

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

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Projet de Fin d'Etudes

Thème

**Etude Du Durcissement
Structural Sur
l'Alliage Al-Cu-Mg**

Proposé et dirigé par :

Dr. Yousfi Hamid

Etudié par :

Mlle Bouchemaa Yasmine

Promotion : 2010

Dédicaces

*Je tiens à dédier le présent travail, ainsi que mon ingéniorat,
Aux meilleurs parents qui soient, par leur sourire,
Bonté, générosité et soutien dans tout ce que
J'entreprends*

A ma défunte grande mère qui est toujours présente dans mon cœur

*A mes deux adorables petites sœurs, qui ont toujours répondu présentes et n'ont
cessé de m'encourager*

*A mon cher aimé Ali qui a toujours été présent et qui m'a toujours encouragée à
sa manière*

A mes amis Zaki, Billy, Radmou, Salim, Adel et Abd el Ali

A mes cousines, cousins et toute ma famille

A vous tous mes biens cher amis

Remerciement

Je remercie dieu de m'avoir donné le courage, le moral et la santé pour finir mon travail.

Mes sincères remerciements et ma profonde gratitude vont d'abord à Monsieur H.Yousfi, mon encadreur, pour m'avoir dirigé, orienté, soutenu et dont les compétences intellectuelles, l'expérience, la modestie, la patience et la disponibilité ont grandement contribué à l'aboutissement de ce mémoire. Qu'il trouve ici l'expression de mon profond respect.

Je remercie par anticipation, monsieur le président de mon jury, Mr Mabrouk Bouabdallah , ainsi que tous les membres du jury à savoir, Mr LARIBI et Mr ABADELI d'avoir bien voulu siéger dans mon jury.

Je souhaiterai également remercier tous mes enseignants du département de métallurgie de l'ENP, pour avoir participé à ma formation.

Mes remerciements vont également à M. le chef du département génie minier pour m'avoir permis d'effectuer mes expériences au sein du laboratoire du génie minier et à Tonton Djafer qui était présent et qui m'a beaucoup encouragée.

Finalement, mes remerciements vont à tous ceux qui ont contribué d'une quelconque manière à l'aboutissement de ce travail.

Melle Bouchemaa yasmine

Résumé

Ce présent travail entre dans le cadre d'étude des traitements de trempe et de durcissement structural sur les alliages à bases d'aluminium ainsi que l'évolution de la solution solide Al-Cu-(Mg) mise hors équilibre vers l'équilibre en passant par une succession d'état métastables ; on étudiera, d'abord, l'influence de la température de revenu sur la microstructure de cet alliage. Ensuite ses caractéristiques mécaniques (la micro dureté).

Mots clés: aluminium, solution solide, durcissement structural, traitement de trempe

Abstrat

This present work is part of study treatment of tempering and hardening on aluminum-based alloys and the evolution of the solid solution Al-Cu-(Mg) released from equilibrium to equilibrium through a succession of metastable state. we consider, first, the influence of annealing temperature on microhardness of the alloy and its mechanical behavior (microhardness)

Key words: aluminum, the solid solution, hardening, treatment of tempering

ملخص

هذا العمل الحالي هو جزء من دراسة علاج تصلب وسبائك الألومنيوم ويتم ذلك على أسس تحولات وتطور المحلول الصلب (النحاس الألومنيوم والمغنزيوم) وذلك لتحقيق التوازن بمرور الى الحالة الإستقرار، وندرسه، أولاً تأثير درجة حرارة التخمير على ميچروهاردنيسس من سبائك والميكانيكية (ميچروهاردنيسس)

مفتاحية كلمات: الألومنيوم, علاج تصلب, المحلول الصلب, درجة حرارة التخمير

Liste des figures

Partie bibliographique :

Figure I-1 : La forme cristalline de l'aluminium.....	3
Figure I-2 : diagramme d'équilibre Al-Cu.....	7
Figure I-3 : diagramme d'équilibre partiel Al-Cu.....	10
Figure II-1 : représentation schématique des opérations effectuées sur les alliages à durcissement.....	15
Figure II-2 : diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu montrant la limite de solubilité et les domaines de précipitations	18
Figure II-3 : particules sphériques des zones Guinier preston dans l'alliage d'aluminium.....	22
Figure II-4 : Zone guinier parallele au plan (100).....	23
Figure II-5 : contournement des particules	25
Figure II-6 : interaction d'une dislocation avec des particules dures	26
Figure II-7: combinaison de boucles d'Orowan.....	27
Figure II-8 : Cisaillement d'un précipité cohérent	27
Figure II-9 : interaction d'une dislocation avec ses précipités cohérents et cisaillement	28
Figure III-1 : microstructure obtenues dans un alliage Al-4% Cu	32
Figure III-2 : précipitation continue dans l'alliage Al-12% Mg.....	35
Figure III.3 : précipitation hétérogène dans l'alliage Al-8 % Mg.....	36
Figure III-4 : schéma de la précipitation discontinue.....	37
Figure III-5 : phases précipitées dans les alliages Al-Cu)	41
Figure III-6 : variation de l'énergie libre des alliages d'aluminium.....	42

Partie techniques expérimentales :

Figure IV-1 la micro trançonneuse.....	45
Figure IV-2 schéma illustrant le procédés du laminage à froid.....	46
Figure IV-3 : géométrie de la diffraction de Bragg.....	47
Figure IV-4 : four électrique à résistance	48
Figure IV-5 : la polisseuse.....	45

Figure IV-6 : schéma de principe de la structure du microscope sur l'aspect optique	50
Figure IV-7 : microscope optique (Olympus)	51
figure IV-8 : photographie de logiciel d'analyse d'image de travail(archimed)	51
Figure IV-9 : exécution et mesures de l'essai de microstructure Vickers	51
Figure IV-10 : microduromètre	53

Partie résultats et interprétations :

Figure V-1 : méthode de diffractomètre.....	54
Figure V-2 Enregistrement au diffractomètre pour l'aluminium.....	55
Figure V-3 : diffractogramme de l'alliage homogénéisée à $T=550^{\circ}\text{C}$	56
Figure V-2 et VII-3 : microstructure de l'alliage à l'état brut	57
Figure V-6 : grains allongés lors du laminage	58
Figure V-7 : microstructure de l'alliage à 650% de laminage.....	58
Figure V-8 : la microstructure de l'alliage apres traitement de restauration et de recristallisation	59
Figure V-9 : la nouvelle microstructure de notre alliage (petits grains)	59
Figure V-10 : diagramme d'équilibre Al-Cu.....	60
Figure V-11 : courbes isochrones de dureté.....	62
Figure V-12 : début d'apparition de précipités.....	64
Figure V-13 : la croissance de la phase d'équilibre	65
Figure V-14 : la croissance de la phase d'équilibre sur les joints de grains.....	65

Liste des tableaux

Partie bibliographique :

Tableau I-1- la carte identité de l'aluminium.....	3
Tableau I-2- désignation des alliages de corroyage.....	9
Tableau I-3- la composition chimique de certains alliage corroyé sans durcissement structural	9
Tableau I-4- les alliages d'aluminium avec durcissement structural.....	11
Tableau II-1- alliages durcissables par précipitation d'une seconde phase.....	17
Tableau III-1- les types de réaction de précipitation.....	38

Partie expérimentale :

Tableau IV-1- composition chimique de l'alliage Al6Cu-Mg (%massique).....	45
--	----

Partie résultats et interprétations:

Tableau V-1- calcul théorique des intensités rapportées à la raie(111) pour l'aluminium.....	56
Tableau V-2- calcul théorique des intensités rapportées à la raie(111) pour la solution solide (Al-Cu- Mg).....	56
Tableau V-3- intensités mesurées rapportées à la raie (111) pour Al, (Al-Cu-Mg).....	56
Tableau V-4- temps de maintien 1minute	61
Tableau V-5- temps de maintien 5minutes	61
Tableau V-6- temps de maintien15 minutes	61
Tableau V-7- temps de maintien 30minutes.....	61
Tableau V-8- temps de maintien 60minutes.....	62

Sommaire

Partie Bibliographique

I-Introduction.....	1
<i>Chapitre 1 : généralités sur l'aluminium et ses alliages</i>	
I- l'aluminium et ses alliages.....	3
I-1- l'aluminium pur.....	3
I-1-1- caractéristiques mécaniques de l'aluminium.....	4
I-2- les alliages d'aluminium.....	5
I-2-1- influence les éléments d'addition sur les propriétés de l'aluminium.....	5
I-2-2- désignations utilisées.....	5
I-2-3- traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	6
I-2-4- propriétés des alliages d'aluminium.....	8
I-2-5- type de classe et classification des alliages d'aluminium	8
I-2-5-1- les alliages corroyés sans durcissement structural	9
I-2-5-2- les alliages corroyés avec durcissement structural.....	10
I-2-6- écrouissage des alliages d'aluminium	11
I-2-7 mise en forme des alliages d'aluminium	12
I-2-7-1- définition du laminage.....	12
I-2-7-2- le principe.....	12
I-2-7-2-le laminage à froid	13
<i>Chapitre II :le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ</i>	
II-1-1- les alliages à base d'aluminium série 2000.....	14
II-1-2- traitement de trempe structural	14
II-1-3- les étapes du traitement de durcissement par précipitation	17
II-1-3-1- la mise en solution	17
II-1-3-2-la trempe.....	19
II-1-3-3- revenu et vieillissement.....	19
III-2-1- mécanisme de formation des zones de Guinier Preston (GP), θ' , θ'' et θ	21
III-2-1-1- mécanisme de formation des zones GP.....	21

III-2-1-2-formation des phases métastables θ' et θ''	23
III-2-1-3- formation des phases stables θ	24
III-3-1- mécanisme de durcissement par contournement des précipités	25
III-3-2- mécanisme de durcissement par cisaillement des précipités	25
IV-3-3- transformation des phases à l'état solide	28

Chapitre III : précipitation

III-1 précipitation continue	35
III-2- précipitation discontinue.....	36
III-2-1- caractéristiques de bases de la précipitation discontinue.....	36
III-2-2- différents types de réactions discontinues	38
III-2-3- les différents types de précipitation discontinues.....	39
III-2-4- effet de la précipitation discontinues sur les propriétés des alliages	40
III-3- précipitation dans les alliages d'aluminium	40
III-3-1- précipitation de la phase θ''	42
III-3-2- précipitation de la phase θ'	42
III-3-3- précipitation de la phase θ	43

Partie étude expérimentale

Introduction	44
1- matériau étudié	44
IV-1- identification du matériau brut de réception	44
IV-1-1- critère du choix de matériau de base.....	44
IV-1-2- caractérisation du métal de base	44
IV-1-3- préparation des échantillons	45
2- laminage	45
3- traitement thermique.....	46
IV-3-1- traitement thermique d'homogénéisation de l'alliage.....	46
IV-3-2- analyse par diffraction rayon X	46
IV-3-3 traitement thermique de trempe structural	47
4- observation micrographique	48

Partie résultats et interprétations

I-caractérisation des solutions solides.....	54
II-Observation métallographique de l'alliage à l'état brut	57
II-la mise en forme de l'alliage par un laminage à froid.....	57
Iv-influence de la température l'isochrone de micro dureté	60
Conclusion générale.....	67

INTRODUCTION

Introduction générale

Introduction :

Les matériaux en général et les métaux en particulier jouent un rôle important pour tout développement industriel ou progrès technologique. Une grande partie de l'activité économique des pays industriels est rattachée aux matériaux. Vu les exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherche sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, céramiques, polymères etc..., mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

Les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en grande partie par la morphologie et les degrés de dispersion des phases qui les constituent, c'est-à-dire par la microstructure. Aujourd'hui maîtriser les microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques appropriés, qui sont fondés sur les possibilités de transformation structurale.

A cet égard les métallurgistes se sont posés des questions importantes :

- Pourquoi une transformation se produit-elle ?
- Comment se produit une telle transformation ?

La compréhension des divers aspects des transformations de phase devient donc nécessaire pour la maîtrise des technologies des matériaux métalliques. Parmi les transformations de phases à l'état solide les plus intéressantes et qui ont longtemps attirées un bon nombre de chercheurs c'est la précipitation discontinue qui se produit lors des traitements de vieillissement.

Les alliages d'aluminium ont un large champ d'applications grâce à la diversité de leurs propriétés mécaniques.

La précipitation dans les alliages d'aluminium et le phénomène de durcissement structural sont des exemples types d'une problématique scientifique où l'innovation industrielle, les chercheurs théoriciens, les expérimentateurs et les instruments d'observation et de caractérisation ont progressé ensemble, et progressent encore. Les mécanismes de durcissement structural impliquent un ralentissement du mouvement des dislocations par des objets extrêmement petits. La précipitation d'une nouvelle phase à partir d'une solution solide sursaturée est la base du durcissement structural des alliages d'aluminium. Bien que découvert au début du siècle dernier par Wilm [1] dans les alliages Al-Cu-Mg, ce phénomène est resté longtemps mal compris car impossible à observer.

La formation d'une nouvelle phase précipitée de manière extrêmement fine a d'abord été proposée pour expliquer le phénomène. Des traces de cette nouvelle phase ont plus tard été observées par Guinier et par Preston [2] sur des diffractogrammes de rayons X.

Introduction générale

Ces premières observations ont donné lieu à l'appellation de zones de Guinier-Preston (zones GP) pour ces objets.

Il s'agit d'amas iso structuraux de dimensions parfois nanométriques. Toujours sursaturée, la solution solide peut continuer à se décomposer. Elle forme souvent des précipités nanométriques métastables avant l'apparition de la phase stable prévue par les diagrammes d'équilibre.

Cette séquence de précipitation ne donne cependant pas lieu à des propriétés mécaniques constantes. Selon la taille, la forme, la cohérence et la densité numérique des particules de phases en présence, les propriétés de l'alliage vont changer. Cette modification a été interprétée par des interactions différentes avec les dislocations qui vont conduire à un ralentissement plus ou moins important de leur mouvement. Les concepts de freinage et de glissement de dislocations ont alors été modélisés. Concernant la formation des phases.

A partir de la solution solide sursaturée, les théories des transformations de phases, notamment par germination - croissance - coalescence ont vu le jour. La présence de lacunes en nombre important dues à la trempe après mise en solution de l'alliage a permis d'expliquer la rapidité avec laquelle les nouvelles phases se formaient, bien que la diffusion des atomes de solutés soit habituellement lente à température ambiante ou modérée.

Dans ce travail, nous nous proposerons d'étudier les traitement de trempe et de durcissement structural sur les alliages à bases d'aluminium ainsi que l'évolution de la solution solide Al-Cu-(Mg) mis hors équilibre vers l'équilibre en passant par une succession d'état métastables ; on étudiera, d'abord, l'influence de la température de revenu sur la microdureté de cet alliage. Ensuite la caractéristique mécanique (dureté) de l'alliage et mise en évidence après l'ajout d'un élément d'addition (magnésium).

Première partie

SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Cette première partie présente les propriétés de l'aluminium et ses alliages ainsi que leur durcissement structural

Chapitre I

Généralités sur

l'aluminium

et ses alliages

I. L'aluminium et ses alliages :

I.1. L'aluminium pur

L'aluminium est un élément du III^{ème} groupe de la classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est 13 et la masse atomique 26,98 (environ 27). L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance : $a = 4,0412 \text{ \AA}$ (figure I.1). Sa caractéristique la plus importante est la faible densité $2,7 \text{ g/cm}^3$ (celle du fer $7,8 \text{ g/cm}^3$ et celle du cuivre 9 g/cm^3). L'aluminium représente environ 7,5% en masse dans l'écorce terrestre. [3]

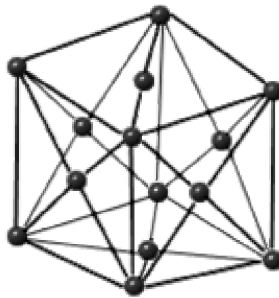


Figure I.1 : la forme cristalline de l'aluminium [3]

En résumé le tableau I.1 ci-dessus englobe les propriétés générales de l'aluminium

symbole	Al
Numéro atomique	13
Masse molaire atomique	27 g.mol^{-1}
Température de fusion	660°C
Point d'ébullition	2056°C
densité	2,7
Résistivité électrique	$2,7 \cdot 10^{-8} \text{ ohm.m}$
Conductivité thermique	$22 \text{ w.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Capacité thermique massique	$9 \cdot 10^2 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Système cristallin	Cubique à faces centrées
Coefficient de dilatation	$24 \cdot 10^{-6} .\text{K}^{-1}$
Module d'élasticité	69000 Mpa

Tableau I.1 : la carte d'identité de l'aluminium

L'aluminium et ses alliages prennent encore aujourd'hui une place importante dans les différents domaines de l'industrie. Son utilisation s'accroît de jour en jour grâce à ses propriétés particulières qu'il présente :

- Légèreté et bonne résistance, ce qui facilite son utilisation dans la construction mécanique.
- Bonne conductivité de chaleur et d'électricité.
- Bonne tenue à la corrosion grâce à la formation en surface d'une pellicule très fine, $\approx 0,7 \mu\text{m}$, et très résistante de Al_2O_3 , (plus l'aluminium est pur plus sa tenue à la corrosion est élevée). L'aluminium, en contact avec l'oxygène de l'air, forme très vite une couche d'oxyde Al_2O_3 qui protège le métal contre les attaques chimiques. Cette pellicule est non soluble dans l'eau, donc l'aluminium est très résistant contre l'influence atmosphérique et il est très utilisé surtout dans l'industrie chimique et alimentaire
- Possibilité de déformation et de soudage.

I.1.1. caractéristiques mécaniques de l'aluminium

A cause de sa structure du type CFC, l'aluminium pur est très bien déformable à froid et à chaud, il est donc très ductile. Cette plasticité élevée à l'état recuit rend très aisé le corroyage, par contre, son usinage étant mal aisé. L'aluminium se prête bien à toutes les modalités de soudage sous gaz inerte tels que l'argon ou l'hélium (gaz de protection).

Sa faible dureté et sa faible limite élastique sont défavorables pour son emploi en mécanique. Les propriétés mécaniques de l'aluminium dépendent :

- ✓ Des traitements mécaniques (forgeage, laminage, etc.).
- ✓ Des traitements thermiques (trempe, recuit, etc.).
- ✓ Des éléments d'addition (Fe, Cu, Mn, Zn, Mg, Si).

A titre d'exemple :

Les propriétés mécaniques de l'aluminium (99,6 %) coulé sont :

- ✓ R (résistances à la traction) = 70 à 100 N/mm^2 .
- ✓ $R_{0,002}$ (limite élastique) = 30 à 40 N/mm^2 .
- ✓ A (allongement) = 15 à 25 %.
- ✓ HB (dureté brinell) = 15 à 25 HB .
- ✓ E (module d'élasticité) = 67500 N/mm^2 .

Les propriétés mécaniques de l'aluminium (haute pureté) recuit :

- ✓ R = 50 N/mm^2 .
- ✓ $R_{0,002}$ = 15 N/mm^2 .
- ✓ A = 50 %.
- ✓ E = 71000 N/mm^2 .

Une déformation plastique à froid de l'aluminium industriel augmente sa charge de rupture jusqu'à 150 N/mm^2 mais l'allongement baisse jusqu'à 6 % [4].

I.2. les alliages d'aluminium

I.2.1. Influence les éléments d'addition sur les propriétés de de l'aluminium

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.

1) Addition de Mg

Les alliages formés, possèdent une résistance mécanique moyenne. Ils sont utilisés dans le domaine de placage, lorsqu'avec l'aluminium, il s'avère difficile. Ils sont faciles à polir et conservent longtemps leur poli à cause de la haute résistance chimique.

2) Addition de (Mg+Mn)

Ces deux éléments augmentent la résistance mécanique sans modifier la déformabilité. Ils se prêtent bien à l'emboutissage et au polissage.

3) Addition (Cu+Si)

Ce sont des alliages de fonderie, présentant une bonne coulabilité et conviennent surtout pour les pièces compliquées.

I.2.2 désignations utilisées

a. **Aluminium** : symbole AFNOR A4, A5 et A99.

b. Alliage aluminium-magnésium

Symbole AFNOR	Nom commercial
A-G 1	Alumag 15
A-G 3	Carbinox
A-G 5	Duralinox H 5

c. Alliage aluminium-cuivre

Symbole AFNOR	Nom commercial
A-U 2N	R R 56
A-U 4G	Duralumin
A-U 4NT	Alliage □

I.2.3. Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Pour assurer le durcissement des alliages d'aluminium, a recourt à la trempe et au vieillissement. Les structures hors d'équilibre et les défauts de structure produits par la déformation qui dégradent la plasticité de l'alliage sont éliminés en appliquant le recuit.

I .2.3.1. Trempe et vieillissement

Avec l'abaissement de la température, la solubilité dans l'aluminium, de la plupart des composants, diminue,

ce qui permet d'utiliser la trempe et le vieillissement pour durcir les alliages.

a. Trempe des alliages d'aluminium

La trempe structurale des alliages d'aluminium a des buts et des effets totalement différents de la trempe martensitique des aciers. Le cycle thermique de ce traitement comprend :

- Le chauffage jusqu'à la température de dissolution totale ou partielle des phases intermétalliques en excès dans l'aluminium.
- Le maintien à cette température.
- Le refroidissement suffisamment rapide (hypertrempe) jusqu'à la température ambiante pour obtenir un solide sursaturé.
- Le maintien isotherme ultérieur qui conduit au durcissement de l'alliage. Celui-ci est réalisé, soit à la température ambiante (vieillissement naturel ou maturation), soit à une température supérieure (appelé vieillissement artificiel ou simplement vieillissement).

Pour mieux comprendre les mécanismes de durcissement structurel engendré par la trempe, prenons l'exemple de l'alliage Al 4 %-Cu.

D'après le diagramme Al-Cu, (figure I.2), la trempe des alliages Al-Cu est déterminée par la ligne abc qui passe au dessus de la ligne de solubilité limite des alliages contenant une teneur en cuivre < 5,6 % et au dessous de ligne eutectique (584°C) pour les alliages contenant une plus grande quantité de cuivre (> 5,6%).

Lors de la chauffe pour trempe des alliages titrant 5,6 % Cu, la phase excédentaire en CuAl_2 se dissout complètement et le refroidissement rapide ultérieur ne fixe que la solution solide α sursaturée qui contient autant de cuivre qu'il y a dans l'alliage. Pour une teneur en cuivre $> 5,6\%$, la structure des alliages après trempe, se composera de solution solide α sursaturée dont la composition correspond au point b et de cristaux de la combinaison CuAl_2 non dissoute au chauffage[5].

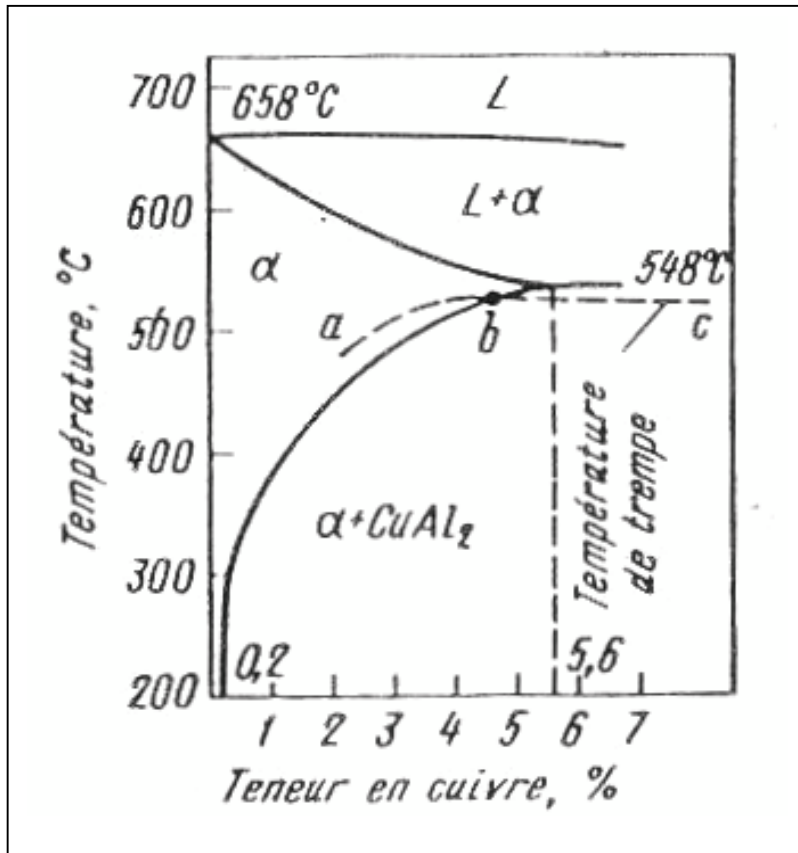


Figure I.2 : diagramme d'équilibre Al-Cu [5]

La durée de séjour, à la température de trempe nécessaire pour la dissolution des phases intermétalliques, dépend de l'état structural de l'alliage, du type de four et de l'épaisseur de la pièce.

b. Vieillissement des alliages trempés :

La trempe est suivie d'un vieillissement qui représente est un maintien à l'ambiante pendant quelques jours (maturation) ou un maintien pendant quelques heures à une température accrue (vieillissement artificiel ou parvenu).

Le vieillissement s'accompagne de décomposition de la solution solide sursaturée qui va de pair avec le durcissement de l'alliage.

Si la distribution des atomes de cuivre dans le réseau de l'alliage est statiquement uniforme, la décomposition de la solution solide sursaturée se produit en plusieurs stades, en fonction de la température et de la durée du vieillissement [5].

I.2.4. Propriétés des alliages d'aluminium

Les principales caractéristiques des alliages d'aluminium sont :

A. Résistance à chaud :

D'une certaine manière, on peut dire que la résistance à chaud est assez faible au delà de 150°C, sauf pour les alliages Al-Cu où l'on peut atteindre 300°C.

B. Résistance aux basses températures :

Les alliages d'aluminium ont un réseau cristallin CFC, par conséquent, ils ne sont pas fragiles d'où leur application en cryogénie.

B. Résistance à la fatigue :

De manière générale, le coefficient d'endurance R_m est de l'ordre de 0,5 pour les alliages sans durcissement structural et de (0,25 à 0,30) pour les alliages avec durcissement structural.

E. Mise en forme :

Les alliages d'aluminium sont faciles à laminier et emboutir. En particulier les alliages Al-Mg sont très appropriés au filage à chaud.

I.2.5 : type de classe et classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium les plus répandus sont Al-Cu, Al-Mg, Al-Cu-Mg-Si, ainsi que Al-Zn-Mg-Cu. A l'état d'équilibre, tous ces alliages forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques CuAl_2 , (phase θ), Mg_2Si , Al_2CuMg (phase S), Al_6CuMg_4 (phase T). Al_3Mg_2 , Tous les alliages d'aluminium peuvent être rangés en trois groupes :

1. Alliages corroyés :

Destinés à la forge et le laminage, ils sont prévus pour l'obtention des demi-produits (tôles, plaques, feuillards, barres. Profilés, tubes, etc.), ainsi que des pièces de forge et estampées produites par laminage, pressage, forgeage et estampage.

2. Alliages de fonderie :

Prévus pour le moulage des formes

3. Alliages frittés :

Élaborés par frittage suivant la méthode de métallurgie des poudres.

I.2.5.1 : alliages corroyés avec et sans durcissement structural :

Il existe huit systèmes d'alliages dits de corroyage par opposition aux alliages de moulage en raison des produits ou demi-produits (tôle, barre...) obtenus par déformation. Ils sont désignés de 1000 à 8000, le premier chiffre étant associé à un élément d'alliage [6], comme on peut le voir dans le Tableau I.2 ci-dessous

Famille	Durcissement par écrouissage				Durcissement structural			
	1000	3000	5000	8000	2000	4000	6000	7000
Eléments d'alliage	Aucun	Mn	Mg	autres (Si+Fe)	Cu	Si	Mg+Si	Zn+Mg
Etendue de la teneur (%mass.)	∅	0,5-1,5	0,5-5	Si : 0,3-1 Fe : 0,6-2	2-6	0,8-1,7	Mg : 0,5-1,5 Si : 0,5-1,5	Zn : 5-7 Mg : 1-2
Eléments d'addition	Cu	Mg, Cu	Mn, Cu	divers	Si, Mg		Cu, Cr	Cu
Résistance mécanique R_m (MPa)	50-160	100-240	100-340	130-190	300-480	150-400	200-320	310-600

Tableau I.2 : Désignation des alliages de corroyage [6]

I.2.5.1.A. alliages corroyés sans durcissement structural :

Ce sont les alliages à base de Mn et Mg tels qu'Al-Mn, Al-Mg, Al-Mg-Mn (alliages de forge et d'estampage). Leur durcissement naturel est du à la formation d'une solution solide et dans une moindre mesure aux phases en excès.

Leurs compositions chimiques et propriétés mécaniques sont données sur le tableau I.3 ci-dessous selon la norme GOST.

Nuance	Composition chimique (%)		Propriétés mécaniques		
	Mn	Mg	R (kgf/mm ²)	R _{0,002} (kgf/mm ²)	A (%)
AMII	1,0 à 1,6	-	13 (17)	5 (13)	23 (10)
AMr2	0,2 à 0,6	1,8 à 2,8	20 (25)	10 (20)	23 (10)
AMr3	0,3 à 0,6	3,2 à 3,8	22	11	20
AMr5	0,3 à 0,6	4,8 à 5,8	30	15	20
AMr6	0,5 à 0,8	5,8 à 6,8	30 (40)	15 (30)	18 (10)

Tableau I.3 : la composition chimique de certains alliages corroyés sans durcissement structural [7]

- **Exemple d'un alliage sans durcissement structural**

Alliage Al-Mn :

La teneur en manganèse est de 1,0 à 1,6 %. La résistance à la traction est supérieure que celle de l'aluminium pur, malgré que les propriétés de déformation sont identiques. La tenue à la corrosion est aussi meilleure que celle de l'aluminium pur. Une meilleure usinabilité peut être obtenue grâce à l'addition de magnésium (0,2 à 0,3) %, de titane ou de chrome.

L'alliage Al-Mn est une solution solide de manganèse dans l'aluminium qui comporte également une faible quantité de particules de la combinaison Al_6Mn , voir diagramme d'équilibre partiel Al-Mn, (Figure I.3). Ils sont utilisés pour les toitures, coffrages, revêtements, réservoirs, ustensiles de cuisine, etc.

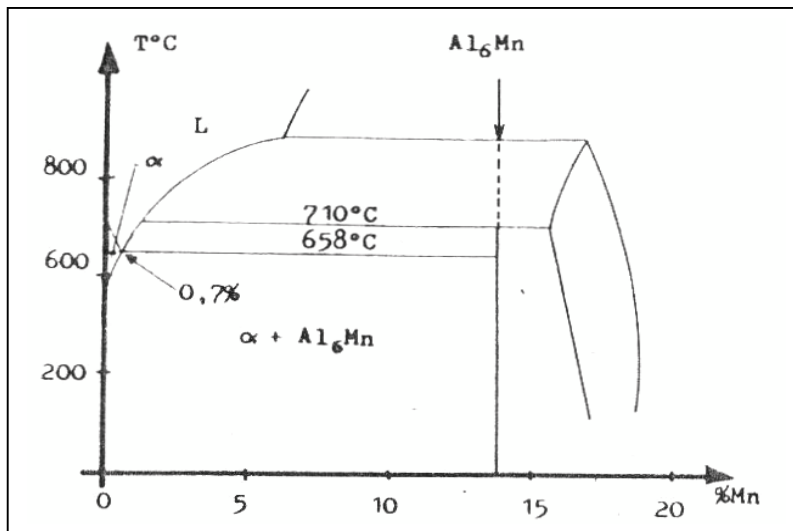


Figure I.3 : diagramme d'équilibre partiel Al-Mn [7]

I.1.2.5.1.B. alliages corroyés avec durcissement structural :

Le durcissement des alliages d'aluminium a été découvert en 1906 par l'allemand Alfred Wilm dans le système Al-Cu-Mg. Il est très connu aujourd'hui pour plusieurs alliages. Le but de ce traitement est d'augmenter la résistance mécanique et la résistance à l'usure du matériau.

Les différents alliages d'aluminium destinés au durcissement sont : AlCuMg, AlMgSi, AlZnMg, AlZnMgCu, leur composition chimique est indiquée sur le tableau I.4 ci-dessous selon TGL.

Types	% d'éléments d'alliages				% d'éléments d'admixture						
	Mg	Si	Cu	Mn	Si	Cu	Mn	Fe	Zn	Ti	autres
AlMgSi0,5	0,4 à 0,9	0,3 à 0,7	-	-	-	0,05	0,10	0,4	0,2	0,2	0,05
AlMgSi 1	0,7 à 1,5	0,7 à 1,5	-	0,05 à 1	-	0,10	-	0,5	0,2	0,2	0,05
AlCu4Mg1	0,4 à 1,1	0,2 à 0,7	3,5 à 4,8	0,4 à 1,0	-	-	-	0,7	0,3	0,2	0,05
AlCu4Mg2	1,2 à 1,8	-	3,9 à 4,8	0,4 à 1,1	0,5	-	-	0,5	0,3	0,2	0,05
AlCu3Mg	0,6 à 1,3	-	2,8 à 3,5	0,3 à 1,0	0,6	-	-	0,7	0,6	0,2	0,05
AlZnMgCu0,5	2,4 à 3,8	-	0,4 à 1,0	0,1 à 0,6	0,5	-	-	0,5	-	0,1	0,05

En plus Cr : 0,1 à 0,3 %.

Tableau I.4: les alliages d'aluminium avec durcissement structural [7]

I.2.6 : écrouissage des alliages d'aluminium

La déformation plastique d'un matériau cristallin modifie ses propriétés de par son influence sur sa structure interne ; ces évolutions de propriétés et de microstructure, appelées écrouissage, jouent un rôle très important pour les caractéristiques mécaniques du matériau. En effet, le durcissement par écrouissage est largement utilisé pour augmenter les caractéristiques mécaniques de nombreux alliages métalliques. De façon plus générale, c'est l'écrouissage qui confère aux alliages métalliques leurs propriétés essentielles de ténacité et de facilité (relative) de mise en forme. Dans le premier cas, l'écrouissage a lieu de façon très locale – en fond de fissure dans un matériau endommagé par exemple – et permet d'absorber l'énergie de sollicitation mécanique. Dans le deuxième cas, c'est l'ensemble du matériau subissant l'opération de mise en forme par grandes déformations plastiques qui est susceptible de s'écrouir.

L'écrouissage dépend du matériau, de la quantité de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En particulier, on distingue la déformation à froid (température de déformation inférieure à environ 1/3 de la température absolue de fusion) et la déformation à chaud ($T_{\text{déf}} > T_f / 3$). Schématiquement, on peut dire que l'augmentation de la température facilite la déformation.

L'écrouissage crée de nombreux défauts cristallins, sources d'une énergie interne stockée hors d'équilibre, et qui peuvent éventuellement être annihilés par des traitements thermiques à température élevée afin de restaurer les propriétés initiales. On désigne habituellement deux stades dans ce processus :

- La restauration : proprement dite qui permet un adoucissement du matériau par le réarrangement et l'annihilation, en général partielle, des défauts Cristallins.
- La recristallisation au cours de laquelle les défauts sont éliminés par migration des joints de grain sur des distances relativement importantes.

La recristallisation donne lieu à une évolution rapide et profonde de la structure granulaire et contrôle en grande partie la taille de grain du matériau.

En général, elle dépend des mêmes paramètres que l'écroutissage qui la précède car elle est gouvernée par les mêmes microstructures de déformation [8].

I.2.7 : mise en forme des alliages d'aluminium – le laminage

I.2.7.1 : définition du laminage :

C'est un procédé de transformation rapide des métaux, à chaud ou à froid, par passage entre deux cylindres lisses ou cannelés, tournant en sens inverse. En raison de ce mouvement de rotation et des forces générées entre les cylindres, il se produit un écoulement du métal vers l'avant. Le potentiel d'allongement et de réduction de section qui en résulte est entre autres fonction de la température du métal laminé et du diamètre des cylindres [9]

I.2.7.2: le principe :

Au cours du laminage, la tôle d'aluminium est happée par les cylindres. Ceux-ci sont rugueux et vont plus vite que le métal à l'entrée de l'emprise. Il se crée donc des forces de frottement qui entraînent l'aluminium par ses deux faces et le forcent à passer entre les cylindres.

L'effort appliqué est supérieur à la résistance à la déformation du métal, ses grains s'allongent, son épaisseur diminue et il s'écroute. Sa résistance à la déformation augmente, sa limite d'élasticité aussi.

Pour l'aluminium et ses alliages, l'effet des passes de laminage sur l'écroutissage est additif. Une réduction produit le même état métallurgique, qu'elle soit réalisée en une ou plusieurs fois avec un laminoir puissant ou plus ancien. Lorsque l'écroutissage atteint une valeur critique, propre à chaque alliage, apparaît le risque de criques et de casse de la bande sous l'effet des tractions appliquées. Il n'est donc plus possible de diminuer l'épaisseur par simple laminage.

Le métal est alors maintenu à une température bien définie pendant un temps déterminé pour permettre la recristallisation totale ou partielle. La résistance à la déformation et la limite d'élasticité diminuent, le risque de criques s'annule et les opérations de laminage peuvent reprendre [9].

I.2.7.3 : le laminage à froid :

Les laminoirs à froid réduisent l'épaisseur jusqu'à l'épaisseur finale demandée par le client. Ils donnent un aspect plus brillant aux bandes et tôles et durcissent le métal.

Les taux de réduction opérés à chaque passage dans un laminoir dépendent de l'alliage, de sa structure interne, des conditions de lubrification et de l'aspect de surface demandé. Ils varient entre 10 et 70 %.

$$\text{Taux de réduction} = 100 \frac{\text{épaisseur d'entrée} - \text{épaisseur de sortie}}{\text{épaisseur d'entrée}}$$

Le lubrifiant le plus utilisé est un mélange d'huile minérale légère (kérosène) et de produits dopants (alcool laurique, acide oléique, etc.).

Avec des émulsions d'huile dans l'eau, les passes peuvent être deux fois plus importantes. L'huile est plus lubrifiante que le kérosène et diminue les forces de frottement. L'énergie rendue ainsi disponible est utilisée pour réduire l'épaisseur du métal.

L'épaisseur du film de lubrifiant entre cylindre et métal joue un grand rôle dans le laminage :

- si le film est épais par rapport à la rugosité des cylindres, le laminoir peut patiner ; les efforts sont plus faibles et l'aspect de surface du métal plus mat du fait de la formation de poches de viscosité ; pour un réglage donné de l'entrefer, l'épaisseur de sortie du métal sera plus faible.
- si le film est mince (toujours par rapport à la rugosité des cylindres) il y a risque de contact métal-cylindres avec naissance de collages. Le métal sort plus brillant et les efforts sont plus élevés. L'épaisseur de sortie est plus importante.

Après laminage à froid, le métal devient dur et cassant. Il doit donc subir un recuit de recristallisation pour lui redonner d'une part ses qualités de plasticité indispensables au formage de la tôle, et d'autre part pour nettoyer la surface de la tôle des résidus d'huile de laminage [9].

**Durcissement Structural Et
Mécanisme de la formation
des zones Guinier Preston
(GP), θ' et θ**

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

II.1.1 Les alliages à base d'aluminium Série 2000 (Al-Cu et Al-Cu-Mg)

Les teneurs en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 6,3% et, quand ils sont en contiennent, leurs teneurs en magnésiums varient de 0,5 à 1,5%. Le durcissement structural de ces alliages qui est dû à la précipitation de formes transitoires des composées d'équilibre CuAl_2 et CuMgAl_2 , leur confère d'excellentes propriétés mécaniques. L'addition de silicium et de manganèse, à des teneurs inférieures à 0,8% favorise la formation de composés quaternaires qui, par dispersion, améliorent les propriétés de la matrice. Par contre, la présence de fer est souvent nuisible, car, à cause de la formation de Cu_2FeAl_7 , le fer diminue la quantité de cuivre nécessaire au durcissement structural ; cependant, si, en plus du fer, on ajoute du nickel, il y a formation du composé Al_9FeNi , qui confère à l'alliage une bonne tenue mécanique jusqu'à 230°C (alliage 2618 : Al-2,3% Cu-1,6% Mg- 1,0% Ni-1,1% Fe-0,18% Si-0,07% Ti) utilisé pour la fabrication des moteurs à turbine et de structure d'avions supersoniques).

Signalons que les alliages de la série 2000 font preuve d'une résistance médiocre à la corrosion, à l'état trempé et vieilli, à cause de la présence de précipités cathodiques par rapport à la matrice. Par ailleurs, ces alliages sont difficilement soudable ; en effet, puisque les zones adjacentes au cordon de soudure subissent un recuit lors du cycle thermique imposé par le soudage, leurs propriétés mécaniques s'en trouvent considérablement affaiblies [10]

II.1.2. traitement de trempe et de durcissement structural

Le cycle de traitement thermique de durcissement structural comporte trois stades schématisés sur la figure II.1:

- ❖ Le chauffage de mise en solution
- ❖ La trempe
- ❖ La maturation naturelle (ou vieillissement naturel) ou artificielle (revenu ou vieillissement artificiel).

Le chauffage de mise en solution consiste à porter l'alliage à haute température afin d'obtenir une solution solide. Par trempe, cette solution solide est amenée à l'ambiante où elle va se trouver à l'état métastable.

Toutefois, ce retour à l'équilibre de la solution solide sursaturée peut être très lent à la température ambiante par suite des faibles vitesses de réaction: cette évolution peut être accélérée par des maintiens à température élevée qui constituent les traitements de revenu et se traduisent généralement par un durcissement plus important de l'alliage.

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

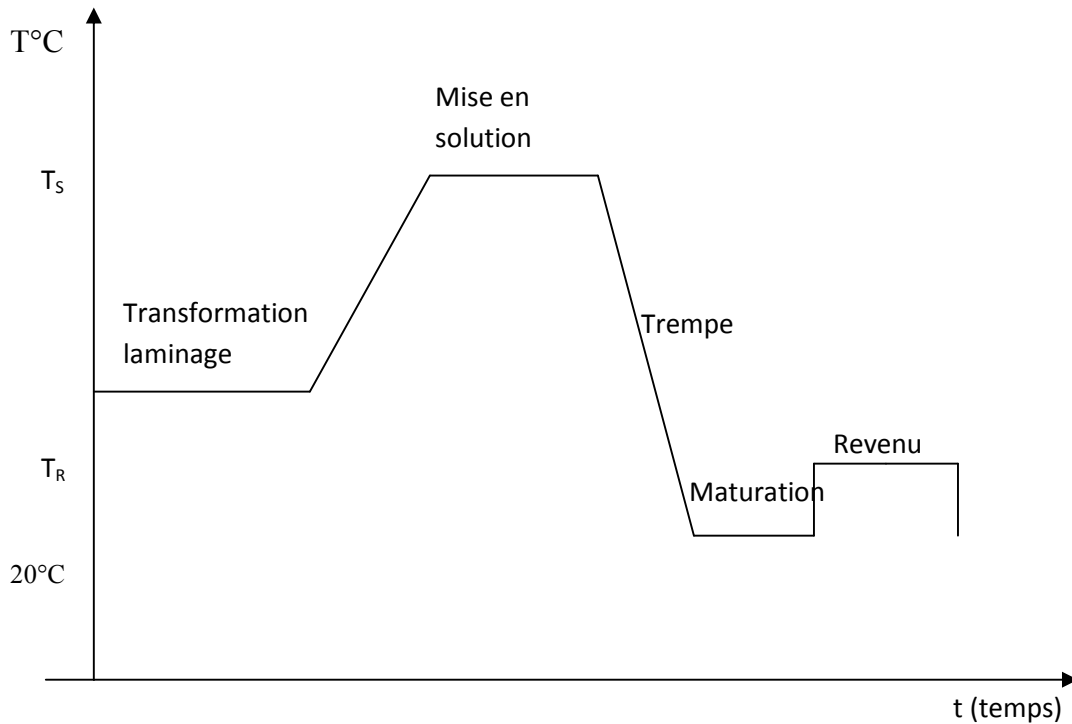


Figure II.1: Représentation schématique des opérations effectuées sur les alliages à durcissement structural

La trempe a, en fait, un double rôle. Elle permet, d'une part, d'amener en sursaturation à l'ambiante les éléments d'addition et, d'autre part, de figer à l'ambiante une très grande quantité de lacunes.

Dans le cas des alliages à durcissement structural la précipitation ne se produit pas de façon simple. On peut la schématiser suivant en trois stades [1]:

- 1- La germination.
- 2- La croissance (grossissement).
- 3- La coalescence.

Au début de la maturation à l'ambiante, l'alliage qui se trouve à l'état métastable va tendre à retrouver son équilibre, d'une part, en rejetant de la solution solide α les atomes étrangers en sursaturation et d'autre part, en éliminant les lacunes en excès.

Ces groupements lacunes-atomes (ou clusters) ont une très grande influence sur le processus de précipitation car ils constituent en général le premier stade au cours duquel il y a apparition au sein de la solution solide de très petites hétérogénéités de structure appelées germes dont la formation va précéder celle de la nouvelle phase qui va précipiter.

Parmi les différents germes qui peuvent se former, il en est qui présentent une importance particulière dans la solution solide sursaturée ; ils se forment par le simple

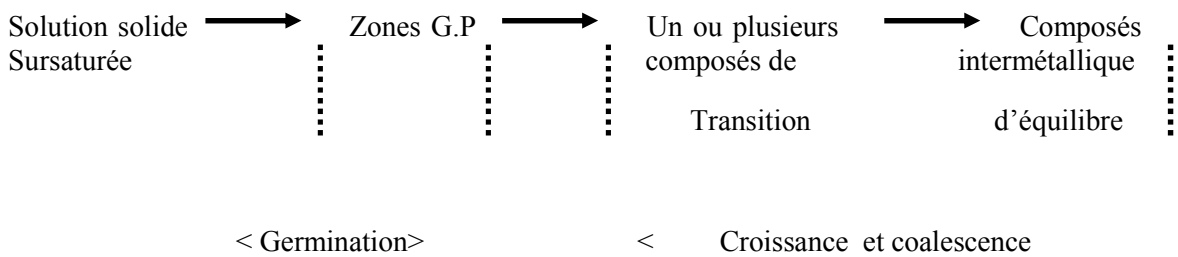
Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

regroupement d'atomes de soluté dans des régions particulières et sont appelés zones de Guinier-Preston (G.P) [1].

Au cours du processus de croissance, les germes grossissent par l'apport progressif d'atomes de soluté provenant de la solution solide mère. Ce processus est déclenché grâce à la diffusion des atomes de soluté [1].

La troisième phase du processus de précipitation est la coalescence, c'est-à-dire la croissance de certaines particules de précipité au détriment d'autres qui se dissolvent.

On peut donc résumer le processus de décomposition d'une solution solide sursaturée par :



L'aluminium est capable de former des solutions solides avec la plupart des métaux qui lui sont associés comme constituant d'alliage. La possibilité de traiter thermiquement un alliage est due à l'augmentation de la solubilité solide des éléments d'addition avec la température. Autrement dit, pour qu'un alliage soit traitable thermiquement, il y a lieu que l'un au moins des constituants donne avec l'aluminium un diagramme d'équilibre binaire. Avec les alliages d'aluminium à durcissement structural, des caractéristiques mécaniques élevées peuvent être obtenues par mise en solution, trempe et maturation ou revenu; ces caractéristiques mécaniques élevées sont alors liées à la présence, dans la matrice d'aluminium, d'une précipitation très finement dispersée provenant de la décomposition partielle de la solution solide sursaturée [1].

Le principe du durcissement structural est basé sur la précipitation, c'est-à-dire la diminution de la solubilité d'éléments d'alliage avec la température. L'élément d'alliage cuivre est ajouté en petite teneur. Il permet, lors des processus thermomécaniques, la précipitation de phases appelées phases durcissantes, à l'origine des bonnes propriétés mécaniques des alliages de cette série.

Le phénomène de « durcissement structural », découvert en 1906 par Wilm [1] dans le cas des alliages légers 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, notamment dans l'aéronautique. Aujourd'hui, le durcissement par précipitation est devenu une pratique courante en métallurgie. Elle ne s'applique pas uniquement aux alliages à base d'Al.

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

(Le tableau II.1) ci dessous donne des exemples d'alliages qui durcissent par précipitation lors d'un revenu après trempe.

Métal de base	Alliage	Composition (% en poids)	Précipités
Aluminium	Al-Cu	Al - 4.5 Cu - 1.5 Mg - 0.6 Mn	S' Al ₂ CuMg
	Al-Mg ₂ Si	Al - 1.0 Mg - 0.6 Si - 0.25 Cu - 0.2 Cr	β' Mg ₂ Si
	Al-Zn	Al - 5.6 Zn - 2.5 Mg - 1.6 Cu - 0.2 Mn - 0.3 Cr	β' MgZn ₂
	Al-Li	Al - 2.5 Li - 1 Cu	Al ₃ Li
Cuivre	Cu-Be	Cu - 2.0 Be -0.5 Co	zones
Nickel	Nimonic 105	Ni - 20 Co - 15 Cr - 5 Mo - 4.5 Al - 1 Ti – 0.15 C	γ' Ni ₃ TiAl
Fer	Acier maraging	Fe - 20 Ni - 9 Co - 5 Mo - 0.7 Ti - 0.1 Al	σ FeMo

Tableau II.1: alliages durcissables par précipitation d'une seconde phase [1]

II.1.3. Les étapes du traitement de durcissement par précipitation

L'étude de l'alliage strictement binaire Al-Cu à 4% de cuivre tire son intérêt du fait que nombreux alliages industriels se comportent comme lui sous l'influence des traitements thermiques et mécaniques (en particulier le duralumin dont sa composition chimique est la suivante : Cu 4%, Mn 0,5%, Mg 0,5%, Si 0,6%)

Dans tous ces alliages, le rôle essentiel est joué par le cuivre, qui leur confère la propriété de durcir après trempe.

La connaissance des phénomènes dans l'alliage binaire Al-Cu à 4% peut donc servir de base à l'étude particulière de chacun de ces alliages [11].

Le traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend une mise en solution solide suivie :

- d'un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la solution solide existant à des températures plus élevées
- d'un traitement de revenu ultérieur effectué à température ambiante (maturation) ou à une température supérieure à qui conduit à un durcissement de l'alliage [12].

Ce traitement s'effectue en 03 étapes :

II.1.3.1. mise en solution ou homogénéisation :

Afin d'obtenir une solution solide saturée, l'alliage est porté à une température aussi élevée que possible (pour l'Al environ 500°C) de façon à se trouver dans une zone

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

de phase unique pour permettre la dissolution des éléments qui provoquent le durcissement.

Pour écarter tout risque de fusion partielle, cette température doit rester inférieure à la température eutectique et à la température de fusion des phases intermétalliques éventuellement présentes. En effet, une fusion partielle d'un composant de l'alliage rend la pièce inutilisable.

A haute température les éléments dissous sont supposés être distribués au hasard dans la solution solide de substitution, mais il y'a aussi une grande concentration de lacunes qui peuvent être associés aux atomes dissous.

La durée de maintien de la température est de l'ordre de 30 min. Comme le durcissement final dépend très fortement de la température et de la durée de mise en solution, on doit se renseigner auprès du fabricant pour obtenir un résultat optimal. Pour certains alliages de la série Al-Cu, il est recommandé de contrôler la température avec une précision de $\pm 5^\circ\text{C}$.

(La figure II.2) ci contre montre la limite de solubilité et des domaines de précipitations des différentes zones :

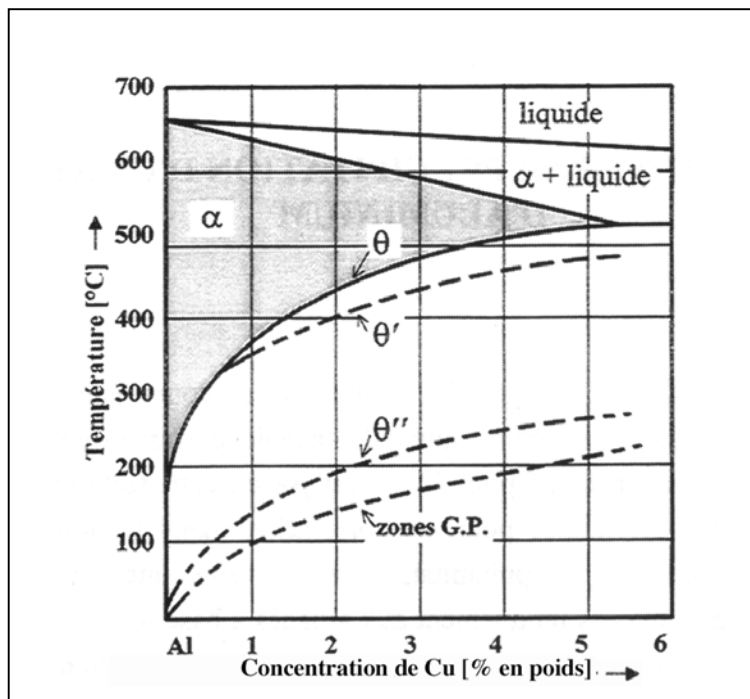


Figure II.2 : diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu montrant la limite de solubilité et les domaines de précipitation des zones GP et les phases θ'' , θ' et θ ($= \text{Al}_2\text{Cu}$) [12].

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

Par la trempe, la solution devient **sursaturée en soluté et en lacunes**. Les atomes du soluté tendent alors à précipiter et les lacunes à s'éliminer.

II.1.3.2. la trempe

La trempe a pour but de maintenir les éléments durcissables en solution métastable. La vitesse de refroidissement nécessaire dépend très fortement de l'alliage. L'Al-4%Cu doit être refroidi jusqu'à 200°C en moins de 5 à 15 s. En dessous de 200°C la vitesse de refroidissement n'est plus critique. Dans les alliages Al-Zn ne contenant pas de Cu, la démixtion est plus lente et il suffit de refroidir en 5 à 20 min. Il s'en suit que les alliages Al-Cu nécessitent une trempe à l'eau, tandis que les alliages Al-Zn peuvent refroidir à l'air.

La résistance mécanique des alliages qui dans cet état n'est due qu'au durcissement par la solution solide, est encore médiocre. Un refroidissement très lent permet la démixtion de la solution en équilibre. Les précipités deviennent relativement grands et ne contribuent que peu au durcissement. Les caractéristiques mécaniques restent alors pratiquement celles de l'Al brut [12]

II.1.3.3. revenu et vieillissement

Après la trempe on effectue un maintien à une température T_R (T° de revenu), on observe alors un durcissement important de l'alliage c'est ce que on appelle 'le revenu' ; ce durcissement s'explique par un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée (hors équilibre) au cours du maintien isotherme.

Cette opération est pour but de réaliser une démixtion de la solution sursaturée dans l'Al (presque pur) et dans des précipités intermétalliques aussi fine que possible. On parle de vieillissement ou maturation si la précipitation, entraînée par le fort déséquilibre de l'état trempé, se manifeste déjà à température ambiante. Si par contre un apport de chaleur est nécessaire pour faire démarrer ou accélérer la réaction, on l'appelle revenu. A part les phases qui précipitent (compositions et détails cristallographiques), la réaction se déroule de manière semblable dans les différents alliages durcissables. Nous prenons ici l'alliage Al-Cu avec 4% de Cu comme exemple.

En dessus de 500°C, la solution Al +4%Cu est en équilibre. En dessous de cette température le composé intermétallique Al_2Cu se forme d'après le mécanisme de "germination et croissance". Les nouveaux grains qui apparaissent ont une structure cristalline différente de celle de la matrice, et il n'y a aucune relation entre les axes cristallographiques des deux réseaux. La naissance d'un tel grain nécessite une forte activation thermique pour la formation de l'interface lors de la germination. Cette énergie d'interface est particulièrement élevée pour une interface entre deux réseaux cristallins distincts. Les atomes formant le joint entre les deux réseaux ne peuvent pas être arrangés de manière à ce qu'ils soient tous séparés par leurs distances habituelles. L'énergie de liaison entre ces atomes est

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

donc réduite et diminue l'énergie de cohésion de l'alliage. La diminution de cette énergie, calculée par unité d'aire d'interface, est justement l'énergie d'interface.

A température ambiante les fluctuations thermiques ont des amplitudes beaucoup trop petites pour que la germination d'un nouveau grain puisse prendre naissance de la même manière qu'à température élevée [12]. Parmi tous les types d'interfaces possibles, celui dont l'énergie d'interface est la plus basse, est celui, pour lequel la nouvelle composition (Al_2Cu) s'arrange dans le réseau de la matrice. On peut décrire cet arrangement comme un cristal avec des variations locales en composition ou comme deux cristallites entre lesquels il existe une cohérence cristallographique. Comme ni l'une ni l'autre de ces deux descriptions n'est vraiment parfaite, on les appelle zones de Guinier-Preston.

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

III.2.1- mécanisme de formation des zones de Guinier preston (GP) θ'' et θ' et θ :

Presque tous les scientifiques de matériaux connaissent les zones Guinier - Preston, qui ont été découverts dans les alliages aluminium-cuivre à l'âge durcie en 1938. L'un des découvreurs, le français André Guinier, est à juste titre bien connu. Les alliages Âge durcis sont partout : dans les avions, écharpes en aluminium, les connexions électriques pour les appareils informatiques etc...

Dans la majorité des cas des alliages binaires et ternaires d'aluminium, le premier stade de décomposition qui prend place immédiatement après trempe à la température ambiante est la formation des zones Guinier-Preston (GP). Il est cru que l'excès de lacunes piégées au cours de la trempe d'un alliage donné à partir d'une région monophasée à une autre biphasée dans le diagramme de phase d'équilibre joue un rôle important dans la formation de petites zones sphériques dans les alliages Al-Cu-Mg (zones GP) et la séquence de précipitation [13].

III.2.1.1- mécanisme de formation des zones GP :

Définition : les zones de Guinier Preston (GP), petits rassemblements d'atomes d'éléments minoritaires, se forment dans les premiers étapes du durcissement de certains alliages surtout dans les alliages à bases d'Al-Cu ces zones sont riches en cuivre, elles sont en forme de disques de diamètre de 3 à 20 nm et dans la plupart des cas ont une épaisseur d'une seule couche atomique.

Formation des zones GP : Au cours de la trempe, des atomes de cuivre se groupent en amas de forme approximativement sphérique. Ces groupements se forment si rapidement qu'une zone appauvrie en atomes de cuivre les entoure. La formation de ces amas sphériques appelés zones G.P se fait par diffusion à mécanisme lacunaire. Dans ce cas, le coefficient de diffusion est donné par:

$$D = Cte n_v \text{Exp} (- (E / K T))$$

Où n_v : Nombre de lacunes à l'équilibre

E : Energie d'activation pour la migration des atomes de cuivre

T : Température à partir de laquelle on effectue la trempe

Par recuit, ces amas croissent, soit par absorption d'autres atomes de cuivres, soit par coalescence de quelques amas de sorte que leur taille augmente et leur nombre diminue.

Des observations en microscopie électronique à Transmission (MET) ont montré que les zones G.P sont sphériques (figure II.3) et cohérentes avec la matrice et que leur taille variait entre 5nm et 15 nm, selon la température et la concentration.

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

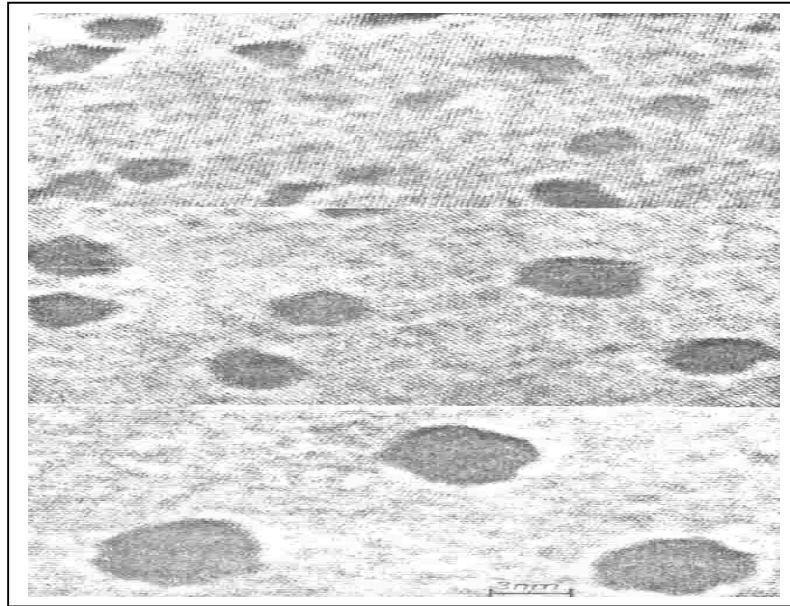


Figure II.3 : particules sphériques des zones Guinier Preston dans les alliages à base d'aluminium [14]

Bien que démontrée indirectement par l'augmentation de la dureté de l'alliage, la formation des zones GP à température ambiante est extrêmement difficile à observer expérimentalement. On suppose que ces amas ont une taille comprise entre 1 et 5 nm de diamètre. L'observation à microscopie électronique à transmission conventionnelle (MET) aux objets de cette taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électroniques de l'aluminium, du magnésium et du silicium [14]. A ce stade, ces amas d'atomes sont plus ou moins sphériques [14]. Ces amas contiennent en majorité des atomes d'aluminium. Ils représentent une zone limitée spatialement dans laquelle la concentration en solutés est supérieure à la concentration moyenne de l'alliage.

Le durcissement des alliages est optimal quand il y a des zones GP I et GP II c.-à-d. des précipités cohérents et ultramines. La coalescence, qui a lieu au delà de 200°C, diminue la limite élastique et la résistance à la rupture. On parle d'un survieillissement. Pour arriver à des caractéristiques mécaniques optimales, le vieillissement prend 5 à 8 jours dans les alliages Al- Cu et Al-Mg₂Si, mais n'arrive à saturation qu'après 90 jours dans l'Al-Zn. Le revenu entre 150 et 200°C permet d'atteindre ce but en 4 à 24 h (selon l'alliage).

Les résistances mécaniques que donne le traitement accéléré sont parfois légèrement plus élevées que celles obtenues par le vieillissement.

Par rapport au durcissement par écrouissage, le durcissement par précipitation à l'avantage de ne pratiquement pas diminuer l'allongement à la rupture [12]

Autrement dit Les zones GP (Guinier Preston) sont constituées par des rassemblements d'atomes de cuivre parallèlement aux plans (100) de la matrice, dont la composition est

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

alors appelée 'zone GP' (figure II.4)

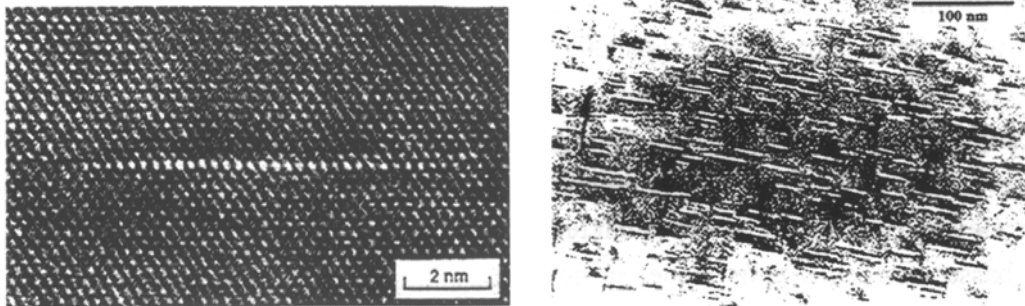


Figure II.4 : zones de GP parallèle au plan (100)

III.2.1.2- formation des phases métastables θ'' et θ' :

- **La phase θ'' :** La phase θ'' a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP-II [14], car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions $[001]^*$ du réseau réciproque de la matrice [14]. Elle est responsable de la microstructure présente au pic de dureté dans les modèles industriels des alliages Al-Mg-Si-(Cu) [14] à faible teneur en cuivre. La forte contribution de la phase θ'' au durcissement structural s'explique par sa cohérence avec la matrice qui provoque un champ de contrainte important. Celui-ci rend difficile le mouvement des dislocations. Cette phase précipite sous la forme d'aiguilles, le long de la direction $\langle 100 \rangle$, mesurant entre 1 et 5 nm de diamètre et 10 et 50 nm de longueur, et elle a une structure monoclinique. Le rapport stœchiométrique Mg : Si des précipités, qui est le rapport correspondant à la phase stable Mg_2Si , est inférieur à 2. Ces rapports sont mesurés entre 1 et 1,7 et semblent dépendre fortement de la composition nominale de l'alliage (autour de 1,7 pour des alliages Al-Mg₂Si et autour de 1 dans des alliages à excès de Si).
- **La phase θ' :** La phase θ' précipite sous forme de bâtonnets, le long de la direction $\langle 100 \rangle$, mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. Leur structure a été bien déterminée en diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres : $a = 0,705\text{nm}$ $c = 0,405\text{nm}$. Comme les aiguilles θ'' , les bâtonnets θ' sont cohérents avec la matrice d'aluminium le long de leur grand axe. Le rapport Mg : Si soit également inférieur à 2. Les rapports Mg : Si trouvés dans la littérature sont essentiellement identiques à ceux mesurés pour la phase θ'' (entre 1 et 1,7 selon les alliages) [14].

III.2.1.3- formation des phases stables θ :

La phase stable Mg_2Si précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées ordonnée comme CaF_2 . Elle ne contient pas d'aluminium. Son paramètre de maille est $a = 0,639\text{nm}$. La phase stable est incohérente avec la matrice.

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

II.3 mécanisme de durcissement :

Le durcissement par la solution solide que provoque la solution figée, immédiatement après la trempe, augmente avec la concentration de l'élément en solution. Néanmoins, avec les 4% de Cu dans l'Al, cet effet reste faible, et dans la suite ne sert pratiquement à rien car il disparaît avec la précipitation du Cu. Mais les petites particules qui se forment provoquent un autre mécanisme de durcissement.

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 [15]

II.3.1. Contournement des précipités :

S'il n'y a pas continuité du plan de glissement comme dans le cas de grosses particules de précipité, ces derniers ne peuvent être cisailés par les dislocations. Sous l'action d'une contrainte appliquée supérieure à la contrainte critique d'écoulement d'Orowan [19], la dislocation franchit les précipités par contournement. Selon J.Friedel [16], les dislocations vont chacune, laisser après leur passage, un anneau autour des précipités. La formation de ces anneaux nécessite une contrainte inférieure à celle pour un cisaillement. C'est le mécanisme d'Orowan [17] (figure II.5).

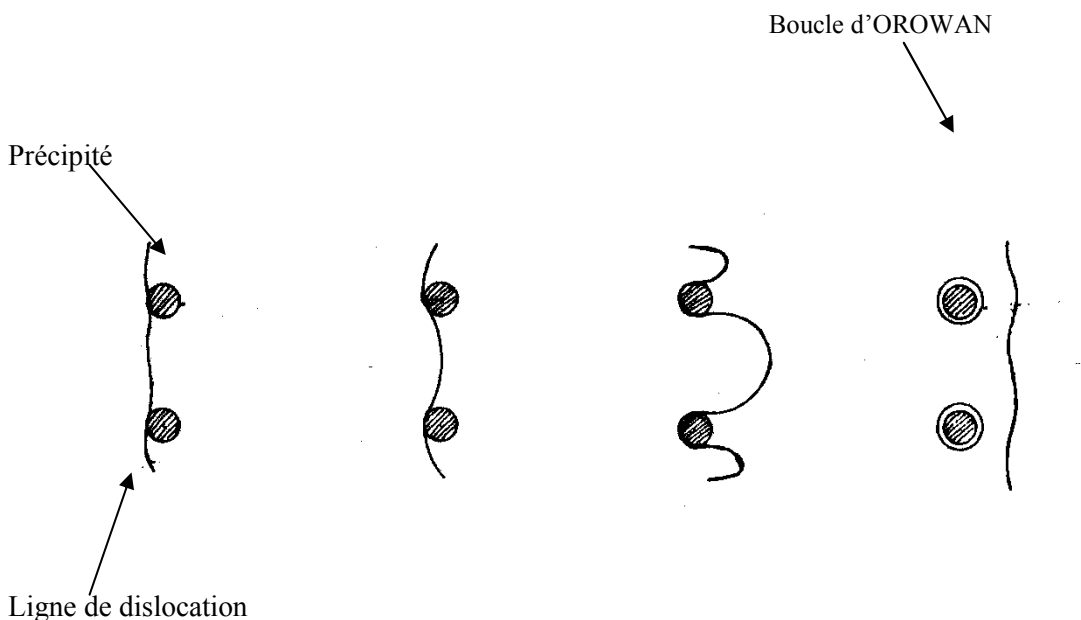


Figure II.5: Contournement des particules [16]

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

Lorsque les particules sont plus dures que la matrice (solution solide résiduelle ou Al presque pur), les dislocations ne peuvent pas pénétrer les précipités. Elles sont obligées de les contourner mécanisme d'Orowan (figure II.6).

La contrainte de cisaillement critique dans le plan de glissement de la dislocation τ_c se calcule, de la même manière, comme celle d'une source de Frank - Read.

$$\tau_c = Gb/d$$

Ici, G est le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et d la distance moyenne entre les particules. On en déduit que la limite d'écoulement plastique est d'autant plus élevée que la distance entre les particules est petite. C'est pour cette raison que l'on cherche à avoir une dispersion des précipités très fine. Mais comme nous ne disposons pour la formation des précipités que d'une quantité de Cu limitée, leur taille devient très vite très petite. En dessous d'une taille critique, ils ne résistent plus à la contrainte de cisaillement τ_c et cèdent avant le contournement de la dislocation. La nouvelle contrainte de cisaillement critique τ_p prise par rapport à l'ensemble, matrice et particules, dépend de la section des particules et de leurs propriétés mécaniques.

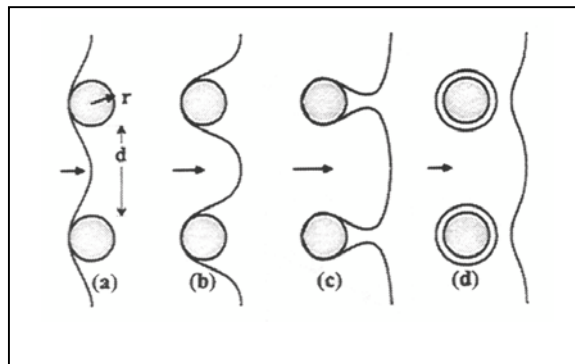


Figure II.6: interaction d'une dislocation avec des particules dures (contournement)

[17]

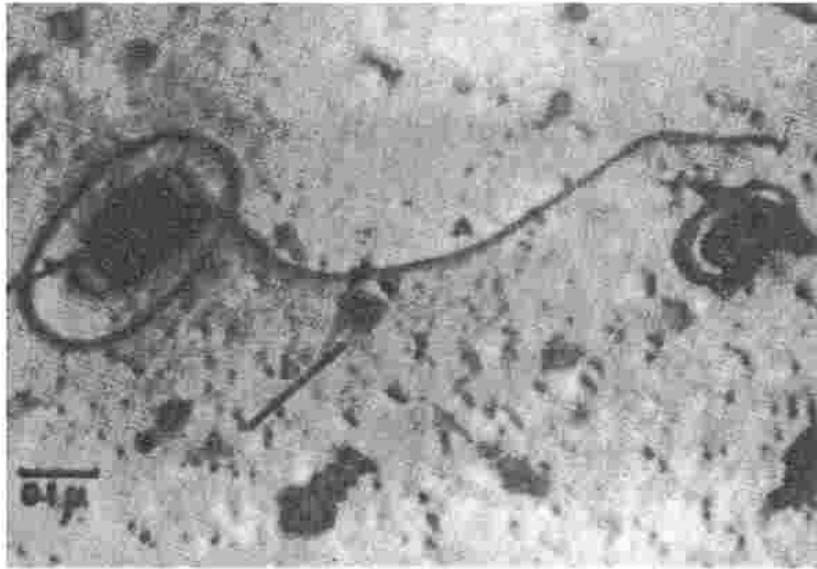


Figure II.7 : Combinaison de boucles d'Orowan [17]

II.3.2. cisaillement des précipités

Par leur faible taille, les précipités comme les zones GP sont cohérents avec le réseau de la matrice. Il y a continuité du réseau entre la zone G.P d'une part, et la matrice d'autre part. Ces précipités cohérents peuvent être cisailés par les dislocations en faisant apparaître des rebords de vecteur de b dans le plan de glissement (figure II.8).

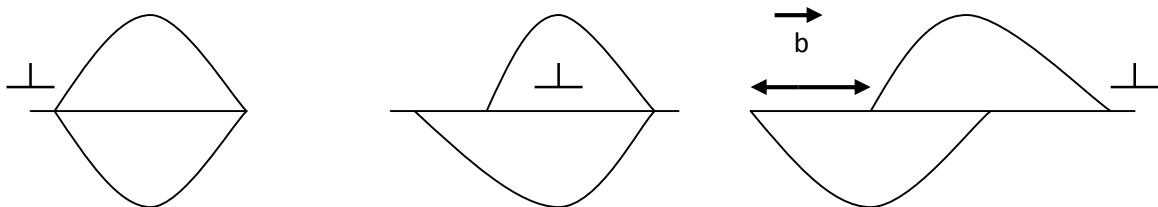


Figure II.8 : Cisaillement d'un précipité cohérent

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

Les zones GP naissant au début de la précipitation sont encore très petites et leur cohérence avec le réseau de la matrice permet un glissement sans déviation, sur un seul plan cristallographique. Elles cèdent au cisaillement (figure II.9) mais, leur résistance augmente avec leur taille et la progression de la transformation en particules tetragonales (θ'') et semi-cohérentes (θ'). Le durcissement s'accroît jusqu'à ce que le contournement devienne compétitif et $\tau_c = \tau_p$. C'est dans cet état que le durcissement est optimal.

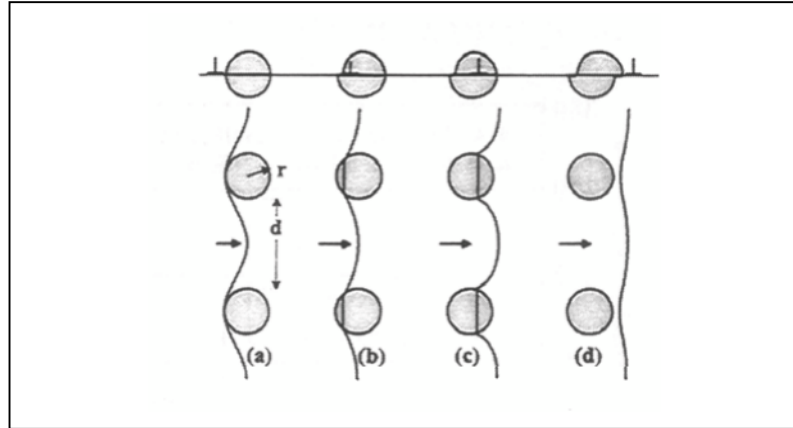


Figure II.9 : interaction d'une dislocation avec ses précipités cohérents et cisaillement [16]

En effet, le revenu prolongé provoque une coalescence des zones GP et θ' , et l'apparition d'autres phases avec des grains plus grossiers. Bien que cela fasse augmenter leur résistance, l'agrandissement de la séparation d facilite le contournement et adoucit le métal (sur vieillissement)[16].

II.3.3 transformation des phases à l'état solide

Pour avoir une transformation dans un alliage, il faut que les atomes puissent se déplacer, soit tous ensembles comme dans les transformations martensitiques, soit individuellement grâce à l'agitation thermique. C'est ce dernier cas (transformation par diffusion) que nous étudierons dans ce qui suit [18]

Pour une solution solide de substitution binaire, avec une quantité N_B d'atomes de B dilués dans N_A atomes de A, la concentration atomique moyenne de l'alliage est [16]:

$$C_0 = N_B / (N_A + N_B) \quad (1)$$

Chapitre II : le durcissement structural et le mécanisme de formation des zones GP, θ' et θ

Dans ce cas, un atome B a besoin pour se déplacer :

- ❖ d'une lacune dans le site voisin
- ❖ de surmonter une barrière énergétique de hauteur Q_m , due à l'influence des autres atomes voisins.

L'énergie nécessaire provient de l'agitation thermique et la statistique de Boltzmann nous montre que la fréquence de saut sera proportionnelle à $\text{Exp}(-Q_m/KT)$.

La probabilité d'existence d'une lacune est proportionnelle à $\text{Exp}(-Q_f/KT)$, où Q_f est l'énergie nécessaire pour la former. La mobilité d'un atome B devient :

$$M = R \text{Exp}(-Q_m - Q_f) / (KT) \quad (2)$$

On remarque le rôle fondamental que les lacunes jouent sur la mobilité des atomes donc sur la vitesse des processus de transformation. L'existence d'une sursaturation en lacunes par refroidissement rapide de la solution, pourra accélérer notablement le déplacement des atomes l'équation (2).

Les transformations de phases à l'état solide peuvent être obtenues après un traitement thermique que certains auteurs (NOVIKOV I.I, ZAKHAROV M.V) désignent par recuit de second ordre par opposition au recuit de 1^{er} ordre qui élimine les états hors équilibre.

Ces transformations de phases sont très diverses : transformations polymorphiques, transformations eutectoïdes, péritectoïdes, dissolution d'une phase dans une autre par chauffage et processus inverse de précipitation par refroidissement, etc.....

Les paramètres principaux du recuit responsables de ces transformations sont :

- la température de chauffage
- le temps de maintien à cette température
- la vitesse de refroidissement

La vitesse de ces transformations est soumise à l'influence de facteurs spécifiques qui peuvent contrarier l'évolution du système prévue par le diagramme d'équilibre. Pour cette raison on fait précéder l'examen des divers types de transformations à l'état solide par une étude de leur cinétique.

III.3.4 Transformations homogènes et hétérogènes

Les transformations des phases peuvent être classées [15] suivant deux types de processus : homogène et hétérogène.

Une transformation homogène se produit par des processus continus mettant en jeu simultanément, et tout au cours de la transformation l'ensemble des atomes concernés.

Une transformation hétérogène se produit par des processus discontinus et localisés tels qu'à chaque instant de la transformation un nombre limité d'atomes passe de l'arrangement de départ à l'arrangement produit. Dans ce cas, il existe à la fois des domaines transformés et des domaines non transformés.

Chapitre III

La Précipitation Sursaturée

III. Précipitation

Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément les propriétés parfois dans un sens favorable. Les processus de précipitation à partir d'une solution solides sursaturée qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales : la précipitation hétérogène et la précipitation homogène [19]

a) Définition

L'apparition d'une seconde phase dans une solution solide sursaturée par précipitation continue présente un intérêt pratique évident par suite du durcissement important qui se produit. Elle conduit soit à l'apparition d'une phase stable, généralement à une température assez voisine de la température de mise en solution solide du soluté, soit au dépôt de phases intermédiaires métastables, si la réaction se produit à plus basse température. La précipitation peut généralement être discontinue (cellulaire) si elle permet le développement de cellules biphasées issues de sites particuliers (joints de grains, dislocations...).[20]

b) Croissance des précipités

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction des atomes ou molécules à l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement.

Dans la croissance par diffusion d'une phase dans un système binaire, il faut considérer non seulement le transfert des atomes à travers l'interface, mais aussi la redistribution des deux espèces d'atomes, puisque la phase en développement à une composition différente de celle de la phase mère. La vitesse de croissance dépend alors de la vitesse à laquelle les atomes sont apportés vers l'interface par diffusion ou éloignés de cette dernière (croissance contrôlée par la diffusion dans la phase mère), et de la vitesse à laquelle ils traversent l'interface (croissance contrôlée par la traversée de l'interface)[20].

c) Morphologie de la précipitation

Dans le cas d'un refroidissement lent, les précipités sont grossiers et très espacés. Dans le cas d'un refroidissement rapide, ils sont fins et très rapprochés (figure III.1). Quand on refroidit lentement, l'enthalpie libre de précipitation est faible et le taux de germination est faible aussi et pour assurer la proportion d'équilibre en Al_2Cu , les rares germes doivent croître en de gros précipités très distants les uns des autres.

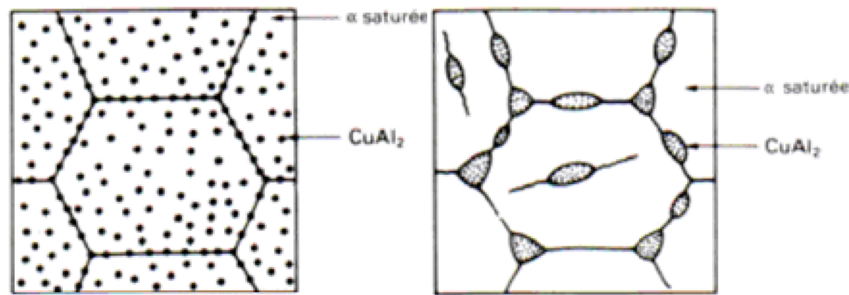


Figure III.1 : microstructures obtenues dans un alliage Al-4% Cu [19].

(a) par refroidissement lent à partir de 550 °C. (b) par refroidissement rapide à partir de 550°C.

Les dislocations n'ont pas de mal à contourner les précipités et l'alliage ainsi obtenu a de faibles caractéristiques mécaniques. Si au contraire, on refroidit l'alliage rapidement, la structure obtenue est beaucoup plus fine. Comme l'énergie motrice est élevée, le nombre de germes l'est aussi. Les précipités, quoique petits, sont très rapprochés. Les dislocations mobiles ont du mal à les franchir et l'alliage est ainsi plus dur.

Si on refroidit trop rapidement, la précipitation peut être totalement évitée. Cependant, il est possible d'augmenter considérablement la dureté de l'alliage en lui faisant subir un vieillissement.

d) Coalescence des précipités

A la fin de leur croissance, les proportions de phase dans un alliage polyphasé tendent vers les rapports prévus par le diagramme d'équilibre ; on observe simultanément que les gros précipités continuent de croître au détriment de plus petits qui finissent par disparaître. Ce phénomène est expliqué comme suit : au voisinage des précipités fins plus dispersés, la concentration des atomes de soluté est plus grande, alors que dans le volume adhérent aux grosses particules, cette concentration est plus faible ; cette différence en concentration confirme que les atomes de soluté diffusent depuis la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grosses particules, et les atomes du composant de diffusion de base de la grosse particule fine. Une telle distribution des précipités de diffusion se fait que près des gros cristaux de la seconde phase et la solution solide α devient sursaturée, ce qui conduit à leur croissance. Par contre, au voisinage des particules plus dispersées, la solution solide devient pauvre et les particules se dissolvent. Ce phénomène est appelé **coalescence** [20].

e) Paramètres influençant le phénomène de la précipitation**1) Rôle des défauts de structure dans la précipitation**

Le cristal réel a un arrangement atomique qui s'écarte localement de la structure du cristal idéal, en raison de la présence de défauts dans la structure cristalline (lacunes, dislocations, défauts d'empilement, joints de grains,...) ; ces défauts jouent un rôle important dans le processus de vieillissement, puisqu'ils peuvent avoir une influence sur la germination et sur la croissance des particules de la nouvelle phase, par leur effet direct sur la diminution de l'énergie d'interface et sur le coefficient de diffusion.

2) Rôle des dislocations dans la précipitation

C'est celui de l'accommodation des atomes de soluté solide des distorsions élastiques du réseau du solvant, soit de compression ou de tension, selon la taille relative des atomes du soluté et celle de la phase dont ils disposent pour s'insérer dans la solution. Dans ces conditions, un gradient de déformation élastique provoque aussi la diffusion car l'énergie d'un atome de soluté est réduite quand il se déplace dans le réseau vers une position pour la quelle la formation est de sens opposé à celle associée à l'atome. Les dislocations créent donc des gradients de déformation.

Dans le cas d'une dislocation coin positive le réseau situé au-dessus du plan de glissement est en compression, et celui qui est au-dessous en tension. Donc l'énergie libre d'un atome du soluté dans son voisinage est réduite, s'il se place dans la région tendue d'une dislocation et inversement. L'énergie libre partielle molaire des atomes de solutés est plus faible si ceux-ci sont situés aux voisinages de la région tendue d'une dislocation que dans les régions parfaites du réseau. Ces atomes s'amoncellent sur ces défauts de structure formant des « atmosphères » autour de dislocation. Dans une solution solide sursaturée, la germination de la nouvelle phase se produit dans l'atmosphère précédente et les autres atomes de soluté sont drainés vers la dislocation, sous l'influence du champ de contrainte pour nourrir les cristaux en croissance.

3) Rôle des lacunes dans la précipitation

Il est évident qu'après trempe à partir des températures élevées, le réseau cristallin des métaux et des alliages devient sursaturé en lacune. Dans une solution solide sursaturée, la présence de lacunes influe beaucoup la vitesse de précipitation, car dans la majorité des alliages de type solution solide de substitution, la diffusion est proportionnelle à l'élévation de la concentration des lacunes dans le réseau cristallin.

Après avoir longtemps considéré que les lacunes hors d'équilibre n'influaient pas sur la vitesse de diffusion dans les joints de grains, on a remarqué que le processus de formation des précipités est accéléré grâce à l'augmentation de nombre de lacunes qui sont en fait un potentiel chimique à prendre en considération dans la réaction de précipitation. L'influence des lacunes hors d'équilibre sur le processus de vieillissement peut se résumer en deux points:

- © elles accélèrent la diffusion des atomes de soluté durant la pré-précipitation,
- © elles accélèrent le processus de germination des précipités.

1) Rôle des lacunes dans la précipitation des phases métastables

Les lacunes hors d'équilibre jouent un rôle important dans le processus de précipitation des solutions sursaturées. La trempe à partir d'une température d'homogénéisation ou immédiatement après, mène à la formation de deux types d'amas :

- © Rassemblement des atomes de soluté " zones de GP ",
- © Rassemblement de lacunes en différentes configurations.

Cependant ces lacunes auront à disparaître vers les différents puits. Elles peuvent aussi être attirées les unes vers les autres pour former des amas de lacunes dont une partie s'arrange pour donner les boucles de dislocation qui peuvent être des sites préférentiels de germination des phases métastables.

2) Rôle des joints de grains

L'énergie nécessaire pour la germination sur un joint de grain est plus faible que celle dans la matrice du fait que l'énergie de surface ou l'énergie élastique diminue. C'est pour cette raison que la précipitation sur les joints de grains est plus favorisée et peut même se produire avant la formation de zones GP ou des phases intermédiaires.

La fréquence de précipitation sur le joint de grain diminue avec l'augmentation de leur degré de désorientation. Ceci s'explique par le fait que la vitesse de germination sur le joint dépend du nombre de centres et de l'énergie d'activation de cette germination ; quand la désorientation est grande, le nombre de centres de germination augmentent mais la densité élevée de dislocation et le recouvrement des champs de contraintes diminuent en fin de compte l'énergie d'activation.

La précipitation sur les joints de grains peut avoir une influence sur les propriétés mécaniques : elle peut fortement diminuer la plasticité dans le cas de la formation d'une couche fragile continue sur les joints de grains ou d'une zone molle appauvrie près des joints.

III.1. Précipitation continue

La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue continûment jusqu'à sa valeur d'équilibre elle résulte des mécanismes mettant en jeu simultanément, tout au long de la transformation (voir figure III.2), l'ensemble des atomes concernés ; une des caractéristiques de la transformation continue est la variation continue du paramètre de réseau de la phase mère durant le vieillissement. La précipitation continue est caractérisée par une croissance relativement lente des cristaux β individuels ; les cristaux de la matrice conservent leur structure, mais leur concentration change continuellement.

Cette précipitation conduit donc, au moins dans un premier temps, à l'obtention d'un certain nombre de précipités isolés qui n'ont pas tous dans des conditions thermiques données, la même probabilité d'apparition [21].

En effet les relations cristallographiques entre la phase mère et le produit de la précipitation déterminent les énergies associées à l'interface (α/β) et l'énergie élastique (ΔE) emmagasinée dans la matrice et dans l'embryon.

On peut, suivant une classification due à Hornbogen [22], envisager trois types de produit:

1 - des précipités cohérents possédant soit la même structure cristalline que la matrice, soit une structure cristalline différente qui peut être obtenue par cisaillement à partir de la phase mère.

Bien que l'interface soit toujours cohérente, les déformations élastiques des deux réseaux dans les deux cas entraînent la présence d'un terme (ΔE) important ;

2 - des précipités semi-cohérents pour lesquels l'interface précipité-matrice contient un certain nombre de défauts linéaires.

3 - des précipités dont la structure sont si différentes de celle de la matrice qu'il ne peut exister aucune interface cohérente.

Les précipités des deux premiers types appartiennent généralement à la catégorie des phases intermédiaires β' , alors que les précipités incohérents sont de type β [23]

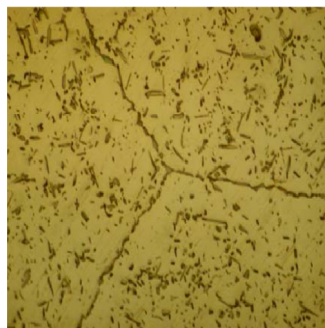


Figure III.2 : précipitation continue dans l'alliage Al-12% mass. Mg [23]

III.2.Précipitation discontinue

Dans le cas de la précipitation hétérogène, le produit de la réaction ne se forme qu'en certains sites (figure III.3); parfois, on confond la précipitation hétérogène et la précipitation discontinue qui n'en est en fait qu'un cas particulier . En général, le phénomène de précipitation consiste donc en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possédant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente, dont l'une a une structure proche de la phase initiale (la matrice, ou phase mère) et l'autre est généralement dispersée à l'intérieur de la matrice et appelée précipité. Elle est caractérisée par une germination et une croissance.[24]

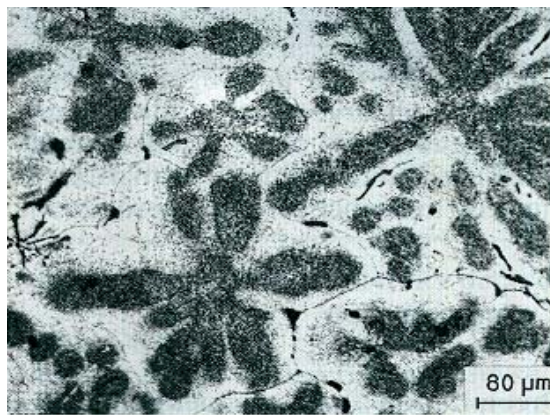


Figure III.3: Précipitation hétérogène dans l'alliage Al-8% mass. Mg [24]

III.2.1.Caractéristiques de base de la précipitation discontinue

a) Définition de la précipitation discontinue

D'une manière générale, on peut définir une précipitation discontinue comme étant une transformation pendant laquelle certaines régions de la phase mère auront subi une transformation complète, alors que d'autres régions restent inchangées ; l'évolution de cette transformation s'effectue juste à l'interface séparant les régions transformées des régions intactes. En fait, ce type de précipitation est beaucoup plus compliqué, vu la particularité de la décomposition de la phase mère sursaturée qui se fait par la germination simultanée de deux phases cristallographiquement différentes, et la croissance de deux cristaux de composition différente, séparés de la phase mère par un interface incohérent commun ; les produits ainsi formés se mettent dans un arrangement de lamelles alternées constituant des cellules.

La précipitation discontinue est la croissance d'un produit biphasé derrière un joint de grain mobile, la réaction étant $\alpha \rightarrow \alpha' + \beta$ (Figure 8). L'adjectif " discontinue " se rapporte à un changement brusque de la composition des matrices ($\alpha : \alpha'$) et pas à la morphologie du précipité.

La réaction commence par la nucléation de β au joint de grains. Quant il se déplace, le joint de grains rassemble le soluté dissous de la matrice sursaturée α , et la phase précipitée β est alors fournie avec le soluté dissous par la diffusion le long de joint de grains, qui est beaucoup plus rapide que la diffusion dans la matrice. Le résultat est que les précipités de β peuvent se développer en restant attaché au joint de grains mobile. Alternativement, ceci a souvent comme conséquence une microstructure lamellaire derrière le joint de grains, comme indiqué sur (la figure III.4).

Cette dernière montre schématiquement, par l'intermédiaire du contour de la couleur de la matrice épuisée α' , dans la zone de précipitation, le changement de l'orientation cristallographique du grain 2 de celui du grain 1. C'est une caractéristique essentielle de la précipitation discontinue. [25]

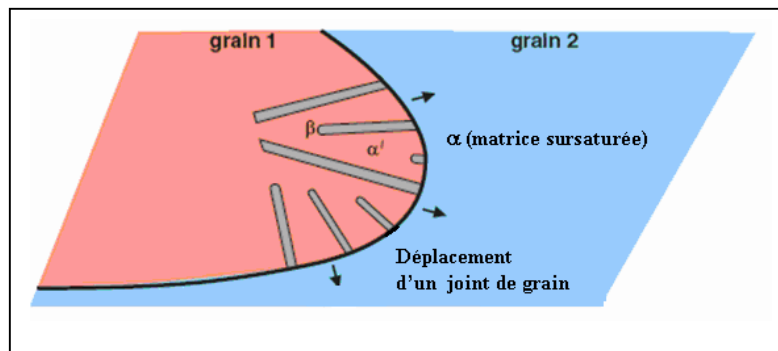


Figure III.4: Schéma de la précipitation discontinue $\alpha \rightarrow \alpha' + \beta$ [25]

Pour déclencher une réaction de précipitation, il faut passer par les trois étapes suivantes :

- **premièrement** : un traitement d'homogénéisation pour éliminer toute ségrégation dans l'alliage et arriver à un système monophasé homogène ; la température d'homogénéisation est choisie au-dessus de celle de la limite de solubilité dans le domaine monophasé.
- **deuxièmement** : une trempe rapide pour obtenir une seule phase hors équilibre dite solution solide sursaturée, puisqu'elle contient plus de soluté que la solution solide d'équilibre à cette température, en plus d'une autre sursaturation en lacunes,
- **troisièmement** : un vieillissement à une température choisie dans le domaine biphasé, ce qui provoque l'apparition d'une ou plusieurs phases.

a) Condition d'apparition de la précipitation discontinue

Le phénomène de précipitation discontinue a énormément évolué grâce au grand intérêt qu'elle présente du point de vue scientifique et industriel, non seulement vis-à-vis du mécanisme de la réaction proprement dite, mais aussi des modifications des propriétés du métal qu'elle présente. La précipitation discontinue correspond à une réaction à l'état solide : $\alpha \rightarrow \alpha' + \beta$.

C'est une décomposition de la phase mère α sursaturée en deux phases filles α' (phase appauvrie en éléments d'alliage). α et α' représentent la même phase, mais avec des compositions différentes.

Les deux phases croissent simultanément par mouvement d'un front de réaction qui limite la phase mère α et le produit de précipitation $\alpha' + \beta$.

Comme la transformation progresse par avancé du front, le processus est appelé précipitation discontinue. Les deux phases α' et β croissent sous forme de lamelles alternées. Le premier germe de la phase β se forme à un joint de grains, puis grâce à des germinations répétées, un paquet de lamelles peut croître, en formant un faciès de cellules en colonie, ce qui conduit à l'appellation fréquente de précipitation cellulaire.

En effet, le joint de grain se déplace en restant confondu avec le front de réaction, de sorte que la diffusion intergranulaire peut alimenter le front en éléments d'alliage et permettre aussi une nouvelle étape de germination et de croissance sur les flancs de la colonie, et ainsi de suite...

Les conditions pour lesquelles le phénomène de précipitation discontinue peut exister sont très difficiles à prédire, car beaucoup de questions restent toujours ambiguës, malgré l'effort fourni par les différents auteurs relatif à cette question.

Il est impossible de prédire dans quel type de système binaire la précipitation discontinue peut avoir lieu [26], mais beaucoup de questions restent posées concernant la force motrice réelle de la réaction proprement dite, le mécanisme de germination et de croissance le plus approprié pour chaque type d'alliages, le critère selon lequel cette réaction à l'état solide se produit, à cause du fait que cette réaction peut être favorisée par facteurs.

III.2.2 Différents types de réactions discontinues :

Une classification suivant le nombre de phases mis en jeu et les éventuelles relations cristallographiques de ces dernières a été faite pour ce type de précipitation. Ces réactions sont classées d'après Thompson [27] trois types dans (le tableau III.1) ci contre

Type 1	$\alpha \longrightarrow \alpha + \beta$	Cette réaction peut être décrite essentiellement comme une précipitation au joint de grain avec une migration concurrente du joint.
Type 2	$\alpha' + \gamma \longrightarrow \alpha + \gamma$	Où γ est un précipité cohérent de la matrice qui se transforme en une lamelle plus grossière.
Type 3	$\alpha'' + \gamma \longrightarrow \alpha + \delta$	Où γ est une phase cohérente et métastable qui se transforme en une phase thermodynamiquement plus stable [28].

Tableau III.1 les types des réactions de précipitation [27].

III.2.3. Les différents types de précipitation discontinue

1. Précipitation inter faciale :

Le produit de la précipitation présente une structure cellulaire contenant des lamelles alternées derrière un front de réaction qui est identique à un joint de grains incohérent. Pour un revenu isotherme, la distance inter lamellaire reste approximativement constante, mais dans leurs travaux Gust et al [29] ont montré que dans certaines zones, la distance inter lamellaire de précipités formés iso thermiquement n'a pas une valeur constante mais varie suivant une distribution gaussienne.

Dans ce type de réaction, le transport de la matière est assuré par la diffusion inter faciale le long du front de réaction qui est un joint de grains de forte désorientation.

2. Précipitation aux joints d'interphases

Il s'agit d'un mécanisme de précipitation qui se produit à partir des joints d'interphases. Les joints d'interphases représentent des sites favorables pour la germination des particules d'une nouvelle phase à basse température [30]. La précipitation discontinue aux joints d'interphases est semblable à celle se produisant aux joints de grains.

Dans les alliages à base de cuivre seuls deux travaux ont été consacrés à l'étude de la précipitation discontinue à partir des joints d'interphases ; Des études ont montré qu'il est possible de provoquer une précipitation discontinue à partir des joints d'interphases, comparables à celles se produisant aux joints de grains [31]

Dans l'étude sur l'alliage Cu+15 % mass. In, il a été montré qu'on peut obtenir la phase eutectoïde après fusion, si le traitement d'homogénéisation est insuffisant ; un recuit ultérieur à 400 °C peut conduire à une précipitation discontinue à partir des joints d'interphases eutectoïde / matrice, comparable à celle observée aux joints de grains[32]

III.2.4. Effet de la précipitation discontinue sur les propriétés des alliages

Généralement, la précipitation discontinue a des effets sur les différentes propriétés des alliages. Il est important de comprendre tous les mécanismes régissant cette réaction pour être en mesure de la contrôler et même éventuellement de l'éliminer.

i. Effet sur les propriétés mécaniques

Le durcissement d'un alliage dépend essentiellement de la dimension et de la répartition des précipités. Ainsi, la cohérence entre la phase mère et les précipités est responsable du durcissement d'un nombre important d'alliages [33]. Plusieurs alliages ont fait l'objet d'étude dont les résultats ont montré que la précipitation discontinue a des effets néfastes sur les propriétés mécaniques.

ii. Effet sur les propriétés physiques

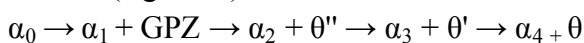
Des études ont été réalisées sur des alliages tels que Al-Ag et ont montré que l'apparition de la précipitation discontinue est accompagnée par une diminution de la supraconductivité de ces alliages. La précipitation discontinue augmente les régions à énergie de surface positive qui empêche la formation de fines zones supraconductrices et normales qui sont caractéristiques d'une structure très désirée par la supraconductivité[33].

iii. Effet sur les propriétés chimiques

La bonne résistance à la corrosion que possèdent les super-alliages diminue au moment de la formation des précipités lamellaires tel que Cr_{23}C_6 ; Cette diminution est caractérisée par une attaque intergranulaire qui peut conduire à une rupture brusque du matériau [34]. Le même phénomène sous forme de corrosion sous tension est observé dans l'alliage Ti-8Mo-8V-3Al dont est responsable la formation de la particule au niveau du joint de grains.

III. 3. Précipitation dans les alliages d'aluminium

Les études effectuées sur la démixtion des solutions solides Al-Cu sont nombreuses et il nous est possible de les rapporter tous; le diagramme d'équilibre de ce système binaire laisse prévoir, pour le côté riche en aluminium, une précipitation au sein de la solution solide sursaturée qui s'effectue dans l'ordre suivant (figure25) :



Ou α_0 est la solution solide sursaturée initiale, α_1 est la composition de la matrice en équilibre avec les zones G.P (GPZ), α_2 la composition de la matrice en équilibre avec θ'' etc.

(La figure III.5) donne un diagramme d'énergie libre schématique pour les phases susnommées. Les zones G.P ont la même structure que la matrice, donc ils sont sur la même courbe d'énergie libre (en mettant de côté les effets de l'énergie élastique). Les phases de transition θ'' et θ' sont moins stables que la phase d'équilibre θ et, par conséquent, ont une énergie libre plus élevée. La composition de la matrice en équilibre avec chaque phase ($\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3, \alpha_4$) est donnée par la règle de la tangente commune ; ces compositions correspondent aux solubilités des zones G.P, θ'' , θ' et θ .

L'énergie libre de l'alliage qui subit la séquence de précipitation précédente décroîtra de la manière suivante : $G_0 \rightarrow G_1 \rightarrow G_2 \rightarrow G_3 \rightarrow G_4$

Comme pour les zones G.P, les phases de transition ont aussi une énergie d'activation de germination moins élevée que celle de la phase d'équilibre. L'énergie libre de l'alliage décroît plus rapidement (Figure III.6), via les phases métastables, que par la transformation directe vers la phase d'équilibre [35].

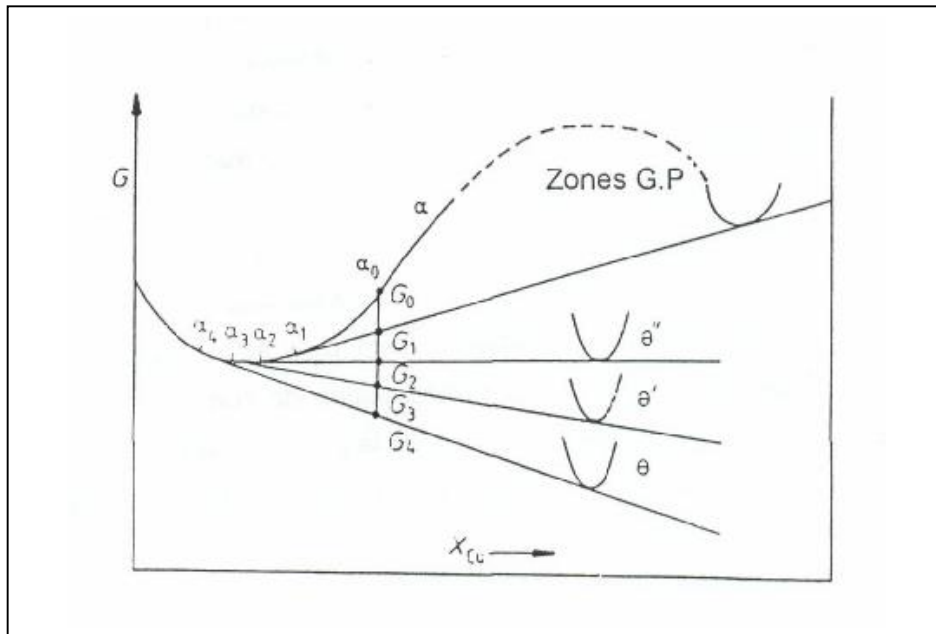


Figure III.5: Phases précipitées dans les alliages Al-Cu [35]

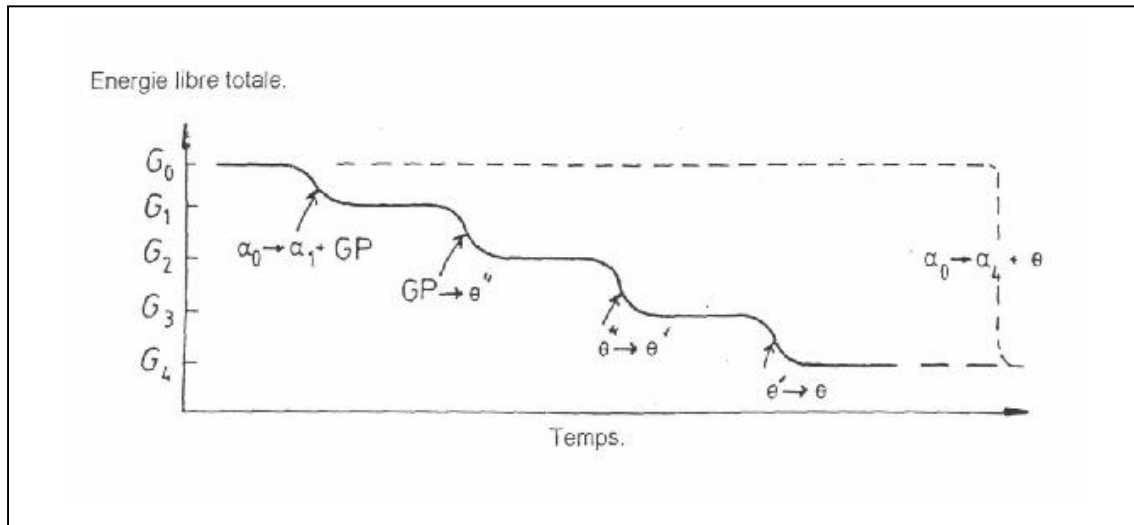


Figure III.6 : Variation de l'énergie libre totale dans les alliages d'aluminium[35]

III.3.1 Précipitation de la phase θ'' (parfois « zone G.P.II »)

Certaines zones GP croissent pour former les précipités θ'' . Les autres zones GP se dissolvent alors et le cuivre ainsi libéré est incorporé par diffusion aux précipités θ'' qui grossissent.

Les faces des disques sont cohérentes avec la matrice. Les côtés des disques le sont aussi mais l'écart paramétrique génère des contraintes élastiques de cohérence.

Elle apparaît à des températures comprises entre 150°C et 200°C, elle est de structure tétragonale avec $a=b= 4.04\text{Å}$ et c variant de 8.0Å à 7.6Å avec le temps et avec la température. Elle présente des taches de structure dues au fait qu'elle est composée d'un arrangement périodique de plans de cuivre, de l'aluminium parallèles aux plans (100) de la matrice, donnant ainsi la composition moyenne Al_2Cu .

III.3.2. Précipitation de la phase θ'

Des précipités θ' germent sur les dislocations de la matrice. Les précipités θ'' se dissolvent alors et le cuivre libéré est incorporé à la phase θ' qui grossit.

Ni les précipités θ' ni les précipités θ'' ne génèrent de contrainte de cohérence mais pour des raisons différentes. Ces précipités θ' sont orientés de la même façon que les précipités θ'' et se présentent aussi sous la forme de plaquettes. La maille est tétragonale ($a=4.42\text{Å}$ et $c=5.8\text{Å}$) et l'épitaxie avec le réseau de la matrice s'organise entre les plans (001) de θ' et (100) de l'aluminium.

Ces précipités θ' sont constitués de couches successives monoatomiques de Cu ou de Al. Les plans de cuivre étant deux fois moins peuplés que ceux de l'aluminium ; la composition globale est donc toujours celle de Al_2Cu .

La phase θ' apparaît soit directement par un processus de germination et croissance pour les revenus à des températures comprises entre 175 et 250°C, soit après

formation de zones GP ou de θ'' pour des revenus à des températures de moins de 175°C. Cette apparition s'accompagne généralement par une augmentation de module de Young, due à une perte sensible d'atomes de cuivre et aux distorsions élastique introduites par non concordance, en volume et en structure, des précipités de cette phase, qui reste tous de même sensiblement cohérents avec la matrice[35].

III.3.3. Précipitation de la phase θ

La phase d'équilibre θ Al_2Cu germe aux joints des grains et aux interfaces θ' /matrice. Les précipités θ' se dissolvent et transfèrent le cuivre à la phase θ qui précipite. Al_2Cu est complètement incohérent avec la matrice. Il ne croît plus sous forme de disque, mais sous forme de globules.

La perte de cohérence des précipités au cours du vieillissement est l'effet du grossissement de ces germes qui va être suivi par l'apparition des réseaux de dislocations parallèles à la direction (100) sur les faces larges des précipités θ' ; ces dislocations sont en fait des dislocations de « désaccord de structure » ou d'accommodation qui minimisent les tensions internes dans la matrice ; ce processus de perte de cohérence des précipités de la phase θ' conduit à la formation d'autres précipités de la phase stable θ (Al_2Cu).

Au dessus de 300°C, les derniers précipités se forment très rapidement, ils se trouvent sous forme de bâtonnets sans orientation déterminée et leur structure est tétragonale avec $a=6.066\text{Å}$ et $c=4.87\text{Å}$. Leurs sites préférentiels sont les joints de grains.

Certaines zones GP croissent pour former les précipités θ'' . Les autres zones GP se dissolvent alors et le cuivre ainsi libéré est incorporé par diffusion aux précipités θ'' qui grossissent. Les faces des disques sont cohérentes avec la matrice.

Les côtés des disques le sont aussi mais l'écart paramétrique génère des contraintes élastiques de cohérence.

Elle apparaît à des températures comprises entre 150°C et 200°C, elle est de structure tétragonale avec $a=b=4.04\text{Å}$ et c variant de 8.0Å à 7.6Å avec le temps et la température. Elle présente des taches de structure dues au fait qu'elle est composée d'un arrangement périodique de plans de cuivre de l'aluminium parallèles aux plans (100) de la matrice, donnant ainsi la composition moyenne Al_2Cu . [35].

Deuxième partie

ETUDE EXPERIMENTALE

Cette deuxième partie présente les techniques expérimentales utilisées pour la réalisation de notre travail

Introduction :

Dans le cadre de cette étude, nous nous sommes intéressés à l'étude du traitement du durcissement structural des alliages à bases d'aluminium en particulier l'alliage de la série 2000 en particulier l'alliage Al-Cu-Mg.

Ce problème a été abordé en respectant la démarche suivante:

- ◆ Première étape : identification le métal de base.
- ◆ Deuxième étape : réalisation d'un traitement thermique d'homogénéisation dans un four suivi d'une trempe à l'eau
- ◆ Analyse par diffraction RX
- ◆ Troisième étape : traitement thermique de durcissement structurale à différentes température pendant des différents temps de maintien
- ◆ Quatrième étape : Caractérisation métallographique (au microscope optique et micro dureté).

1. Matériau étudié**IV.1. Identification du matériau brut de réception :**

Le produit de base est un barreau de base hexagonale

Le matériau de départ constitué par des lingots ou bien par des barres rondes laminées. A partir de ces ébauches, les tubes, extrudés sont repris en fabrication après un contrôle soigné par mandrinage à froid et étirage à froid pour obtenir ainsi des tubes écrouis. De ce fait, entre différentes passes de formage à froid un traitement thermique s'avère nécessaire pour amener l'état écroui à un état adouci apte à la déformation ultérieure. Un traitement d'homogénéisation est obligatoire.

Le matériau que nous avons utilisé dans ce travail est l'alliage Al-Cu-Mg employé essentiellement pour le transport par voie maritime du gaz naturel liquéfié ; de nombreuses applications pourraient être envisagées comme la fabrication des réservoirs de gaz naturel pour les automobile etc...

IV.1.1. Critère de choix du métal de base

Le choix de ce métal est motivé par les raisons suivantes:

- ☒ Sa légèreté
- ☒ Sa bonne tenue à la corrosion

IV.1.2. Caractérisation du métal de base**• Analyse chimique du métal de base**

Nous avons fait subir à l'échantillon des analyses de la composition chimique. Ces analyses ont été faites au laboratoire par la méthode de spectrométrie de fluorescence des RX.

Cette analyse a donné le résultat suivant (Tableau IV.1) :

Elément chimique	Al	Cu	Fe	Si	Mg
Pourcentage massique	base	3,8	0,5	0,5	1,2

Tableau IV.1 –Composition chimique de l’alliage Al-Cu-Mg (%massique).

IV.1.3. préparation des échantillons :

Suite au manque des échantillons nous avons découpé le notre en huit petites parties à l’aide d’une micro tronçonneuse montrée sur la figure IV.1 ci contre :



Figure IV.1 : la micro tronçonneuse

La micro tronçonneuse est destinée à la découpe de précision avec perte minimale du matériau, sur céramiques, minéraux, petites pièces métalliques, composants électroniques, etc ... Sa plage de vitesse permet tous types d’application Toutes les opérations sont contrôlées par des boutons poussoirs basse tension (24V.).

2. Laminage

C’est un procédé de transformation rapide des métaux, à chaud ou à froid, par passage entre deux cylindres lisses ou cannelés, tournant en sens inverse. En raison de ce mouvement de rotation et des forces générées entre les cylindres, il se produit un écoulement du métal vers l’avant. Le potentiel d’allongement et de réduction de section qui en résulte est entre autres fonction de la température du métal laminé et du diamètre des cylindres.

Dans notre cas nous avons effectué un laminage à froid ;

Le laminage à froid crée de nombreux défauts cristallins, sources d’une énergie interne stockée hors d’équilibre, et qui peuvent éventuellement être éliminés par des traitements thermiques à température élevée afin de restaurer les propriétés initiales. On désigne habituellement deux stades dans ce processus :

- la restauration qui permet un adoucissement du matériau par le réarrangement des défauts cristallins
- la recristallisation au cours de laquelle les défauts sont éliminés ; La recristallisation donne lieu à une évolution rapide et profonde de la structure granulaire et contrôle en grande partie la taille de grain du matériau.

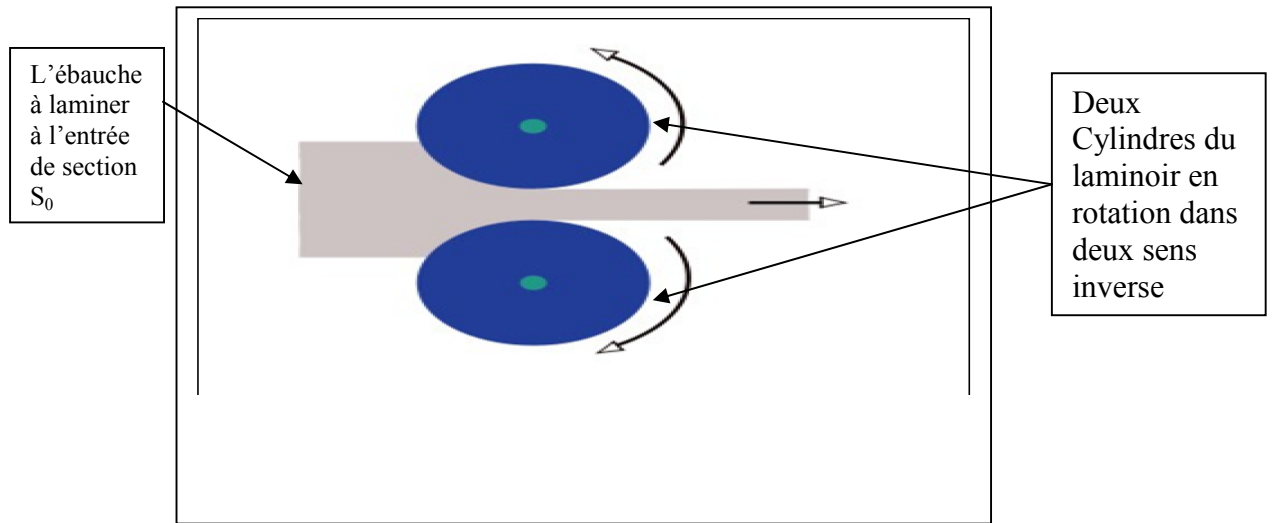


Figure IV.2 : schéma illustrant le processus du laminage à froid

3. Traitement thermique

IV. 3.1. Traitement thermique d'homogénéisation de l'alliage

C'est un traitement comportant un chauffage à des températures relativement élevées appliquées à certains produits bruts de fonderie ou corroyés, et destinés le plus souvent à en faciliter la transformation à chaud ou à froid (filage, étirage, laminage, forgeage).

Il consiste en général à des maintiens de 6 à 48 heures à des températures allant de 450°C à 610°C, qui a pour principal but de dissoudre les phases métalliques en excès et de réaliser une bonne homogénéisation de la composition de la solution solide.

Dans notre cas nous avons effectué notre traitement à une température de 550°C.

IV.3.2.analyse par diffraction RX

Diffraction des rayons X :

Les rayons X sont produits par l'interaction d'électrons avec une cible métallique.

Ces électrons sont émis par un filament chauffé par effet Joule. Ils sont accélérés par un champ électrique créé par une différence de potentiel entre une cathode constituée par le filament et une anode constituée par la cible (l'échantillon). Cette technique consiste à soumettre l'échantillon à un faisceau de rayons X, et à récupérer le signal diffracté par les atomes qui forment les plans cristallins (hkl) à chaque fois que la loi de BRAGG est vérifiée :

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

avec :

n : ordre de la diffraction.

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d : distance interréticulaires.

θ : angle de diffraction.

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est à dire que la différence de marche (**Figure IV.3**) des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier. Dans ce cas, l'angle suivant lequel le faisceau de **rayons X** est dévié est égale à l'angle d'incidence θ et est caractéristique de la distance interplanaire ou interréticulaire d . Si l'on connaît la longueur d'onde du faisceau de **rayons X**, on peut mesurer à partir de l'angle θ l'équidistance d et ainsi identifier la structure du cristal.

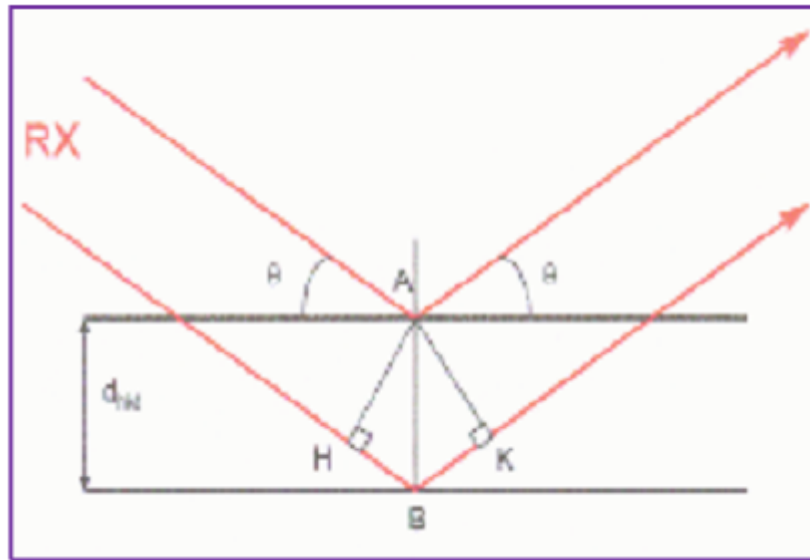


Figure IV.3 : Géométrie de la diffraction de Bragg

IV.3.3. Traitement thermique de trempe structurale :

Un traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend une mise en solution solide suivie :

D'un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la solution solide existant à des températures plus élevées ;

D'un traitement de revenu ultérieur effectué à température ambiante (maturation) ou à une température supérieure qui conduit à un durcissement de l'alliage.

Dans notre cas nous avons effectué

1 .Le traitement de mise en solution solide des échantillons dans un four électrique à résistance (voir figure IV.4 ci-dessous) à 550°C pendant 04 heures. Dès la sortie du four une trempe les échantillons dans un récipient rempli d'eau pour figer la structure.



FigureIV.4 : Four électrique à résistance

2 .un traitement de revenu à des températures supérieure à l'ambiante qui varie de 100°C jusqu'à 400°C pour des temps de maintien de 1minute, 5minutes, 15 minutes, 30minutes et 60minutes.

4. Observation micrographique :

a) Le polissage

Le polissage a pour but principal l'obtention d'une surface plane et la qualité de Surface miroir avec une polisseuse (voir figure IV.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 600 à 1200 μm 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.
- 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.

Avant l'attaque chimique il faut sécher les échantillons avec de l'acétone $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$



Figure IV.5 : la polisseuse

b) L'attaque chimique :

Après le rinçage et le séchage des échantillons, on passe à l'attaque chimique en utilisant une solution appelée KELLER composée de : 2,5 ml d'acide nitrique (HNO_3) + 1,5 ml acide chloridrique (HCl) + 1ml acide fluoridrique (HF) + 95 ml d'eau (H_2O) l'attaque se fait de 7 à 12 secondes.

c) Observation au microscope optique :

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. Une des propriétés de cet appareil est son agrandissement angulaire, c'est-à-dire la possibilité de fournir une image agrandie d'un objet à étudier.

Cependant, ce paramètre ne suffit pas à lui seul à caractériser les performances du dispositif. Il faut en effet que cette propriété s'applique à tous les détails de l'objet, y compris les plus fins. La seconde propriété clé du microscope est donc sa résolution, dont découlent d'importantes conséquences pratiques, puisque cela implique de travailler avec des optiques de grande ouverture numérique, mais limitée par la diffraction. Les bons microscopes sont donc des systèmes optiques et mécaniques complexes et coûteux.

Principe de fonctionnement :

Le microscope est constitué (figure IV.6)

- D'un objectif et d'un oculaire. Pour le moment, ils sont représentés par deux lentilles minces convergentes pour simplifier la compréhension. L'objectif et l'oculaire sont en réalité des systèmes épais composés de plusieurs lentilles, afin de limiter les aberrations.
- De deux diaphragmes DO et DC, respectivement diaphragme d'ouverture et diaphragme de champ de l'oculaire.

L'objectif donne de l'objet AB une image (intermédiaire) réelle et agrandie A'B'. On place ensuite l'oculaire de telle sorte que l'image intermédiaire se trouve exactement à la position de son foyer objet F_{o2} . Dans cette configuration, l'image reprise par l'oculaire donne une image virtuelle à l'infini, observable par l'œil nu. Le grossissement global du microscope est donc le produit du grossissement de l'oculaire par l'agrandissement de l'objectif.

Pour assurer un agrandissement suffisant tout en limitant l'encombrement du microscope, l'objectif doit être de distance focale aussi courte que possible et l'objet AB placé très près en avant du foyer objet $Fo1$.

Diaphragmes et pupilles :

La pupille d'entrée de l'objectif se trouve à l'infini (système télé-centrique objet). Elle représente également la pupille d'entrée du microscope complet. La pupille de sortie de l'objectif est matérialisée par un diaphragme d'ouverture DO, se situant dans le plan focal image de l'objectif $Fi1xy$.

Ce diaphragme contrôle le flux de lumière entrant et représente donc l'ouverture numérique du système.

La pupille de sortie du microscope est l'image par l'oculaire de la pupille de sortie de l'objectif (le diaphragme d'ouverture DO). Ainsi, le plan focal image $Fi2xy$ du microscope est confondu avec le plan de sa pupille de sortie.

Cette pupille est l'anneau oculaire du microscope où l'observateur place son œil. Enfin, le diaphragme de champ DC se situe dans le plan focal, objet de l'oculaire $Fi1xy$, et limite le champ observable

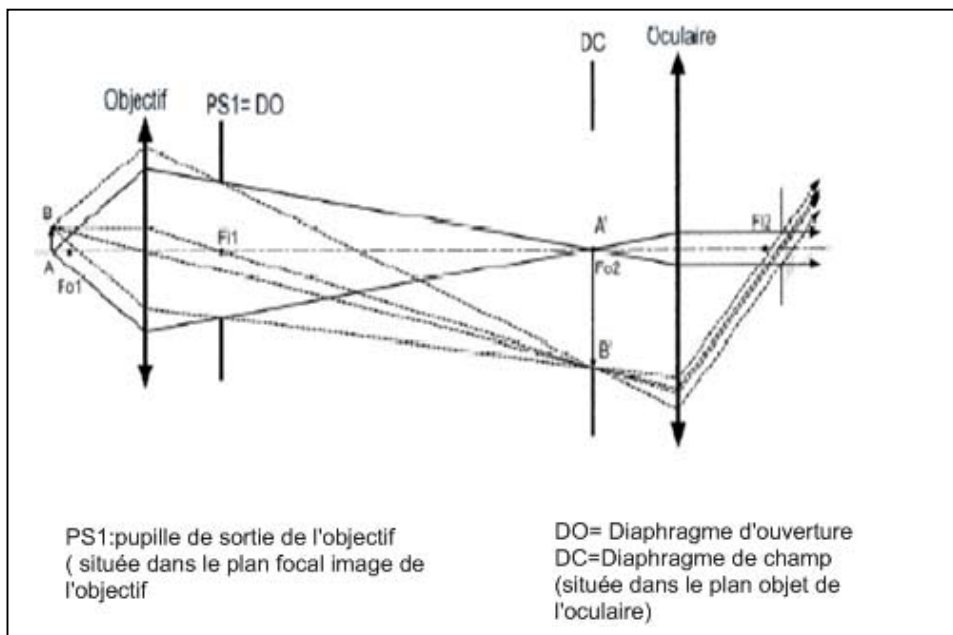


Figure IV. 6: Schéma de principe de la structure du microscope sur l'aspect optique [4]

A l'aide d'un microscope optique (figure IV.7) nous avons pris les microstructures. Les photos sont prises par une caméra numérique reliée à l'ordinateur. Le logiciel d'acquisition des photos est le logiciel **Archimed** (Figure IV.8).

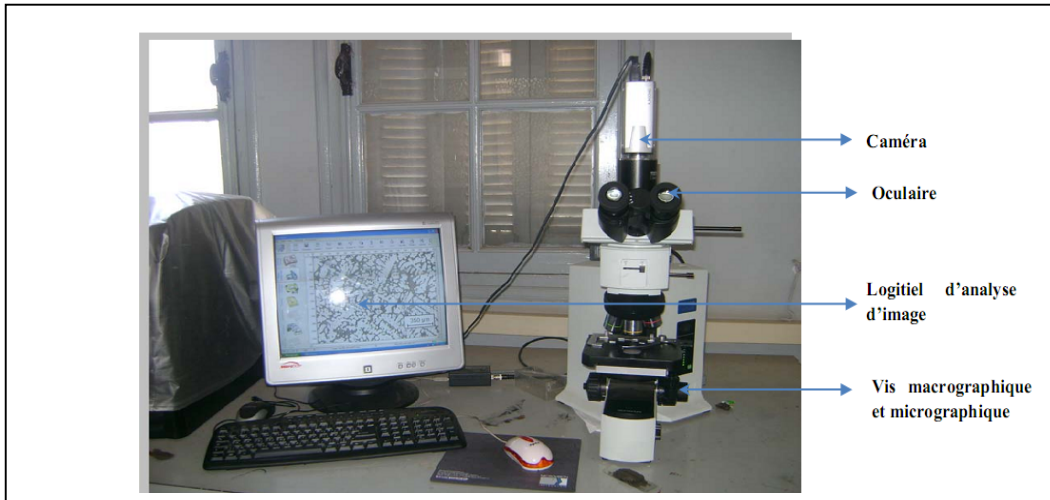


Figure IV. 7: Microscope optique « OLYMPUS » du Département Métallurgie

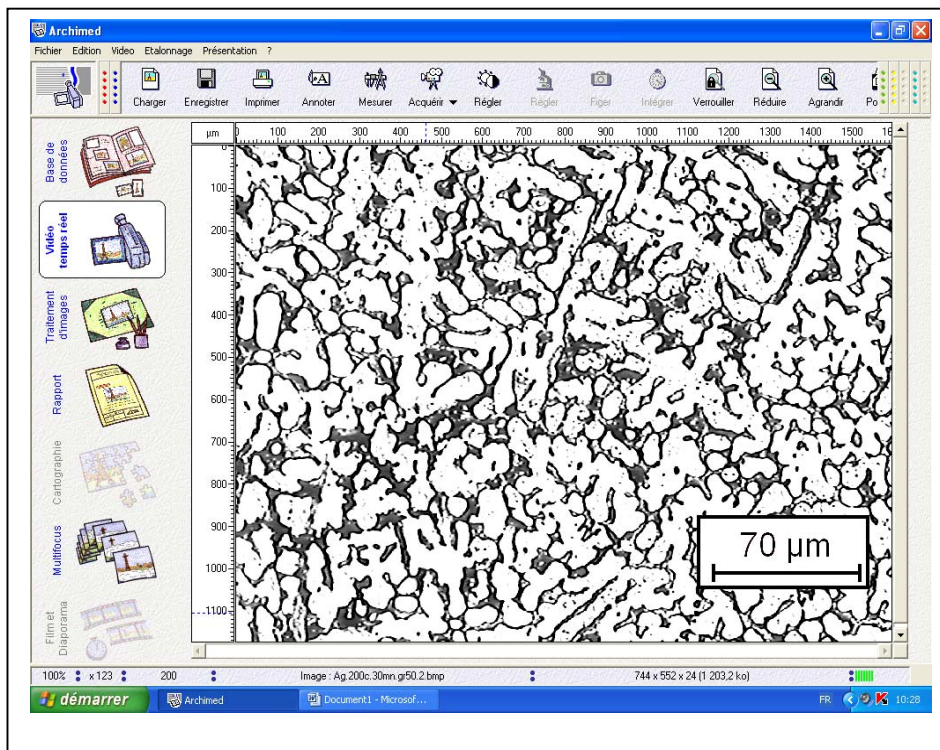


Figure IV.8: Photographie de logiciel d'analyse d'image de travail « Archimed »

d) Essai mécanique de micro durezza

A l'inverse des essais de dureté usuels, les essais de microdurezza sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers Constituants.

La microdurezza Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermomécaniques. 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. Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté $H=F/S$

L'essai décrit sur la (figure IV.9), utilise un pénétrateur de type Vickers en diamant. Le diamant laisse une empreinte carrée et l'on mesure la longueur de la moyenne des deux diagonales de l'empreinte.

Les mesures de la micro dureté moyenne Vickers ont été effectuées sur la surface des échantillons traités, polis mécaniquement et attaqués.

Nous avons utilisé un microuromètre Vickers (figure IV.10), équipé d'un écran pour permettre de positionner l'empreinte sur la phase désirée et par la suite mesurer le diamètre moyen des diagonales de l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir des tableaux appropriés au microduromètre en question[4, 36].

Vickers HV est liée à la diagonale moyenne (d) de l'empreinte mesurée en μm et à la charge pondérale appliquée (F) en grammes ; elle se calcule par la relation suivante :

$$HV = \frac{1854,4 \times F}{d^2}$$

Avec : $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

Dans notre cas nous avons appliqué une charge normale de 300 gf pendant 15secondes.

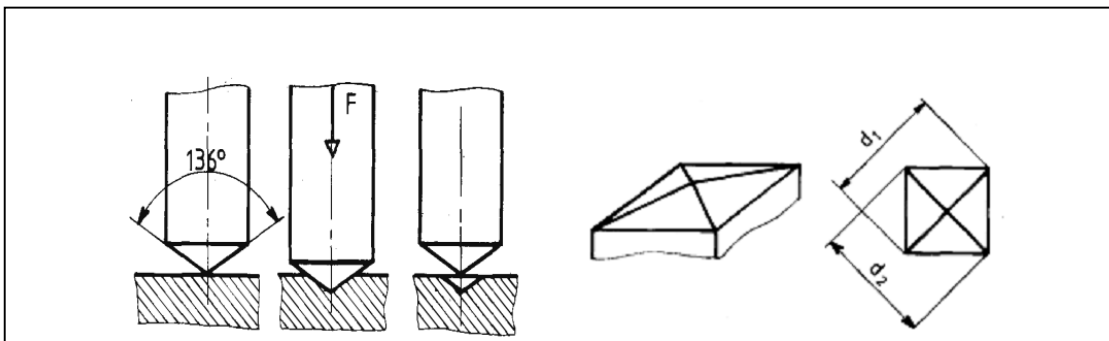


Figure IV.9 : Exécution et mesures de l'essai de microdurezza Vickers [4]



Figure IV.10: microduromètre

Troisième partie

RESULTATS ET INTERPRETATION

Cette troisième partie présente les résultats expérimentaux obtenues ainsi que leur discussion

V. Résultats et interprétations :

1. Caractérisation des solutions solides

Les enregistrements obtenus au diffractomètre montrent que les solutions solides donnent des raies de diffraction à des positions angulaires analogues à celle données par le réseau CFC du métal de base qui est l'aluminium

On a effectué l'analyse par diffraction des rayons X après un traitement d'homogénéisation sur les échantillons ; il est possible d'obtenir des informations sur les propriétés cristallines de l'échantillon, comme le paramètre de maille, la distance interréticulaire ou encore l'orientation cristalline. D'après la théorie de W.L. Bragg et G.Wulff, le faisceau incident de rayons X de longueur d'onde λ est réfléchi par une famille de plan (hkl) dans le cas où il arrive sous un angle θ particulier, appelé angle de Bragg, tel que :

$$\sin\theta = n \times \lambda / 2 d_{hkl}$$

Avec

d_{hkl} : la distance interréticulaire

θ : le demi angle de déviation

n : l'ordre de réflexion

λ : la longueur d'onde des rayons X.

Dans un diagramme de diffraction de poudre, l'anneau de diffraction DEBAYE-SCHRRER est représenté par l'intersection du cône de diffraction de demi-angle au sommet 2θ et de la sphère d'EWALD

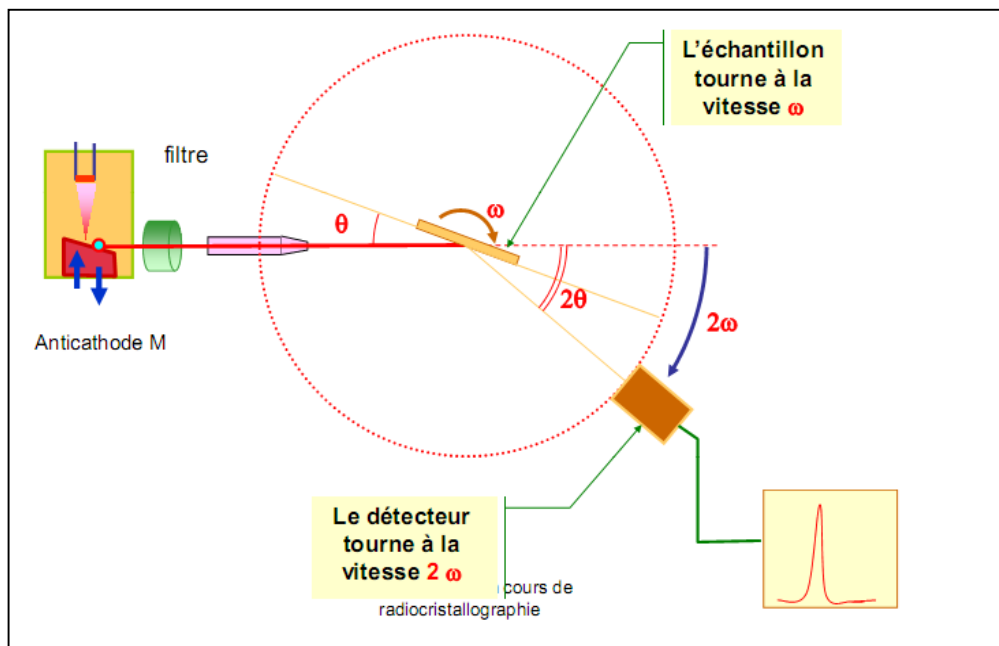


Figure V.1 : méthode de diffractomètre

L'intensité par unité de longueur de la raie DEBAYE-SCHRRER relative à une réflexion hkl est donné par (A. Guinier et DB.CULITY)

$$I_{hkl} = KI_0 \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} n A(\theta) DF_{hkl}^2$$

Où F_{hkl} : est le facteur de structure correspondant à une réflexion (hkl),

I_0 : l'intensité du faisceau X incident

K : une constante pour λ donnée

$A(\theta)$: le facteur d'absorption

D : facteur de DEBYE qui tient compte de l'agitation thermique des atomes.

$(1 + \cos^2 2\theta) / (\sin^2 \theta \cos \theta)$: facteur LORENTZ – polarisation qui combine l'effet de polarisation du faisceau X et le facteur de LORENTZ dû à la géométrie de montage.

n : facteur de multiplicité qui dépend de chaque réflexion hkl.

La mesure des intensités diffractées permet d'affirmer que les raies de diffraction donnée par le réseau des solutions solides sont dans le même rapport d'intensité, les intensités étant rapportées à la raie la plus intense (111), que celui donné par le réseau d'aluminium.

Ces résultats, en accord avec les prévisions théoriques, confirment que nous sommes en présence de solution solide de substitution désordonnée.

Les tableaux (V.1 , V.2 et V.3) montrent que les intensités calculées pour les quatre raies de diffraction de l'aluminium et de notre alliage (solution solide Al-Cu-Mg) sont dans le même rapport d'intensités ; ces intensités étant rapportées (voir figure V.2 et V.3) à celle de la raie (111) la plus intense. Ces calculs confirment le fait que les solutions solides Al-Cu-Mg homogénéisées à 550°C puis trempé dans l'eau à la température ambiante ont un réseau identique à celle de la matrice Al.

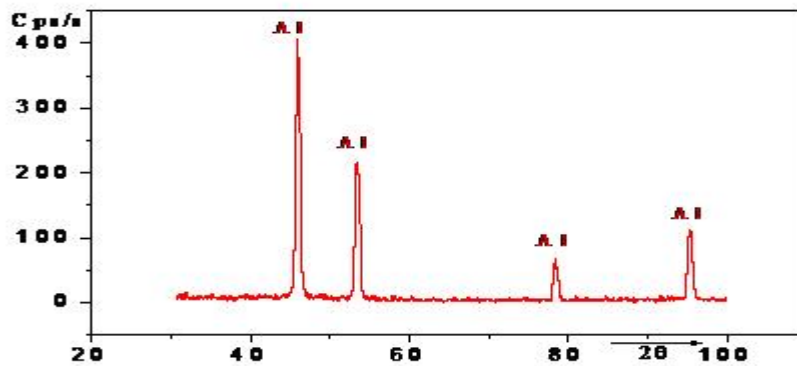


Figure V.2 : enregistrement au diffractomètre pour l'aluminium

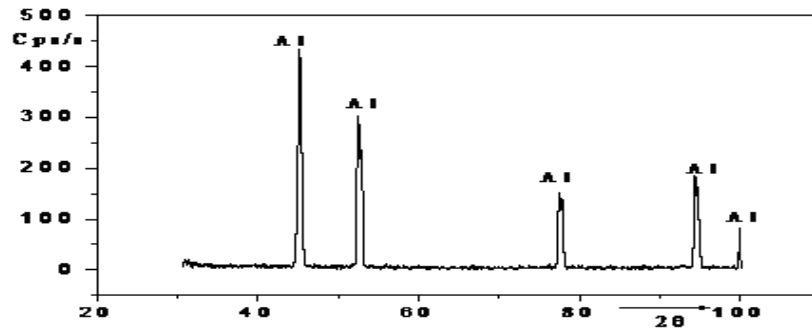


Figure V.3 : Diffractogramme de l’alliage (Al-Cu-Mg) homogénéisé à T = 550°C

Les résultats confirment que les solutions solides Al-Cu-Mg homogénéisées à 550°C puis trempées dans l’eau à la température ambiante ont un réseau identique à celui de la matrice Al.

hkl	θ°	$\frac{1+\cos 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}$	f_{Al}	$A(\theta)$	F_{hkl}	$ F_{hkl} ^2 \cdot 10^2$	$I \cdot 10^5$	I/I_{111}
111	19.23	15.74	09.20	46.80	36.80	13.54	09.97	1.00
200	22.36	11.24	08.80	44.00	35.20	12.39	06.12	0.61
220	32.55	04.82	07.60	28.20	30.40	09.24	01.25	0.12
311	39.13	03.37	06.80	22.30	27.20	0739	0.55	0.05

Tableau V.1 : calculs théoriques des intensités rapportées à la raie (111) pour L’aluminium.

hkl	θ°	$\frac{1+\cos 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}$	f_{Al}	$A(\theta)$	F_{hkl}	$ F_{hkl} ^2 \cdot 10^2$	$I \cdot 10^5$	I/I_{111}
111	19.46	15.34	36.40	150.60	43.24	18.69	43.19	1.00
200	22.57	11.53	34.50	120.80	41.29	17.04	25.80	0.59
220	32.68	04.78	29.20	70.40	35.52	12.61	04.24	0.10
311	39.29	03.34	27.00	50.60	32.36	10.47	01.77	0.041

Tableau V.2 : calculs théoriques des intensités rapportées à la raie (111) pour La solution solide (Al-Cu-Mg).

hkl	I/I_{111} (Al)	I/I_{111} (Al-Cu-Mg)
111	100	100
200	51	49
220	28	30
311	30	29

Tableau V.3 : intensités mesurées rapportées à la raie (111) pour Al, Al-Cu-Mg

La plupart des solutions solides sont du type substitution, les atomes étrangers (cuivre et magnésium) occupent une fraction des sites réticulaires à la place des atomes de base aluminium, la structure cristalline n'est pas modifiée (CFC) mais en général le paramètre varie avec la concentration d'atomes d'addition en effet, l'addition d'atomes étrangers dans la structure d'aluminium produit de très léger déplacement d'atomes d'Aluminium par rapport au nœuds du réseau, et la distance entre deux voisins est pratiquement constante cela est dû à la faible différence des diamètres atomiques entre celui de l'aluminium et les atomes étrangers

2. Observation métallographique de l'alliage à l'état brut

Pour examiner la microstructure, la surface l'échantillon subit une préparation métallographique commençant par un polissage au papier émeri de grades :600, 800, 1000 jusqu'à 1200 μm ensuite un polissage de finition à la suspension d'alumine sur un papier feutre. L'attaque chimique est faite avec du killer pendant quelques secondes. La microstructure des figures V.4 et V.5 montrent notre alliage à son état brut (non traité)

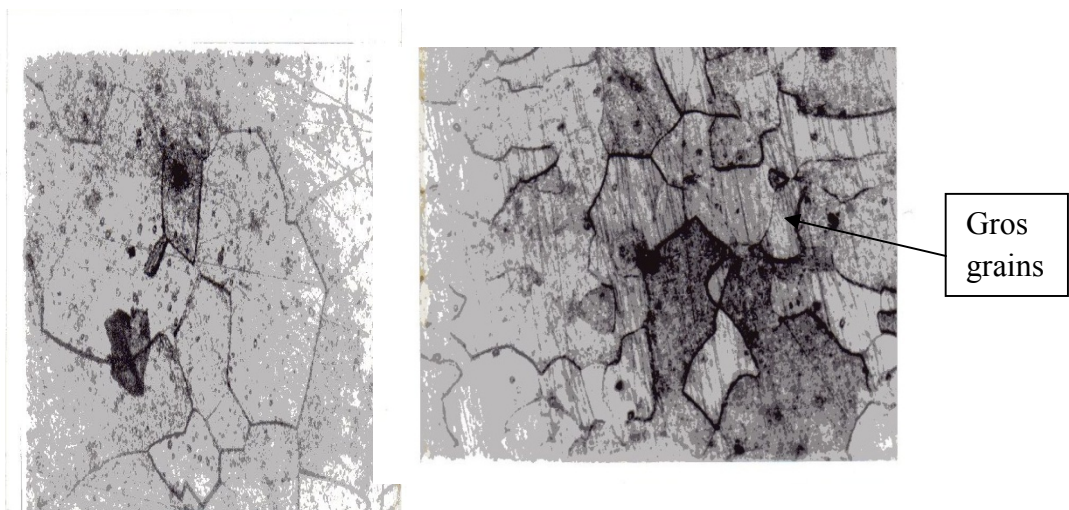


Figure V.4

figure V.5

Figure V.4 et V.5 : microstructure de l'alliage à l'état brut (non traité)

3. La mise en forme de l'alliage par un laminage à froid

Avant les traitements thermiques nous avons effectué un laminage à froid, le laminage à froid est effectué par un laminoir

Au cours du laminage, l'échantillon est happé par les cylindres. Ceux-ci sont rugueux et vont plus vite que le métal à l'entrée de l'emprise. Il se crée donc des forces de frottement qui entraînent l'aluminium par ses deux faces et le forcent à passer entre les cylindres.

Lorsqu'on a laminé notre échantillon, sa microstructure est perturbée (ses grains s'allongent, son épaisseur diminue et il s'écroute) et certaines de ses propriétés physiques et mécaniques sont altérées (voir figure V.6). Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écroutissage consomme de l'énergie, qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui.



Figure V.6 : Les grains allongés lors du laminage.

La figure V.7 ci-dessous nous montre l'état microstructurale de notre alliage à 50% de réduction par le laminage

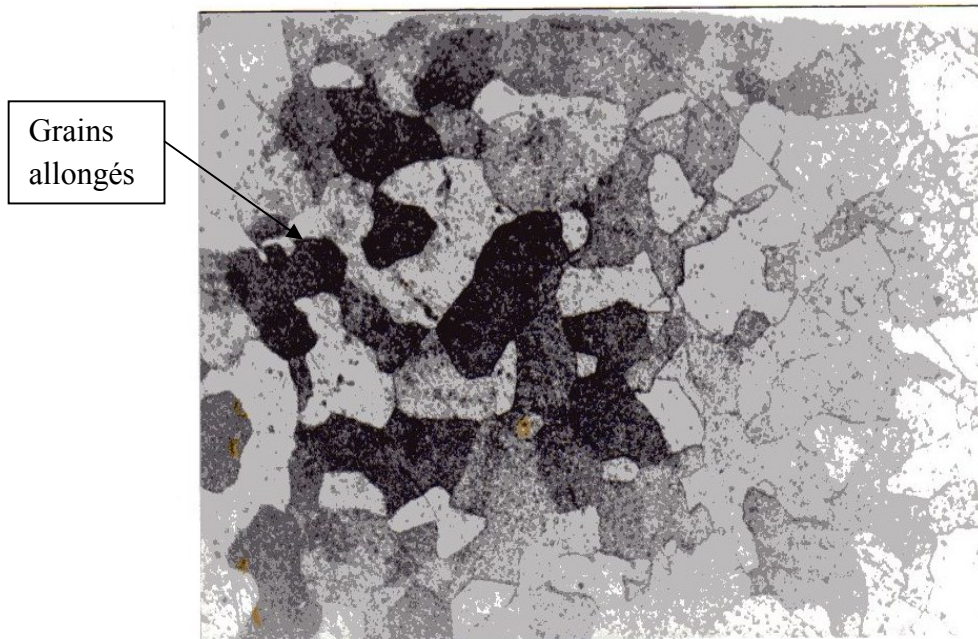


Figure V.7: microstructure le l'alliage à 50% de laminage

Afin de remettre la microstructure en équilibre on effectue un traitement de restauration et de recristallisation tel que :

a) La restauration :

On entend par restauration l'ensemble des phénomènes (surtout annihilation des défauts cristallins), qui contribuent à remettre la microstructure en équilibre, sans germination de nouveaux grains (les joints de grain restent inchangés).

b) La recristallisation :

La recristallisation, par contre, reconstruit l'état d'équilibre par germination et croissance. Pour l'observation macroscopique de la restauration on mesure le plus souvent la résistivité électrique ou la chaleur dégagée.

Après les traitements de restauration et de recristallisation on aura une structure en équilibre d'où un métal avec des propriétés mécaniques meilleurs, d'où on a amélioré les propriétés mécaniques de notre alliage (voir figure V.8)

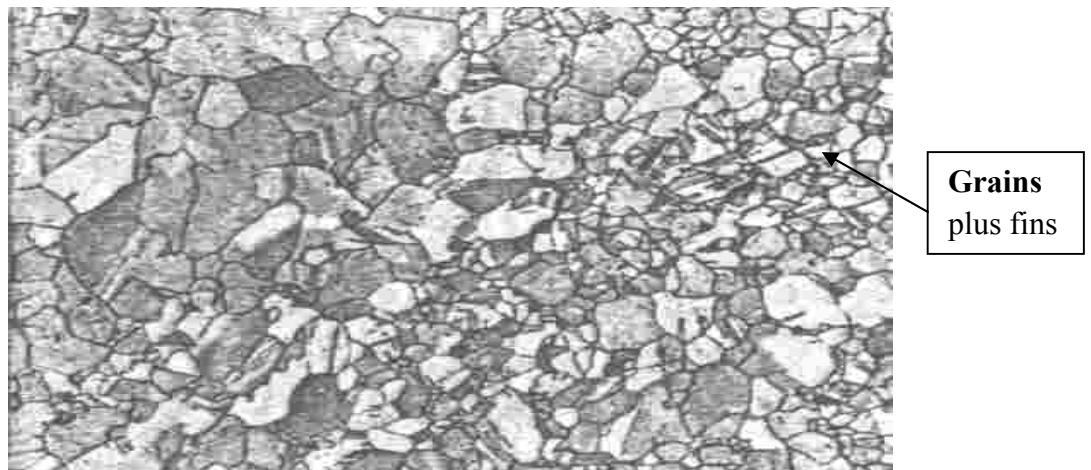


Figure V.8 : la microstructure de l'alliage après traitement de restauration et de recristallisation

En effet après traitement thermique de recristallisation, la structure distordue et écrouie par le travail mécanique (laminage à froid) est remplacée par une nouvelle structure à grains plus fins. On voit bien ça dans la figure V.9 ci-dessous



Figure V.9 : La nouvelle microstructure de notre alliage (petits grains)

4. Influence de la température l'isochrone de micro dureté

La réaction de la précipitation est un changement de phase à l'état solide, cette réaction est mise en évidence par le diagramme d'équilibre (voir figure V.10).

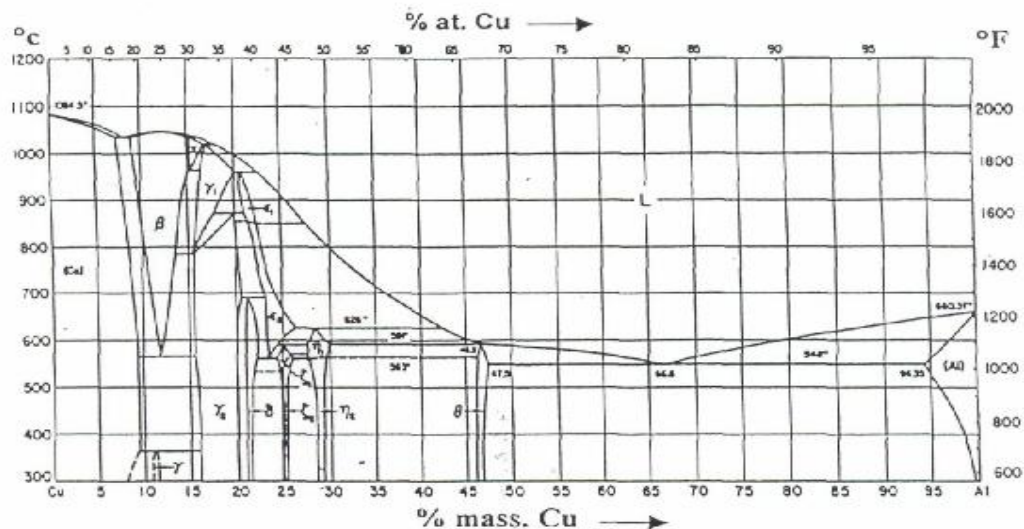


Figure V.10 : Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu.

La précipitation s'amorce lors du passage de l'alliage d'un domaine à solution solide sursaturée et unique à un domaine à deux phases.

La décomposition de la solution solide sursaturée, obtenue par trempe s'effectue suivant deux étapes :

- a) **La première** : concerne une pré-précipitation caractérisée par la formation des zones GP,
- b) **la seconde** : au cours de celle-ci il apparait la précipitation de phase intermédiaire métastable, et la décomposition peut se poursuivre jusqu'à la phase d'équilibre.

On a étudié l'influence de la température de revenu et du temps de vieillissement sur la dureté par l'établissement des courbes isochrones de dureté (voir figure V.11)

Nous avons établi l'isochrone de microdureté pour un temps de maintien de 1minute, 5minutes, 15minutes, 30 minutes et 60 minutes à différentes températures.

Voir les tableaux (V.4, V.5, V.6, V.7, V.8)

Tableau V.4**Temps de maintien : 1minute**

Température (°C)	27	37	97	127	167	187	227	247	267	277	317	327	347	377
HV(kg/mm ²)	71	71	70	71	73	75	79	80	84	95	113	108	98	80

Tableau V.5**Temps de maintien : 5minutes**

Température (°C)	27	37	77	127	147	177	197	247	267	277	287	307	347	367
HV(Kg/mm ²)	73	72	73	73	74	78	80	87	100	115	100	90	80	70

Tableau V.6**Temps de maintien : 15minutes**

Température (°C)	27	37	87	117	157	167	177	297	227	267	277	297	317
HV(Kg/mm ²)	73	72	75	79	82	82	78	80	90	117	102	90	80

Tableau V.7**Temps de maintien : 30 minutes**

Température (°C)	27	67	87	117	157	167	197	227	247	267	297	327
HV (Kg/mm ²)	75	76	78	80	90	85	88	108	118	100	90	70

Tableau V.8

Temps de maintien : 60 minutes

Température (°C)	27	57	87	147	167	197	227	257	287	307	347
HV (Kg/mm ²)	78	82	87	92	87	90	118	104	90	78	65

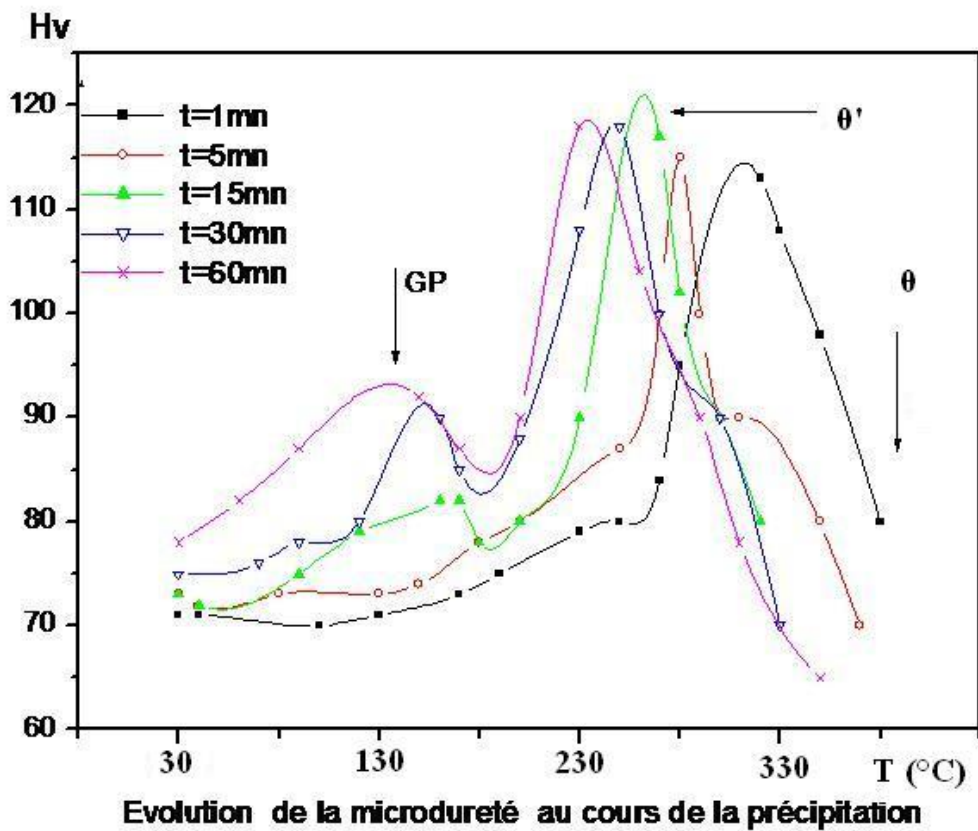


Figure V.11 : courbes isochrones de dureté

On remarque la présence de deux maxima qui correspondent à deux types de durcissement :

- I. Durcissement à basses températures :** c'est un durcissement à froid.
- II. Durcissement à des températures élevées :** c'est un durcissement à chaud.

I. Durcissement à basses températures : ' durcissement à froid'

➤ T° < 100 °C :

On a la formation des zones GP qui provoquent le durcissement à froid disparaissent par réversion à T° = 250°C et réapparaissent sous forme de précipité semi cohérent qui est responsable du second durcissement.

Le maximum de dureté est dû à la formation complète des zones GP, ce nombre d'amas croît d'abord avec la température, puis décroît à T° = 250°C début de leur dissolution.

Les atomes de cuivre libérés à cette température, sont disponibles pour contribuer à la formation des précipités θ' du second durcissement lorsque la température croît c'est le début du processus de durcissement à chaud.

➤ A l'échelle microscopique

Les atomes de cuivres tendent à se ressembler en plaquettes dans des régions appelées zones de Guinier Preston (GP) ces zones provoquent une déformation du réseau car le diamètre des atomes de Cu est inférieur à celui des atomes d'Al.

Dans la zone, il ya continuité du réseau : cette cohérence est accompagnée de tension qui rendent difficiles le déplacement de défauts linéaires (dislocations), il en résulte donc un accroissement des caractéristiques mécaniques.

A la température 250°C les zones GP augmentent d'épaisseur et leur structure s'ordonne. Au bout de quelques heures la zone acquiert un réseau régulier voisin à celui de l'aluminium.

Les plan (100) sont alternativement formés de cuivre et d'aluminium.

La structure est régulière, on l'appelle zone GP2.

Il y'a toujours cohérence, car on passe de façon régulière du réseau d'aluminium à ce réseau. Cette cohérence est telle que le développement de GP2 correspond au maximum de durcissement (avec sans doute un peu de phase θ').

a) Durcissement à chaud

➤ 250°C < T° < 300°C

A des températures supérieures à 250°C débute le deuxième stade de durcissement, une étude de l'évolution de la structure du précipité formé pendant la phase métastable en fonction de l'accroissement de la température (voir tableau V.9ci contre) :

Température de revenu	Dureté (kg/mm ²)	structure
503K	85	Plaquettes minces du précipité qui se développe
523K	92	Plaquettes minces du précipité qui se développe
543K	96	Pratiquement plus de diffusion, gros précipités plus parfaits

Tableau V.9 : l'évolution de la structure de la précipité en fonction de l'accroissement de la température (d'après BELBEOCH 1955).

On constate qu'au début du durcissement se forment des précipités très petits qui croissent progressivement jusqu'à provoquer un maximum de dureté à $T = 250^{\circ}\text{C}$ la branche descendante de la courbe correspond à la rupture de cohérence de la phase métastable θ' avec la matrice et l'apparition du précipité d'équilibre θ .

➤ **A l'échelle microscopique :**

Au début du durcissement il ya formation des précipités très petits qui croissent progressivement d'où la formation de la phase métastable θ' après il ya évolution de ces précipités d'où la formation de la phase d'équilibre.

La figure V.12 et V.13 montrent l'évolution de la précipitation discontinue dans notre alliage.

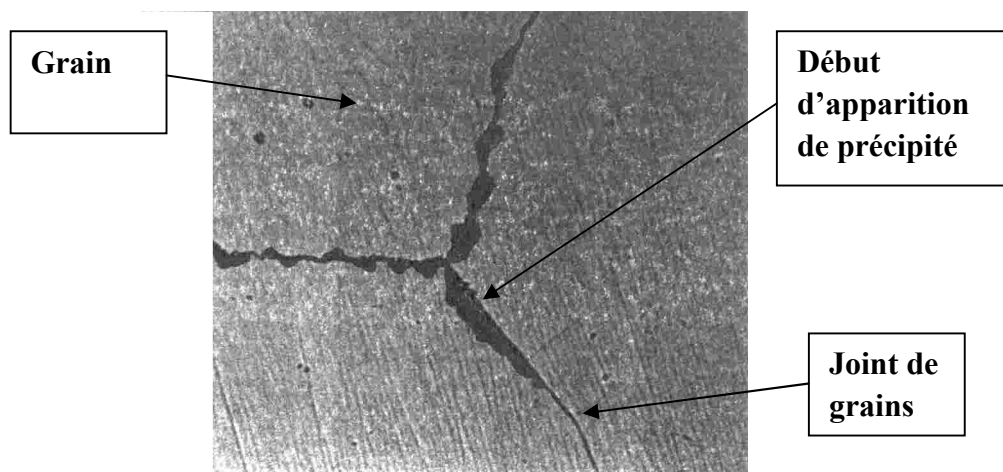


Figure V.12: début d'apparition des précipités

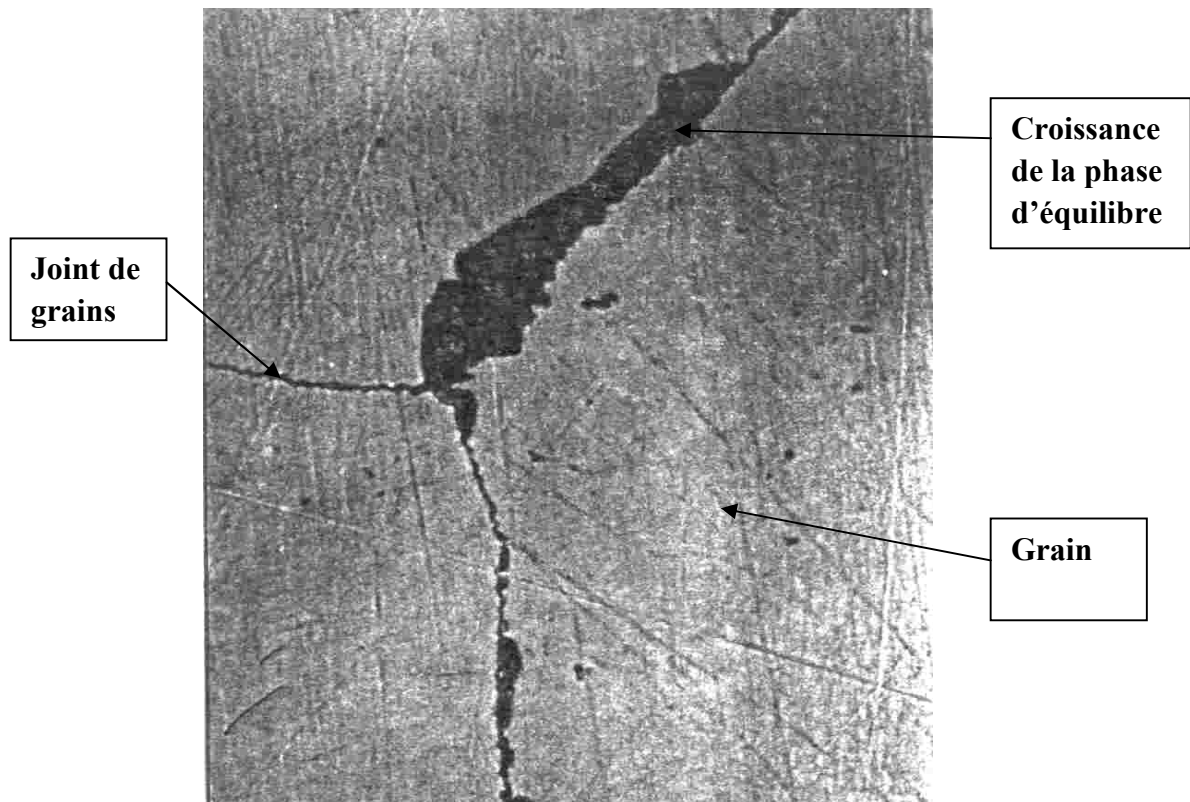


Figure V.13: la croissance de la phase d'équilibre θ

En réalité la phase d'équilibre θ Al_2Cu germe aux joints des grains et aux interfaces θ' /matrice. Les précipités θ' se dissolvent et transfèrent le cuivre à la phase θ qui précipite. Al_2Cu est complètement incohérent avec la matrice. Comme nous le montre la figure VII.14 ci-dessous :

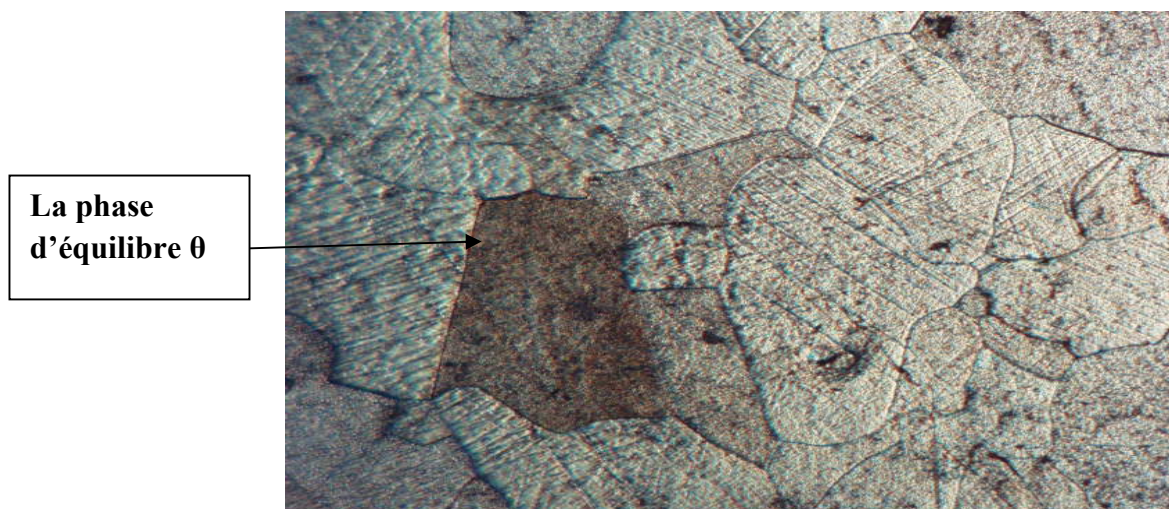


Figure V.14: la croissance de la phase d'équilibre sur les joints de grains

En ajoutant l'élément d'addition magnésium à notre alliage on constate que la courbe isochrone subit un changement : augmentation de la dureté.

A basses températures $<200^{\circ}\text{C}$ la dureté croît avec la température ensuite décroît à la température $T^{\circ}=250^{\circ}\text{C}$, en passant par un maximum de dureté qui est dû à la formation des zones GP durcissement à froid.

Dans cet alliage on parle des zones GPB pour les distinguer des zones GP dans le système Al-Cu, ces zones sont invisibles par microscopie électronique en transmission. Une phase de transition S'' serait susceptible d'être présente sous formes d'aiguilles orientées suivant les directions $[100]$ de la matrice d'aluminium et cohérente avec la matrice mais de structure non entièrement établie.

La phase de transition S' précipite par germination homogène sous forme d'aiguilles suivant les directions de l'aluminium ou par germination hétérogène sur les dislocations sous formes de lattes et de cheverons dirigés suivant les directions $[100]_{\text{Al}}$ avec des faces orientées parallèlement aux plans (120) . Dans ce deuxième cas, les deux phases S' et S ne sont guère différenciables du point cristallographique, c'est à ce stade que l'alliage possède le maximum de ses propriétés mécaniques et statiques, qui sont de ce fait favorablement influencées par l'écrouissage entre la trempe et le revenu.

Les alliages ternaires dans lesquels la teneur relative en cuivre est en excès par rapport à celle correspondant à la courbe quasi binaire. Pour les températures comprises entre 250°C et 300°C la dureté augmente à nouveau : durcissement à chaud.

Cette augmentation est attribuée à la phase (Al_2CuMg) semi cohérente avec la matrice.

Enfin à des températures supérieure à 300°C il se produit une coalescence, cette transformation conduit à la phase d'équilibre S . à cause de sa structure cristalline, cette phase d'équilibre présente une incohérence avec la matrice.

Les dislocations franchissent ces précipités par contournement, d'où la diminution de la dureté.

CONCLUSION

Conclusion générale

Conclusion :

Le système Al-Cu-Mg connu pour sa faible distorsion de réseau subit un durcissement en deux étapes (à froid et à chaud). Dans le domaine de températures compris entre 30°C et 130°C à $t = 60\text{min}$, la dureté augmente. Ce domaine correspond à la formation des zones GP. Le nombre élevé de lacunes trempées favorise la migration des atomes d'argent qui se regroupent en zones de Guinier –Preston (G P), tandis que l'élévation de la température accélère ce processus. Le durcissement est dû au fait que, les dislocations cisailent ces zones cohérentes avec la matrice, et un accroissement de contrainte est nécessaire pour ce cisaillement d'où une augmentation de la dureté (durcissement à froid).

Sur cette même isochrone à $t = 60\text{min}$, pour des températures comprises entre 130°C et 180°C la dureté diminue et passe par un minimum; il y a dissolution partielle des zones GP ou réversion partielle.

Pour des températures situées dans le domaine $100^\circ\text{C} \leq T \leq 250^\circ\text{C}$, la dureté augmente à nouveau : c'est le durcissement à chaud.

Enfin, pour des températures supérieures à 230°C, il se produit une coalescence. Un système contenant une phase dispersée, maintenu à une température donnée a tendance à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces : le nombre de particules de la phase θ' décroît, cette transformation de coalescence conduit à la phase stable θ .

En effet Les courbes isothermes de dureté, ont montré l'influence du revenu sur l'évolution du durcissement. La phase rapide au début de revenu est liée à la formation de zone GP ; les rôles des lacunes retenues par la trempe est fondamentale dans ce processus. Les courbes atteignent un palier, qui correspond à la formation maximum de zone de Guinier- Preston.

Ensuite le durcissement augmente, à la suite de la formation de la phase θ semi-cohérent avec la matrice par ailleurs, les courbes isochrones de dureté ont mis en évidence un durcissement à froid et un durcissement à chaud.