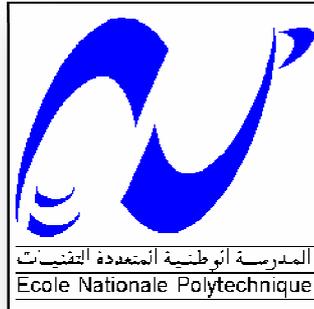


République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de fin d'Études
Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'État en
Métallurgie

Étude du vieillissement thermique dans l'alliage
Al-Zn-Mg-Cu de nuance 7022

Proposé et encadré par :

Mr. ABADLI. Kamel

Réalisé par :

ZEMMAL Brahim

Promotion juin 2010

ملخص

عملنا يتمثل في دراسة سرعة الترسيب أثناء مختلف مراحل المعالجة بالإزمان للخليط المعدني للألمنيوم ذي الرمز 7022, لهذا فإن دراستنا تعتمد على قياس الصلابة . بعد الحصول على النتائج, قمنا بحساب النسبة المتكونة أثناء أزمنة و درجات حرارة مختلفة بالاعتماد على علاقة Merle التي تعطي علاقة مباشرة بين النسبة المتكونة و نتائج قياس الصلابة. و على أساس النتائج المحصلة قمنا بدراسة سرعة الترسيب بالاعتماد على الرسم البياني TTT للخليط المعدني للألمنيوم 7075 الذي يحتوي على مكونات كيميائية تقترب إلى الخليط المعدني لهذه الدراسة.

الكلمات المفتاحية: الخلائط المعدنية للألمنيوم (Al-Zn-Mg-Cu), الخليط المعدني 7022, الإزمان الحراري, الصلابة, علاقة Merle, النسبة المتكونة, الترسيبات الشبه المستقرة, الرسم البياني TTT, سرعة الترسيب .

Résumé

Ce travail consiste à étudier la cinétique de la précipitation pendant les différents traitements de vieillissement d'un alliage d'aluminium industriel de nuance 7022 (Al-Zn-Mg-Cu). Pour cela nous nous sommes basé sur le moyen de caractérisation de la mesure de la microdureté. Les valeurs mesurées permettent de calculer la fraction transformée pour différentes valeurs de température et du temps en appliquant l'équation de Merle. Les résultats obtenus permettent d'étudier la cinétique de la précipitation et la nature des phases en utilisant le diagramme TTT de l'alliage 7075 qui a une composition chimique plus proche à celle de notre alliage 7022 de l'étude.

Mots clés : Alliages d'aluminium Al-Zn-Mg-Cu, alliage 7022, vieillissement thermique, microdureté, relation de Merle, fraction transformée, phases métastables durcissantes, diagramme TTT, cinétique de la précipitation.

Abstract

This work is dealing with the kinetics of precipitation during various ageing treatments of industrial aluminum alloy grade 7022 (Al-Zn-Mg-Cu). For that purpose we based our work on the measurement of microhardness at each treatment. The microhardness data obtained allowed us to calculate the transformed volume fraction of metastable phase responsible of hardening by using the Merle relationship. The results can be used to study the kinetics of phase precipitation and their nature thanks to the TTT diagrams of 7075 alloy which is nearest alloy to 7022.

Key words: Aluminum alloys Al-Zn-Mg-Cu alloy 7022, heat aging, microhardness, relationship Merle fraction transformed metastable hardening phases, TTT diagram, kinetics of precipitation.

Dédicaces

A ma chère mère

A mes sœurs

A mes frères

A toute ma famille

A mes amis

Et toute la promotion 2010 d'Ingénieurs en

Métallurgie de l'Ecole

Nationale Polytechnique d'Alger.

A tous ceux qui comptent pour moi

Remerciements

Je tiens à remercier Dieu le tout puissant de m'avoir donné le courage, la patience et l'aide pour mener à bien ce modeste travail.

*J'exprime mes sincères remerciements à **Mr. Kamel ABADLI** mon promoteur pour son aide précieuse, ses conseils, ses orientations, et sa patience pour le bon accomplissement de ce travail.*

J'adresse mes remerciements particuliers et sincères à l'équipe de laboratoire de Solution- solide (USTHB), pour m'avoir permis de faire les essais de la microdureté.

*J'exprime toute ma sympathie et ma gratitude à **Mr. KASSER** qui m'a fait l'honneur de présider le Jury de Ce Mémoire.*

*Mes remerciements vont aux membres de jury **Mr. DAIMELLAH** et **Mr. DELLALI** qui ont accepté d'être les examinateurs de ce mémoire.*

Je remercie mes enseignants qui m'ont donné cette formation de métallurgiste durant les trois années passées ensemble.

Je ne peux oublier de remercier tous les gens qui m'ont aidé à la réalisation de ce projet.

Liste des figures

Figure I-1. Évolution continue des structures légères grâce à l'aluminium	2
Figure I-2. Comparaison des caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium.....	8
Figure I-3. Diagramme d'équilibre Al-Zn.....	9
Figure I-4. Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Al-MgZn ₂	9
Figure I-5. Diagramme Al-Zn-Mg. Projection du liquidus.....	10
Figure I-6. Effet des éléments d'addition sur la résistance à la corrosion et à la fatigue des alliages d'aluminium.....	12
Figure II-1. Images en METHR de zones GP d'un alliage Al-4.5wt%Zn-1.5wt%Mg « Maloney, 1999 ».....	14
Figure II-2. Images en METHR d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu ; η ' semi cohérent « Li, 2007 ».....	15
Figure II-3. Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu ; η non cohérent « Li, 2007 ».....	16
Figure II-4. Courbes de fraction transformée en fonction du temps.....	22
Figure II-5. i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité par une dislocation coin, iii) Contournement d'Orowan de précipités par une dislocation.....	24
Figure III-1. Moule et porte-moule d'une souffeuse SBO 10/10.....	25
Figure III-2. Partie de la pièce utilisée.....	26
Figure III-3. Micro-tronçonneuse MICRACUT 150.....	27
Figure III-4. Dimensions des échantillons de l'étude.....	28
Figure III-5. Structure micrographique d'alliages d'aluminium 2017.....	28
Figure III-6. Four à résistance électrique Controlab, de 1200°C.....	29
Figure III-7. Schématique de traitement de mise en solution.....	30
Figure III-8. Étuve à résistance électrique Hearens de 400°C.....	31
Figure III-9. Polisseuse mécanique type FORCIPOL.....	31
Figure III-10. Polisseuse de finition MECAPOL P300.....	32
Figure III-11. Nettoyeuse ultrasonique, BANDELIN SONOREX.....	33
Figure III-12. Microscope optique OLYMPUS XB51M.....	34
Figure III-13. microduromètre (Vickers).....	35
Figure III-14. Dimensions de l'empreinte Pyramidale et formules de calcul.....	35
Figure III-15. L'allure de F en fonction du temps.....	35
Figure III-16. L'allure de $\ln \ln(1/1-F)$ en fonction de $\ln t$	35
Figure III-17. Le diagramme TTT de 7075.....	36
Figure IV-1. Structure de trempe avant l'attaque G=200.....	37
Figure IV-2. Structure trempée après mise en solution, G=500.....	37
Figure IV-3. Structure revenue à 120°C pendant 50h, G=500.....	38
Figure IV-4. Structure revenue à 160°C pendant 30h, G=500.....	38
Figure IV-5. Structure revenue à 200°C pendant 50h, G=500.....	38
Figure IV-6. Durcissement au cours de la maturation.....	39
Figure IV-7. Durcissement au début de la maturation.....	40
Figure IV-8. Durcissement pendant le vieillissement de 120°C.....	40
Figure IV-9. Durcissement au début du vieillissement à 120°C.....	40
Figure IV-10. Durcissement pendant le vieillissement à 160°C.....	41

Figure IV-11. Durcissement au début du vieillissement à 160°C.....	41
Figure IV-12. Durcissement pendant le vieillissement à 200°C.....	42
Figure IV-13. Fraction transformée pendant la maturation.....	42
Figure IV-14. Détermination des paramètres n et k pendant la maturation.....	43
Figure IV-15. Fraction transformée (120°C).....	44
Figure IV-16. Détermination des paramètres n et k (120°C).....	44
Figure IV-17. Fraction transformée (160°C).....	45
Figure IV-18. Détermination des paramètres n et k (160°C).....	45

Liste des tableaux

Tableau I-1. Propriétés de l'alliage Al 99.99%.....	3
Tableau I-2. Influence des éléments d'alliage.....	4
Tableaux I-3. Famille d'alliages d'aluminium corroyés.....	5
Tableau I-4. Classement des alliages d'aluminium corroyés.....	5
Tableau I-5. Composition des phases (diagramme Al-Zn).....	8
Tableau I-6. Composition chimique des alliages Al-Zn-Mg.....	10
Tableau I-7. Propriétés physiques des alliages Al-Zn-Mg.....	11
Tableau I-8. Aptitude technologique des alliages Al-Zn-Mg.....	12
Tableau II-1. Caractéristiques des GP.....	15
Tableau II-2. Caractéristiques de η'	16
Tableau II-3. Caractéristiques de η	17
Tableau II-5. Les vitesses critiques de trempe des alliages Al-Zn-Mg.....	19
Tableau III-1. Composition chimique de l'alliage étudié.....	25

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I. Alliages Al-Zn Mg	2
I.1. Les atouts de l'aluminium	2
I.2. Influence des éléments d'alliage	4
I.3. Alliages d'aluminium corroyés	5
I.3.1. Introduction	5
I.3.2. Alliages d'aluminium corroyés sans durcissement structural	6
I.3.3. Alliages d'aluminium corroyés à durcissement structural	7
I.4. Système Al-Zn-Mg	8
I.4.1. Diagramme d'équilibre Al-Zn	8
I.4.2. Diagramme d'équilibre Al-Zn-Mg	9
I.5. Caractéristiques des alliages Al-Zn-Mg	10
I.5.1. Composition chimique	10
I.5.2. Caractéristiques physiques	11
I.5.3. Caractéristiques mécaniques	11
I.5.4. Résistance à la corrosion	12
I.5.5. Aptitudes technologiques et d'usage	12
Chapitre II. Durcissement par précipitation des alliages Al-Zn-Mg-Cu	13
II.1. Introduction	13
II.2. Nature des phases des alliages Al-Zn-Mg (Cu)	13
II.2.1. Précipités durcissants	13
II.2.2. Phase β : les dispersoïdes	17
II.2.3. Particules intermétalliques	18
II.3. Traitement de durcissement structural des alliages Al-Zn-Mg	18
II.3.1. Mise en solution	18
II.3.2. Trempe	18
II.3.3. Détensionnement	19
II.3.4. Revenu	19
II.3.5. Maturation	20
II.4. Processus de décomposition	20
II.4.1. Précipitation homogène fine	20
II.4.2. Cinétiques de précipitation	21
II.5. Durcissement structural des alliages d'aluminium	23

Chapitre III. Techniques expérimentales	25
III.1 Alliage étudié	25
III.2 Traitements thermiques de vieillissement	26
III.2.1. Préparation des échantillons	26
III.2.2. Traitement de mise en solution.....	27
III.2.3. Traitements de revenu	29
III.3. Méthodes de caractérisation	30
III.3.1. Préparation métallographique	30
III.3.2. Observation microscopique	32
III.3.3. Microdureté...	33
III.4. Étude de la cinétique de précipitation	34
III.5. Utilisation de diagramme TTT de l'alliage 7075	36
Chapitre IV. Résultats et interprétation	37
IV.1 Observation microscopique	37
IV.1.1 Avant l'attaque	37
IV.1.2 Après l'attaque	39
IV.2. Résultats de la microdureté	39
IV.2.1. Maturation	40
IV.2.2. Vieillissement à 120°C	41
IV.2.3. Vieillissement à 160°C	42
IV.2.4. Vieillissement à 200 °C.....	43
IV.3. Cinétique de précipitation	43
IV.3.1. Maturation	44
IV.3.2. Vieillissement à 120°C.....	43
IV.3.2. Vieillissement à 160°C	44
IV.3.4. Vieillissement à 200 °C.....	45
IV.4. Interprétation des résultats	46
IV.4.1. Evolution structurale	46
IV.4.2. Durcissement par précipitation.....	46
IV.4.3.Croissance des zones GP	47
Conclusion générale	49
Références bibliographiques	50

Introduction générale

Introduction générale

L'utilisation des matériaux dépend de leur disponibilité, de leur coût et de leur aptitude technologique (facilité de mise en forme et compatibilité avec l'environnement). Ces aptitudes sont imposées par les propriétés mécaniques, physiques et chimiques de ces matériaux.

L'aluminium occupe la seconde place des métaux les plus utilisés après le fer. Les alliages d'aluminium, en plus d'être légers, peuvent en effet présenter d'excellentes caractéristiques mécaniques ainsi qu'une résistance à la corrosion nettement meilleure que celle des aciers.

Actuellement, les alliages d'aluminium ayant les meilleures caractéristiques mécaniques appartiennent à la série 7000, car ils sont susceptibles d'améliorer leur comportement mécanique par durcissement structural.

Dans notre travail, nous avons étudié ce mécanisme dans l'alliage 7022 qui contient principalement trois éléments d'addition (Zn, Mg et Cu). Ce matériau est un alliage industriel de corroyage, présentant des caractéristiques mécaniques élevées.

L'alliage 7022 subit un vieillissement important par la précipitation de phases métastables et stables durcissantes. Ces phases, dans certaines conditions de service, sont susceptibles d'améliorer le comportement mécanique du matériau.

Cependant, dans des conditions particulières de température et de contraintes, l'alliage peut présenter une fragilité et une mauvaise résistance à la corrosion. L'étude du comportement de l'alliage 7022 dans des conditions de vieillissement contribue à mieux optimiser les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion.

Le présent mémoire est divisé en deux parties :

- L'étude bibliographique : dans cette partie nous avons donné des généralités sur les alliages Al-Zn-Mg et nous avons décrit le mécanisme de durcissement par précipitation dans ces alliages.
- L'étude expérimentale consiste à présenter notre matériau de l'étude et les techniques expérimentales utilisées, après nous avons interprété les résultats obtenus qui nous permettent d'étudier la cinétique de la précipitation des phases métastables et le durcissement associé.

Chapitre I. Alliages Al-Zn-Mg

I.1. Les atouts de l'aluminium

L'aluminium a été découvert en 1825. C'est le troisième élément de l'écorce terrestre en quantité (7,5%) après l'oxygène et le silicium. Bien que, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2% de celles des aciers, ce métal arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques.

Le développement des applications de l'aluminium et de ses alliages, la croissance régulière et soutenue de la consommation s'expliquent par plusieurs propriétés qui sont d'atouts décisifs dans le choix des utilisateurs, en particulier dans les transports, le bâtiment, l'industrie électrique et l'emballage [1].

a) La légèreté

La masse volumique de l'aluminium est de $2,7 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, soit presque trois fois moindre que celle des aciers. Et pour les alliages d'aluminium elle est comprise entre $2,6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ et $2,8 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Plusieurs domaines d'application tirent profit de la légèreté (figure I-1) :

- Le transport : les avions, les véhicules industriels, les transports ferroviaires urbains.
- Le transport d'énergie électrique: un câble électrique en aluminium est deux fois moins lourd que celui en cuivre [1].



Figure I-1. Évolution continue des structures légères grâce à l'aluminium [2].

b) Conductivité électrique et thermique

L'aluminium non allié a une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 2/3 de celle du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus pour les lignes à haute tension. Il a aussi une excellente conductivité thermique, de l'ordre de 60% de celle du cuivre. La conductivité des alliages dépend de leur composition et de leur état métallurgique [1].

c) La tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, et industriel. Cette résistance est expliquée par la formation d'une couche d'alumine (Al_2O_3) non soluble dans l'eau et protégeant le métal contre les milieux oxydants [3]. La bonne tenue à la corrosion alliée à la faible densité a permis un développement important des applications de l'aluminium dans le bâtiment. Les utilisateurs disposent ainsi d'une durée de vie des équipements accrue, d'un entretien facilité, même sans protection (ni peint, ni anodisé), et d'une esthétique pérenne [4].

d) Recyclage

L'aluminium est l'un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. Le recyclage de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai [1].

e) Diversité des alliages d'aluminium

Tellement nombreux, les alliages d'aluminium sont regroupés conformément à une nomenclature rigoureuse et complexe dans 7 grandes familles. Ainsi le métal pur non allié constitue la série 1000 et les autres séries dépendent de la nature de l'élément d'alliage principal (2000 pour le Cu, 3000 pour le Mn, 4000 pour le Si, 5000 pour le Mg, 6000 pour le Mg et le Si, 7000 pour le Zn). D'une famille à une autre les propriétés caractéristiques sont très variables : les alliages de la famille 5000 sont soudables résistants à la corrosion tandis que ceux de la famille 7000 ont des caractéristiques mécaniques plus élevées [4]. Les principales propriétés physiques de l'aluminium (Al 99.99%) non allié sont indiquées dans le tableau I-1

Tableau I-1. Propriétés de l'alliage Al 99.99% [5,6].

Propriétés	Al 99,99%
Numéro Atomique	Z = 13
Structure cristalline	CFC
Paramètre de maille	$a = 4,0494 \text{ \AA}$ à 20°C
Masse Atomique	M=26,97
Masse volumique	2,700 g·cm ⁻³
Température de fusion	660,4°C
Conductivité thermique	$\lambda = 217,6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à 20°C
Coefficient de dilatation linéaire	$\alpha = 23,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ à 20°C
Résistivité électrique	$\rho = 2,761 \cdot 10^{-8} \text{ } \Omega \cdot \text{m}$
Limite élastique	$R_{p0,2} = 20 \text{ MPa}$ (état H111)
Limite à la rupture	$R_m = 55 \text{ MPa}$ (état H111)
Allongement	A=55%
Dureté	15 HB
Potentiel d'équilibre	$\varepsilon_{Al/Al^{+3}}^\circ = -1,66 \text{ V/ENH}$

I.2. Influence des éléments d'alliage

L'aluminium 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, Zn. L'influence des principaux éléments d'alliage sur les propriétés de l'aluminium est indiquée dans le tableau I-2.

Tableau I-2. Influence des éléments d'alliage [1].

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

I.3. Alliages d'aluminium corroyés

I.3.1. Introduction

Les alliages d'aluminium sont classés en deux grandes familles selon le procédé de mise en œuvre : les alliages de corroyage (obtenus par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid tels que : le forgeage, le laminage) et les alliages de fonderie (ou de moulage).

Les alliages d'aluminium de fonderie sont destinés à être transformés par des techniques de fonderie (moulage sable, coquille, coulée sous pression). La composition de ces alliages est un compromis entre propriétés de mise en forme (coulabilité, retrait volumique...) et propriétés d'usage de la pièce (résistance mécanique, aspect de surface, résistance à la corrosion...) [7].

Les alliages de corroyage sont destinés à être modifiés par des techniques de forge (laminage, tréfilage...). Les alliages d'aluminium corroyés sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en fonction des éléments d'alliages principaux (tableau I.3).

Tableaux I-3. Famille d'alliages d'aluminium corroyés [7].

Série	Élément d'alliage principal
1000	Aucun (aluminium non allié)
2000	Cuivre (Cu)
3000	Manganèse (Mn)
4000	Silicium (Si)
5000	Magnésium (Mg)
6000	Magnésium (Mg) + Silicium (Si)
7000	Zinc (Zn) + Magnésium (Mg)
8000	Lithium et autres

Les alliages d'aluminium peuvent être partagés en deux groupes: Les alliages à durcissement structural (trempants), et les alliages sans durcissement structural (non trempants). La classification est présentée dans le tableau I.4. En effet, en ce qui concerne les alliages non trempants, deux méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques existent : le durcissement par précipitation ou le durcissement par écrouissage [7].

Tableau I-4. Classement des alliages d'aluminium corroyés [7].

Alliages	Trempants (à durcissement structural) (à traitement thermique)	non trempants (à durcissement par écrouissage) (sans traitement thermique)
Série	2000, 4000, 6000, 7000.	1000, 3000, 5000

I.3.2. Alliages d'aluminium corroyés sans durcissement structural

I.3.2.1. Série 1000 (Aluminium non allié)

Les alliages de cette série sont essentiellement des aluminiums dont la pureté commerciale est d'au moins 99% Al. Ils se prêtent facilement à la mise en forme par déformation plastique à froid, notamment l'emboutissage et la chaudronnerie. Ils font preuve d'une excellente tenue à la corrosion en atmosphère humide et marine.

Grâce à la grande conductibilité électrique de certains alliages de cette série, on peut utiliser ceux-ci comme conducteurs électriques. Ces alliages sont également recherchés pour leur conductibilité thermique élevée, cette propriété est utilisée pour les tubes d'évaporateurs et de radiateurs. Ces alliages sont soudés avec un métal d'apport en aluminium pur ou de la série 4000 (alliage de silicium) [8].

I.3.2.2. Série 3000 (Al-Mn)

La teneur en manganèse est de 1,0 à 1,8 %. 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 [3]. Le manganèse augmente les caractéristiques mécaniques par effet de phase dispersée : en effet, il se trouve principalement dans l'alliage sous forme de fins précipités de types Al_6Mn [9].

Ces alliages sont utilisés dans beaucoup de domaines (les toitures, coffrages, revêtements, réservoirs, ustensiles de cuisine...). Ces alliages peuvent être soudés avec un métal d'apport de la série 4000 et la série 5000, en fonction de la composition et de l'application [8].

I.3.2.3. Série 5000 (Al-Mg)

Les alliages de ce groupe appartiennent une teneur en magnésium de 0,2 à 7,2 % et une teneur en Mn de 0,2 à 0,8 %. À l'état d'équilibre, après refroidissement, les alliages Al-Mg sont biphasés $\alpha + \beta(Al_3Mg_2)$. A basse température, la précipitation de la phase β ne donne pas un durcissement structural appréciable. Les alliages Al-Mg sont en général limités à 5 % Mg en raison des difficultés de mise en œuvre et de transformation [3].

Les propriétés principales de ces alliages sont : une bonne aptitude à la déformation à chaud, un bon comportement aux basses températures, ils sont facile à souder, résistent bien à la corrosion [9]. Les alliages Al-Mg sont utilisés dans l'industrie automobile, aviation, navales, et pour des buts décoratifs [3].

I.3.3. Alliages d'aluminium corroyés à durcissement structural

I.3.3.1. Série 2000 (Al-Cu)

Les teneurs en cuivre des alliages de cette série sont comprises entre 2,6 et 6,3 % avec des teneurs en magnésium variant de 0,5 à 1,5 %. Le durcissement structural de ces alliages est dû à la précipitation des phases Al_2Cu et $CuMgAl_2$, ces phases sont durcissantes et elles confèrent d'excellentes propriétés mécaniques.

D'autre part, les alliages de la série 2000 font preuve d'une résistance médiocre à la corrosion, car à l'état trempé et vieilli, la présence de précipités cathodiques crée une pile par rapport à la matrice. Par ailleurs, ces alliages sont difficilement soudables ; en effet, puisque les zones adjacentes aux cordons de soudure subissent un recuit lors du cycle thermique imposé par le soudage [10].

I.3.3.2. Série 4000 (Al-Si)

L'élément d'alliage de cette série est le silicium (Si). Les alliages de la série des 4000 sont nettement moins utilisés que les alliages des autres séries, ces alliages sont principalement des alliages de fonderie. Les teneurs en silicium sont comprises entre (0,6 à 21,5 % de Si) [8].

I.3.3.3. Série 6000 (Al-Mg-Si)

La teneur en magnésium (0,35 à 1%) supérieure à celle du silicium (0,25 à 0,8%). Le durcissement structural de ces alliages est du à la formation des précipités de composé Mg_2Si . Le rapport massique Mg/Si est égale à 1,73, pour la plupart de ces alliages ce rapport est respecté.

Certain de ces alliages comportent des additions de Cu et de Cr, ces éléments ont pour effet d'augmenter leur résistance mécanique et leur résistance à la corrosion. Une série d'alliages de cette famille est utilisée pour le transport de l'énergie électrique [9].

I.3.3.4. Série 7000 (Al-Zn-Mg)

De tous les alliages d'aluminium, ceux de la série 7000 présentent, après traitements thermiques, les propriétés mécaniques sont les meilleures (figure I-2). Leur teneur en zinc varie de 4 à 8 % et celle en magnésium de 1 à 3 % [11]. Le durcissement structural est du à la formation des phases durcissantes des composés : $MgZn_2$, la phase T ($Al_2Mg_3Zn_3$) et la phase S (Al_2CuMg). Alors avec l'augmentation de la teneur en Zn et Mg, la résistance de l'alliage croît, et la tenue à la corrosion diminue [3].

L'addition de cuivre, jusqu'à des teneurs de 2 %, durcit ces alliages par solution solide et par précipitation. Le cuivre diminue toutefois la trempabilité, la soudabilité et la ténacité des alliages Al/Zn/Mg. Le chrome (< 0,3 %) améliore leur résistance à la corrosion sous tension [11].

Ces alliages sont utilisés dans les domaines suivants :

- **Mécanique générale** : Visserie, boulonnerie, rivets (rivets Pop), moules pour la plasturgie, semelles d'outillage de découpe.
- **Aéronautique et armement** : Munitions, tourelles de char, blindages, structures d'avions, tôles de fuselage.
- **Sport** : Cannes de ski, inserts dans les semelles de ski, mousquetons d'alpinisme.

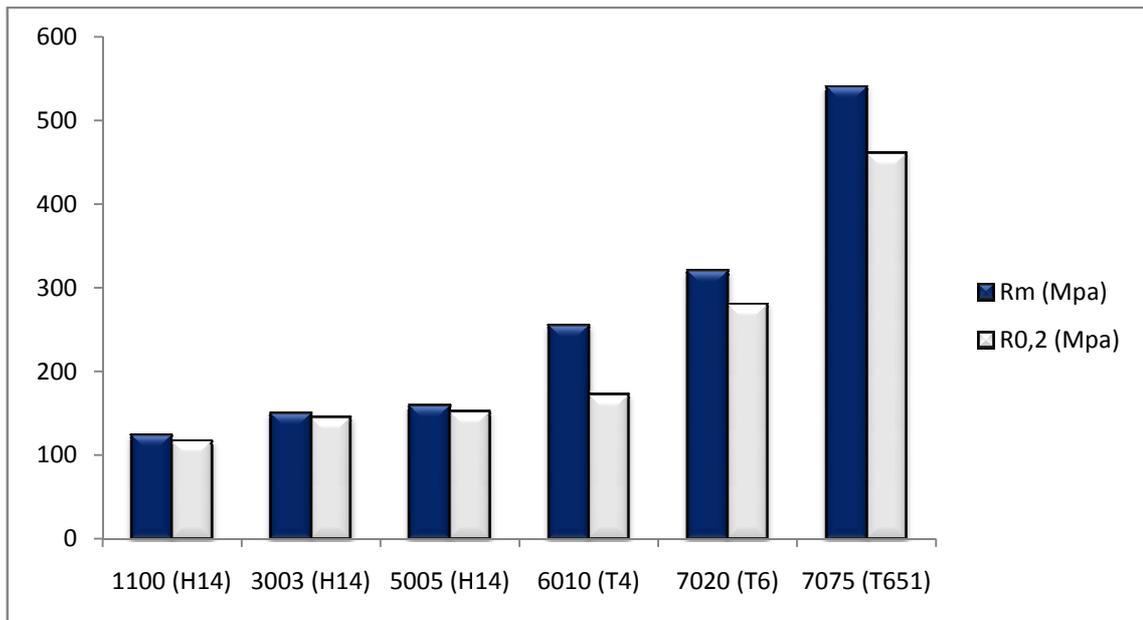


Figure I-2. Comparaison des caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium [12].

I.4. Système Al-Zn-Mg

I.4.1. Diagramme d'équilibre Al-Zn

Le diagramme Al-Zn, très complexe dans son ensemble, a deux particularités (figure I-3) :

- Un vaste domaine de solution solide de α , s'étendant jusqu'à 83.1% en poids de zinc à 381°C.
- Un domaine d'immiscibilité entre deux phases α contenant des pourcentages différents en zinc [13].

Le tableau I-5 donne la composition des phases qui existent dans le diagramme binaire Al-Zn.

Tableau I-5. Composition des phases (diagramme Al-Zn) [13].

phase	Composition (% Zn)
α (Al)	0 à 83.1
β (Zn)	98.8 à 100
α' (Al) _R (phase métastable)	78 à 85

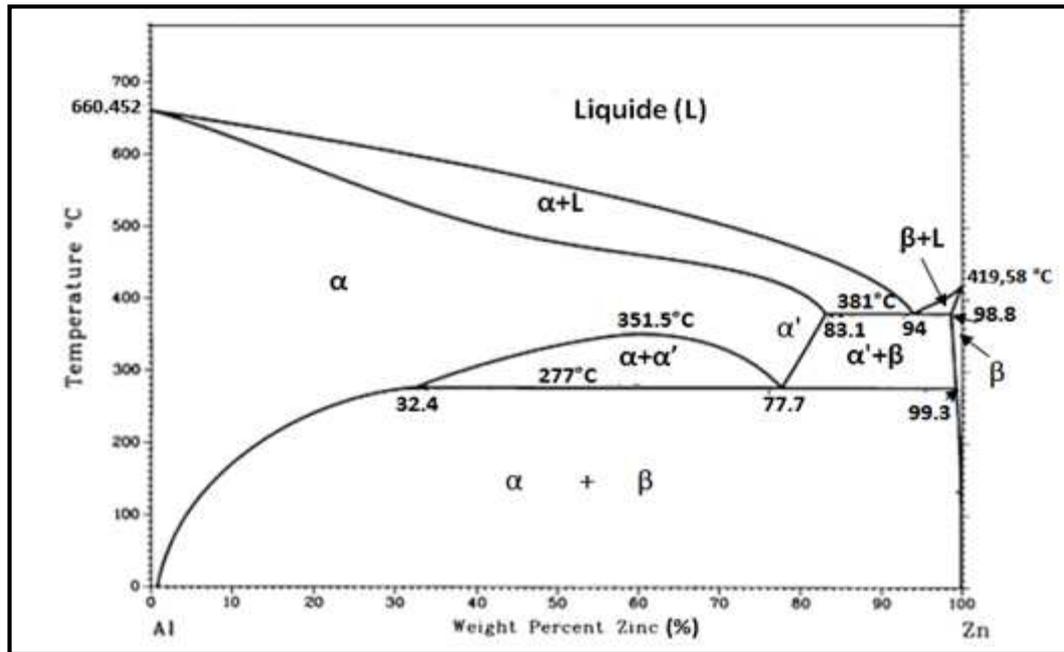


Figure I-3. Diagramme d'équilibre Al-Zn [13,14].

I.4.2. Diagramme d'équilibre Al-Zn-Mg

Le diagramme d'équilibre Al-Zn montre, du côté de l'aluminium, une solution solide qui peut contenir jusqu'à 50 % de Zn à 445 °C, mais seulement 5 % de Zn à la température ambiante. Cela conduit à des alliages monophasés lorsque la teneur en Zn est inférieure à 5 % et diphasés au delà de 5 %. Cependant, les alliages obtenus ont des propriétés inférieures à celles des autres alliages d'aluminium, ce qui explique pourquoi la base Al-Zn, seule, n'est pas utilisée.

En revanche, on utilise l'alliage Al-Zn avec du magnésium, qui devient alors un alliage à durcissement structural avec précipitation de la phase $MgZn_2$. Le diagramme d'équilibre pseudo-binaire Al- $MgZn_2$ est représenté sur la figure I-4 [9].

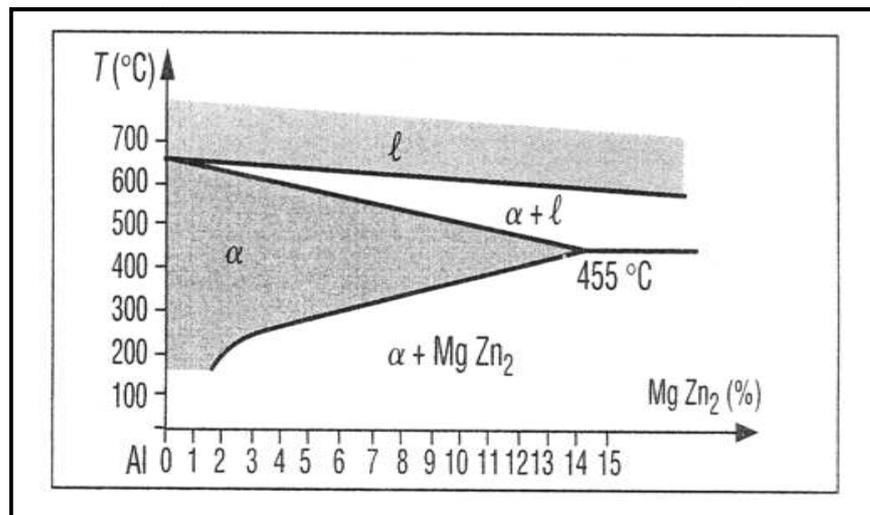


Figure I-4. Diagramme d'équilibre pseudo-binaire Al- $MgZn_2$ [13].

Les surfaces du liquidus (figure I-5) donnent une idée de l'ensemble du diagramme Al-Zn-Mg. Outre les composés intermétalliques binaires:

($\beta \rightarrow \text{Al}_3\text{Mg}_2$). ($\gamma \rightarrow \text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$). ($\upsilon \rightarrow \text{MgZn}_5$). ($\eta \rightarrow \text{MgZn}_2$). ($\epsilon \rightarrow \text{MgZn}$).

Il existe un composé ternaire T de formule $(\text{Al Zn})_{49} \text{Mg}_{32}$ auquel on donne plus souvent la formule approchée $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ [14].

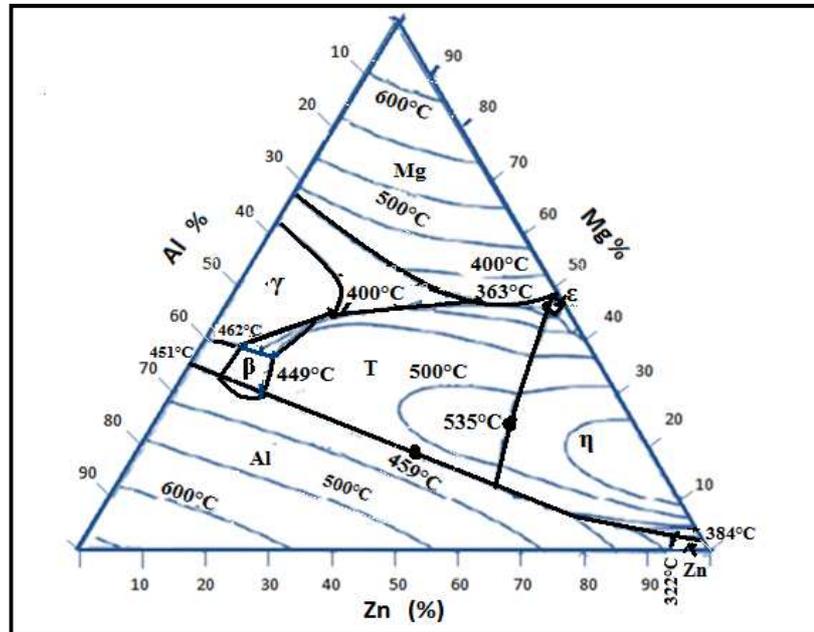


Figure I-5. Diagramme Al-Zn-Mg. Projection du liquidus [13].

I.5. Caractéristiques des alliages Al-Zn-Mg

I.5.1. Composition chimique

Le tableau I.6 donne la composition des certains alliages industriels Al-Zn-Mg.

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

Désignation	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Divers	Al
7020	0,35	0,40	0,20	0,05 à 0,50	1,0 à 1,4	0,10 à 0,35	4,0 à 5,0		Zr+Ti : 0,08 à 0,20	reste
7022	0,50	0,50	0,50 à 1,0	0,10 à 0,40	2,6 à 3,7	0,10 à 0,30	4,3 à 5,2		Zr+Ti : 0,20	reste
7075	0,40	0,50	1,2 à 2,0	0,30	2,1 à 2,9	0,18 à 0,28	5,1 à 6,1	0,20	Zr+Ti : 0,25	reste
7178	0,40	0,50	1,6 à 2,4	0,30	2,4 à 3,1	0,18 à 0,28	6,3 à 7,3	0,20		reste

I.5.2. Caractéristiques physiques

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

Tableau I-7. Propriétés physiques des alliages Al-Zn-Mg [6].

Alliage	Masse volumique (kg/dm ³)	Intervalle de fusion (°C)	Coefficient de dilatation linéique				Capacité thermique massique (J/kg · K)	État	Conductivité thermique (W/m · K)	Résistivité (en 10 ⁻⁸ Ω · m)
			- 50 à + 20 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	+ 20 à + 100 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	+ 20 à + 200 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	+ 20 à + 300 °C (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)				
7005 7020	2,78	604 à 645	21,4	23,1	24,0	25,0	875	O T5 T6	166 148 137	4,01 4,54 4,93
7049 A	2,82	477 à 627		23,4			960	T6	154	4,3
7050	2,83	490 à 635	21,7	23,5	24,4	25,4	860	O T76 T736	180 154 157	3,67 4,36 4,26
7072	2,71	640 à 655		23,5				O	222	2,90
7075	2,80	477 à 635	21,6	23,4	24,3	25,2	960	T6 T76 T73	130 150 155	5,22 4,48 4,31
7175	2,80	477 à 635	21,6	23,4	24,3	25,2	865	O T6 T736	177 142 155	3,75 4,79 4,31

I.5.3. Caractéristiques mécaniques

Le tableau I-8 donne les caractéristiques mécaniques types des Alliages 7020,7022 et 7075:

- résistance mécanique en traction R_m .
- dureté Brinell mesurée sous 500 kgf avec une bille de 10 mm de diamètre.
- Allongement A.
- module d'élasticité $R_{0,2}$: moyenne des modules en traction et en compression (le module en compression étant environ 2 % plus élevé que le module en traction).

Tableau I-8. Caractéristiques mécaniques des alliages Al-Zn-Mg [6].

Alliage	Etat métallurgique	Epaisseur e (mm)	Caractéristiques en traction		
			R_m (MPa)	$R_{p0,2}$ (MPa)	A(%)
7020	T6	0,35 ≤ e ≤ 40	320	280	10
7075	T651	6 ≤ e ≤ 12	540	460	8
		12 ≤ e ≤ 25	540	470	6
		25 ≤ e ≤ 50	530	470	6
		50 ≤ e ≤ 60	525	440	4
7022	T651	6.0 ≤ e ≤ 12.5	540	460	8
		12.5 ≤ e ≤ 60.0	530	460	8
		60.0 ≤ e ≤ 100.0	500	420	6
		100.0 ≤ e ≤ 150.0	490	400	6

I.5.4. Résistance à la corrosion

Les alliages de série 7000 avec cuivre (alliages 7075, 7175, 7475, 7010, 7050, 7049) peuvent présenter un comportement satisfaisant à la corrosion sous tension s'ils ont subi le traitement de double revenu. L'amélioration de la résistance à la corrosion étant obtenue au détriment de la résistance mécanique (figure I-6) [4].

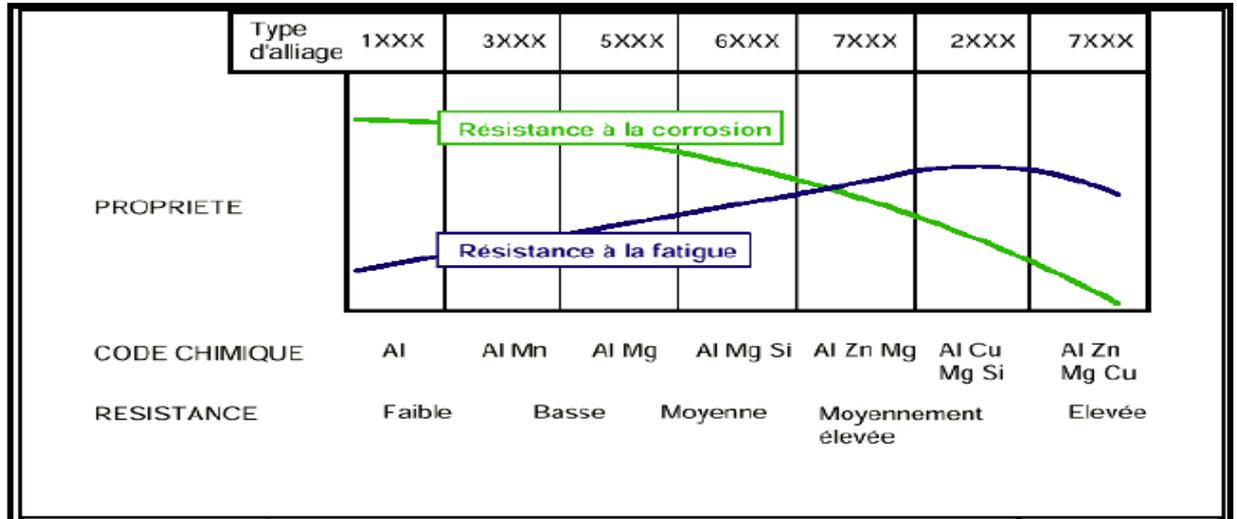


Figure I-6. Effet des éléments d'addition sur la résistance à la corrosion et à la fatigue des alliages d'aluminium [4].

I.5.5. Aptitudes technologiques et d'usage

Le tableau I-9 donne les aptitudes technologiques et d'usage des alliages Al-Zn-Mg. Il permet de donner des précisions concernant :

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

Tableau I-9. Aptitudes technologiques des alliages Al-Zn-Mg [6].

Alliage	état	Comportement à l'atmosphère		Usinage		Formage (tôles)		Soudabilité		Aptitude à l'anodisation Technique
		Générale	Marine	Fragmentation de copeaux	Etat de surface	Pliage à froid	Emboutissage Repoussage	TIG / MIG	Par résistance	
7020	T6	A	C	B	A	C	C	A	B	C
7022	T651	B	C	A	A	C	C	B	B	C
7075	T651	B	C	A	A	C	C	C	B	C
7049	T651	B	C	A	A	C	C	C	B	C

A : Très bon, B : Bon, C : Pas adapté

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

II.1. Introduction

La grande diversité des phases présente dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu rend ce système très complexe : elles peuvent être stables ou métastables, elles sont susceptibles d'améliorer le comportement mécanique du matériau par durcissement structural.

À ce sujet, rappelons que le durcissement structural par vieillissement fut découvert par hasard, à la suite d'un raisonnement faux, par Alfred Wilm en 1906. Wilm essayait de durcir par trempe des alliages Al-Cu-Mg, suivant le modèle des aciers. Une éprouvette abandonnée sur la paillasse après trempe durant deux jours révéla un durcissement remarquable [15].

À partir de la fin des années 50, de très nombreux travaux ont alors porté sur la modélisation du durcissement par l'étude des interactions entre les dislocations et les précipités, ainsi que sur les mécanismes de précipitation (principalement par germination et croissance) [12].

II.2 Nature des phases des alliages Al-Zn-Mg (Cu)

Les différentes phases susceptibles d'apparaître dans les alliages de la série 7000 peuvent être réparties en trois catégories : les précipités durcissants, qui contrôlent les propriétés mécaniques plastiques du matériau, les dispersoïdes, qui permettent de maîtriser les phénomènes de recristallisation et les particules intermétalliques [16].

II.2.1. Précipités durcissants

Les tailles des précipités durcissants sont presque toujours comprises entre 1 et 10 nm, taille qui permet d'obtenir un durcissement optimal [15].

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

- Solution solide → zone GP → phase métastable η' → phase stable η (MgZn_2).....(a)
- Solution solide → phase métastable T' → phase stable T ($(\text{AlZn})_{49}\text{Mg}_{32}$).....(b)

Le choix de la séquence est fonction de la composition de l'alliage et la température de traitement. La séquence donnant T à l'équilibre est favorisée pour une teneur en magnésium supérieure à 2% en masse mais ne peut pas être observée au détriment de celle donnant η , notamment lors de traitements à basse température.

En effet, la germination des phases T nécessite une énergie d'activation plus importante.

La décomposition de la solution solide sursaturée se déroule suivant la séquence (a) pour une température inférieure à 190°C. Et suivant la séquence (b) aboutissant à la phase d'équilibre T ((AlZn)₄₉Mg₃₂) pour une température supérieure [17].

II.2.1.1. Zones de Guinier Preston (zones GP)

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

D'après l'observation par microscopie électronique en transmission à haute résolution (METHR), Les zones GP des alliages Al-Zn-Mg se présentent sous la forme de petits amas sphérique de solutés (figure II-1). Elles s'ordonnent rapidement pour constituer des plans alternativement riches en zinc et en magnésium, parallèles aux plans {100} de la matrice d'aluminium [16].

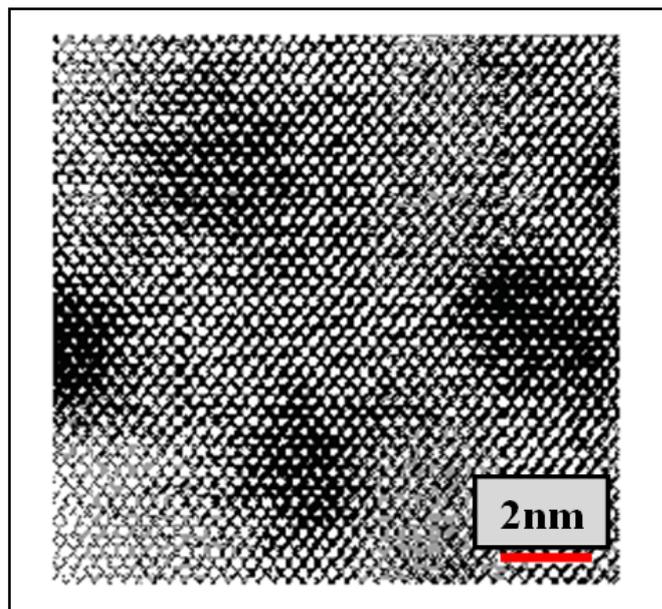


Figure II-1. Images en METHR de zones GP d'un alliage Al-4.5wt%Zn-1.5wt%Mg « Maloney, 1999 » [18].

Le tableau II-1 ci-dessous résume les principales recherches pour caractériser les zones GP dans les alliages Al-Zn-Mg.

Tableau II-1. Caractéristiques des Zones GP [17,18].

Chercheurs	Année	Caractéristiques des GP
Park	1983	-Elles ont la même structure cristallographique que la matrice.
Lyman	1976	-Elles sont totalement cohérentes avec la matrice et sont cisailables par les dislocations. -Les zones GP évoluent en zones sphériques ordonnées hexagonales avant la germination de la phase métastable η' .
Thompson	1987	- Le cuivre semble favoriser la germination des zones GP, permettant d'obtenir un durcissement bien plus conséquent dans les premières heures de revenu.
Hono	1992	-Les zones GP formées dans les alliages Al-Zn-Mg sont sphériques, traduisant une faible distorsion du réseau.
Waterloo	2000	-Il existe un second type de zones GP lors de revenus des alliages Al-Zn- Mg : les GP(II)
Berg	2001	-Les zones GP(I) se forment entre la température ambiante et 150°C. - Les zone GP(II) apparaissent durant la trempe et évoluent au-dessus de 70°C (elles sont décrites comme étant des couches riches en zinc sur les plans $\{111\}_{Al}$).
Li	2007	-Les deux types de zones GP ont été récemment mis en évidence et imagés en METHR.

II.2.1.2. Phase métastable η'

Cette phase apparaît aux températures intermédiaires (entre 120°C et 180°C) et confère à l'alliage sa plus grande limite d'élasticité [17]. Le durcissement structural maximum des alliages de la série 7000 est conditionné par les caractéristiques (fractions et tailles) des précipités η' . Ces derniers se présentent sous la forme d'une phase métastable, cohérente ou semi-cohérente (figure II-2). Ils se répartissent en fines plaquettes (2nm selon Dubost et Sainfort, 1991) parallèles aux plans $\{111\}$ de la matrice d'aluminium [16].

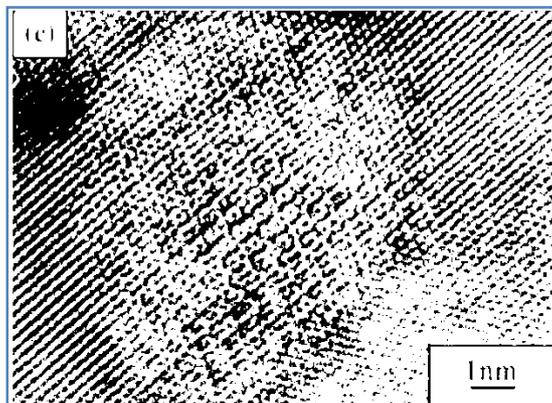


Figure II-2. Images en METHR d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu ; η' semi cohérent « Li, 2007 » [17].

Le tableau ci-dessous résume les recherches pour caractériser les zones η' dans les alliages Al-Zn-Mg.

Tableau II-2. Caractéristiques de η' [17,18].

Chercheurs	Année	Caractéristiques de η'
Mondolfo	1956	- la structure hexagonale. -les paramètres de maille $a = 0.496$ nm et $c = 0.868$ nm.
Gjønnnes	1970	-Elle est semi-cohérente et forme des plaquettes selon les plans (111) de l'aluminium.
Auld	1971	-la structure hexagonale. -les paramètres de maille $a = 0.489$ nm et $c = 1.374$ nm.
Poulose	1974	-Leur solvus est d'environ 250°C .
Park	1983	- les phases η' sont des disques de faible épaisseur.
Dubost	1985	- la composition chimique est $\text{Mg}_3\text{Zn}_{11}\text{Al}$. - le cuivre semble participer à la formation de cette phase ; il augmente le domaine de stabilité relative de cette phase
Li	1999	- la phase η' peut être cisailée par les dislocations.
Ringer	2000	- Il est difficile d'obtenir une composition pour cette phase, puisque la chimie du précipité évolue au cours du revenu.
Dumont	2005	- La composition chimique : 55% Zn, 25% Mg et 20% Al pour l'alliage 7108 à l'état T6.

II.2.1.3. Phase d'équilibre η

La phase thermodynamiquement stable η est semi-cohérente (figure II-3) lorsqu'elle est de petite taille, et incohérente sinon. Elle a la composition théorique MgZn_2 dans les alliages ternaires et $\text{Mg}(\text{Zn,Cu,Al})_2$ pour les alliages au cuivre. Les quelques études menées jusqu'alors ne parviennent pas à cerner sa composition exacte [16].



Figure II-3. Images en METHR selon l'axe de zone [100] d'un alliage Al 6.23Zn 2.8Mg 1.58Cu ; η non cohérent « Li, 2007 » [17].

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

Le tableau ci-dessous résume les recherches pour caractériser les zones η' dans les alliages Al-Zn-Mg.

Tableau II-3. Caractéristiques de η [17,18].

Chercheurs	Année	Caractéristiques de η
Adenis	1967	-Elle a une structure hexagonale de paramètres de maille $a = 0.515$ à 0.523 nm et $c = 0.848$ à 0.862 nm
Degisher ; Gjønnnes,	1980, 1970	- Cette phase est composée de nombreuses variantes, ayant différentes relations d'orientation avec la matrice, et liées à de nombreux sites de germination. -Dans les alliages industriels ternaires et quaternaires, trois variantes sont majoritairement observées : η_1 , η_2 , η_4 .
Brenner,	1991	- les phases η contiennent de l'aluminium et du cuivre
Ramgopal	2002	-Le cuivre et l'aluminium sont très solubles dans η , lui conférant une composition du type $Mg(Zn, Cu, Al)_2$.
Dumont	2005	- La phase η , de composition très proche de $MgZn_2$ dans le cas des alliages ternaires (avec moins de 10% d'aluminium).

Le tableau II-4 résume les principales caractéristiques des précipités au cours de durcissement structural

Tableau II-4. Caractéristiques des précipités participant au processus de durcissement structural [17].

	Zone GPI	η'	η
Stœchiométrie		$Mg_3Zn_{11}Al$ ou autre	$MgZn_2$ $Mg(Zn, Cu, Al)_2$
Forme	Sphérique	Plaquette	Ellipsoïde
Structure	Couches alternées de Mg et Zn sur (100)	Hexagonal Compact $a = 0.496$ nm $b = 0.868$ nm	Hexagonal Compact $a = 0.521$ nm $b = 0.860$ nm
Cohérence	Oui	Semi	Non
Stabilité	Métastable	Métastable	Equilibre
Température de dissolution (°C)	150	250	370

II.2.2. Phase β (les dispersoïdes)

Des dispersoïdes de taille voisine de $0,05$ à $0,5$ μm , sont des composés intermétalliques de l'aluminium avec des métaux de transition tel que Cr, Mn ou Zr. Ces éléments sont destinés à affiner le grain de coulée (rôle de Ti et Zr) et à inhiber ou retarder la recristallisation des demi-produits lors de leur mise en forme à chaud ou lors de la mise en solution ultérieure (rôle de Mn, Cr, Zr et Sc) [15, 17].

II.2.3 Particules intermétalliques

Plusieurs types de précipités grossiers se forment pendant la coulée. Ils contiennent des éléments présents à l'état d'impuretés dans les alliages industriels, comme le fer et le silicium, et forment des composés intermétalliques extrêmement stables tels que les phases Mg_2Si et Al_7Cu_2Fe . Leur taille varie entre 1 et 10 μm . Par ailleurs les traitements thermomécaniques ultérieurs conduisent à de fortes modifications de leur morphologie. Les particules se brisent pendant l'opération de mise en forme et tendent à se répartir en amas très élancés, alignés selon la direction de laminage.

Une autre phase S précipite également dans le cas des alliages quaternaires contenant du cuivre. Sa composition est proche de Al_2CuMg . Moins stable que les précédentes, elle peut se dissoudre pendant le traitement d'homogénéisation [16].

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

L'aluminium est capable de former des solutions solides avec la plupart des métaux qui lui sont associés comme constituants d'alliage. La possibilité de traiter thermiquement un alliage est due à l'augmentation, avec la température, de la solubilité à l'état solide des éléments d'addition [12].

II.3.1. Mise en solution

La mise en solution est principalement utilisée afin de dissoudre la plus grande partie des composés ayant précipité pendant les étapes antérieures (coulée, homogénéisation et laminage à chaud). L'objectif consiste alors à remettre en solution solide tous les éléments d'addition : zinc, magnésium et cuivre [16].

La température de mise en solution doit être voisine du solidus ou de l'eutectique, là où la solubilité est la plus grande. La marge optimale peut être aussi petite que $\pm 5^\circ C$ [15].

II.3.2. Trempe

Après la mise en solution, l'alliage doit être refroidi assez énergiquement pour que la solution reste sursaturée à la température ambiante. En fait, dans les alliages d'aluminium, il faut, pour que les caractéristiques mécaniques soient optimales, que la concentration de la solution solide soit sensiblement la même qu'à la température de mise en solution, ce qui n'implique pas nécessairement que le refroidissement soit très rapide. C'est là qu'intervient la notion de vitesse critique de trempe qui peut être considérée comme la vitesse de refroidissement minimale qui permet d'obtenir à la température ambiante la solution solide sursaturée.

En fait, il vaudrait mieux dire l'allure critique de trempe car, en réalité, les vitesses de refroidissement nécessaires ne sont pas les mêmes dans tout l'intervalle de température qui s'étend entre la température de mise en solution et la température ordinaire.

D'une façon générale, les vitesses critiques de trempe varient fortement d'un alliage à un autre. Bien qu'il s'agisse d'une notion très importante, la vitesse critique de trempe des alliages d'aluminium est encore plus ou moins bien connue et surtout peu répandue dans la littérature. L'addition de manganèse, mais surtout de chrome, augmente celle des alliages Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu. Les valeurs suivantes (tableau II-5) peuvent être avancées pour quelques alliages Al-Zn-Mg [19].

Tableau II-5. Les vitesses critiques de trempe des alliages Al-Zn-Mg [20].

Alliage	Vitesse critique de trempe (°C/s)
7020	0,5
7039	1,5
7075	100

II.3.3. Détensionnement

Le détensionnement fait partie des déformations plastiques (tout comme le planage, le dressage, ...) que peuvent subir les alliages après la trempe.

L'intérêt du détensionnement est d'abaisser les contraintes résiduelles de trempe par relaxation plastique. Il consiste en une déformation d'environ 2% obtenue par traction dans le sens du laminage [17].

II.3.4. Revenu

Un chauffage ultérieur à température modérée, appelé revenu, permet de terminer la séquence de durcissement structural par précipitation de phases stables et métastables. Au cours du revenu, l'état de dureté passe par un maximum : pic de dureté (T6).

Les états métallurgiques sont désignés par la lettre T suivie d'un chiffre :

- L'état T3 indique un état trempé après une mise en solution
- L'état T6 correspond au maximum de caractéristiques mécaniques obtenu après mise en solution, trempe et revenu.
- L'état sur-revenu est nommé T7.
- L'adjectif « 51 » suivant le traitement thermique se rapporte à la présence d'un détensionnement après la trempe (T351, T651, T7651).

Les caractéristiques mécaniques sont directement liées à l'état de revenu de l'alliage et les paramètres de ces traitements thermiques (temps, température etc....) permettent de "maîtriser" les propriétés de l'alliage qui en résultent [17].

Les alliages Al-Zn-Mg-Cu du type 7075 et 7049 sont bien connus pour présenter, à l'état T6 (trempé revenu), des niveaux de caractéristiques mécaniques particulièrement élevés.

Toutefois, ces caractéristiques mécaniques élevées sont obtenues au détriment de la résistance à la corrosion sous tension qui peut s'avérer relativement faible. Des études relativement récentes ont permis de montrer qu'il était possible d'améliorer très fortement ces alliages à cet égard en procédant à un revenu à deux paliers, le second palier étant effectué à une température nettement supérieure à celle du premier palier [19].

II.3.5. Maturation

Après la trempe, la solution solide sursaturée est dans un état métastable. Elle a tendance à retrouver l'équilibre en rejetant sous forme de précipités une partie des éléments d'alliage qui sont en sursaturation. Ainsi, lors du maintien à température ambiante qui succède à la trempe, la solution solide se décompose sous forme de petits amas de Guinier-Preston. Ces zones faciliteront la précipitation ultérieure obtenue lors du revenu [17].

Le comportement des alliages lors de la maturation est très variable d'une famille à l'autre. Il peut être également fortement influencé par les températures ambiantes auxquelles ils sont soumis les produits trempés, températures peuvent varier entre $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $+40\text{ }^{\circ}\text{C}$ [19].

II.4. Processus de décomposition

II.4.1. Précipitation homogène fine

La précipitation homogène dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu dépend fortement de la composition de l'alliage mais aussi de la température de maintien pendant le revenu. Deux mécanismes distincts sont généralement proposés dans la littérature :

- Solution solide \rightarrow zones Guinier-Preston (GP) $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta \dots \dots (a)$
- Solution solide $\rightarrow T' \rightarrow T \dots \dots \dots \dots \dots \dots (b)$

Les travaux de Mondolfo (1971) tendent à montrer que le second mécanisme est favorisé dans les alliages avec une teneur en magnésium dépassant 2% en poids. En fait l'apparition de la phase T nécessite une énergie d'activation plus élevée que celle de la phase η . En outre, Embury et Nicholson (1965) prétendent qu'elle ne peut avoir lieu que pour des revenus à températures élevées, supérieures à 190°C . Ainsi, pour des traitements thermiques à basses températures, seul le premier mécanisme est activé [16].

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

Les zones GP se forment à basse température (lors de la maturation), et peuvent devenir des sites de germination pour les phases les plus stables.

D'après Lacom (1980) la cinétique de formation des zones GP dépend notamment de la concentration en lacunes de trempe

Durant les traitements de revenu, la dissolution des zones GP est observée. Les survivantes, lors de la réversion, deviennent des sites de germination de la phase η' (Mukhopadhyay, 1994) [17].

II.4.2. Cinétiques de précipitation

La précipitation est généralement décrite par deux mécanismes : la germination, et la croissance.

La germination est caractérisée par une augmentation du nombre de précipités (germes) et de la fraction volumique précipitée. Au cours de la croissance, la taille des précipités augmente, de même que la fraction volumique ; le nombre de précipités est en revanche constant [17].

II.4.2.1. Germination

La germination, qui résulte des fluctuations amples et localisées de configuration au sein de la solution solide, peut être homogène ou hétérogène. Après mise en solution à haute température et trempe, la germination n'est possible que si elle s'accompagne d'une diminution de l'énergie libre du système constitué initialement par la solution solide homogène.

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

II.4.2.2. Croissance

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

Au cours d'une précipitation, les cinétiques de croissance définissent l'évolution globale de la transformation ou le taux d'avancement de la réaction. Ce taux s'exprime généralement en fraction transformée. Les changements de phase mettant en jeu des processus thermiquement activés.

Très fréquemment, l'allure des courbes de cinétique de précipitation obéit à la loi empirique de Jonhson-Mehl-Avrami (JMA) donnant la fraction transformée à l'instant t (équation II-1).

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

Où k est une constante de vitesse et n est le paramètre de croissance. Dans le cas de transformation gouvernée par un seul mécanisme, n et k peuvent être signification des mécanismes croissance [21].

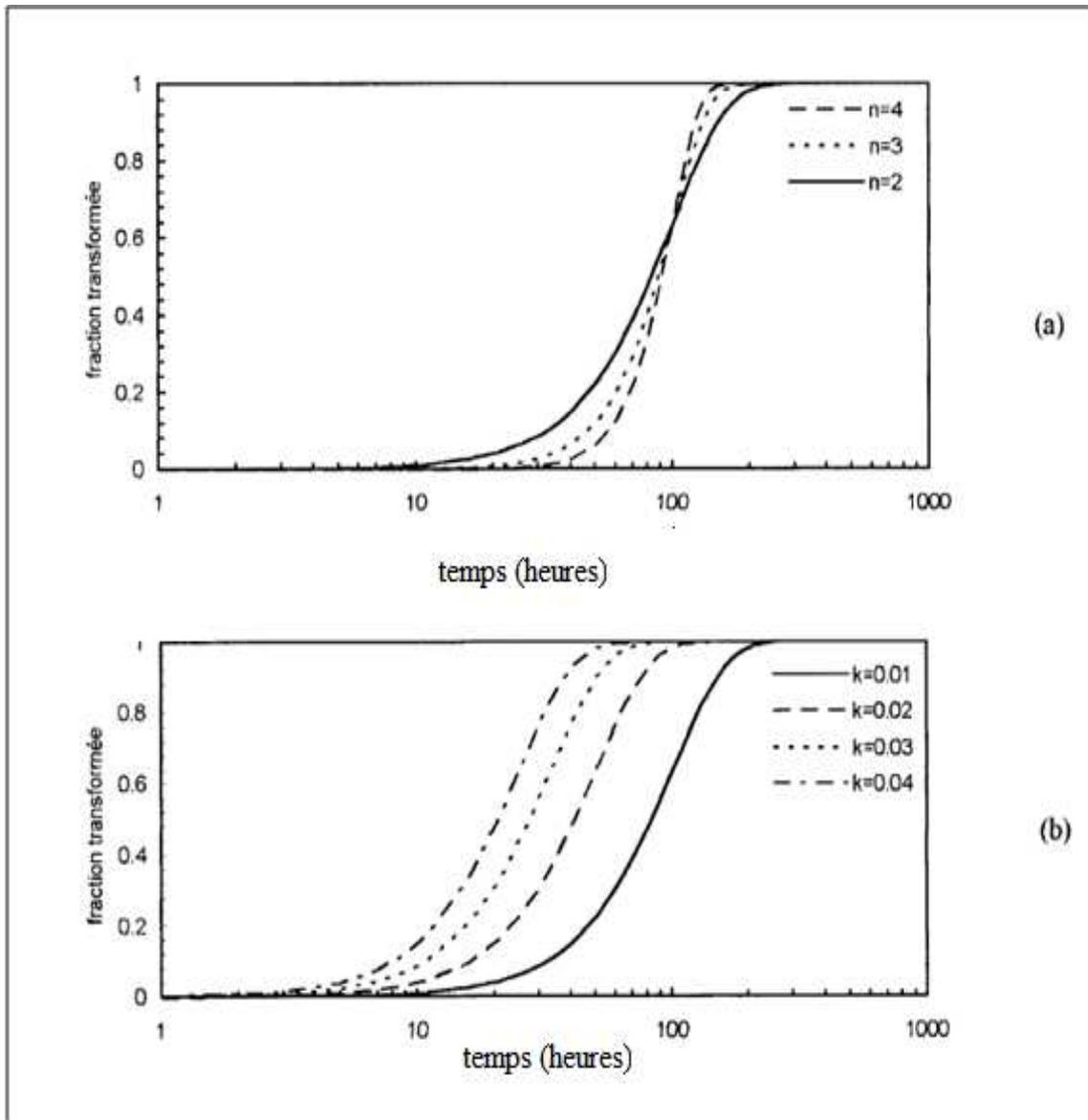


Figure II-4. Courbes de fraction transformée en fonction du temps [22].

a) Influence de l'exposant n .

b) Influence de la constante de vitesse k .

II.4.2.2. Coalescence des précipités

Toutes les théories de la coalescence reposant sur le fait que la concentration d'équilibre locale dans la portion de la matrice immédiatement adjacente à l'interface est fonction de la taille des précipités.

Dans cette hypothèse, il découle qu'à chaque instant, il existe une taille critique qui correspond à une concentration d'équilibre locale égale à la concentration moyenne de la matrice. Les précipités de taille critique sont instables. Ceux de tailles inférieures à la taille critique se dissolvent tandis que ceux de tailles supérieures à la taille critique se développent jusqu'à ce que la taille critique les rattrape [21].

II.5. Durcissement structural des alliages d'aluminium

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

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

Dans le cas des alliages 7000, les deux premiers facteurs ont une influence relativement faible. En effet, la force de Peirls (résistance intrinsèque du réseau) est négligeable dans les métaux de structure C.F.C, et le durcissement par le phénomène de Hall-Petch n'est pas recherché pour ces alliages même s'il est susceptible d'apporter une contribution pour des structures fibrées où les sous-grains ont une taille de l'ordre de quelques microns.

En revanche, les effets de la solution solide, des dislocations et des précipités sont très importants, et sont respectivement appelés : durcissement par solution solide, par écrouissage et par précipitation. Ce dernier est le mécanisme le plus important dans les alliages d'aluminium étudiés [17].

1- Durcissement par solution solide

La présence du soluté en solution solide, en insertion ou en substitution dans la matrice, crée des distorsions de réseau. Le champ de contraintes de celles-ci, limite le déplacement des dislocations [17].

2- Durcissement par écrouissage

La déformation plastique entraîne une augmentation de la densité de dislocations, qui interagissent entre elles. La forêt de dislocations constitue en effet une série d'obstacles au déplacement des autres dislocations, et contribue à durcir le matériau [17].

3-Durcissement par précipitation

Les précipités ont pour effet de freiner ou de bloquer les dislocations, augmenter ainsi la limite d'écoulement du matériau. Il existe deux types d'interactions entre les précipités et les dislocations : le cisaillement et le contournement. Les schémas regroupés (figure II.5) présentent leurs principes. Les précipités contournés sont des obstacles forts, alors que les précipités cisailés sont faibles [17].

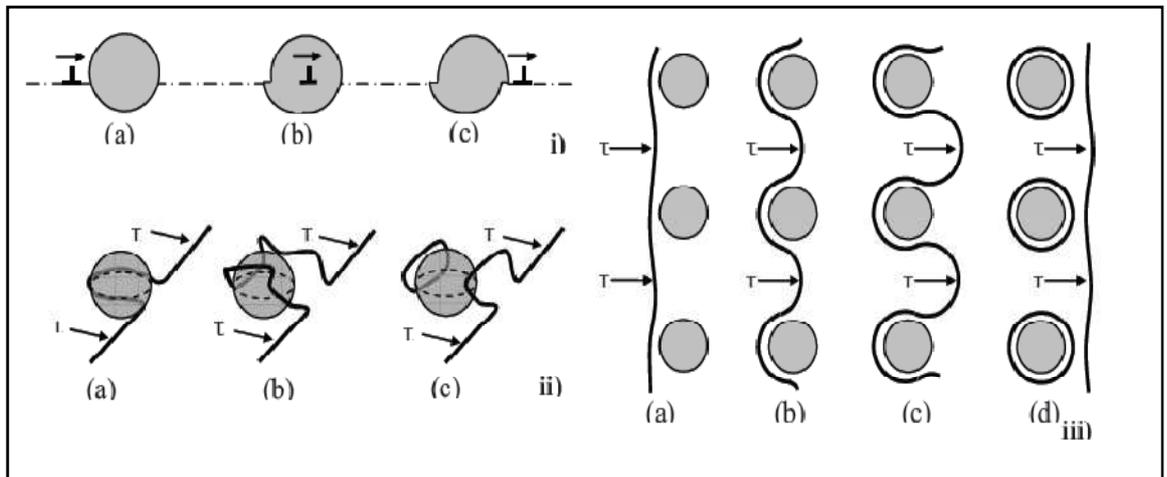


Figure II-5. i) Cisaillement d'un précipité par une dislocation, ii) Contournement par glissement dévié d'un précipité par une dislocation coin, iii) Contournement d'Orowan de précipités par une dislocation [17].

Chapitre II. Techniques expérimentales.

III.1. Alliage étudié

Le matériau de notre étude est un alliage commercial de la série 7xxx défini par la norme Européenne EN 573 par la désignation AW7022 qui correspond à la nuance Al Zn5 Mg3 Cu. Ce matériau contient principalement trois éléments d'alliage Zn (4,3% à 5,2%), Mg (2,6% à 3,7%) et Cu (0,50% à 1,0%). C'est un alliage de corroyage à durcissement structural fourni généralement à l'état T6 (trempe+recuit). Cet alliage a été enregistré dans le système international en 1979 par EEA (European Aluminium Association, Bruxelles).

Les alliages 7022 ont une résistance mécanique élevée, une résistance à la corrosion moyenne et une très bonne usinabilité. Ils sont utilisés pour la fabrication des pièces mécaniques à caractéristiques élevées telles que plaques chauffantes, tables des machines, et moules pour matière plastique selon la matière injectée [23].

L'alliage nous a été fourni par l'entreprise Coca Cola de Rouiba. Le prélèvement des échantillons a été fait à partir d'une coquille porte-moule d'une souffleuse SBO 10/10 (figure III-1), pour soufflage des bouteilles en PET réalisée par la société SIDEL. Les machines SBO10/10 sont des équipements complexes qui produisent des bouteilles PET finies par étirage et soufflage des préformes PET dans un moule qui donne sa forme à la bouteille (étirage-moulage-soufflage). Sa cadence peut atteindre 12.200 bouteilles par heure [24].

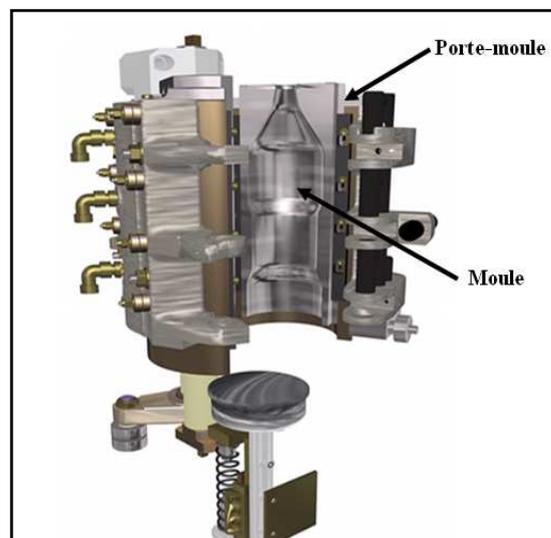


Figure III-1. Moule et porte-moule d'une souffleuse SBO 10/10 [24].

L'analyse chimique a été réalisée au laboratoire de la fonderie d'El Harrach par spectrométrie de fluorescence X. Les résultats de l'analyse sont donnés dans le tableau III-1.

Tableau III-1. Composition chimique de l'alliage étudié

Éléments	Zn	Mg	Cu	Cr	Mn	Si	Fe	Al
% (poids)	4.67	2.92	0.74	0.18	0.38	0.22	0.26	90.37

La composition chimique obtenue pour notre alliage est conforme à celle de la composition des alliages 7022 (catalogue « The Aluminium Association ») [23].

Selon cette composition chimique, notre Alliage est considéré comme un alliage d'aluminium quaternaire contenant principalement trois éléments d'alliage (Zn, Mg, et Cu.)

III.2. Traitements thermiques de vieillissement

III.2.1. Préparation des échantillons

Pour l'étude du vieillissement, nous avons préparé les échantillons à partir des morceaux du porte-moule découpés préalablement. Le porte-moule est fabriqué par une machine à commande numérique, suivi par les procédés suivants:

- Des traitements thermiques (trempe+revenu).
- Détentionnement par traction.
- Anodisation sulfurique.

Cette pièce a subi des phénomènes de dégradations (corrosion, fissuration) pendant son utilisation, dus aux conditions de travail (températures et pressions cycliques).

Alors, à partir des données ci-dessus, et par précaution nous avons enlevé 08 mm d'épaisseur de matière comme schématisé dans la figure III-2, avant le découpage des échantillons.

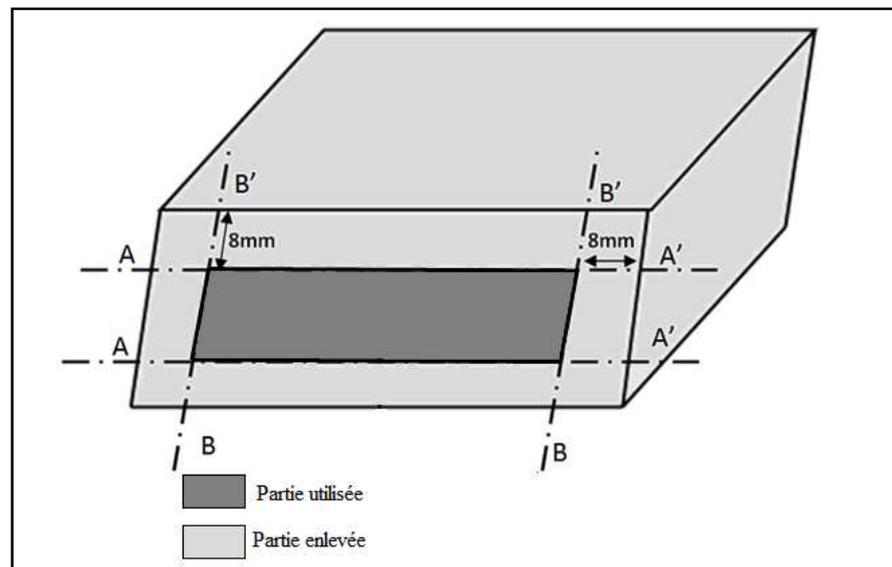


Figure III-2. Partie de la pièce utilisée.

Ensuite, nous avons découpé des échantillons de même volume à l'aide d'une micro-tronçonneuse de type MICRACUT 150 (figure III-3). Ces échantillons ont des dimensions comme indiqués dans la figure III-4. Ces dimensions relativement petites ont été choisies pour diminuer le temps de chauffage et refroidissement des échantillons.



Figure III-3. Micro-tronçonneuse MICRACUT 150 (ENP, laboratoire de métallurgie).

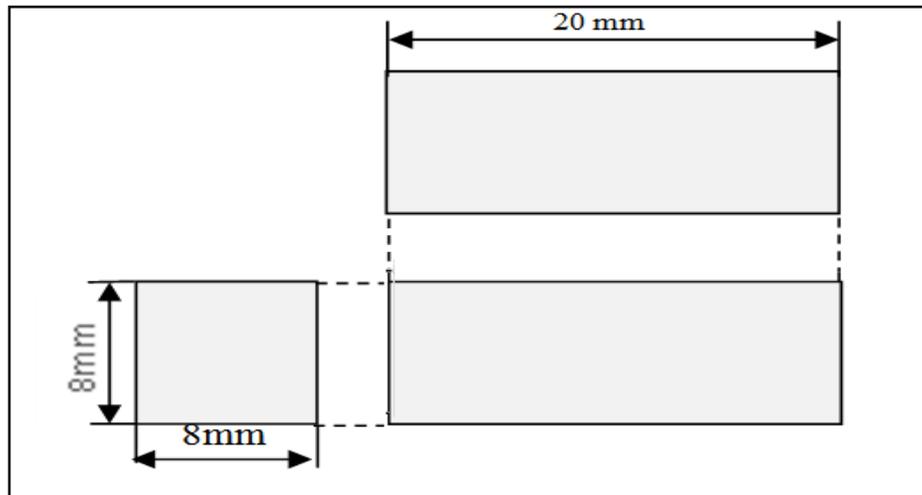


Figure III-4. Dimensions des échantillons de l'étude

III.2.2. Traitement de mise en solution

Le but de ce traitement est de dissoudre tous les précipités et les composés intermétalliques qui existent dans notre alliages. Alors à la fin de ce traitement on obtient une solution solide sursaturée α .

III.2.2.1. Température de mis en solution

Pour notre étude du vieillissement, le choix de la température de mise en solution est un critère très important. Des précautions doivent être prises pour éviter d'atteindre la température de brûlure à laquelle l'alliage commence à fondre localement et plus spécialement aux joints des grains. La figure III-5 donne l'exemple d'une structure micrographique d'alliages d'aluminium 2017 présentant le phénomène de brûlure.

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

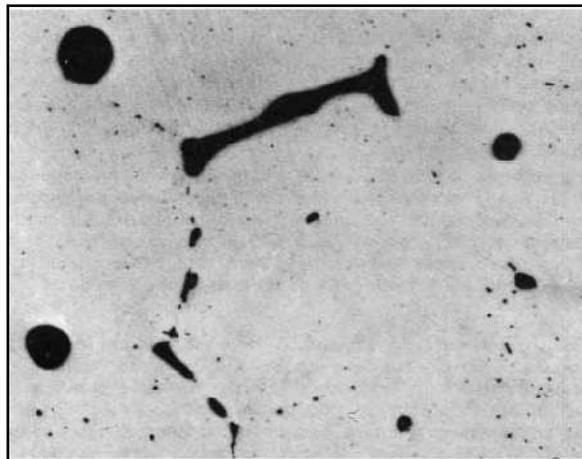


Figure III-5. Structure micrographique d'alliages d'aluminium 2017 (G340) présentant le phénomène de brûlure [20].

Les recherches sur les alliages Al-Zn-Mg (Cu) donnent généralement les températures optimales de mise en solution comprises entre 460°C à 490°C. Tenant compte de cette donnée, nous avons fixé la température de mise en solution à 480°C.

III.2.2.2 Temps de mise en solution

La durée de mise en solution doit être suffisante pour mettre en solution solide la plus grande quantité possible des précipités et des composés. Le choix de durée de mise en solution, dépend essentiellement de la nature et de l'épaisseur de l'échantillon.

Comme nos échantillons sont de faible taille, nous avons choisi une durée de mise en solution de 80 min à 480°C. Le traitement de mise en solution est effectué dans un four à résistance électrique de 1200°C, type Controlab (figure III-6).



Figure III-6. Four à résistance électrique Controlab, de 1200°C (ENP, laboratoire de métallurgie).

III.2.2.3 Trempe

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

Le temps de transition entre la mise en solution et la trempe doit être inférieur à une durée variant de 5 à 15 s dans le cas de tôles dont l'épaisseur varie de 0,4 à 2,3 mm [20]. La trempe a été faite dans un bain d'eau. Le traitement de mise en solution effectué pour notre étude est schématisé dans la figure III-7.

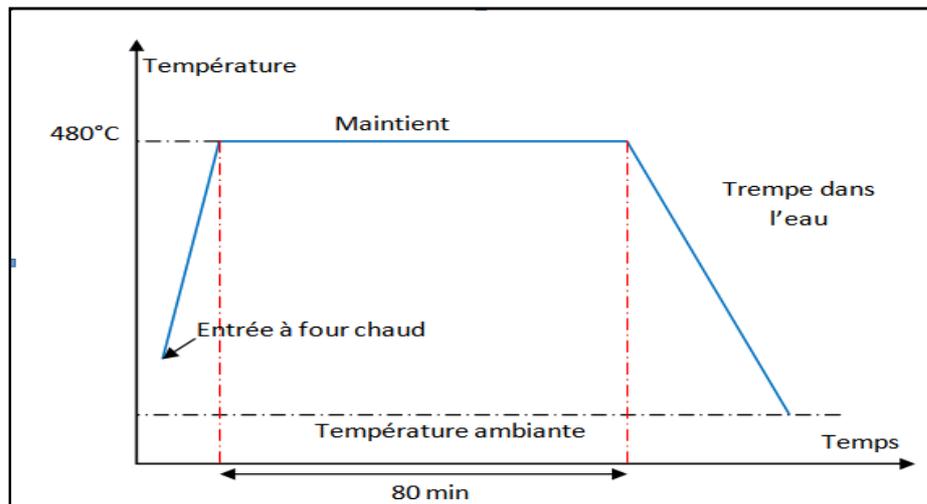


Figure III-7. Schématisation de traitement de mise en solution.

III.2.3. Traitements de revenu

Pour l'étude du vieillissement thermique, nous avons fait les traitements de revenu à des températures : 120°C, 160°C, et 200°C, et à la température ambiante pour la maturation. Les traitements de revenu sont effectués dans une étuve de 400°C, type Heraeus qui a une bonne précision à basse température (figure III-8). La durée de revenu a été fixée à 50 heures aux températures 120, 160 et 200°C, et à 60 jours à l'ambiante.



Figure III-8. Étuve à résistance électrique Heraeus de 400°C, (ENP, laboratoire de métallurgie).

III.3. Méthodes de caractérisation

III.3.1. Préparation métallographique

III.3.1.1. Enrobage

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

III.3.1.2 Polissages

L'observation microscopique nécessite une surface plane et bien polie de l'échantillon observé, pour notre travail nous avons utilisé le polissage mécanique, avec l'utilisation de l'eau comme lubrifiant, pour éviter le chauffage de la surface pour permettre aussi d'éliminer les débris causés par l'abrasion. Il y a deux types de polissage :

- **Un polissage grossier**, est considéré comme l'étape critique du processus de préparation d'un échantillon métallographique. Les papiers abrasifs de granulométries croissantes (400, 600, 1000 et 1200), sont utilisés, le polissage grossier s'effectue à l'aide une polisseuse comme montré dans la figure III-9. 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 taille de grain. A chaque fois que la granulométrie est changée, il faut effectuer une rotation de 90° pour éliminer les stries.



Figure III-9. Polisseuse mécanique type FORCIPOL, à vitesse maximum de 600 tr/min. (ENP, laboratoire de métallurgie).

- **Polissage de finition**, nous avons utilisé un feutre, avec de une pâte diamantée de granulométrie 3 μm , cette opération peut durer plus de 5 min pour obtenir une surface miroir sans stries. Le procédé est effectué dans une polisseuse de finition (figure III-10).



Figure III-10. Polisseuse de finition MECAPOL P300, (ENP, laboratoire de métallurgie).

III.3.1.3. Nettoyage ultrasonique

Cette étape pour nettoyer nos échantillons de tous les grains ou des déchets résiduels, pendant les étapes de polissage. L'opération est effectuée dans une nettoyeuse ultrasonique de type BANDELIN SONOREX (figure III-11).



Figure III-11. Nettoyeuse ultrasonique, BANDELIN SONOREX (ENP, laboratoire de métallurgie).

III.3.1.4. Attaque chimique

Le réactif utilisé pour l'observation microscopique de nos échantillons, est le réactif de Keller :

- acide nitrique (HNO_3)..... 2, 5 mL.
- acide chlorhydrique (HCl).....1,5 mL.
- acide fluorhydrique (HF) dilué à 40..... 1 mL.
- eau (H_2O).....95 mL.

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

III.3.2. Observation microscopique

Pour l'étude de la structure, nous avons utilisé un microscope optique de type OLYMPUS XB51M muni d'un logiciel d'analyse « Archimed » qui permet de lire, de traiter et de sauvegarder les images sur le micro-ordinateur (figure III-12).

L'avantage de ce microscope optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Il est relié à un micro-ordinateur pour le traitement de l'image.



Figure III-12. Microscope optique OLYMPUS XB51M, (ENP, laboratoire de métallurgie).

III.3.3. Microdureté

Dans un premier temps, le durcissement structural a été caractérisé à l'aide d'un microduromètre de marque BUEHLER Micromet (figure III-13). Cette technique permet de comparer facilement et rapidement les propriétés mécaniques de différents états métallurgiques (trempe et/ou revenu), en utilisant la dureté Vickers. Elle est donc particulièrement adaptée à notre étude et a permis de déterminer les cinétiques de précipitation durcissante de l'alliage étudié.

Pour effectuer ces mesures de dureté, les échantillons doivent être polis, La charge de 500g (maximum de l'appareillage) a été choisie pour maximiser les écarts de tailles d'empreintes, entre différents états. Le test s'effectue pendant une durée de 10 secondes.

La dureté Vickers est ensuite reliée à la moyenne des diagonales de l'empreinte d suivant la relation qui suit :

$$\text{dureté (Hv)} = \frac{189 \cdot F \cdot 10^3}{d^2}$$

Où F, la charge appliquée, est égal à 4.903 N (force correspondant à une masse de 500g) et d est le diamètre moyen de l'empreint en μm (figure III-14).



Figure III-13. microduromètre (Vickers).

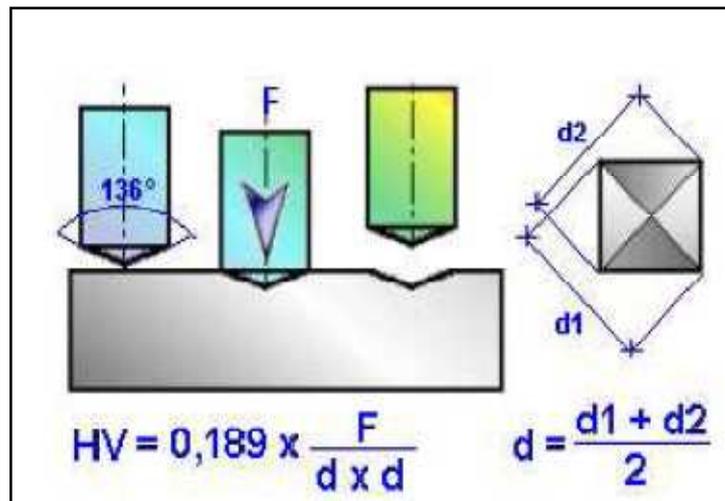


Figure III-14. Dimensions de l'empreinte Pyramidale et formules de calcul.

III.4. Étude de la cinétique de précipitation

Les méthodes telles que la microscopie électronique à transmission, conventionnelle (MET), ou à haute résolution (METHER), la diffraction des rayons X permettent une mesure directe de la fraction transformée tandis que d'autres méthodes basées sur des mesures de dureté permettent de quantifier indirectement la fraction transformée.

Dans la pratique, la cinétique de changement de phase est liée aux facteurs physiques appliqués au système tels que la température ou la pression. Souvent, le changement de phase est accompagné d'un changement des propriétés physiques mesurables comme la dureté.

Dans notre étude, nous avons mesuré la microdureté pour différents temps et différentes températures T (ambiante, 120°C , 160°C et 200°C).

Selon Merle, au cours de la précipitation, la dureté d'un alliage contenant une fraction transformée F est donnée par l'équation III-1 :

$$F = \frac{[Hv(t) - Hv(0)]}{[Hv_{max} - Hv(0)]} \quad (\text{III-2})$$

Où $Hv(t)$: Dureté de l'alliage, après un traitement thermique durant un temps t ,
 $Hv(0)$: Dureté de l'alliage trempé,
 et Hv_{max} , Dureté de l'alliage pour une précipitation maximale [22].

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

$$F(t) = 1 - \exp[(-kt)^n] \quad (\text{III} - 3)$$

K et n sont des constantes qui caractérisent respectivement la cinétique de la précipitation et la forme des précipités. L'allure de la fraction F en fonction du temps est présentée dans la figure III-15.

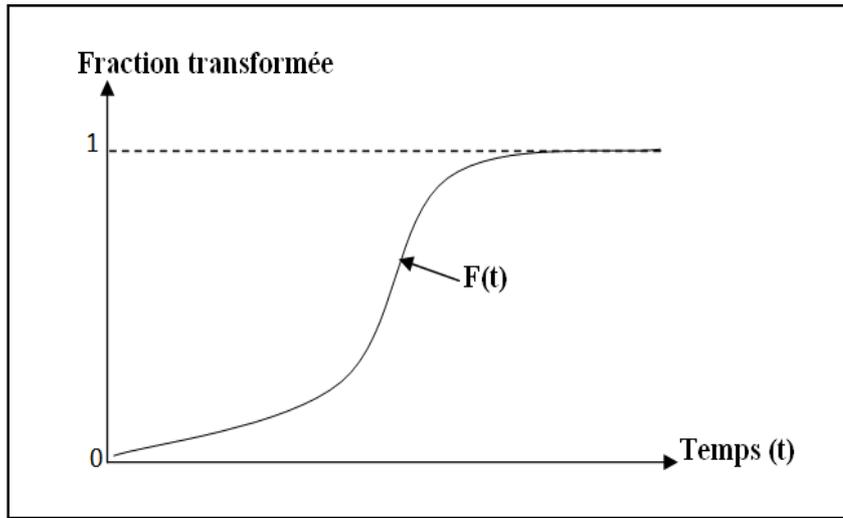


Figure III-15. L'allure de F en fonction du temps

Pour déterminer les constants n et k , nous avons tracé $\text{Ln Ln}(1/1-F)$ en fonctions de $\text{Ln } t$ (Figure III-16).

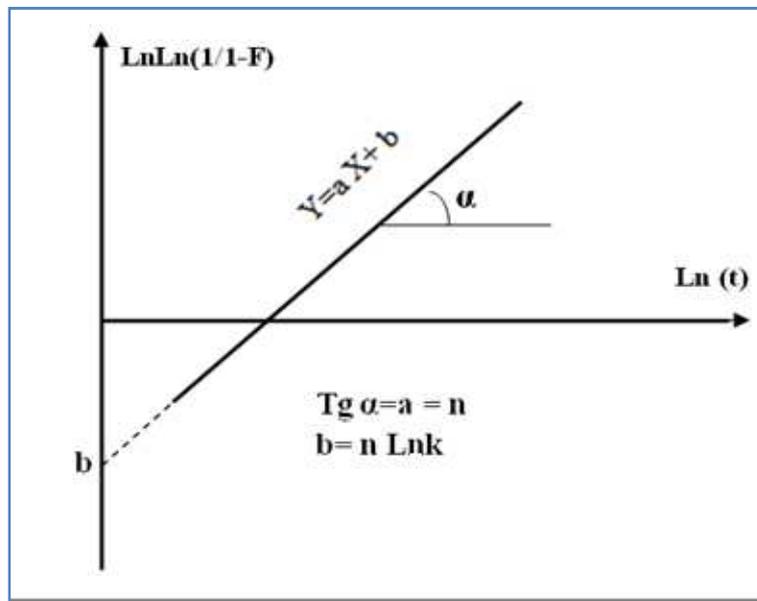


Figure III-16. L'allure de $\text{LnLn}(1/1-F)$ en fonction de $\text{Ln } t$

III.5. Utilisation de diagramme TTT de l'alliage 7075

Pour étudier la cinétique de la précipitation, on a utilisé le diagramme TTT de l'alliage 7075 qui a une composition chimique proche à celle de notre alliage (tableau I-6).

L'étude qualitative du diagramme TTT de l'alliage 7075 (figure III-17), nous permet d'avoir une idée sur les natures des phases qui peuvent existées pendant le maintien aux températures de revenu.

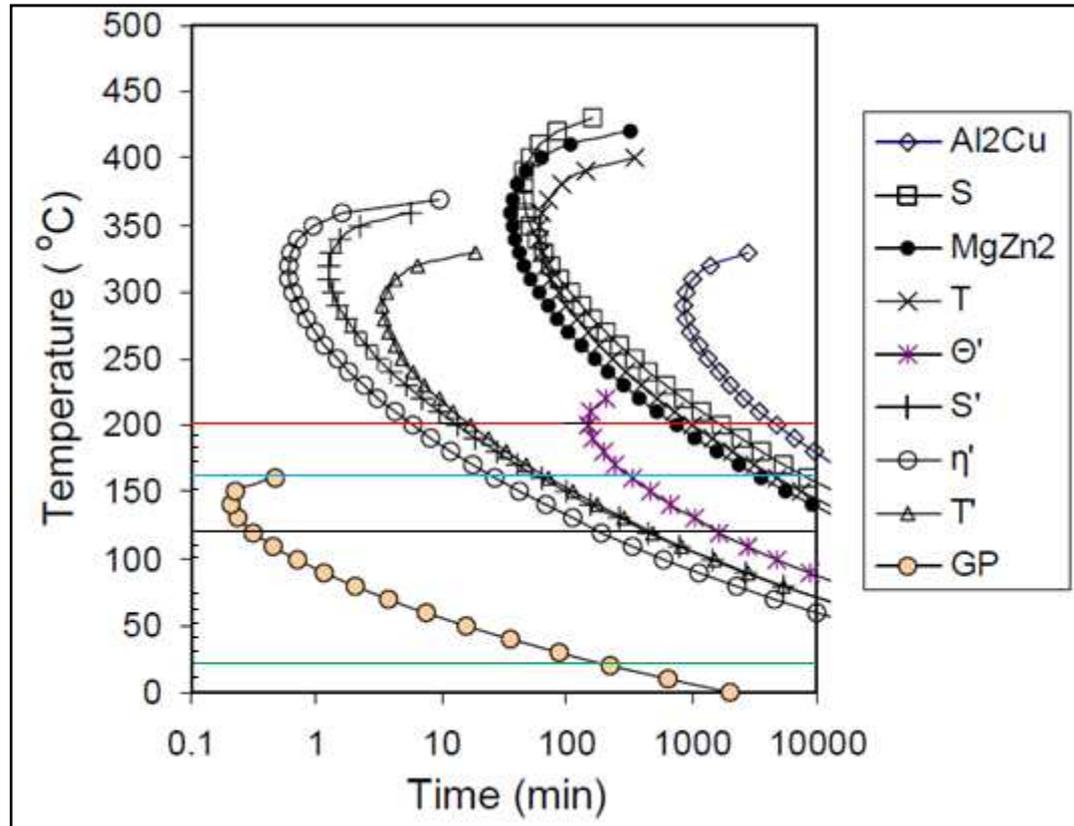


Figure III-17. Le diagramme TTT de 7075[25].

Dans ce diagramme on remarque, la diversité des phases métastables (GP, T', η'....), et leur domaine d'existence pendant des différents traitements.

Chapitre IV. Résultats et interprétations

IV.1 Observation microscopique

IV.1.1 Avant l'attaque

Après le polissage de finition, l'observation par microscope optique des échantillons trempés et non attaqués montre la présence, à la surface, de porosités et des arrachements originaires de processus de fabrication et des conditions de fonctionnement de la porte moule (Figure IV-1).

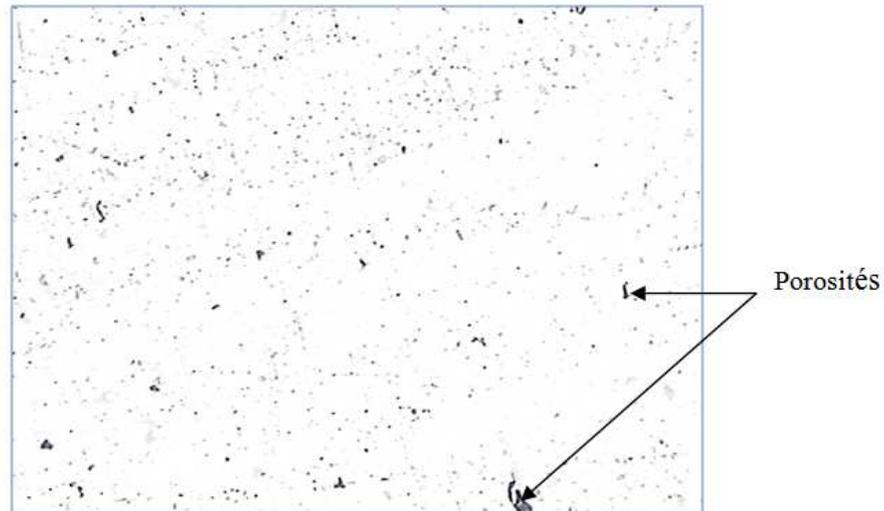


Figure IV-1. Structure de trempage avant l'attaque $G=200$.

IV.1.2 Après l'attaque

Pour la mise en évidence de la structure micrographique de notre alliage, nous avons utilisé plusieurs réactifs d'attaque, le seul résultat positif obtenu a été par le réactif de Keller. La structure trempée est constituée de la solution solide α sursaturée en zinc, magnésium et cuivre. On peut constater la forme allongée des grains provoquée par le laminage (Figure IV-2)

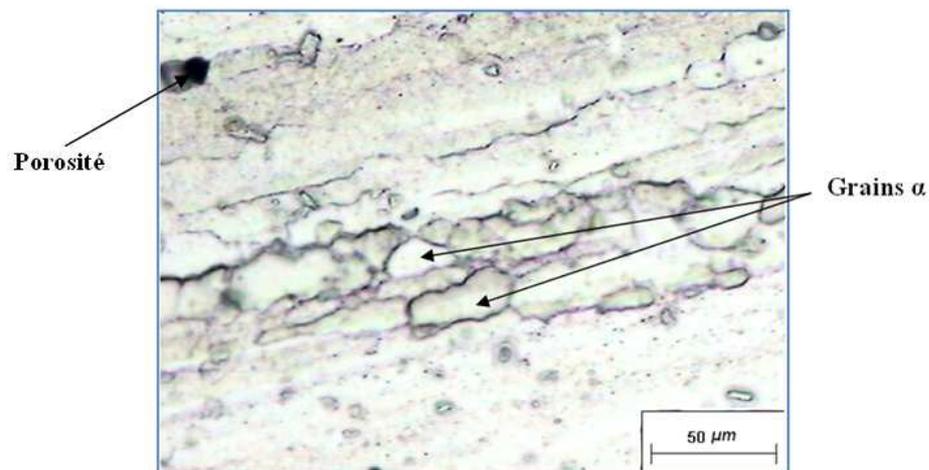


Figure IV-2. Structure trempée après mise en solution, $G=500$.

Les traitements de revenu n'ont pas un effet sur la forme des grains α . Par contre, la densité des porosités et des défauts semble diminuer avec la température. La précipitation des phases au cours du revenu ne peut pas être mise en évidence à cause de leur taille nanométrique (Figures IV-3, IV-4 et IV-5).

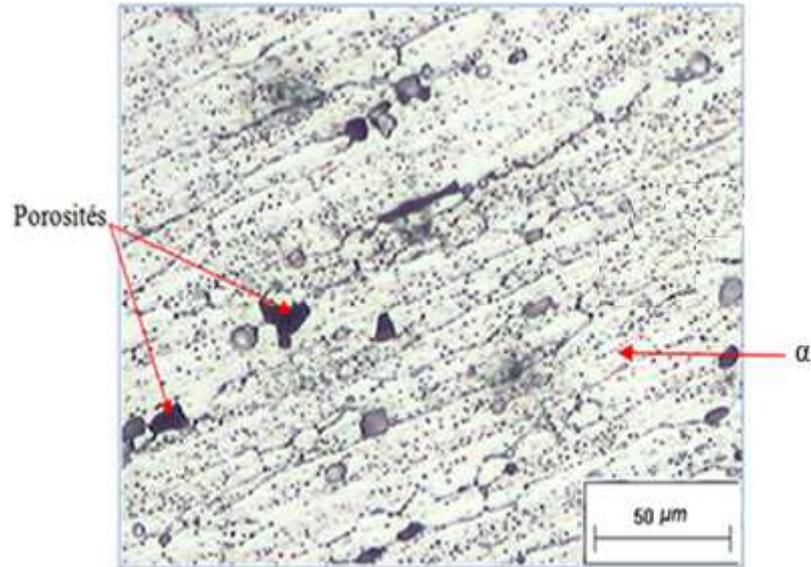


Figure IV-3. Structure revenue à 120°C pendant 50h, G=500.

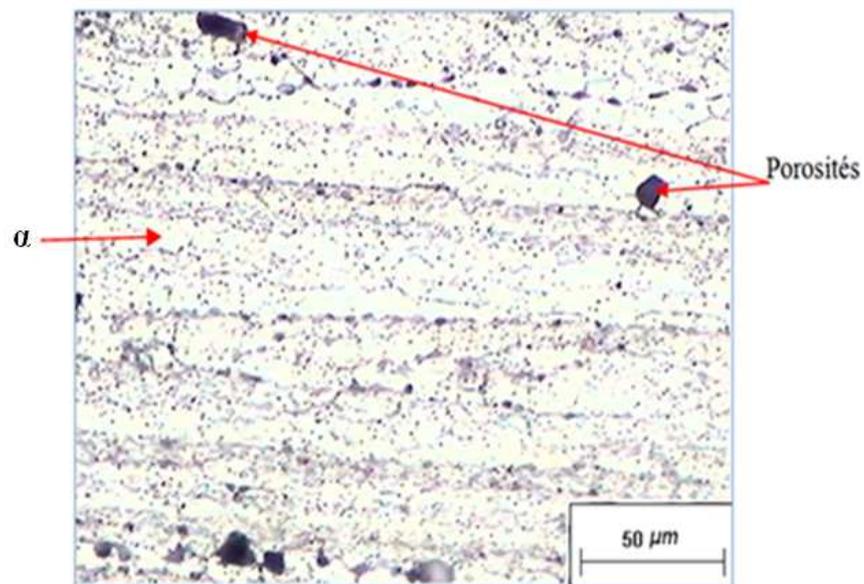


Figure IV-4. Structure revenue à 160°C pendant 30h, G=500.

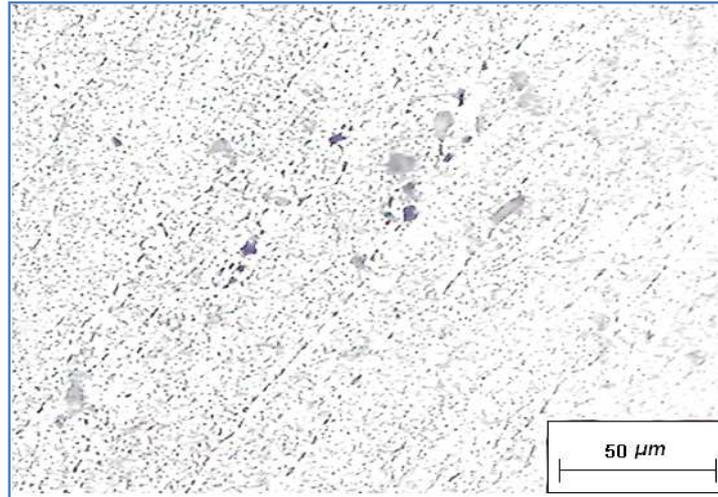


Figure IV-5. Structure revenue à 200°C pendant 50h, G=500.

Les structures granulaires obtenues dans les figures IV-2 et IV-3, montrent que notre alliage est un alliage de corroyage. Les points noirs ne sont pas des précipités, mais ils peuvent être des impuretés à l'origine de l'élaboration de la pièce.

II.2. Résultats de la microdureté

II.2.1 Maturation

La figure IV-6 montre que l'alliage après trempe subit un durcissement à 20°C, la dureté augmente pour atteindre une valeur maximale de 197,53 Hv après 55 jours.

Le taux de croissance de la dureté ($Hv_{\max} - Hv_0 / Hv_0$) est de 50% tel que Hv_0 est la dureté minimale mesurée est égale 132,2 Hv. La dureté maximale est atteinte après 55 jours. A partir de cette durée et jusqu'à 60 jours la dureté décroît Figure IV-6.

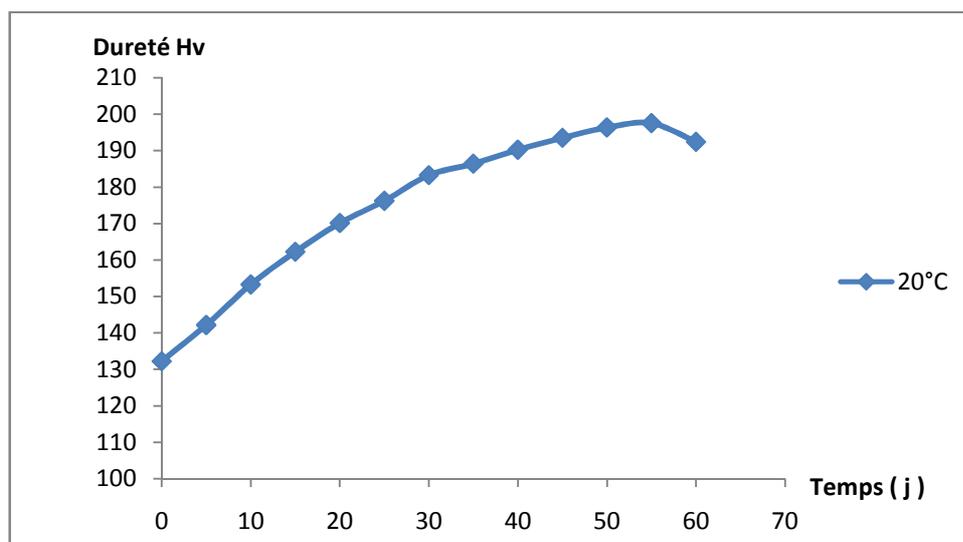


Figure IV-6. Durcissement au cours de la maturation.

Pour mettre en évidence le comportement de maturation à 20°C et, d'après l'étude de diagramme TTT de 7075, nous avons effectué une maturation de 1h à 10h, les résultats obtenus sont indiqués sur la figure IV-7.

D'après ces résultats, on constate que la dureté pour des temps inférieurs à 6h est constante, elle commence à augmenter à partir de 6h.

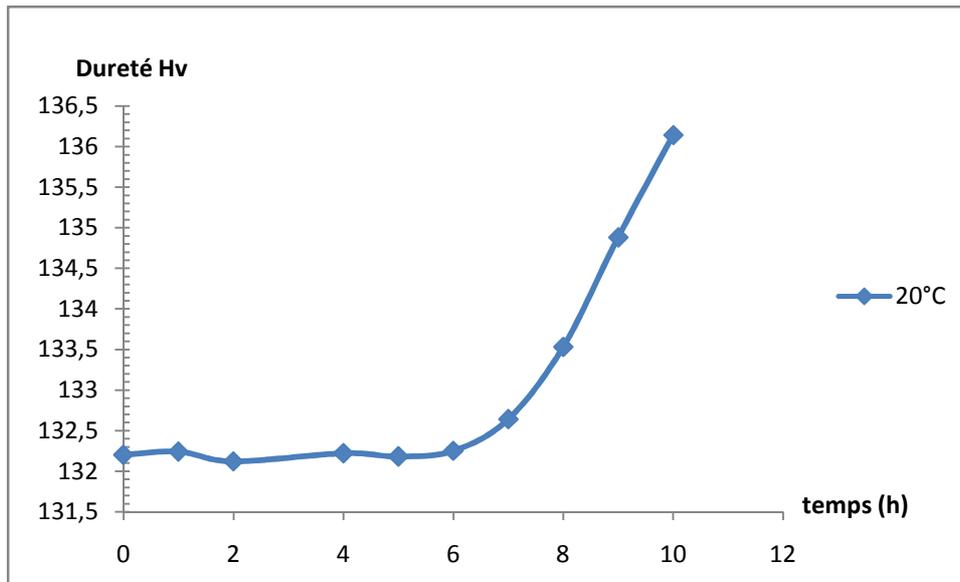


Figure IV-7. Durcissement au début de la maturation.

II.2.2 Vieillissement à 120°C

D'après la figure IV-8, on constate une augmentation de la dureté en fonction de temps de vieillissement, le taux de croissance de la dureté est 46% pendant 50 h.

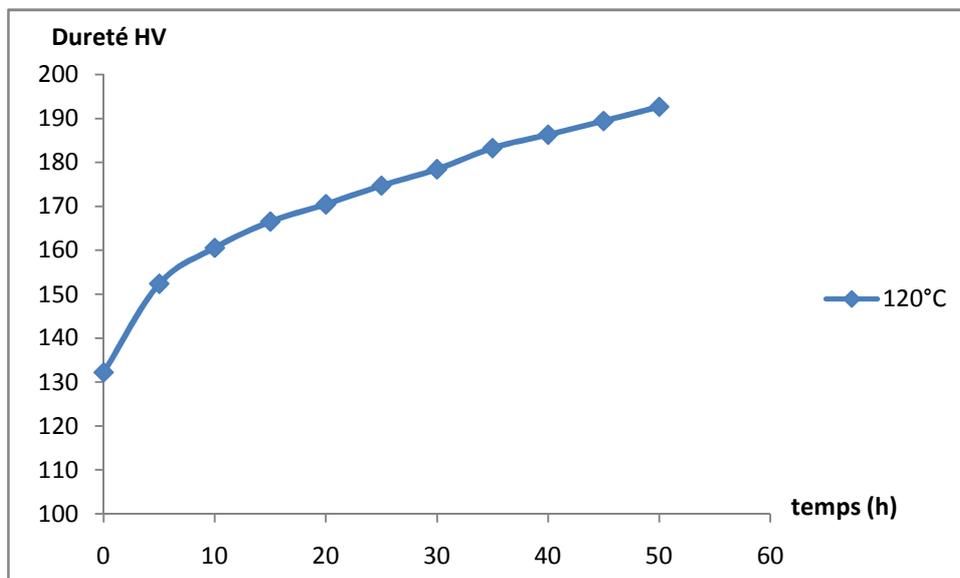


Figure IV-8. Durcissement pendant le vieillissement de 120°C.

On a fait d'autres traitements de vieillissement, mais cette fois pour des temps inférieurs à 10h, les résultats obtenus sont montrés dans la figure IV-9. Cette figure présente un durcissement au début des 04 premières heures, au-delà on observe une diminution de la dureté jusqu'à 8 h, puis la dureté accroît.

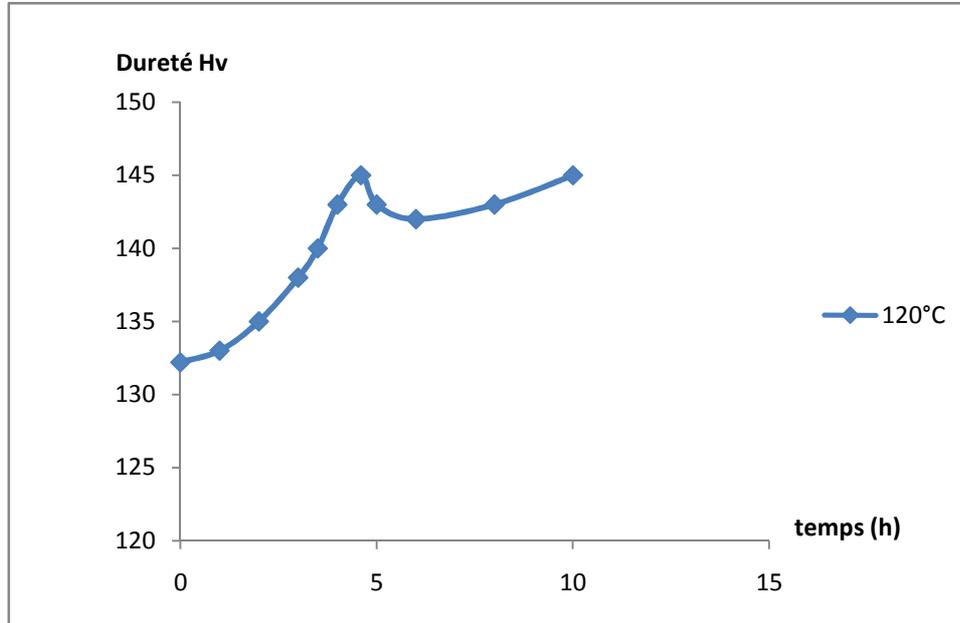


Figure IV-9. Durcissement au début du vieillissement à 120°C.

II.2.3 Vieillissement à 160°C

La courbe de durcissement à 160°C a la même allure que celle correspondante au revenu à 120°C. D'après la figure IV-11 on remarque une augmentation de la dureté jusqu'à 40 mn suivie d'une légère diminution et enfin une reprise de croissance à partir de 60mn.

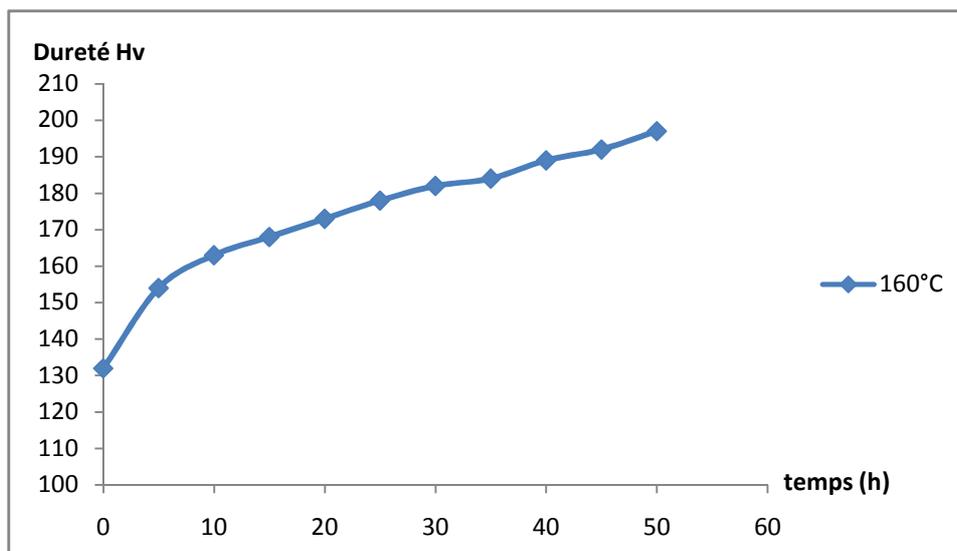


Figure IV-10. Durcissement pendant le vieillissement à 160°C.

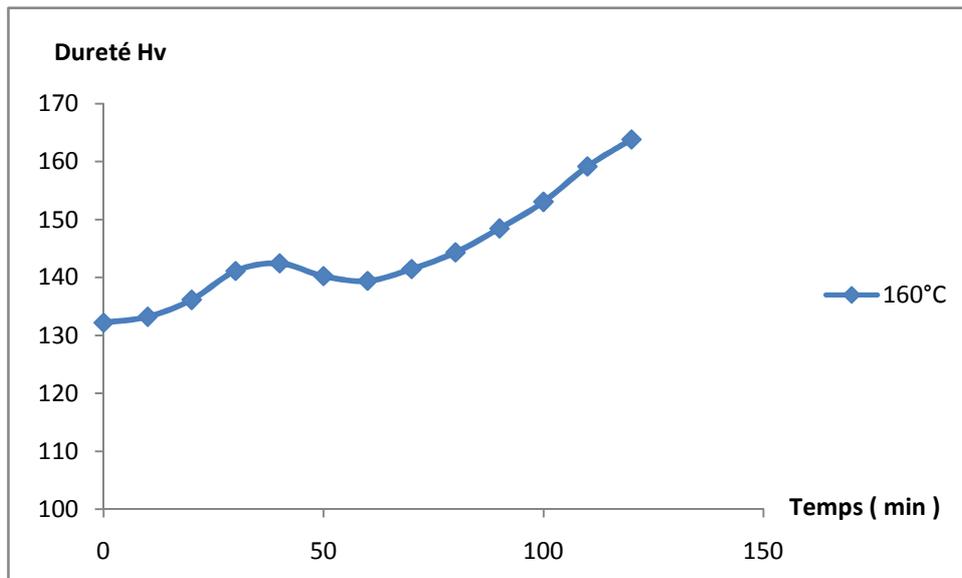


Figure IV-11. Durcissement au début du vieillissement à 160°C

II.2.4 Vieillissement à 200 °C

Au cours du maintien à 200°C, se produit un durcissement rapide jusqu' à une valeur de 170 Hv en quelques minutes. Pui un adoucissement progressif et régulier de la dureté (figure IV-12).

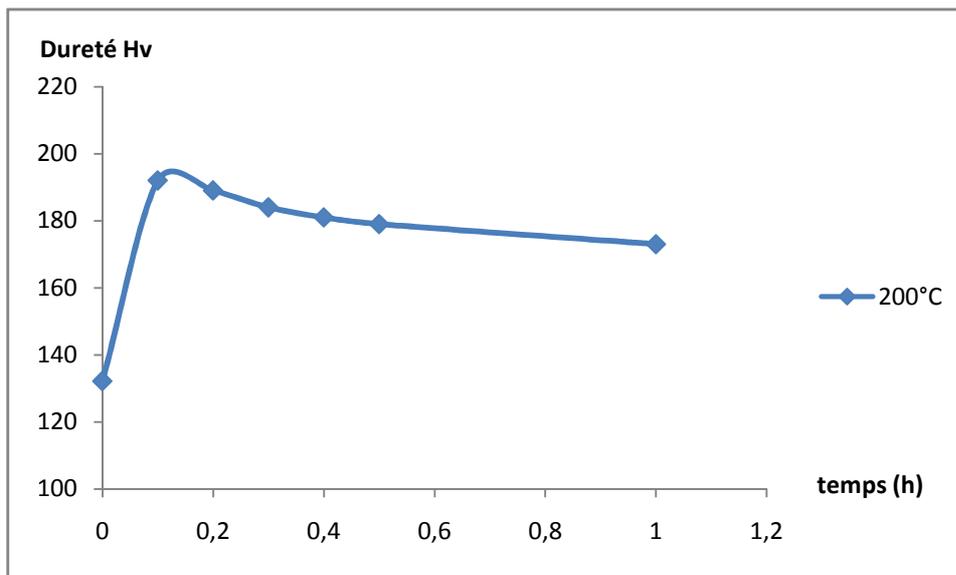


Figure IV-12. Durcissement pendant le vieillissement à 200°C.

IV.3. Cinétique de précipitation

Pour étudier la cinétique de précipitation, nous avons appliqué la relation de Merle qui nous permet de calculer la fraction transformée F, après nous avons calculé les paramètres de croissance n et k. Les résultats obtenus sont indiqués dans les figures IV-13 à IV-13.

IV.3.1 Maturation

a) Fraction transformée des zones GP

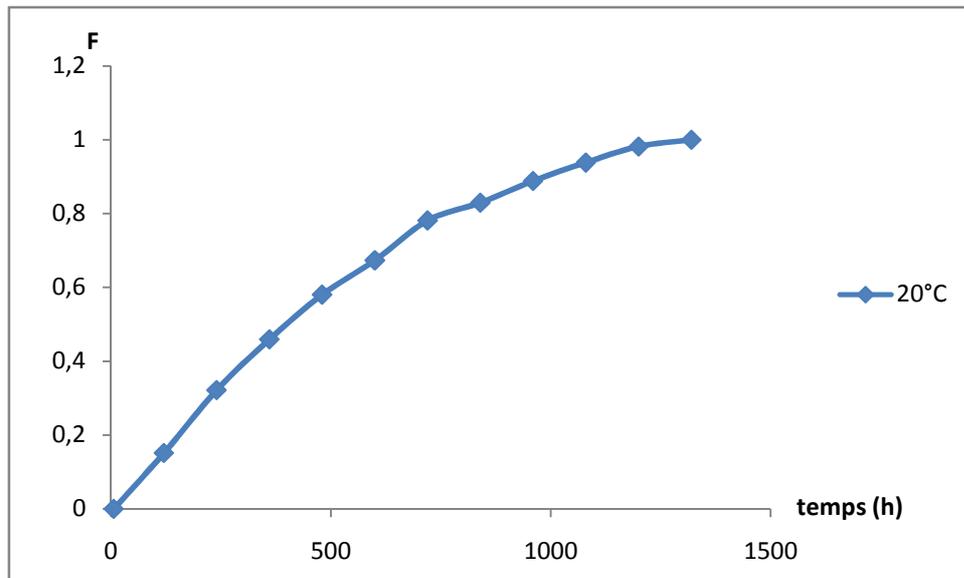


Figure IV-13. Fraction transformée pendant la maturation.

b) Paramètres de croissance n et k des zones GP

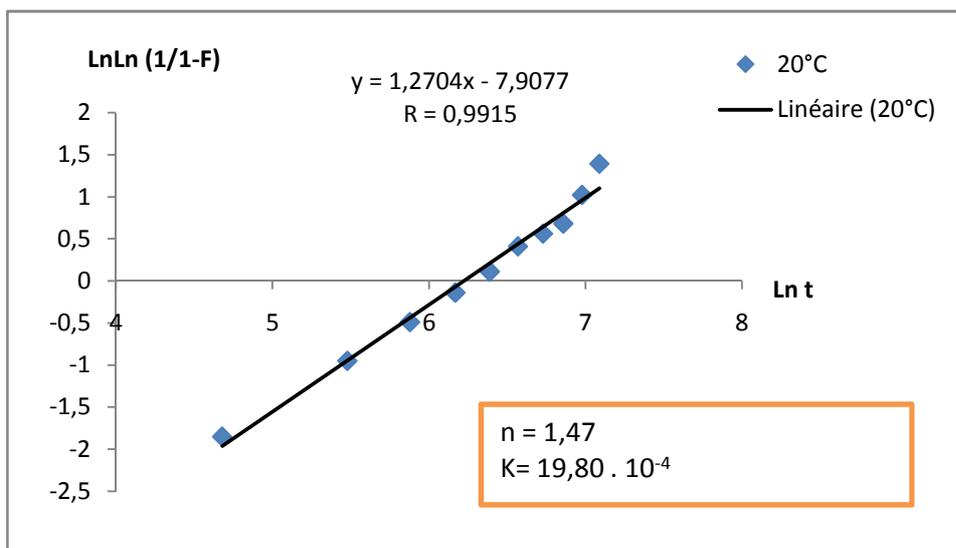


Figure IV-14. Détermination des paramètres n et k pendant la maturation.

IV.3.2 Vieillessement à 120°C

a) Fraction transformée des zones GP

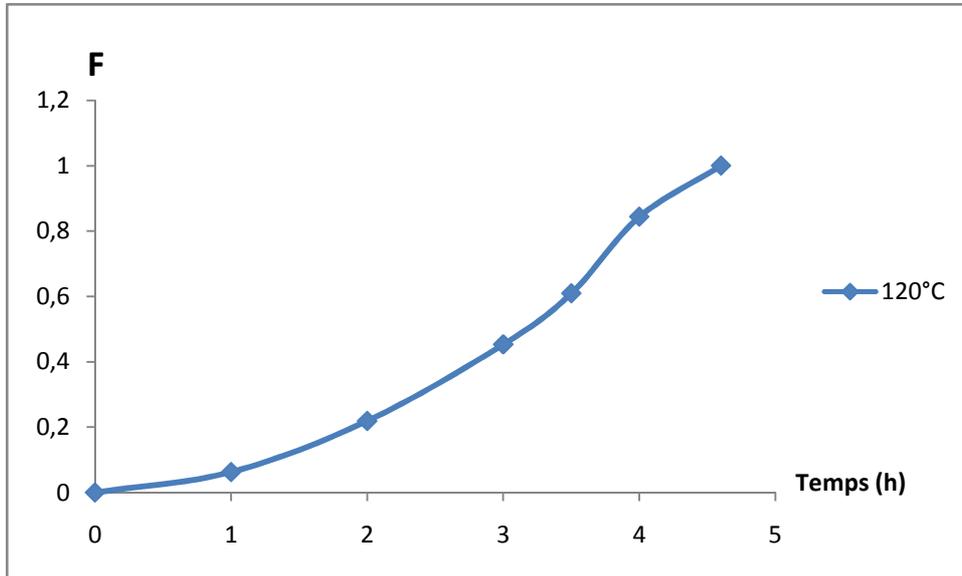


Figure IV-15. Fraction transformée (120°C).

b) Paramètres de croissance n et k des zones GP

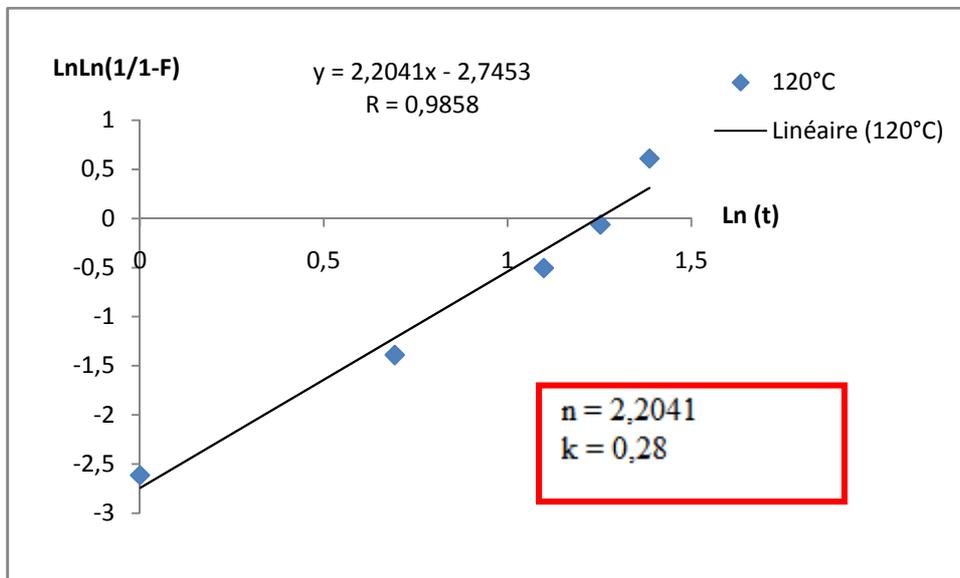


Figure IV-16. Détermination des paramètres n et k (120°C).

IV.3.3 Vieillessement à 160°C

a) Fraction transformée des zones GP

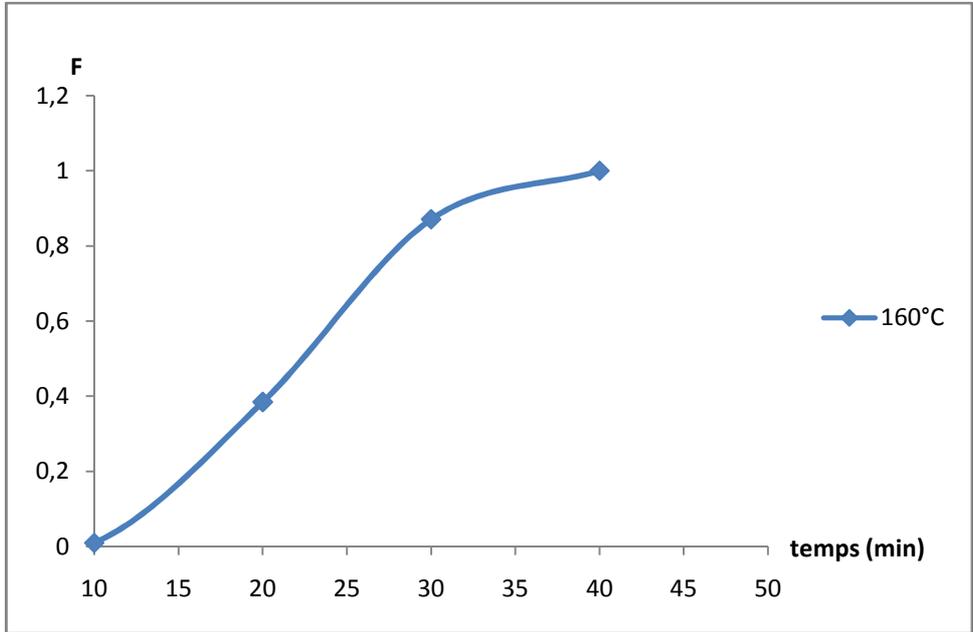


Figure IV-17. Fraction transformée (160°C).

b) Paramètres de croissance n et k des zones GP

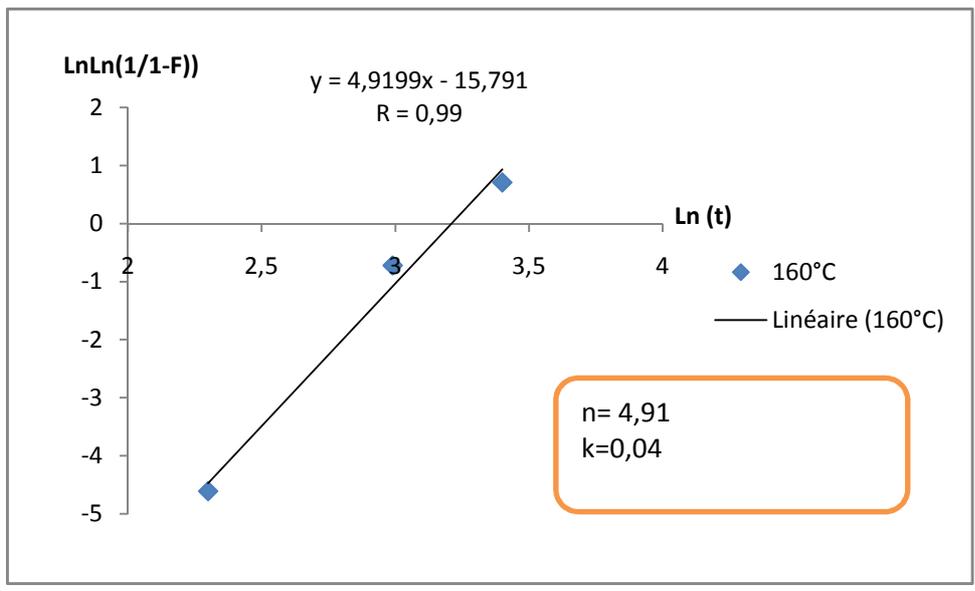


Figure IV-18. Détermination des paramètres n et k (160°C).

IV-4. Interprétation des résultats

IV-4-1. Evolution structurale

Pour les structures trempées, on observe des taches noires, qui ne sont pas des précipités pour les deux raisons :

- 1) Les précipités dans l'alliage 7022, ont des tailles à l'échelle nanométrique, qu'ils ne sont pas détectables par le microscope optique.
- 2) Les précipités ne peuvent pas exister à l'état trempé dans lequel la seule structure obtenue est la phase α sursaturée

Au cours des traitements de revenu 120°C, 160°C et 200°C, on remarque une diminution du taux de porosités qui est due au mécanisme de diffusion des atomes Al dans les pores.

IV-4-2. Durcissement par précipitation

Les mesures des duretés montrent que notre alliage subit un durcissement au cours des différents traitements de revenu 20°C, 120°C, 160°C, et 200°C.

L'étude qualitative de diagramme TTT de l'alliage 7075 nous permet de l'exploitation des résultats obtenus.

A 20°C l'augmentation de la dureté est expliquée par la précipitation des zones GP seulement qui commence après un temps d'incubation de 6 heures. La durée de la précipitation est 55 jours. Après cette durée la dureté décroît.

A 120°C le durcissement pendant la première étape (5 heures) est due à la précipitation des zones GP. Ensuite, une dissolution partielle des zones GP qui provoque une légère diminution de la dureté, après on a une précipitation des zones η' qui remplace les zones GP, cette transformation s'accompagne d'une augmentation de la dureté. Le durcissement par η' après 50h n'est pas terminé.

A 160°C même chose que 120°C, mais ici le durcissement par GP est pendant 30min.

A 200°C le durcissement est la conséquence de la précipitation des phases métastables, une fois la précipitation terminée se produit alors la coalescence qui provoque un adoucissement.

IV-4-3. Croissance des zones GP

a) Les courbes de croissance de F

Ces courbes donnant la fraction transformée F des zones GP en fonction de temps, qui est calculée à partir de la relation Merle. On remarque que plus la température de revenu augmente plus la cinétique de la réaction de précipitation augmente. Ceci est expliqué par l'augmentation de la cinétique de la réaction qui est gouvernée par le mécanisme de diffusion.

Les courbes de croissance ont la forme de S, pour les traitements de 120°C et 160°C, en accord avec la relation JMA.

Mais la courbe F(t) à la température 20°C n'a pas la forme S, car le mécanisme de diffusion est très faible (à 20 °C provoque seulement un réarrangement des atomes).

b) Les paramètres de croissance n et k

Les paramètres de croissance n et k sont obtenus à l'aide des diagrammes $\ln \ln(1/1-F)$ en fonction de $\ln t$.

n : indique la forme des précipités.

k : constante vitesse de la croissance.

À 20°C la valeur obtenue de n est de 1,47 qui correspond à la forme sphérique des zones G.P. Pour les traitements de revenu à 120 et 160°C, la valeur de n augmente qui signifie le changement de la forme des précipités. À 160 °C, la valeur de 4,91 n'a de sens que d'affirmer que les zones n'ont plus de forme définie.

Pour le constant de vitesse de la croissance k, les valeurs croissantes de ce paramètre montrent que la vitesse de la précipitation des zones GP croît avec l'augmentation des températures des traitements de revenu.

Conclusion générale

Conclusion générale

Les alliages Al-Zn-Mg-Cu se distinguent par leurs propriétés mécaniques remarquables, grâce la précipitation des phases durcissantes. Ces propriétés permettent l'utilisation de ces alliages dans des domaines diverses sous des conditions mécaniques et de corrosion sévères : industrie automobile, aéronautique, industrie mécanique, bâtiment, industrie militaire...

Cette précipitation peut être néfaste, dans certaines conditions de service (températures contraintes mécaniques) car elle provoque une chute de la résistance mécanique et une fragilité.

Le comportement des alliages Al-Zn-Mg-Cu en conditions de service doit être bien maîtrisé afin d'éviter des conséquences de dégradation et d'accident des composants et des structures industrielles.

Le but de l'étude de comportement des alliages 7022 au cours des traitements de vieillissement à des températures inférieures à 200°C et de montrer la précipitation des zones GP et de la phase η' .

Les résultats obtenus ont permis de mettre en évidence les précipitations des zones GP et de la phase η' grâce au durcissement engendré par les précipitations.

L'exploitation des courbes de dureté a permis de connaître l'évolution de la fraction des zones et de connaître les paramètres de la croissance de la précipitation des zones.

Perspective

Ce travail montre la complexité du phénomène : la nature et la taille nanométrique des différents précipités.

Il doit être affiné par l'utilisation des moyens de caractérisation directe comme le MET, le METHER et la diffraction X.

Il sera intéressant, d'étudier l'influence du vieillissement sur le comportement de cet alliage dans les conditions de corrosion et de la fatigue.

Enfin, réaliser des études sur les effets du vieillissement sur la soudabilité.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] C.Vargel. "Corrosion de l'aluminium".Dunod. Paris (1999).
- [2] <http://www.alcan-cmic.com/corporate/>
- [3] S.Bensaada, et D.Feliachi. "Technologie (Première Partie)".OPU. Alger (2007).
- [4] E.Luminița. **Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobile pour la fabrication de radiateur de chauffage** . Doctorat de L'université de PITESTI, (26 novembre 2005).
- [5] E.A.Brandes, et G.B.Brook."Smithells Light Metals Handbook".Reed Educational and Professional Publishing (1998).
- [6] R.Develay. "Données numériques sur les alliages d'aluminium de transformation" Technique de l'ingénieur, fac. M445, (Année 2005).
- [7] C.Vargel. "Le Comportement de l'aluminium et ses Alliages".Dunod Technique, Paris (1979).
- [8]K.BENYELLOUL." Application du Datamining pour la prédiction et l'optimisation d'un nouvel alliage d'Aluminium de la série 7xxx".Magister, L'université Abou-Bakr Belkaid De Tlemcen, (Mai 2005).
- [9] J.Barralis, et G.Maeder."Précis Métallurgie".Edition Nathan. Paris (2002).
- [10] H.DELEIRIS."Métaux et Alliages tome III ". Masson, Paris (1971).
- [13] R.DEVELAY." Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés". Technique de l'ingénieur, fac. M440, (Année 2005).
- [12] B.DUBOST, et P.SAINFORT." Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium". Technique de l'ingénieur, fac. M240, (Année 2005).
- [13] H. Kottcamp. "Alloy Phase Diagrams Volume 3 of the ASM Handbook".ASM International and the Handbook Committees (1992).
- [14] Pechney, Bamand, Pierre, Gadeau, et Ropert."Aluminium tome I : Production-propriétés-Alliages- Fabrication .«Eyrolles, Paris (1964).
- [15] J. PHILIPERT, A. VIGNE, Y. BRECHET, et P.COMBRADE. "Métallurgie du minerai au matériau".MASSON ET C^{le}. Paris (1971).
- [16] D.DUMONT." Relations Microstructure / Ténacité dans les alliages aéronautiques de la série 7000". Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble, (2 Avril 2001).

[17] **T.MARLAUD.** " **Microstructures de précipitation et mécanismes de corrosion feuilletante dans les alliages d'aluminium de la série 7000 à très hautes caractéristiques mécaniques**". Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (28 avril 2008).

[18] **M.NICOLAS.** " **Evolution de l'état de précipitation dans un alliage Al-Zn-Mg lors de traitements thermiques anisothermes et dans la zone affectée thermiquement de joints soudés**". Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (17 décembre 2002).

[19] **R.DEVELAY.** " **Traitements thermiques des alliages d'aluminium**". Technique de l'ingénieur, fac. M1290, (Année 2005).

[20] **M.COLOMBIE, et COLL.** " **Matériaux Industriels, Matériaux Métalliques**". DUNOD, Paris (2000).

[21] **A.RAHO.** " **Contribution à l'étude de la précipitation des la phase métastable δ' (Al_3Li) dans l'alliage Al-Li**". Doctorat d'université USTHB, Alger.

[22] **Pr M. BOUABDALLAH.** " **Microstructure et propriétés aux interfaces métallique**". Cours-magister, Département métallurgie, ENP.

[23] **[http:// www.aluminum.org](http://www.aluminum.org)** (International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys).

[24] **Cahier de charge de Coca Cola.**

[25] **N. Saunders.** **Thermotech Ltd., Surrey Technology Centre, The Surrey Research Park Guildford, Surrey GU2 7YG, U.K.** " **The Modelling of Stable and Metastable Phase Formation in Multi-Component Al-Alloys**". 9^{ème} Conférence internationale sur les alliages d'aluminium, Brisbane, en Australie, 2 au 5 août 2004.

Annexes

Etat métallurgique des alliages d'aluminium

1. Etat fondamentaux

On peut obtenir des alliages d'aluminium en divers états, recuits, écrouis ou trempés et vieillis, on désigne le plus souvent ces différents états par des symboles indiqués dans la norme européenne **EN 515**, qui présente cinq états métallurgiques normalisés, et classé par une lettre comme suit :

Lettre	Etat
F	Etat brut de transformation (fabrication)
O	Etat recuit et recristallisé
W	Mis en solution, trempé (état instable évoluant par maturation)
H	Etat écroui ; cet état ne s'applique qu'aux alliages à durcissement par écrouissage)
T	Traitement thermique (état durci par trempé et vieillissement) ne s'applique qu'aux alliages à durcissement par traitement thermique.

2. Subdivision des états fondamentaux

a) Subdivision de l'état H :

Signification du premier chiffre :

H1 : état durci par déformation jusqu'au niveau voulu de caractéristiques mécaniques.

H2 : état durci par déformation et partiellement adouci : s'applique aux produits durcis par écrouissage.

H3 : état durci par déformation et stabilisé : s'applique aux alliages, qui, après avoir été durci par écrouissage sont susceptibles à évoluer à la température ordinaire ou à la température d'emploi (cas des alliages Al-Mg de la série 5000)

Signification du deuxième chiffre : le deuxième chiffre correspond à la nuance de dureté et précise le niveau de résistance minimale à atteindre :

2 : nuance quart-dure (état H12, H22, H32)

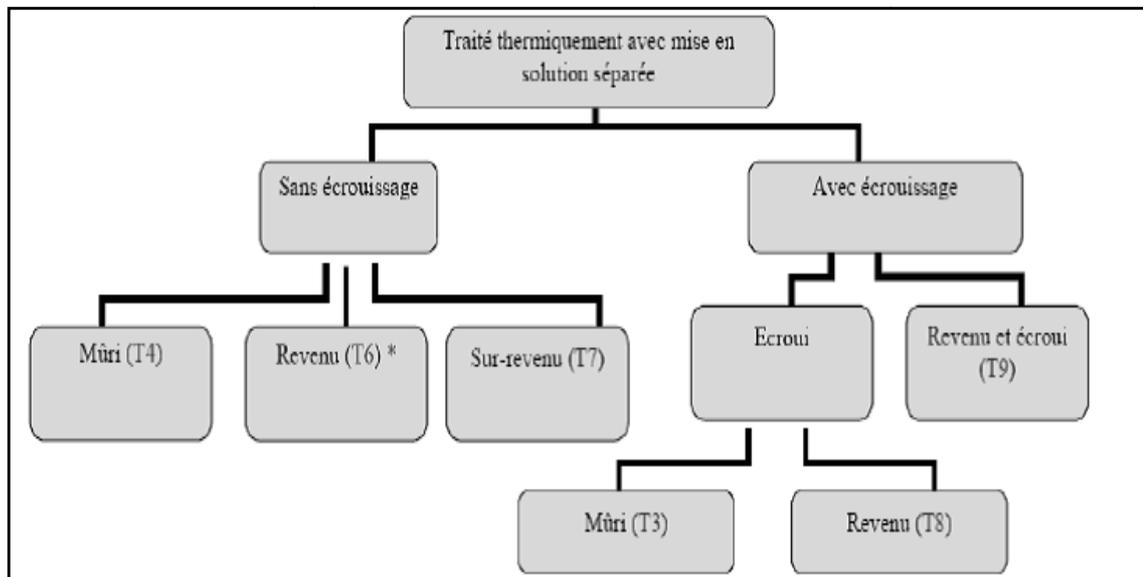
4 : nuance demi-dure (état H14, H24, H34)

6 : nuance trois quarts dure (état H16, H26, H36)

8 : nuance dure (H18, H28, H38)

9 : nuance extra dure (état H19, H29, H39)

b) Subdivision de l'état T Le symbole T est toujours suivi de un ou plusieurs chiffres.



c) Signification des états T

T1	Refroidi après transformation à chaud et mûri
T2	Refroidi après transformation à chaud, écroui et mûri
T3	Mis en solution, écroui et mûri
T4	Mis en solution et mûri
T5	Refroidi après transformation à chaud puis revenu
T6	Mis en solution puis revenu
T7	Mis en solution puis sur-revenu
T8	Mis en solution, écroui puis revenu
T9	Mis en solution, revenu puis écroui
T10	Ecroui après refroidissement et transformation à chaud et mûri

d) La désignation symbolique des alliages d'aluminium corroyés

La norme française NF EN 573 définit les règles de désignation des produits destinés à être transformés par carroyage, la désignation des alliages d'aluminium comprend un nombre de 4 chiffres et une lettre dont la définition est donnée ci après :

