes interstitiels figure (1.3);
- dislocations, défauts linéaires de dimension 1 : ils ne concernent que les nœuds situés sur une courbe, et ne perturbent que quelques nœuds voisins ;
- les interfaces, de dimension 2 : surface, joint de grain, Joint de macle, Défaut d'empilement, Surface libre ;

- les défauts volumiques, de dimension 3 : pores, précipités, macles.



**Figure (I.4) :** Exemple de défauts ponctuels dans un cristal ordonné AB. [33]

## I.9. Elaboration des nanomatériaux :

Ces dernières années, le développement de matériaux nanostructurés est devenu une partie importante de la recherche sur les matériaux. Afin de préparer des matériaux nanocristallins, il existe plusieurs techniques permettant de produire des matériaux de petites dimensions dans la nature. Pour la production de masse de nanoparticules, seules la recristallisation et le broyage mécanique de rubans amorphes semblent être disponibles à ce jour [9]. Parmi les techniques utilisées dans la production des matériaux nanocristallins nous rappelons :

- **Traitement de conversion par pulvérisation:**

La méthode consiste à atomiser les précurseurs dans un aérosol et à les disperser à travers un milieu gazeux dans un réacteur chauffé où la solution est évaporée et forme des particules ultrafines ou des couches minces [10-11].

- **Dépôt physique en phases vapeurs :**

La vapeur est générée par différentes méthodes (évaporation, pulvérisation cathodique, ablation laser ou par faisceau d'ions) puis se condense sous le substrat. Cette méthode nécessite un vide très poussé (UHV) [12]

- **Dépôt chimique en phases vapeurs :**

Dans cette technique, des substances gazeuses subissent une réaction chimique sur une surface chaude dans le but de former un nouveau composé. [12]

- **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. [10]

- **Pulvérisation :**

C'est une méthode de vaporisation des atomes et clusters (neutres et chargés) par l'action des ions accélérés à grandes énergies. [13]

- **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. [13]

- **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 [13].

- **Broyage mécanique :**

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

## **I.10. Elaboration par mécanosynthèse :**

La mécanosynthèse est un des procédés de la métallurgie de poudre. Il consiste à utiliser l'énergie mécanique pour produire la taille des grains du matériau, et réaliser un mélange à l'échelle du grain ou produire un véritable alliage [14].

L'avantage de la mécanosynthèse, par rapport aux autres techniques d'élaboration, réside dans la possibilité de produire des quantités importantes de poudres à l'état solide et à température ambiante et la simplicité de sa mise en œuvre. Elle permet aussi de surmonter les problèmes

associés à la grande différence entre les températures de fusion des composants. En outre, la mécanosynthèse permet de synthétiser des matériaux nanostructurés avec des propriétés uniques. [15]

### **I.10.1. Différents procédés de la mécanosynthèse :**

#### **I.10.1.1. Mécanosynthèse directe :**

Elle consiste à faire de l'activation mécanique d'une ou plusieurs poudres pour une durée déterminée (courte ou longue durée) jusqu'à l'obtention de produit fini. Le procédé ODS fait partie de la mécanosynthèse directe.

#### **I.10.1.2. Mécanosynthèse indirecte :**

Une technique fait coupler entre l'activation mécanique (en générale en courte durée) et un autre procédé.

#### **I.10.1.3. Mécanochimie :**

La mécano chimie concerne tout procédé utilise le broyage afin d'initier des réactions chimiques. La mécano chimie peut être considérée comme procédé de mécano synthèse directe ou de mécanosynthèse indirecte.

### **I.10.2. Principe de la mécanosynthèse:**

Le Principe de la mécanosynthèse est basé sur l'utilisation de l'énergie mécanique pour activer les réactions chimiques entre les matériaux de départ. Cette énergie mécanique peut être fournie par des broyeurs à boulets, des broyeurs à haute énergie ou d'autres types de dispositifs de broyage.

Enfin, quatre éléments sont nécessaires pour élaborer des matériaux par mécanosynthèse [16]:

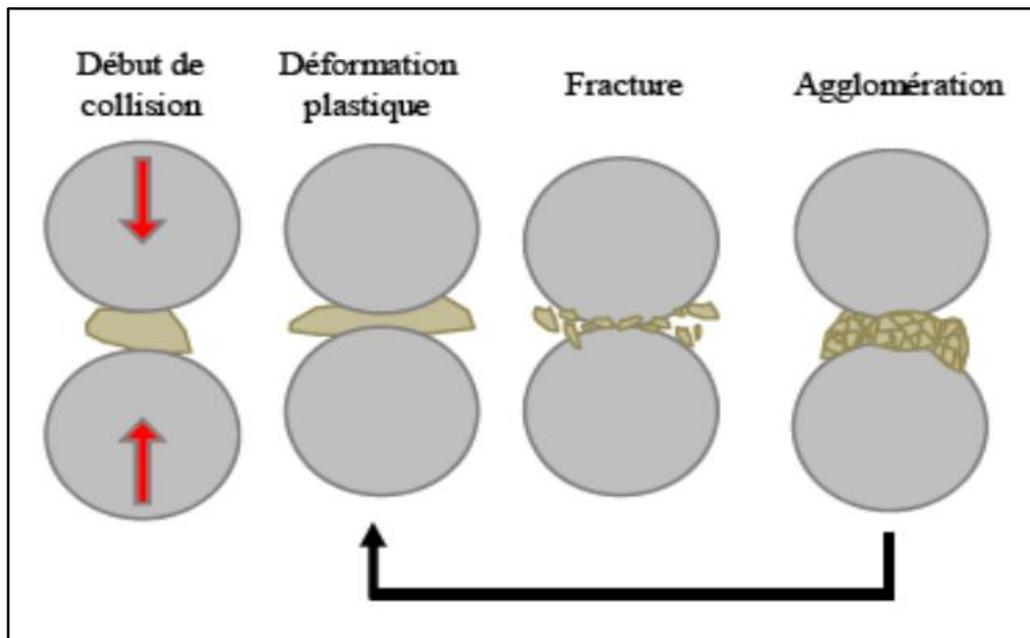
- Des poudres élémentaires,
- un moyen de choc,
- Un type de mouvement permettant des chocs successifs,
- un container dans lequel se fait la mécanosynthèse.

L'évolution de la mixture des poudres passe par trois étapes : dans la première étape, des particules de poudres sont aplaties par la force de compression due à la collision des billes puisque le matériau est généralement doux à ce stade. Le micro-forgeage entraîne un changement de la

forme des particules individuelles, des clusters ou agglomérats de particules. Pour les systèmes ductiles-ductiles, une structure lamellaire avec une séparation claire entre les différents éléments se développe au début du broyage.

Dans la seconde étape, le changement significatif qui se produit est mis en évidence par la différence de la morphologie des particules par rapport à celle du stade initial. Le processus de soudage est important et la déformation plastique conduit à la formation de structure lamellaire dans le cas du mélange ductiles-ductiles. Les processus de fracture et de soudage sont dominants à ce stade. Ainsi, le phénomène de fracture entraîne la diminution de l'épaisseur des lamelles et des dislocations peuvent prendre place. La composition chimique de la poudre est toujours non homogène à ce stade.

Dans la dernière étape, un affinement considérable et une diminution de la taille des grains sont évidents à ce stade. La microstructure paraît plus homogène à l'échelle macroscopique que celle de stade initial et stade intermédiaire. Aucune structure lamellaire n'est observée et l'alliage est déjà formé. Ce dernier a une composition identique à celle du mélange initial et dont la taille des grains est de l'ordre de quelques nanomètres [16]. (Figure I.4)



**Figure(I.5) :** Evolution de La poudre élémentaire durant le broyage [16]

### **I.10.3. Changement de la structure :**

La structure et la taille des particules des poudres broyées dépendent des propriétés mécaniques des poudres initiales. Trois types de mélanges de poudres sont distingués.

Trois types de mélanges de poudres sont distingués :

#### **I.10.3.1. Mélanges ductiles-ductiles :**

Le broyage de poudres ductiles-ductiles entraîne la formation d'une structure lamellaire alternée des éléments de départ au cours des premières heures. Au fur et à mesure du broyage, les déformations plastiques réduisent les différences entre les lamelles jusqu'à ce qu'elles ne soient plus détectables. Un broyage prolongé conduit à l'homogénéisation de la taille des particules.

#### **I.10.3.2. Mélanges ductiles-fragiles :**

Pendant le broyage, les particules fragiles se fragmentent et les fragments ainsi formés se mélangent aux particules ductiles. Si les particules fragiles ne sont pas solubles dans la matrice, une fine dispersion de la phase fragile dans la matrice ductile est réalisée.

#### **I.10.3.3. Mélanges fragiles-fragiles :**

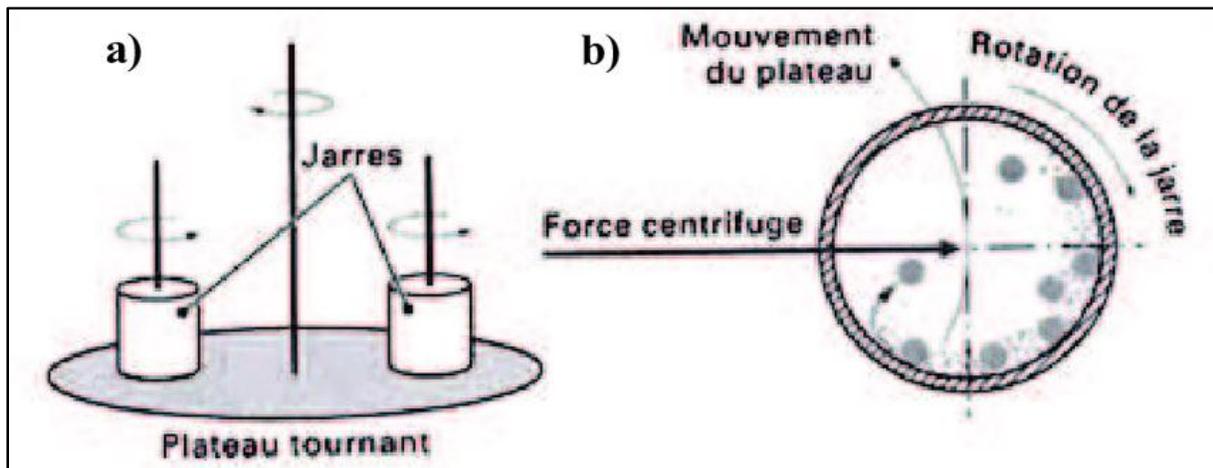
Dans ce type de mélange, on s'attend généralement à ce que le broyage conduise uniquement à une réduction de la taille des particules. Cependant, il a été observé que dans certains cas, des solutions solides d'éléments fragiles peuvent être élaborées.

### **I.11. Différents types de broyeurs en mecanosynthese :**

Le broyage agit par chocs et/ou par frottement des billes sur la poudre, suivant le type de broyeur utilisé. En effet, Les broyeurs peuvent être classés selon la modalité d'action sur la jarre/bille : broyeur attriteur, broyeur planétaire, broyeur vibreur.

#### **I.11.1. Broyeur planétaire :**

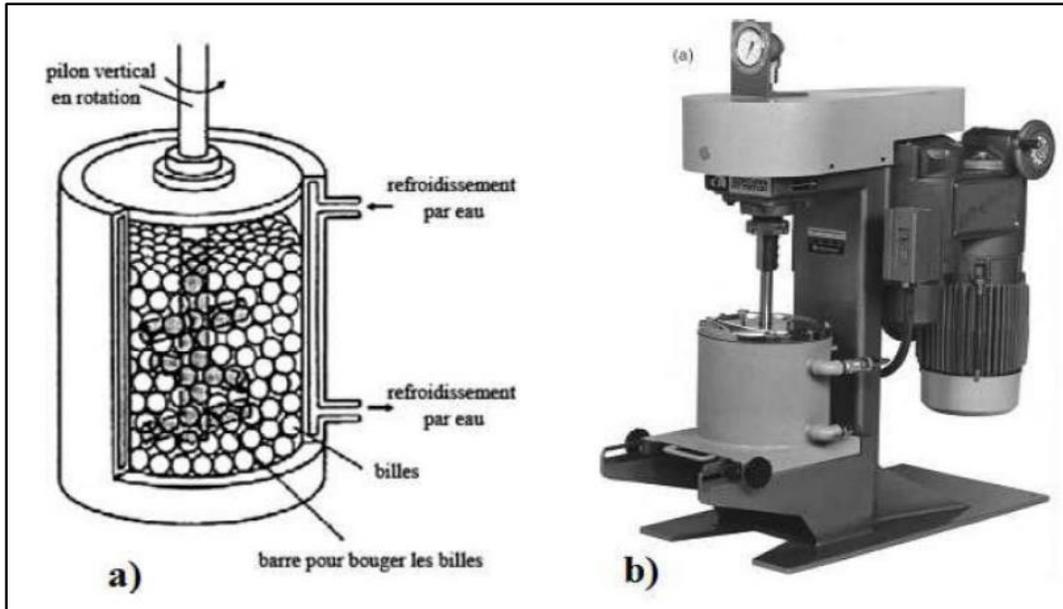
Dans de tels types de broyeurs connus comme broyeurs centrifuges, les jarres dans lesquelles on place les billes sont fixées sur des satellites tournants, lesquels sont montés sur un plateau tournant. Les jarres de rayon  $r$  tournent avec une vitesse angulaire  $\Omega_1$ , le plateau de rayon  $R$  tourne avec une vitesse angulaire  $\Omega_2$  (figure I.5). Le broyage agit soit par chocs, soit par frottements. La température moyenne des jarres est comprise entre  $50^\circ\text{C}$  et  $120^\circ\text{C}$ , suivant la vitesse des billes; l'élévation locale de température est comprise entre  $60$  et  $300^\circ\text{C}$  [17]. Pour éviter que l'échauffement soit trop important, le broyage est en général réalisé en plusieurs cycles interrompus par des périodes de repos. L'état stationnaire est stabilisé après 24 h à 100 h de broyage, suivant les matériaux broyés.



**Figure (I.6) :** Représentation schématique d'un broyeur planétaire de type P4 et le mouvement des billes à l'intérieur des jarres [18].

### I.11.2. Broyeur attriteur :

Dans ce type de broyeur, plus de 1000 billes de 0,2 à 1 cm de diamètre sont maintenues avec la poudre dans un caisson vertical et sont agitées par des éléments fixés à l'axe, qui tourne (figure I .6). Le broyage agit uniquement par frottements des billes sur la poudre. La température moyenne du creuset peut atteindre  $150^\circ\text{C}$  [19]. La durée moyenne d'un broyage est de l'ordre de quelques heures.



**Figure(I.7) :** Le broyeur de type attriteur vertical [20]

### **I.11.3. Broyeur vibratoire :**

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 cm<sup>3</sup>, 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  $120 \times 10^{-3}$  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 [21]



**Figure (I.8) :** Broyeur vibratoire Spex 8000[22].

## **I.12. Matériaux étudiés et ses alliages :**

### **I.12.1. Propriétés de l'aluminium :**

L'aluminium est un élément chimique de symbole Al et de numéro atomique 13. C'est un métal argenté et malléable. Il est remarquable par sa résistance à l'oxydation et sa faible densité. En fait, il est très oxydable, mais à l'air, il forme une couche de quelques micromètres d'oxyde d'aluminium ( $Al_2O_3$ ) imperméable qui protège le reste du métal. On parle alors d'une protection cinétique.

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.

La masse volumique de l'aluminium est de  $2700 \text{ kg/m}^3$ . L'utilisation de l'aluminium s'impose donc dans les domaines de la construction aéronautique et du transport. Grâce à la couche d'oxyde qui se forme en surface, les alliages d'aluminium résistent à la corrosion. On peut rendre cette couche protectrice d'oxyde plus épaisse par anodisation.

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

**Tableau (I.1):** Propriétés de l'aluminium [24]

### **I.12.2. 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.

L'ensemble de ces propriétés a historiquement fait du titane un métal très prisé par les industries aérospatiale et aéronautique, portes, la structure des ailes, les aubes de soufflante, les aubes de compresseurs et d'autres pièces sont principalement en alliage de titane.

Symbole :	Ti
Numéro atomique :	22
Electrons par niveau d'énergie :	2, 8, 8, 4
Masse atomique :	47,867 u
Isotopes les plus stables :	46Ti stable avec 24 neutrons (8 %), 47Ti stable avec 25 neutrons (7,3 %), 48Ti stable avec 26 neutrons (73,8 %), 49Ti stable avec 27 neutrons (5,5 %), 50Ti 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 de ebullition :	3.287 °C

**Tableau (I.2) :** Propriétés du titane [24]

### **I.12.3. Propriétés de 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.

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, les batteries à flux l'utilisent pour le stockage d'électricité. Certains aciers chirurgicaux contiennent du vanadium.

### **I.12.4. 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.

- **La serie 2xxx :**

Ces alliages sont à haute résistance pouvant être exposés à des environnements à haute température ainsi que ceux nécessitant un haut coefficient de rendement.

- **Les séries 3xxx, et 5xxx :**

Ces alliages sont utilisés dans les systèmes hydrauliques, de lubrification, de carburant et surtout dans les composantes qui ne nécessitent pas une grande résistance mécanique.

- **La série 6xxx :**

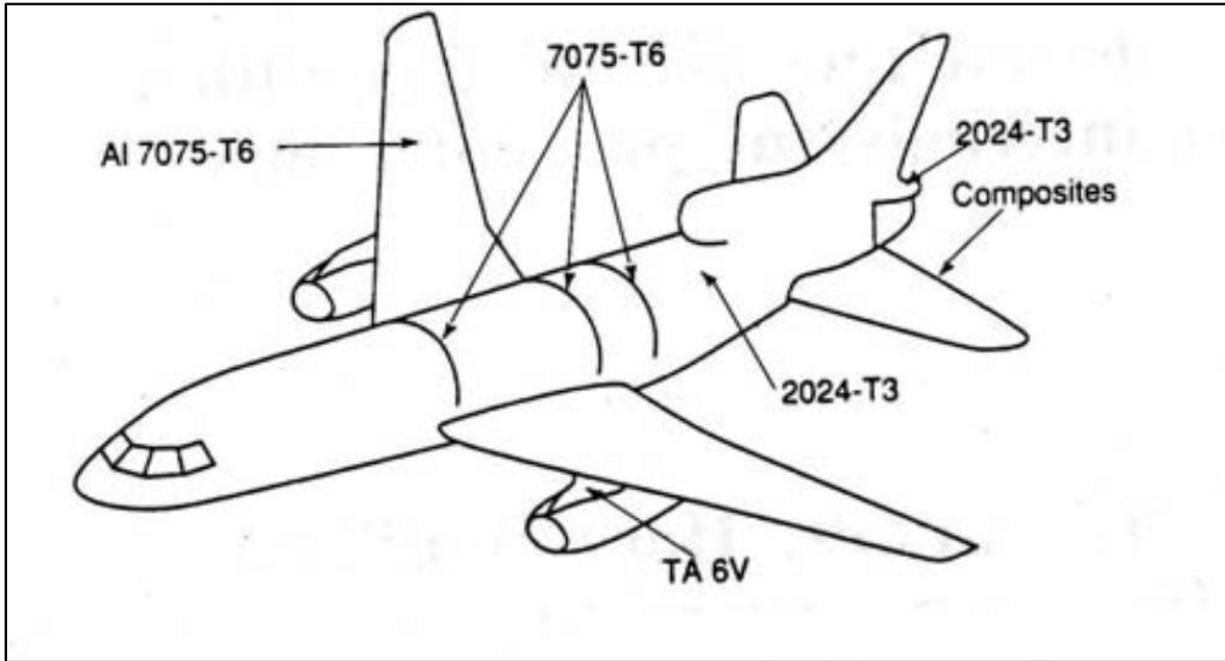
Ces alliages comportent du silicium et du magnésium. Nous travaillons avec les alliages 6060, 6063, 6005A, 6061, 6082 et les alliages spéciaux 6066 et 6463. On peut dire en général que plus on ajoute du magnésium et du silicium à l'aluminium, plus le produit final est résistant. La soudabilité, la résistance à la corrosion, les propriétés d'enlèvement et d'anodisation ainsi que la conductivité électrique de ces alliages sont bonnes. Ils sont donc utilisés fréquemment.

Les alliages 6061 et 6082 sont fréquemment utilisés dans l'aéronautique grâce à leur grande résistance. Ces alliages sont recommandés par les autorités aéronautiques. Airbus et Boeing utilisent notamment ces alliages pour l'intérieur.

- **La série 7xxx :**

Notre gamme standard comporte les alliages 7020, 7022 et 7075 de la série 7xxx. En plus de l'aluminium, l'alliage 7020 se compose de magnésium et de zinc, alors que du cuivre a également été ajouté aux alliages d'aluminium 7022 et 7075. Ils peuvent être durcis et font partie des alliages les plus résistants. Là aussi, la déformabilité est réduite et l'alliage ne convient donc pas à la réalisation de produits complexes qui exigent une précision très élevée

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 (I.9) :** Exemples d'utilisation d'alliages d'aluminium en aéronautique [25].

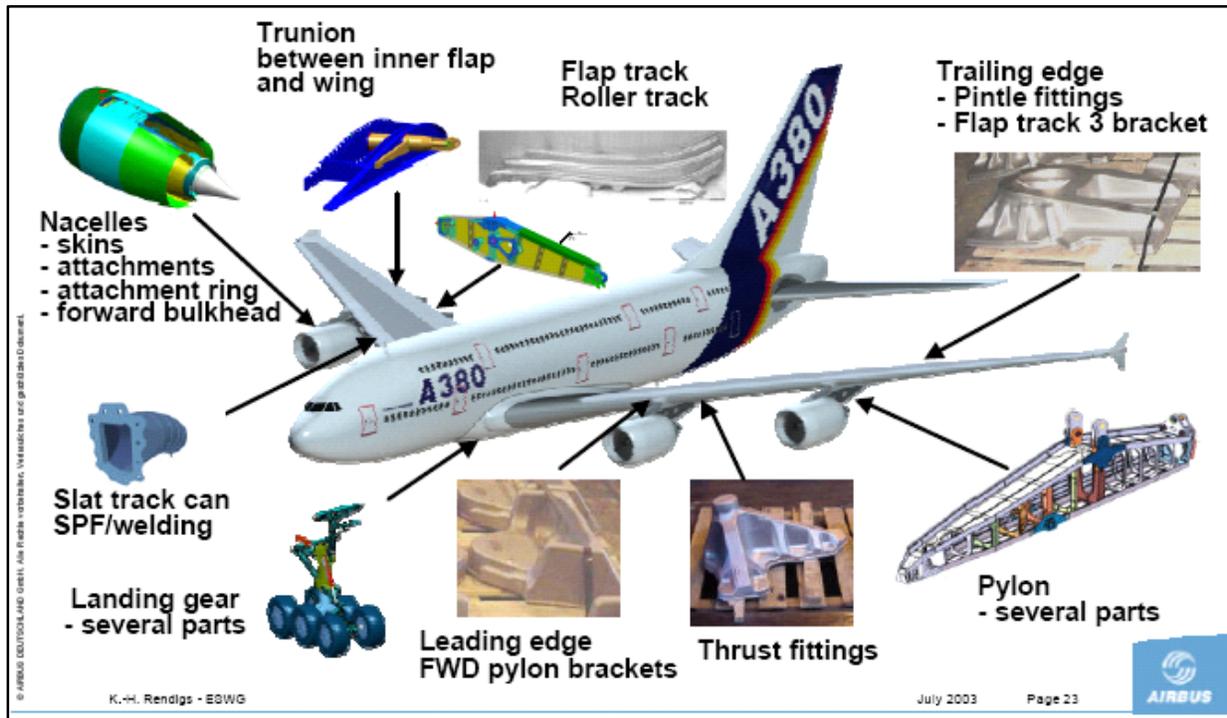
### **I.12.5. Application de l'alliage de titane dans l'industrie aéronautique :**

L'alliage de 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.

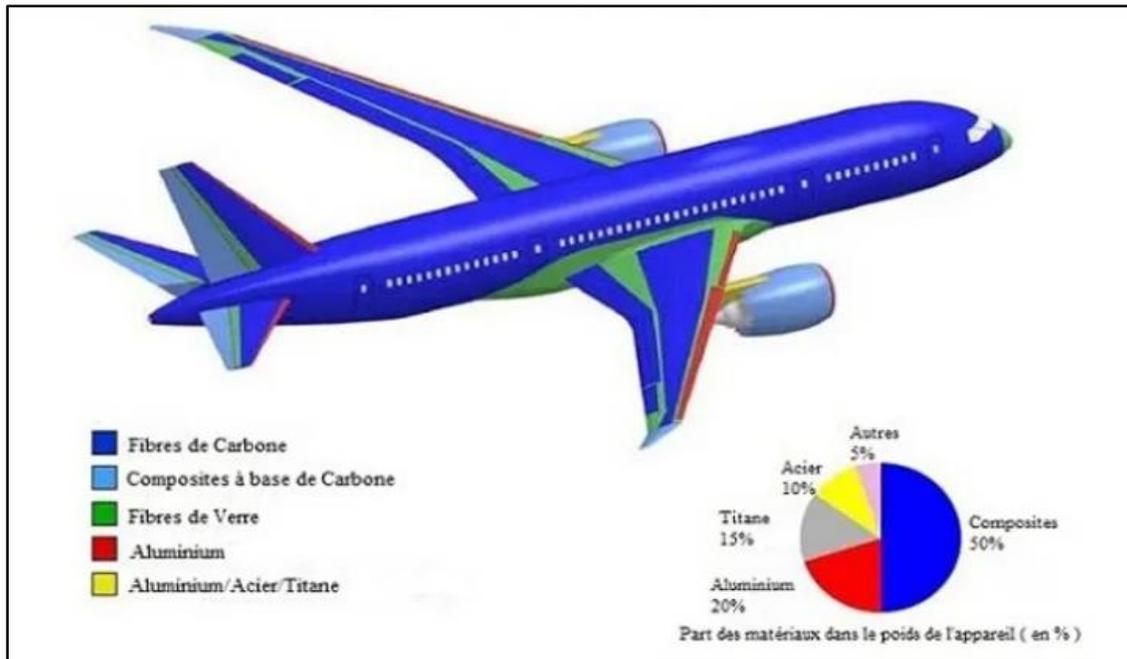
L'alliage de titane est le principal matériau d'aviation du moteur à turbine à gaz, qui représente environ 30% de la qualité de la structure du moteur à turbine moderne. L'alliage de titane pour la conception du moteur peut réduire davantage la qualité de la pale du compresseur et de la pale du ventilateur, prolonger la durée de vie des pièces et du cycle de réparation, de manière à assurer la sécurité et la stabilité de l'avion. Les pales du compresseur et le groupe de compresseur sont les premières pièces de moteur en alliage de titane, les moteurs à réaction modernes les grandes pales du ventilateur avant et la rotation sont également en alliage de titane, ces pièces nécessitent des matériaux dans des conditions de travail à haute température (300 ~ 600 °C) résistance spécifique élevée, résistance au fluage à haute température, résistance à la fatigue, résistance à la rupture et stabilité.

Avec l'amélioration du rapport poussée-poids du moteur aéronautique, l'augmentation de la température de sortie du compresseur haute pression entraînant une augmentation de la

température de la lame et du disque, la solution solide renforçant la température de travail la plus élevée en alliage de titane est passée de 350 °C à 600 °C. Alliages de titane alpha-bêta Ti-6Al-4V est le matériau principal inférieur à 400 °C pour les pales du ventilateur et les pales du compresseur. À l'heure actuelle, les pales du ventilateur et d'autres pièces des moteurs à réaction sont principalement constituées de nouvelles gaines d'alliage de titane [26].



**Figure (I.10) :** Titane et alliages de Titane Utilisation au sein d'Airbus A380 [28].



**Figure (I.11) :** Composition de matériaux d'un Boeing 787 Dreamliner [23].

### **I.12.6. Utilisation du vanadium:**

Les usages du vanadium intéressent principalement la métallurgie des aciers spéciaux, la métallurgie des alliages non ferreux et la production d'alliages de compositions diverses. Les autres usages spécifiques du vanadium concernent notamment l'industrie chimique.

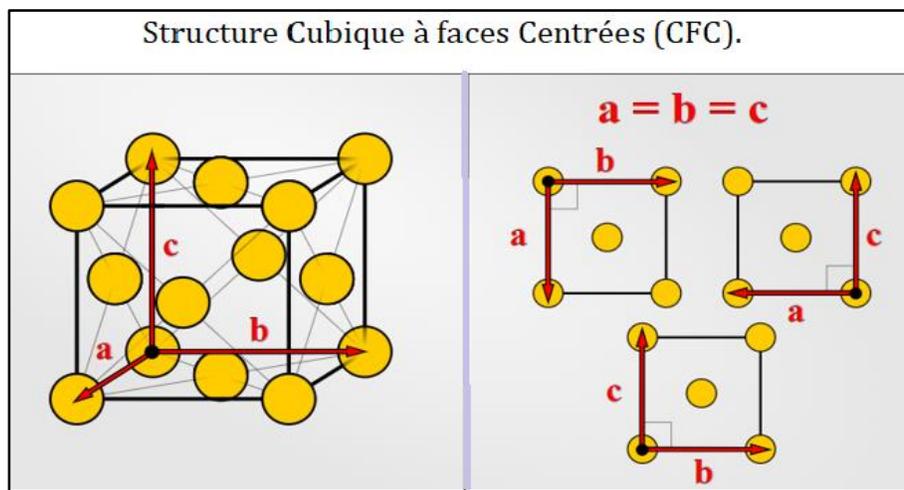
Des usages récents sont en cours de développement dans le nucléaire, l'aéronautique et l'industrie électrique. Les batteries à flux l'utilisent pour le stockage d'électricité. Certains aciers chirurgicaux contiennent du vanadium. Le bleu vanadium contient ce métal en tant que pigment sous forme de composés, 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.



**Figure (I.12) :** Vanadium [27].

### I.12.7. Les phases d'aluminium :

L'aluminium pur (Al) existe principalement dans une phase cristalline, appelée phase  $\alpha$ -Al (alpha aluminium). Il s'agit de la phase stable de l'aluminium pur à température ambiante et présente une structure cubique à faces centrées (CFC). La phase  $\alpha$ -Al est utilisée dans la plupart des applications aéronautique.



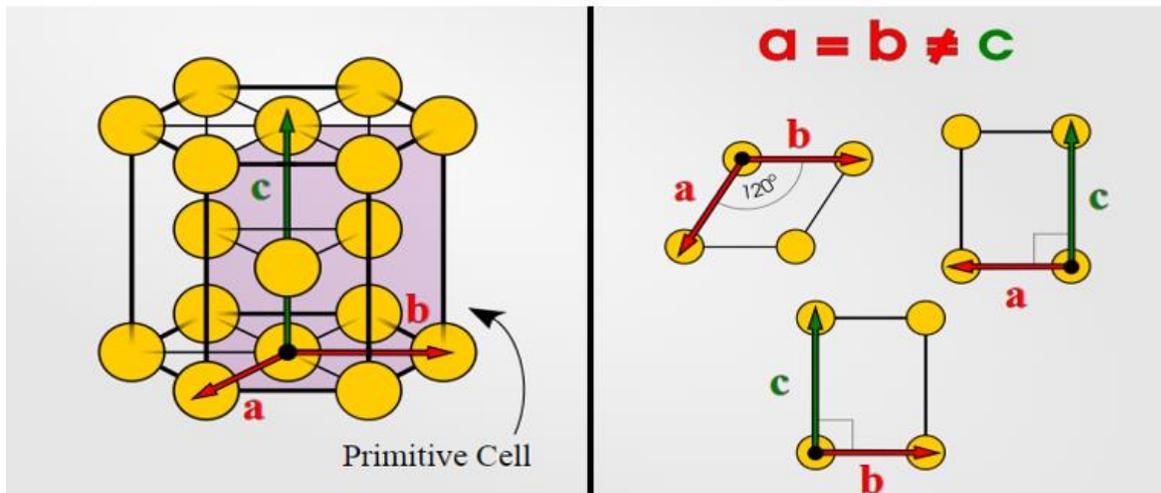
**Figure I.13:** Représente une structure cubique à faces centrées (CFC) [34].

### I.12.8. Les phases de titane :

Le titane pur (Ti) peut exister dans différentes phases cristallines, les plus courantes étant les phases  $\alpha$  (alpha) et  $\beta$  (bêta).

1. **Phase  $\alpha$  (Alpha)** : La phase  $\alpha$  du titane a une structure cristalline hexagonale compacte (HCP) et est la phase stable à température ambiante. Elle offre une combinaison de résistance, de ductilité et de résistance à la corrosion, ce qui en fait un choix courant pour de nombreuses applications aéronautique.
2. **Phase  $\beta$  (Bêta)** : À des températures élevées, le titane peut adopter une structure cubique centrée (CC) appelée phase  $\beta$ . La phase  $\beta$  est moins courante et se forme à des températures supérieures à environ 882 °C Cette phase présente une plus grande ductilité, une meilleure résistance mécanique et une plus faible densité que la phase  $\alpha$ .

structure hexagonale compacte (HCP).



**Figure I.14** : Représente une structure hexagonale compacte (HCP). [33]

### I.13. Les alliages (intermétalliques) à base de l'aluminium et titane:

Un intermétallique peut se définir comme un composé formé d'au moins deux éléments métalliques et possédant une structure cristalline ordonnée à longue distance.

Parmi les composés intermétalliques on trouve la famille des composés intermétalliques à base de Ti-Al, qui comprend trois composés principaux : Ti<sub>3</sub>Al, TiAl et TiAl<sub>3</sub>

### I.13.1. Propriétés des alliages à base de l'aluminium et titane:

Les intermétalliques se forment en mettant en jeu des liaisons métalliques entre atomes de métaux différents. Les liaisons, ainsi formées, sont plus fortes que les liaisons métalliques entre atomes similaires ce qui implique une structure cristalline ordonnée limitant la mobilité des dislocations. Ainsi, cette faible mobilité des dislocations engendre des propriétés intéressantes à haute température telles qu'une meilleure résistance mécanique, une bonne tenue au fluage ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation.

Les intermétalliques à base TiAl sont donc des matériaux adaptés aux besoins actuels de l'industrie aéronautique et automobile en remplacement des alliages de titane et des superalliages à base nickel. Le tableau I.4 compare les propriétés des aluminures de titane (TiAl, Ti<sub>3</sub>Al et TiAl<sub>3</sub>) à celles des alliages de titane et des superalliages à base nickel. Il apparaît clairement que les aluminures de titane sont un bon compromis entre les alliages de titane et les superalliages. Ont le potentiel de remplacer les superalliages Ils permettent ainsi un gain de masse conséquent tout en conservant des propriétés mécaniques remarquables jusqu'à de très hautes températures. Parmi ces propriétés on peut citer: une limite élastique spécifique élevée, une grande rigidité spécifique, une bonne résistance à l'oxydation, de bonnes propriétés de fluage.

Propriété	Alliage de titane classique	Alliages à base Ti <sub>3</sub> Al	Alliages à base TiAl <sub>3</sub>	Alliages à base TiAl	Superalliages base nickel
Module d'Young [GPa]	96 – 110	110 – 145	166	176	206
Point de fusion (°C)	~1600	1600	1350	1460	~1400
Limite d'élasticité (MPa)	380 – 1150	700 – 990	160	400 – 630	80 – 1200

Résistance à la traction [MPa]	480 – 1200	800 – 1140		450 – 700	1250 – 1450
Allongement à rupture (%)	10 – 20%	2 – 7%		1- 5%	3 – 5%
Limite au fluage (°C)	538	815		1038	1095
Résistance à l'oxydation (°C)	539	649		1038	1095
Structure cristallographique	H.c.p / B.c.c	DO19	DO22	L10	F.c.c / L12
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	4,5	4,1 - 4,7	3,37	3,7- 3,9	8,3

**Tableau I.3 :** Comparaison des propriétés de l'alliage à base de TiAl avec celles des superalliages base nickel et des alliages de titane classique [29].

- On peut constater, de ce tableau que le module d'élasticité et la résistance à l'oxydation du composé Ti<sub>3</sub>Al sont meilleurs que ceux de l'alliage de titane classique et du composé TiAl, sa densité est presque la moitié de celle de superalliage base nickel. Quant à l'alliage TiAl<sub>3</sub>, sa densité est la plus basse parmi ces matériaux, mais son point de fusion est trop bas, il est très fragile à la température ambiante.

### I.13.2. Le diagramme de phases Ti – Al à l'équilibre :

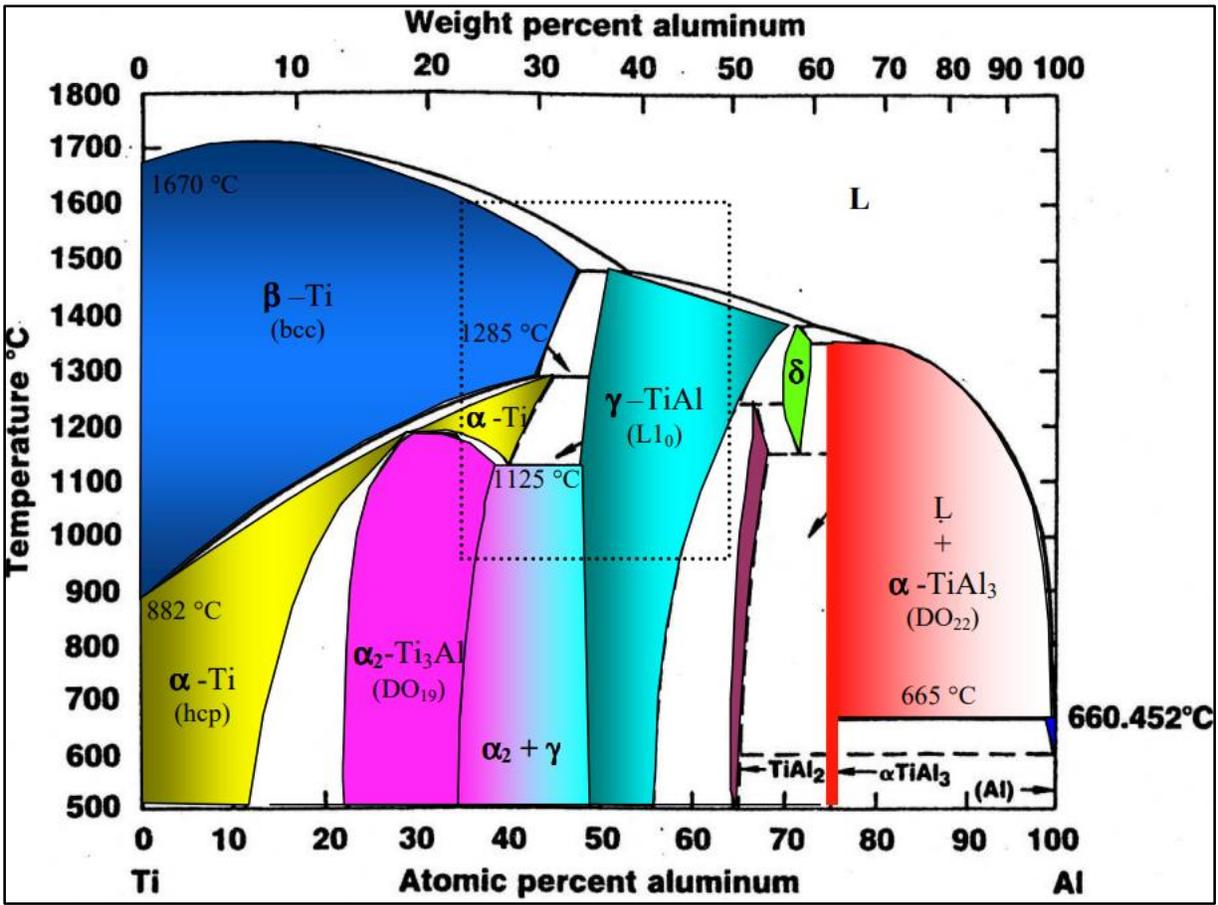


Figure I.15 : Diagramme de phase Ti – Al d’après Murray [30].

### I.13.3. Les phases de l’alliage à base de Ti-Al :

Le diagramme des phases de TiAl représente les différentes phases qui peuvent se former dans les alliages de titane-aluminium en fonction de la composition et de la température. Son interprétation permet de comprendre le comportement et les propriétés des alliages TiAl. Voici l’interprétation des phases présentes dans le diagramme d’équilibre. (Figure I.16):

#### 1. Phase α-Ti (Alpha-titane) :

Cette phase correspond au titane pur avec une structure cristalline hexagonale compacte (HCP). Elle est stable à basse température et présente une bonne ductilité et une faible résistance par rapport aux autres phases. Dans les alliages TiAl, la présence de la phase α-Ti peut contribuer à une meilleure résilience et déformabilité.

#### 2. Phase γ-TiAl (Gamma-titane aluminium) :

La phase  $\gamma$ -TiAl est la phase principale d'intérêt dans les alliages TiAl. Elle a une structure cristalline tétragonale (L10) et se forme à des températures élevées.

### **3. Phase $\alpha$ 2-Ti3Al (Alpha 2-titane aluminium) :**

La phase  $\alpha$ 2-Ti3Al est une phase secondaire qui peut se former dans les alliages TiAl dans des conditions spécifiques. Elle a une structure cristalline hexagonale D019 et est principalement riche en aluminium.

**Chapitre II**  
**TECHNIQUE**  
**D'ELABORATION ET**  
**CARACTERISATION**

## **II.1. Introduction:**

Dans une première partie de ce chapitre, nous allons présenter les conditions d'élaboration des échantillons (les poudres nanostructurées TiAl et les poudres nanostructurées TiAlV). La seconde partie est consacrée aux méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation des poudres, à titre d'exemples pour notre étude: la microscopie électronique à balayage (MEB). La cinétique de formation de l'alliage considérée, et l'évolution des paramètres de maille au cours du broyage ont été étudiées à l'aide de la diffraction des rayons X.

## **II.2. Techniques d'élaboration:**

### **II.2.1. Conditions d'élaboration :**

- L'élaboration des poudres nanostructurées a été réalisée dans un broyeur planétaire RETSCH PM 400 (Figure II.1). Il est équipé de quatre jarres en carbure de tungstène. (Figure II.1.2)
- 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), par contre, L'alliage TiAl a été synthétisé à partir d'un mélange de poudres d'éléments purs (Ti et Al).
- Pour chaque échantillon de mélange de poudres, 16g d'un mélange de poudres élémentaires de TiAlV. Tandis que, 10g d'un mélange de poudres élémentaires de TiAl sont placées dans les jarres avec six billes en acier chromé d'un diamètre de 20 mm
- 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 06 échantillons pour des temps de broyage de 0h, 12h, 24h, 36h, 48h et 60h.
- Tous les broyages ont été effectués avec une vitesse de rotation du plateau de 300 tours par minute et par cycles de 20 minutes.
- Un cycle est constitué de 20mn de broyage suivi de 10mn de pause, c'est pour éviter un échauffement trop important des jarres. Les paramètres d'élaborations sont résumés sur le (tableau II.1) et le (tableau II.2).

- Nous avons utilisé un rapport masse bille / masse poudre (R.B.P), sachant que:  
**RBP = (Masse des Billes) / (Masse poudre) (II.1)**



**Figure II.1** : Broyeur planétaire type RETSCH PM400 [35].



**Figure II. 2 :** Les jarres et les billes de broyage appropriés dans le PM400 [36].

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, 12, 24,36, 48, 60h
Taille moyenne des particules de la poudre de Titane de départ ( $\mu\text{m}$ )	99.5 $\mu\text{m}$
Taille moyenne des particules de la poudre d'Aluminium de départ ( $\mu\text{m}$ )	80 $\mu\text{m}$
Taille moyenne des particules de la poudre de Vanadium de départ ( $\mu\text{m}$ )	99 $\mu\text{m}$
Masse totale de poudre utilisée dans une jarre (g)	16g
Rapport de masse billes-poudre	12/1

**Tableau II.1 :** Les paramètres d'élaborations des alliages TiAlV

Jarres et billes	Acier chromé
Nombres des billes	08
Atmosphère de travail	Argon
Masse billes / poudre	25/1
Vitesse de broyage (tr/mn)	300tr /mn
Temps de broyages (h)	0, 12, 24, 48, 60h

**Tableau II.2 :** Les paramètres d'élaborations des alliages TiAl

### II.2.2. Les paramètres du broyage :

Les poudres de départ et celles obtenues après broyage dépend de nombreux paramètres :

- **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.
- **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 1/220 [37]. 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.
- **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.
- **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).
- **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 20 minute pour une pause de 10 minutes. [38].

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

### **II.2.3. Principe de fonctionnement du broyeur:**

Le broyeur planétaire PM 400 est équipé d'une roue qui tourne avec une vitesse angulaire  $\Omega$  sur laquelle quatre récipients de broyage tournent autour de leurs axes symétriques (Figure II.1), avec une vitesse  $\omega$  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.

Les forces centrifuges résultantes de ces mouvements agissent sur le contenu des jarres en produisant des chocs et des frottements de billes sur les parois des jarres. Ce procédé est particulièrement efficace, il permet d'obtenir des poudres nanostructurées métastables.

### **II.3. Techniques de caractérisation:**

Les caractérisations structurales et physiques des nanomatériaux réclament à la fois des moyens "classiques" mais aussi des techniques spécifiques adaptées à leurs tailles. Cette partie comprend la description et le principe de fonctionnement du dispositif expérimental des 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 grain

## II.3.1. Caractérisation par microscopie électronique à balayage(MEB) :

### II.3.1.1. Appareillage:

La Figure (II.3) présente une vue d'ensemble de l'appareillage utilisé. Les observations, ainsi que les analyses de composition chimique, ont été réalisées en microscopie électronique à balayage au laboratoire sciences des matériaux, le microscope est un Gemini SEM 300 avec tension d'accélération de 30 kV) à une distance de travail de 15 mm équipé d'un spectromètre à énergie dispersive des rayons X (EDS, CRTI).



**Figure(II.3) :** microscopie électronique à balayage (MEB) [39].

### II.3.1.2. Principe du dispositif:

La Microscopie Électronique à Balayage MEB (ou Scanning Electron Microscopy SEM) est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Elle apporte des informations sur la structure et la texture d'un échantillon mais aussi sur la taille et la forme des grains élémentaires ou agglomérats selon le grossissement choisi. Elle est fondée sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau très fin d'électrons primaires monocinétique qui balaye la surface d'un échantillon où se produisent des interactions électrons-matière dans une zone appelée poire d'interaction détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un électrons. On distingue plusieurs types d'électrons réémis :

**Les électrons secondaires :** sont des électrons initialement sont liés à l'atome et éjectés par absorption d'une partie de l'énergie d'un électron incident. Ces électrons servent en imagerie, pour donner des informations topographiques de la surface de l'échantillon d'une profondeur moins de 10 nm. Ce mode d'électrons permet d'obtenir des images rendant compte du relief de la surface et de renseigner sur la taille des grains et des agglomérats. C'est aussi une très bonne technique pour repérer les défauts présents tels que les porosités ou les fissures même si l'information acquise ne rend pas compte de l'étendue volumique des défauts sous la surface étudiée.

**Les électrons rétrodiffusés :** sont des électrons produits par l'interaction entre les électrons primaires et les noyaux des atomes. Ils ont une énergie élevée et sont réémis dans une zone pouvant atteindre le micromètre de profondeur. Ce mode d'électrons permet d'obtenir des images en (contraste chimique). Les éléments les plus lourds apparaissent plus clairs et les plus légers, plus sombres. Cela permet de repérer la répartition des différentes phases dans les matériaux composites mais on perd l'information sur le relief de la surface. Sauf indication contraire, les micrographes présentés dans ce rapport sont des clichés obtenus en mode électrons rétrodiffusés.

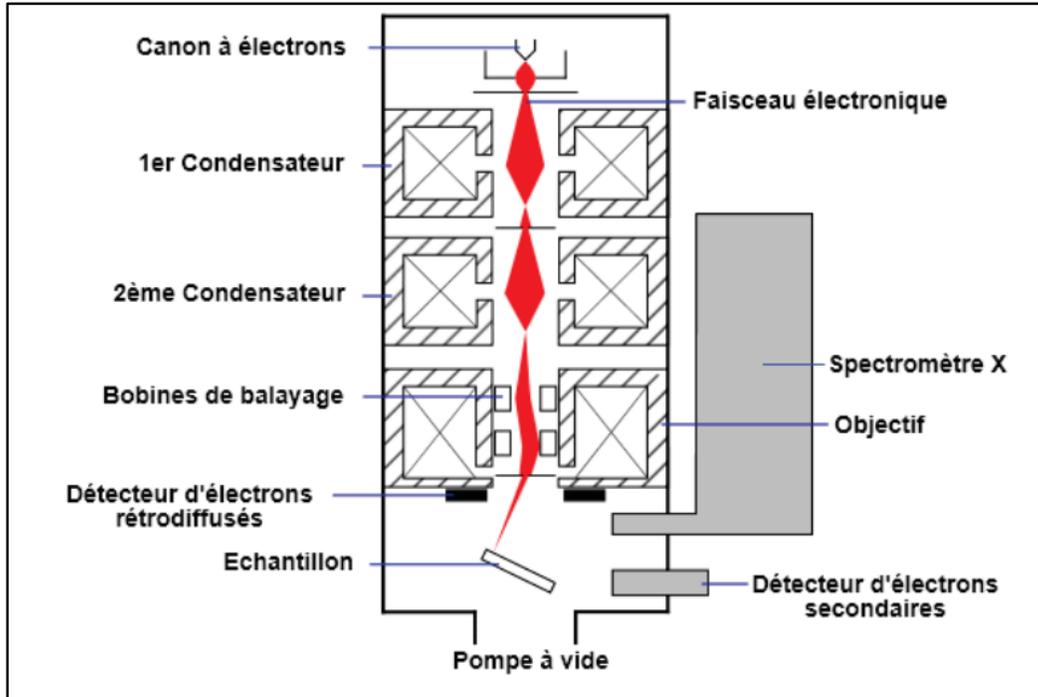
**Les photons X :** émis par dés excitation du cortège électronique des atomes dont un électron de cœur a été attaché sous l'impact électronique. Ce type de rayonnement X, donne des informations chimiques qualitatives et quantitatives de l'atome cible (analyse EDS : Energy Dispersive Spectroscopy). Donc L'analyse par EDS permet de déterminer la composition et de la distribution des éléments chimiques dans l'échantillon analysé. Selon le mode choisi, il est possible d'effectuer une analyse élémentaire en un point précis (sur un volume de 1 à 3  $\mu\text{m}$  environ) ou en moyenne sur une surface, de constituer un profil de concentration sur une distance donnée ou de réaliser la cartographie élémentaire d'une surface. Toutefois, l'analyse quantitative en EDS n'est fiable que pour les éléments lourds, typiquement à partir du sodium Na, et elle peut manquer de fiabilité pour les éléments plus légers.

Si on fait une spectroscopie d'électrons réémis par l'échantillon, la courbe obtenue possède 2 pics:

- 1 pic de faible énergie ( $< 50$  eV) : c'est le pic des électrons secondaires ;
- 1 pic de forte énergie ( $> 50$  eV) : c'est le pic des électrons rétrodiffusés.

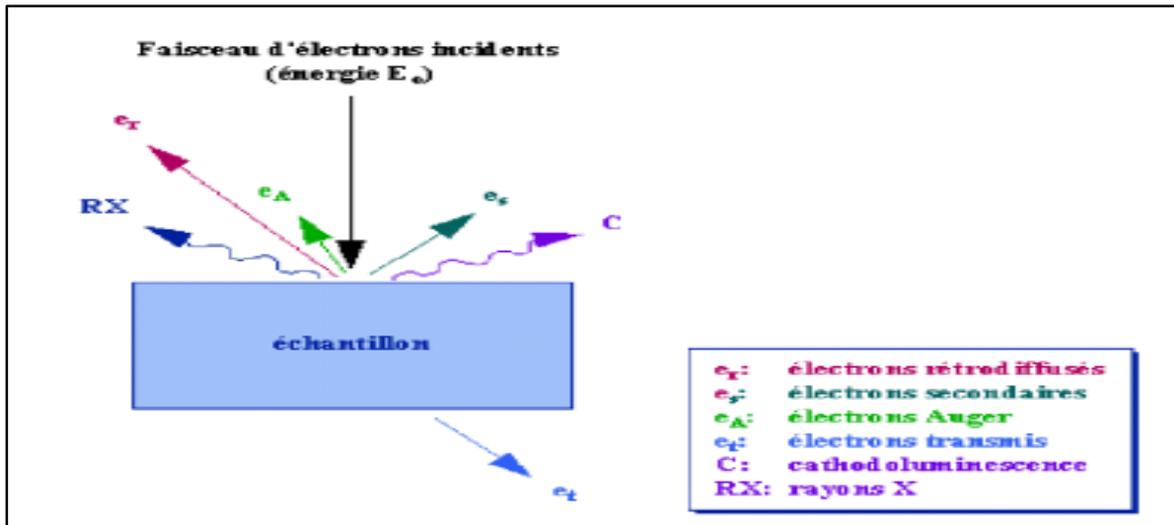
La figure (II.4) illustre le schéma du principe d'un MEB équipé d'un détecteur EDS, une sonde électronique fine (faisceau d'électrons) est projetée sur l'échantillon analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont

accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une image de la zone balayée.



**Figure II.4 :** Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur EDS [40].

La Figure II.5, 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.



**Figure II.5:** Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électron et la surface d'un échantillon [41].

## II.3.2. La diffraction de rayons X (DRX) :

### II.3.2.1. Appareillage :

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées sur un diffractomètre XPERT PRO (Figure (II.6)). Toutes les mesures sont faites avec une anticathode de cobalt (Co) k (de longueur d'onde  $\lambda = 1.78901 \text{ \AA}$  ; différence de potentiel de 40 kV, un courant de 30 mA). L'acquisition des données du diffractogramme se fait entre  $10^\circ < 2\theta < 110^\circ$ , avec un pas de mesure de  $0,02^\circ$  et un temps d'acquisition de 15 s/pas. Les poudres ont été dispersées sur des porte-échantillons en aluminium. 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.



**Figure(II.6) :** Photographie de l'appareil utilisé pour réaliser DRX. [42].

### **II.3.2.2. Principe :**

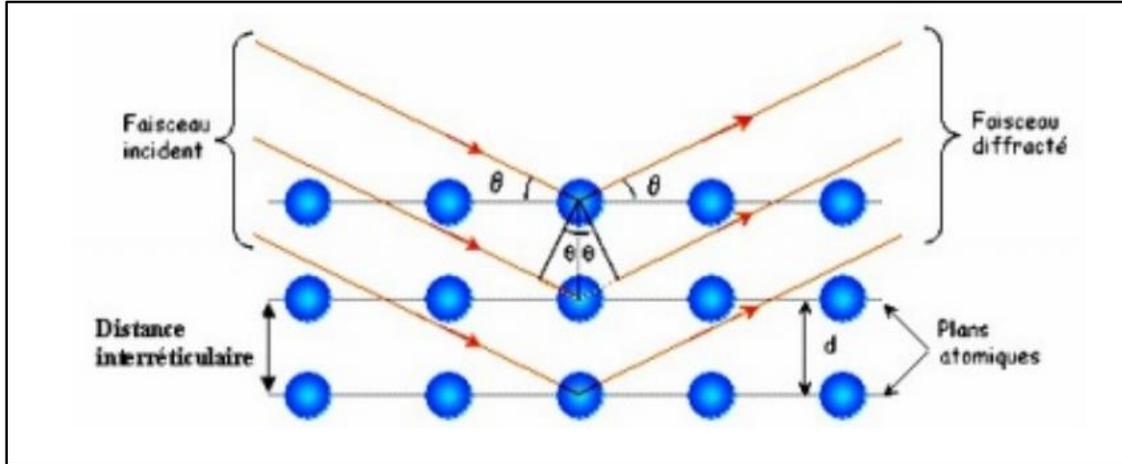
La diffraction de rayons X est une méthode utilisée pour identifier la nature et la structure des matériaux cristallisés. Le phénomène de diffraction résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique, telle que les Rayons X, avec le milieu périodique de la matière cristallisée. La diffraction des Rayons X d'échantillons pulvérulents (dite « diffraction X sur poudre ») est utilisée couramment pour la caractérisation des solides. Le terme poudre signifie simplement que le faisceau X incident est envoyé sur un ensemble de cristallites, orientés aléatoirement, suffisamment nombreux pour que toutes les orientations soient réalisées. Lorsqu'un faisceau parallèle de rayon X monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  (comprise entre  $0.1 \text{ \AA}$  et  $50 \text{ \AA}$ ) est rayonné sur un matériau cristallin avec un angle d'incidence  $\theta$ , les plans atomiques réticulaires (hkl) du cristal, équidistants de  $d_{hkl}$  (distances inter-réticulaire), vont se comporter comme des miroirs parallèles et réfléchir l'onde électromagnétique, induisant un phénomène de diffraction L'intensité diffractée sera non nulle seulement si les contributions des plans successifs sont en phase (interférences constructives), c'est-à-dire si la loi de Bragg est respectée:

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

Avec :  $\lambda$  : La longueur d'onde du faisceau de rayons X,  
 $d_{hkl}$ : La distance inter-réticulaire,  
 $\theta_{hkl}$  : L'angle d'incidence des rayons X,

$n$  : L'ordre de diffraction.

La figure (II.7) illustre le principe de la Loi de Bragg. Lorsque l'angle d'incidence  $\theta$  correspond à un angle de Bragg pour la longueur d'onde fixée, on enregistre un pic de diffraction dont on mesure l'intensité.



**Figure (II.7) :** illustre le principe de la Loi de Bragg [43]

La méthode des poudres fournit une liste des couples  $(\theta, I)$  et, la longueur d'onde étant connue, on peut convertir directement l'angle  $\theta$  en distance inter-réticulaire:

$$d_{hkl} = n\lambda / \sin\theta_{hkl} \quad (\text{II.3})$$

Le diffractogramme de rayons X (diagramme de diffraction) est obtenu à partir des données collectées par un détecteur. Pour chaque échantillon cristallin, les interférences constructives sont observées sous forme de « pics de diffraction ». Une phase cristalline donnée génère des pics de diffraction toujours dans les mêmes directions, constituant une véritable signature qui permet son identification. Les pics de diffraction peuvent ensuite être identifiés en comparant avec les fiches des composés référencés dans la base de données. Ces fiches listent, pour chaque phase, la distance inter réticulaire (calculée à partir de la position  $2\theta$  par la loi de Bragg) et l'intensité relative de chaque pic par rapport au pic le plus intense.

### II.3.2.3. Détermination de la taille des cristallites :

Nous avons évalué dans notre étude 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. par contre, Les particules sont des blocs constitués parfois d'une seule cristallite, mais souvent de plusieurs cristallites, elles sont alors polycristallines.

Nous avons employé la méthode de SCHERRER [43] pour évaluer la taille moyenne des cristallites par la mesure de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction. Cette méthode n'est applicable que pour des cristallites de taille comprise entre 10 et 150 nm et se fait avec une grande précision. Plus la taille des cristallites est petite, plus la largeur à mi-hauteur des raies est grande.

Nous avons:

$$d = \frac{\lambda}{\beta \cdot \cos(\theta)} \cdot \frac{180}{\pi} \quad (\text{II.4})$$

d : la taille moyenne des cristallites;

$\lambda$ : longueur d'ondes des rayons X;

$\beta$ : largeur à mi-hauteur du pic de diffraction corrigée;

$\theta$  : angle de diffraction à ce même pic.

- Soit B la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction considérée. Cette valeur B doit être corrigée par la largeur instrumentale b aux angles considérés suivant la relation :

$$\beta = \sqrt{(B-b) \cdot B^2 - b^2} \quad (\text{II.5})$$

Où b : largeur à mi-hauteur instrumentale détectée avec un échantillon de quartz ;

$\beta$ : largeur à mi-hauteur du pic de diffraction corrigée ;

B : la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction considérée.

Cette méthode permet un classement rapide sur la taille moyenne des cristallites mais ne permet pas d'avoir des informations sur la distribution granulométrique des particules.

#### II.3.2.4. 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  $d_{hkl}$  par la relation suivante :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (\text{II.6})$$

#### II.4. La microdureté :

Il existe une relation bien connue entre la dureté et la taille des cristallites. Il est apparu que la réduction de la taille des grains influe considérablement sur l'évolution des propriétés mécaniques des Nanomatériaux. Dans les nanomatériaux, la fraction des dislocations est très faible par rapport aux joints de grains et joints triples, ainsi que la distance séparant les dislocations est réduite par la réduction de la taille des grains. Ce qui conduit, à une augmentation de la déformation plastique qui correspond au mouvement des dislocations dans le matériau, et une résistance à la déformation plus importante, traduite par une dureté élevée pour les nanomatériaux par rapport à ceux des matériaux massifs. La limite d'élasticité augmente avec la réduction de la taille des grains, elle suit la loi empirique de Hall- Petch :

$$\sigma = \sigma_0 + k \sqrt{D} \quad (\text{II.7})$$

$\sigma$  : limite élastique.

$\sigma_0$  et  $k$  : constantes liées au matériau.

$D$  : Taille des grains.

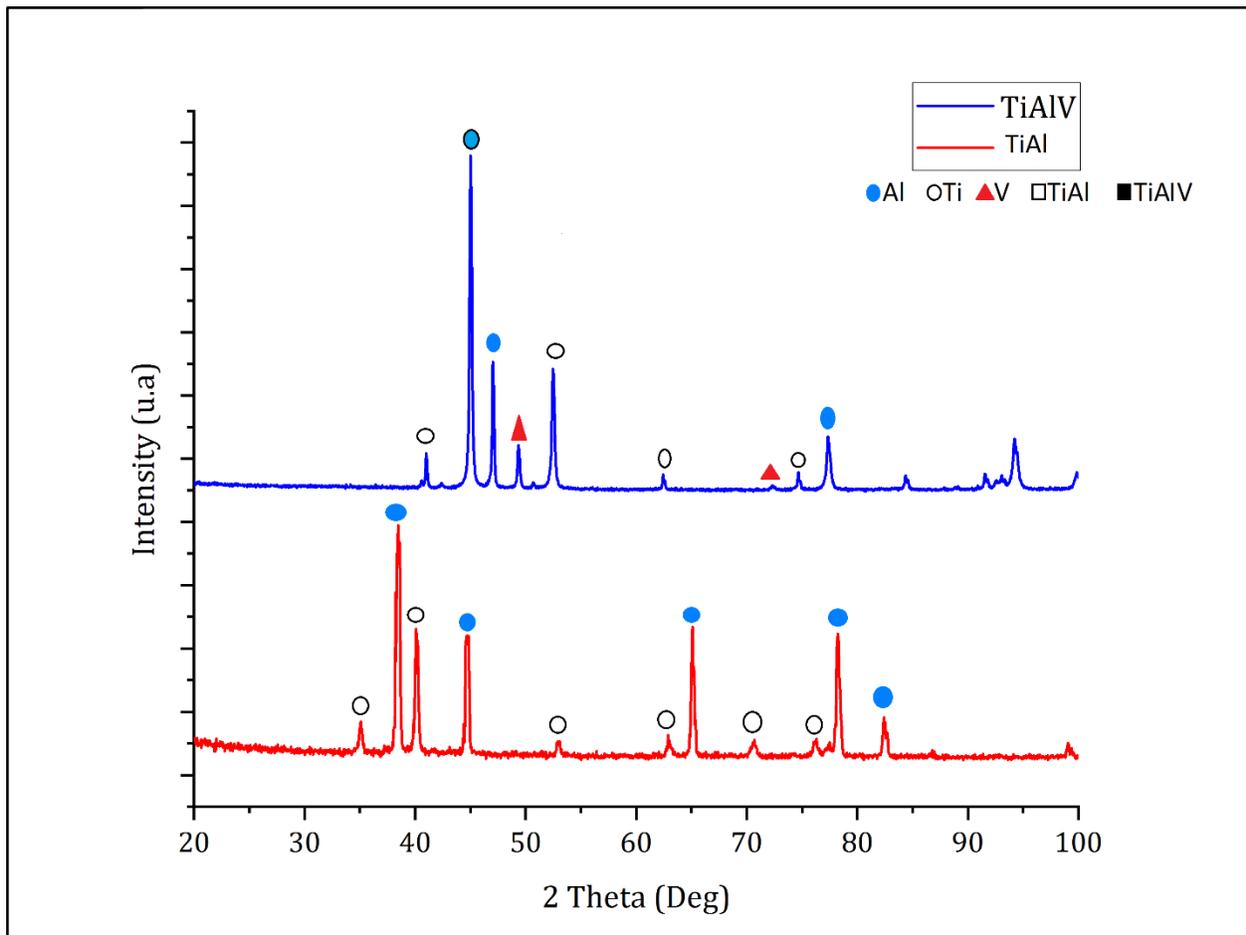
**CHAPITRE III**  
**RESULTAS ET INTERPRITAIONS**

### III.1 Introduction :

Ce chapitre concerne les résultats des caractérisations morphologiques, structurales et microstructurales. Les résultats de ces analyses seront donnés pour les alliages ternaires TiAlV et binaire TiAl (% massique) élaborés par mécanosynthèse.

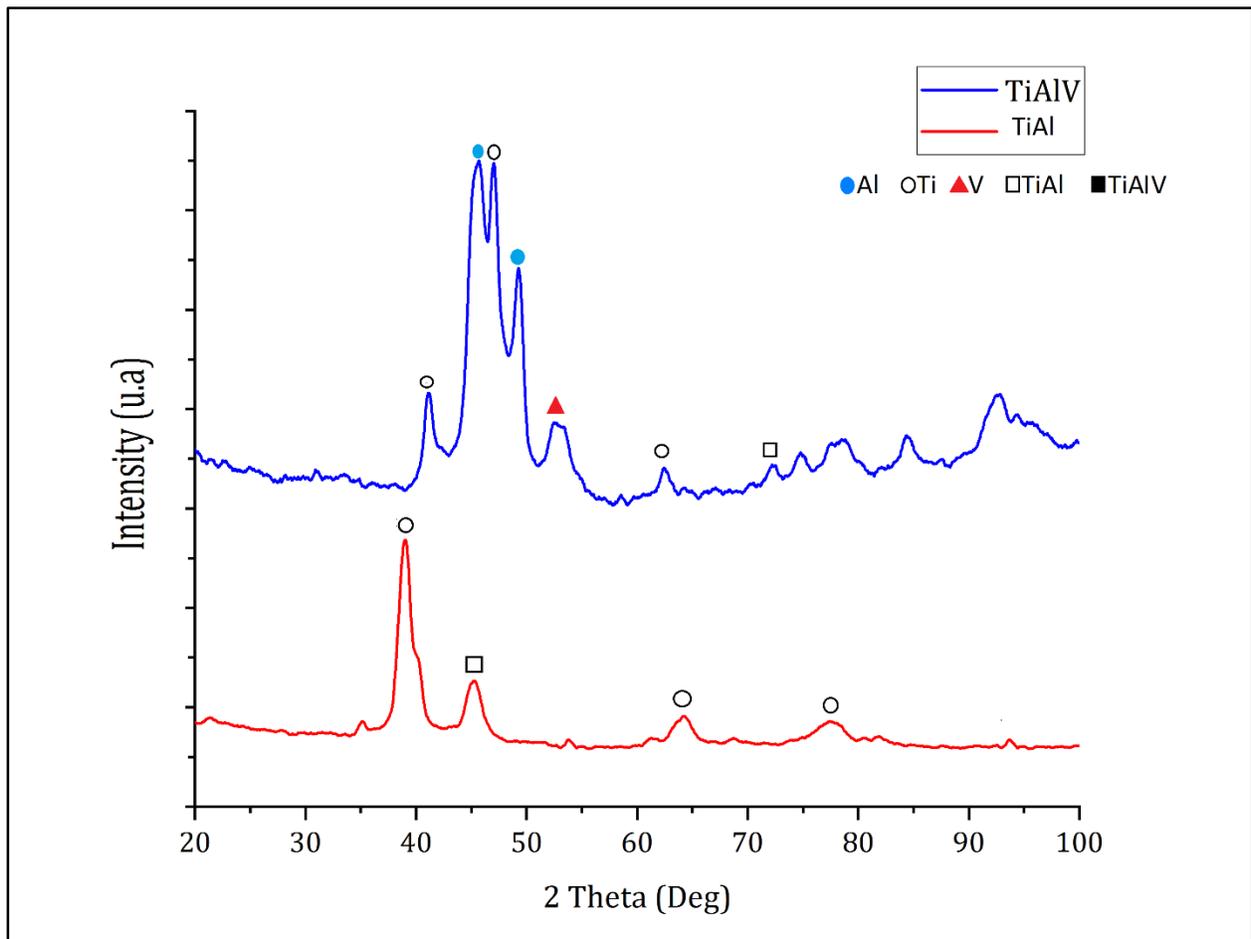
### III.2 Evolution structurale des poudres TiAl et TiAlV durant le broyage :

La formation des alliages TiAl et la poudre TiAlV en fonction du temps de broyage, a été suivie par diffraction des rayons X (DRX). Dans ce mode, il est possible de vérifier la structure de l'alliage et l'évolution des pics pendant le broyage.



**Figure (III.1):** Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 0h de broyage.

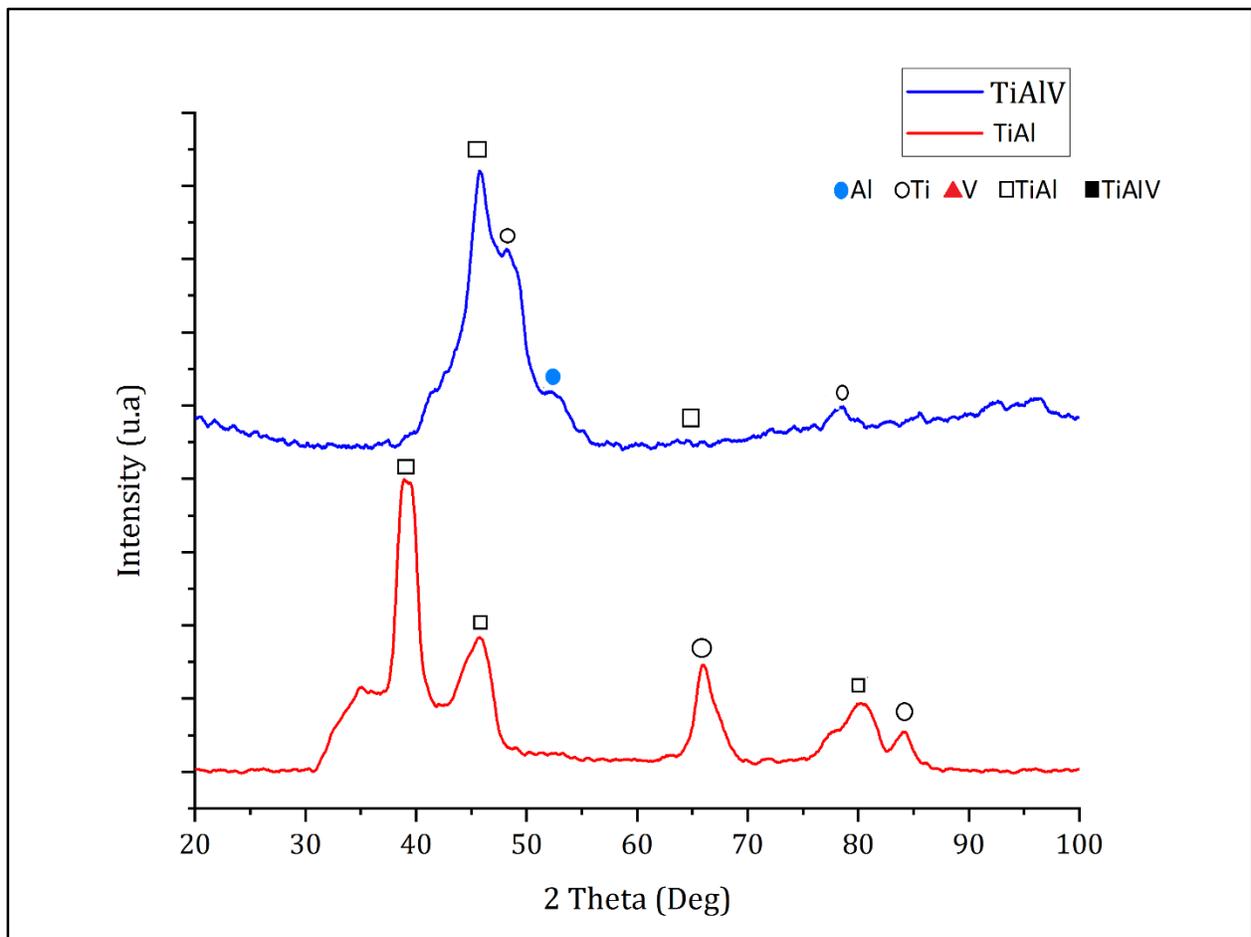
Le spectre relatif à l'échantillon des poudres TiAl non broyées (0 min) révèle la présence de tous les Pics de diffraction de Bragg du titane (Ti) de structure hexagonale compacte (hcp) et de l'aluminium (Al) de structure cubique à faces centrées (cfc). Ceux-ci correspondent parfaitement à ceux du titane et d'aluminium à l'état pur. Pour l'échantillon du mélange de poudres avant broyage mécanique de TiAlV, le diagramme XRD montre l'apparition de tous les pics du Titane, aluminium et Vanadium (V) de structure cubique centré (cc). On remarque ici pour les deux échantillons (TiAl et TiAlV) que le pic le plus intense correspond à l'aluminium (Al).



**Figure (III.2):** Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 12h de broyage.

Après 12 h de broyage, pour l'échantillon des poudres de TiAl, on constate la disparition des pics d'aluminium (Al) car la quantité de l'aluminium répendant dans la phase en présence est

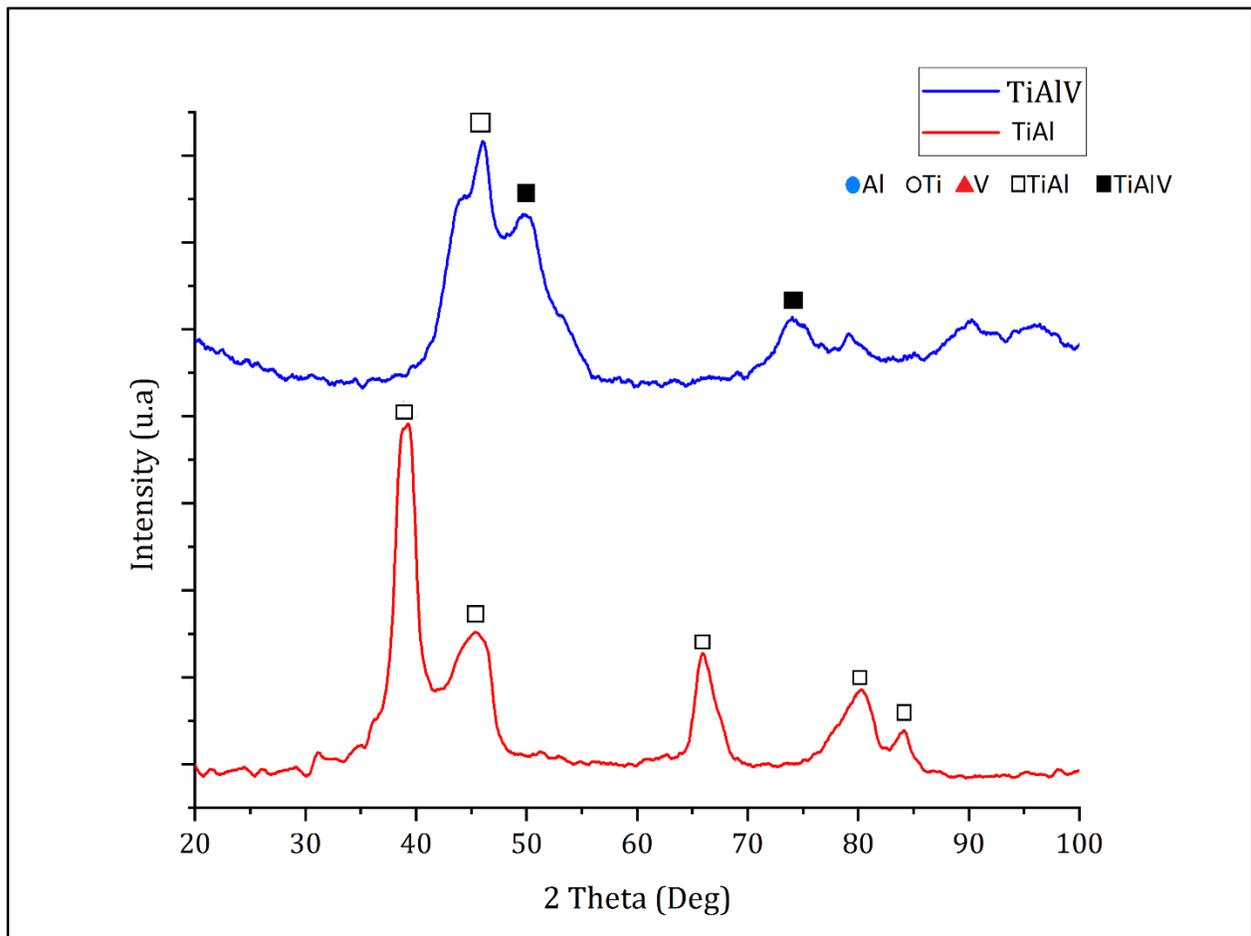
insignifiante, tandis que l'intensité des pics Ti diminue et leur largeur augmente due à la taille cristalline et l'augmentation des tensions dans le réseau cristalline. Ce décalage progressif des pics de Ti vers les petits angles de Bragg est attribué à une mise en solution forcée ou substitution des atomes de l'aluminium dans le réseau à structure hexagonale compacte (hcp) du titane et la formation d'une nouvelle phase TiAl de proportion très faible. Pour l'échantillon des poudres de TiAlV, l'intensité des pics Ti et Al diminue et leurs largeur augmente due à la taille cristalline et l'augmentation des tensions dans le réseau cristalline, c'est la cause du début de la dissolution ou de la substitution des atomes de l'aluminium dans la matrice de titane. Tandis qu'il existe encore du vanadium pur.



**Figure (III.3):** Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 24h de broyage.

Après 24h de broyage, pour l'échantillon des poudres de TiAl, l'intensité des pics de Ti diminue progressivement et les piques de la phase TiAl s'élargissent et se déplacent vers des angles plus

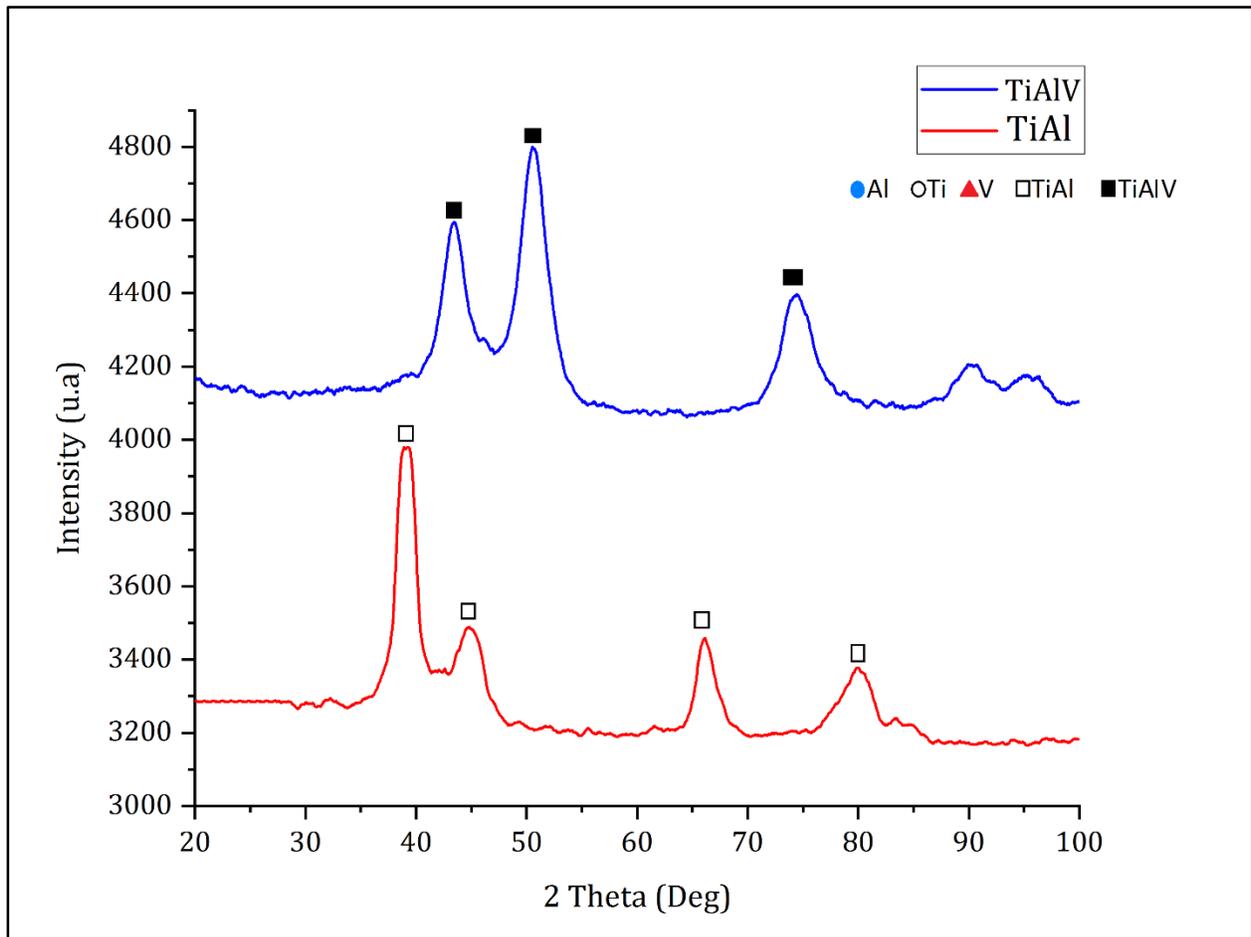
faibles en raison de la diminution de la taille cristallite pendant le broyage ce qui indique une transformation partielle de la phase amorphe. Pour l'échantillon des poudres de TiAlV on constate le déplacement angulaire graduel de ce pic Ti vers un pic plus élevé est principalement attribué à la formation de Ti(Al) solution solide. Tandis que les pics relatifs à la phase Ti (Al) s'élargissent de manière progressive et se déplacent vers les petits angles de diffraction négligemment à la réduction des paramètres de maille en raison du grain compression. La disparition quasi-complète des pics de diffraction de la phase V est aussi enregistrée à ce stade de broyage. On assiste à la formation de nouvelles phases.



**Figure (III.4):** Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 48 h de broyage.

Après 48 h de broyage, pour l'échantillon des poudres de TiAl, seuls les pics correspondants à la phase Ti(Al) sont observés, cela indique que durant le processus de broyage, les phases de départ (titane et aluminium) ont été remplacées par une solution solide désordonnée

complètement amorphe(TiAl) c'est-à-dire une diffusion réussite de l'aluminium. Tandis que Pour l'échantillon des poudres de TiAlV, on constate la disparition des pics diffraction du titane(Ti) et les piques de diffraction de la phase aluminium (Al), c'est la migration des atomes d'Al dans la maille de Ti et le début de formation de nouvelles phases. Tandis que les piques de la phase TiAl s'élargissent de manière progressive et se déplacent vers des angles plus faibles c'est-à-dire une diffusion réussite du vanadium (V) ce qui indique une transformation partielle de la phase amorphe TiAlV.

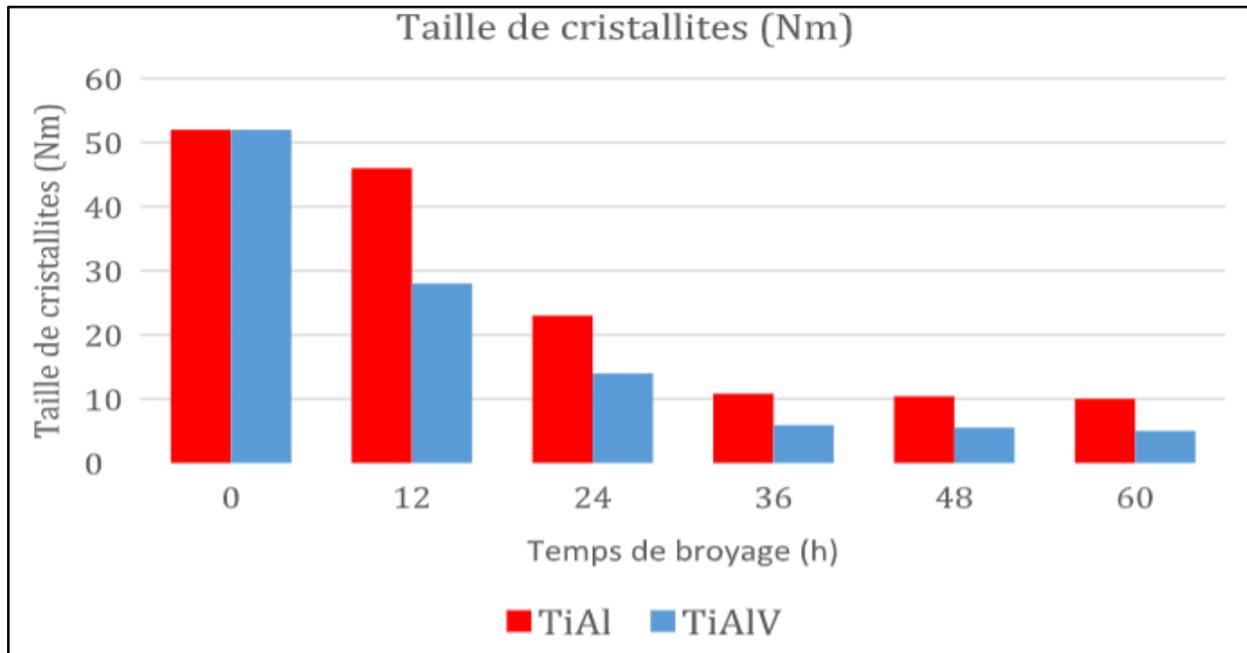


**Figure (III.5):** Diffractogrammes aux rayons-X (DRX) du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV après 60h de broyage.

Après 60 h de broyage, pour l'échantillon des poudres de TiAlV, seuls les pics correspondants à la phase Ti (Al, V) sont observés. La transformation partielle de la phase TiAlV est complètement amorphe. Tandis que Pour l'échantillon des poudres TiAl, la solution solide désordonnée complètement amorphe (TiAl) reste amorphe.

- **L'évolution de la taille des cristallites :**

La figure (III.6) représente l'évolution conjointe de la taille des cristallites en fonction du temps de broyage. Pour l'alliage nanostructuré TiAl, représenté ici en rouge et pour l'alliage TiAlV représenté en bleu à titre de comparaison. Les valeurs représentées sur le graphe ont été calculées par la méthode de SCHERRER par la mesure de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction.



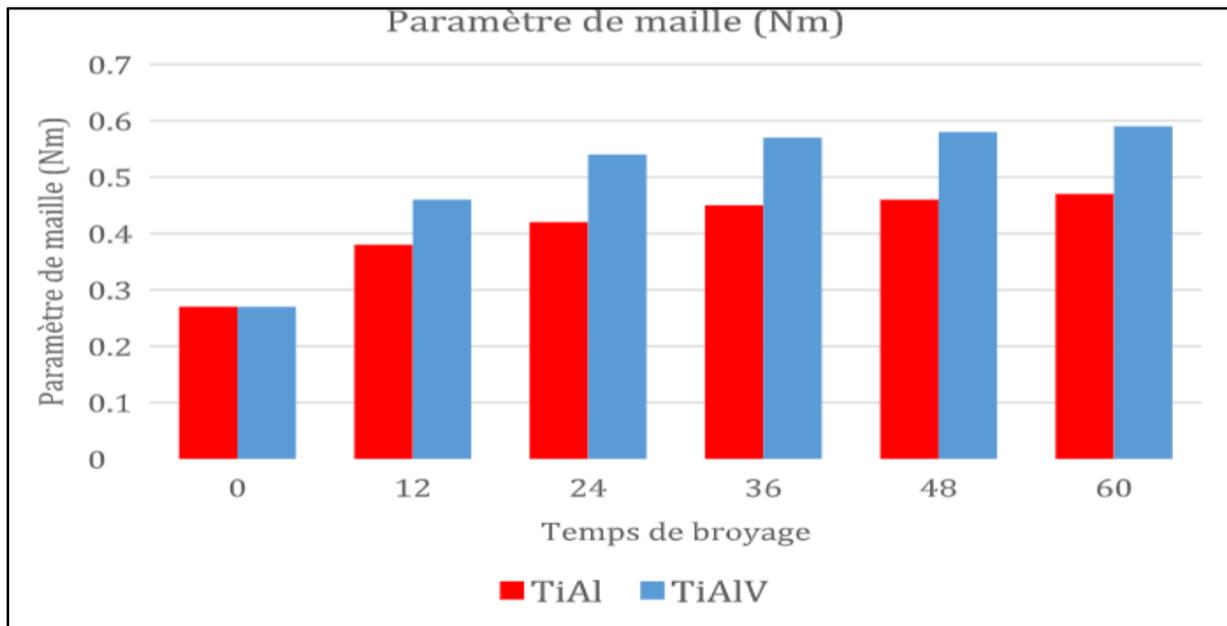
**Figure (III.6):** L'évolution de la taille des grains en fonction du temps de broyage du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV

Il est évident que pour l'échantillon des poudres TiAl l'extension du temps de broyage jusqu'à 60 heures donne une valeur finale de la limite inférieure des tailles des cristallites d'environ 10 Nm. Les paramètres structuraux évoluent très rapidement au cours des 24 premières heures en raison de l'affinement et la fragmentation de la structure cristalline. La taille des cristallites passe de 46.22 Nm après 12 heures de broyage à 23.11 Nm après 24 heures de broyage et tendent pour des temps de broyage plus lents à converger vers des valeurs très proches: 10.82 nm pour 36h heures de broyage et 10.4 nm pour 48h heures de broyage, en raison de la présence et l'augmentation de défauts tels que les dislocations et les joints de grains. Tandis que pour l'échantillon des poudres

TiAlV, dans les premiers heures de broyage, on observe la diminution rapide de la taille des cristalline de 28.13 Nm après seulement 12 heures broyage à 14,17 Nm après 24 heure de broyage. Au fur et à mesure que le temps de broyage augmente, la taille des grains tend vers une valeur constante de l'ordre 5 Nm. On constate que la taille des grains obtenue après 60 h de broyage dans le cas de l'alliage ternaire TiAlV est deux fois plus petite.

- **L'évolution des paramètres de maille :**

La figure (III.7) représente l'évolution de paramètre de maille  $a$  en fonction du temps de broyage. Pour l'alliage nanostructuré TiAl, représenté ici en rouge et pour l'alliage TiAlV représenté en bleu à titre de comparaison. Les valeurs représentées sur le graphe ont été calculées par la mesure du paramètre de maille  $a$  (nm) qui est relié aux indices  $(h, k, l)$  et à la distance inter réticulaire  $d_{hkl}$ .

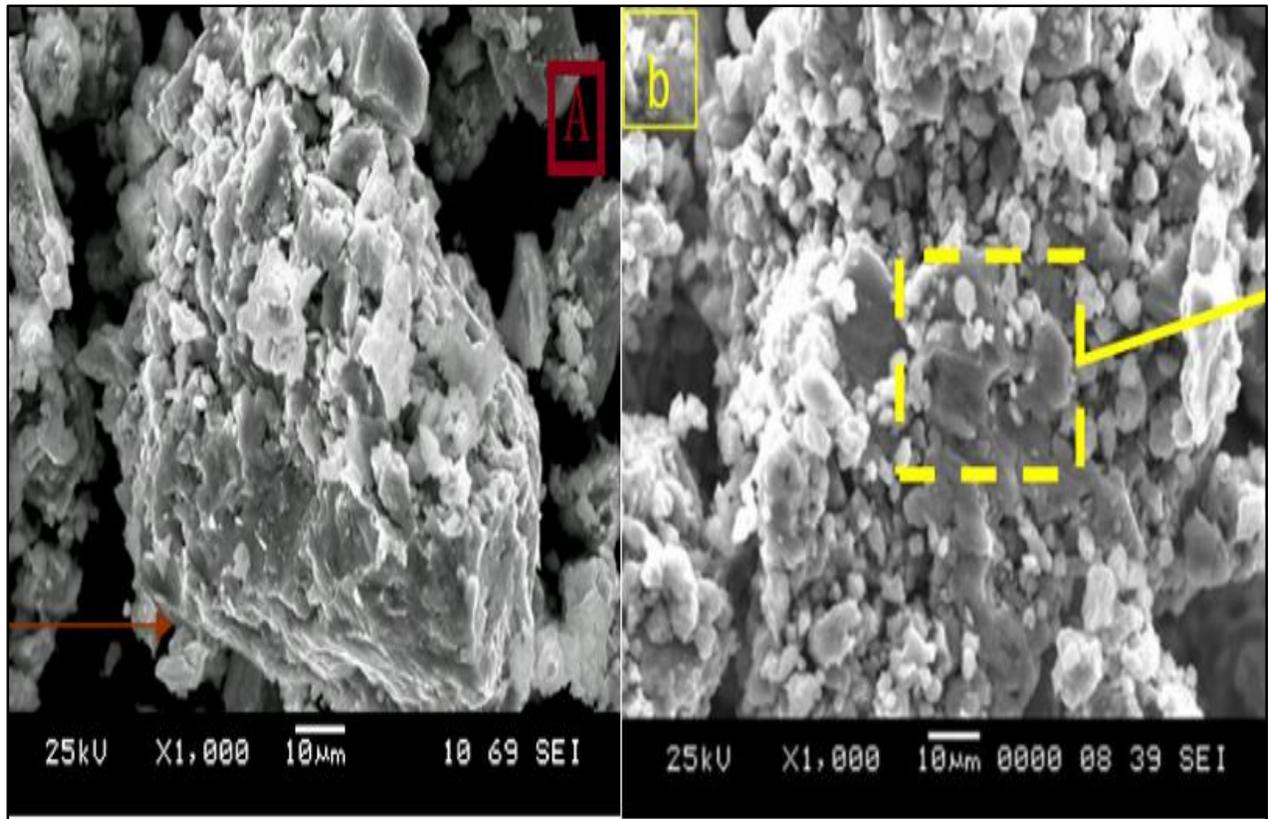


**Figure (III.7):** Variation de paramètre de maille en fonction du temps de broyage du mélange de poudre de TiAl et de poudre de TiAlV

Tout d'abord, on constate l'augmentation du paramètre de maille dans les premières heures de broyage puis semble atteindre une valeur stationnaire pour les deux alliages. Pour l'échantillon des poudres TiAl, La valeur du paramètre de maille augmente de 0.27 nm l'équivalent de 2.7 Å à 0.47 nm pour 0 h à 60 h de broyage respectivement. Tandis que, pour l'échantillon des poudres TiAlV, La valeur du paramètre de maille augmente de 0.27 nm à 0.59 nm. On remarque ainsi que le paramètre de maille de l'alliage TiAlV est nettement supérieure à celle de l'alliage binaire TiAl, C'est en raison des déformations plastiques qui se produisent pendant le broyage. Cette déformation entraîne la formation de défauts tels que les dislocations qui créent des espaces vides dans la maille, ce qui conduit à une croissance de paramètre de maille.

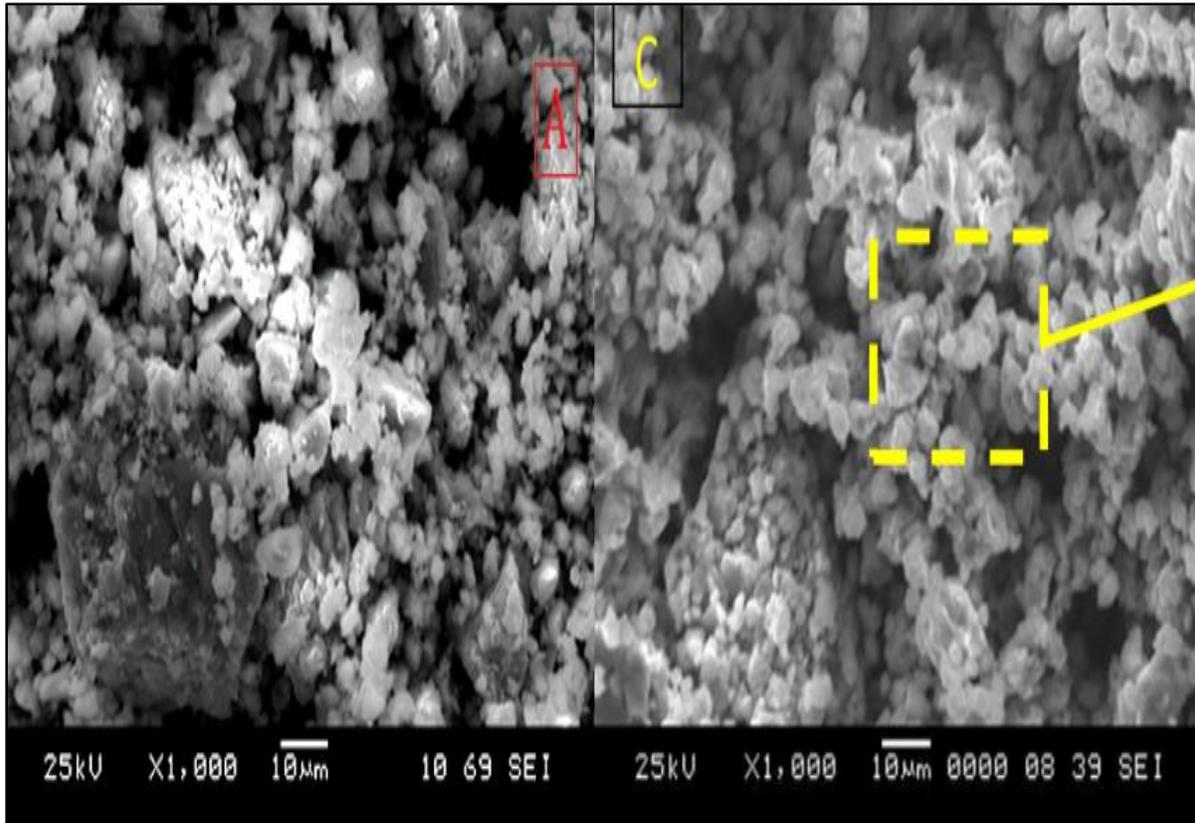
### **III.3 Evolution morphologique de la poudre TiAl et TiAlV durant le broyage :**

Nous nous sommes intéressés à la morphologie et à la distribution de la taille des particules compte tenu de l'impact de ces paramètres sur les performances mécaniques et physiques des matériaux. Les figures (III.8, III.9, III.10) représentent l'évolution de La morphologie des poudres de l'alliage TiAl et l'alliage TiAlV après 12h, 24h et 60h de broyage, elles sont étés observées à l'aide d'une microscopie électronique à balayage(MEB).



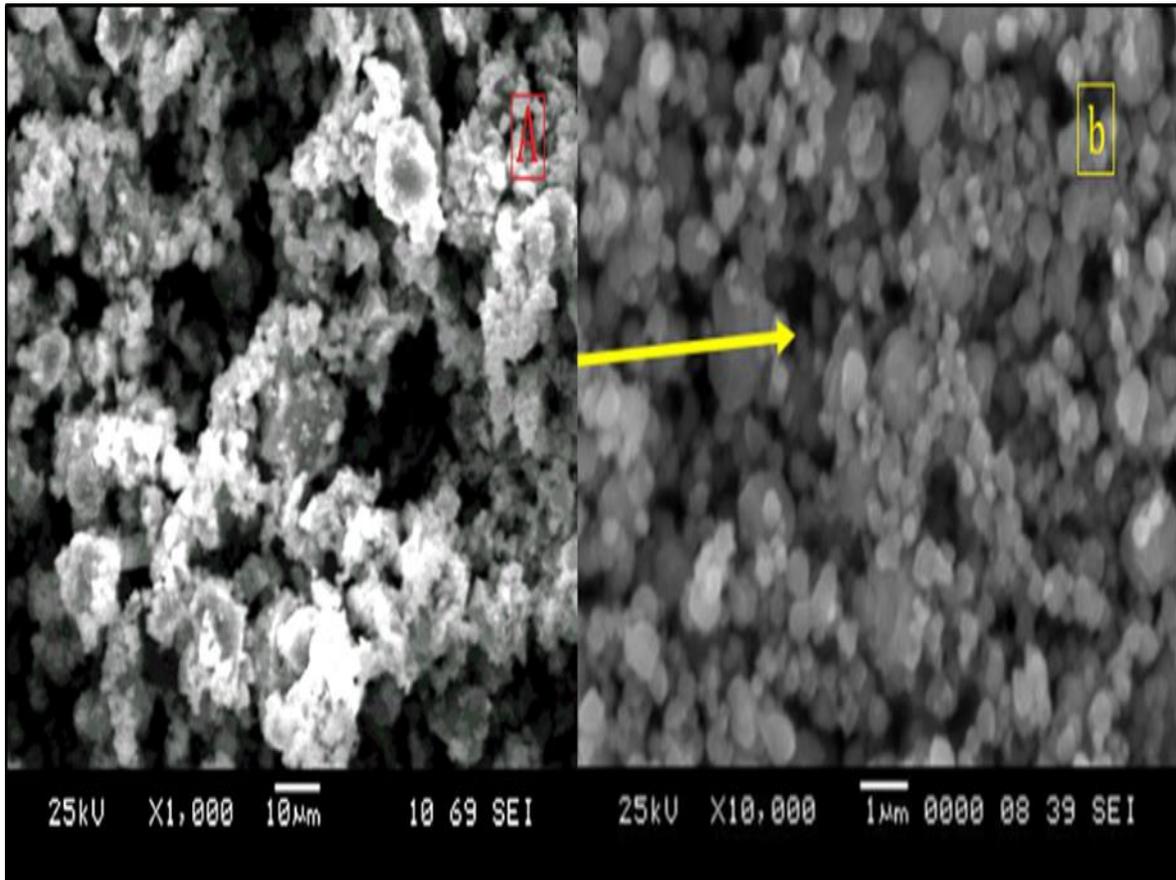
**Figure(III.8):**la microstructure du TiAl et du TiAlV après 12h de broyage

Après 12 h de broyage, Pour l'échantillon des poudres de TiAl représenté par la (figure III.8.A), on constate la formation de nouvelles surfaces créées par le phénomène de fragmentation. On s'aperçoit que la structure est formée d'un agglomérat de petites particules et de plus grandes, formées d'un ou plusieurs grains (cristallites), un changement considérable de la morphologie des particules, certaines particules sont aplatées et déformées car le mélange est ductile, d'autres sont fracturées par la collision des billes avec la poudre. Cette variation de taille est liée aux phénomènes de la mecosynthèse. Tandis que, Pour l'échantillon des poudres de TiAlV (figure III.8.b), nous remarquons une structure formée de particules, ces particules possèdent une forme aplatie, et les grains ont parfois une forme presque sphérique de différentes morphologies de forme moyenne.



**Figure(III.9):**la microstructure du TiAl et du TiAlV après 24h de broyage

Après 24 h de broyage, Pour l'échantillon des poudres de TiAl (figure III.9.A), on constate une légère augmentation de la taille des particules et la formation d'agglomérats de fines particules avec la présence de quelques petits grains de taille plus petite. Avec une distribution plus ou moins homogène. Ceci s'explique par le processus de soudage et de défragmentation répétée de la poudre. Tandis que, pour l'échantillon des poudre de TiAlV représenté par la (figure III.9.C) la taille des particules diminue avec l'augmentation du temps de broyage et tendent vers une forme sphérique.

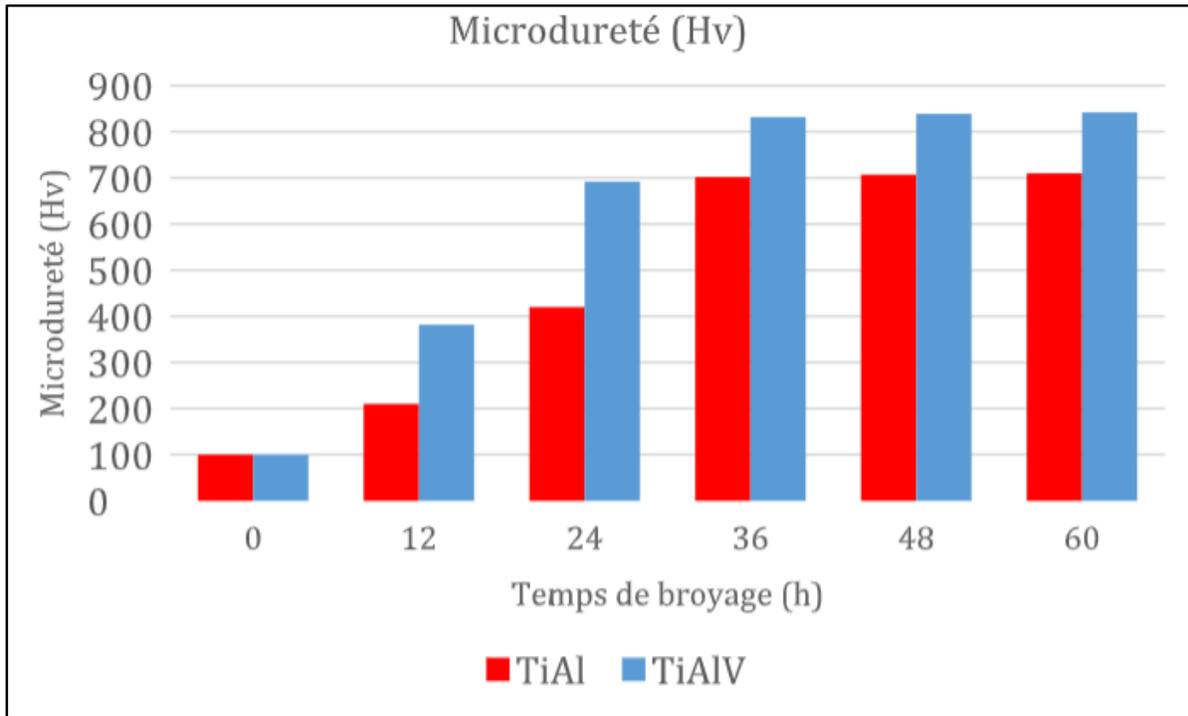


**Figure(III.10):**la microstructure du TiAl et du TiAlV après 60h de broyage.

Après 60h de broyage, Pour l'échantillon des poudres de TiAl (figure III.10.A), on constate la diminution du diamètre moyen des particules avec une distribution homogène, et la plus part des particules ont un aspect identique. A ce stade le processus de soudage et fracture est prononcé. Tandis que, pour l'échantillon des poudres de TiAlV représenté par la (figure III.10.b), On constate la diminution du diamètre moyen des particules et on remarque que la taille des particules observée est plus petite que dans le cas du broyage sans vanadium.

### III.4 La Microdureté :

La figure III.11 représente l'évolution de la microdureté en fonction du temps du broyage, pour l'alliage nanostructuré TiAl, représenté ici en rouge et pour l'alliage TiAlV représenté en bleu à titre de comparaison. Les valeurs représentées sur le graphe ont été calculées selon la loi de Hall-Petch.



**Figure(III.11):** Variation de la microdureté en fonction de la durée de broyage.

On constate une augmentation de la microdureté en fonction du temps jusqu'à 60 heures de broyage pour les deux alliages. Selon la loi de Hall-Petch, cette augmentation est attribuée à la diminution de la taille des cristallites. Comme les cristallites plus petites ont une densité plus élevée de joints de grain. Ces joints de grain gênant les mouvements des dislocations qui correspond à une résistance à la déformation plus importante, traduite par une dureté élevée. On remarque ainsi que la microdureté de l'alliage TiAlV est nettement supérieure à celle de l'alliage binaire TiAl, pour cet alliage binaire la microdureté atteint 710 HV après 60 h de broyage alors que celle du composé ternaire TiAlV est de 842 HV. Finalement l'alliage ternaire TiAlV est plus résistant, sa limite élastique est plus élevée.

## Conclusion Générale

Ce travail avait comme objectifs principaux, la synthèse de composés nanostructurés de type TiAl et TiAlV, par mécanosynthèse et l'étude de quelques transformations de phases sous broyage, pour déterminer les conditions de broyage permettant de stabiliser préférentiellement une phase plutôt qu'une autre. Pour cela, nous avons commencé par définir le concept de nos matériaux en s'appuyant sur une étude bibliographique complète. Cette étude nous a permis d'abord de nous familiariser avec des notions telles que les nanomatériaux, la mécanosynthèse, les cristallites...etc. Puis, de comprendre les différentes phases qui existent à l'équilibre dans l'alliage TiAl. Nous avons montré par cette étude bibliographique l'importance de ces alliages et leurs propriétés exceptionnelles.

Nous avons ensuite choisi la mécanosynthèse comme méthode la mieux adaptée pour obtenir une structure homogène et nanométrique des matériaux. Ainsi, nous avons réussi à synthétiser des matériaux de composition nominale massique TiAl et TiAlV, ayant une microstructure sous forme de particules micrométriques et de grains nanométriques d'alliage de Titane, d'aluminium et de Vanadium, Ces effets ont été dévoilés par des méthodes de caractérisation puissantes comme la microscopie électronique MEB et la diffraction de rayons X.

A partir des résultats de la DRX, nous avons observé que le début de formation des solutions solides a été détecté à des instants bien différents, 12 h pour l'alliage TiAl et 24 h pour l'alliage TiAlV. Les analyses des tailles des cristallites réalisées en fonction du temps de broyage sur les différents échantillons ont révélé une diminution rapide de la taille des cristallites. Dans le cas de l'alliage TiAl, la taille obtenue après 60 h de broyage est de 10 Nm, alors que celle obtenue dans le cas de l'alliage ternaire TiAlV est deux fois plus petite (5 Nm). Il s'est avéré d'après nos études que le Vanadium a une grande influence sur la microstructure des matériaux malgré sa petite quantité. Celui-ci permet une meilleure nanostructuration de la poudre.

Tandis que, L'étude de la morphologie nous a permis de montrer que des phénomènes de fragmentation couplés à des phénomènes d'agglomération apparaissent durant le broyage mécanique. Les particules se fissurent puis se cassent suivant la ligne de fissure pour former dans un premier temps des fragments grossiers puis des fragments de plus en plus petits. L'équilibre

entre fracture et soudage a été atteint à 60 h de broyage. Les performances de microdureté ont été étudiées.

D'autres modifications pourront être faites pour optimiser le matériau. Nous proposons par exemple la variation du taux des éléments dans l'alliage. Particulièrement l'augmentation de la quantité de V. Il serait aussi intéressant d'étudier l'effet de d'autres éléments tel que Bi, C et Si sur les propriétés structurales et magnétiques du composé TiAl. On pourrait également optimiser d'avantage les conditions de broyage en jouant sur la vitesse de rotation du plateau et le rapport billes/poudres. Finalement, l'étude de l'effet de la température sur les différentes phases pourrait être intéressante à exploiter.

## Références Bibliographiques

- [1] Naouam Boudinar, ,, ((élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructurées à base de fer)) “ Thèse De Doctorat. Université Badji Mokhtar Annaba (2011).
- [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] C. Suryanarayana, ,, ((Nanocrystalline materials)) “, International Mater. Reviews, vol. 40, 41-64 (1995).
- [4] S. C. Tjong, H. Chen, ,, ((Nanocrystalline materials and coatings)) “, Mater. Sci. Eng. R 45,

1-88 (2004).

- [5] K. Lu, ,, ((Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties)) “, Mater. Sci. Eng. R 16, 161-221 (1996).
- [6] L. Darozczi, D. L. Beke, G. Posgay, G. F. Zhou and H. Bakker, “((Nanostructured Materials))” , 2, 515 (1993).
- [7] H. Gleiter, “((Nanocrystalline materials))”, Progress Mater. Sci. Vol. 33, 223-315(1989).
- [8] J. M. D. Coey,” ((Whither magnetic materials?)) ” J. Mag. Magn. Mater. 196-197(1999) 1-7.
- [9] 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.
- [10] H. Gleiter, “((Nanocrystalline materials, Progress)),, , Mater. Sci. Vol. 33 (1989) 223-315.
- [11] K. Lu, “((Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nano crystallization structure, and properties))”, Mater. Sci. Eng. R 16 (1996)161- 221.
- [12] S. C. Tjong, H. Chen, ,, ((Nanocrystalline materials and coatings))“, Mater. Sci. Eng. R 45 (2004) 1-88.
- [13] H. Gleiter, ,, ((Nanocrystalline materials)) “, Progress Mater. Sci. Vol. 33 (1989) 223 315.
- [14] M. Sherif El-Eskandarany, ,,((Nanotechnology, Materials Science and Powder Metallurgy, Mechanical Alloying, 2nd Edition))”, Editor William Andrew, (2015).

- [15] D.E. Djoumessi Lekeufack. ‘’ ((Synthèse et fonctionnalisation des nanoparticules d’or pour des applications en optique. Perspective en photocatalyse. PhD thesis)) ,, , Université Claude Bernard Lyon 1, 2010.
- [16] Abdellaoui.M, Thèse de doctorat Paris VI 1994.
- [17] J. Eckert, L. Schultz and K. Urban, ’’((Formation of quasicrystals by mechanical alloying))’’ ,Appl. Phys. Lett. 55 (1989), 117-119.
- [18] 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.
- [19] H. Kimura, ,, (([Process Design for Solid State Amorphization in High-Energy Ball Milling](#))) ‘’, Sol. State Phen. 8-9 (1989), 47-60.
- [20] Abderrahim Guittoum, ,, ((Etude des propriétés structurales, microstructurales et magnétiques des nanoparticules FeNi)) ‘’, thèse de Doctorat, université de Sétif (2008)
- [21] C. C. Koch, ‘’(([Materials synthesis by mechanical alloying](#)))’’, Annu. Rev. Mater.Sci. 19 (1989), 121-143.
- [22] Y. Chen, ’’((Contribution à la physique du procédé de mécanosynthèse))’’, Thèse de l’Université d’Orsay: rapport CEA R-5620 (1992).
- [23] Siegel, R.W., ‘’((Nanostructured materials -mind over matter)) ‘’, Nanostructured Mater, Vol. 3, No. 1–6, (Jan. 1993), Pp. 1–18.
- [24] Dominique Ottelo, Technologie des métaux et alliages particulièrement en aéronautique, <http://aviatechno.net/>, consulté le : 12/05/2023

- [25] [https://www.researchgate.net/figure/exemples-dutilisation-dalliages-daluminium-en-aeronautique-Intro\\_fig1\\_30513745](https://www.researchgate.net/figure/exemples-dutilisation-dalliages-daluminium-en-aeronautique-Intro_fig1_30513745), consulte le : 13/05/2023
- [26] <https://lkalloy.com/fr/application-of-titanium-alloy-in-aviation-industry>, consulté le : 12/05/2023
- [27] <https://periodic-table.com/vanadium/>, consulté le : 14/05/2023
- [28] <https://docplayer.fr/36455495-Titane-et-alliages-de-titane-utilisation-au-sein-d-airbus-group.html>, consulté le : 24/05/2023
- [29] Jurner, C, D, “((Acta Metall))”. Mater, 37 (1989), pp. 2635.
- [30] Murray J.L. In: Binary Alloy Phase Diagram, Ed. T.B. Massalski. Soc. Metals, Metals Park, Ohio, 1986, p173.
- [31] <https://euon.echa.europa.eu/fr/general-information>, consulté le : 24/05/2023
- [32] M. ““ ((Étude Des Propriétés Structurales et Modélisations de poudres Nanostructurées de Fer obtenues par broyage mécanique)) ””, thèse De doctorat, Université Du Maine, (2004).
- [33] JHHH
- [34] KJKJK
- [35] S. Mimouche, Z. Djemili, « Corrélation entre la microstructure et les propriétés magnétiques de L’alliage Fe<sub>45</sub>Co<sub>20</sub>Ni<sub>35</sub> nanostructuré », PFE, USTHB, Chapitre1, p8 (2006).
- [36] <https://www.retsch.fr/fr/produits/broyer/broyeurs-a-billes/broyeurs-planetaires-billes-pm-400/>, consulté le : 25/05/2023
- [37] A. Chebli, thèse de doctorat, université de Badji Mokhtar Annaba
- [38] C.Suryanarayana « ((Mechanical alloying and milling )) », Marcel Dekker, 2004
- [39] Xong Goo Yoo, Seang Cho Yu, Won Taekim, “((materials sciences and engineer)) “A304-

306 (2001), pp 928-931.

[40] Professeur Marie-Paule BASSEZ Julien Bortoluzzi, Benjamin Malatrait, Ludovic Ribstein, ((Les microscopes électroniques)), projet tutoré 2ème année DUT Chimie France (2011-2012)

[41] 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.

[42] F. Brisset, ‘’ ((Microscopie électronique à balayage et Microanalyses)) ’’, EDP Sciences (2008).

[43] Hamdaoui Karim-Ahmed, “((Travail de recherche documentaire–MI Rayons X Haute))  
,, “Ecole spécialisée de suisse occidentale” (2009).

[44] N. Gascoin, P. Gillard, G. Baudry, „Characterisation of Oxidised Aluminum Powder: Validation of a new Anodic Oxidation Bench”, J. Hazard. Mater, vol. 171, pp. 348–357, 2009.