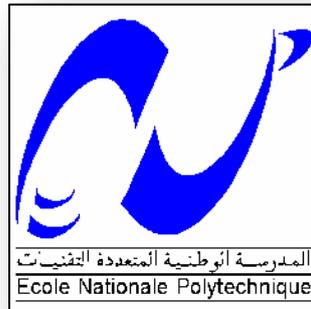


*République Algérienne Démocratique et Populaire*

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

## École Nationale Polytechnique



DÉPARTEMENT DE MÉTALLURGIE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Métallurgie

Thème :

Effet de vieillissement thermique sur la résistance mécanique dans  
l'alliage Al-Zn-Mg de nuance 7020

**Proposé et encadré par :**

**Mr.ABADLI. Kamel**

**Réalisé par :**

**ZEMMAL Abderrahmane**

Promotion juin 2013

## Résumé

Ce travail consiste à étudier le phénomène et la cinétique de la précipitation pendant les différents traitements de trempe et vieillissement naturelle et artificiel d'un alliage d'aluminium de nuance 7020 (Al-Zn-Mg). Pour cela nous nous sommes basés sur le moyen de caractérisation de la mesure de la micro-dureté. Les valeurs mesurées permettent de calculer la fraction transformée pour différentes valeurs de température et du temps en appliquant l'équation de Merle.

- **Mots clés :** Alliages d'aluminium Al-Zn-Mg, alliage 7020, vieillissement thermique, phases métastables durcissantes, micro-dureté, relation de Merle fraction transformée, relation de Jonhson-Mehl-Avrami (JMA), cinétique de la précipitation.

## Abstract

This work consists on the study of the phenomena and the kinetics of the precipitation during the different treatments of quenching and natural and artificial aging of Aluminium 7020 Alloy (Al-Zn-Mg). For that purpose we based on the characterization technique by the measurement of micro-hardness. The measured values are used to calculate the transformed fraction for different values of temperature and time by using the equation of Merle.

- **Key words:** Aluminium Alloy (Al-Zn-Mg), thermal aging, metastable hardening phases, micro-hardness, relationship Merle fraction transformed, relationship of Jonhson-Mehl-Avrami (JMA), kinetics of precipitation.

## ملخص

الهدف من هذا العمل يتمثل في دراسة ظاهرة وحركية الترسبات خلال مختلف المعالجات الحرارية الطبيعية منها والاصطناعية لخليط الألمنيوم ذو الرمز 7020 (Al-Zn-Mg). من أجل هذا ركزنا على الوسائل التي تحدد خصائص قياسات الصلابة الدقيقة. هاته النتائج المحسوبة تسمح لنا بحساب النسبة المتحولة لدرجات حرارة وأزمنة مختلفة بتطبيق معادلة Merle.

- **الكلمات المفتاحية:** خلائط الألمنيوم Al-Zn-Mg، خليط الألمنيوم ذو الرمز 7020، الإزمان الحراري، الترسبات الشبه المستقرة، الصلابة الدقيقة، علاقة Merle، النسبة المتحولة، علاقة Jonhson-Mehl-Avrami (JMA)، سرعة الترسب .

## *Dédicace*

*Merci Allah (mon dieu) de m'avoir donné la capacité  
d'écrire et de réfléchir, la force d'y croire, la patience  
d'aller jusqu'au bout du rêve et le bonheur  
de lever mes mains vers le ciel et de dire  
"Ya Kayoum "*

*Je dédie ce modeste travail à celle qui m'a donné la vie, le  
symbole de tendresse, qui s'est sacrifiée pour mon  
bonheur et ma réussite, à ma mère ...*

*A mon père, école de mon enfance, qui a été mon ombre  
durant toutes les années des études, et qui a veillé tout  
au long de ma vie à m'encourager, à me donner l'aide et à  
me protéger ... Que dieu les gardes et les protège.*

*A mes sœurs,*

*A mon frère,*

*A tous mes amis,*

*A tous ceux qui me sont chères,*

*A tous ceux qui m'aiment,*

*A tous ceux que j'aime,*

*Je dédie ce travail.*

## Remerciement

*Je remercié ALLAH le tout puissant, pour ce qui nous a donné comme savoir, Ô Seigneur fais-nous don de plus de connaissance.*

*La présentation de ce modeste travail nous offre l'occasion d'exprimer toute notre reconnaissance aux personnes, qui nous ont aidés durant la préparation du présent document.*

*En premier lieu je tiens à remercier mon promoteur Mr. ABADLI pour son aide précieuse, sa disponibilité, ses orientations, et pour ses conseils judicieux sur ce travail qui nous a permis d'avancer dans ma réflexion.*

*Je tiens particulièrement à remercier mes enseignants Mr. DHERGHAL, Mr. BOUABDELLAH et Mr. SELHI d'avoir accepté d'examiner et d'évaluer ce modeste travail.*

*♥ Finalement, mes remerciements vont à tous mes amis de département métallurgie promotion 2013 ♥*

## Liste des figures

Figure I.1 Système binaire aluminium-zinc .....	11
Figure I.2 Diagramme Al-Zn-Mg. Projection du solidus .....	14
Figure I.3 Les différents types de matériaux utilisés dans la construction d'un avion civil	15
Figure II.1 Images en METHR de zones GP a) selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu. b) selon l'axe de zone [110] du 7108 .....	18
Figure II.2 Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu (7h115°C, 12h160°C); $\eta'$ semi cohérent .....	19
Figure II.3 Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu (7h115°C, 12h160°C) ; $\eta$ non cohérent .....	19
Figure II.4 Evolution classique de quelques propriétés d'un alliage à durcissement structural au cours des différents traitements thermiques .....	23
Figure II.5 Evolution isotherme de la taille, du nombre et de la fraction volumique des précipités .....	25
Figure II.6 Variation d'énergie libre causée par la formation de germes de rayon R .....	26
Figure II.7 i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité par une dislocation coin, iii) Contournement d'Orowan de précipités par une dislocation .....	29
Figure III.1 Forme et dimensions de l'alliage étudié .....	31
Figure III.2 Structure micrographique d'alliages d'aluminium 2017 (G340) présentant le phénomène de brûlure .....	32
Figure III.3 Four à résistance électrique CARBOLITE CWF 1300 (ENP, laboratoire de métallurgie) .....	33
Figure III.4 Mise en solution optimisée (temps total du traitement : 1 heure) .....	34
Figure III.5 Diagramme TTT de l'alliage d'aluminium 7075 .....	35
Figure III.6 Polisseuse mécanique de type hitech europe, à vitesse maximum de 600 tr/min. (ENP, laboratoire de métallurgie) .....	36
Figure III.7 Microscope optique de type OPTIKA. (ENP, laboratoire de métallurgie) ....	37
Figure III.8 Microduromètre (Vickers). (ENP, laboratoire de métallurgie) .....	38
Figure III.9 L'allure de la Fraction transformée en fonction du temps .....	39
Figure III.10 L'allure $\ln(\ln(1/(1-F)))$ en fonction de $\ln(t)$ .....	39
Figure IV.1 Structure de l'aluminium 7020 avant trempe avant attaque .....	40
Figure IV.2 Structure de l'aluminium 7020 avant trempe après attaque .....	40

Figure IV.3 Structure de l'alliage après trempe après attaque .....	41
Figure IV.4 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 10 heures après attaque .....	41
Figure IV.5 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 20 heures après attaque .....	42
Figure IV.6 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 40 minutes après attaque .....	42
Figure IV.7 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 100 minutes après attaque .....	43
Figure IV.8 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 2.5 heures après attaque .....	43
Figure IV.9 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un maintien à la température ambiante .....	44
Figure IV.10 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un vieillissement de 145°C .....	44
Figure IV.11 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un vieillissement de 250°C .....	45
Figure IV.12 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un vieillissement de 350°C .....	45
Figure IV.13 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant la maturation à l'ambiante .....	46
Figure IV.14 Courbe de $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$ en fonction du $\text{Ln}(t)$ à l'ambiante .....	46
Figure IV.15 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant un vieillissement de 145°C .....	47
Figure IV.16 Courbe de $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$ en fonction du $\text{Ln}(t)$ pendant un vieillissement de 145°C .....	47
Figure IV.17 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant un vieillissement de 250°C .....	48
Figure IV.18 Courbe de $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$ en fonction du $\text{Ln}(t)$ pendant un vieillissement de 250°C .....	48
Figure IV.19 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant un vieillissement de 350°C .....	49
Figure IV.20 Courbe de $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$ en fonction du $\text{Ln}(t)$ pendant un vieillissement de 350°C .....	49

## Liste des tableaux

Tableau I.1 Influence des éléments d'alliage .....	5
Tableau I.2 Influence d'autres métaux .....	6
Tableaux I.3 Famille d'alliages d'aluminium corroyés .....	8
Tableaux I.4 Applications des principaux alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage .....	9
Tableaux I.5 Applications des principaux alliages d'aluminium à durcissement structural	10
Tableaux I.6 Composition chimique des alliages Al-Zn-Mg .....	12
Tableau I.7 Propriétés physiques des alliages Al-Zn-Mg .....	12
Tableau I.8 Caractéristiques mécaniques des alliages Al-Zn-Mg .....	13
Tableau I.9 Aptitudes technologiques des alliages Al-Zn-Mg .....	14
Tableau II.1 Caractéristiques des précipités participant au processus de durcissement structural .....	20
Tableau II.2 Les vitesses critiques de trempe des alliages Al-Zn-Mg .....	22
Tableau III.1 Spécification de la composition chimique de l'alliage 7020 .....	30
Tableau III.2 Composition chimique de l'alliage .....	30
Tableau III.3 Caractéristiques mécaniques de l'alliage .....	30
Tableau IV.1 Paramètres de croissance n, k à différentes températures de revenu .....	50

# Sommaire

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Chapitre I. Alliages Al-Zn-Mg</b> .....	2
I.1. Avantages techniques et économiques de l'aluminium.....	2
I.2. Propriétés physiques de l'aluminium .....	4
I.3. Influence des éléments d'addition .....	5
I.3.1. Influence des éléments d'alliages .....	5
I.3.2. Influence d'autres métaux .....	6
I.4. Type de classe et classification des alliages d'aluminium.....	7
I.4.1. Les alliages d'aluminium de moulage .....	7
I.4.2. Les alliages d'aluminium de corroyage .....	7
I.4.2.1. Les alliages à durcissement par écrouissage.....	8
I.4.2.2. Les alliages à durcissement structural .....	9
I.5. Système Al-Zn-Mg (7000).....	10
I.5.1. Caractéristique des alliages Al-Zn-Mg .....	11
I.5.1.1. Composition chimique .....	11
I.5.1.2. Caractéristique physique .....	12
I.5.1.3. Caractéristique mécanique .....	13
I.5.1.4. Aptitudes technologiques et d'usage .....	13
I.6. Diagramme d'équilibre de la série 7000 .....	14
I.7. Applications industrielles .....	15

<b>Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu .....</b>	<b>17</b>
II.1. Introduction .....	17
II.2. Microstructure et durcissement structural des alliages 7000 .....	17
II.2.1. Nature des phases des alliages Al-Zn-Mg (Cu) .....	17
II.2.1.1. Les précipités durcissants .....	17
II.2.1.2. La phase $\beta$ : les dispersoïdes .....	20
II.2.1.3. Les particules intermétalliques.....	20
II.3. Traitement de durcissement structural des alliages Al-Zn-Mg .....	21
II.3.1. Mise en solution .....	21
II.3.2. Trempe .....	21
II.3.3. Détensionnement .....	22
II.3.4. La maturation .....	22
II.3.5. Revenu .....	22
II.4. Désignation des états métallurgiques .....	23
II.5. Précipitations activées pendant les traitements thermiques de trempe et de revenu ...	24
II.5.1. La précipitation hétérogène grossière .....	24
II.5.2. Précipitation homogène fine .....	24
II.5.3. Mécanismes de précipitation.....	25
II.5.3.1. La germination .....	25
II.5.3.2. Croissance .....	27
II.5.3.3. Coalescence .....	27
II.6. Durcissement structural des alliages d'aluminium .....	28
II.6.1. Durcissement par solution solide .....	28
II.6.2. Durcissement par écrouissage .....	28
II.6.3. Durcissement par précipitation .....	29

<b>Chapitre III. Matériaux et techniques expérimentales .....</b>	<b>30</b>
III.1. Alliage étudié .....	30
III.2. Traitements thermiques de vieillissement .....	31
III.2.1. Préparation des échantillons .....	31
III.2.2. Traitement thermique de mise en solution .....	31
III.2.3. Temps de mise en solution .....	32
III.2.4. Trempe .....	33
III.2.5. Traitements de revenu .....	34
III.3. Observation micrographique .....	35
III.3.1. Enrobage .....	35
III.3.2. Polissages .....	35
III.3.3. L'attaque chimique .....	36
III.3.4. Observation microscopique .....	36
III.3.5. Micro-dureté .....	37
III.4. Étude de la cinétique de précipitation .....	38
<b>Chapitre IV. Résultats et interprétations .....</b>	<b>40</b>
IV.1. Observation microscopique .....	40
IV.1.1. Métal de base .....	40
IV.1.2. Alliage trempé .....	41
IV.1.3. Alliage revenu (T=145°C) .....	41
IV.1.4. Alliage revenu (T=250°C) .....	42
IV.1.5. Alliage revenu (T=350°C) .....	43
IV.2. Résultats de la micro-dureté .....	44
IV.2.1. La maturation .....	44

IV.2.2. Revenu à la température 145°C .....	44
IV.2.3. Revenu à la température 250°C .....	45
IV.2.4. Revenu à la température 350°C .....	45
IV.3. Cinétique de précipitation .....	46
IV.3.1. Maturation .....	46
IV.3.2. Revenu à la température 145°C .....	47
IV.3.3. Revenu à la température 250°C .....	48
IV.3.4. Revenu à la température 350°C .....	49
IV.4. Interprétation des résultats .....	50
IV.4.1. Evolution structurale .....	50
IV.4.2. Durcissement dans l'alliage d'aluminium 7020 .....	51
IV.4.3. Les courbes et paramètres de croissance (n,k) de la fraction transformée .....	51
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>52</b>

## Introduction générale

L'aluminium comme les autres métaux techniquement purs, à 99,5 % et plus, a de faibles propriétés mécaniques. C'est la raison pour laquelle, dès la fin du XIX siècle, les métallurgistes ont cherché à améliorer plusieurs de ses propriétés en y ajoutant d'autres métaux. En fait, on peut considérer que la métallurgie de l'aluminium ne débute réellement qu'avec la découverte du durcissement structural des alliages d'aluminium au cuivre.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés par un alliage de l'aluminium 7020 à hautes caractéristiques mécaniques. Cet alliage, constitué principalement de Zn, Mg, est notamment utilisé dans beaucoup de domaines à savoir les plaques de blindage des chars légers, engins de franchissement, des réservoirs de gaz liquéfiés pour fusées et d'autres applications en aéronautique. Ces applications nécessitent des exigences spécifiques auxquelles répond l'alliage 7020: des propriétés mécaniques élevées, une faible densité et une bonne soudabilité.

L'alliage 7020 subit un vieillissement important par la précipitation de phases métastables et stables durcissantes. Ces phases, dans certaines conditions de service, sont susceptibles d'améliorer le comportement mécanique du matériau.

L'étude a été répartie en deux parties :

- La première est consacrée à l'étude bibliographique dans laquelle nous présentons des généralités sur les alliages Al-Zn-Mg ainsi que le mécanisme de durcissement par précipitation dans ces alliages.
- Dans la seconde partie, nous étalons l'aspect expérimental qui contient deux chapitres: le premier consacré à la présentation des matériaux et moyens employés, tandis que le deuxième expose les différents résultats obtenus et leurs interprétations.

# **Chapitre I. Alliages Al-Zn Mg**

### I.1. Avantages techniques et économiques de l'aluminium

L'aluminium est le troisième élément de l'écorce terrestre en quantité (7,5%) après l'oxygène et le silicium. Avec 25 millions de tonnes de consommation mondiale annuelle, l'aluminium occupe la première place de la métallurgie des métaux non ferreux [1].

Une telle consommation repose bien évidemment sur des propriétés particulières de l'aluminium : léger, résistant à la corrosion, conducteur de la chaleur et de l'électricité, recyclable. Ceci explique qu'il soit aujourd'hui utilisé dans la plupart des grands marchés industriels : transports terrestres, maritimes ou aérospatiaux, emballage, bâtiment, électricité, mécanique... [2].

#### a) La légèreté

L'aluminium est léger et de plus présente des caractéristiques mécaniques très élevées. Il constitue de ce fait 80% du poids des avions actuels. Il est très utilisé aussi dans les transports terrestres rapides TGV et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile [3].

Sa masse volumique est de  $2700 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ , soit presque trois fois moindre que celle des aciers. Et pour les alliages d'aluminium elle est comprise entre  $2600 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  et  $2800 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ . Plusieurs domaines d'application tirent profit de la légèreté :

- **Le transport :** Les avions, les véhicules industriels, les transports ferroviaires urbains.
- **Le transport d'énergie électrique :** L'aluminium peut remplacer le cuivre dans les câbles électriques grâce à sa légèreté et sa conductivité électrique [1].

#### b) La conductivité thermique

L'aluminium non allié a une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 60 % de celle du cuivre, le plus performant des métaux usuels. La conductivité thermique des alliages d'aluminium dépend de leur composition et de leur état métallurgique [1].

#### c) La conductivité électrique

La conductivité électrique de l'aluminium est de l'ordre des deux tiers de celle du cuivre qu'il a remplacé dans beaucoup d'applications électriques. Les câbles électriques souterrains sont constitués de fils conducteurs en aluminium câblés en hélice et isolés soit par du papier imprégné d'huile, soit, de plus en plus fréquemment, par des matières synthétiques. Leur protection extérieure est assurée par des gaines de plomb ou d'aluminium recouvertes de gaines synthétiques [1,4].

#### **d) La tenue à la corrosion**

En comparaison avec l'acier par exemple, L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, et industriel. Cette résistance est expliquée par la formation d'une couche d'alumine ( $Al_2O_3$ ) à la surface non soluble dans l'eau et protégeant le métal contre les milieux oxydants [5]. Cette très bonne tenue à la corrosion a plusieurs conséquences importantes pour les utilisateurs :

- La durée de vie des équipements, du matériel, peut être très longue.
- L'entretien est très réduit.
- L'aspect du matériel est mieux conservé du fait de la très bonne tenue à la corrosion.

#### **e) Aptitude aux traitements de surface**

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

- La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle » est jugée insuffisante,
- La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûres ou le noircissement,
- La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle,
- La décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire [3].

#### **f) Diversité des alliages d'aluminium**

Les progrès permanents de la métallurgie de l'aluminium ont abouti à proposer des alliages de plus en plus performants, bien adaptés aux utilisations envisagées, aux techniques classiques ou spécialisées de mise en œuvre [1].

Tellement nombreux, les alliages d'aluminium sont regroupés conformément à une nomenclature rigoureuse et complexe. Ainsi le métal pur non allié constitue la série 1000 et les autres séries dépendent de la nature de l'élément d'alliage principal (2000 pour le Cu, 3000 pour le Mn, 4000 pour le Si, 5000 pour le Mg, 6000 pour le Mg et le Si, 7000 pour le Zn). D'une famille à une autre les propriétés caractéristiques sont très variables : les alliages de la famille 5000 sont soudables et résistants à la corrosion tandis que ceux de la famille 2000 ont des caractéristiques mécaniques plus élevées, mais sans possibilité de soudage par les procédés classiques, et avec une sensibilité marquée à la corrosion atmosphérique [3].

### g) Recyclage

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. Pour recycler l'aluminium, on le fait simplement fondre. En plus des bénéfices environnementaux, le recyclage de l'aluminium est beaucoup moins coûteux que l'extraction à partir du minerai de bauxite. Il nécessite 95 % d'énergie en moins et une tonne d'aluminium recyclé permet d'économiser quatre tonnes de bauxite. En sautant l'étape de l'électrolyse, qui demande beaucoup d'énergie, on évite les rejets polluants qui lui sont associés. L'aluminium est quasi recyclable à l'infini sans perdre ses qualités, à condition de ne pas fondre dans un même bain des alliages de composition différente [6].

## I.2. Propriétés physiques de l'aluminium

L'aluminium est un élément du groupe III<sup>ème</sup> de la classification de Mendeleïev. Il cristallise dans une structure cubique à faces centrées [7]. Il est particulièrement apprécié pour certaines de ses caractéristiques :

- Sa faible masse volumique ;  $2,7 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  ;
- Son paramètre de la maille;  $a=4,0494 \text{ \AA}$  à  $20^\circ\text{C}$  ;
- Sa masse atomique;  $M=26,97$  ;
- Sa température de fusion égale à  $660^\circ\text{C}$  ;
- Sa faible résistivité électrique;  $\rho=0,0265 \mu\Omega\cdot\text{m}$  à  $20^\circ\text{C}$  ;
- Sa forte conductivité thermique;  $\lambda=237 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  à  $20^\circ\text{C}$  ;
- Sa bonne résistance à certaines corrosions et notamment à la corrosion atmosphérique.

Ces propriétés font que l'aluminium est très utilisé à l'état pur ou plus exactement à l'état non allié (dans les pays développés plus de 40 % de la consommation d'aluminium se fait à cet état) mais il ne possède pas des performances mécaniques très élevées [8]. On peut donner les ordres de grandeur suivants :

- Limite d'élasticité  $R_{p0,2}=20$  à  $35 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-2}$ ;
- Résistance à la traction;  $65$  à  $90 \text{ N}\cdot\text{mm}^{-2}$  ;
- Allongement à rupture;  $23$  à  $43 \%$  ;
- Dureté;  $15\text{HB}$  ;
- Potentiel d'équilibre;  $\varepsilon_{\text{Al/Al}^{+3}}^\circ = -1,66 \text{ V/ENH}$

### I.3. Influence des éléments d'addition

#### I.3.1. Influence des éléments d'alliage

L'aluminium pur, non allié possède des propriétés mécaniques faibles, afin d'améliorer ces propriétés, on est conduit à ajouter les éléments d'addition lors de sa fusion, tels que Mg, Mn, Cu, Si, Ni, Ti, Zn, Co, etc. Ces éléments entrent en solution solide ou formant des précipités qui entraînent des compositions des alliages [9]. L'influence des éléments d'alliage sur les propriétés de l'aluminium est indiquée dans le tableau I.1 et tableau I.2

*Tableau I.1 Influence des éléments d'alliage [1].*

Élément d'addition	Influence
Cuivre	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Alliages à durcissement structural.</li> <li>-Améliore les caractéristiques mécaniques.</li> <li>-Diminue la résistance à la corrosion.</li> <li>-Diminue la conductivité électrique.</li> <li>-Facilite l'usinage.</li> <li>-Rend le soudage très difficile.</li> <li>-Mise en forme possible sur état recuit ou sur trempe fraîche.</li> <li>-Bonne aptitude aux traitements de surface.</li> </ul>
Manganèse	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Alliages à durcissement par écrouissage.</li> <li>-Améliore les caractéristiques mécaniques.</li> <li>-Facilite l'emboutissage.</li> <li>-Bonne tenue à la corrosion.</li> </ul>
Magnésium	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Alliages à durcissement par écrouissage.</li> <li>-Améliore les caractéristiques mécaniques.</li> <li>-Améliore la tenue à la corrosion.</li> <li>-Alliages soudables.</li> <li>-Bonne Aptitude aux traitements de surface.</li> </ul>
Silicium	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Alliages à durcissement structural, si présence de 0,3 à 0,6% de Mg.</li> <li>-Améliore la coulabilité de l'aluminium.</li> <li>-Diminue l'usinabilité, le silicium étant un élément dur et abrasif.</li> <li>-Diminue le coefficient de dilatation linéique.</li> <li>-Possibilité de soudage de certains alliages de moulage ne contenant pas de cuivre.</li> <li>-Bonne tenue à la corrosion pour les alliages sans cuivre.</li> </ul>
Silicium + Magnésium	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Alliages à durcissement structural.</li> <li>-Améliorent les caractéristiques mécaniques.</li> <li>-Très bonne tenue à la corrosion.</li> <li>-très bonne aptitude aux traitements de surface.</li> </ul>
Zinc	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Améliore les caractéristiques mécaniques.</li> <li>-Les alliages Al-Zn ont les caractéristiques mécaniques les plus élevées de tous les alliages d'aluminium.</li> <li>-Alliages soudable, s'il n'y a pas d'addition de cuivre.</li> <li>-Tenue à la corrosion médiocre.</li> </ul>

### I.3.2. Influence d'autres métaux

Tableau I.2 Influence d'autres métaux [10].

Elément d'addition	Influence
Argent	<p>-Dans les alliages aluminium-cuivre (famille 2000), une addition de 0,5 à 2 % d'argent, améliore la résistance mécanique.</p> <p>-L'addition de 0,5 % d'argent augmente la dureté après revenu des alliages aluminium-magnésium-silicium (famille 6000), ainsi que l'ont montré de récentes études.</p> <p>-Dans les alliages aluminium-zinc-magnésium (famille 7000), une addition de 0,1 à 0,5 % améliore la résistance mécanique et la tenue à la corrosion sous contrainte.</p>
Etain	<p>-L'addition de 0,1 % d'étain dans ces mêmes alliages a pour effet de retarder la maturation à l'ambiante et de réduire la dureté de revenu, effet d'autant plus marqué si l'alliage contient du cuivre.</p> <p>-La présence d'étain, même en faible quantité (&lt; 0,1 %), affecte les processus de précipitation des phases durcissantes dans les aluminium-cuivre (famille 2000).</p>
Fer	<p>-Le fer augmente la résistance mécanique de l'aluminium, mais réduit la ténacité des alliages aluminium-cuivre (famille 2000) et aluminium-zinc-magnésium (famille 7000). C'est la raison pour laquelle le titre en fer est strictement contrôlé dans des alliages à haute ténacité, tels que les 2124, 7475, 7050, 7040.</p> <p>-Quand on en rajoute volontairement dans certains alliages aluminium/cuivre (famille 2000) contenant du nickel tel le 2618 pour améliorer la tenue au fluage, ou ceux de la famille 8000 pour améliorer les caractéristiques mécaniques de la feuille mince.</p>
Nickel	<p>-Il améliore les caractéristiques mécaniques à chaud et la tenue au fluage des alliages aluminium-cuivre dont le 2218A, qui en contient de l'ordre de 1 %.</p>
Titan	<p>-Le titane réduit très sensiblement la conductibilité électrique de l'aluminium. Ainsi pour une teneur de 0,01 % de titane, la conductibilité chute de 0,75 %. C'est la raison pour laquelle le métal destiné aux applications électriques doit être traité au bore.</p>

## I.4. Type de classe et classification des alliages d'aluminium

Bien que la plupart des métaux et certains métalloïdes soient capables de former avec l'aluminium des solutions solides, les alliages d'aluminium sont en fait basés sur quelques systèmes seulement [11]:

- Aluminium – Cuivre,
- Aluminium – Manganèse,
- Aluminium – Magnésium,
- Aluminium – Silicium – Magnésium,
- Aluminium – Zinc.

On distingue deux grandes classes d'alliages d'aluminium suivant leurs modes de transformation :

### I.4.1. Les alliages d'aluminium de moulage

Qui sont utilisés en fonderie pour la fabrication de pièces obtenues par la coulée du métal liquide dans des moules en sable, c'est la coulée en sable. Par ce procédé, on élabore des pièces aux formes plus ou moins complexe : poignées de portes, blocs moteurs, etc.

Les alliages d'aluminium pour fonderie sont référencés par une désignation de 5 chiffres. Cette désignation a été reprise en Europe par la norme «EN 1780-1» :

- EN qui signifie que l'appellation est conforme aux normes européennes, en ajoutant les préfixe A (aluminium) et C (casting : mot anglais signifiant fonderie) ce qui donne EN AC-43100 par exemple.
- Le premier chiffre indique l'élément d'addition principal de l'alliage : (série des 20000 pour le cuivre, 40000 pour le silicium, série 50000 pour magnésium ...)
- Le deuxième chiffre indique le groupe de l'alliage. Chaque groupe présente un ensemble de caractéristiques mécaniques ou physiques similaires. Par exemple les alliages du groupe Al-Si ont une composition proche de l'eutectique aluminium-silicium (12,6 % en masse) ce qui leur confère une excellente aptitude à la coulée.
- Les trois chiffres suivant indiquent une variante (exemple : 43100 comporte 0,10 % de cuivre et le 43200 plus pur comporte 0,35 % de cuivre, les proportions de zinc et nickel, de plomb et de titane varient aussi entre ces deux alliages, dans des proportions similaires). Les trois chiffres suivant sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage.

### I.4.2. Les alliages d'aluminium de corroyage

Qui sont coulés en fonderie sous forme de plaques ou de billettes et ensuite transformés en demi-produits : tôles, profilés, ... par laminage ou par filage, les demi-produits ainsi obtenus sont ensuite utilisés dans la construction mécanique où ils sont assemblés par soudage, rivetage, vissage, ..., dans le bâtiment, dans l'électricité, etc.

La désignation des alliages de corroyage se fait comme suit : Le premier chiffre indique l'élément d'alliage le plus important (Xxxx). Il est également utilisé pour désigner les différentes séries d'alliages d'aluminium telles que séries 1000, 2000 jusqu'à 8000, Le deuxième nombre (xXxx) indique des modifications par rapport à l'alliage mère. Les troisième et quatrième chiffres identifient un alliage spécifique dans la série.

Par exemple pour l'alliage 7020, le chiffre 7 indique qu'il s'agit d'un alliage de zinc, le chiffre 0 indique qu'il s'agit du métal original (mère) et le nombre 20 identifie l'alliage dans la série 7xxx [12].

La seule exception dans la série est la série 1xxx (l'aluminium pur) où les deux derniers chiffres donnent la teneur en aluminium minimale au-dessus de 99%. L'alliage 1350 contient donc au moins 99.50% d'aluminium [12]. Le tableau I.3 représente les familles d'alliages d'aluminium :

**Tableaux I.3** Famille d'alliages d'aluminium corroyés [10].

Série	Élément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
1000	Aucun (aluminium non allié)	–
2000	Cuivre (Cu)	$Al_2Cu - Al_2CuMg$
3000	Manganèse (Mn)	$Al_6Mn$
4000	Silicium (Si)	–
5000	Magnésium (Mg)	$Al_3Mg_2$
6000	Magnésium (Mg) + Silicium (Si)	$Mg_2Si$
7000	Zinc (Zn) + Magnésium (Mg)	$MgZn_2$
8000	Autres alliages d'aluminium	–

D'un point de vue métallurgique, les familles d'alliages d'aluminium de corroyage se divisent en deux groupes très distincts :

- Les alliages à durcissement par écrouissage,
- Les alliages à durcissement structural.

### I.4.2.1. Les alliages à durcissement par écrouissage

Tous les matériaux et alliages durcissent par écrouissage. Mais, dans la métallurgie de l'aluminium, cette désignation est réservée aux alliages des familles qui ne sont pas susceptible de durcissement structural. Ils appartiennent aux familles 1000, 3000, 5000 (Tableaux I.4). Leur gamme de fabrication est faite d'une suite de mises en forme à chaud et éventuellement à froid, associée à des recuits intermédiaires ou finaux.

**Tableaux I.4** Applications des principaux alliages d'aluminium à durcissement par écrouissage [2].

Familles d'alliages	Principaux alliages de la famille	Principales applications
1000	1199, 1089, 1050A, 1100, 1200, 1370 ...	La décoration, la bijouterie fantaisie, les réflecteurs, les condensateurs électrolytiques, couverture, bardage, aérosols, tubes, boîtes, papiers, les ustensiles ménagers...
3000	3003, 3004, 3005, 3105 ...	industrie chimique, échangeurs cryogéniques et thermiques, échangeurs automobiles, climatiseurs, ustensiles ménagers, tubes pour irrigation, le panneautage, le boitage, les antennes...
5000	5005, 5050, 5052, 5454, 5754, 5086, 5083 ...	bardages, le mobilier, la décoration, l'électricité bâtiment, chaudronnage, soudage, véhicules industriels, industrie chimique, caravanes, matériel ménage, bateaux, superstructures, viviers, cuves de stockage et de transport des gaz liquéfiés...

### I.4.2.2. Les alliages à durcissement structural

Ce sont ceux des familles 2000, 6000 et 7000 (Tableaux I.5). Le durcissement structural des alliages d'aluminium est dû à des transformations métallurgiques à la suite des traitements thermiques de mise en solution de trempe et de revenu, aboutissant à la précipitation à l'intérieur des grains ou aux joints de grain de précipités de phase durcissant. Bien que, connu dans son principe depuis de très nombreuses années, le durcissement structural des alliages d'aluminium est toujours l'objet d'études métallurgiques [11].

**Tableaux I.5** Applications des principaux alliages d'aluminium à durcissement structural [2].

Familles d'alliages	Principaux alliages de la famille	Principales applications
2000	-2017, 2024. -2618. -2011 et 2030.	-Alliages pour structures à résistance mécanique élevée. -Utilisée dans les disques et aubes de compresseurs, la structure des avions (Concorde). -Alliages pour décolletage.
6000	-6060. -6106, 6005, 6061, 6082. -6101.	-Alliage pour menuiserie métallique. -Structures de véhicules routiers et ferroviaires, structures au sol : pylônes, coffrages, candélabre, mâts de bateaux, montants d'échelle, garde-corps de balcons. -Alliages pour conducteurs électriques.
7000	-7020. -7075. -7049.	-Plaques de blindage des chars légers, engins de franchissement, et des réservoirs de gaz liquéfiés pour fusées. -Domaines de l'aéronautique, de l'armement, du sport, de la mécanique (boulonnerie). -L'armement, le sport.

### I.5. Système Al-Zn-Mg (7000)

Le zinc est très soluble dans l'aluminium. Il forme un eutectique à 382 °C à la concentration de 95 % de zinc (figure I.1). La solubilité du zinc dans l'aluminium à l'état solide décroît fortement pour atteindre 1 % à la température ambiante.

L'addition de zinc dans l'aluminium n'en modifie pas sensiblement les caractéristiques mécaniques. Les alliages binaires aluminium-zinc ne présentent donc aucun intérêt. C'est pourquoi les métallurgistes se sont orientés vers les alliages ternaires aluminium-zinc-magnésium (avec ou sans cuivre) de la famille 7000 qui ont connu depuis un très grand développement, en particulier dans l'aéronautique et la mécanique [15].

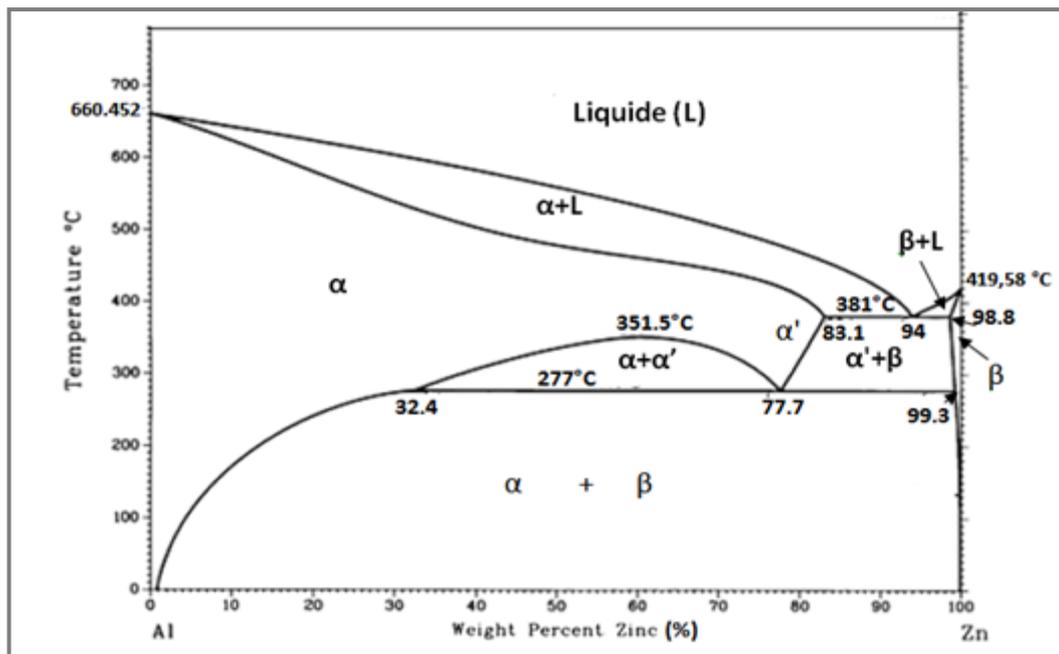


Figure I.1 Système binaire aluminium-zinc [16].

Les alliages de la série 7000 présentent, après traitements thermiques, des propriétés mécaniques qui sont les meilleures. Leur teneur en zinc varie de 4 à 8% et celle en magnésium de 1 à 3%. Le durcissement structural est du à la formation des phases durcissantes des composés :  $MgZn_2$ , la phase T ( $(AlZn)_{49}Mg_{32}$ ) et la phase S ( $Al_2CuMg$ ). Alors avec l'augmentation de la teneur en Zn et Mg, la résistance de l'alliage croît, et la tenue à la corrosion diminue [13].

L'addition de cuivre, jusqu'à des teneurs de 2%, durcit ces alliages par solution solide et par précipitation. Le cuivre diminue toutefois la trempabilité, la soudabilité et la ténacité des alliages Al-Zn-Mg. Le chrome (< 0,3%) améliore leur résistance à la corrosion sous tension [13].

## I.5.1. Caractéristique des alliages Al-Zn-Mg

### I.5.1.1. Composition chimique

Le tableau I.6 donne la composition chimique des principaux alliages d'aluminium corroyés de la série 7000 [2].

Tableaux I.6 Composition chimique des alliages Al-Zn-Mg [2].

Alliage	Composition chimique (%)							
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Al
7020	0.35	0.40	0.20	0.05	0.1	1.0	4.0	reste
				-	-	-	-	
7022	0.50	0.50	0.50	0.10	2.6	0.10	4.3	reste
			-	-	-	-		
7049	0.40	0.50	1.2	0.50	2.1	0.05	7.2	reste
			-	-	-	-		
7075	0.40	0.50	1.9	0.30	3.1	0.25	8.4	reste
			1.2	-	2.1	0.18	5.1	
7178	0.40	0.50	1.6	0.30	2.4	0.18	6.3	reste
			-	-	-	-		
			2.4		3.1	0.28	7.3	

### I.5.1.2. Caractéristique physique

Le tableau I.7 donne les propriétés physiques des principaux alliages Al-Zn-Mg.

Tableau I.7 Propriétés physiques des alliages Al-Zn-Mg [14,7].

Alliages	Masse volumique (g·cm <sup>-3</sup> )	Intervalle de fusion (°C)	Coefficient de dilatation linéique +20°C à +300°C (en 10 <sup>-6</sup> k <sup>-1</sup> )	Capacité thermique massique (J.kg <sup>-1</sup> .k <sup>-1</sup> )	Conductivité thermique (W.m <sup>-1</sup> .k <sup>-1</sup> )	Résistivité (en 10 <sup>-8</sup> Ω.m)
7020	2.78	604 à 645	25.0	875	137	4.93
7049	2.82	477 à 627	25.1	960	154	4.3
7075	2.80	477 à 635	25.2	960	130	5.22
7178	2.83	477 à 629	25.4	856	126	5.39

### I.5.1.3. Caractéristique mécanique

Le tableau I.8 donne les Caractéristiques mécaniques typiques des principaux alliages d'aluminium Al-Zn-Mg.

*Tableau I.8 Caractéristiques mécaniques des alliages Al-Zn-Mg [7,14].*

Alliages	Traction			Dureté (Brinell)	Cisaillement	Fatigue	Module d'élasticité (GPa)
	R <sub>m</sub> (MPa)	R <sub>p0.2</sub> (MPa)	A (%)				
<b>7020</b>	370	310	12	126	245	125	71.5
<b>7049</b>	540	475	10	146	-	-	72
<b>7075</b>	570	460	11	150	330	160	72
<b>7178</b>	605	540	10	160	360	150	72

### I.5.1.4. Aptitudes technologiques et d'usage

Le tableau I.9 donne des précisions concernant :

- La résistance à la corrosion générale, marine ou sous tension ;
- L'aptitude à l'anodisation protectrice, dure ou brillante ;
- L'aptitude au soudage à l'arc, par résistance ou par brasage ;
- L'aptitude à l'usinage ;
- L'aptitude à la mise en forme ;

Et ceci pour les principaux alliages de la série 7000.

Tableau I.9 Aptitudes technologiques des alliages Al-Zn-Mg [14].

Alliage	Résistance à la corrosion			Aptitude à l'anodisation			Aptitude au soudage			Mise en forme
	Générale	Marine	Sous tension	Protection	Dure	Brillance	A l'arc	Par résistance	Par brasage	
7020	B	C	B	B	A	C	B	B	B	C
7049	C	C	B	B	A	C	D	B	C	D
7075	C	D	C	B	A	C	D	B	C	D
7178	C	D	C	B	A	C	D	B	C	D

Code général: -A: très bon, -B: bon, -C: assez bien D: mauvais, à éviter.

### I.6. Diagramme d'équilibre de la série 7000

La figure I.2 représente une projection du solidus du diagramme Al-Zn-Mg dans laquelle se manifestent des différents composés intermétalliques tels que: ( $\eta = \text{MgZn}_2$ ) ; ( $\epsilon = \text{MgZn}$ ).

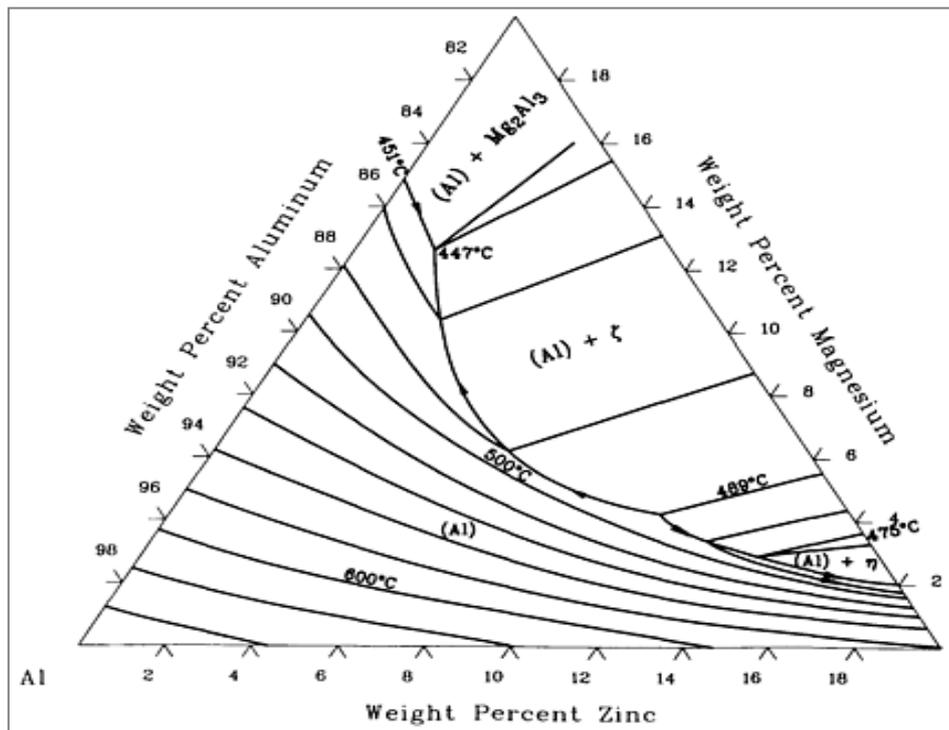


Figure I.2 Diagramme Al-Zn-Mg. Projection du solidus [16].

## I.7. Applications industrielles de la série 7000

### a) Alliages pour avions :

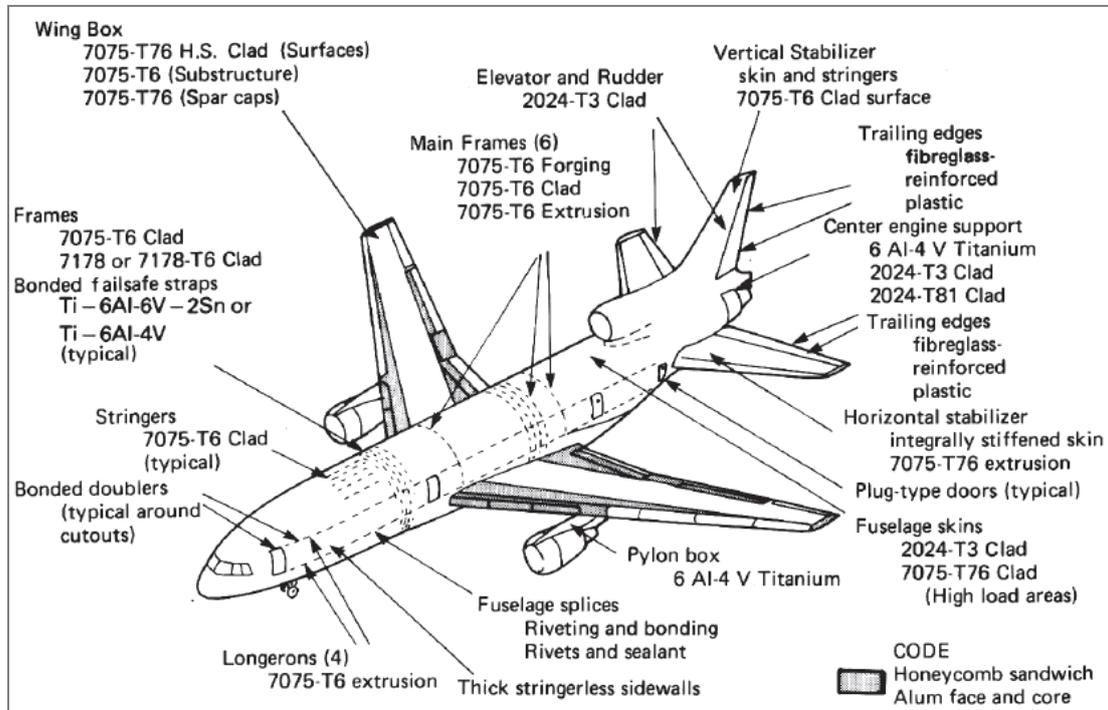


Figure I.3 Les différents types de matériaux utilisés dans la construction d'un avion civil [17].

### b) Alliages pour automobiles et autocars :

Pare-chocs et profilés de renforcement. Différents alliages ont été développés aux États-Unis : les alliages 7016, 7029 étant plus spécialement réservés aux pare-chocs de décoration (avec aspect anodisé brillant) alors que les alliages 7021, 7046, 7146, 7116, 7129 sont destinés aux pare-chocs ou profilés de sécurité.

### c) Alliage pour bouteilles à gaz sous pression :

L'alliage 7060 récemment développé en France est réservé aux bouteilles à résistance mécanique élevée.

### d) Alliages pour blindage de chars :

Les alliages 7017, 7018, 7039 sont utilisés, en parallèle avec l'alliage 7020, en raison de leurs propriétés balistiques intéressantes.

**e) Alliages pour placage :**

Ces alliages faiblement chargés en zinc sont utilisés en tant que placage de protection contre la corrosion des alliages Al-Zn-Mg-Cu à haute résistance mécanique. L'alliage 7072, qui est un alliage binaire Al-1% Zn, est le plus utilisé, tout au moins en France. Les alliages 7008, 7108, 7011, 7013, sont de compositions plus complexes (ternaires Al-Zn-Mg avec éventuellement des additions de Cr, Mn, Zr).

**f) Alliages à très grande fiabilité pour profilés :**

L'alliage représentatif est l'alliage 7003 développé au Japon pour les profilés de structure (en concurrence avec les alliages type 7020 et 6061 mais avec l'avantage de présenter une meilleure aptitude au filage) [18].

## Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu

## II.1. Introduction

En 1906, Wilms découvrit qu'un alliage Al-Cu durcissait au cours du vieillissement à température ambiante après trempe. Ce fut le point de départ d'une nouvelle technique d'amélioration des propriétés mécaniques des métaux. En particulier pour l'Al, c'est grâce à cette technique, que ses alliages sont devenus les alliages privilégiés pour les applications dans le domaine du transport.

À partir de la fin des années 50, de très nombreux travaux ont alors porté sur la modélisation du durcissement par l'étude des interactions entre les dislocations et les précipités, ainsi que sur les mécanismes de précipitation (principalement par germination et croissance).

## II.2. Microstructure et durcissement structural des alliages 7000

### II.2.1. Nature des phases des alliages Al-Zn-Mg (-Cu)

Dans cette partie nous présentons les phases couramment rencontrées dans les alliages de la série 7000. La nature, la taille et la distribution de ces phases peuvent être très différentes et permettent l'obtention de caractéristiques spécifiques du matériau.

Pour cela nous répartissons cette présentation en trois parties : les précipités durcissants, les dispersoïdes et les particules intermétalliques grossières.

#### II.2.1.1. Les précipités durcissants

Les précipités durcissants, proviennent de la décomposition de la solution solide. Dans le cas des alliages 7000, plusieurs séquences de décomposition de la solution solide sont possibles faisant intervenir des phases métastables et stables. On peut citer les deux séquences suivantes :

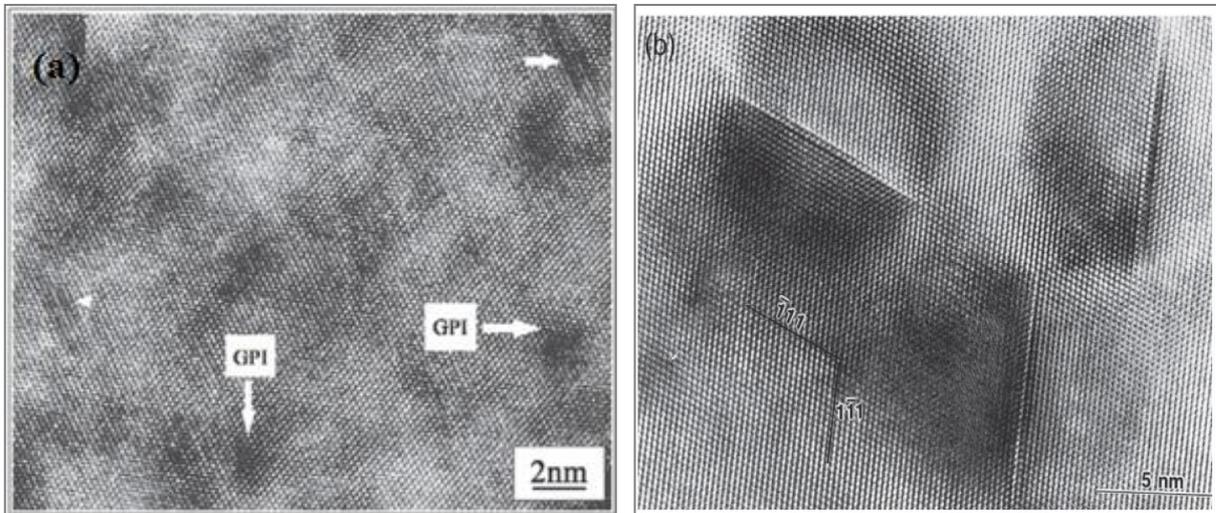
- **Solution solide** → **Zones GP** → **Phase métastable  $\eta'$**  → **Phase stable  $\eta$  ( $MgZn_2$ )**  
(1)
- **Solution solide** → **Phase métastable  $T'$**  → **Phase stable  $T$  ( $(AlZn)_{49}Mg_{32}$ )** .....(2)

La séquence 2 est favorisée à l'équilibre thermodynamique dans les alliages riches en Mg supérieure à 2% en masse. Cependant, lors de traitements à basse température, on observe souvent la première séquence car la germination des phases de type T fait appel à une énergie d'activation plus importante [19]. Dans la suite, nous nous focalisons uniquement sur la séquence (1) aboutissant à la phase stable  $\eta$ .

**a) Les zones de Guinier-Preston (zones GP)**

A basses températures, après la trempe et pendant la période de maturation à l'ambiante, la solution solide se décompose pour former des zones Guinier-Preston. Leur solvus est estimé aux environs de 120°C. Cette précipitation est favorisée par les lacunes issues de la trempe, qui accélèrent les phénomènes de diffusion des atomes et servent de sites de germination [20].

Les zones GP des alliages Al-Zn-Mg se présentent sous la forme de petits amas sphériques de solutés. Elles s'ordonnent rapidement pour constituer des plans alternativement riches en zinc et en magnésium, parallèles aux plans {100} de la matrice d'aluminium. La morphologie en sphères a été une première fois observée en microscopie électronique en transmission par Embury et Nicholson (1965) et récemment en haute résolution par Mukhopadyay (1994) [20].



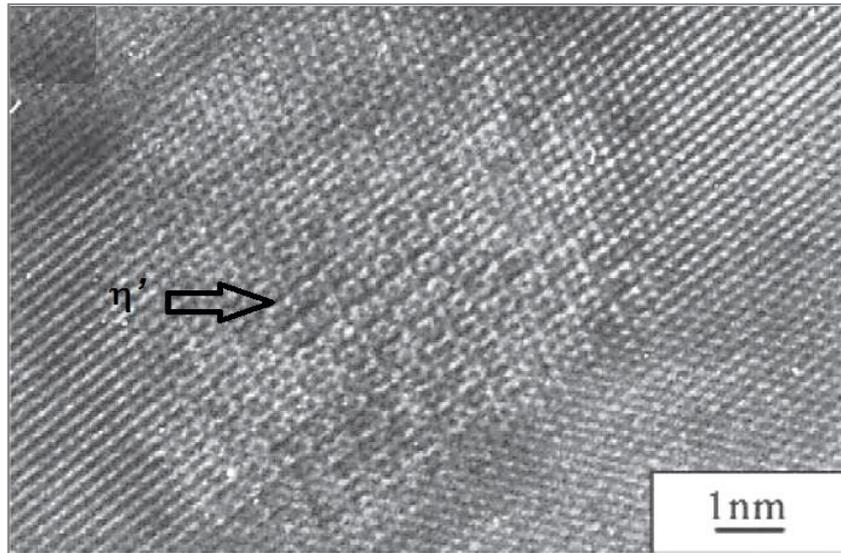
**Figure II.1** Images en METHR de zones GP a) selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu. b) selon l'axe de zone [110] du 7108 [19].

**b) La phase métastable  $\eta'$**

La phase de structure hexagonale et de composition possible  $Mg_3Zn_{11}Al$  dans le système Al-Zn-Mg est responsable de l'essentiel du durcissement maximal après revenu à basse température (120-135 °C). Son domaine de stabilité relative augmente avec la teneur en cuivre des alliages. Cette phase est présente sous forme de très petites plaquettes, de 2 nm d'épaisseur environ, parallèles aux plans {111} Al et semi-cohérente avec la matrice même après une trempe relativement lente [21].

## Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu

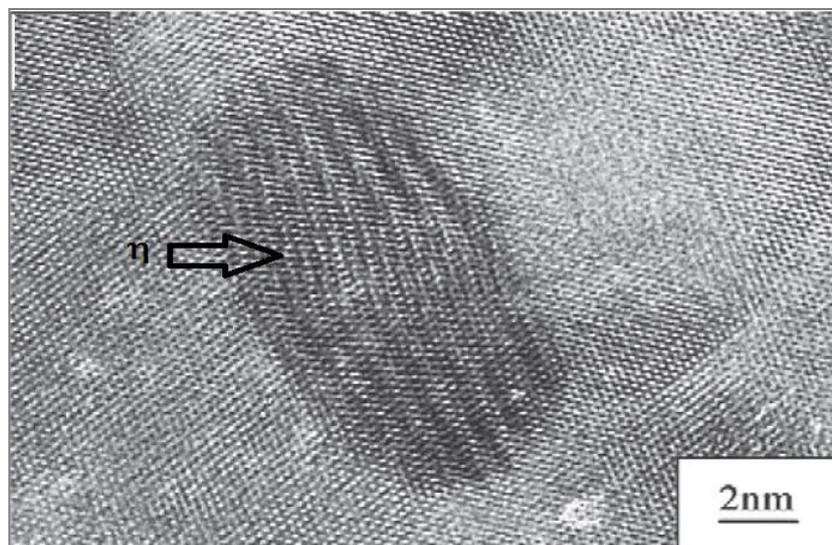
La valeur du paramètre de maille " $a_{\eta}$ " est souvent prise égale à 0.496 nm. Les résultats sur le paramètre " $c_{\eta}$ " ont par contre longtemps divergé. Les derniers travaux tendent toutefois à confirmer que la valeur du paramètre " $c$ " égale à 1.402 nm [20].



*Figure II.2 Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu (7h115°C, 12h160°C) ;  $\eta'$  semi cohérent [19].*

### **c) La phase métastable $\eta$**

La phase thermodynamiquement stable  $\eta$  est semi-cohérente lorsqu'elle est de petite taille, et incohérente sinon. Elle a la composition théorique  $MgZn_2$  dans les alliages ternaires et  $Mg(Zn,Cu,Al)_2$  pour les alliages au cuivre. Sa température de solubilité est d'environ 370°C. Les quelques études menées jusqu'alors ne parviennent pas à cerner sa composition exacte. Il est par contre bien admis qu'elle présente une structure hexagonale avec pour paramètres de maille  $a_{\eta}$ , compris entre 0,515 et 0,523 nm et  $c_{\eta}$  entre 0,848 et 0,862 nm [20].



*Figure II.3 Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu (7h115°C, 12h160°C) ;  $\eta$  non cohérent [19].*

## Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu

Le tableau II.1 résume les caractéristiques des précipités évoqués.

**Tableau II.1** Caractéristiques des précipités participant au processus de durcissement structural [19].

	<b>Zones GP</b>	<b>Phase <math>\eta'</math></b>	<b>Phase <math>\eta</math></b>
<b>Stœchiométrie</b>		Mg <sub>3</sub> Zn <sub>11</sub> Al ou autre	MgZn <sub>2</sub> Mg(Zn, Cu, Al) <sub>2</sub>
<b>Forme</b>	Sphérique	Plaquette	Ellipsoïde
<b>Structure</b>	Couche alterné de Mg et Zn sur (100)	Hexagonale compact a=0.496 nm c=1.402 nm	Hexagonal Compact a = 0.521 nm b = 0.860 nm
<b>Cohérence</b>	Oui	Semi	Non
<b>Stabilité</b>	Métastable	Métastable	Equilibre
<b>Température de dissolution (°C)</b>	150	250	370

### II.2.1.2. La phase $\beta$ : les dispersoïdes

Ces fines particules, de 50 à 500 nm, sont issues de la précipitation d'éléments de transition secondaires, tels que le chrome, le zirconium ou le manganèse. Cette précipitation intervient durant le traitement d'homogénéisation, et se fait de manière dispersée, ce qui leur a donné leur nom. Ces éléments sont destinés à affiner le grain de coulée (rôle de Ti et Zr) et à inhiber ou retarder la recristallisation des demi-produits lors de leur mise en forme à chaud ou lors de la mise en solution ultérieure (rôle de Mn, Cr, Zr et Sc) [19].

### II.2.1.3. Les particules intermétalliques

Les particules intermétalliques grossières se forment du fait de la présence d'impuretés, tels que le fer et le silicium. Dans les alliages 7000, formant lors de la coulée des composés intermétalliques de plusieurs microns très stables (solubilité très faible du fer et du silicium dans l'aluminium), tel que le Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe et le Mg<sub>2</sub>Si. Leur taille typique se situe entre 1 et 10  $\mu$ m: ces particules sont généralement brisées et redistribuées par les traitements thermomécaniques qui suivent la coulée [19,20]. La présence de ces intermétalliques peut jouer sur la corrosion de l'alliage, notamment en facilitant la phase d'amorçage. Elle a aussi un effet néfaste sur la tenue en fatigue et la ténacité du métal [19].

### **II.3. Traitement de durcissement structural des alliages Al-Zn-Mg**

Les alliages à durcissement structural, encore appelés alliages à traitement thermique ou alliages trempants, ont la capacité de durcir naturellement après une trempe. Par la maîtrise des traitements thermiques et la précipitation des éléments d'alliage, les propriétés mécaniques résultantes peuvent être optimisées; c'est pourquoi la littérature est très riche en ce qui concerne les liens entre traitement thermique, précipitation et les propriétés mécaniques.

Dans cette partie qui suit, nous allons présenter les principales étapes communes aux traitements thermiques classiques ainsi que les désignations des états métallurgiques correspondants.

#### **II.3.1. Mise en solution**

La mise en solution est principalement utilisée afin de dissoudre la plus grande partie des composés ayant précipité pendant les étapes antérieures (coulée, homogénéisation et laminage à chaud). L'objectif consiste alors à remettre en solution solide tous les éléments d'addition: zinc, magnésium et cuivre. Ce traitement à haute température permet aussi d'obtenir une augmentation de la concentration en lacunes ( $\sim 10^{-4}$ ), élément moteur de la précipitation ultérieure. La température et la durée sont optimisées pour ne pas affecter la structure granulaire, et pour éviter la brûlure (fusion locale). Pour les alliages de la série 7xxx, les températures recommandées sont comprises entre 450 et 475°C. Durant cette étape, la présence d'antirecristallisants (les dispersoïdes) prévient toute modification de la structure granulaire [19,20].

#### **II.3.2. La trempe**

L'opération de trempe consiste à refroidir l'alliage suffisamment rapidement après mise en solution pour empêcher la décomposition de la solution solide avec formation des précipités intermétalliques stables. La trempe permet en outre de piéger les très nombreuses lacunes stables à haute température. Immédiatement après la trempe jusqu'à la température ambiante, on obtient une solution solide sursaturée en soluté et en lacunes où les atomes de soluté sont positionnées de manière aléatoire aux nœuds du réseau cubique à faces centrées de l'aluminium et forment une solution solide de substitution [21].

La vitesse critique de trempe est la vitesse minimale du refroidissement après mise en solution qui garantit que la totalité du soluté reste en solution solide; pour les 7xxx sans cuivre, cette vitesse est relativement faible. On parle pour certaines nuances d'alliages «autotrempants», c'est-à-dire qu'un refroidissement naturel à air calme est suffisant pour atteindre cette vitesse [22].

## Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu

Le tableau II.2 représente des valeurs de la vitesse critique de trempe dans les alliages d'aluminium Al-Zn-Mg.

*Tableau II.2 Les vitesses critiques de trempe des alliages Al-Zn-Mg [21].*

Alliage	Vitesse critique de trempe (°C/s)
7020	0.5
7039	1.5
7075	100

### **II.3.3. Détensionnement**

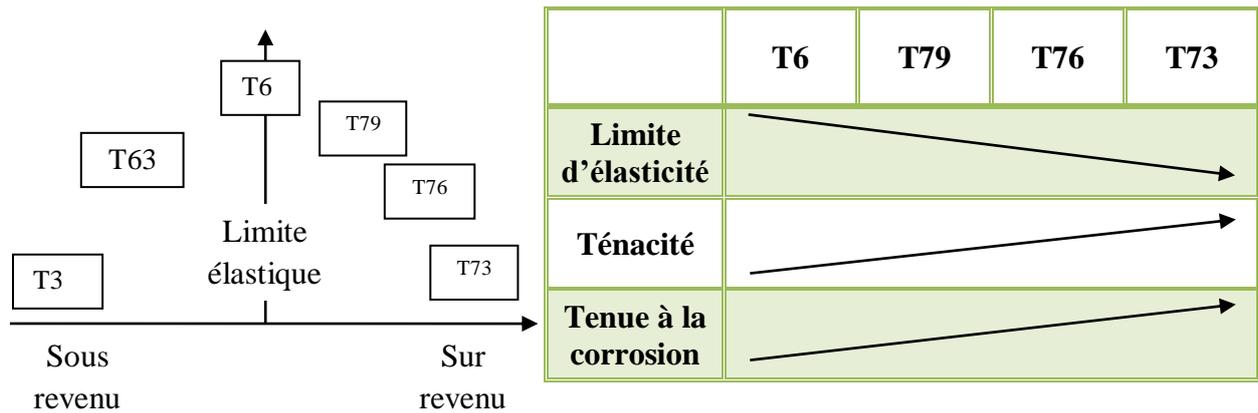
Après la trempe, des contraintes résiduelles peuvent apparaître au sein du matériau, d'autant plus que le produit est épais. Afin de réduire ces contraintes, un traitement de détensionnement est appliqué : Il consiste en une déformation d'environ 2% obtenue par traction dans le sens du laminage [19].

### **II.3.4. La maturation**

Au cours du maintien de l'alliage à température ambiante ou à basse température après la trempe, la solution solide sursaturée est donc métastable. Au cours de cette phase, appelée maturation ou encore vieillissement naturel, l'alliage durcit progressivement et la solution solide se décompose pour donner naissance à la formation de petits amas d'atomes de soluté (les zones de Guinier-Preston) en très grande densité (de l'ordre de  $10^{17}$  à  $10^{18}/\text{cm}^3$ ). Ces zones faciliteront la précipitation ultérieure obtenue lors du revenu [19,20].

### **II.3.5. Le revenu**

Un traitement thermique ultérieur à température modérée (100 à 200°C), appelé traitement de revenu ou vieillissement artificiel, conduit à un maximum de durcissement par apparition de phases métastables ( $\eta'$  dans le système Al-Zn-Mg) réparties de manière homogène dans les grains. Au cours du revenu, l'état de dureté passe par un maximum : pic de dureté (T6). Au-delà du pic de dureté, on parle d'états sur-revenus, souvent utilisés pour améliorer la tenue en corrosion et la ténacité des alliages (figure II.4).



**Figure II.4** Evolution classique de quelques propriétés d'un alliage à durcissement structural au cours des différents traitements thermiques [19].

## II.4. Désignation des états métallurgiques

L'état métallurgique d'un alliage, en lien avec ses propriétés mécaniques, résultant de l'application d'un traitement thermique, est représenté par une désignation standard, décrite pour les alliages corroyés dans la norme **NF EN 515** [8].

Un traitement thermique est désigné par la lettre « T » suivi d'au moins un numéro de 1 à 9. Voici une liste des principales désignations susceptibles de nous intéresser :

- T1 refroidi après mise en forme à chaud et mûri,
- T2 refroidi après mise en forme à chaud, écroui et mûri,
- T3 mis en solution, écroui et mûri,
- T4 c'est l'état après une mise en solution suivi d'un vieillissement naturel jusqu'à l'obtention d'un état pratiquement stable,
- T5 refroidi après mise en forme à chaud et revenu,
- T6 mis en solution et revenu dit « au pic de durcissement »,
- T7 mis en solution et sur-revenu, la phase stable apparaît, la dureté diminue. Cependant, certaines propriétés peuvent être améliorées par un tel traitement (ténacité, résistance à la corrosion).
- T8 mis en solution, écroui et revenu,
- T9 mis en solution, revenu et écroui.

## II.5. Précipitations activées pendant les traitements thermiques de trempe et de revenu

### II.5.1. La précipitation hétérogène grossière

Les défauts présents dans le matériau, tels que les dislocations et les joints de grains, sont des lieux privilégiés pour la précipitation ; la germination y étant thermodynamiquement favorisée. Ce type de précipitation est qualifié d'hétérogène.

#### a) Précipitation sur les joints de grains

Les joints de grains représentent des sites préférentiels de précipitation pour deux raisons:

- Ils favorisent la germination, en libérant l'énergie qu'ils ont stockée,
- La diffusion des solutés est plus facile qu'à l'intérieur du grain, étant donnée la forte concentration de défauts (lacunes): la croissance des précipités est donc accélérée.

Une trempe trop lente peut ainsi être à l'origine de la précipitation grossière (quelques centaines de nm) de la phase  $\eta$  sur les joints de grains. Les travaux d'Unwin et Nicholson (1969) ont également montré que des revenus à haute température pouvaient favoriser la germination de ce type de précipitation [20].

#### b) Précipitation sur les dislocations et les dispersoïdes

Les dispersoïdes peuvent aussi représenter des sites préférentiels de germination hétérogène. Cette précipitation n'apparaît toutefois que pour les alliages très sensibles à la trempe [20].

### II.5.2. La précipitation homogène fine

La précipitation homogène dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu dépend fortement de la composition de l'alliage mais aussi de la température de maintien pendant le revenu.

La séquence de précipitation la plus souvent évoquée au cours de ces traitements multi-paliers (maturation + revenus) est la suivante :



Les zones GP se forment à basse température (lors de la maturation), et peuvent devenir des sites de germination pour les phases plus stables notamment pour la phase  $\eta'$ . La cinétique de formation des zones GP dépend notamment de la concentration en lacunes de trempe [19].

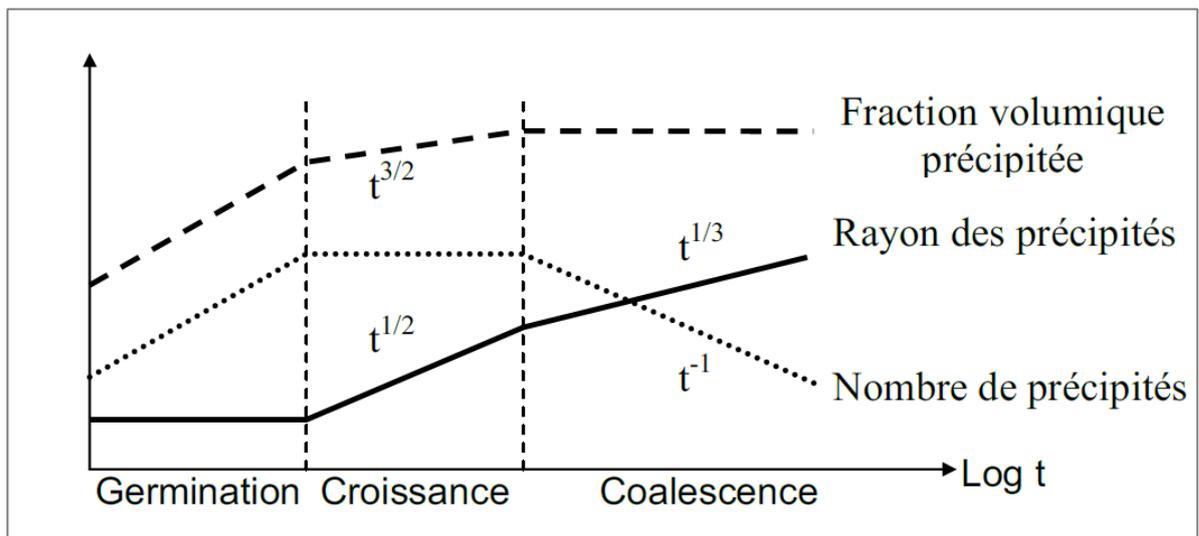
### II.5.3. Mécanismes de précipitation

On distingue en général dans le processus de précipitation trois mécanismes successifs :

Lors de la première étape (*la germination*), la sursaturation et donc la force motrice sont élevées. La précipitation est suivie à travers deux paramètres, le taux de germination et le rayon de germination ;

Lorsque la sursaturation diminue, il n'y a plus de nouveaux germes créés. On entre dans le régime de *croissance*, où le rayon des précipités existant augmente, leur nombre restant constant ;

Enfin, lorsque la sursaturation est proche de zéro, la force motrice de l'évolution de la microstructure est la diminution de la surface totale des précipités : les plus gros précipités croissent au dépend des plus petits. C'est le régime de *coalescence* [18].



*Figure II.5 Evolution isotherme de la taille, du nombre et de la fraction volumique des précipités [18].*

#### II.5.3.1. La germination

Lorsqu'on laisse évoluer une solution solide sursaturée, il se produit des fluctuations de concentration qui conduisent à la formation d'amas de soluté. La formation d'un amas de rayon R produit une modification de l'énergie du système :

$$\Delta G(R) = (\Delta g_v + \Delta g_{el}) \frac{4}{3} \pi R^3 + 4 \pi R^2 \gamma \quad (\text{II.1})$$

Où,  $\gamma$  est l'énergie interfaciale,  $\Delta g_v$  la variation d'énergie libre volumique, et  $\Delta g_{el}$  la contribution des déformations élastiques dues à la formation du germe.

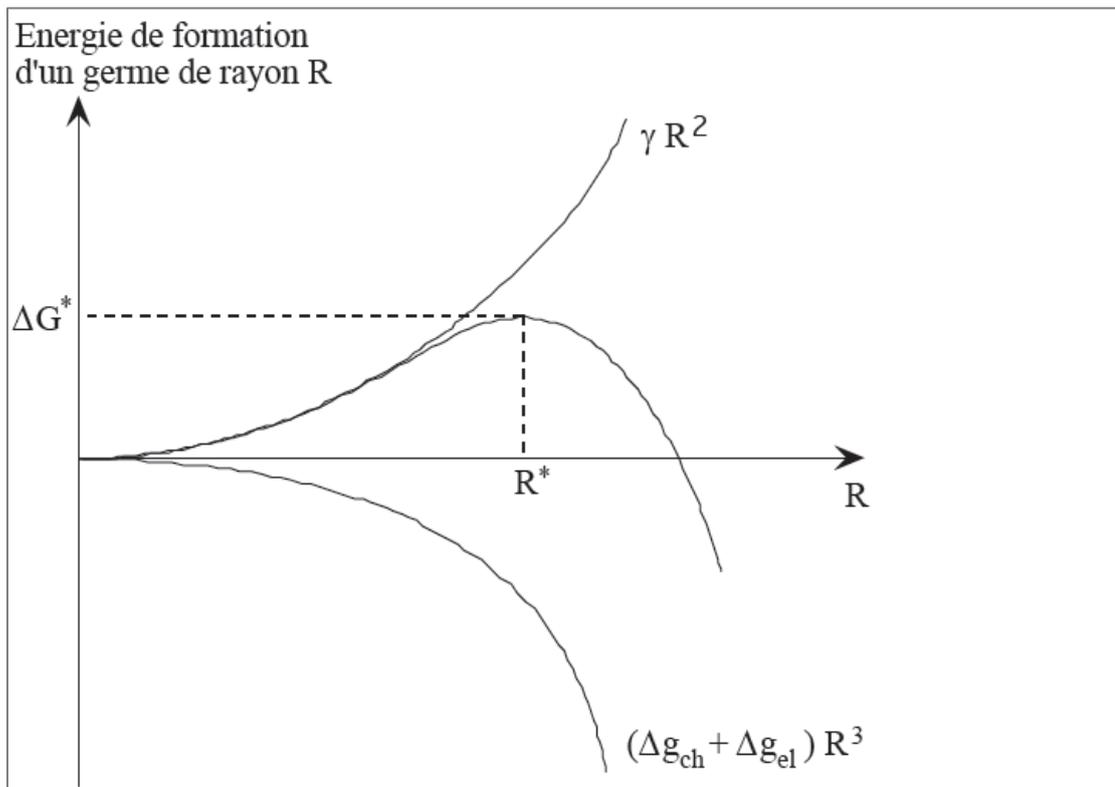
## Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu

Cette variation d'énergie présente un maximum pour un rayon de germe :

$$R^* = -2\gamma / (\Delta g_x + \Delta g_{el}) \quad (\text{II.2})$$

Qui est le rayon de germination. A ce rayon correspond une énergie d'activation :

$$\Delta G^* = \Delta G(R^*) = 16/3 \cdot \pi \cdot \gamma^3 / (\Delta g_x + \Delta g_{el})^2 \quad (\text{II.3})$$



**Figure II.6** Variation d'énergie libre causée par la formation de germes de rayon R [20].

La germination est essentielle pour la microstructure finale de précipitation, puisque c'est le seul mécanisme qui permet d'augmenter la densité de précipités (Figure II.5). La maturation, effectuée à température ambiante permet une forte germination de zones GP, pouvant atteindre  $10^{18} / \text{cm}^3$  [18].

### II.5.3.2. Croissance

Le mécanisme de croissance décrit le développement de germes stables, c'est-à-dire dont le rayon est supérieur au rayon critique introduit précédemment (équation II.2). La précipitation, comme tout changement structural à l'état solide nécessite des mouvements atomiques, à courte distance (ordre atomique à l'interface de la nouvelle structure cristallographique), et à grande distance (transport du soluté à travers le matériau) pour répondre aux modifications locales de concentration [19].

Les cinétiques de transformation de phases qui procèdent par un mécanisme de germination obéissent généralement à une loi de transformation proposée notamment par Johnson-Mehl-Avrami (JMA) donnant la fraction transformée à l'instant  $t$  :

$$F(t) = 1 - \exp(-kt)^n \quad (\text{II.4})$$

Avec :  $f$  Fraction volumique de la nouvelle phase ;

$T$  Le temps de transformation ;

$k$  Constante globale de vitesse de la transformation dans laquelle figurent les différents facteurs intervenant dans les équations décrivant la germination et la croissance ;

$n$  un exposant variant de 1 à 4 suivant le type de transformation.

### II.5.3.3. Coalescence

Pour des temps de traitements relativement longs, la seule force motrice restante pour l'évolution de la microstructure est la réduction de l'énergie d'interface matrice-précipité. Les petits précipités qui présentent un fort ratio surface sur volume se dissolvent au profit des plus gros précipités. Le nombre de précipités diminue donc (Figure II.5) [23].

## **II.6. Durcissement structural des alliages d'aluminium**

Le durcissement est représentatif de l'accroissement des caractéristiques mécaniques de plasticité (limite d'élasticité, résistance à la traction...). La déformation plastique des matériaux met en jeu la propagation de défauts linéaires du cristal : les dislocations. Tout mécanisme permettant d'augmenter la contrainte nécessaire à ce mouvement est considéré comme un mécanisme de durcissement. Les différents facteurs s'opposant au déplacement des dislocations sont :

- Le frottement du réseau ;
- Les joints de grains (matériau poly-cristallin) ;
- Les atomes en solution solide ;
- Les précipités ;
- Les dislocations elles-mêmes.

Dans le cas des alliages 7000, les deux premiers facteurs ont une influence relativement faible. En revanche, les effets de la solution solide, des dislocations et des précipités sont très importants, et sont respectivement appelés : durcissement par solution solide, par écrouissage et par précipitation. Ce dernier est le mécanisme le plus important dans les alliages d'aluminium étudiés [19].

### **II.6.1. Durcissement par solution solide**

L'augmentation des caractéristiques mécaniques, c'est-à-dire le durcissement est due aux difficultés que rencontrent les dislocations en mouvement à travers les régions de la matrice déformée par les tensions de cohérence entraînées par la présence de petites hétérogénéités de structure (zones Guinier-Preston ou petites particules de composés intermétalliques). Les mécanismes de durcissement diffèrent suivant la taille des particules de précipiter [9].

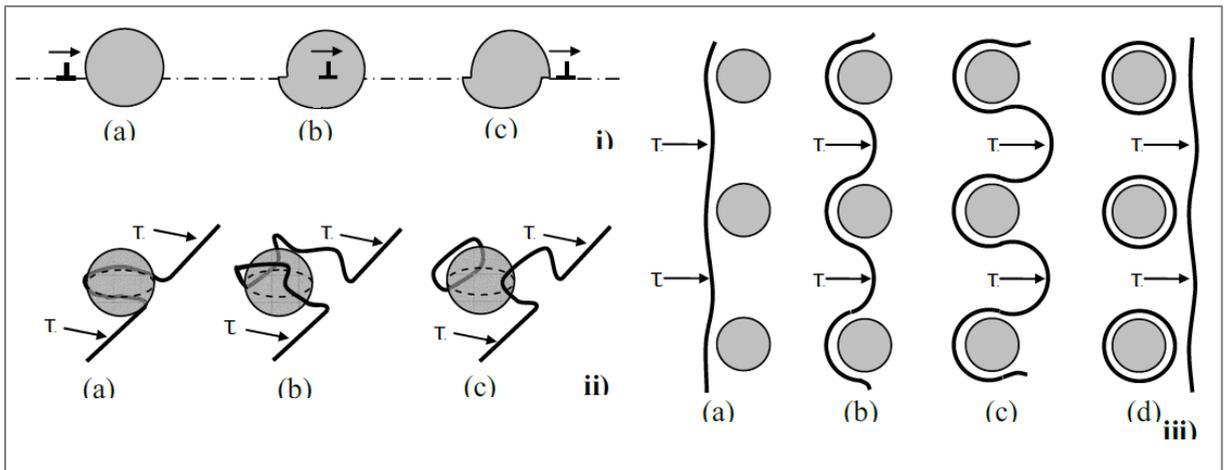
### **II.6.2. Durcissement par écrouissage**

La résistance de l'aluminium et de ses alliages peut être améliorée par le travail à froid (cold work) ou à chaud (hot work). Il s'agit d'un durcissement par déformation, le matériau ductile initialement devient plus dur quand il est déformé plastiquement.

La déformation plastique entraîne une augmentation de la densité de dislocations, qui interagissent entre elles. Ces dislocations rencontrent des obstacles lors de leurs déplacements et contribuent à durcir le matériau [19,9].

### II.6.3. Durcissement par précipitation

La précipitation est le moyen d'obtenir le durcissement le plus important dans les alliages d'aluminium, loin devant le durcissement par solution solide ou par écrouissage. En effet, se façon à rendre possible une déformation plastique macroscopique, une dislocation doit franchir les précipités, ce qui peut se faire, soit par cisaillement, soit par contournement (figure II.7). Pour que le cisaillement soit possible, il est nécessaire que l'interface entre la matrice et le précipité soit cohérente ou semi-cohérente, de façon à assurer la continuité du réseau cristallographique. Dans le cas du contournement, la dislocation laisse derrière elle une boucle séparant la partie cisailée de la matrice et la partie non cisailée du précipité [18].



**Figure II.7** i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité par une dislocation coin, iii) Contournement d'Orowan de précipités par une dislocation [19].

La contrainte de cisaillement critique dans le plan de glissement de la dislocation  $\tau_c$  se calcule comme suit :

$$\tau_c = \frac{Gb}{d} \quad \text{(II.5)}$$

Tel que G est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et d la distance moyenne entre les particules.

## Chapitre III. Matériaux et techniques expérimentales

### III.1. Alliage étudié

L'alliage qui fait l'objet de ce travail est le 7020. Il appartient à la famille 7xxx des alliages d'aluminium, dont les principaux éléments d'aditions sont le zinc et magnésium. Sa dénomination complète est EN AW-7020 T6 et se traduit ainsi :

- EN: Norme européenne.
- AW: Aluminium Wrought (aluminium de corroyage).
- 7020: composition chimique, voir le tableau III.1.
- T6: traitement thermique au pic de durcissement.

La norme européenne EN AW-7020 fixe la spécification de la composition chimique de l'alliage 7020 de la manière suivante :

*Tableau III.1 Spécification de la composition chimique de l'alliage 7020 [2].*

Alliage	Composition chimique (%)									
	Zn	Mg	Cr	Mn	Fe	Si	Zr	Cu	Ti	Al
EN AW-7020	4.0	1.0	0.1	0.05			0.08			
	-	-	-	-	< 0.40	< 0.35	-	< 0.20	0.04	reste
	5.0	1.4	0.35	0.50			0.35			

La composition chimique et les caractéristiques mécaniques de l'alliage sont présentées dans les tableaux III.2 et III.3 suivants :

*Tableau III.2 Composition chimique de l'alliage.*

Elément	Composition chimique (%)							
	Zn	Mg	Cr	Si	Mn	Cu	Ti	Al
Taux (%)	4.46	1.28	0.22	0.24	0.25	0.11	0.02	reste

*Tableau III.3 Caractéristiques mécaniques de l'alliage.*

Caractéristique Unité	Re <sub>0.2%</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	Rm ( N/mm <sup>2</sup> )	A (%)	Dureté Hv
Valeur	263	345	8	127

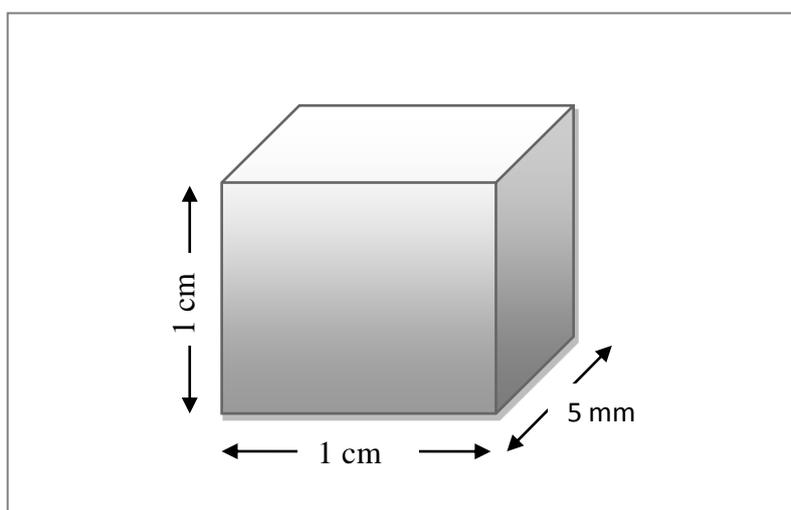
Les propriétés physiques de l'alliage sont :

- Masse volumique :  $2.78 \text{ kg/cm}^3$
- Coefficient de dilatation linéaire :  $23.2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  entre 20 et  $300^\circ\text{C}$
- Conductivité thermique :  $142 \text{ W/m}^\circ\text{C}$
- Résistivité électrique à  $20 \text{ } ^\circ\text{C}$  :  $4.95 \text{ } \mu\Omega \text{ cm}$

### III.2. Traitements thermiques de vieillissement

#### III.2.1. Préparation des échantillons

Avant qu'on procède au traitements thermiques et vieillissement nous avons préparé des échantillons de forme parallélépipédique de dimension  $10 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$  (figure III.1) au sein de la société des câbles de télécommunication CATEL.



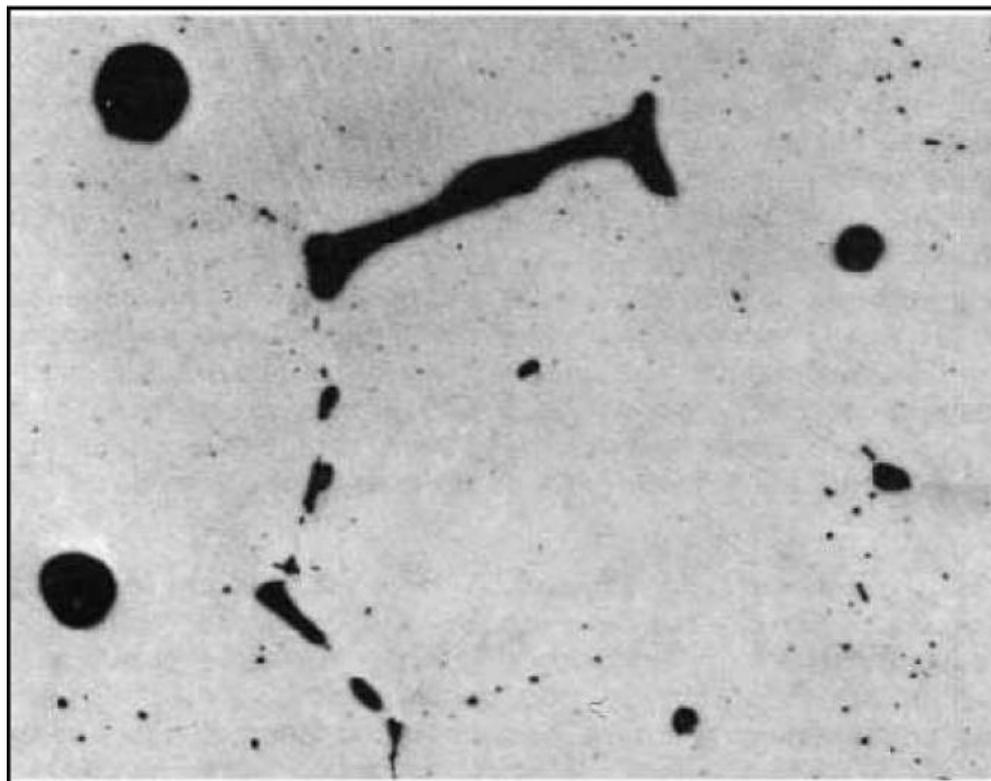
*Figure III.1* Forme et dimensions de l'alliage étudié.

#### III.2.2. Traitement thermique de mise en solution

Cette étape modifie sensiblement la microstructure. Elle conduit à une uniformisation de la teneur des éléments en solution solide. Elle provoque également la précipitation de nouvelles phases comme les dispersoïdes, et la dissolution des particules intermétalliques, de la phase  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ) en particulier.

Le choix de la température de mise en solution est un critère très important. Des précautions doivent être prises pour éviter d'atteindre la température de brûlure à laquelle l'alliage commence à fondre localement et plus spécialement aux joints des grains. La figure III.2 donne l'exemple d'une structure micrographique d'alliages d'aluminium 2017 présentant le phénomène de brûlure.

Dans la pratique les observations au microscope optique et au MEB permettent de vérifier que la température critique de brûlure n'est effectivement pas dépassée.



*Figure III.2 Structure micrographique d'alliages d'aluminium 2017 (G340) présentant le phénomène de brûlure.*

Les recherches sur les alliages Al-Zn-Mg donnent généralement les températures optimales de mise en solution comprises entre 460°C à 490°C. Tenant compte de cette donnée, nous avons fixé la température de mise en solution à 460°C.

### III.2.3. Temps de mise en solution

La durée de mise en solution doit être suffisante pour mettre en solution solide la plus grande quantité possible des précipités et des composés. Le choix de durée de mise en solution, dépend essentiellement de la nature et de l'épaisseur de l'échantillon. Comme nos échantillons sont de faible taille, nous avons choisi une durée de mise en solution de 60 min à 460°C.

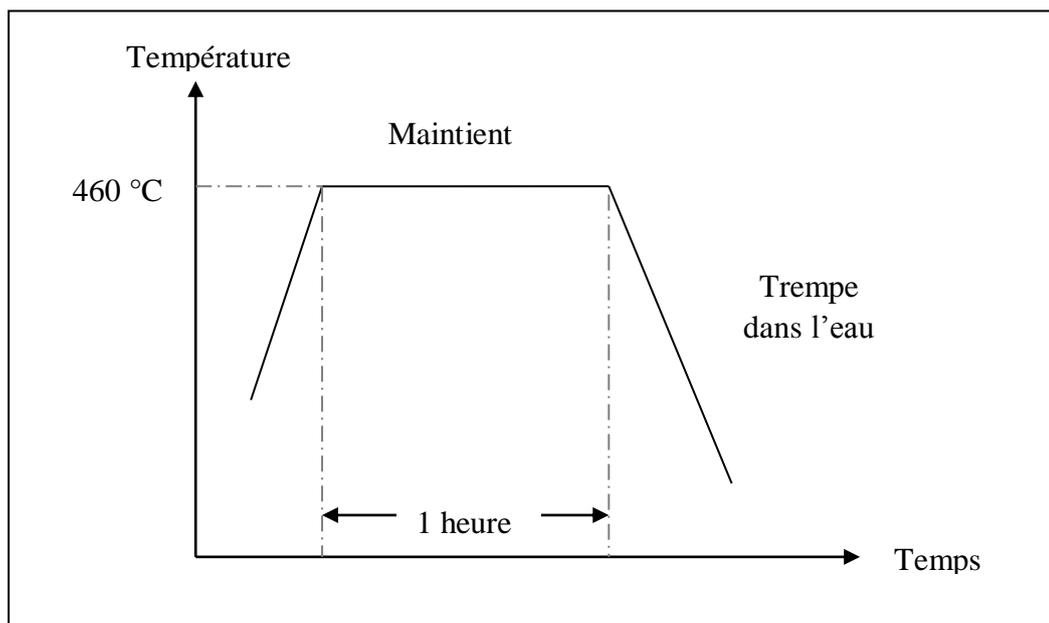
Le traitement de mise en solution est effectué dans un four à résistance électrique de type CARBOLITE CWF 1300 (figure III.3).



*Figure III.3 Four à résistance électrique CARBOLITE CWF 1300 (ENP, laboratoire de métallurgie).*

### III.2.4. Trempe

Après la mise en solution, l'alliage doit être refroidi assez énergiquement pour que la solution reste sursaturée à la température ambiante. Pour les Al-Zn-Mg-Cu la vitesse de trempe doit être grande, donc on a choisi l'eau comme milieu de trempe. La Figure III.4 présente le profil thermique choisi.



*Figure III.4 Mise en solution optimisée (temps total du traitement : 1 heure).*

### III.2.5. Traitements de revenu

Pour l'étude du vieillissement thermique, nous avons fait les traitements de revenu à des températures : 145°C, 250°C, et 350°C. Les traitements de revenu sont effectués dans le four CARBOLITE CWF 1300 (figure III.3). La durée de revenu a été fixée à partir du diagramme TTT de l'alliage 7075 qui est proche de notre matériau. Le diagramme TTT détermine les transformations de phases aux températures 145°C, 250°C et 350°C. Dans ce diagramme on remarque, la diversité des phases métastables (GP, T',  $\eta'$ ,  $\eta$ ...), et leur domaine d'existence pendant des différents traitements (figure III.5).

- Pour la température 20°C on a mesuré la micro-dureté de l'alliage après trempe pendant 60 jours.
- Pour la température 145°C la durée de revenu a été fixée de 10 minute jusqu'à 20 heure.
- Pour la température 250°C la durée de revenu a été fixée de 5 minute jusqu'à 100 minute.
- Pour la température 350°C la durée de revenu a été fixé de 1 heure jusqu'à 20 heure.

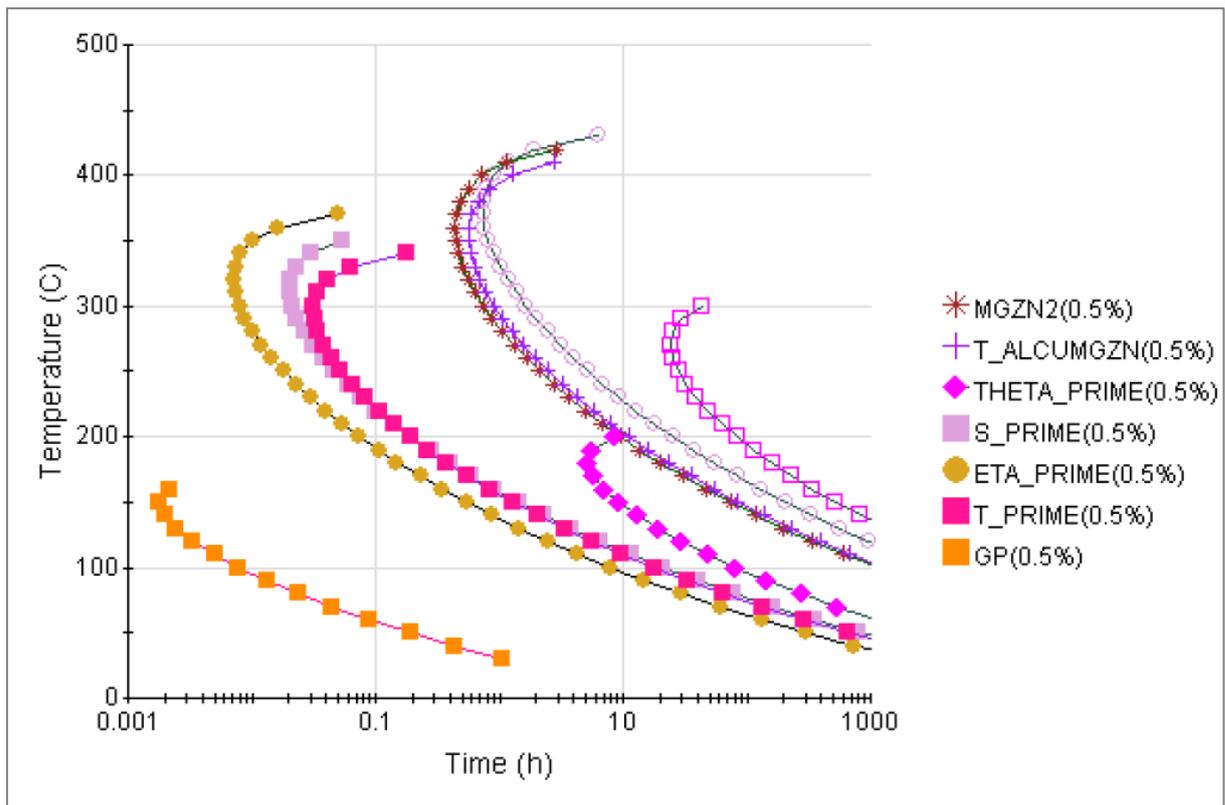


Figure III.5 Diagramme TTT de l'alliage d'aluminium 7075 [24].

### **III.3. Observation micrographique**

#### **III.3.1. Enrobage**

L'enrobage se fait pour faciliter le polissage et l'observation par la microscopie. Il consiste à mettre les échantillons dans des petits moules puis de remplir ces moules par une résine polymère qui après solidification piège l'échantillon. Nous avons utilisé l'enrobage à froid pour éviter toutes transformations et changements structuraux.

#### **III.3.2. Polissages**

Le polissage a pour but principal l'obtention d'une surface plane et la qualité de Surface miroir avec une polisseuse (voir figure III.5). Cette opération de polissage est effectuée en deux étapes :

- La première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie de 400 à 1200  $\mu\text{m}$  en utilisant l'eau comme lubrifiant. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Il faut aussi effectuer une rotation de 90° pour diminuer les stries.
- La seconde étape est effectuée par une polisseuse de finition sur un papier feutre avec une solution d'alumine pour la lubrification. Avant l'attaque chimique, nous avons vérifié au microscope optique que les échantillons ne possèdent aucune rayure pour pouvoir finalement accéder à l'attaque chimique.



*Figure III.6 Polisseuse mécanique de type hitech europe, à vitesse maximum de 600 tr/min. (ENP, laboratoire de métallurgie).*

### **III.3.3. L'attaque chimique**

Après le rinçage et le séchage des échantillons, on passe à l'attaque chimique en utilisant une solution appelée KELLER pour l'observation microscopique. Sa composition :

- 2,5 ml d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) ;
- 1,5 ml acide chloridrique (HCl) ;
- 1 ml acide fluoridrique (HF) ;
- 95 ml d'eau(H<sub>2</sub>O).

Conditions d'attaque 80 à 120 s à la température ordinaire. Pour la préparation de la solution d'attaque, l'utilisation des acides très concentrés est très dangereuse, il faut utiliser des moyens de protections, dans une espace aéré.

### **III.3.4. Observation microscopique**

Comme son nom l'indique, le microscope est un instrument permettant l'observation visuelle de petits objets ou détails d'objets, usuellement indiscernables à l'œil nu. Pour observer ces petits objets nous avons utilisé un microscope optique de type OPTIKA muni d'un logiciel d'analyse « OPTIKA View » qui permet de lire, de traiter et de sauvegarder les images sur le micro-ordinateur (figure III.6).



*Figure III.7 Microscope optique de type OPTIKA. (ENP, laboratoire de métallurgie).*

### III.3.5. Micro-dureté

A l'inverse des essais de dureté usuels, les essais de micro-dureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers Constituants. La micro-dureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermiques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée.

Avant qu'on procède aux essais il faut que les échantillons soient polis, La charge est choisie 200 g afin de maximiser les écarts de tailles d'empreintes, entre différents états. Le test s'effectue pendant une durée de 30 secondes. Vickers HV est liée à la diagonale moyenne ( $d$ ) de l'empreinte mesurée en  $\mu\text{m}$  et à la charge pondérale appliquée ( $F$ ) en grammes ; elle se calcule par la relation suivante :

$$\text{Dureté (Hv)} = (1854.4 \cdot F) / d^2 \quad (\text{III.1})$$

Où  $F$ , la charge appliquée (force correspondant à une masse de 200g) et  $d$  est le diamètre moyen de l'empreinte ( $d_{\text{moy}} = (d_1 + d_2) / 2$ ) en  $\mu\text{m}$ . La figure III.7 représente le microduremètre utilisé pour ces essais du micro-dureté.



**Figure III.8** Microduromètre (Vickers). (ENP, laboratoire de métallurgie).

### III.4. Étude de la cinétique de précipitation

Les méthodes telles que la microscopie électronique à transmission, conventionnelle (MET), ou à haute résolution (METHER), la diffraction des rayons X permettent une mesure directe de la fraction transformée tandis que d'autres méthodes basées sur des mesures de dureté permettent de quantifier indirectement la fraction transformée. Dans la pratique, la cinétique de changement de phase est liée aux facteurs physiques appliqués au système tels que la température ou la pression. Souvent, le changement de phase est accompagné d'un changement des propriétés physiques mesurables comme la dureté.

Dans notre étude, nous avons mesuré la micro-dureté pour différents temps et différentes températures  $T$  (20°C, 145°C, 250°C et 350°C). Selon Merle, au cours de la précipitation, la dureté d'un alliage contenant une fraction transformée  $F$  est donnée par l'équation III.2 :

$$F = \frac{Hv(t) - Hv(0)}{Hv(max) - Hv(0)} \quad (III.2)$$

Où  $Hv(t)$  : Dureté de l'alliage, après un traitement thermique durant un temps  $t$ ,

$Hv(0)$  : Dureté de l'alliage trempé,

Et  $Hv(max)$  : Dureté de l'alliage pour une précipitation maximale [22].

Ainsi la fraction transformée donnée par l'équation (JMA), comme suit :

$$F(t) = 1 - \exp(-kt)^n \quad (III.3)$$

$k$  et  $n$  sont des constantes qui caractérisent respectivement la cinétique de la précipitation et la forme des précipités. L'allure de la fraction  $F$  en fonction du temps est présentée dans la figure III.9.

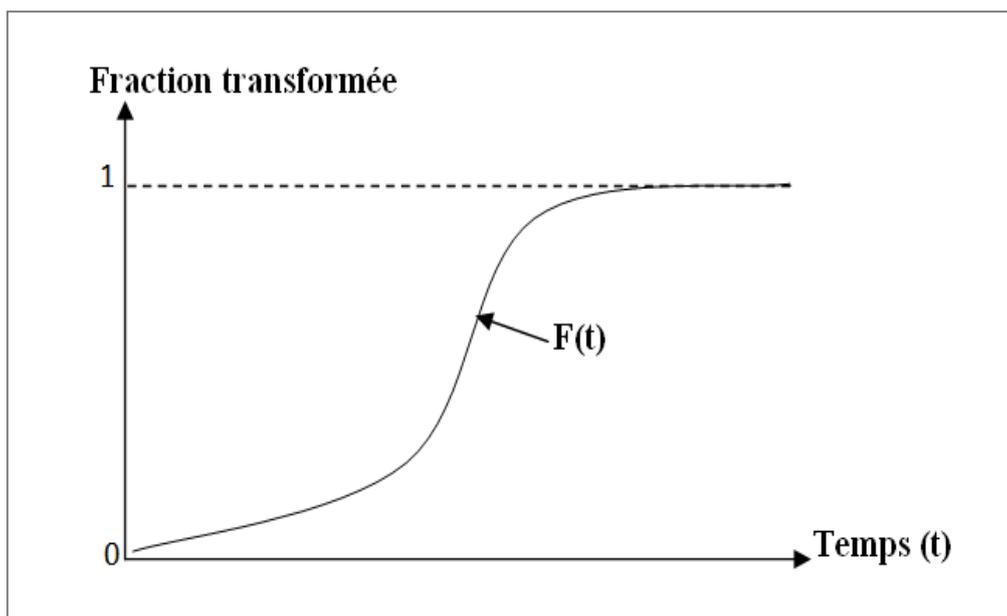


Figure III.9 L'allure de la Fraction transformée en fonction du temps.

Pour déterminer les constants  $n$  et  $k$ , on doit tracer la courbe  $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$  en fonction de  $\text{Ln}(t)$  (Figure III.10).

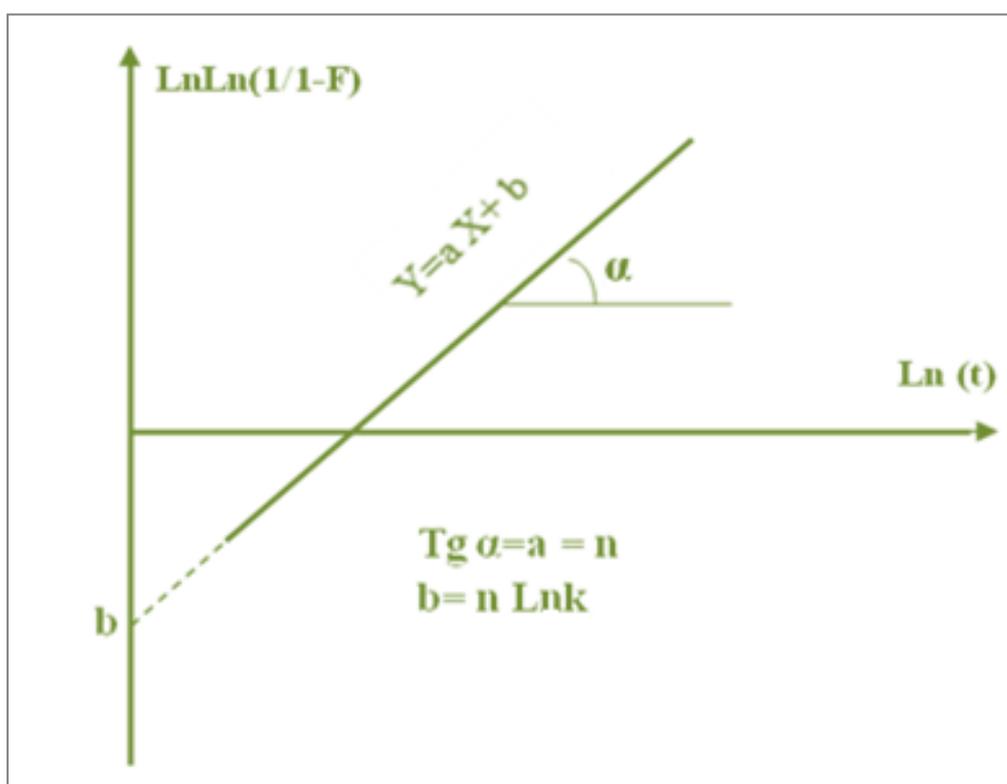


Figure III.10 L'allure  $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$  en fonction de  $\text{Ln}(t)$ .

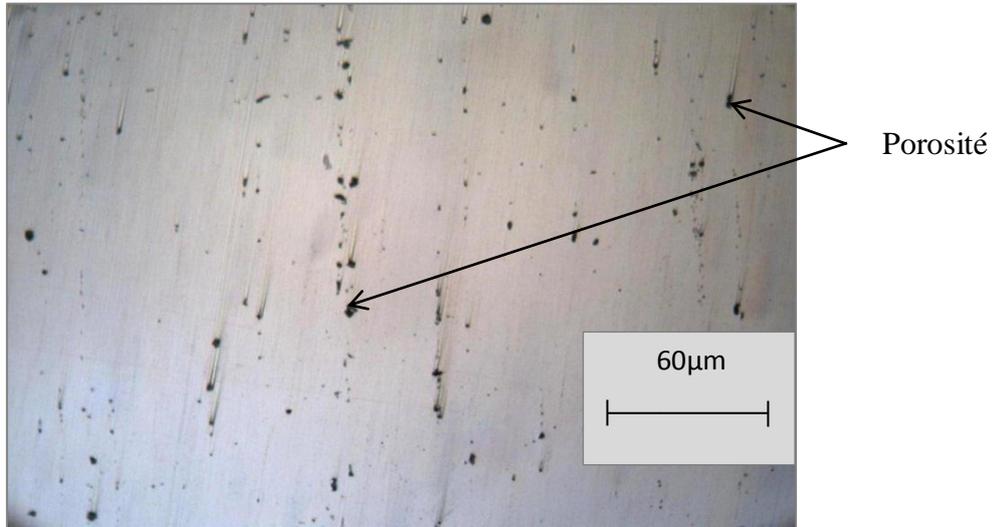
## Chapitre IV. Résultats et interprétation

## **IV.1. Observation microscopique**

### **IV.1.1. Métal de base**

#### **a) Avant l'attaque**

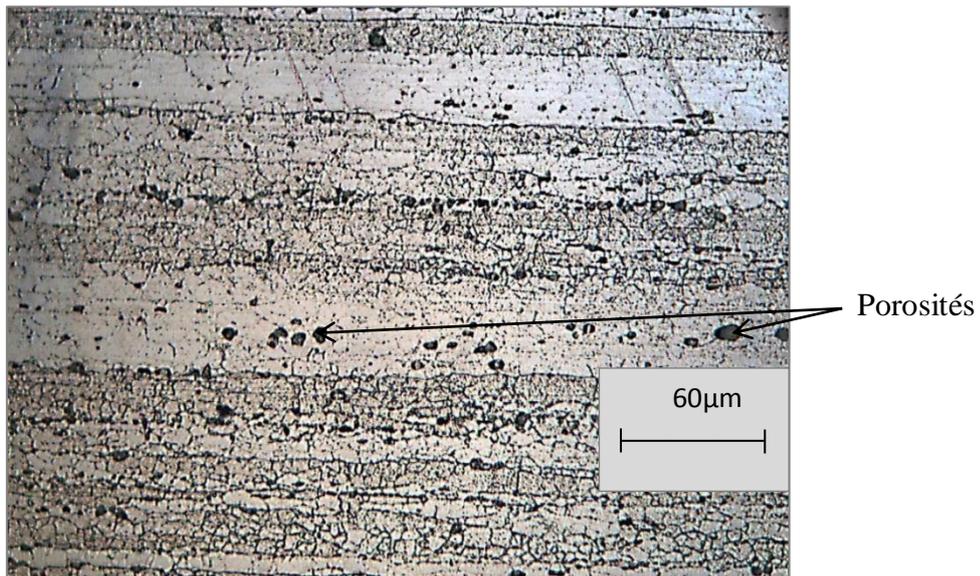
Après le polissage de finition de notre échantillon de base, l'observation par microscope optique nous a montré la présence de porosités qui sont issues lors de leurs élaborations par le procédé de fonderie (Figure IV.1).



*Figure IV.1 Structure de l'aluminium 7020 avant trempe avant attaque.*

#### **b) Après l'attaque**

A l'état brut de réception, l'attaque chimique par le réactif Keller a montré que l'alliage présente une structure en bande et un allongement de grains dans la direction du laminage (figure IV.2). La taille des grains est variable.



*Figure IV.2 Structure de l'aluminium 7020 avant trempe après attaque.*

### IV.1.2. Alliage trempé

Une mise en solution permet la dissolution de tous les éléments de soluté (le zinc et le magnésium) dans la solution solide  $\alpha$ , après trempe, on constate une solution solide sursaturée en élément de soluté. On peut constater la forme allongée des grains provoquée par le laminage (figure IV.3).

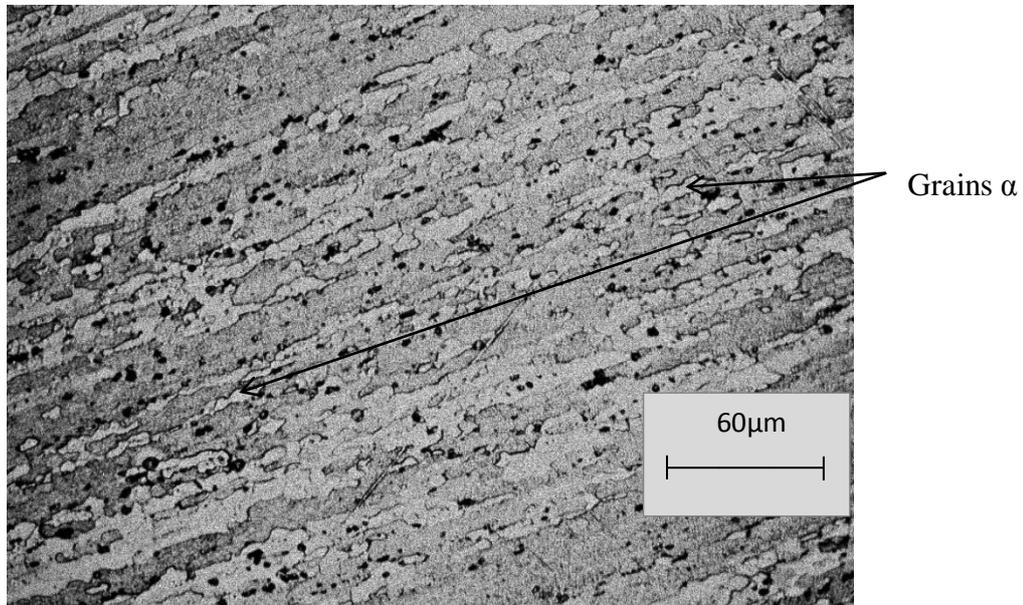


Figure IV.3 Structure de l'alliage après trempe après attaque.

### IV.1.3. Alliage revenu ( $T=145^{\circ}\text{C}$ )

#### a) Revenu pendant 10 heures

La structure en bande n'a pas disparu après 10 heures de revenu à  $145^{\circ}\text{C}$ . La taille moyenne de ces grains est calculée par l'imageJ est égale à  $8.48 \mu\text{m}$ .

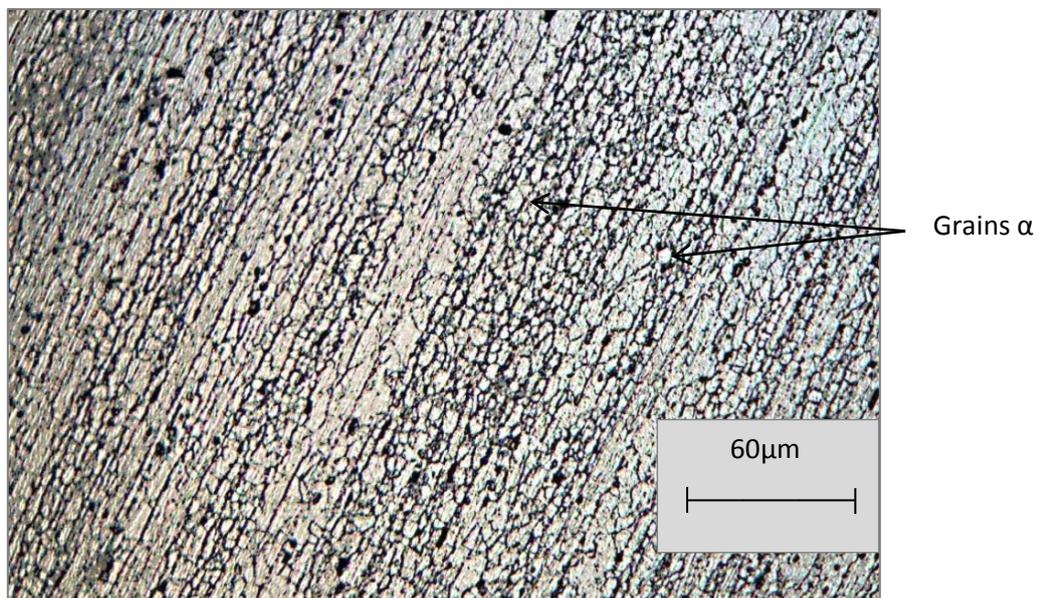
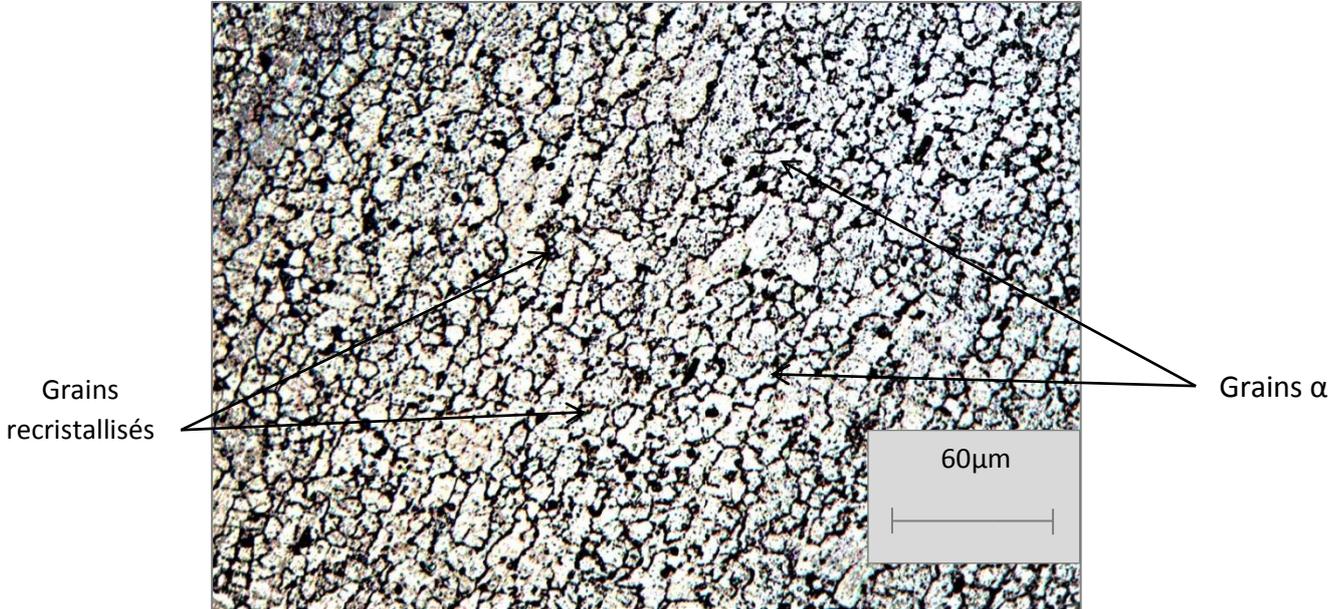


Figure IV.4 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 10 heures après attaque.

**b) Revenu pendant 20 heures**

Après 20 heures de revenu à la température de 145 °C, nous remarquons l'apparition de grains recristallisés, la taille moyenne des grains est égale à 9.94 (µm). La structure en bande a complètement disparu.(figure IV.5).

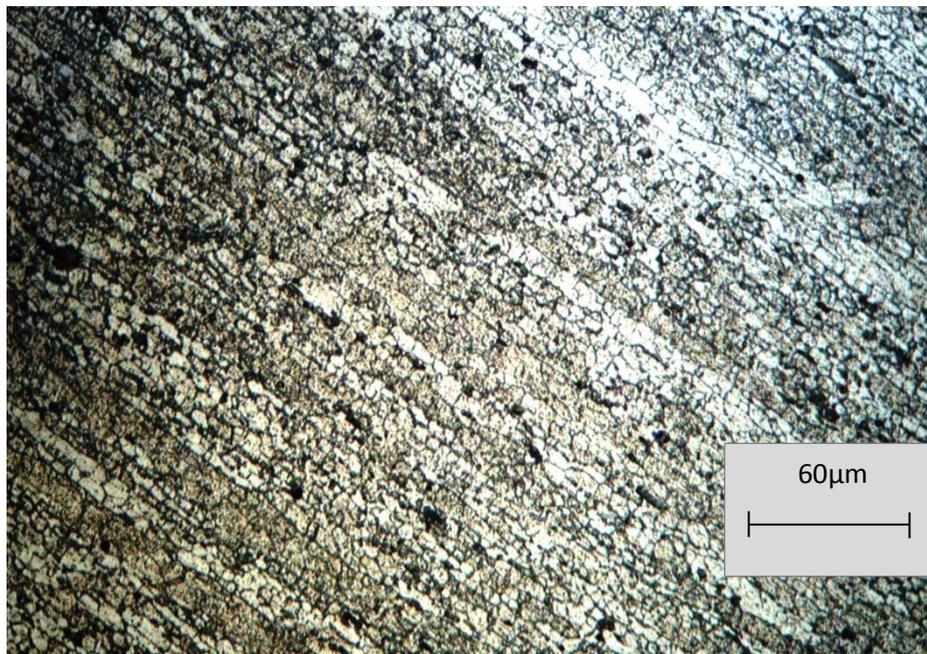


*Figure IV.5 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 20 heures après attaque.*

**IV.1.4. Alliage revenu (T=250°C)**

**a) Revenu pendant 40 minutes**

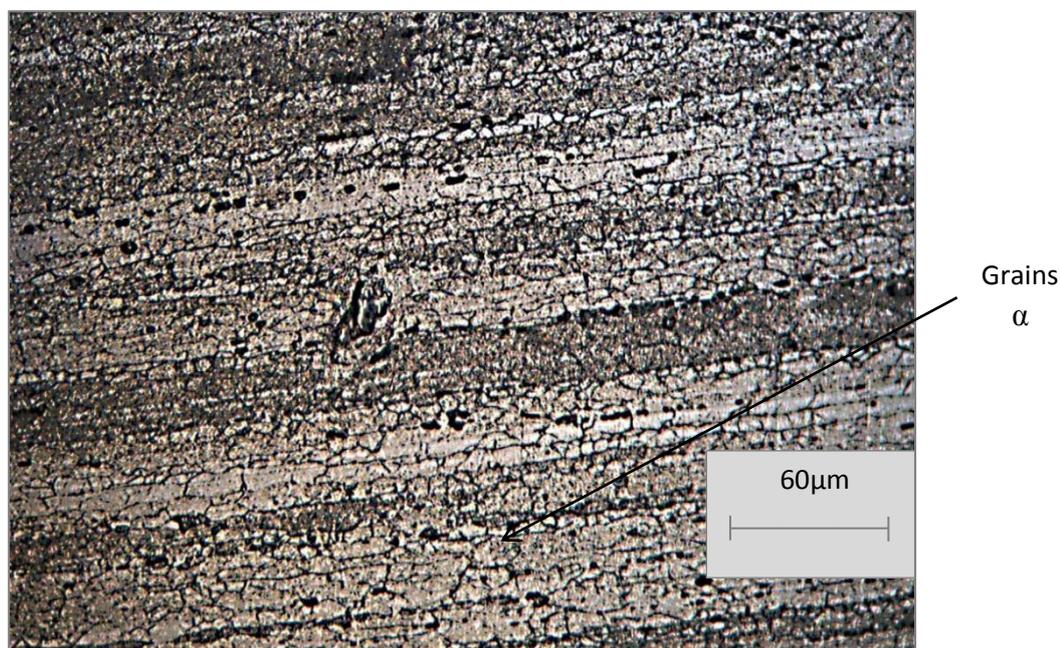
La structure en bande subsiste après 40 minutes à 250°C. La taille moyenne des grains est égale à 8.62 (µm) (figure IV.6).



*Figure IV.6 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 40 minutes après attaque.*

**b) Revenu pendant 100 minutes**

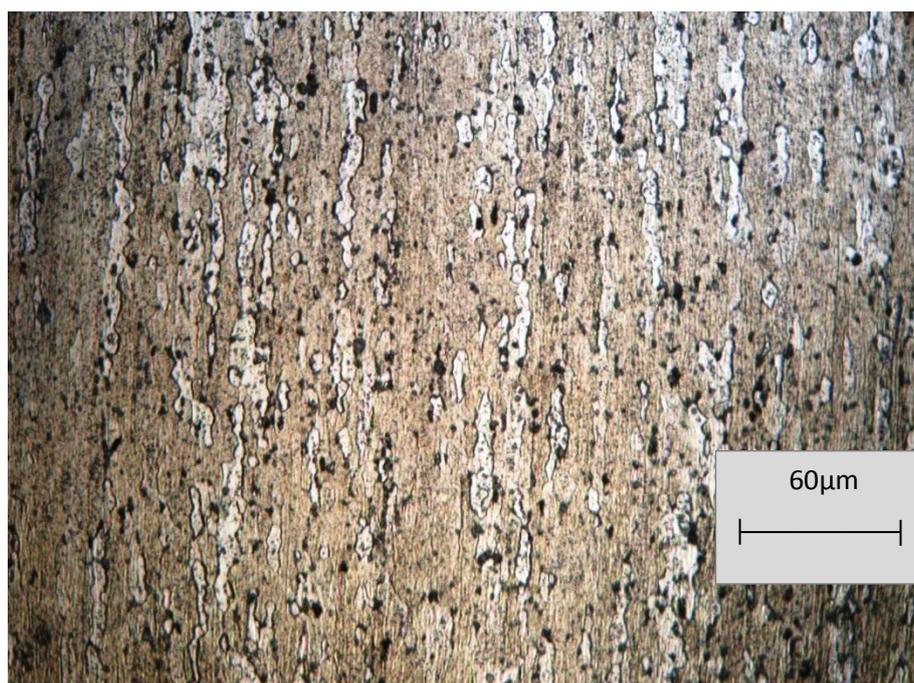
La structure en bande est toujours présente mais on constate une recristallisation des grains  $\alpha$  et de taille variable (figure IV.7).



*Figure IV.7 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 100 minutes à 250 °C*

**IV.1.5. Alliage revenu (T=350°C)**

La structure existe mais de faible largeur en tendance à la recristallisation (figure IV.8).



*Figure IV.8 Structure de l'alliage après trempe et revenu pendant 2.5 heures après attaque.*

## IV.2. Résultats de la micro-dureté

### IV.2.1. La maturation

Pendant la maturation à la température ambiante, nous remarquons que la dureté augmente au fur et à mesure que le temps augmente.

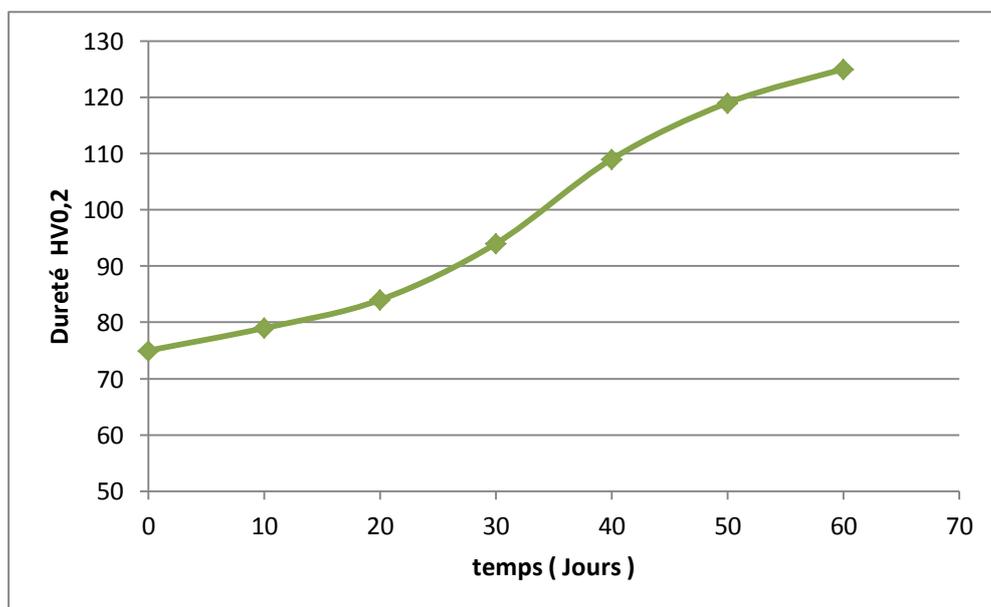


Figure IV.9 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un maintien à la température ambiante.

### IV.2.2. Revenu à la température 145°C

On remarque d'après la courbe de la figure IV.14 une évolution régulière de la dureté en fonction du temps jusqu'à une valeur de 138 Hv suivi d'une légère diminution de la dureté après 5 heures de vieillissement.

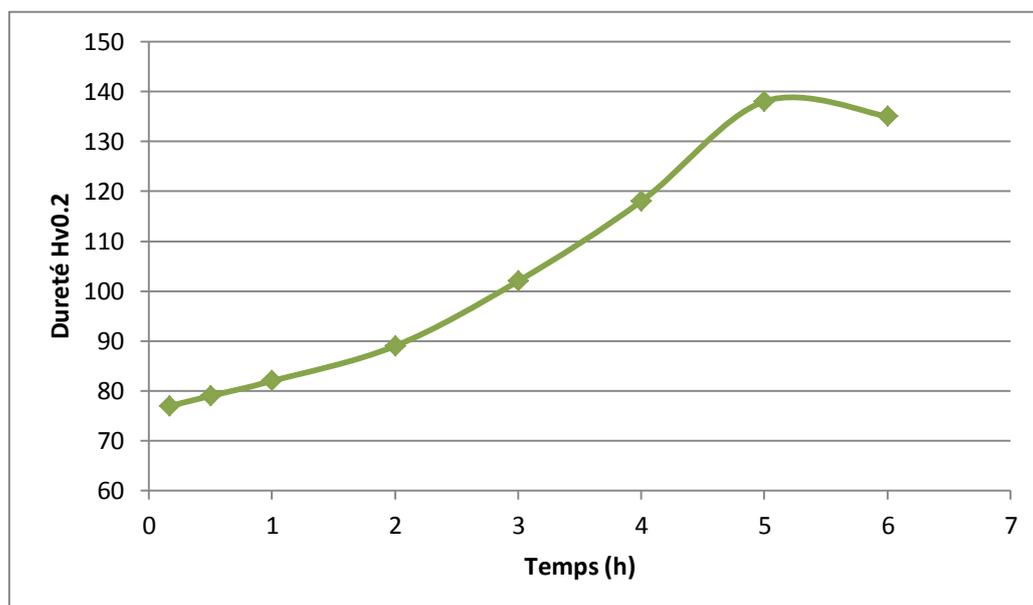


Figure IV.10 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un vieillissement de 145°C.

### IV.2.3. Revenu à la température 250°C

D'après la figure IV.15, on remarque une augmentation de la dureté jusqu'à 128 Hv pendant 3 heure de vieillissement suivie d'un adoucissement remarquable de ce matériau. Nous remarquons aussi que la vitesse de croissance de cette dureté est plus grande que celle de maintenant à la température de 145°C.

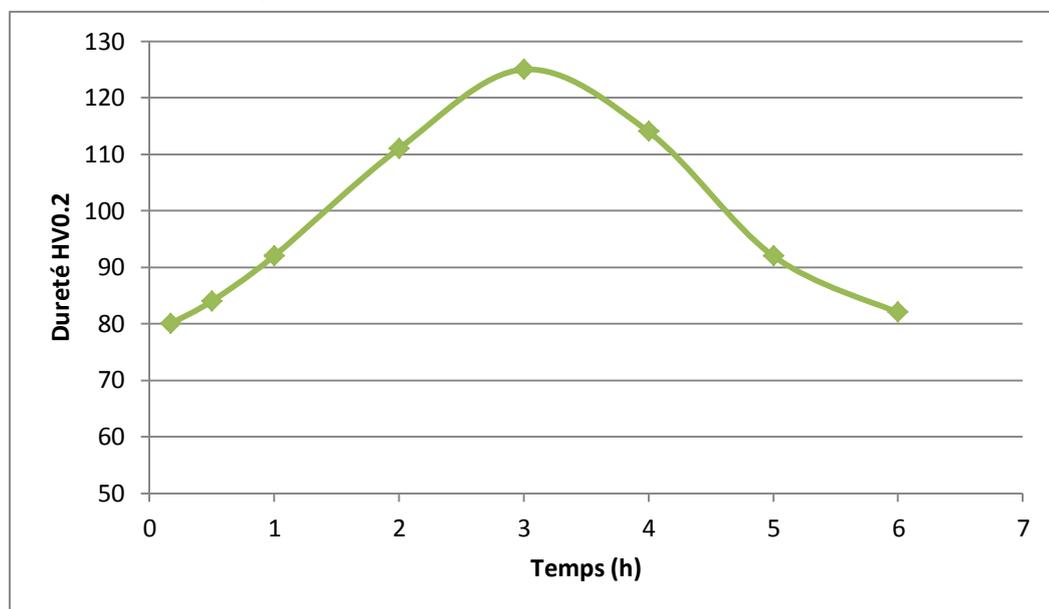


Figure IV.11 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un vieillissement de 250°C.

### IV.2.4. Revenu à la température 350°C

Au cours du maintien à 350°C, se produit un durcissement rapide jusqu' à une valeur de 113 Hv en 1 heure. Puis un adoucissement progressif et régulier de la dureté (figure IV.16).

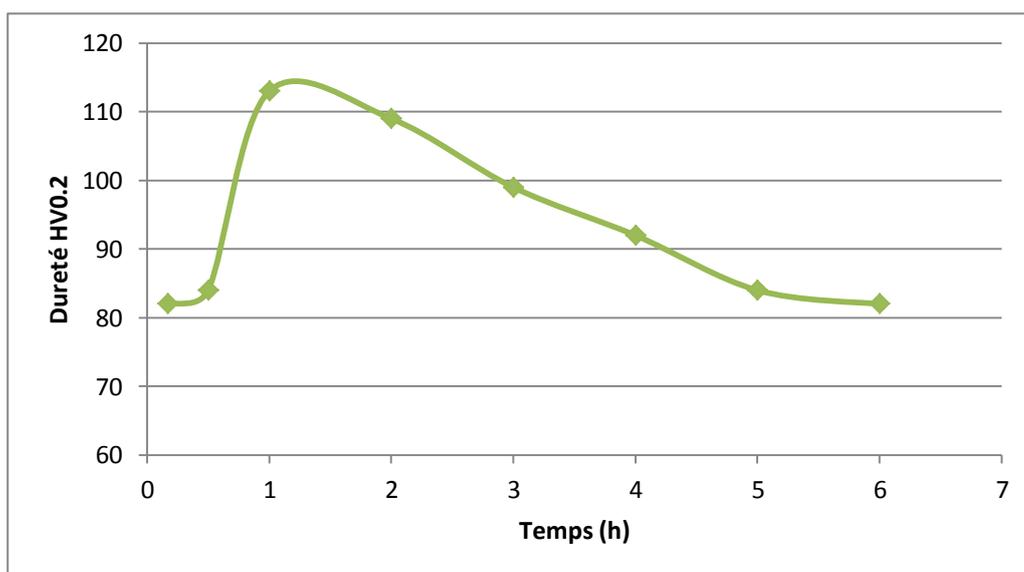


Figure IV.12 Courbe de la micro-dureté en fonction du temps pendant un vieillissement de 350°C.

### **IV.3. Cinétique de précipitation**

Les valeurs mesurées de la micro-dureté permettent de calculer la fraction transformée pour différentes valeurs de température et du temps en appliquant l'équation de Merle puis nous avons calculé les paramètres de croissance  $n$  et  $k$  à partir de l'équation de Johnson-Mehl-Avrami (JMA). Les résultats obtenus sont indiqués dans les figures IV.13 à IV.20.

#### **IV.3.1. Maturation**

##### **a) Fraction transformée**

La courbe du micro-dureté de l'alliage à la température ambiante montre une évolution continue après 60 jours, or qu'on sait pas si l'allure va continue de monter ou pas donc on pourra pas confirmé qu'après 60 jours le maximum est atteint de la dureté, et comme la fraction transformée est liée avec la microdureté donc on peut pas tracé la tracé.

##### **b) Paramètres de croissance $n$ et $k$**

Les paramètres de la croissance sont liés avec la fraction transformée par la relation de (JMA), et comme on pourais pas de tracé la fraction transformée à l'ambiante donc on pourra pas de déterminer les constatntes  $k$  et  $n$ .

IV.3.2. Revenu à la température 145°C

a) Fraction transformée

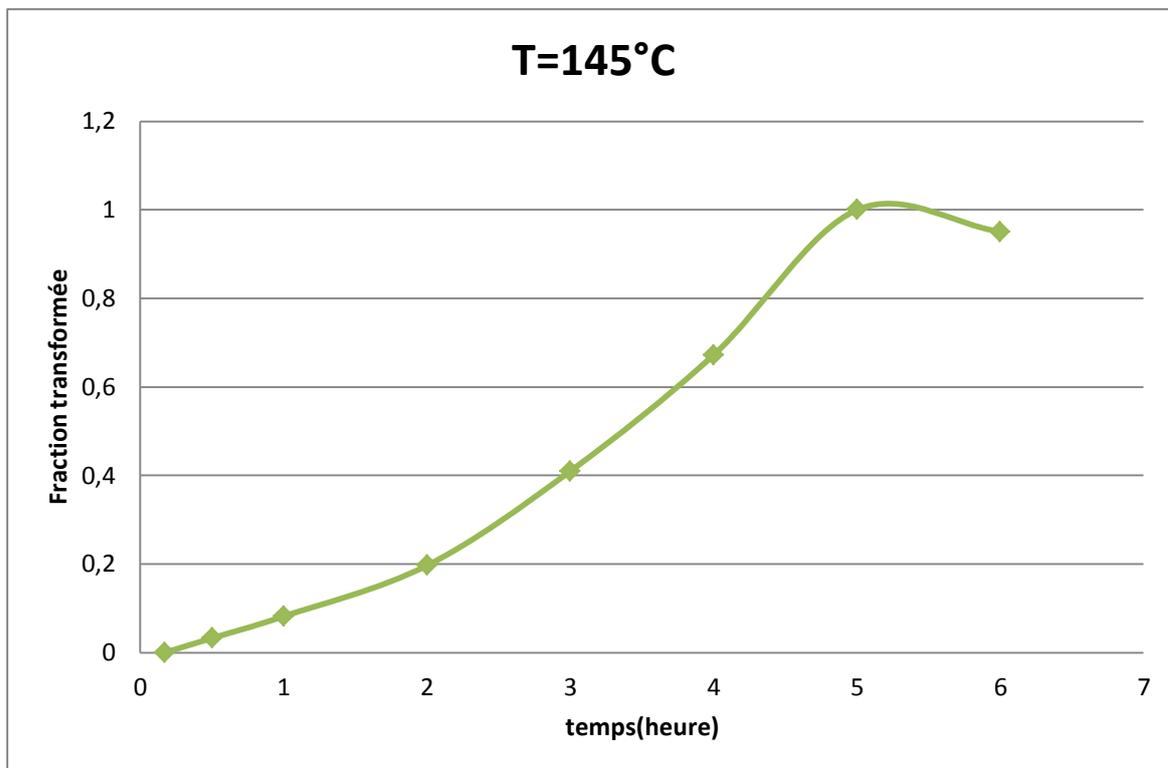


Figure IV.15 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant un vieillissement de 145°C.

b) Paramètres de croissance n et k

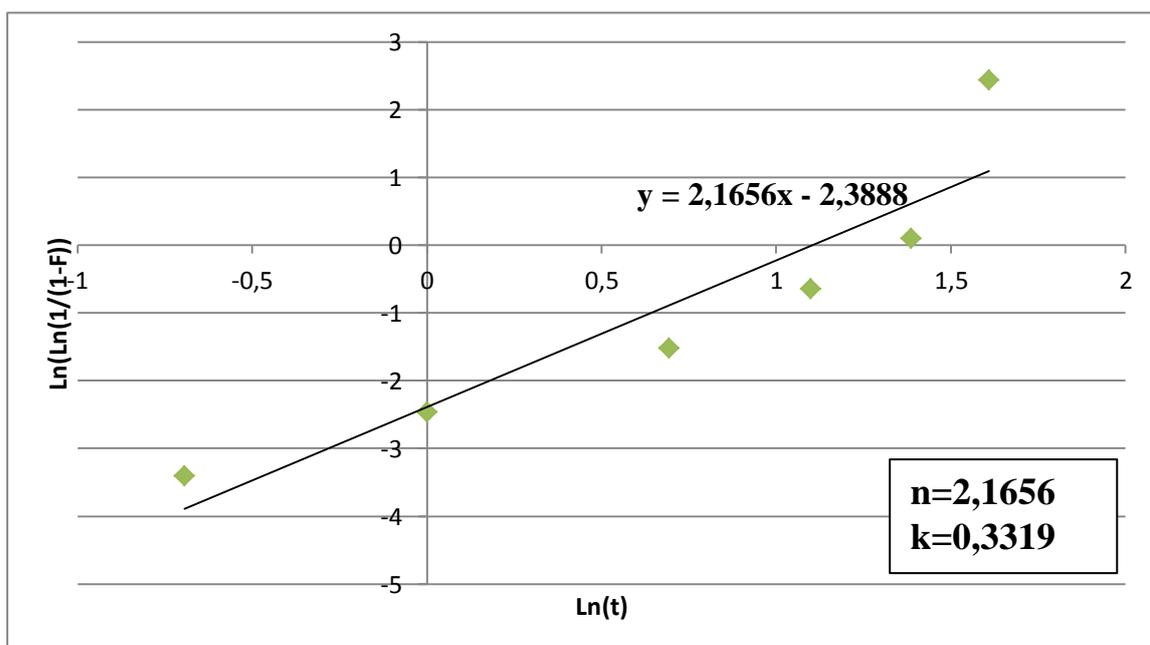


Figure IV.16 Courbe de  $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$  en fonction du  $\text{Ln}(t)$  pendant un vieillissement de 145°C.

### IV.3.3. Revenu à la température 250°C

#### a) Fraction transformée

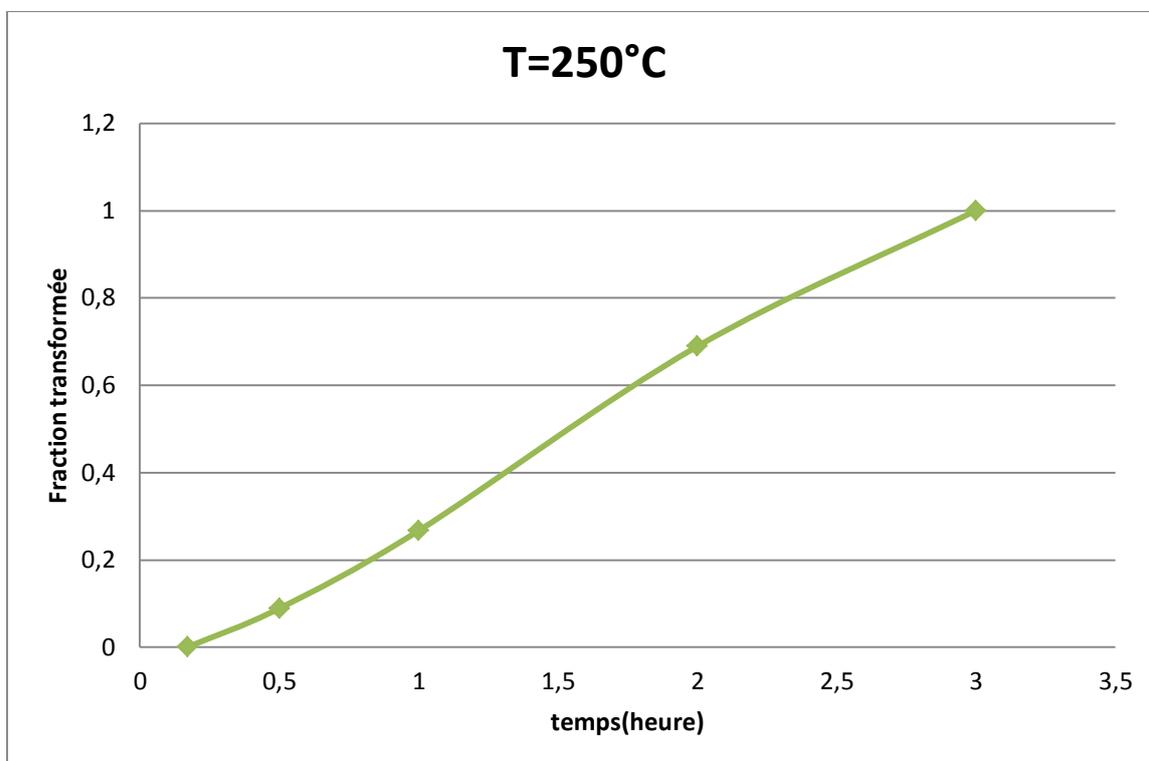


Figure IV.17 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant un vieillissement de 250°C.

#### b) Paramètres de croissance n et k

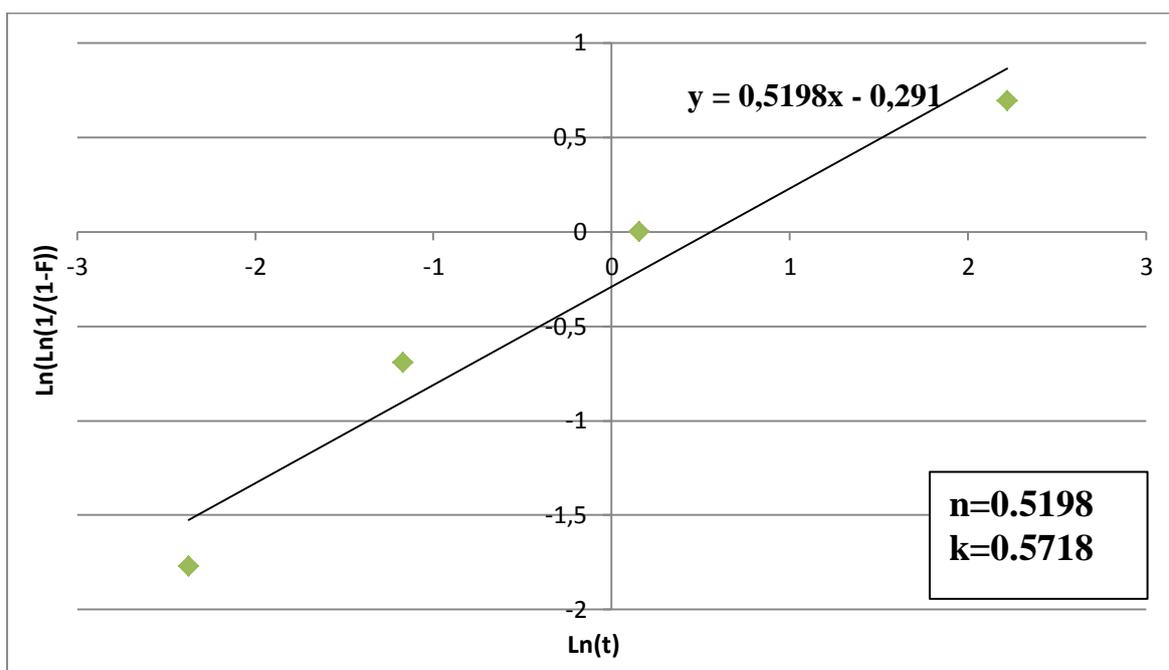


Figure IV.18 Courbe de  $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$  en fonction du  $\text{Ln}(t)$  pendant un vieillissement de 250°C.

### IV.3.4. Revenu à la température 350°C

#### a) Fraction transformée

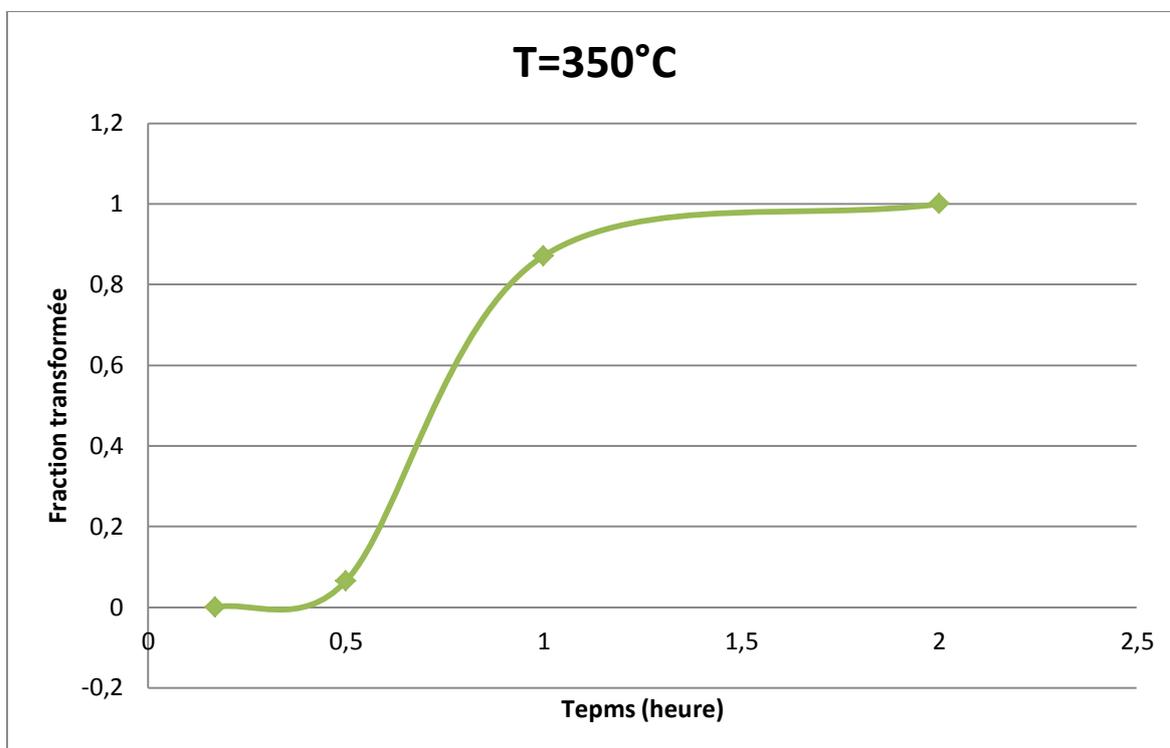


Figure IV.19 Courbe de la fraction transformée en fonction du temps pendant un vieillissement de 350°C.

#### b) Paramètres de croissance n et k

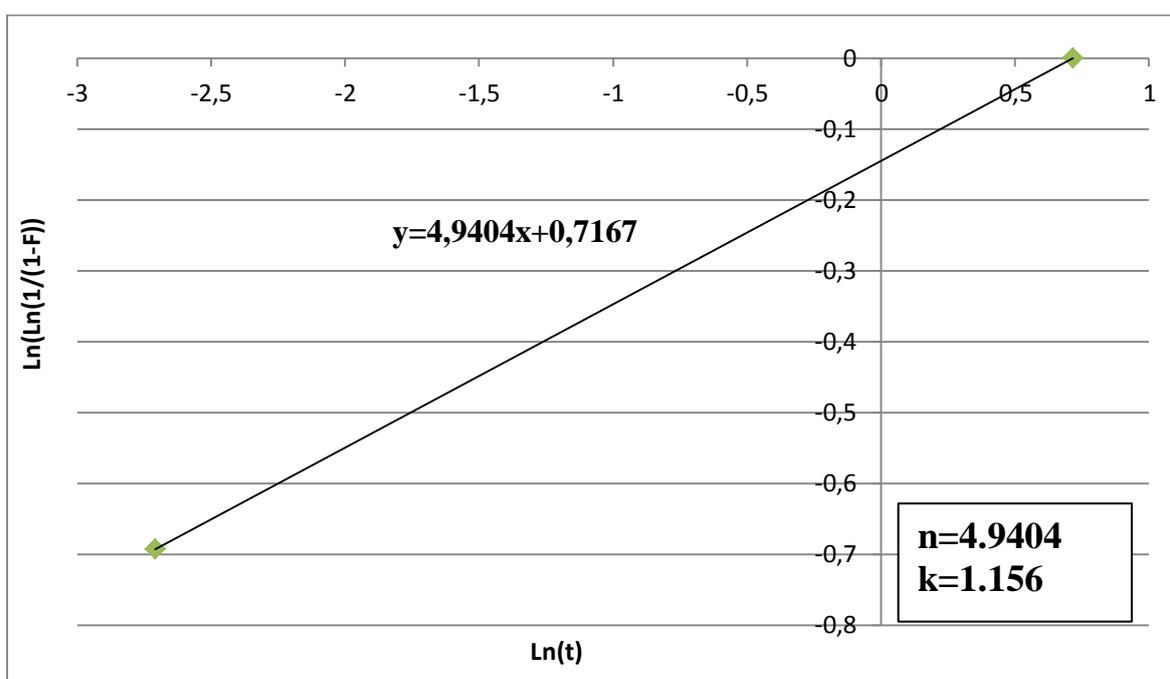


Figure IV.20 Courbe de  $\text{Ln}(\text{Ln}(1/(1-F)))$  en fonction du  $\text{Ln}(t)$  pendant un vieillissement de 350°C.

Tableau IV.1 Paramètres de croissance  $n$ ,  $k$  à différentes températures de revenu.

T(°C)	n	k	Précipitations
20	2.5615	0.030	Zones GP
145	2.1656	0.3319	Zones GP
250	0.5198	0.5718	$\eta'$
350	4.9404	1.156	$\eta'$

- Les valeurs de  $n$  indiquées au tableau IV.1, montrent que les précipités sont hétérogènes.
- Les valeurs de  $k$  montrent qu'avec l'augmentation de la température la vitesse de transformation augmente

### IV.4. Interprétation des résultats

#### IV.4.1. Evolution structurale

Les figures précédentes ont montré les points suivants :

- Le grossissement x500 ne nous permettons pas de voir les précipités.
- Les porosités sont dues aux défauts de fabrications de ce matériau.
- On a deux facteurs principale concernons la recristallisation, le facteur température et le facteur temps.
- Au cours des traitements de revenu 145°C, 250°C et 350°C, on remarque une diminution les porosités qui est dû au mécanisme de diffusion des atomes Al dans les pores.

#### **IV.4.2. Durcissement dans l'alliage d'aluminium 7020**

Les résultats précédents ont montré les points suivants :

- Au cours du maintien de l'alliage à température ambiante, on remarque une évolution de la dureté qui peut atteindre 128 Hv après 60 jours; on explique ça que la solution solide sursaturée se décompose pour donner naissance à la formation de zones GP donc l'alliage se durci progressivement, mais la cinétique de la précipitation est très lente car la température est basse
- Un traitement de revenu à une température de 145°C conduit à un maximum de durcissement qui peut atteindre 138 Hv à 5 heures, Ce durcissement est dû à la précipitation des zones GP, après 5 heures on constate une légère baisse du dureté cela est expliqué par un phénomène de réversion qui se produise après le maximum atteint des zones GP. La réversion c'est la précipitation partielle des zones GP conduise à un adoucissement
- Le traitement de revenu à 250°C montre un phénomène de durcissement qu'il peut atteindre 125Hv, puis un adoucissement après 3heures. Un durcissement est expliqué par la croissance des phases  $\eta'$  et un adoucissement est expliqué par la coalescence de ces phases pour donner naissance à la phase stable  $\eta$ .
- Le traitement de revenu à 350°C montre le même phénomène qu'à la température à 250°C mais pas de même cinétique car les phénomènes de croissance et coalescence sont activé thermiquement.

#### **IV.4.3. Les courbes et paramètres de croissance (n,k) de la fraction transformée**

- Les courbes obtenues pour les différentes températures de revenu ont approximativement la même forme S, cela est bien conforme avec la relation JMA, en effet on remarque que la germination des zones GP commence après un certain temps de maintien qui varie en fonction de la température.
- Et ce phénomène s'accroît avec l'augmentation du temps de maintien jusqu'à atteindre 100% où on remarque une stabilisation de la courbe.
- Et enfin on remarque aussi un décalage entre les courbes selon leurs températures de revenu correspondantes, en effet il existe une relation exponentielle entre la température et l'énergie absorbée
- Les valeurs obtenus de n permettent de confirmer qu'il s'agit des changements structuraux lors de revenu que ce soit la formation des zones GP ou la formation des phases  $\eta'$ .
- Pour le constant de vitesse de la croissance **k**, les valeurs croissantes de ce paramètre montre que la vitesse de la précipitation des zones GP croît avec l'augmentation des températures des traitements de revenu. Et de même pour la phase  $\eta'$ .

# Conclusion générale

Le but de l'étude est de voir l'effet de la température de vieillissement sur le comportement mécanique des alliages 7020 et les changements structuraux.

Notre matériau est un alliage à durcissement structural qui, après des traitements de vieillissement, présente une augmentation de la dureté cela est expliqué par une germination des phases qui sont responsables à ce phénomène-là tels que les zones GP et la phase  $\eta'$ .

Les résultats obtenus de la dureté ont permis de mettre en évidence les précipitations des zones GP et de la phase  $\eta'$  et de faire une conclusion que ce phénomène de précipitation est proportionnelle à la température.

Pour enrichir notre travail et comprendre mieux le phénomène, on a exploité les valeurs de la dureté pour tracer les courbes de fraction transformé et pour calculé les paramètres de croissance  $n$  et  $k$  de la précipitation des zones.

### **Perspective**

Ce travail nous a permis d'identifier les phases et les précipités on utilisant les courbes de la dureté, mais on a trouvé des difficultés pour les voir, donc il sera intéressé d'utiliser d'autres techniques d'observation par exemple le MET, le METHR ou la diffraction X ; pour caractériser ses phases.

Il sera intéressé d'étudier aussi le comportement mécanique de soudures et l'effet de température sur la soudabilité.

Enfin, le comportement de cet alliage dans les conditions de corrosion et de la fatigue.

# Références bibliographiques

- [1] **C.VARGEL.** "Corrosion de l'aluminium".Dunod. Paris (1999).
- [2] **M.COLOMBIER et COLL.**"Matériaux Métalliques". Dunod, Paris (2001).
- [3] **E.LUMINITA.**"Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage".Doctorat de L'université de PITESTI, (26 novembre 2005).
- [4] <http://www.larousse.fr/encyclopedie/nom-commun-nom/câble/29526>.
- [5] <http://aluminium.matter.org.uk>.
- [6] **M.ELBESSEGLI.** " Elaboration et caractérisation des multi-matériaux projetés thermiquement à base d'alliages d'aluminium ". PFE de l'école polytechnique d'Alger (Promotion 2007).
- [7] **E.A.BRANDES et G.B.BROOK.**" Smithells Light MetalsHandbook ".Reed Educationaland Professional Publishing (1998).
- [8] **G.MURRY.** " Aide-mémoire métallurgie ".Dunod. Paris (2004).
- [9] **B.YASMINE.**" Etude Du Durcissement Structural Sur l'Alliage Al-Cu-Mg". PFE de l'école polytechnique d'Alger (Promotion 2010).
- [10] **C.VARGEL.** "Métallurgie de l'aluminium". Technique de l'ingénieur. M4663, (Année 2010).
- [11] **C.VARGEL.** " Comportement des alliages d'aluminium". Dunod. Paris (1979).
- [12] **K.LIAMINE.** " Etude des paramètres du soudage TIG Pulsé sur l'alliage d'Aluminium 2024 T3". PFE de l'école polytechnique d'Alger (Promotion 2008).
- [13] **C.VICTOR.** "Etudes des différentes techniques induisant le durcissement des alliages d'aluminium les plus courants, en particulier évolution des microstructures et des propriétés mécaniques". Examen probatoire (2001).
- [14] **R.DEVELAY.** " Données numériques sur les alliages d'aluminium de transformation ". Technique de l'ingénieur. M445, (Année 2005).
- [15] **P.JOSE.**"Etude comparative du comportement électrochimique des alliages d'aluminium 2024 T351 et 7075 T7351 en milieu neutre de sulfate de sodium ". Doctorat de l'université de Toulouse (jeudi 5 juillet 2012).
- [16] **H.KOTTCAMP.** "Alloy Phase Diagrams Volume 3 of the ASM Handbook". ASM International and the Handbook Committees (1992).
- [17] **D.ROGER.** "Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés". Technique de l'ingénieur. M440, (Année 2005).
- [18] **D.ALEXIS.** "Influence de la pré-déformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu". Doctorat d'Institut national polytechnique de GRENOBLE (12 juin 1997).
- [19] **T.MARLAUD.**"Microstructures de précipitation et mécanismes de corrosion feuilletant dans les alliages d'aluminium de la série 7000 à très hautes caractéristiques mécaniques". Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (28 avril 2008).
- [20] **D.DUMONT.**" Relations Microstructure/Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000". Doctorat d'Institut national polytechnique de GRENOBLE (2 Avril 2001).
- [21] **B.DUBOST et P.SAINFORT.**"Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium". Technique de l'ingénieur. M240, (10/10/1991).

[22] **Q.PUYDT.** " **Comportement mécanique de soudures en alliage d'aluminium de la série 7xxx : de la microstructure à la modélisation de la rupture**". Doctorat de l'université de GRENOBLE (5 décembre 2012).

[23] **E.HERSENT.** " **Modélisation intégrée de la précipitation pour le soudage par friction malaxage d'alliages d'aluminium à durcissement structural**". Doctorat de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne (12 février 2010).

[24] **C.NOWILL.** " **Investigation of the Quench and Heating Rate Sensitivities of Selected 7000 Series Aluminum Alloys**". Thèse de master de l'Institut polytechnique de Worcester ( juillet 2007).