

UNIVERSITE SAAD DAHLAB - BLIDA

Faculté des Sciences de l'Ingénieur

Département de Génie Mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Sciences des matériaux

Thème

ELABORATION D'UN ALLIAGE FER – ALUMINIUM ET ETUDE DE
L'INFLUENCE DES ELEMENTS D'ADDITION SUR SES PROPRIETES
PHYSIQUES ET MECANIQUES

Par

Nadia METIDJI

Devant le jury composé de

M ^r M. HADJI	Professeur, U.S.D. Blida	Président
M ^r S. BOUTARFAIA	Maître de recherche COMUNA/CRND, Alger	Examineur
M ^r D. SAIDI	Maître de recherche COMUNA/CRND, Alger	Examineur
M ^r T. SAHRAOUI	Maître de Conférence, U.S.D. Blida	Examineur
M ^r N. Bacha	Professeur, U. S.D. Blida	Rapporteur

Blida, Mai 2007

RESUME

Les alliages intermétalliques **FeAl** possèdent des avantages particuliers : matière première moins coûteuse, faible densité, excellente résistance à la corrosion même en milieu agressif, ces avantages cumulés en font des matériaux de choix pour un éventuel remplacement des superalliages. Cependant, ces alliages possèdent une fragilité excessive et une mauvaise tenue au fluage. Afin de pallier à ces inconvénients, nous nous proposons d'élaborer un nouveau alliage intermétallique.

Dans ce travail nous avons élaboré dans un four à arc des alliages intermétallique à base de l'alliage FeAl40 avec un ajout des éléments d'addition tel que le (Ni,B,Mo) pour diminuer la fragilité et améliorer l'allongement à la rupture. Les microstructures des alliages élaborés ont été examinées par microscope électronique à balayage (MEB) et microscope optique. La diffraction de rayon X et analyse thermique différentielle (ATD) ont été effectués pour identifier les différentes phases cristallines obtenues dans le matériau. La tenue à l'usure par abrasion des alliages élaborés a été évaluée à l'aide d'une machine de type pion sur disque.

L'alliage FeAl40 élaboré par un ajout combiné de nickel /bore a présenté une diminution de la dureté par rapport à l'alliage binaire (FeAl40), par contre l'addition combinée de nickel/molybdène/bore et nickel conduit à un durcissement à basse température et une bonne tenue à l'usure.

ABSTRACT

The intermetallic **FeAl** alloys have particular advantages: inexpensive raw material, low density, excellent corrosion resistance. These cumulated advantages make them good materials for a possible replacement of the superalloys, However these alloys have an excessive brittleness and a weak creep resistance.

In this work, we prepared in an intermetallic light-arc furnace of alloys containing the FeAl₄₀ alloy with an addition of the elements such as (Ni,B,Mo) for decreases brittleness and to improve elongation at fracture. The microstructures of elaborated alloys were examined by scanning electron microscope and optical microscope. The X-Rays diffraction and thermal differential analyzes (ATD) were carried out for identifies different the crystalline phases obtained in the alloys. Wear behaviour was evaluated with pion on disc machine.

The FeAl₄₀ alloys allied with nickel /bore presents a reduction in hardness compared to binary alloy (FeAl₄₀). Addition of combined nickel/molybdenum/boron and nickel led to hardening at low temperatures with good behaviour to wear.

ملخص

تتميز الخلائط شبه المعدنية FeAl بخصائص جد مهمة : رخص المواد الأولية, قلة الكثافة, وكذا مقاومة ممتازة ضد التآكل مما جعلها تحل محل الخلائط الممتازة بقاعدة الألمنيوم و على الرغم من هذه الخصائص كلها إلا أن الخلائط شبه المعدنية FeAl تمتاز بصلادة مرتفعة و سرعة الانكسار عند التمدد.

في هذا العمل قمنا بتحضير خليط شبه معدني حديد الألمنيوم FeAl 40 بواسطة فرن قطبي, وأضفنا إلى هذا الخليط العناصر التالية (Ni,B,Mo) حتى تعمل على التخفيف من صلابته و سرعة انكساره عند التمدد. لدراسة بنيته المجهرية استعملنا المجهر الضوئي و الإلكتروني و كذا الأشعة السينية و التحليل الحراري التفاضلي مع تقييم للبلي بجهاز الإتلاف بيدق قرص.

النتائج المتحصل عليها من خلال دراستنا هذه هي كالآتي :

في حالة ما إذا أضفنا إلى الخليط FeAl 40 العناصر التالية B/Ni فإننا نلاحظ نقص في صلابته, أما في حالة ما إذا أضفنا إليه العناصر التالية Ni/Mo/B و Ni فإننا نلاحظ زيادة في صلابته وخاصة في درجات الحرارة المنخفضة و قوة تحمل لعملية الحت.

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail à :

Mes parents pour leur encouragement durant mon cycle d'étude.

Mes frères : Marouane et Omar.

Mes sœurs : Hamida, Sihem, Malika et Sanaa.

Et à ma meilleure amie BADAOUI Ouassila

REMERCIEMENTS

Je tiens en premier lieu à exprimer toute ma reconnaissance à mon promoteur le professeur Monsieur Nacer Eddine BACHA, pour m'avoir offert l'opportunité de concrétiser ce mémoire et pour m'avoir prodigué les précieux conseils et judicieuses suggestions. Ses idées fécondes et brillantes ont été un élément essentiel à l'aboutissement de cette étude.

Je tiens à remercier Monsieur Slimane BOUTARFAIA, maître de recherche au COMENA/CRND. Alger, qui a bien voulu diriger la partie expérimentale de ce travail trouve ici l'assurance de ma profonde gratitude pour l'assistance précieuse qu'il m'a apporté tout au long de ce travail.

Je tiens à exprimer ma profonde ma reconnaissance à Monsieur le professeur Mohamed HADJI, qu'il trouve ici l'expression de ma très vive gratitude pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury.

Je prie Monsieur, Djamel SAIDI, maître de recherche au COMENA/ CRND.Alger d'accepter mes sentiments respectueux et reconnaissants pour avoir bien voulu faire partie du jury.

Je ne n'oublie pas Monsieur, Tahar SAHRAOUI, maître de conférences à l'université de Blida, qui a eu l'amabilité d'accepter d'être membre de jury, qu'il trouve ici l'expression de mes sincères remerciements.

Je remercie aussi mes enseignants qui ont contribué à ma formation durant l'année théorique, sans oublier le personnel administratif du département de mécanique.

A tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de cet humble travail, un grand merci.

TABLE DES MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIERES

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

INTRODUCTION.....	
1. COMPOSES ET ALLIAGES INTERMETALLIQUES.....	13
1.1 Généralité.....	13
1.2 Aluminiure.....	14
1.3 Alliages FeAl.....	15
1.3.1 Alliages FeAl de structure ordonnées B2.....	15
1.3.2 Diagramme d'équilibre de phase et cristallographie.....	17
1.3.3 Intérêt des alliages FeAl.....	18
2. COMPORTEMENT MECANIQUE DE ALLIAGE FeAl (B2).....	19
2.1 Comportement mécanique	19
2.1.1 Fragilité et ductilité.....	19
2.1.1.1 Fragilité inter- et intra-granulaire.....	19
2.2 Effet des éléments d'additions.....	25
2.2.1 Solubilité et effet du bore	25
2.2.2 Conséquences de l'addition de Ni sur propriété mécanique des alliages FeAl..	29
2.2.3 Effet du molybdène sur alliage FeAl	34
2.3 Choix d'alliage FeAl40.....	35

3. ETUDE EXPERIMENTALE.....	37
3.1 Introduction	37
3.2 Elaboration des échantillons.....	37
3.2.1 Description du four à arc.....	37
3.2.2 Procédure de calcul la quantité de la charge.....	38
3.2.3 Elaboration.....	39
3.2.4 Traitement thermique.....	40
3.3 Technique D'analyse et de Caractérisation.....	40
3.3.1 Préparation métallographique.....	40
3.3.2 Analyse thermique différentielle A.T.D.....	40
3.3.3 Microscopie optique.....	42
3.3.4 Microscopie électronique à balayage.....	42
3.3.5 DRX.....	42
3.4 Essai de micro dureté.....	42
3.5 Essai de l'usure	43
4. RESULTAT ET INTERPRETATION	45
4.1 L'alliage FeAl40.....	45
4.2 Elaboration.....	45
4.3 Analyse thermique différentielle (A.T.D).....	46
4.4 Analyse diffractométrique.....	49
4.5 Analyse Microstructurale.....	52
4.6 Microdureté.....	62
4.7 Essais d'usures.....	62

CONCLUSION

APPENDICE NOMENCLATURE

REFERENCES

LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX

Figure 1.1	Rigidité spécifique de l'alliage FeAl40 comparée à celles l'autre matériau	14
Figure 1.2	Structure cristallographique B2 de FeAl	16
Figure 1.3	Diagramme d'équilibre de phase Fe-Al	17
Figure 2.1	Allongement à la rupture en fonction de la température, pour différentes vitesses de traction	20
Figure 2.2	Modification du mode de rupture après ajout de bore, faciès de rupture de deux alliages, a) FeAl à 300K, b) FeAl à 640K, c) FeAlB à 300K et d) FeAlB à 640K.	26
Figure 2.3	Evolution de l'allongement en traction avec la vitesse de déformation, à température ambiante dans l'oxygène pour des alliages FeAlC et FeAlBC recuits	28
Figure 2.4	Effet du bore sur l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température	29
Figure 2.5	Evolution, à température ambiante, de Modules d'Young et de cisaillement en fonction de numéro atomiques	32
Figure 2.6	Paramètre de maille d'alliages FeAl45 dont la teneur en nickel varie de 0 à 10 % at, après Etablissement de l'équilibre à 773 et 973 K	33
Figure 2.7	Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante en fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout	33
Figure 2.8	Effet du molybdène sur l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température.	34
Figure 2.9	Effet de molybdène sur l'évolution de la limite d'élasticité pour l'alliage Fe-Al C, H : respectivement non spécifié, alliage coulé, alliage soumis à un traitement thermique	35
Figure 3.1	Four à arc	38
Figure 3.2	L'appareil de L'A.T.D	41
Figure 3.3	Micro duromètre PRESSI	43

Figure 3.4	Machine d'usure conçue au LTSM	44
Figure 3.5	Echantillon réalisé pour l'essai d'usure	44
Figure 4.1	Analyse thermique différentielle (A.T.D) de l'alliage FeAl40	47
Figure 4.2	Analyse thermique différentielle (A.T.D) de l'alliage FeAl40NiB	48
Figure 4.3	Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40	50
Figure 4.4	Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40Ni	50
Figure 4.5	Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40NiB	51
Figure 4.6	Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40NiMoB	51
Figure 4.7	Microstructure d'un alliage FeAl40 (Ech n° 01)	52
Figure 4.8	Photo MEB de L'alliage FeAl40 (Ech n° 02)	53
Figure 4.9	L'analyse SDE de L'alliage FeAl40 dans la phase FeAl (2)	53
Figure 4.10	L'analyse SDE de L'alliage FeAl40 dans la phase FeAl (1)	54
Figure 4.11	L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40 au joint de grain	54
Figure 4.12	Microstructure d'un alliage FeAl40Ni (Ech n° 02)	55
Figure 4.13	Photo MEB de L'alliage FeAl40Ni	56
Figure 4.14	L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40Ni (phase gris claire)	56
Figure 4.15	L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40Ni (phase gris foncé)	57
Figure 4.16	Microstructure d'un alliage FeAl40NiB (Ech n° 03)	58
Figure 4.17	Photo MEB de L'alliage FeAl40NiB	58
Figure 4.18	Photo MEB de L'alliage FeAl40NiB au joint de grain	59
Figure 4.19	Microstructure d'un alliage FeAl40NiMoB (Ech n° 04)	59
Figure 4.20	Photo MEB de L'alliage FeAl40NiMoB (Ech n° 04)	60
Figure 4.21	L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40NiMoB au joint de grain (précipité noir)	61
Figure 4.22	L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40NiMoB au joint de grain (précipité blanc)	61
Figure 4.23	Usure des différents échantillons élaborés	64

Tableau 2.1	Allongement à la rupture en fonction de l'environnement d'essai. Les essais Sont effectués à des vitesses de déformation de $3,3 \cdot 10^{-3}$ et $3,4 \cdot 10^{-4}$ s ⁻¹ , Pour respectivement	21
-------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	----

Tableau 2.2	Mode de rupture d'alliage FeAl purs en fonction de la composition, des conditions d'essai et des procédés d'élaboration	24
Tableau 2.3	Energie des sites préférés pour des impuretés dans FeAl.	30
Tableau 2.4	Temps caractéristiques pour l'élimination des lacunes thermiques (h)	31
Tableau 2.5	Propriétés physique et mécaniques de l'alliage FeAl40	36
Tableau 3.1	La composition chimique des alliages élaboré	39
Tableau 4.1	Les caractéristiques physico-chimiques des éléments utilisés comme matière première	46
Tableau 4.2	Résultat d'essais de microdureté	62

INTRODUCTION

En tant que classe de matériaux, les intermétalliques présentent certaines propriétés spécifiques (les caractéristiques mécaniques rapportées à la densité) très intéressantes, notamment pour remplacer les superalliages utilisés en aéronautique dans les applications à hautes températures. Si l'utilité de ces mélanges de deux métaux en une seule phase ordonnée n'est plus à démontrer, leur fabrication et leur maîtrise sont restées purement empiriques jusqu'à la révolution industrielle. De nouvelles solutions métallurgiques ont permis de développer des aciers possédant des propriétés intéressantes dans l'optique de l'allègement des pièces pour véhicules. Il s'agit d'aciers ferriques dérivés d'alliages Fe-Aluminium. Les propriétés étudiées sont la rigidité, la résistance, la ductilité, la formabilité, la masse spécifique et la résistance à la corrosion. Deux domaines d'emploi sont visés pour ces aciers : les pièces automobiles et les pièces de structure, du bâtiment et des ouvrages d'art.

Les résultats obtenus bien qu'encourageant en matière de gain en densité (jusqu'à 10% inférieur aux aciers classiques) ont montré aussi un module d'élasticité un peu abaissé et surtout une grande fragilité. Bien que la résistance à la corrosion soit très bonne, la faible ductilité de ces alliages les rend peu viables pour une application industrielle [1,2,3].

Notre étude consiste à élaborer un alliage **Fe-40% Al** avec un ajout de **Mo**, **B** et **Ni** pour diminuer la fragilité et améliorer l'allongement à la rupture.

La méthodologie appliquée pour le présent travail se divise en quatre chapitres. Le premier chapitre présente les alliages intermétalliques et l'intérêt des alliages **FeAl**. Le comportement mécanique des alliages **FeAl (B2)** et effet des éléments additions (Bore, Nickel, Molybdène) sur l'alliage **FeAl** sont présentés dans le deuxième chapitre.

Le troisième chapitre décrit l'ensemble des opérations suivies pour l'élaboration des alliages FeAl et les techniques expérimentales destinées pour la caractérisation et les essais mécaniques.

Le quatrième chapitre présente l'interprétation des résultats obtenus après chaque étape
En fin une conclusion regroupant les résultats et remarques obtenus.

CHAPITRE 1 COMPOSES ET ALLIAGES INTERMETALLIQUES

1.1 Généralités

Lorsque deux éléments **A** et **B** sont miscible en toutes proportions et forment une solution solide continue pour certains domaines de concentration, il peut se former des surstructures. Les composés **A**, **B**, **AB**, **AB₃** sont des exemples de ces nouvelles phases. Le nom de phases intermédiaires est plutôt réservé à celles qui possèdent une structure différente de celle des métaux de base ou des solutions solides terminales. De façon très restrictive, on parle de composé intermétallique lorsque la phase intermédiaire n'existe qu'à l'état ordonné. D'ailleurs, cet état ordonné peut se maintenir ou non jusqu'à la température de fusion du composé, définissant ainsi une distinction supplémentaire. Ces composés ont un caractère métallique plus ou moins marqué. Leur stabilité dépend de différents facteurs : de valence (ou de concentration électronique), facteur électrochimique (différence d'électronégativité).

Pour préciser les termes, nous parlerons de «composé intermétallique» quand la composition stoechiométrique est atteinte, et de «phase ou alliage intermétallique» s'il agit d'une solution solide sur la base du composé.

Il existe donc une diversité colossale de composés intermétalliques tant par leur nombre que par leur variété (type de phase, cristallographie) et leur champ d'application est par conséquent très vaste.

Possédant des caractéristiques réfractaires intéressantes, ces composés ont souvent une très grande dureté, alliée à une fragilité très marquée. En outre, leur déformation s'accompagne souvent d'un très fort taux d'écrouissage. Les composés intermétalliques ont donc d'abord été principalement utilisés sous forme de particules dispersées dans une matrice métallique (phénomène de précipitation) afin de modifier de façon notable les propriétés de cette matrice. De nombreux alliages sont durcis par précipitation : précipitation des carbures (aciers spéciaux), des composés intermétalliques (alliage légers, aciers à haute performances) [1,2].

1.2 Aluminiures

Cette sous famille des composés intermétalliques correspond à l'ensemble des alliages contenant de l'aluminium. Nous nous focaliserons plus particulièrement ici sur ceux formés d'un métal de transition (**Fe, Co, Ni, Ti**) et aluminium. La présence d'aluminium confère aux aluminiures des propriétés communes intéressantes, à commencer par une bonne tenue à l'oxydation ainsi qu'une excellente résistance à la corrosion et ce même dans les milieux très agressifs [2]. En effet, une couche de passivation adhérente d'alumine (Al_2O_3) se forme à leur surface et leur procure ainsi une protection efficace.

De plus, les aluminiures sont relativement légers avec une densité souvent sous la barre des 6 g/cm^3 ($5,4 \text{ g/cm}^3$ pour le composé **FeAl**) ce qui les place globalement 30% en deçà des matériaux de structures habituellement utilisés (10 g/cm^3 pour le superalliage à base nickel PWA-1484) et leur confère des propriétés spécifiques élevées (figure 1.1).

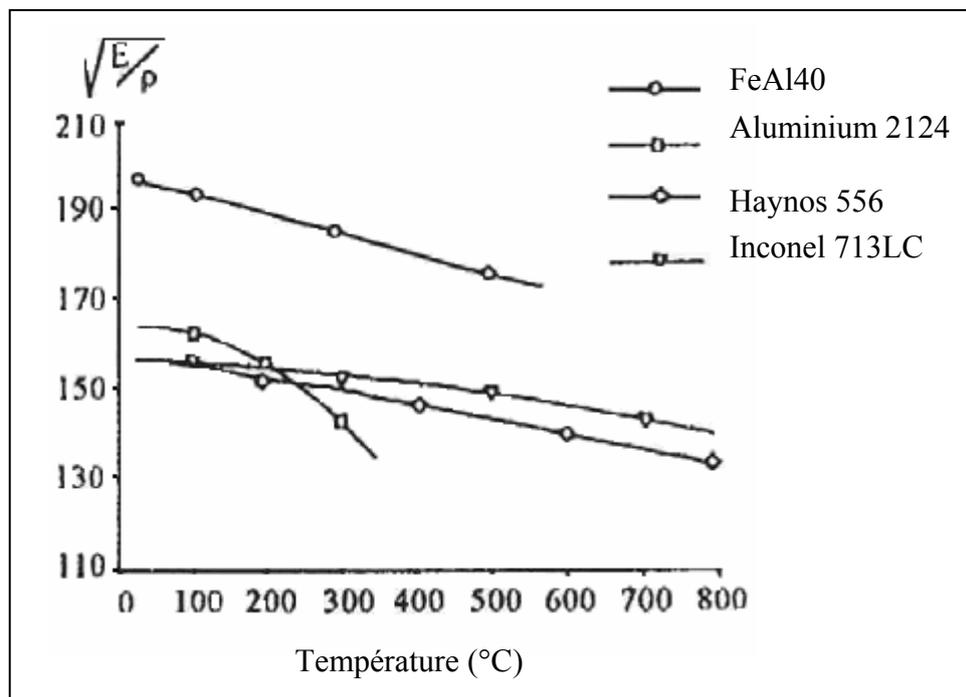


Figure 1.1 : Rigidité spécifique de l'alliage FeAl40 comparée à celles d'autres matériaux [1]

La plupart de ces alliages possèdent en outre la singularité de conserver leurs propriétés mécaniques en température, voire parfois de les augmenter (**TiAl**, **Ni₃Al**, **Fe₃Al**, **FeAl**). Ces avantages cumulés en font des matériaux de choix pour un éventuel remplacement des superalliages, ces derniers présentant des densités élevées et nécessitant des matières premières coûteuses et stratégiques [3].

1.3 Alliages FeAl

Les alliages fer aluminium (**B2**), contiennent généralement entre 34 et 52% at d'aluminium. Ils ont été initiés en 1932 [1,2,3]. En plus des propriétés comme des autres intermétalliques (point de fusion élevé, bonne tenue mécanique jusqu'aux température intermédiaire) les alliages fer aluminium possèdent des avantages particuliers : matières premières moins coûteuses, faible densité, excellentes résistances à la corrosion même en milieu agressif. C'est pour cette dernière caractéristique et pour leur bonne transparence aux neutrons qu'ils ont tout d'abord été abondamment étudiés dans les années 60 [1,4], en vue d'applications dans industrie nucléaire. Dans le cadre de ces premiers travaux d'envergure sur les alliages fer aluminium, les caractérisations systématiques ont permis de faire émerger une composition particulière [5], **FeAl40** ordonné **B2**, comme présentant le meilleur compromis du point de vue des propriétés mécaniques.

Cependant, la fragilité excessive des alliages intermétallique **FeAl** ainsi que leur mauvaise tenue au fluage ont porté un coup d'arrêt aux études qui leur étaient consacrées. Les travaux de recherche sur les alliages **FeAl** furent relancés début au milieu des années 80 lorsque Crimp et Vedula [6] mirent en évidence l'effet bénéfique du dopage de bore sur le comportement à la rupture à température ambiante : d'intergranulaire fragile le mode de rupture après dopage en bore devient intragranulaire par clivage avec un gain effectif d'allongement à la rupture. Si jusque là les études portaient essentiellement, pour les aluminiums, sur des alliages intermétalliques binaires, l'addition d'un troisième élément de transition commença à être envisagée dans les années 90 [1,3]. L'idée d'ajouter des éléments d'addition dans les alliages **FeAl** pour améliorer leur caractéristique relança la recherche.

1.3.1 Alliages FeAl de structure ordonnée B2

Les aluminiums **FeAl**, **NiAl**, **CoAl**, et **PdAl**, entre autres, ont notamment en commun de cristalliser dans un même système cristallographique nommé **B2**, comme le montre la figure 1.2.

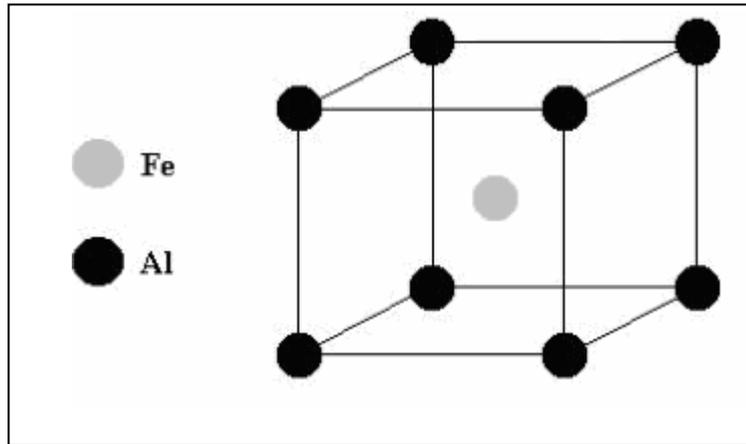


Figure 1.2 : Structure cristallographique B2 de FeAl [5]

Cette structure ordonnée correspond à celle du sel **CsCl**. Elle peut être décrite comme une maille cubique simple avec un motif de deux atomes $(0,0,0)$ et $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$, les atomes du métal de transition occupent l'une de ces positions tandis que les atomes d'aluminium occupent l'autre positions. Ainsi chaque atome de fer a huit atomes de l'aluminium pour premiers voisins et réciproquement. La conséquence de cet arrangement ordonné est un abaissement de la symétrie de la structure cubique centrée à la structure cubique simple [1,7].

Les alliages ordonnés **B2 FeAl** ont fait l'objet de très nombreuses études. Des chapitres spécifiques leur sont consacrés dans l'ouvrage collectif dirigé par Westbrook et Fleischer [8]. En outre, les articles de revue de Baker et Munroe [9] sur **FeAl** et de Noebe *et al* [10]. Nous donnons ici un aperçu de l'état des connaissances en commençant par les faits bien établis que sont le diagramme de phases et la cristallographie de ce composé [1].

1.3.2 Diagrammes d'équilibre des phases et cristallographie

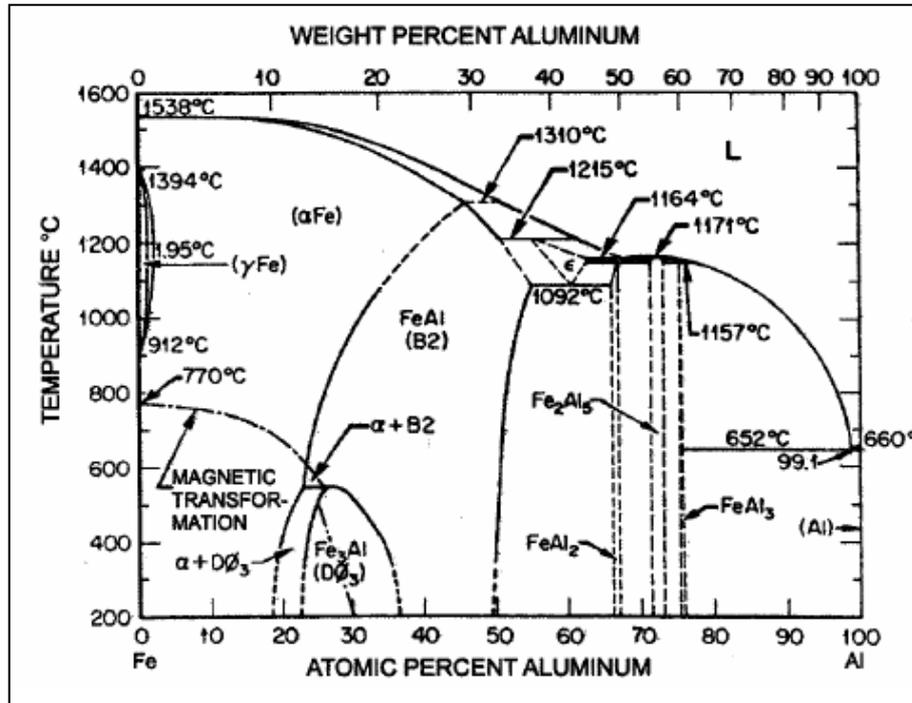


Figure 1.3 : Diagramme d'équilibre de phase FeAl [4]

Les alliages intermétalliques fer-aluminium font donc partie de la famille des aluminures. Le diagramme d'équilibre de phase de l'alliage **FeAl** est présenté sur la figure 1.3. Au cours de cette étude nous nous intéresserons en particulier aux alliages basés sur les composés stoechiométriques **FeAl**, la phase ordonnée **B2** existe dans un large domaine de composition et de température. Elle est comprise, en composition et à température ambiante, entre 34 et 52 % **Al**. On parlera d'alliages *hyperstoéchiométriques* du côté riche en aluminium (**Fe49Al51** par exemple) et d'alliages *hypo-stoéchiométriques* pour les alliages riches en fer (**Fe60Al40** par exemple). Pour **FeAl** la température de fusion augmente lorsque la teneur en fer augmente, de 1330°C pour le composé stoechiométrique elle passe à 1420°C pour l'alliage **FeAl40** [1,4]. Par ailleurs l'alliages à un constante d'élasticité assez fortement anisotropes. En effet le coefficient d'anisotropie $A=2C_{44}/(C_{11}-C_{12})$ est de l'ordre de 3,4. En conséquence de quoi, les modules d'Young et de cisaillement dépendent fortement de la texture cristallographique ainsi que le mentionnent Leamy *et al.* [11] L'orientation dure est $\langle 111 \rangle$, la valeur du paramètre de maille varie assez faiblement ($< 1\%$) avec l'écart à la stoechiométrie : il présente un maximum correspondant à la composition stoechiométrique. Pour FeAl et à partir des données de la littérature Noebe *et al.* [10] donnent la relation :

- a (nm) = 0,299839 - 0,000222*(% Fe), (entre 50 et 60 %Fe)

- a (nm) = 0,2666819 + 0,000438*(% Fe), (45 et 50 %Fe)

1.3.3 Intérêt des alliages FeAl

Contrairement aux autres aluminures, tels que **Ni₃Al**, **TiAl** ou **NiAl**, les alliages **FeAl** présentent l'avantage indéniable d'être composés de métaux non stratégiques : ils sont abondants et peu chers. C'est probablement ce qui a motivé les nombreuses études menées sur ces alliages depuis les années soixante en vue d'application dans le nucléaire, jusqu'à plus récemment pour des applications comme matériaux de structure [1,5], pour l'aéronautique ou l'automobile par exemple.

Les alliages **FeAl** possèdent un point de fusion élevé associé à une bonne tenue mécanique en température, ainsi qu'une faible densité (entre 5.4 g/cm³ et 6.7 g/cm³) et une excellente résistance à la corrosion. Par exemple la vitesse de corrosion de **FeAl** est deux ordres de grandeurs plus faible que pour les alliages à base fer comme le **FeCrAl**. L'alliage de composition **FeAl40**, qui est à la base des matériaux que nous allons étudier, présente un compromis propriétés mécaniques/densité très intéressant [12]. Un pourcentage supérieur en aluminium accentue le caractère fragile de l'alliage tandis qu'en deçà de 40 at% Al le gain en densité devient insuffisant.

Le projet européen FIAC (Light weight **FeAl** Intermetallic Alloy for high efficiency Components in transportation and power generation industries, G5RD-CT-99-00070) avait pour objectif de développer l'utilisation des alliages intermétalliques **FeAl**, en remplacement des aciers inoxydables et des alliages à base nickel, dans la fabrication de composants pour les industries aéronautique et automobile (motorisation) et pour l'industrie de production d'électricité. La caractérisation va de celle de la microstructure à l'étude du comportement mécanique en passant par des tests de corrosion, d'oxydation et de soudage [13].

CHAPITRE 2 COMPORTEMENT MECANIQUE DES ALLIAGES FeAl (B2)

2.1 Comportement mécanique

2.1.1 Fragilité et ductilité

De nombreux travaux ont été et sont menés sur la caractérisation et la compréhension de la fragilité à température ambiante des alliages **FeAl B2**, ainsi plusieurs travaux de revue [14, 15, 16, 17] ont compilé les résultats essentiels.

2.1.1.1 Fragilité inter- et intra-granulaire

Plusieurs hypothèses prévalent pour expliciter les origines de la fragilité des alliages **FeAl**. Compte tenu de la structure c.c. de ces alliages, il pourrait s'agir d'une transition fragile/ductile qui aurait lieu à haute température. La fragilité pourrait aussi provenir du fait que ces matériaux sont ordonnés. Notons cependant que la fragilité des alliages **FeAl** se présente sous deux formes : la fragilité intergranulaire et la fragilité intragranulaire. Les premiers travaux datent du début des années soixante [18,19] et s'intéressent essentiellement à la fragilité à chaud des alliages **FeAl B2**. Ils établissent les premières caractéristiques de cette fragilité, à savoir une faible résistance aux chocs pour des températures supérieures à 700°C ainsi qu'une forte sensibilité à la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) [2]. De plus, la proportion de rupture intergranulaire augmente avec la température pour des $\dot{\epsilon}$ élevées et avec la concentration en lacunes thermiques retenues dans le matériau [1]. La présence d'un creux de ductilité (**FeAl40**) entre 650 et 850°C (figure 2.1), semble coexister avec une augmentation de la décohésion intergranulaire [15] : la striction apparaît après un très faible allongement à la rupture et les zones intergranulaires semblent devenir déformées, à tel point que les auteurs parlent de rupture intergranulaire « ductile ». Dans une revue assez complète sur les propriétés mécaniques des alliages **FeAl** [9], Baker détaille certains paramètres pouvant influencer la ductilité. Il en ressort que la fragilité intergranulaire ne peut être attribuée à une ségrégation d'impureté sur les joints de grains tandis qu'il est bien admis [20] que la fragilité intragranulaire trouve son origine dans l'effet d'environnement et dans les conditions d'essais. Ainsi le premier type

de fragilité est intrinsèque alors que le second est extrinsèque. Deux hypothèses ont été proposées pour expliquer la fragilité intergranulaire. Succinctement il s'agirait soit du faible cohésion des joints de grains soit de la difficile transmission du glissement, due à la structure ordonnée du matériau, au travers des joints de grains [21].

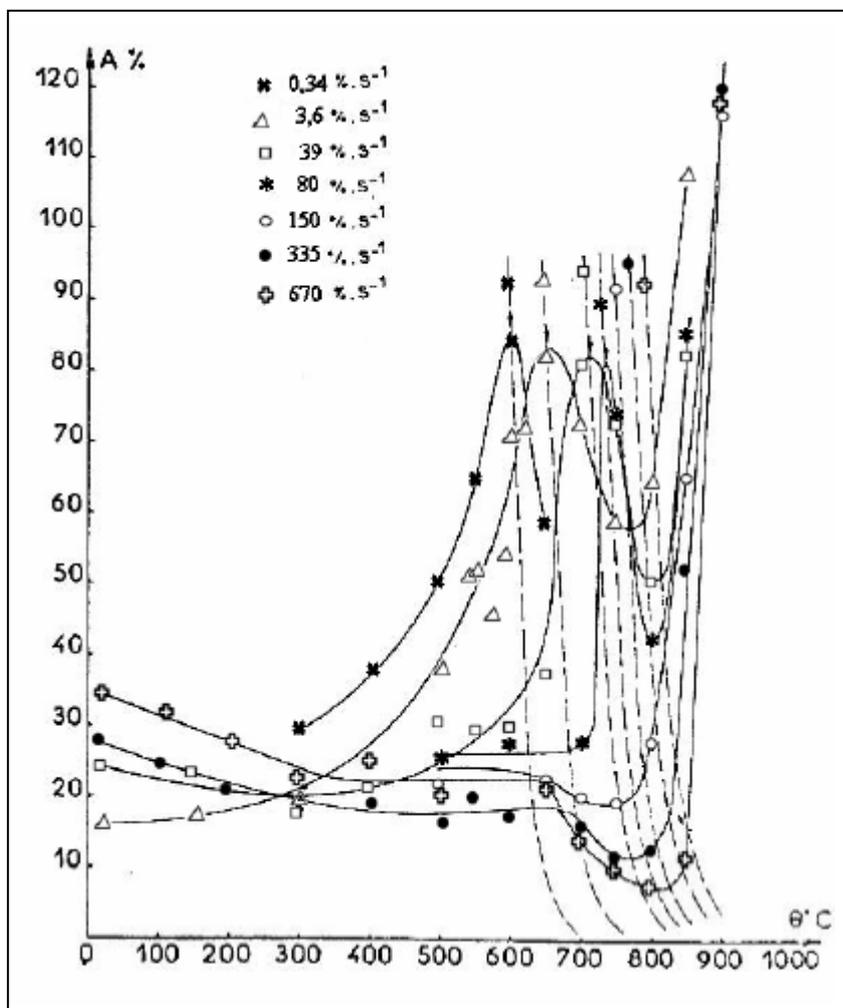


Figure 2.1 : Allongement à la rupture en fonction de la température de l'alliage **FeAl40**, pour différentes vitesses de traction. Les courbes en pointillés correspondent à l'allongement fictif nécessaire pour qu'il y ait recristallisation fine en fonction de la température et de la vitesse de traction [1].

En revanche, un consensus s'est dégagé sur les mécanismes de la fragilité extrinsèque comme le pointent Liu *et al.* [22] : elle provient en effet de l'action de l'hydrogène résultant de la réaction d'oxydation de l'aluminium.



L'hydrogène atomique ainsi produit diffuse ensuite en tête de fissure et réduit la contrainte nécessaire au clivage. Récemment, dans une étude menée sur des monocristaux du type **FeAl40-43** orientés pour glissement simple, Baker et al. [9] montrent que la quantité d'hydrogène atomique générée en fond de fissure par la réaction (1) est suffisante pour fragiliser les alliages puisqu'un chargement en hydrogène réalisé sur ces alliages ne modifie pas l'ordre suivant : $A\% \text{ air} < A\% \text{ vide} < A\% \text{ oxygène sec}$ (en indice est précisé l'environnement dans lequel les monocristaux ont été testés) La sollicitation sous vide ou à l'air entraîne l'apparition d'une fissuration secondaire importante sur les nombreuses surfaces clivées obtenues [1,23], alors que sous oxygène sec la rupture est ductile à cupules. Cela conduit les auteurs à penser que la propagation des fissures est le paramètre moteur de la fragilité, non leur nucléation. Parmi les raisons qui permettent de conclure à l'origine extrinsèque de la fragilité intragranulaire se trouve la sensibilité de l'allongement à rupture ($A\%$) à la vitesse de déformation lors de l'essai [1] : pour des valeurs élevées de $\dot{\epsilon}$, l'allongement à la rupture augmente; l'hydrogène n'a vraisemblablement pas le temps de diffuser et ne fragilise donc pas le matériau. De plus, si l'environnement dans lequel l'essai est réalisé est dépourvu de vapeur d'eau, l'allongement à la rupture sera conséquent (tableau 2.1). Pour Launois et Fraczkiewicz [21], la rupture se produit en deux temps, la fragilisation par effet d'environnement étant contrainte alors que la propagation de la rupture aurait lieu sous la contrainte intrinsèque de rupture (1480 MPa) [6]. Cohron *et al.* [24] notent par ailleurs que si la ductilité diminue quand la pression d'H augmente, l'hydrogène moléculaire est cependant moins fragilisant que l'humidité atmosphérique.

Tableau 2.1: Allongement à la rupture en fonction de l'environnement d'essai. Les essais sont effectués à des vitesses de déformation de $3,3 \cdot 10^{-3}$ et $3,4 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, pour respectivement [1].

Alliage	Allongement à la rupture en fonction de l'environnement	
	Sec	humide
FeAl36.5	11,3% (O ₂ , 67Pa)	2,2 % (air)
	5,4% (vide $< 10^{-4} \text{ Pa}$)	2,4% (vapeur d'eau, 67Pa)
FeAl40	3,4% (Ar, 3ppm vol.H ₂ O)	1,1 % (air, 1,5 % vol. H ₂ O)

Il est en outre intéressant de remarquer que les monocristaux d'alliages **FeAl B2** possèdent une ductilité élevée avec par exemple un allongement à la rupture supérieur à 30 % pour l'alliage **FeAl40** déformé en traction à l'ambiante sous vide ($< 10^{-3}$ Pa) à une vitesse de déformation d'environ $1,6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Sur ce même point, Wittmann *et al.*[25] complètent les résultats précédents pour des échantillons de **FeAl40** déformés à $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ sous vide (10^{-8} Pa) ou sous air en montrant que les monocristaux orientés pour glissement simple sont plus ductiles que ceux orientés pour glissement multiple. En ce qui concerne le mode de rupture, il est à la fois influencé par l'écart à la stoechiométrie, les conditions d'essais ($\dot{\epsilon}$, atmosphère...) et la procédure d'élaboration (rétention de lacunes...). Les travaux de plusieurs auteurs sont rassemblés dans le tableau 2.2. Les grandes tendances qui peuvent en être extraites sont les suivantes:

- Plus l'écart à la stoechiométrie augmente plus la rupture devient mixte puis complètement intragranulaire [1,20].

- L'effet d'environnement conduit préférentiellement à une rupture intragranulaire dans le cas d'alliages *hypo-stoechiométriques*. Cet effet est particulièrement mis en évidence pour **FeAl40** lorsque la vitesse de déformation diminue [21].

- Les lacunes thermiques retenues en excès semblent provoquer une rupture intergranulaire pour **FeAl40**. Cela explique vraisemblablement pourquoi Sainfort et al , Liu et George et Pang et Kumar observent une rupture majoritairement intergranulaire, quelle que soit la vitesse de déformation ou l'environnement. En revanche les résultats de Gay [26] apportent une nuance aux travaux de Pike et Liu [27]. En effet, pour un alliage **FeAl40** dont la concentration en lacunes est minimale (suivie par dilatométrie), Gay [26] met en évidence une rupture intergranulaire sous sollicitation à l'air à une vitesse de déformation de l'ordre de 10^{-6} s^{-1} . Comme le précise Gay [26], une taille de grain très importante peut nuire aux propriétés mécaniques des alliages étudiés.

Cependant, certains éléments d'addition peuvent modifier le mode de rupture et doivent à ce titre être pris en compte pour nuancer certains des résultats du tableau 2-2. Ainsi les alliages **FeAl40** étudiés par Sainfort et al. [19] et Pang et Kumar [28] contiennent respectivement du zirconium et du carbone. Dans ce dernier cas (0,04 % at. C) aucun carbure n'a été rapporté par les auteurs. Pour l'alliage **FeAl40C0.6**, Pang et Kumar [28] constatent en effet que la présence de carbures modifie le mode de rupture, puisque la rupture évolue d'intergranulaire à mixte (majoritairement intragranulaire) lorsque la vitesse de déformation augmente. Les auteurs supposent que les carbures

constitueraient des pièges à hydrogène qui limiteraient ainsi l'effet d'environnement à faible vitesse de déformation [1].

Tableau 2.2 : Mode de rupture d'alliage FeAl purs en fonction de la composition, des conditions d'essai et des procédés d'élaboration [1].

Alliage	atmosphère	(s ⁻¹)	Mode de rupture	Taille de grains (µm)	Traitement thermique
FeAl40Zr0.2	Air	er-1,6 10 ⁻³	90%IG	n.s.	Laminage 1323K
FeAl48.5	Vide (P n.s.)	3 10 ⁻³	IG	~40	Extrusion 1250K +2J/ 1373K
FeAl36+ Ni2Mo0.23	Air	10 ⁻⁴	TG	20	Extrusion 1250k +1h/1273K
FeAl36+ Ni0.21Mo0.3			IG	27	Idem+5h/1473K
FeAl36.5	Air	3.3 10 ⁻³	TG	n.s.	Laminage 1233-1373K+ 1h/1173K+ 2h/973K
	Vide (<10 ⁻⁴ Pa)		Mixte		
	O ₂ (67Pa)		IG		
FeAl40	Air ou O ₂ (6,7 10 ⁻⁴ Pa)	n.s.	IG	n.s.	Laminage 1233-1373K 1h/1173K+ 2h/973K
FeAl43					
FeAl40	Vide (7 10 ⁻³ Pa)	1 10 ⁻⁴	Mixte	230-300	Extrusion 1173K+120h/673K
FeAl43			IG		
FeAl45					
FeAl48					
FeAl36.5	air	1,4 10 ⁻²	Maj.TG		
FeAl37	UHV (<10 ⁷ Pa)	1.2 10 ⁻³	TG	60-80	Extraction 117K +5j/673K
FeAl40			Mixte		
FeAl48			IG		
FeAl40	air	f ~10 ⁻⁶	IG	>500	Coulés +24h/673K
FeAl46					
FeAl5					
FeAl40	Air	7 10 ⁻⁶	TG	40	Extraction +7j/673K
		10 ⁻⁴ et 10 ⁻³ 10 ⁻² -7 10 ⁻¹	mixte IG		
	Vide (2 10 ⁻⁴ Pa)	3,3 10 ⁻⁶ à 7 10 ⁻¹	IG		
FeAl40	n.s	er	IG	n.s	Extraction 1273 +3j/673K+ 1j/673K
FeAl40	air	4,2 10 ⁻⁸ à 4,2 10 ⁻¹	IG	90	Extraction 1273 +3j/673K+ 1j/673K
FeAl40	air	2,4 10 ⁻³	Maj. IG	35	Extraction 1273 +3j/673K+ Extraction 1023 +7j/773K+
	Vide (2 10 ⁻⁴ Pa)				
	air		Maj. TG		
	Vide (2 10 ⁻⁴ Pa)		Mixte		

Pour terminer sur la question de la résistance à la rupture, nous considérons l'influence de la température d'essai. Dans une étude de la résilience de l'alliage **FeAl40**, Pang et Kumar [28] distinguent deux régimes de température : à température ambiante $A\%$ augmente si la vitesse de déformation augmente, alors qu'à plus haute température (873-973K) l'allongement à la rupture diminue si $\dot{\epsilon}$ augmente. Le mode de rupture lui aussi change lorsque la température augmente comme l'observent Baker *et al.* [9] lors d'essais de traction sous vide à 10^{-4}s^{-1} . Jusqu'à 500 K, ils rapportent que la proportion de clivage devient plus importante lorsque la température augmente pour **FeAl45** tandis que pour **FeAl48** et **FeAl40** la rupture reste respectivement intergranulaire et mixte. En revanche les auteurs constatent qu'au delà de 650 K la rupture est ductile à cupules quel que soit l'alliage. Cette ductilité est confirmée par Liu *et al.* [22] Pour **FeAl36**, mais pour une température plus élevée ($> 900^\circ\text{C}$) Les auteurs expliquent la ductilité de l'alliage étudié par le fait qu'ils observent des plans réticulaires $\langle 111 \rangle$ qui fournissent suffisamment de systèmes de glissement. De plus, Liu *et al.* [22] mettent en évidence un creux de ductilité à 500°C , conjointement à une rupture intergranulaire. Ces travaux soulèvent plusieurs remarques. En premier lieu, peu d'équipes de recherche ont observé des superdislocations actives à des températures aussi élevées. En outre, puisque Liu *et al.* [22] précisent qu'ils observent le glissement des $\langle 111 \rangle$ sur toute la gamme de températures étudiée, il n'y a donc pas plus de systèmes de glissement actifs à 900°C qu'à 500°C et donc pas de raison, de ce point de vue, que l'alliage soit ductile à 900°C et présente un creux de ductilité à 500°C . En fait ce creux de ductilité pourrait plutôt être lié à une sensibilité S très faible de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. En effet, Liu *et al.* [22] observent une stabilisation de la limite d'élasticité à cette température (500°C) qui peut trouver son origine dans une anomalie de la limite d'élasticité. Or l'anomalie de la limite d'élasticité dans les alliages intermétalliques est très souvent liée à $S = 0$. Si S est effectivement nulle ou très faible à 500°C pour l'alliage **FeAl36.5** étudié par Liu *et al* [22] alors la localisation de la déformation peut provoquer la rupture intergranulaire qu'ils observent.

2.2 L'effet des d'éléments d'additions

2.2.1 Solubilité et effet du bore

Pour les alliages *hypo-stoechiométriques*, plusieurs études ont prouvé l'action bénéfique du bore sur la fragilité à température ambiante d'alliages **FeAl**. Cependant, si la bibliographie est assez fournie sur la caractérisation de l'influence du bore, les publications concernant les mécanismes

expliquant l'effet du bore reste peu nombreuses et qualitatives. Le thème du bore fait l'objet des sections suivantes.

a) Solubilité du bore dans les alliages FeAl

Bien que de nombreuses études mentionnent l'apparition de borures, il est difficile d'en extraire des conclusions quantitatives quant à la solubilité du bore dans **FeAl** en raison de la grande diversité des alliages étudiés (composition chimique, pureté, mode d'élaboration...) Cependant, les travaux de Gay-Brun [26] sur des alliages **FeAl** coulés permettent d'apporter quelques précisions : de ses observations en microscopie électronique à transmission il découle que la solubilité du bore dans **FeAl40** à 500°C est comprise dans l'intervalle 400-800 ppm. L'auteur montre par ailleurs que la structure cristallographique des borures correspond à celle de **Fe₂B**.

b) Effet du bore sur la fragilité des alliages FeAl

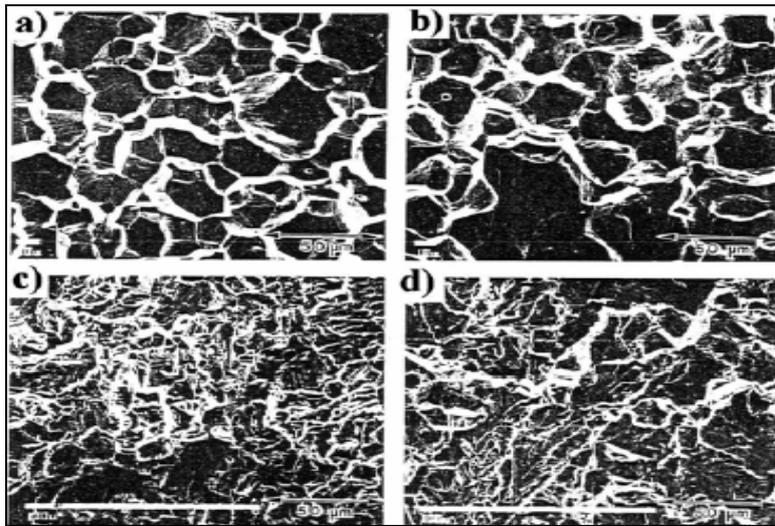


Figure 2.2 : Modification du mode de rupture après ajout de bore, faciès de rupture de deux alliages, a) FeAl à 300K, b) FeAl à 640K, c) FeAlB à 300K et d) FeAlB à 640K [6].

Crimp et Vedula [6] ont été les premiers à mettre en évidence l'effet du bore sur le mode de rupture d'alliages FeAl ainsi que sur la limite d'élasticité (figure 2.2). Sans pour autant amener un gain de ductilité notable pour les compositions proches de la stoechiométrie, le bore renforce en effet les joints de grains faisant passer le mode de rupture d'intergranulaire à intragranulaire [1]. Plusieurs études montrent ainsi que le bore :

- diminue légèrement la température de transition fragile/ductile [1, 29],
- renforce la matrice par effet de solution solide [1, 24],
- accélère l'élimination des lacunes [1],

Comme pour Fe_3Al [24, 26] la ségrégation intergranulaire du bore est le principal phénomène pouvant expliquer son effet bénéfique sur le mode de rupture d'alliages FeAl . C'est en effet la présence du bore observée sur des surfaces de rupture intergranulaire (par spectrométrie d'électrons Auger) qui a conduit à la conclusion que sa ségrégation intergranulaire est responsable des effets renforçant du bore [1, 26,30]. De par sa nature difficile à observer et à quantifier, la ségrégation du bore aux joints de grains n'a été que peu étudiée. Cependant des études récentes [12, 2] montrent qu'il s'agit d'une ségrégation relativement faible, limitée à quelque % pour des teneurs volumiques allant de 80 à 400 ppm, mais néanmoins suffisante pour améliorer le comportement mécanique. Ces auteurs ont identifié le mécanisme comme étant fondé sur la coexistence de deux phénomènes. Une ségrégation hors d'équilibre s'établit d'abord rapidement après la trempe puis est relayée, pour un recuit suffisamment long, par une ségrégation d'équilibre d'un niveau faible. Il en résulte en particulier qu'aucun traitement thermique spécifique de ségrégation n'est nécessaire pour bénéficier des effets du bore. Les calculs récents de Lejček et Fraczkiewicz [31] indiquent que cette faible ségrégation intergranulaire du bore dans les intermétalliques serait liée à un nombre limité de positions possibles pour le bore dans les joints de grains. Les auteurs précisent que cela pourrait être expliqué par le phénomène de la mise en ordre des plans des joints de grains. De plus, le bore diminue assez nettement la sensibilité de l'alliage FeAl40 à l'effet d'environnement (figure 2.3), la faisant même disparaître dès 10^{-2}s^{-1} . Conjointement, il augmente sensiblement A% quel que soit le traitement thermique effectué. En effet, à température ambiante, la ductilité chute dramatiquement au delà de 37 % at. Al pour les alliages non-dopés mais au delà de 45 % at. Al pour les alliages dopés [1].

L'effet de la température sur le mode de rupture a notamment été mis en évidence sur un alliage FeAl45 contenant 500 ppm de bore : entre 300 et 800K, la rupture intragranulaire domine, puis devient ductile à 800K pour évoluer vers de l'intergranulaire fibreux au-delà. Les auteurs suggèrent que ce dernier type de faciès est vraisemblablement lié à la présence de borures.

Enfin, il convient de noter que si la teneur en bore excède sa limite de solubilité dans la matrice, un retour de la rupture intergranulaire se produit. Gay [26] suggère que les borures (Fe_2B) qu'elle observe sur les surfaces intergranulaires de l'alliage FeAl dopés par 2000 ppm at. de bore en

sont à l'origine. Conjointement au retour de la rupture intergranulaire, Webb et al [32] montrent une diminution de l'allongement à la rupture tandis que Gay [26] constate son invariance avec la teneur en bore. Les tailles de grains et les procédés d'élaboration très différents pour les alliages étudiés par ces auteurs ($\sim 500 \mu\text{m}$, coulés et $\sim 30 \mu\text{m}$, métallurgie des poudres) sont probablement à l'origine d'une précipitation plus néfaste dans l'alliage à grains fins. De plus, un indice de la modification des conditions de précipitation est donné par le fait que la solubilité du bore est largement dépassée à 320 ppm at. pour l'alliage à grains fins, alors qu'elle ne l'est pas à 400 ppm at. Pour l'alliage à gros grains [1,26].

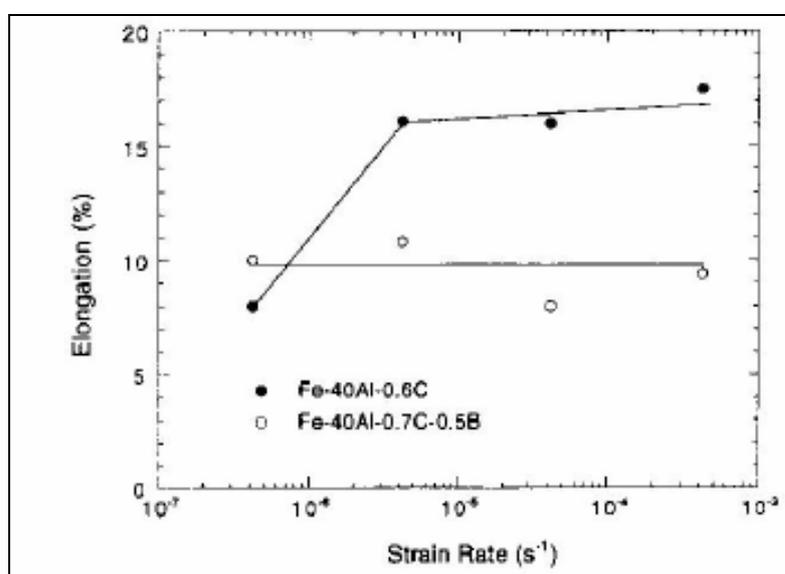


Figure 2.3: Evolution de l'allongement en traction avec la vitesse de déformation, à température ambiante dans l'oxygène pour des alliages FeAlC et FeAlBC recuits[1]

c) Effet du bore sur la limite d'élasticité des alliages FeAl

Il est actuellement bien établi que le bore améliore les propriétés mécaniques (R_{0,2}%...) des alliages **FeAl**, et ce, pas nécessairement au profit d'une fragilité accrue comme nous venons de le voir dans la section précédente. En effet, Crimp et Vedula [6], pour un alliage **FeAl46** dopé par 0,8 % **B**, montrent une augmentation significative de la limite d'élasticité par rapport à l'alliage binaire, qui s'accompagne, pour l'alliage **FeAl45**, d'une insensibilité de la dureté au dopage en bore. Les auteurs [1] notent en effet que la dureté correspond à la contrainte d'écoulement après une

déformation moyenne d'environ 15 %, c'est-à-dire à une mesure de la limite d'élasticité à laquelle s'ajoute le taux d'érouissage. Ils concluent donc que le bore diminue nécessairement le taux d'érouissage.

De manière générale il semble que, quelle que soit la teneur en aluminium, le bore permet de renforcer les alliages **FeAl** : en deçà de 45 % **Al** limite d'élasticité ($R_{0,2\%}$) augmente avec le dopage en bore. Les observations de Carleton *et al.* [33] sur le renforcement de la limite d'élasticité en compression et le décalage du pic d'anomalie de celle-ci ont été confirmées depuis par Calonne *et al* [34], (figure 2.4).

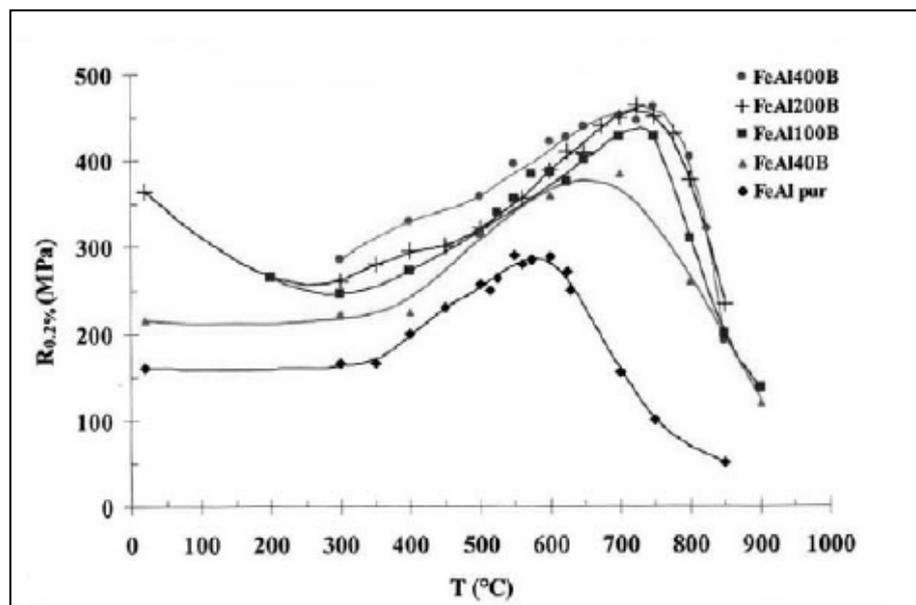


Figure2.4: Effet du bore sur l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température[33].

2.2.2. Conséquences de l'addition de nickel sur quelques propriétés des alliages FeAl B2

La recherche de meilleures propriétés mécaniques, notamment une plus grande résistance à haute température, a conduit à l'introduction de **Ni** comme élément d'alliage dans **FeAl**, et inversement.

2.2.2.1 Sites préférentiels d'occupation et interactions avec les lacunes

Parmi les premiers travaux concernant l'addition d'un second métal de transition à **FeAl**, ceux de Kong et Munroe [35] montrent que dans les alliages **FeAl** ordonnés **B2** les atomes de nickel occupent les sites de fer (à 99,8%) et que cette addition de nickel semble conduire selon eux à une inhibition de l'élimination des lacunes thermiques.

D'un côté, le premier de ces résultats a largement été confirmé depuis tant du point de vue expérimental [20 36] que par le biais de modélisations [37,38], comme le montre le tableau 2.3. De manière générale, pour un métal de transition ajouté à **FeAl** et à l'exception du cuivre, la tendance, en termes d'occupation préférentielle de sites, est la suivante : plus le numéro atomique augmente plus la préférence pour les sites de fer est grande. En outre, les travaux de Banerjee *et al.* [39] montrent que, lorsque les atomes de nickel se placent sur les sites de fer, des atomes de fer peuvent aussi être déplacés sur des sites d'aluminium. D'ailleurs, que ce soit pour les alliages *hypo-stoechiométriques* ou *hyper-stoechiométriques*, **Ni** se substitue à **Fe** avec des énergies de formation théoriques respectives de -0.2627 eV/atome et -0.265 eV/atome, très favorables en comparaison du calcul mené pour une substitution sur les sites d'aluminium [37].

Tableau 2.3 : Energie des sites préférés pour des impuretés dans FeAl [37].

	Y	Zr	La	Ti	Mo	V	Cr	Mn	Ni	Co
Site		Al	Fe	Fe						
$E_{Pref} (Ry)$		0.042	0.038	0.028	0.034	0.025	0.017	0.004	-0.017	-0.015

Notons enfin que si la préférence de site de **Ni** dans **FeAl** est assez bien établie, la situation est plus compliquée pour **Fe** dans **NiAl** [37]. En effet, selon Bozzolo et al. [38], du côté riche en aluminium le fer remplace simplement le nickel tandis que du côté pauvre, **Fe** se répartit sur les sites de **Ni** ou de **Al**, avec une faible préférence pour les derniers.

En revanche, il s'avère que l'effet du nickel sur l'élimination des lacunes ne concerne pas la thermodynamique (comme initialement supposé [35]) mais la cinétique d'élimination. En effet, les travaux de Schneibel *et al.* [20] montrent une nette augmentation du temps d'élimination des lacunes

(τ_r) lorsque la teneur en nickel augmente, (tableau 2.4) : par exemple une addition de 3 % **Ni** conduit à un τ_r 10 fois supérieur à celui de l'alliage binaire **FeAl45**. La même tendance est aussi mentionnée par Munroe [40].

Tableau 2.4: Temps caractéristiques pour l'élimination des lacunes thermiques (h) [20].

T (K)	Fe-45Al	Fe-45-Al-3Ni	Fe-45Al-6Ni	Fe-45Al-10Ni
673	43	413	1890	>6000
773	1.7	14	27	46

2.2.2.2 Effet du nickel sur les propriétés mécaniques

a)- Propriétés élastiques

Schneibel *et al.* [41] ont mesuré les modules d'Young et de cisaillement pour des alliages du type **FeAl45M5B0.2Zr0.1** (M= **Ti**, **Cr**, **Mn**, **Fe**, **Co**, **Ni** or **Cu**) à température ambiante (figure 2.5). Retenons, pour la suite de notre travail, que pour une addition de 5 % at. de nickel les auteurs mesurent un module d'Young de 182 GPa, un module de cisaillement de 70 GPa.

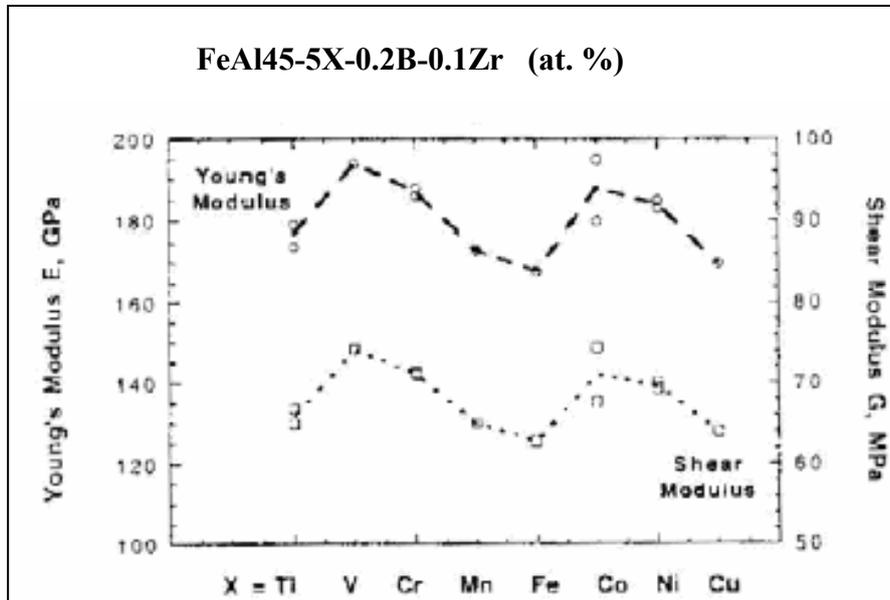


Figure 2.5: Evolution, à température ambiante, des modules d'Young et de cisaillement en fonction de numéro atomiques [41].

b)-Durcissement par effet d'alliage

Le durcissement par effet d'alliage peut avoir plusieurs origines. Il peut être dû à la dispersion des atomes étrangers dans la matrice ou bien à la ségrégation des solutés sur les défauts, tels que les dislocations, ou bien encore à la précipitation d'une phase dispersée, si la limite de solubilité du soluté est dépassée. Pour les teneurs qui nous intéressent inférieures ou égales à 10 % at. de nickel les alliages sont à priori monophasés.

Nous nous intéresserons dans cette section à la question du durcissement en solution solide. Pour ce faire, nous commençons par présenter l'effet du nickel sur le paramètre de maille a . A ce propos, les différents auteurs [38,40,41,42] sont d'accord pour dire que a diminue lorsque la teneur en Ni augmente, comme illustré sur la figure 2.6.

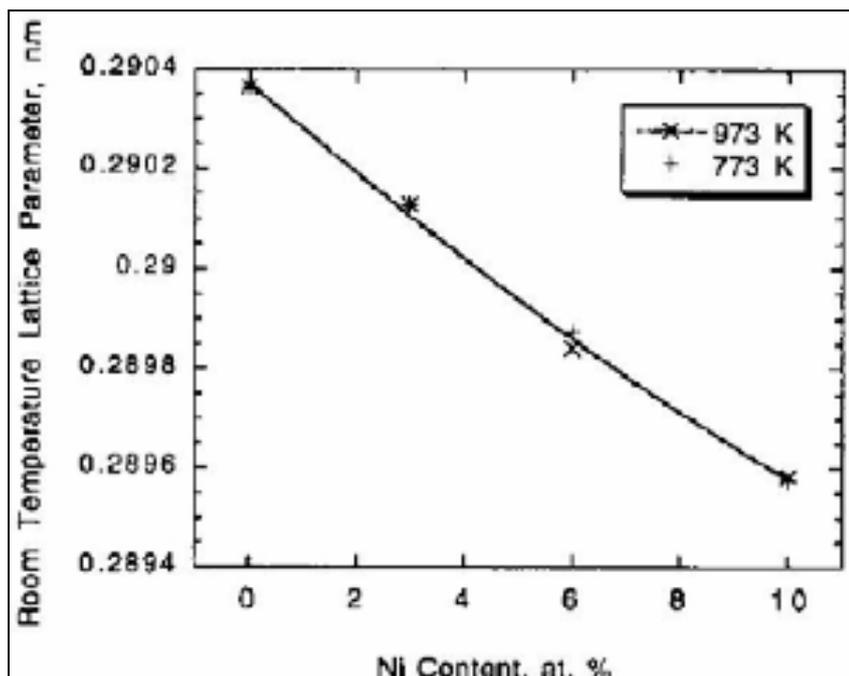


Figure 2.6: Paramètre de maille d'alliages FeAl45 dont la teneur en nickel varie de 0 à 10 % at., après Etablissement de l'équilibre à 773 et 973 K [41].

Les premiers travaux de Schneibel *et al.* [41] la figure 2.7 montrent que l'addition de 5 % at de nickel produit une augmentation de la limite d'élasticité la plus élevée en comparaison de celle générée par l'addition des autres éléments de transition choisis (Ti, Cr, Mn, Co ou Cu).

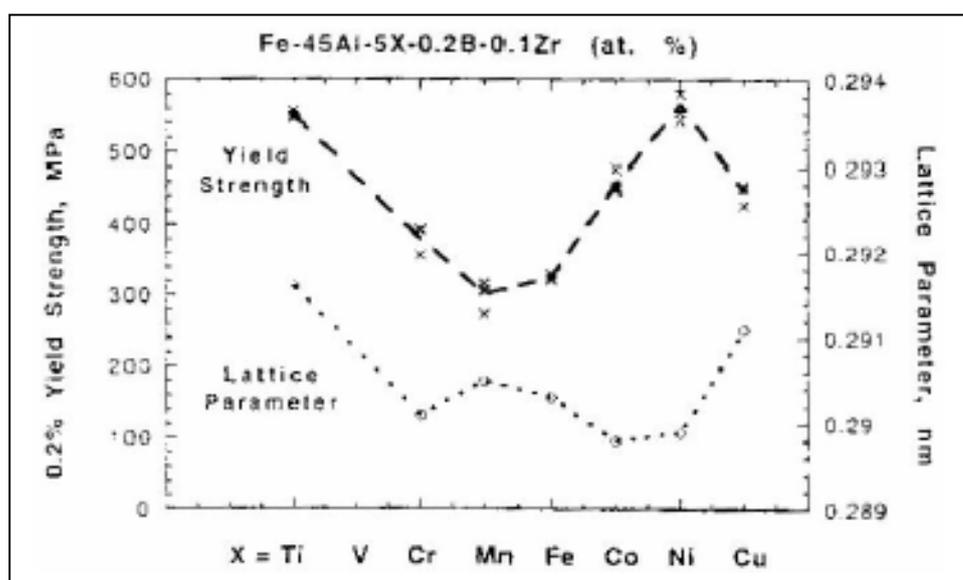


Figure 2.7: Evolution de la limite d'élasticité à température ambiante en fonction du numéro atomique de l'élément d'ajout [41]

2.2.3 Effet de molybdène sur l'alliage FeAl

Plusieurs études ont prouvé l'action bénéfique de **Mo** sur la limite élastique à la température ambiante pour les alliages **FeAl** [43,44,45]. George et Baker [43] constatent en effet que la présence de **Mo** dans l'alliage **FeAl40Mo5** augmente la limite d'élasticité, (figure 2.8).

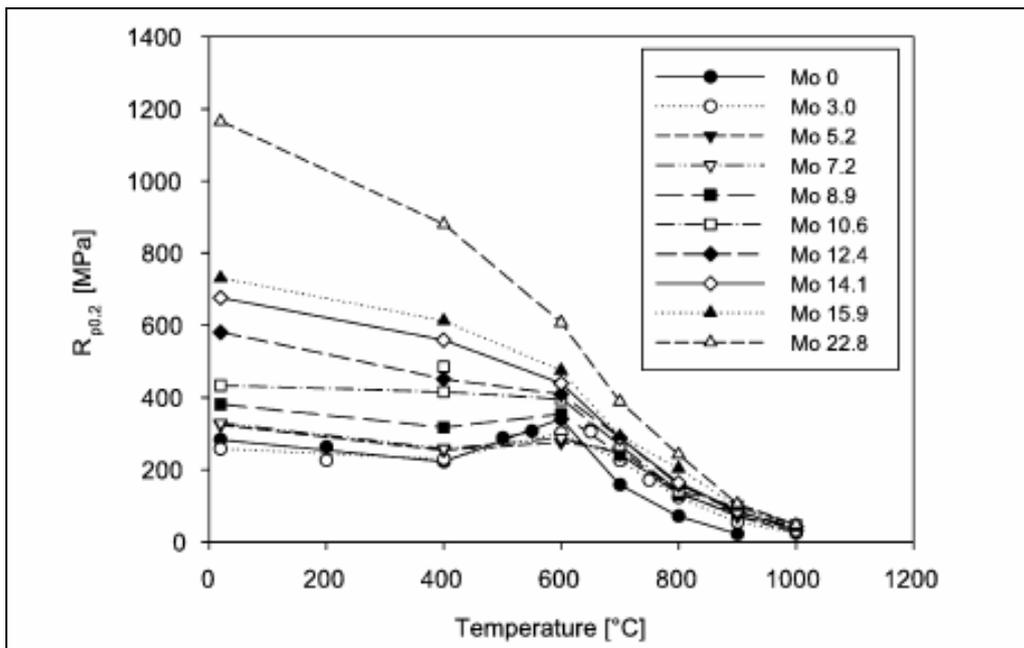


Figure 2. 8: Effet du molybdène sur l'évolution de la limite d'élasticité en fonction de la température[43].

Les travaux de Baker et George [36,44] Montrant que le traitement thermique réduit la variation de la limite d'élasticité avec le changement de la teneur en **Mo** à toutes les températures, (figure 2.9).

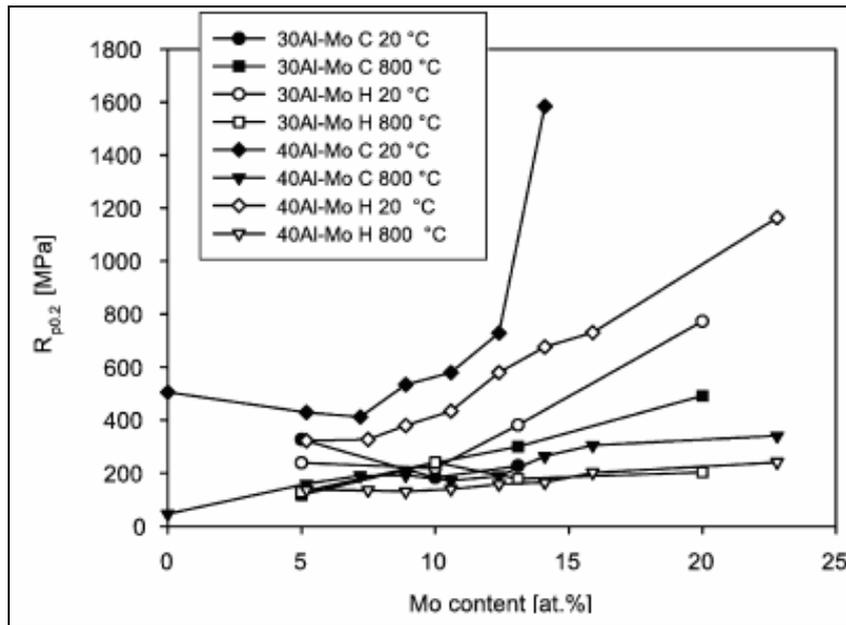


Figure 2.9: Effet de molybdène sur l'évolution de la limite d'élasticité pour l'alliage Fe-Al
C, H : respectivement non spécifié, alliage coulé, alliage soumis à un traitement thermique [43].

2.3. Choix d'alliage FeAl40

C'est un alliage à structure ordonnée (B_2) présente une bonne résistance mécanique à haute température et meilleur compromis du point de vue des propriétés mécaniques / densité très intéressant. Ces avantages cumulés ont fait des matériaux de choix pour un éventuel remplacement des superalliages, ces derniers présentant des densités élevées et nécessitant des matières premières coûteuses et stratégiques.

L'alliage **FeAl40** élaboré au CEA Grenoble [1] présente par exemple une rigidité spécifique et une résistance spécifique, à ambiante, d'environ $180 \text{ (MPa/g.Cm}^{-3}\text{)}^{-1/2}$ et $190 \text{ MPa/g.Cm}^{-3}$ respectivement. À titre de comparaison, ces grandeurs caractéristiques valent $170 \text{ (MPa/g.Cm}^{-3}\text{)}^{-1/2}$ et $110 \text{ MPa/g.Cm}^{-3}$ pour le superalliage IN 100. Les propriétés physiques et mécaniques de ce dernier sont présentées dans le Tableau 2.5.

Tableau 2.5: Propriétés physique et mécaniques de l'alliage FeAl40 [1,3,13]

<u>Propriétés physiques</u>	
Densité	5.9 g/cm ³
Energies de formation	0.9 eV
Energie paroi d'antiphase (APB)	100 mj/m ²
<u>Propriétés Mécaniques</u>	
Modules d'Young	245 GPa
Allongement à la rupture	3.4 %
Module de cisaillement	9.2 .10 ¹⁰ N/m

CHAPITRE 3

ETUDE EXPERIMENTALE

3.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes techniques expérimentales utilisées lors de la réalisation de ce travail.

Les manipulations et les différentes opérations concernant l'élaboration et la caractérisation des échantillons sont présentées dans cette partie par ordre chronologique.

3.2. Elaboration des échantillons

3.2.1 Description du four à arc

Les matériaux utilisés pour cette étude ont été élaborés au laboratoire de métallurgie du Centre d'Etude Nucléaires DRARIA dans un four à arc de marque Centon.

Le four est constitué de quatre (04) parti :

- chambre de four
- générateur
- système de contrôle et de distribution d'eau et de gaz.
- pompe à vide

Le four est constitué d'une chambre en quartz dans la quelle se trouve un creuset en cuivre refroidit à l'eau, une électrode non consommables (Tungstène) est articulée manuellement par levier. La fusion des éléments est faite dans le creuset en cuivre sous une atmosphère neutre d'argon. Cette technique consiste à faire le vide dans une petite chambre refroidie à l'eau à laide d'une pompe à vide. La petite chambre est équipée d'une lunette au travers laquelle il est possible de visualiser les opérations de fusion et de coulée. La petite chambre est relié par un générateur pour l'alimentation en courant électrique, (figure 3.1).



Figure 3.1: Four à arc

3.2.2 Procédure de calcul la quantité de la charge

Avant chaque élaboration, il est primordial de calculer d'une manière précise la quantité des éléments constituant la charge métallique pour atteindre une composition estimative finale. Nous avons procédé à établir un bilan massique à l'aide d'un logiciel PATP.

Le bilan matière des métaux utilisés est représenté ci-dessous

Tableau 3. 1: Composition chimique des alliages élaborés

N° de l'échantillon	Elément	Composition en at%	Composition en Wt%
Echantillon n°01	Fe	60	75.63
	Al	40	24.36
Echantillon n°02	Fe	57.5	72.36
	Al	40	24.32
	Ni	2.5	3.307
Echantillon n°03	Fe	55.96	70.38
	Al	40	24.315
	Ni	4	5.29
	Bo	0.04	0.009
Echantillon n°04	Fe	54.96	68.514
	Al	40	24.91
	Ni	4	5.242
	B	0.04	0.0097
	Mo	1	2.141

3.2.3 Elaboration

Les alliages modèles sont réalisés au laboratoire dans un four à arc sous atmosphère neutre selon la procédure décrite ci-après.

Le fer électrolytique de pureté 99.99%, l'aluminium de pureté 99.99%, nickel, molybdène et bore de pureté 99.99% sont utilisés comme matières premières. Le procédé d'élaboration comporte

trois fusions, afin d'obtenir une bonne homogénéisation de l'alliage. La fusion est faite sous un balayage d'argon dans un creuset à l'aide d'un arc à électrode non consommable (Tungstène).

3.2.4 Traitement thermique

Après l'élaboration des échantillons, ces derniers ont subi un traitement thermique dans un four à moufle de type thermolyne furnace 47900 à une température de 800°C et un maintien 3h. Le four de traitement thermique est ensuite éteint et laissé retourner à la température ambiante avec les échantillons.

3.4. Techniques d'analyse et de caractérisation

3.4.1 Préparation métallographique

Une fois l'élaboration de l'échantillon réalisé, un découpage transversal rigoureux des échantillons est effectuée avec une micro-tronçonneuse à froid.

Les échantillons destinés à l'observation métallographique ont subi un polissage mécanique, à l'aide de papiers émeris différentes granulométries (240, 400, 600, 1000, 1200) et puis une finition sur des feutres en utilisant deux pâtes d'alumine de 0,3 μm et 0,05 μm . Les différentes microstructures sont mises en évidence par une attaque chimique, dont le réactif est Villela (solution composée de 2.5g de chlorure ferrique, 5g d'acide picrique, 2ml d'acide chlorhydrique et 90ml d'alcool éthylique), avec un temps d'attaque qui varie entre 5 à 10 seconde. Les échantillons sont lavés à l'eau puis au séchés à l'air.

3.4.2 Analyse thermique différentielle A.T.D

Cette technique consiste à étudier la variation de température d'un matériau lors d'un changement de phase, par rapport à un échantillon de référence invariant dans l'intervalle de température considéré. L'absorption ou le dégagement de chaleur latente du matériau à étudier, se traduisent par des variations sur le tracé de la courbe T (T). L'appareil utilisé est du type SETARAM SETSYS travaillant dans un intervalle de température de 20 à 1750°C. L'échantillon de référence est en alumine car ce dernier ne présente pas de transformation dans cet intervalle. L'échantillon à analyser de forme cylindrique est contenu dans un creuset en alumine.

Le four est sous atmosphère d'argon purifié par passage sur vapeur de magnésium. Les thermocouples utilisés sont en **Pt/pt-Rb** à 10%. L'étalonnage des thermocouples est réalisé à l'aide du fer pur dont les points de transformation sont bien connus. La cinétique de refroidissement est de 5°C /mn en général. Les températures de transformation sont mesurées lors du refroidissement, (figure 3.2).

Le principe de la mesure en analyse thermique différentielle est le suivant : un échantillon est placé dans un creuset en alumine, puis l'échantillon et une référence (alumine) sont soumis à un même programme thermique. La différence de température entre le creuset de l'échantillon et le creuset de référence, causée par les changements physiques ou chimiques de l'échantillon, est ainsi mesurée. Cette différence de température étant proportionnelle au flux de chaleur de l'échantillon, l'appareil enregistre donc le flux de chaleur $\frac{dH}{dt}$ de l'échantillon en fonction du temps pour un mode isotherme et en fonction de la température pour un mode dynamique.

La température du four est mesurée à l'aide d'un capteur pt 100 et la différence de température entre les deux creusets est mesurée par deux thermocouples (pt/pt-Rb 10%).

Le traitement des données cinétiques obtenues nécessite l'utilisation de l'interface RS232 de l'appareil, permettant de transférer les données sur un micro-ordinateur et de les traiter ultérieurement grâce au logiciel Setaram setrys.



Figure 3.2: L'appareil de L'A.T.D

3.4.3 Microscopie optique

Les observations métallographiques ont été faites à l'aide d'un microscope optique de type ZEISS Axiovert 40 MAT, avec un grandissement qui varie de 100 à 1000. Ce microscope s'accompagne d'une caméra numérique et d'un micro-ordinateur. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. L'identification des constituants incertains ou inconnus peut être facilitée par l'observation de leur dureté relativement à la matrice et par leur couleur naturelle, par leur réponse à la lumière polarisée, et par leur réponse au réactif sélectif.

3.4.4 Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (M.E.B) de marque XL 30 ESEM FEQ du Centre de Recherche Nucléaire d'Alger. Ce microscope est muni d'une microsonde RDA4, muni d'une chaîne de comptage pour chaque élément. Il est aussi doté d'un système d'électrons rétro diffusés sensible au numéro atomique.

3.4.5 DRX

A l'aide d'un diffractomètre de type D8 BRUKER ADVANCED, l'analyse diffractométrique aux rayons X a été effectuée dans le but de déterminer les phases cristallines présentes dans le matériau étudié. Elle est faite par la comparaison des couples (d_i , I_i), formés par les distances inter réticulaires et les intensités relatives obtenues pour chaque raie à partir du diagramme expérimental, et un fichier qui contient la liste de chaque phase répertoriée auparavant (fiches ASTM).

3.5 Essai de micro dureté

Le teste de microdureté Vickers et fait à l'aide d'un microduromètre de type PRESI (DM2A), sous une charge de 50g et un temps d'application de charge de 15 secondes.

Nous avons pris la moyenne de trois prises du nombre de dureté pour chaque échantillon.



Figure 3. 3 : Micro duromètre PRESSI

3.6 Essai de l'usure

Pour cette essai, on a utilisé un pion sur disque montré à la figure 3.4. L'échantillon est placé sur un plateau tournant. L'échantillon est en contact avec un pion d'acier à tête demi sphérique qui frotte la surface d'usure est mesurée par la perte de masse de l'échantillon (analyse quantitative) nettoyée à l'acétone et peser avant et après chaque essais. Les pertes de poids sont effectués à l'aide d'une balance électronique de type OHAUS avec une précision de 10^{-4} gramme afin de déterminer la perte de masse. Le test a été réalisé à sec et en atmosphère ambiante du laboratoire.



Figure 3.4 : Machine d'usure conçue au LTSM

Les conditions du test sont les suivantes :

- pion en acier outil de dureté 70HRC,
- charge appliquée de 26g,
- vitesse de disque est fixe de fréquence maximale 50 Hz,

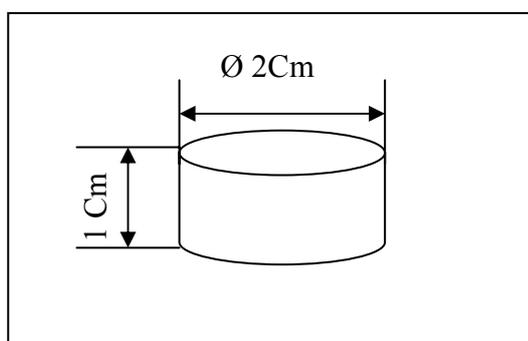


Figure 3.5 : Echantillon réalisé pour l'essai d'usure

CHAPITRE 4 RESULTAT ET INTERPRETATION

4.1 L'alliage FeAl40

L'alliage FeAl40 est un alliage intermétallique faisant partie de la famille des aluminures, d'après le diagramme d'équilibre de phase de FeAl. Le composé stoechiométrique **FeAl40** avec une phase ordonnée **B2** existe dans un large domaine de compositions et de température. L'alliage **FeAl40** présente le meilleur compromis du point de vue rapport propriété mécanique / densité très intéressant, en plus de sa bonne tenue mécanique

4.2 Elaboration

L'alliage FeAl40 et les alliages à base de cet alliage et avec un ajout d'éléments d'additions tel que le (Nickel, Molybdène, Bore) ont été élaborés au laboratoire de métallurgie du Centre d'Etude Nucléaires DRARIA dans un four à arc.

Le procédé d'élaboration comporte trois fusions, afin d'obtenir une bonne homogénéisation de l'alliage. La fusion fait sous un balayage d'argon dans un creuset à l'aide d'un arc à électrode non consommable (Tungstène).

Les caractéristiques physico-chimiques des éléments utilisés comme matière première dans cette élaboration sont présentés dans le tableau suivant

Tableau 4.1: Les caractéristiques physico-chimiques des éléments utilisés comme matière première

	nombre atomique	masse atomique	densité (g/cm ³)	point de fusion K	Energie de fusion KJ/mol	conductivité électrique S/m	Conductivité thermique W/(m·K)
Fe	26	55,85	7,86	1808	13,8	$9,93 \times 10^6$	80,2
Al	13	26,98	2,701	933,47	10,79	$37,7 \times 10^6$	237
Ni	28	58.6934	8,9	1728	17.47	$14.3 \cdot 10^6$	90.7
B	5	10,811	2,34	2 349	50,2	$1,0 \times 10^{-4}$	27,4
Mo	42	95,94	10,2	2896	26,4	$18,7 \times 10^6$	138

4.3 Analyse thermique différentielle (A.T.D)

L'analyse thermique différentielle est une technique mesurant la différence de température (ΔT) entre un échantillon et une référence (matériau inerte thermiquement) en fonction du temps ou de la température, lorsqu'ils sont soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. Avec la méthode ATD toute transformation est détectable pour toutes les catégories de matériaux.

4.3.1L'alliage FeAl40 (Ech N°01)

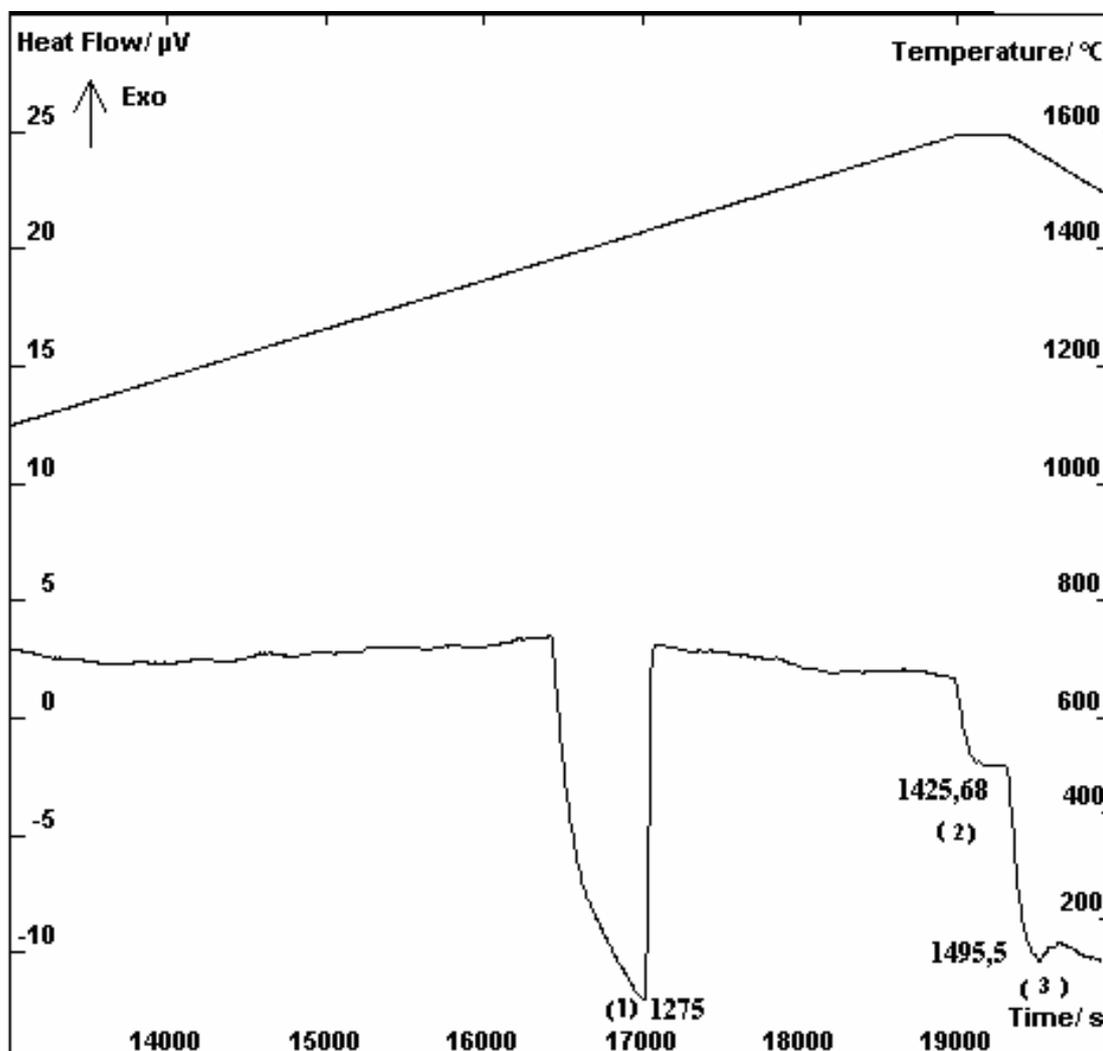


Figure 4.1 : Analyse thermique différentielle (A.T.D) de l'alliage FeAl40

- (1) : Transition FeAl \longrightarrow α Fe
- (2) : Transition α Fe \longrightarrow phase liquide
- (3) : phase liquide (la Fusion)

La figure (4.1) illustre la courbe de variation de la température entre l'échantillon n°01 (FeAl40) et l'échantillon de référence (alumine) en fonction du temps ($\Delta T=f(t)$). Le type de réaction utilisé est exothermique qui va produire des pics. Trois pics sont observés dans cette courbe à la température 1275°C, 1425,68°C et 1495,5. Le premier pic est important et représente la transition

de la phase FeAl vers la phase α Fe. Le deuxième pic est moins important et représente la transition de la phase α Fe vers la phase liquide. Enfin, le troisième pic représente la fusion de l'alliage.

4.3.2 L'alliage FeAl40NiB (Ech N° 02)

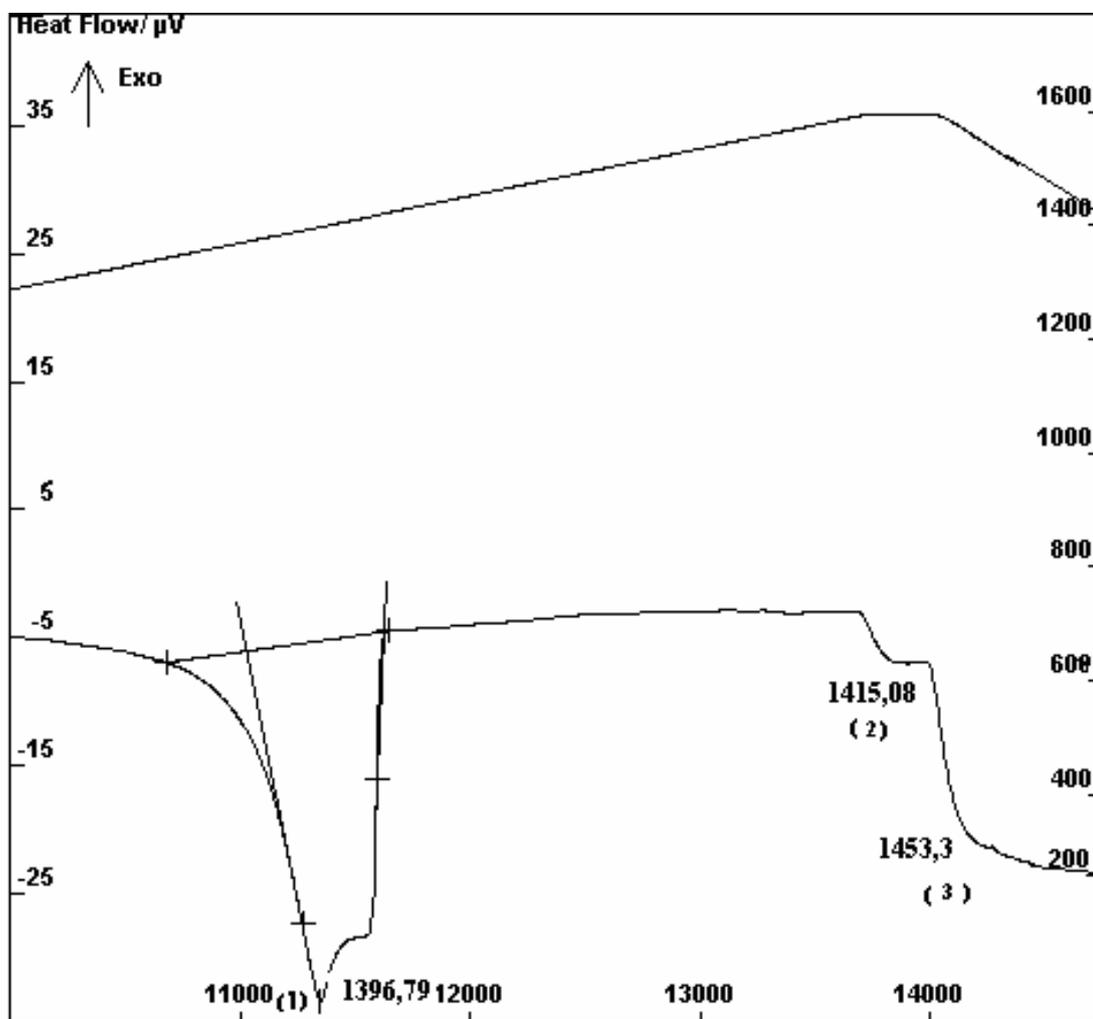


Figure 4.2 : Analyse thermique différentielle (A.T.D) de l'alliage FeAl40NiB

- (1) : Transition FeAl \longrightarrow α Fe
- (2) : Transition α Fe \longrightarrow phase liquide
- (3) : Phase liquide (la Fusion)

Les mêmes observations ont été constatées sur la deuxième courbe (la variation de température en fonction du temps de l'alliage FeAl40NiB) (figure 4.2), sauf cette fois-ci nous remarquons la présence d'une anomalie sur le pic de transition de la phase FeAl vers la phase α Fe

qui peut s'expliquer par la difficulté de la détection des constituants pour les mélanges par l'ATD car des nombreuses limitations empêchent cette méthode d'être une méthode générale d'analyse quantitative : chevauchement des accidents caractéristiques, réaction chimique entre constituants solides du mélange, apparition d'une phase liquide qui entraîne une réaction secondaire avec les autres corps, influence de certaines impuretés sur la forme et la position des accidents.

4.4 Analyse diffractométrique

On a utilisé la méthode de diffraction aux rayons X (DRX) pour déterminer les différentes phases constituant les alliages élaborés (FeAl40, FeAl40NiB, FeAl40Ni, FeAl40NiMoB).

Pour connaître les structures cristallographique on procède à une comparaison entre les pics expérimentaux obtenus et les pics théoriques des fiches (ASTM) de façon que le spectre simulé coïncide le plus parfaitement possible avec le spectre expérimental.

L'analyse de l'alliage FeAl40 par DRX a montré que la phase principale est la phase FeAl. Elle est indiquée par l'intensité des pics de raie de la phase FeAl. Signalons aussi la présence d'un faible pic, qui représente les précipités de l'aluminium (figure 4.3). Dans l'alliage FeAl40Ni (figure 4.4), la phase FeAl est accompagnée d'une nouvelle phase d'alumine (Al_2O_3) dans les halos de diffraction qui sont de faible intensité.

Pour l'alliage FeAl40NiB (figure 4.5), on remarque bien que la phase FeAl est représentée par un pic majeur et trois pics de faible intensité. La phase d'oxyde d'aluminium est identifiée par deux faibles pics.

Les spectres de diffraction de l'alliage FeAl40NiMoB (figure 4.6), montre aussi la présence de la phase FeAl représenté par les raies les plus intenses et la phase d'alumine est identifiée par deux faibles pics, ainsi que une nouvelle phase de Mo_3Al représenté par des faible pics.

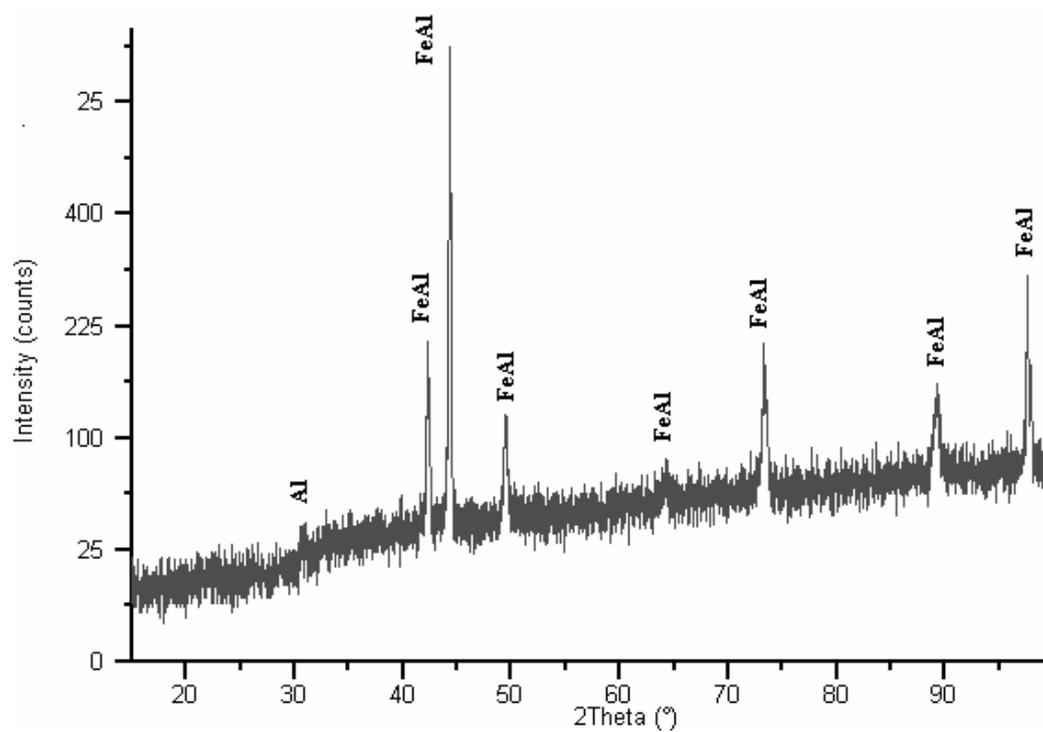


Figure 4.3 : Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40

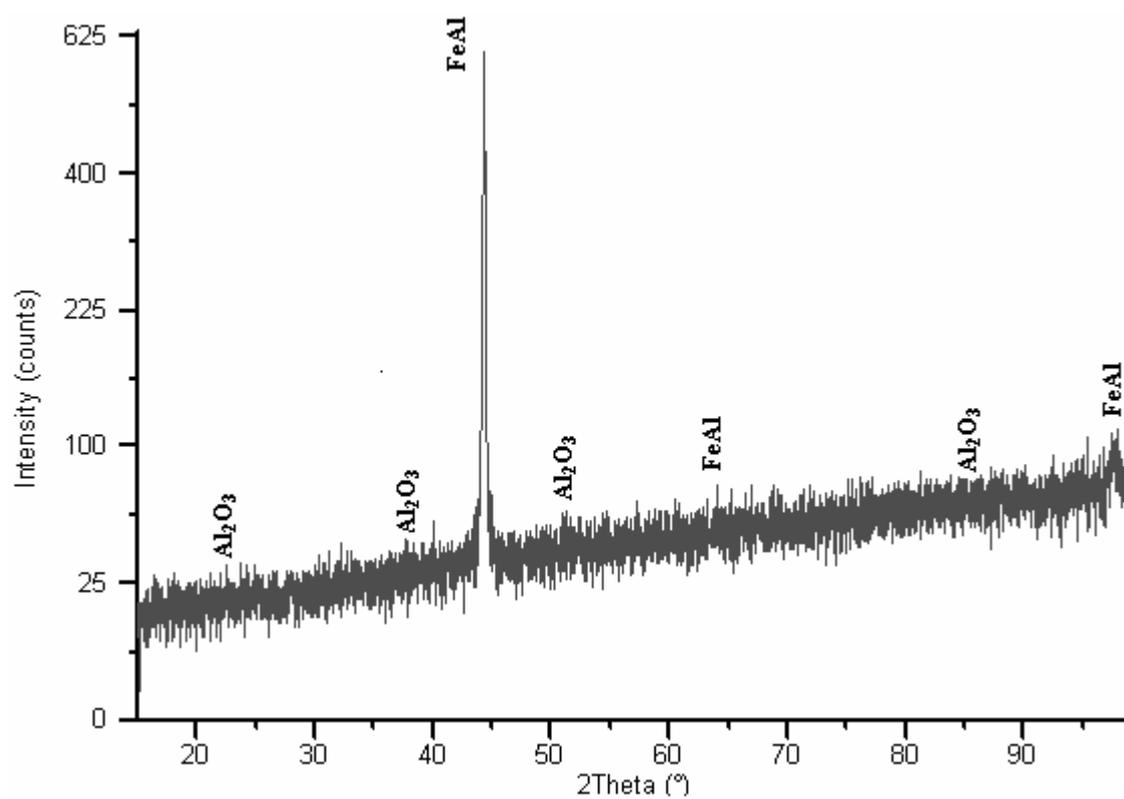


Figure 4.4 : Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40Ni

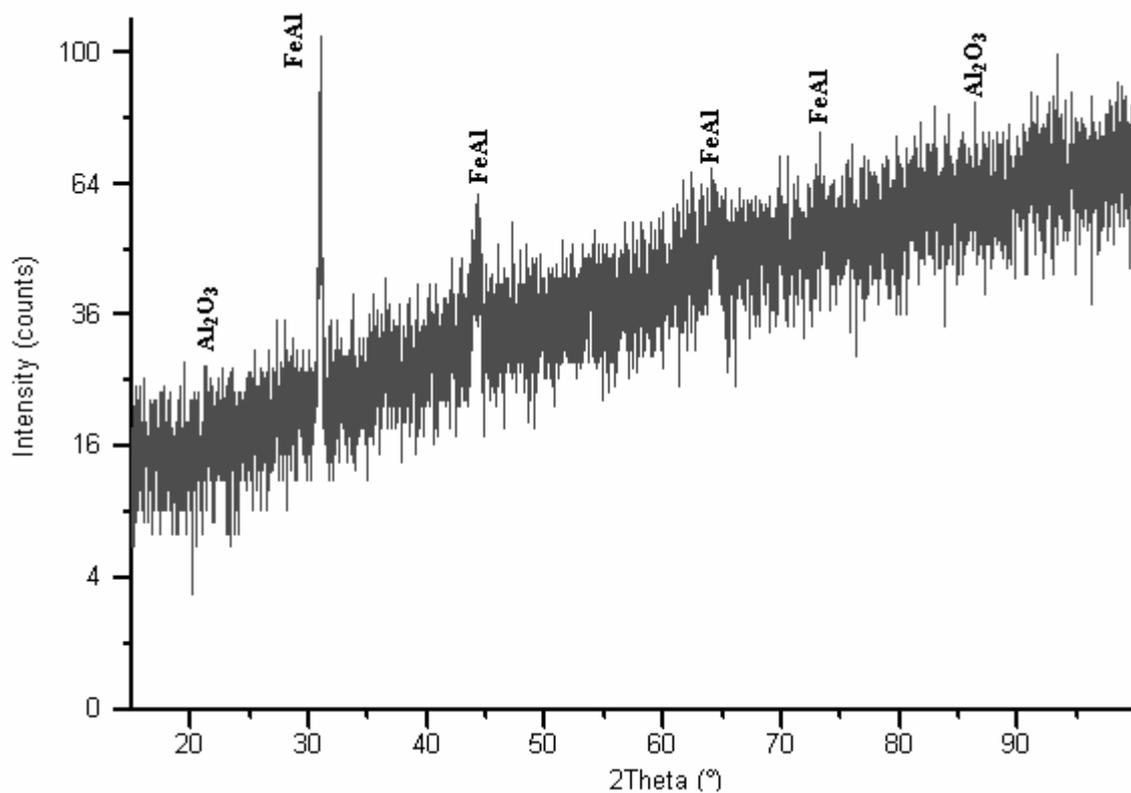


Figure 4.5 : Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40NiB

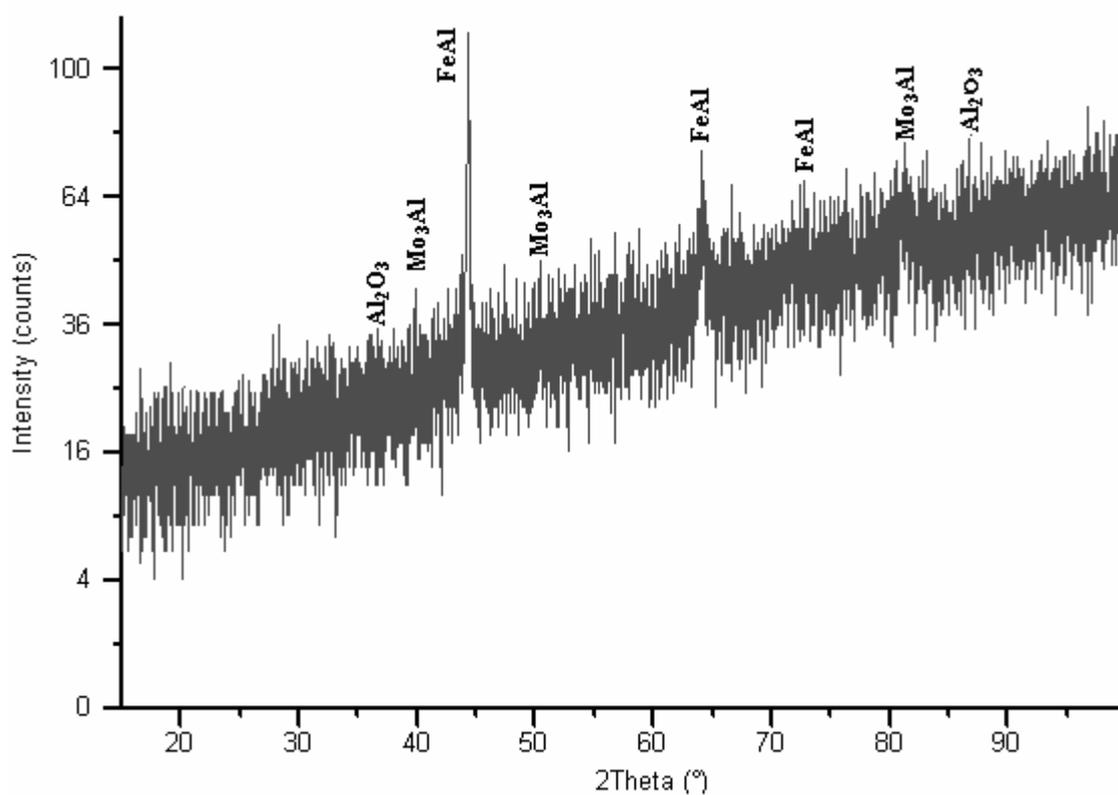


Figure 4.6 : Diffraction aux rayons X de l'alliage FeAl40NiMoB

4.5 Analyse Microstructurale

4.5.1 L'alliage FeAl40

La microstructure de l'alliage **FeAl40** (Ech N°1) observé au microscope optique est montré sur la figure 4.7, révèle la présence des grains de taille moyenne, d'une couleur grise dégradé d'un grain à un autre et de forme polygonale.

L'observation très approfondie de l'échantillon n°1 est faite par microscope électronique à balayage et est montré à la figure 4.8, révèle l'existence de deux structures. La première se traduit par une surface lisse foncée, et la deuxième claire est représentée par des reliefs après polissage (surface rugueuse). L'analyse thermique différentielle, Analyse diffractométrique (DRX) et l'analyse par spectroscopie dispersive en énergie (SDE), (figure 4.9, figure 4.10), ont montré l'existence d'une seule phase (FeAl) mais avec deux concentrations différentes, la phase (FeAl) claire contient une grande quantité d'aluminium par rapport à l'autre phase (FeAl) foncée. Ainsi que ces essais ont montrés que les ségrégations déjà vues sont des ségrégations d'aluminium (figure 4.11).

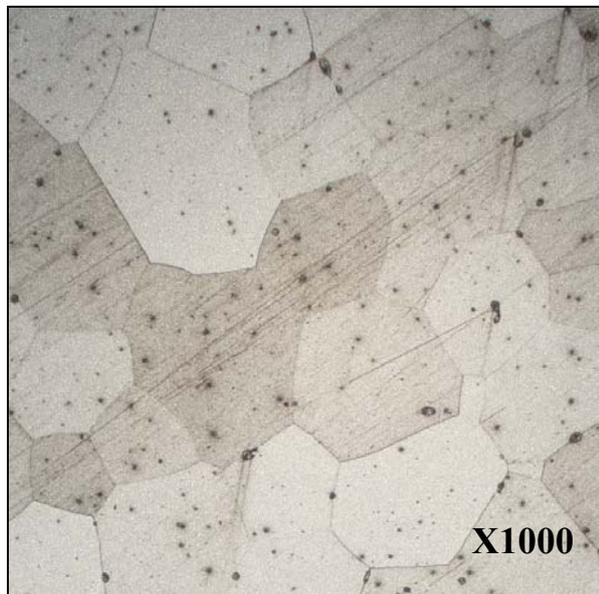


Figure 4.7: Microstructure d'un alliage FeAl40 (Ech n° 01)

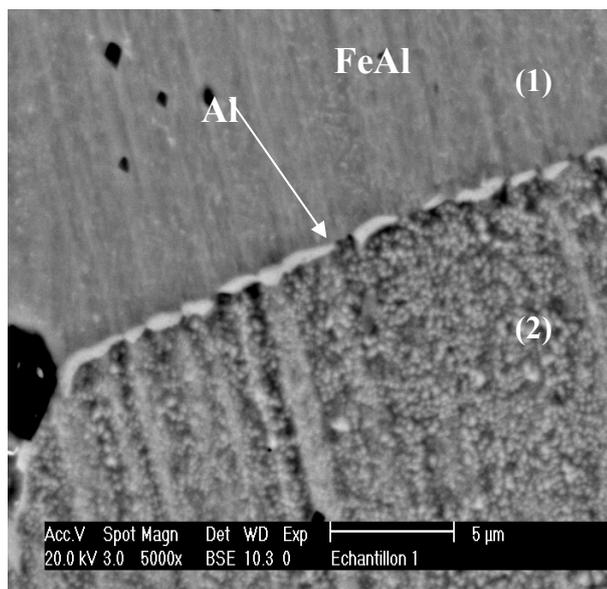
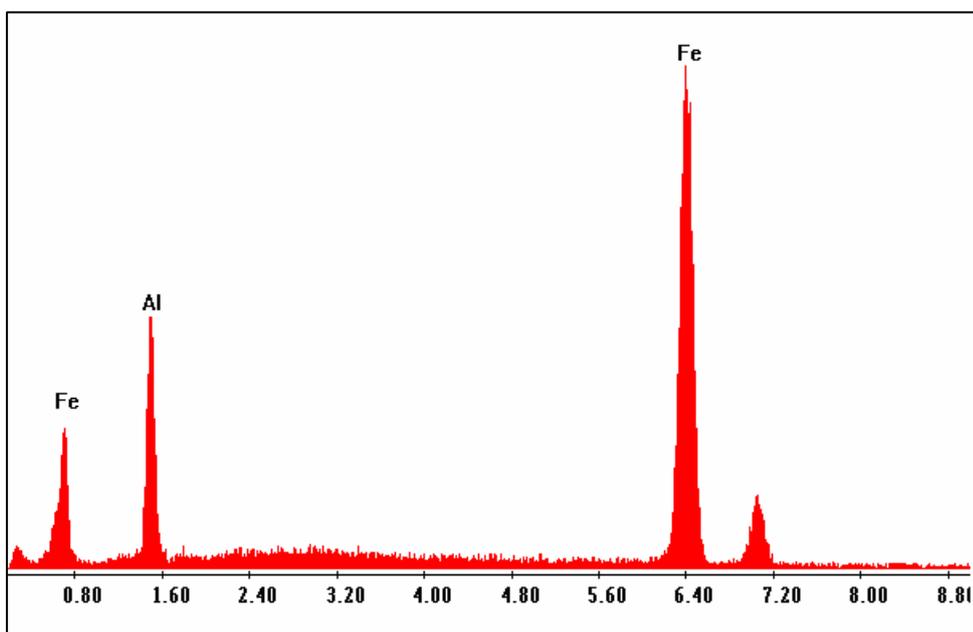
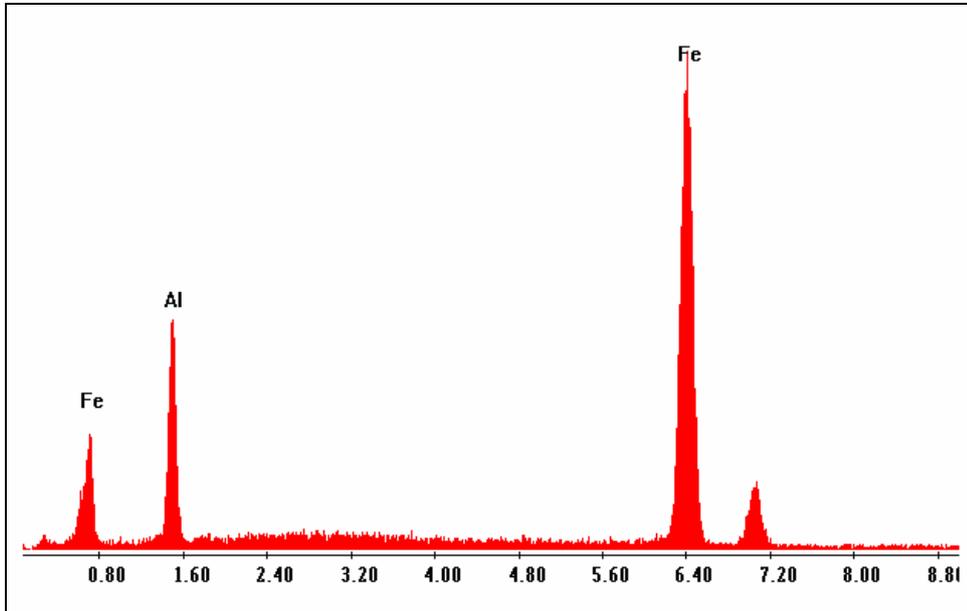


Figure 4.8 : Photo MEB de L'alliage FeAl40 (Ech n° 01)



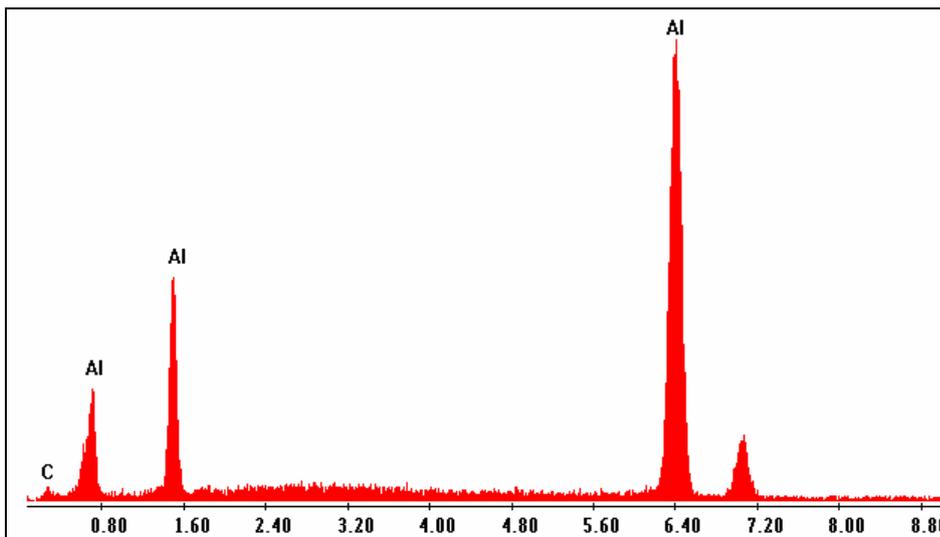
<i>Elément</i>	<i>Wt %</i>
<i>Fe</i>	76.37
<i>Al</i>	23.63

Figure 4.9 L'analyse SDE de L'alliage FeAl40 dans la phase FeAl (2)



<i>Elément</i>	<i>Wt %</i>
<i>Fe</i>	77.5
<i>Al</i>	22.50

Figure 4.10 L'analyse SDE de L'alliage FeAl40 dans la phase FeAl (1)



<i>Elément</i>	<i>Wt %</i>
<i>C</i>	0.05
<i>Al</i>	99.95

Figure 4.11 L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40 au joint de grain

4.5.2 L'alliage FeAl40Ni

L'alliage FeAl40Ni (avec 40% Al, Ni 2.5%), montré au microscope optique (figure 4.12), révèle la présence des grains de taille et de couleur identique à celle observé dans l'alliage FeAl40.

L'observation de l'alliage FeAl40Ni au microscope électronique (figure 4.13), l'analyse diffractométrique (DRX) et la spectroscopie dispersive en énergie (SDE) (figure 4.14, figure 4.15), révèle l'existence d'une seule phase FeAl (solution solide de nickel en substitution dans l'alliage FeAl) mais avec une concentration non homogène du fer et de l'aluminium. Ceci explique la dégradation de couleurs d'un grain à un autre comme déjà vue dans l'alliage FeAl40, d'après la littérature [1]

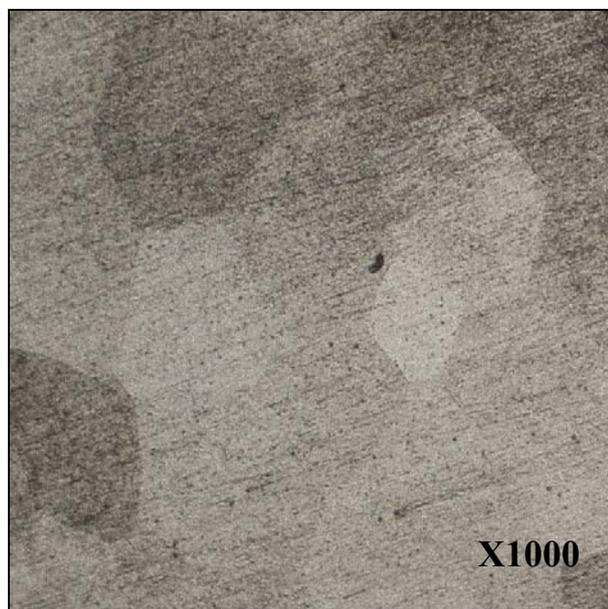


Figure 4.12 : Microstructure d'un alliage FeAl40Ni (Ech n° 02)

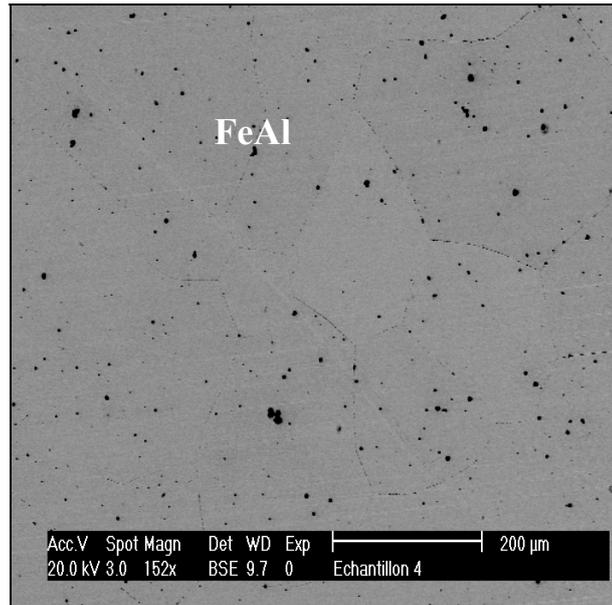
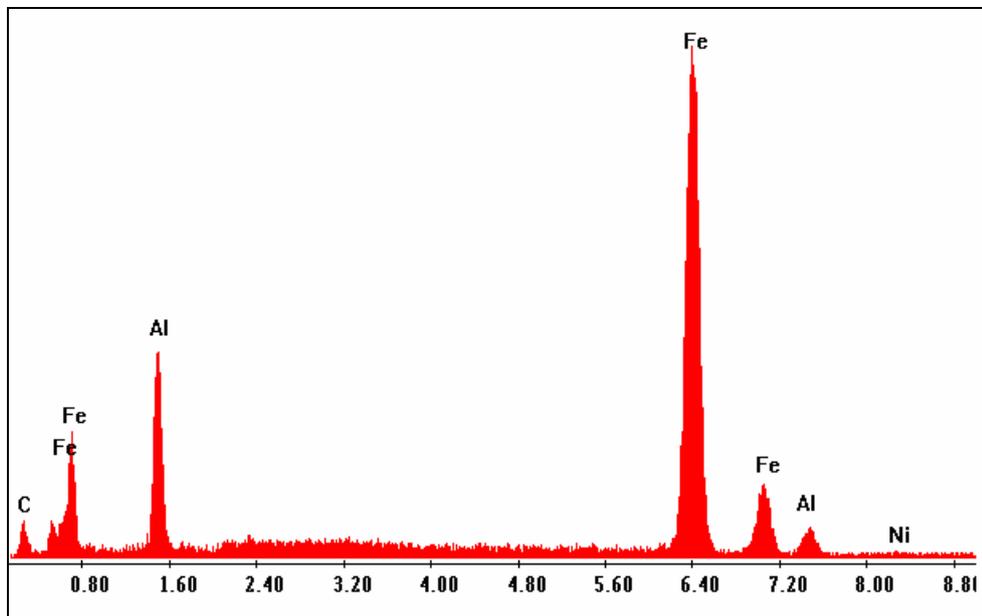


Figure 4.13: Photo MEB de L'alliage FeAl40Ni



<i>Elément</i>	<i>Wt %</i>
<i>Ni</i>	0.5
<i>Al</i>	22.11
<i>Fe</i>	77.39

Figure 4.14 L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40Ni (phase gris foncé).

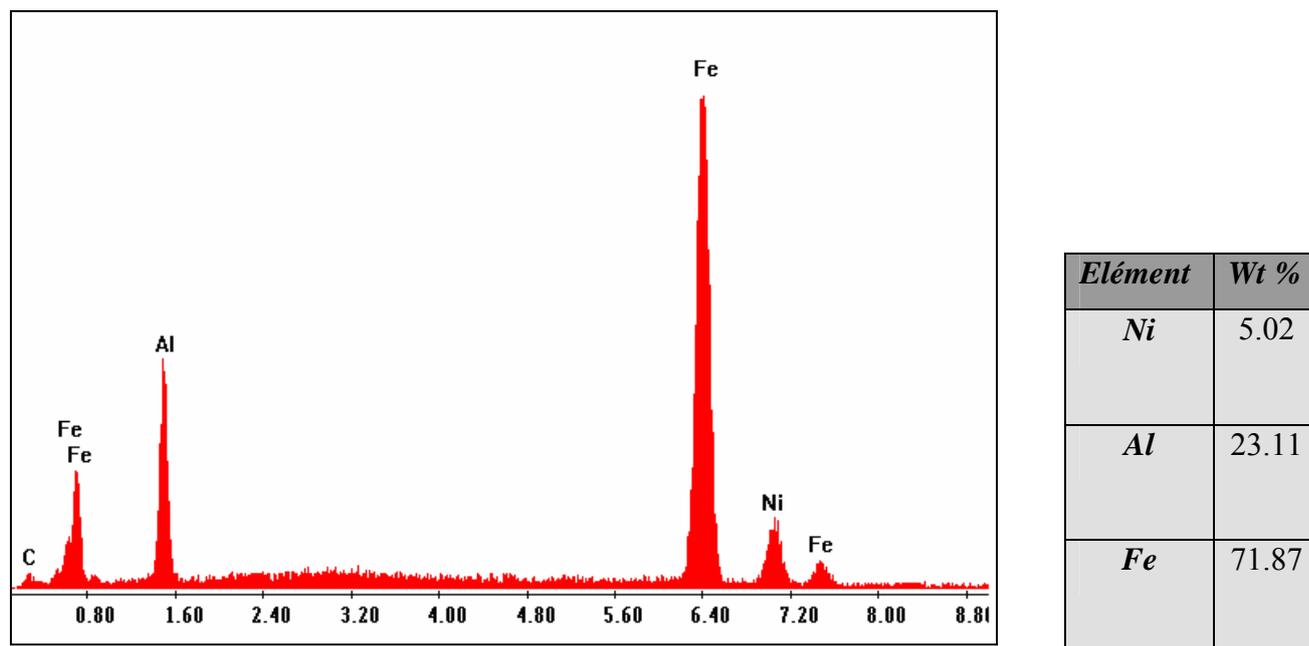


Figure 4.15 L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40Ni (phase gris claire).

4.5.3 L'alliage FeAl40NiB

L'observation au microscope optique de l'alliage FeAl40NiB (avec 40% Al, Ni 4% et 0.04%B), (figure 4.16) montre une structure avec des grains allongé sous forme de bâtonnets dans la matrice de couleur grise dégradée d'un grain à un autre.

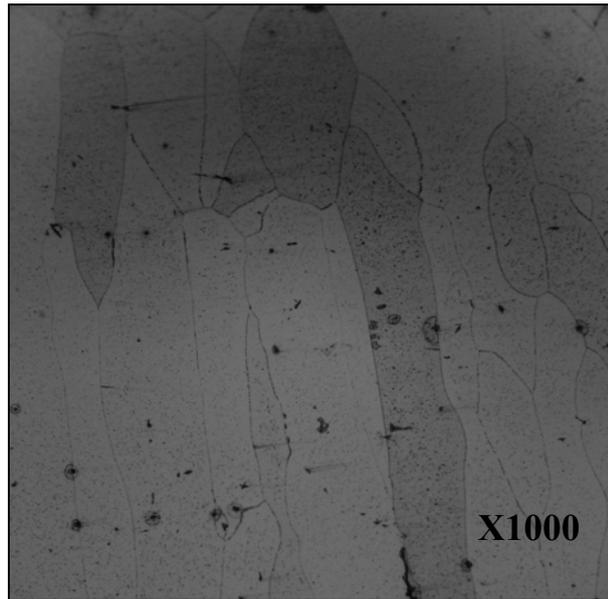


Figure 4.16: Microstructure d'un alliage FeAl40NiB (Ech n° 03)

L'observation poussée de l'alliage FeAl40NiB au microscope électronique (figure 4.17), figure 4.18 nous révèle la présence des précipités à la base de borures aux quelques joints de grains. Cette précipitation est probablement causée par l'effet du nickel sur la diminution de la limite de solubilité du bore dans la matrice FeAl favorisant ainsi la précipitation de borures intergranulaire. On remarque aussi une discontinuité de joints de grains dû à la présence du bore qui a un effet sur la cohésion de joints de grains (phénomène de la mise en ordre des plan des joints de grains) d'après la littérature [1,6,26].

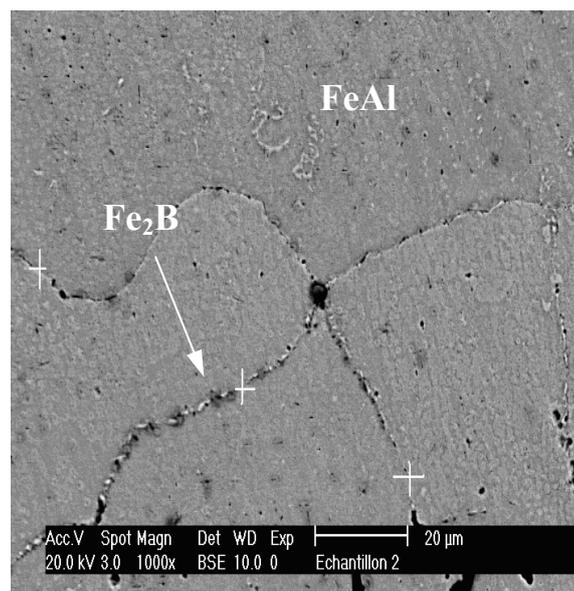


Figure 4.17 : Photo MEB de L'alliage FeAl40NiB

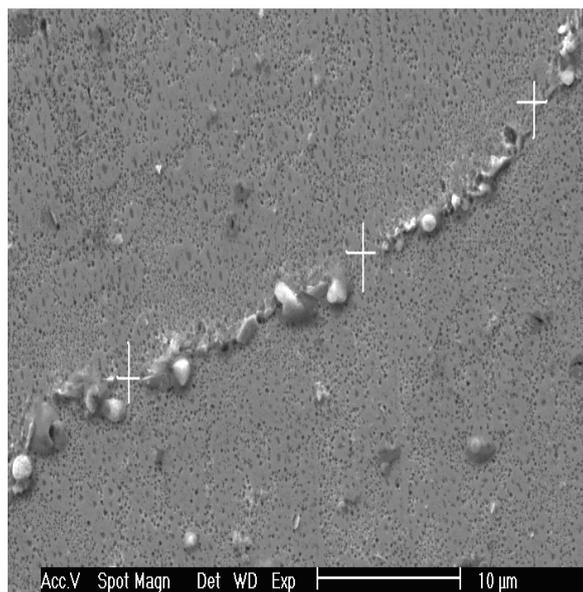


Figure 4.18 : Photo MEB de l'alliage FeAl40NiB au joint de grain

4.1.2.3 L'alliage FeAl40NiMoB

L'observation au microscope optique de l'alliage FeAl40NiMoB (avec 40% Al, Ni 4%, Mo 1% et 0.04 B) a montré la présence d'une structure morphologique des grains de taille fins (figure 4.19)

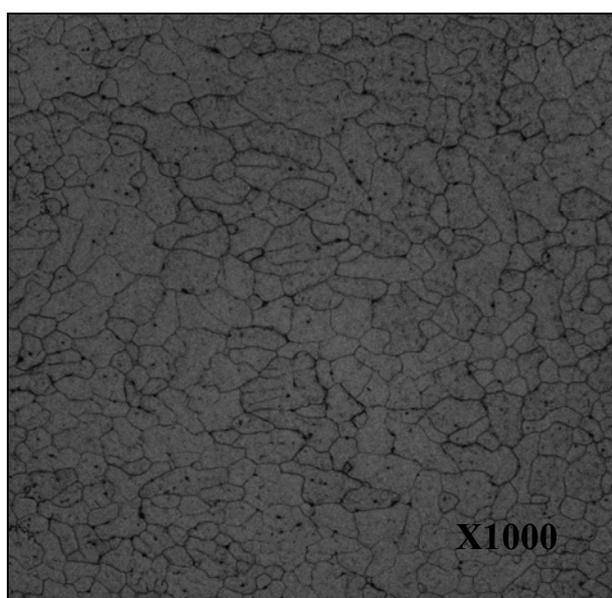


Figure 4.19: Microstructure d'un alliage FeAl40NiMoB (Ech n° 03)

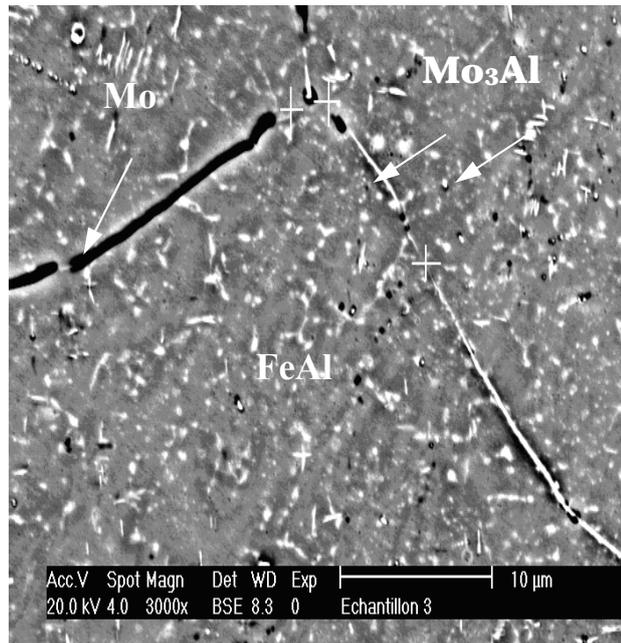
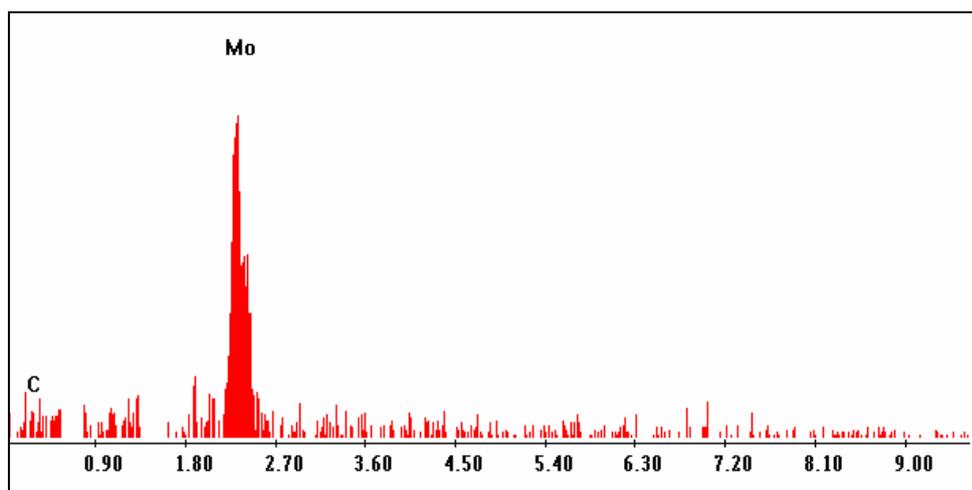


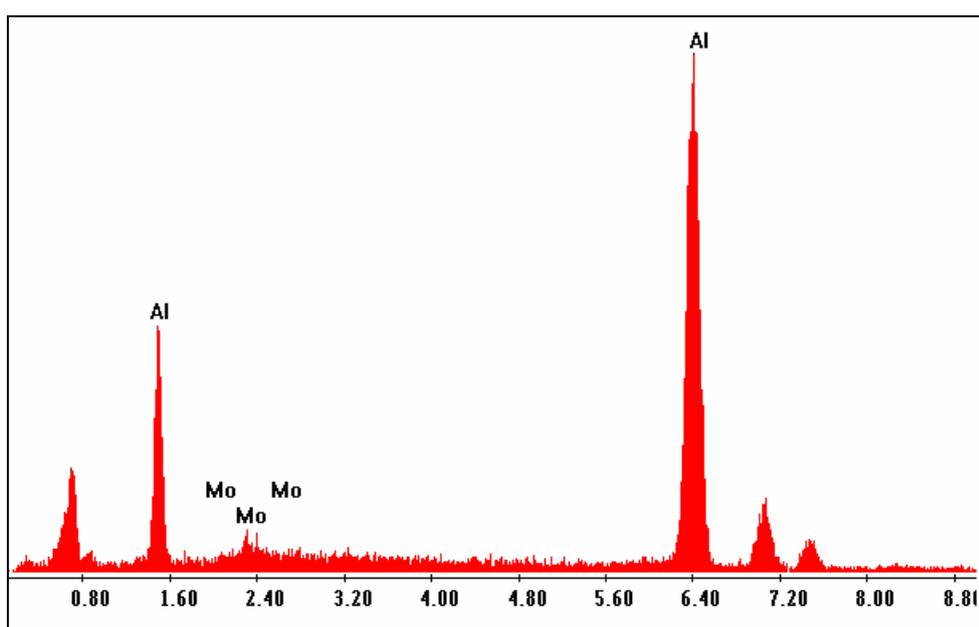
Figure 4.20: Photo MEB de L'alliage FeAl40NiMoB

L'examen au microscope à balayage de l'alliage FeAl40NiMoB permet d'observer deux types de précipitations, une d'une couleur noire au niveau de joint de grain et l'autre couleur blanche au niveau des joints de grains et aussi dispersés dans la matrice (figure 4.20). L'identification de ces dernières faites par analyse diffractométrique (DRX) et la spectroscopie dispersive en énergie (SDE) (figure 4.21, figure 4.22), a montré que le précipité de couleur noir représente le molybdène. Le précipité de couleur blanche représente la phase Mo_3Al , d'après la littérature [45]. Cette précipitation joue le rôle de freinage du grossissement du grain, On remarque aussi une discontinuité de joints de grains du l'effet de bore sur la cohésion de joints de grains. Cependant cette précipitation n'est pas prépondérante à tous les joints de grains car le pourcentage du bore présent dans le composition de l'alliage FeAl40NiMoB (0.04 %) n'est apparemment pas suffisante pour remplir cette condition.



<i>Elément</i>	<i>Wt %</i>
<i>C</i>	0.04
<i>Mo</i>	99.96

Figure 4.21 L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40NiMoBo au joint de grain (particule noir).



<i>Elément</i>	<i>Wt %</i>
<i>Mo</i>	2.04
<i>Al</i>	6.11
<i>Fe</i>	91.85

Figure 4.22 L'analyse par (SDE) de L'alliage FeAl40NiMoBo au joint de grain (particule blanc).

4.6 Microdureté

Les résultats de la microdureté Vickers prises sous une charge 50 gf sont présentés dans le tableau 4.2. On remarque que l'alliage le plus dur est l'alliage FeAl40NiMoB qui présente une dureté de l'ordre 473,66 HV, à titre comparatif, la dureté de l'alliage binaire FeAl40 est de l'ordre 377,33 HV. Cette valeur de dureté élevée peut s'expliquer par l'effet de ségrégation de molybdène au joint de grain, et la précipitation de la phase Mo₃Al dans la matrice et aux joints de grains, qui conduisent à un fort durcissement à basse température.

D'autre part, l'augmentation appréciable de la dureté (446,33 HV) de l'alliage FeAl40Ni est provoqué par l'effet de nickel sur le durcissement en solution solide.

L'addition combinée de nickel et bore ont fait diminuer la dureté (358,6 HV) de l'alliage FeAl40NiB par rapport à l'alliage binaire FeAl40. Ceci est dû à la grosseur de la taille du grain (diminution des obstacles au mouvement dislocation).

Tableau 4.2 Résultat d'essais de Microdureté

<i>nombre d'essai / Hv</i>	01	02	03	Moyenne
<i>Echantillon 01</i>	399	334	399	377,33
<i>Echantillon 02</i>	441	441	457	446,33
<i>Echantillon 03</i>	374	330	372	358,66
<i>Echantillon 04</i>	441	490	490	473,66

4.7 Essais d'usures

L'usure à l'aide d'une machine pion sur disque a été évaluée pour les composés intermétalliques à base FeAl40 avec les mêmes paramètres opératoires d'essai. Le but de ces essais est de comparer le comportement en usure de ces différents types d'échantillon et de clarifier leur

mécanisme d'usure. Dans ces essais, on mesure la perte de poids en fonction du temps, pour chaque échantillon, sous une charge de 26g et une vitesse de 50Hz avec des intervalles de temps de cinq secondes. Les échantillons étaient lavés, séchés et pesés à l'aide d'une balance de précision de 10^{-4} g avant et après chaque essai.

Les essais étaient réalisés sous atmosphère ambiante du laboratoire LTSM et à sec. Les résultats d'essai d'usure sont montrés sur la figure 4.23 qui présente l'usure de l'échantillon N°1 (FeAl40), de l'échantillon N°2 (FeAlNi), de l'échantillon N°3 (FeAlNiB) et de l'échantillon N°4 (FeAlNiMoB).

On constate d'après l'analyse de cette courbe la résistance à l'usure est décroissante respectivement pour l'alliage FeAlNiMoB, vient après l'alliage FeAlNi, en suite l'alliage FeAl40 et enfin l'alliage FeAlNiB semble le moins résistant.

Les duretés des différents alliages cités ci haut semblent confirmer ce classement. Cependant, il faut souligner l'influence des éléments d'addition :

- sur la dureté et donc la réponse de ces alliages à l'élaboration.
- sur la microstructure finale obtenue.

Ainsi, l'ajout des éléments tels que le nickel, le bore et le molybdène contribue à l'affinement des grains et par conséquent à l'augmentation de la dureté.

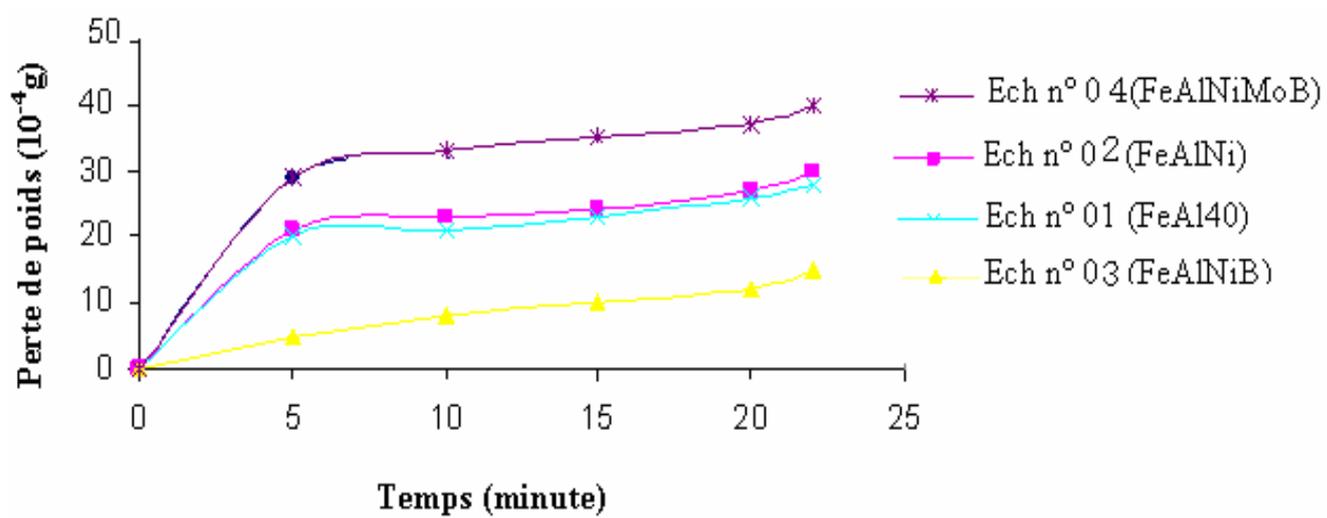


Figure 4.23 : Usure des différents échantillons élaborés

CONCLUSION

De nouvelles solutions métallurgiques ont permis de développer des alliages intermétalliques FeAl possédant des propriétés industriellement intéressantes (les caractéristiques mécaniques rapportées à la densité, notamment pour remplacer les superalliages très onéreux à base d'aluminium utilisés en aéronautique dans des applications à hautes températures

L'objectif de ce travail est d'élaborer des alliages intermétallique à base d'alliage FeAl40 avec un ajout d'éléments d'additions tel que le (Nickel, Molybdène, Bore, chrome), et voir leurs effets, sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques et tribologiques.

Les conclusions essentielles qui peuvent être dégagées à la suite de cette étude sont :

- La présence de nickel augmente appréciablement la dureté l'alliages FeAlNi comparativement à l'alliage binaires FeAl40. Cette augmentation peut être expliqué par les théories classiques de durcissement en solution solide par renforcement de la matrice.

- L'effet combiné du nickel / bore diminue la dureté de l'alliage FeAl40NiB. Nos observations ont montré que la présence de Nickel engendre une diminution de la limite de solubilité du bore. Cette diminution peut notamment conduire à la précipitation intergranulaire du bore qui améliore la cohésion des joints de grains.

- L'addition du molybdène à l'alliage binaire FeAl40 provoque une diminution de la taille de grain. Cette addition conduit à un fort durcissement à basse température (BT) et une bonne tenue à l'usure. Ceci peut s'expliquer par l'effet de ségrégation de molybdène aux joints de gains et les précipitations de la phase Mo_3Al dont la matrice et aux joints de grains.

- par conséquent notre étude a montré que les alliages ternaires offrent la possibilité d'avoir un optimum des propriétés mécaniques avec une bonne tenue à l'usure en faisant varier deux paramètres : la composition chimique et la microstructure.

Plusieurs questions restent ouvertes à l'issue de ce travail :

- 1) Il serait intéressant de faire une quantification de précipitation des borures pourrait s'avérer utile pour préciser l'influence du Nickel sur la fragilité des alliages FeAlB
- 2) comprendre le rôle de la taille de grain et les l'éléments d'additions sur les autre propriétés mécaniques (l'anomalie de la limite élastique, l'allongement à la rupture ...).

Une optimisation des éléments d'additions permet d'éviter une fragilisation accrue tout en relevant les autres propriétés mécaniques et résistance à l'usure et probablement à la corrosion.

APPENDICE NOMENCLATURE

Éléments chimiques et métaux

Fe	: Fer
Al	: Aluminium
Ni	: Nickel
B	: Bore
Mo	: Molybdène
Cr	: Chrome
C	: Carbone
H ₂	: Hydrogène (état gazeux)
Cr	: Chrome
Co	: Cobalt
Mn	: Manganèse
Cu	: Cuivre
Mo	: Molybdène
Ti	: Titane
Zr	: Zirconium
Pt	Platine
Rb	Rubidium
V	vanadium
Zn	Zinc

Composés

FeAl	: Fer Aluminium
Fe ₂ B	: Borures

C_3Cl	: Sel
H_2O	: L'eau
Al_2O_3	: alumine

Abréviation

LTSM	: Laboratoire de Traitement de Surface & Matériaux
EDS	: Diffraction par électron secondaire
MEB	: Microscope électronique à balayage
DRX	: Diffraction aux rayons X
HRB	: Dureté BRINELL
HV	: Dureté VICKERS
n.s	: Non spécifié
er	: Essai de résilience
maj	: Majoritairement
f	: Flexion
IG	: Rupture intergranulaire
TG	: Rupture transgranulaire
Mixte	: Les deux modes (IG, TG)
APB	: Energie paroi d'antiphase
A_1	: le coefficient d'anisotropie
a_0	: paramètre de maille
C	: constante d'élasticité
$R_{0,2\%}$: limite conventionnelle d'élasticité
cc	: cubique centrée
$\dot{\epsilon}$: la vitesse de déformation
A%	: l'allongement à rupture
S	: Le coefficient de sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation
τ_r	: temps d'élimination des lacunes
η_t	: facteur de taille

c : la concentration en soluté
FIAC : Light weight FeAl Intermetallic Alloy

Unités de mesure

C° : Degré celcius
K : Degré Kelvin
mm : Millimètre
g : Gramme
ml : Millilitre
% : Pourcent
min : Minute
Hz : Hertz
Wt (%) : Pourcentage en poids atomique
at (%) : Pourcentage atomique

REFERENCES

1. David COLAS. «Renforcement d'alliages fer aluminium ordonné. Influence d'addition (Ni, B) et de la microstructure». Thèse Doctorat, Université Jean Monnet Saint-Étienne. 2004
2. Bradley A.J. Taylor A.H., J. «Iron and Steel», Acta Materialia, p. 339. 1932
3. Insoo Kim, «High temperature corrosion of Fe₃Al and Fe₃Al-y alloys», These Doctorate, University Cincinnati, 1999
4. M. Palm, «Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of FeAl based alloys», Intermetallics. P 1286–1295. 2005
5. Moret F., Baccino R., Martel P. et Guetaz L. «Propriétés et applications des alliages intermétalliques B2 FeAl», Acta Materialia, p. 281-289. 1996
6. Crimp M. et Vedula K. «Effect of boron on the tensile properties of B2 FeAl». Mat. Sci. Eng, p. 193-200. 1986
7. JEAN Baralis, GERARD Maeder : «Précis de métallurgie, Elaboration, Structures, Propriétés, Normalisation». Edition : AFNOR, NATHAN.
8. Miracle D.B. et Darolia R. «NiAl and its alloys», Intermetallic Compounds, Westbrook J.H. et Fleischer R.L., Editors - J. Wiley & Sons Ltd: New York. p. 53-72. 1994

9. Baker I. et Munroe P.R., « Mechanical properties of FeAl». *Int. Mat. Rev.*, p. 181-205 1997
10. Noebe R.D., Bowman R.R. et Nathal M.V «Physical and mechanical properties of the B2 compound NiAl». *Int. Mat. Rev.*, 38 (4): p. 193-232. 1993
11. Leamy H.J., Gibson E.D. et Kayser F.X., «The elastic stiffness coefficients of iron-aluminum alloys experimental results and thermodynamic analysis». *Acta Met*, p. 1827-1838. 1967
12. Miracle D.B. et Darolia R., «FeAl and its alloys», *Intermetallic Compounds*, p.53-72. 1994
13. Dongmet W, «the mechanical properties and strain-induced ferromagnetism in B2 structure FeAl single crystals», *These Doctorate, University Cincinnati*. 2002
14. G. Frommeyer, E.J. Drewes, B, «Propriétés physiques et mécaniques des aciers Allégés fer-aluminium (au Mn-Si) ». *Engl, La Revue de Métallurgie*. 2000
15. ASZETTA. D. Jordan, «the influence of minor alloying additions on material behaviour in FeAl and Ni₃Al based intermetallics», *These Doctorate, University Cincinnati*. 1999
16. P. Morgand, P. Mouturat et G. Sainfort «Structure et propriétés mécaniques des alliages Fer-Aluminium» *Acta Met* p. 867-875. 1968
17. A. Schneider, L. Falat, G. Sauthoff, G. Frommeyer, « Microstructures and mechanical properties of Fe₃Al-based Fe–Al–C alloys», *Intermetallics*.p. 1322–1331. 2005
18. J. Herrmann, G. Inden, G. Sauthoff, «Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminium alloys at high temperatures», *Acta Materialia*. p. 3233–3242. 2003
19. Sainfort G., Mouturat P., Pépin P., Petit J., Cabane G. et Salesse M., « Propriétés mécaniques à chaud des alliages fer-aluminium à forte teneur en aluminium» ». *Mém. Sci. Rev. Métall.*, p. 125-134.1963

20. Schneibel J.H., George E.P. et Anderson I.M., «Tensile ductility, slow crack growth, and fracture mode of ternary B2 iron aluminides at room temperature». *Intermetallics*, p. 185-193. 1997
21. Launois S. et Fraczkiewicz A, «Effet de l'environnement sur le comportement mécanique d'un alliage FeAl (40 at. % Al) renforcé». *Acta Materialia*, p. 223-228. 1996
22. Liu C.T. et al «nickel and iron aluminides», *Ordered intermetallic alloys, Part I* p. 38-44. 1993
23. J.R. Regina, J.N. Dupont, and A.R. Marder, «Weldability of Fe-Al-Cr overlay coatings for corrosion protection in oxidizing/sulfidizing environments», *Int. Mat. Rev*, p. 132-384. 2003
24. Jonathan William Cohron, «The effects of boron and hydrogen on the room temperature ductility and fracture behavior of Ni₃Al and FeAl», These Doctorate, University Cincinnati. New York 1997
25. Wittmann M., Wu D., Baker I., George E.P. et Heatherly L. «The role of edge and screw dislocations on hydrogen embrittlement of Fe-40Al». *Mat. Sci. Eng.* p. 352-355. 2001
26. Gay-Brun A.S. «Etude de l'effet du bore sur les alliages FeAl ordonnés de structure B2», Thèse de doctorat, St Etienne. 1998
27. Pike L.M. et Liu C.T. «The effect of vacancies on the environmental yield strength dependence of boronfree and boron-doped Fe-40Al». *Intermetallics*. p.1413-1416. 2000
28. Pang L. et Kumar K.S., «Complex faults in a B2 iron aluminide alloy». *Acta Mat.*, p. 2215-2226. 2001
29. Risanti D., Deges J., Falat L., Kobayashi S., Konrad J., Palm M., Schneider A., Stallybrass C. «Dependence of the brittle-to-ductile transition temperature (BDTT) on the Al content of Fe-Al alloys». *Stein Intermetallics*. P 1337-1342. 2005

30. A. Kellou, H.I. Feraoun, T. Grosdidier, C. Coddet, H. Aourag, «Energetics and electronic properties of vacancies, anti-sites, and atomic defects (B, C, and N) in B2-FeAl alloys», *Acta Materialia*, p. 3263–3271. 2004
31. Lejcek P. et Fraczkiewicz A., «Boron segregation in intermetallics: on the possible origins of a low-level intergranular segregation». *Intermetallics*, p. 1053-1063. 2003
32. Webb G., Juliet P. et Lefort A., «Optimization of the boron content in FeAl (40 at.% Al) alloys». *Scripta Metall. Mater.*, p. 769-772. 1993
33. Carleton R., George E.P. et Zee R.H., « Effects of deviations from stoichiometry on the strength anomaly and fracture behavior of B-doped FeAl». *Intermetallics*, p. 433-441. 1995
34. Calonne O., Fraczkiewicz A. et Louchet F., «Yield strength anomaly in B2-ordered FeAl alloys : role of boron». *Scripta Mat.*, p. 69-75. 2000
35. Kong C.H. et Munroe P.R., «The effect of ternary additions on the vacancy hardening of FeAl». *Scripta Metall. Mater.*, p. 1079-1083. 1994
36. Anderson I.M., «Alchemi study of site distributions of 3d-transition metals in B2-ordered iron aluminides». *Acta Mat.*, p. 3897-3909. 1997
37. Medvedeva N.I., Gornostyrevb Y.N., Novikov D.L., Mryasov O.N. et Freeman A.J., «Ternary site preference energies, size misfits and solid solution hardening in NiAl and FeAl». *Acta. Mat.*, p. 3433-3442. 1998
38. Bozzolo G.H., Noebe R.N. et Amador C., «Site occupancy of ternary additions to B2 alloys». *Intermetallics*, p. 149-159. 2002
39. Banerjee G.H., Khalil J. et Noebe R.N., «Modeling of the site preference in ternary B2-ordered Ni–Al–Fe alloys». *Computational Materials Science*, p. 457-480. 2002
40. Munroe P.R., «The effect of nickel on vacancy hardening in iron-rich FeAl». *Intermetallics*, p. 5-11.1996

41. Schneibel J.H., Specht E.D. et Simpson W.A., Solid solution strengthening in ternary B2 iron aluminides containing 3d transition elements. *Intermetallics*, p. 581-583. 1996
42. Pike L.M., Anderson I.M., Liu C.T. et Chang Y.A., Site occupancies, point defect concentrations, and solid solution hardening in B2 (Ni,Fe)Al. *Acta Mat.*, p. 3859-3879. 2002
43. George E.P. et Baker I, «model for the yield strength anomaly of Fe-Al». *Phil. Mag.* p.737-750. 1998
44. A. Schneider, G. Frommeyer, « Flow stress anomaly and order–disorder transitions in Fe₃Al-based Fe–Al–X alloys with X=V, Mo, Ni», *Intermetallics*. p. 71–82. 2003
45. L. Falat, A. Schneider, G. Sauthoff, G. Frommeyer, «Mechanical properties of Fe–Al–M0–C (MZTi, V, Nb, Ta) alloys with strengthening carbides and Laves phase», *Intermetallics*. P. 1256–1262. 2005