

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche

Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Centre de recherche nucléaire de Draria

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des
matériaux

Thème :

Cinétique de précipitation dans les alliages A6061 avec Zr

Réalisé par : M^{elle} LAYADI ILHAM

Présenté et soutenu publiquement le (12/07/2021)

Composition du Jury :

Président	Mr K. ABADLI	MAA	ENP
Examineur	Mr M.A DJEGHLAL	Pr	ENP
Examineur	Mr A. KASSER	MCA	ENP
Rapporteur	Mr M. BOUABDALLAH	Pr	ENP
Co-rapporteur	M ^{me} A. SAHLI	Chercheur	CRND

ENP 2021



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche

Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Centre de recherche nucléaire de Draria

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des
matériaux

Thème :

Cinétique de précipitation dans les alliages A6061 avec Zr

Réalisé par : M^{elle} LAYADI ILHAM

Présenté et soutenu publiquement le (12/07/2021)

Composition du Jury :

Président	Mr K. ABADLI	MAA	ENP
Examineur	Mr M.A DJEGHLAL	Pr	ENP
Examineur	Mr A. KASSER	MCA	ENP
Rapporteur	Mr M. BOUABDALLAH	Pr	ENP
Co-rapporteur	M ^{me} A. SAHLI	Chercheur	CRND

ENP 2021



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique



ملخص

هذه الدراسة تهدف إلى ايجاد علاقة بين البنية المجهرية والسلوك العياني للألومنيوم تحت تأثير المعالجة الحرارية و تأثير اضافة نسب بين 0.05 و 0.1 % من الزركونيوم.

الألومنيوم المختار في هذه الدراسة هو A6061 من اجل تطبيقاته في مجالات البحث النووية نوعان من الرواسب المعدنية قد وجدت وهي المسؤولة في التحكم بالبنية المجهرية و الخصائص الميكانيكية.

كلمات مفتاحية :

الألومنيوم A 6061 ،الرواسب المعدنية، البنية المجهرية ،السلوك العياني، الزركونيوم

Abstract

Our work aims to establish relationships between the microstructure and the macroscopic properties of aluminium under the effect of heat treatments and the addition of 0.05 and 0.1% of zirconium.

In this work, the A6061 alloy was chosen for its applications in the fields of nuclear research. Generally two types of intermetallic particles are found as the main precipitates which control the microstructure and mechanical properties.

Key words:

Aluminium A6061, precipitates, microstructure, macroscopic behaviour, zirconium.

Résumé

Notre travail a pour objectif d'établir des relations entre la microstructure et les propriétés macroscopiques de l'aluminium sous l'effet des traitements thermique et l'ajout de 0.05 et 0.1 % du zirconium.

Dans ce travail, l'alliage A6061 a été choisi pour ses applications dans les domaines de la recherche nucléaire. Généralement deux types de particules intermétalliques sont trouvés en tant que précipités principaux qui contrôlent la microstructure et les propriétés mécaniques.

Mots clés:

Aluminium A6061, précipités, microstructure, comportement macroscopique, zirconium.

Remerciements

Je remercie tout d'abord le grand puissant dieu qui m'a éclairé le chemin pour réaliser ce modeste travail.

Mes plus vifs remerciements s'adressent tout particulièrement Madame A. SAHLI chercheur confirmé au centre de recherche nucléaire de Draria (CRND) qui m'a accueilli dans son laboratoire et codirige ce travail. Je lui exprime toute ma gratitude pour m'avoir initiée à la recherche et fait partager ses connaissances, ses conseils et son enthousiasme je la remercie surtout pour sa patience.

Mes remerciements s'adressent à Monsieur Mr. M. BOUABDALLAH, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique au département de génie des matériaux qui a encadré ce travail

J'adresse aussi mes vifs remerciements à Monsieur K. ABADLI, pour l'honneur qu'il m'a fait en acceptant de présider le jury. Egalement je suis très honorée que Monsieur M.A DJEGHLAL et Monsieur A. KASSER aient accepté de participer au jury.

Je tiens aussi à remercier toutes les personnes sympathiques du centre de recherche nucléaire de Draria que j'ai pu rencontrer au cours de ce projet et spécialement Madame S. Kaci. Je voudrais également remercier Monsieur W. Belkacem, Monsieur M. Green et Monsieur M. Sadouki.

Enfin je remercie toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction Générale.....	11

CHAPITRE I : L'Aluminium et ses Alliages.

I.1 Introduction.....	13
I.2 Les constitution des alliages d'aluminium.....	13
I.2.1 Les éléments d'alliages	13
I.2.2 Les éléments d'addition	13
I.2.3 Les impuretés	13
I.3 Les familles d'alliages d'aluminium.....	13
I.3.1 Les alliages de corroyage	14
I.3.1.1 Les alliages sans durcissement structural	14
I.3.1.2 Les alliages avec durcissement structural.....	15
I.3.1. Les alliages de moulage	15
I.4. Les alliages d'aluminium de la série 6xxx (Al-Mg-Si)	15
I.4.1 Le comportement mécanique des 6000	16
I.4.2 L'influence des neutrons sur les alliages de la séries 6000	17
I.5 L'utilisation des alliages d'aluminium dans le nucléaire.....	17
I.5 Conclusion	18

CHAPITRE II : Durcissement Structural

II.1 Introduction	20
II.2 Principe du durcissement par précipitation.....	20
II.2.1. Mise en solution	21
II.2.2 Trempe	21
II.2.3 Maturation	22
II.3 Précipitation dans les système AlMgSi	22
Influence de l'excès en Si	22
Influence du Cu.....	23

II.3.1 Phases cristallographiques	23
II.3.1.1 Précipités micrométriques	23
II.3.1.1.1 Les intermétalliques au fer (AlFeSi)	23
II.3.1.1.2 Les précipités Mg ₂ Si grossiers	23
II.3.1.2 Précipités nanométriques	24
II.3.1.2.1 Les dispersoïdes au chrome et au manganèse	24
II.3.1.2.2 Les précipités durcissants	24
II. 4 Explication du durcissement.....	27
II.5 Évolution des caractéristiques mécaniques	28
II.6 Conclusion	29

CHAPITRE III : Techniques Expérimentales

III.1 Introduction	31
III.2 E'laboration d'alliage.....	31
III.3 Analyse chimique.....	32
III.4 Traitements thermiques	33
III.5 Caractérisation structurale.....	34
III.5.1 Nettoyage et identification.....	34
III.5.2 Préparation métallographique.....	35
III.5.2.1 Polissage des échantillons.....	35
III.5.2.2 L'attaque chimique	35
III.5.3 Observation par Microscopie Optique (M.O).....	35
III.5.3.1 Mesure de la taille du grain	36
III.5.4 Observation par Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B.....	37
III. 5.5 Diffraction des rayons X.....	37
III.6 Caractérisation mécanique	38
III.6.1 Essais de microdureté	38
III.6.2 Essais de traction	39
III.6.3 Essais de résilience	41
III.7 Conclusion.....	42

Chapitre IV : Résultats et Discussions

IV.1 Introduction.....	44
IV.2 L'alliage A6061 de pureté nucléaire.....	44
IV.2.1 Caractérisation métallographique.....	44

IV.2.1.1 Etat recuit.....	44
IV.2.1 .2.Etat de maturation (T4).....	44
IV.2.1.2. Etat de revenu (T6)	45
IV.2.1 Caractérisation mécanique.....	47
IV.3 L'alliage A6061 avec l'addition du zirconium (Zr)	48
IV.3.1 Caractérisation Structurale par MO et MEB	48
IV.3.2 Caractérisation Structurale par DRX.....	49
IV.3.3 Caractérisation mécanique	53
IV.3.3.1 Essai de microdureté.....	53
IV.3.3.2 Essai de traction.....	53
IV.3.3 Facies de rupture	56
IV.3.4 Essai de résilience	57
IV.4 Conclusion	56
Conclusion générale.....	58
Références Bibliographique	62
Annexes.....	64

Liste des tableaux

Tableau I.1	Familles d'alliages d'aluminium	14
Tableau I.2	Familles d'alliage d'aluminium durcissement par écouissage	14
Tableau I.3	Familles d'alliage d'aluminium Durcissement structural	15
Tableau III.1	Composition chimique de l'alliage	33
Tableau III.2	Composition de l'attaque Keller	35
Tableau IV.1	EDS de l'intermétallique au Fer, Mg ₂ Si grossier, et I ₃ Zr	51
Tableau IV.2	Grandeurs relatives à l'essai de résilience	57

Liste des figures

Figure II.1	Schémas représente les traitements thermiques de durcissement structural appliqué aux alliages AlMgSi	20
Figure II.2	Diagramme de phase du système pseudo-binaire Al-Mg ₂ Si	22
Figure II.3	Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β" par Andersen et al	25
Figure II.4	Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si	25
Figure II.5	Morphologie des phases α-Al + β- AlFeSi + Mg ₂ Si + Si	26
Figure II.6	Evolution de la dureté des alliages d'aluminium de la série 6000 avec la morphologie des précipités durcissants en fonction du temps de revenu	26
Figure II.7	Schémas des interactions entre dislocations et précipités	27
Figure II.8	Variations de l'effort nécessaire pour déplacer des dislocations en présence de précipités de diamètre moyen dm	28
Figure II.9	Courbes de revenu du 6061 pour Rm et Rp0,2 et allongement après rupture	29
Figure III.1	four de fusion à induction LEYBOLD-ISO1 et l'intérieur de l'enceinte du four	32
Figure III.2	Four à moufle pour les traitements thermiques	33
Figure III.3	découpage et identifiés par un poinçonnage des échantillons	34
Figure III.4	Microscope Optique	36
Figure III.5	Procédure de calcul de la taille moyenne des grains	37
Figure III.6	microscope électronique à balayage	37
Figure III.7	diffractomètre de marque BRUCKER Model D8 DISCOVER	38
Figure III.8	Mesure de la microdureté Vickers : (a) Principe de mesure de l'empreinte, (b) Dispositif de mesure de la microdureté Vickers	39
Figure III.9	Machine d'électroérosion par fil	40
Figure III.10	Machine de traction	40
Figure III.11	Eprouvettes plates	41
Figure III.12	Mouton-pendule	41
Figure III.13	Eprouvettes réalisées	41
Figure IV.1	Microstructure de l'aluminium 6061 à l'état O	44
Figure IV.2	Microstructure d'un échantillon T4	45
Figure IV. 3	Micrographies de l'état de revenu de l'alliage A6061 pendant un temps de maintien égal à : a) 4h, b) 5h, c) 6h et d) 7h	46
Figure IV.4	Évolution de la taille moyenne des grains en fonction des états métallurgiques du l'alliage A6061.	47
Figure IV.5	Variation de la microdureté A6061 industriel en fonction de temps	48

	de maintien	
Figure IV. 6	Micrographies de l'état brut de l'alliage A6061: a) sans ajout du Zr, b) avec ajout de 0.05%Zr, c) avec ajout de 0.1%Zr	49
Figure IV.7	Micrographie MEB de l'alliage a) sans Zr, b) avec 0.1%Zr et c) avec 0.05%Zr	50
Figure IV.8	Diffractogramme des rayons X pour l'alliage A6061	51
Figure IV.9	Diffractogramme des rayons X pour l'alliage A6061+0.05%Zr	52
Figure IV.10	Diffractogramme des rayons X pour l'alliage A6061+0.1%Zr	52
Figure IV.11	Variation de la micro dureté des alliages élaborées A6061	53
Figure IV.12	Courbe de traction pour les alliages A6061, A6061+0.05%Zr et A6061+0.1%Zr	54
Figure IV.13	Eprouvettes de traction après l'essai	54
Figure IV.14	Variation de la résistance à la traction R_m , la limite élastique R_e et l'allongement $A\%$ en fonction du pourcentage du zirconium ajouté	55
Figure IV.15	Faciès de rupture des essais de traction des alliages a) A6061, b) A6061+0.05%Zr et c) A6061+0.1%Zr	56
Figure IV.16	Eprouvettes de résilience après l'essai	57

Introduction Générale

Introduction générale

Les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminées en grande partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constituent. Aujourd'hui maîtriser les microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques appropriés, qui sont fondés sur les possibilités de transformations structurales. A cet égard les métallurgistes se sont posé deux questions importantes :

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

Les alliages Al-Mg-Si de la série 6000 sont des alliages à durcissement structural dont la microstructure est contrôlée par des traitements thermiques et thermomécaniques qui permettent de conférer à ces alliages toute une variété de microstructures. La décomposition de la solution solide sursaturée obtenue au cours d'un chauffage continu depuis la température ambiante jusqu'à une température voisine de 530°C, ou lors d'un chauffage isotherme à une température appropriée se fait suivant la séquence de précipitation suivante :

SSS → amas individuels de Mg et de Si → Co-amas (Mg,Si) → Zones GP → β'' → β' → β

Les phases β'' et β' sont des phases métastables tandis que la phase β représente la phase d'équilibre de formule Mg_2Si . La phase β'' confère à l'alliage son durcissement optimal. Cette séquence de précipitation peut être accélérée ou modifier par des ajouts comme le vanadium, le zirconium et autre élément de transition

Dans ce travail, nous nous proposons d'étudier l'influence de l'ajout des petites quantités du Zr sur le comportement mécanique de l'alliage A6061. Les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus sur le même alliage sans ajout.

Le présent travail est organisé comme suit :

Le premier chapitre présente une revue bibliographique détaillée sur les alliages d'aluminium en général et ceux de la série 6000 en particulier. Le second chapitre traite le durcissement structural et les phases durcissantes. Le troisième chapitre décrit le matériau étudié, les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation microstructurale c'est-à-dire, la microscopie optique, le MEB et la diffraction des rayons X ainsi que la caractérisation mécanique : la microdureté Vickers (Hv), Résilience et la traction. En fin, dans le quatrième chapitre nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus et leurs discussions et on terminera par une conclusion générale et une liste de références bibliographiques.

CHAPITRE I :
L'Aluminium et ses Alliages

Chapitre I : L'Aluminium et ses Alliages

I.1 Introduction

L'aluminium est beaucoup utilisé pour sa légèreté, pour sa bonne résistance à la corrosion conférée par sa couche d'alumine, ainsi que pour sa conductivité électrique élevée. Cependant, les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont médiocres.

Pour pallier ce problème, les fabricants lui ajoutent des composés métalliques qui se retrouvent en solution ou sous forme de précipités dans le matériau. Les alliages ainsi obtenus peuvent être très complexes. Le choix des éléments d'addition est déterminant pour l'obtention des propriétés recherchées. Il est couramment considéré que les alliages comportent une addition principale déterminante pour les propriétés de résistance et des additions secondaires, en quantité plus faible, qui ont une action plus spécifique [3,4]

I.2 Les constitution des alliages d'aluminium

I.2.1 Les éléments d'alliages

Ils sont ajoutés en quantités de 1 à 7 % pour les alliages de corroyage, et jusqu'à 20 % dans les alliages de moulage. Ces éléments sont le Cuivre, le Silicium, le Magnésium, le Manganèse, le Zinc et des associations Mg + Si, Zn + Mg et Zn + Mg + Cu. Certains de ces éléments peuvent être ajoutés simultanément [1,2].

I.2.2 Les éléments d'addition

Ils sont ajoutés souvent en plus faibles quantités (en générale moins de 1 %) pour améliorer certaines propriétés, mais sans changer le groupe d'appartenance, telle que la finesse des grains, la trempabilité et la soudabilité.

Les éléments d'addition classiques sont : le Fer, le Chrome, le Nickel, le Titane, le Plomb et le Bore [1,2].

I.2.3 Les impuretés

Le Fer et le Silicium sont les deux principales impuretés utilisées, le rapport Fe/Si est environ de 2 % pour la plupart des alliages d'Aluminium [1].

I.3 Les familles d'alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium peuvent être classés en deux catégories Les alliages de moulage Les alliages de corroyage (Tableau I.1) .

Chapitre I : L'Aluminium et ses Alliages

Tableau I.1 : Familles d'alliages d'aluminium [5].

Élément d'alliage	Famille des moulés	Famille des corroyés
Aucun	10000	1000
Cuivre	20000	2000
Manganèse	----	3000
Silicium	40000	4000
Magnésium	5000	50000
Magnésium et silicium	-----	6000
Zinc (et cuivre)	70000	7000

I.3.1 Les alliages de corroyage

Ces alliages d'aluminium sont destinés à être mise en forme par des techniques telles que le laminage, le filage, le matriçage, le forgeage, etc. La technique est choisie en fonction de la forme finale désirée.

Les alliages d'aluminium pour corroyage se divisent en deux groupes, alliages à durcissement par écrouissage et à durcissement structural

I.3.1.1 Les alliages sans durcissement structural

L'écrouissage se traduit par une augmentation de la résistance mécanique de la dureté et par perte de ductilité.

Tableau I.2: Familles d'alliage d'aluminium durcissement par écrouissage .[6]

Famille	Elément d'alliage
1000	Aucun
3000	Manganèse
5000	Magnésium

Chapitre I : L'Aluminium et ses Alliages

I.3.1.2 Les alliages avec durcissement structural

Les caractéristiques mécaniques maximales de ces alliages sont obtenues par un traitement en trois étapes : chauffage, refroidissement et maintien.

Tableau I.3: Familles d'alliage d'aluminium Durcissement structural.[6]

Famille	Eléments d'alliage
6000	Magnésium et Silicium
2000	Cuiver
7000	Zinc et Magnésium

I.3.2. Les alliages de moulage

Ces alliages d'aluminium sont destinés à être mis en forme par moulage. Il existe différents types de moulage : le moulage en sable, le moulage en coquille, la coulée sous pression, etc. Le procédé le plus économique est choisi en fonction de la taille, de la forme des pièces et de l'importance des séries. Le type de moulage choisi influe sur les propriétés du matériau. Par exemple, le refroidissement plus rapide obtenu grâce au moulage en coquille donne aux pièces une structure métallurgique plus fine et améliore ainsi les propriétés mécaniques du matériau, comparativement à l'utilisation du moulage en sable. Concernant le choix de l'alliage, il résulte souvent d'un compromis entre les propriétés de fonderie (coulabilité, absence de crique à chaud, forme et répartition du retrait volumique) et les propriétés d'usage exigées de la pièce (caractéristiques mécaniques, aspect de surface, aptitude au polissage et à l'anodisation, résistance à la corrosion, etc.)[7] .

I.4. Les alliages d'aluminium de la série 6xxx (Al-Mg-Si)

Les alliages d'aluminium de la série 6000, et le 6061 en particulier font l'objet de nombreuses études principalement sous un aspect métallurgique mais également sous un aspect mécanique.

Les alliages Al-Mg-Si font partie comme les alliages Al-Cu et les alliages Al-Zn-Mg des alliages à durcissement structural ou trempant. Leur durcissement est obtenu par une suite de traitements thermiques : remise en solution solide, trempé puis revenu.

Les propriétés générales des alliages de la série 6000 sont :

Chapitre I : L'Aluminium et ses Alliages

- ✓ Une très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage ;
- ✓ Une bonne aptitude à la mise en forme à froid (par cintrage par exemple) en particulier dans les états recuits (O) et, à un degré moindre, trempé mûri (T4);
- ✓ Des caractéristiques mécaniques relativement bonnes à l'état trempé revenu (T6);
- ✓ Une très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation;
- ✓ La possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation;
- ✓ Une bonne aptitude au soudage;
- ✓ Un bon comportement aux basses ou très basses températures mais une résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 °C suivant la durée du maintien à chaud [8] .

I.4.1 Les propriétés physique et élastique de l'aluminium A6061-T6

Les points suivants résument les propriétés physique et élastique de l'aluminium A6061 à l'état T6:

- ✓ Module d'élasticité (MPa) = 70000
- ✓ Module de rigidité (MPa) = 26300
- ✓ Coefficient de poisson = 0.33
- ✓ Température de solidité (°C) = 580
- ✓ Température de fusion (°C) = 650
- ✓ Chaleur spécifique ($\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$) = 895
- ✓ Coefficient de dilatation thermique ($\mu\text{m m}^{-1} \text{K}^{-1}$) = 23.3
- ✓ Densité (kg m^{-3}) = 2700
- ✓ Résistivité ($\text{n}\Omega \text{m}$) = 40
- ✓ Conductivité thermique ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) = 166
- ✓ Conductivité électrique (%IACS) = 43.

I.4.2 Le comportement mécanique des 6000

Dans les alliages de la série 6000, la microstructure et la précipitation influencent directement la contrainte d'écoulement (point à partir duquel les dislocations peuvent se déplacer) et ensuite la capacité d'écrouissage. Selon la nature des obstacles à franchir :

- ✓ la nature de la solution solide qu'est la matrice, les dislocations générées par l'écrouissage, les contraintes résiduelles, les joints de grains et les précipités, les mécanismes seront différents. Par exemple, deux mécanismes de durcissement structural peuvent intervenir dans le cas des précipités : le franchissement de l'obstacle par cisaillement, qui concerne en général les précipités cohérents ou semi-cohérents avec la matrice et de petite taille et le contournement de l'obstacle par le mécanisme d'Orowan, qui concerne les précipités incohérents ou de taille élevée.

Chapitre I : L'Aluminium et ses Alliages

✓ Le durcissement structural permet d'obtenir une limite d'élasticité élevée ; le survieillissement donne à l'alliage une capacité d'érouissage satisfaisante pour obtenir un bon niveau de ténacité. Toutefois, la présence de ces précipités, en plus des dispersoïdes au manganèse, introduit des sites potentiels de germinations de cavités en rupture ductile, qui seront retrouvés lors des examens fractographiques des éprouvettes [9]

I.4.3 L'influence des neutrons sur les alliages de la série 6000

Les alliages d'aluminium de la série 6000 (Al-Mg-Si) soumis à un flux de neutrons voient leurs propriétés mécaniques modifiées selon le type de neutrons (thermiques/rapides) :

✓ Les neutrons thermiques ($E < 0,625 \text{ eV}$ définition CEA) causent une transmutation de ^{27}Al en ^{28}Si : l'absorption neutronique sur ^{27}Al produit de ^{28}Al , lequel est instable et se désintègre en ^{28}Si . Or, dans les alliages à durcissement structural comme ceux des séries 6000, le Si et le Mg se combinent pour former des précipités (Mg_2Si). Donc, si la concentration en Mg du matériau non irradié est plus importante que la concentration stœchiométrique, il s'ensuit après irradiation une augmentation du nombre de précipités Mg_2Si tant qu'il reste du Mg.

Cette création de Mg_2Si augmente les caractéristiques mécaniques: limite élastique et limite de rupture (durcissement structural comparable à une trempe suivie d'un revenu).

✓ Les neutrons rapides ($E > 0,9 \text{ MeV}$, définition CEA) causent dans un premier temps des défauts d'irradiations (lacunes, interstitiels, dislocations) qui augmentent la limite élastique et la limite de rupture du matériau par un phénomène de durcissement. Si la température est supérieure à $100^\circ\text{--}110^\circ\text{C}$, un recuit des défauts d'irradiation se produit. Dans un second temps, si la dose est supérieure à $6 \cdot 10^{22} \text{ n/cm}^2$, il y a création de cavités au voisinage de grains et des précipités Mg_2Si par précipitation des lacunes en excès. La production d'hydrogène et d'hélium sur l'aluminium conduit à la formation de bulles (notons que le gonflement est négligeable pour les alliages de la série 6000 : 1 à 2 % pour des doses comprises entre 10^{22} et 10^{23} n/cm^2).

Ces défauts conduisent à une fragilisation de l'alliage : on peut s'attendre à une réduction de la ténacité, et de la résilience [10].

I.5 L'utilisation des alliages d'aluminium dans le nucléaire

L'aluminium est de très faible section efficace d'absorption ce qui en fait un matériau de choix pour les utilisations nucléaires de façon générale et dans le cœur du réacteur en particulier

Dans le nucléaire, on peut trouver l'aluminium sous différentes formes :

- ✓ Non allié (Al 1100 par exemple) comme matrice des combustibles de type MTR;
- ✓ Sous forme alliée ; principalement :

Chapitre I : L'Aluminium et ses Alliages

*Alliages de la série 5000 (en France: AG1, AG2 et AG3, en Allemagne: AlAg3) sous forme recuit ou écroui;

*Alliages de la série 6000, principalement le 6061, sous l'état recuit ou traité (T6);

Ces alliages quand ils sont utilisés dans le cœur, doivent être de grade nucléaire, généralement, le niveau des éléments d'impuretés sont limités dans les normes plus particulièrement quand il s'agit des éléments neutrophages réduits à des niveaux de l'ordre du ppm. et réduit aussi les éléments qui peuvent s'activer [11].

I.6 Conclusion

L'Aluminium présente donc une grande variété d'alliages répondant ainsi à une multitude d'applications. Ces applications sont dominées par les impératifs suivants : résistance à la corrosion, légèreté, résistances mécaniques correctes, esthétique et état de surface.

La légèreté notamment lui offre des débouchés dans l'automobile et les transports en général. Cependant, la concurrence des matières plastiques sur les composants non sollicités en température est active.

Un des inconvénients de l'aluminium est ses relativement faibles propriétés mécaniques. Il existe des techniques de durcissement pour les renforcer [12].

CHAPITRE II : Durcissement Structural

Chapitre II :Durcissement Structural

II.1 Introduction

Le durcissement par précipitation ou durcissement structural a été découvert par WILM en 1906 dans un alliage Al-Cu-Mg-Mn, qu'il appela « Duralumin ». La première caractérisation par diffraction RX des regroupements nanoscopiques d'atomes de soluté a été réalisée par GUINIER en France et PRESTON aux Etats-Unis en 1937-39. GUINIER a ensuite mis en évidence toute la séquence de précipitation au Conservatoire des Arts et Métiers durant et après la Guerre. [13].

II.2 Principe du durcissement par précipitation

Le traitement de durcissement structural dont le cycle thermique s'effectue en deux étapes selon la figure II.1

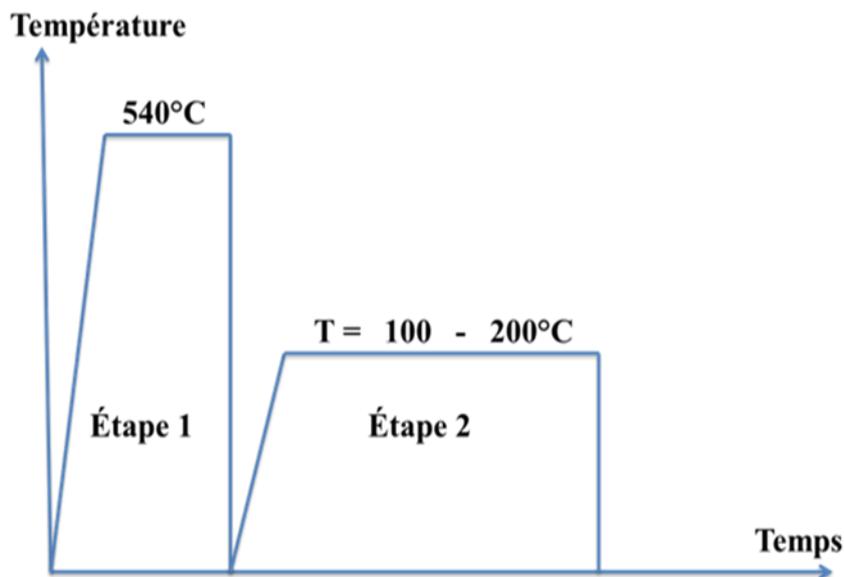


Figure II.1 : Schémas représente les traitements thermiques de durcissement structural appliqué aux alliages AlMgSi [14].

✓ Une mise en solution solide à une température et un temps de maintien suffisants pour dissoudre les composés intermétalliques et obtenir une solution solide sursaturée (SSS). Elle est suivie d'un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la solution solide sursaturée et figer les lacunes formées qui serviront par la suite à la décomposition de la solution solide pour former les phases durcissantes. Habituellement le traitement de mise en solution est effectué à une température autour de 540°C pendant une heure environ.

Chapitre II :Durcissement Structural

✓ L'alliage (SSS) est ensuite chauffé jusqu'à une température modérée dans l'intervalle [100 à 200°C], habituellement à 175°C, pendant un temps suffisant pour assurer la décomposition progressive de la SSS en précipités durcissants. C'est le traitement de vieillissement artificiel.

L'alliage peut être soumis à une déformation par écrouissage, généralement après la mise en solution. L'écrouissage a un effet significatif sur la décomposition de la SSS. Ce point sera discuté plus loin[14].

Après les différents traitements thermiques, l'alliage peut se trouver sous différents états.[14] Ces états sont normalisés suivant la désignation suivante:

- ✓ **T3:** Mise en solution +Écrouissage.
- ✓ **T4:** Mise en solution +Trempe +Vieillissement naturel.
- ✓ **T6:** Mise en solution + Trempe + Vieillissement artificiel.
- ✓ **T8:** Mise en solution + Trempe + Ecrouissage +Vieillissement.
- ✓ **T9:** Mise en solution + Trempe + Vieillissement artificiel +Écrouissage

II.2.1. Mise en solution

La mise en solution tire avantage de la réaction du durcissement par précipitation tout en s'assurant d'avoir une solution solide soluble. L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (e.g. Cu, Mg, Si, Zn) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue dans le but d'obtenir une solution solide homogène. Le tout permettant de bénéficier de la réaction du durcissement par précipitation[15]. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium pur et de 450°C à 590 °C pour les alliages d'aluminium[15].

II.2.2 Trempe

Malgré sa très courte durée, la trempe est l'une des opérations les plus cruciales effectuées lors d'un traitement thermique. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est tout d'abord de supprimer la formation de la phase à l'équilibre Mg₂Si pendant le refroidissement et de préserver la solution solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide (~260 °C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce [15].

La trempe consiste en un refroidissement suffisamment rapide de cette solution solide pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. L'état résultant est métastable : c'est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes.

Chapitre II :Durcissement Structural

II.2.3 Maturation

Durant une période de maturation à température ambiante (ou vieillissement naturel), cette solution solide se décompose pour former les zones GP. Cette étape dure généralement plusieurs jours, et conduit à une augmentation notable de la dureté de l'alliage. Les lacunes apparues au moment de la trempe favorisent la cinétique d'apparition des zones GP.

II.2.4 Revenu

Un traitement thermique ultérieur à température modérée (100°C, 200°C), dit traitement de revenu ou vieillissement artificiel, conduit à un maximum de durcissement par apparition de phases métastables réparties de manière homogène dans les grains, de taille comprise typiquement entre 15 et 60 Å.

II.3 Précipitation dans les système AlMgSi

Dans un alliage de la série 6000, la composition de la phase stable, appelée phase β , est Mg_2Si . Le diagramme de phases du système pseudo-binaire Al- Mg_2Si est donné figure (II.2) . Le diagramme présenté sur cette figure donne la position du 6061. Il correspond à un pourcentage en masse de composés Mg_2Si de 1,6 % m

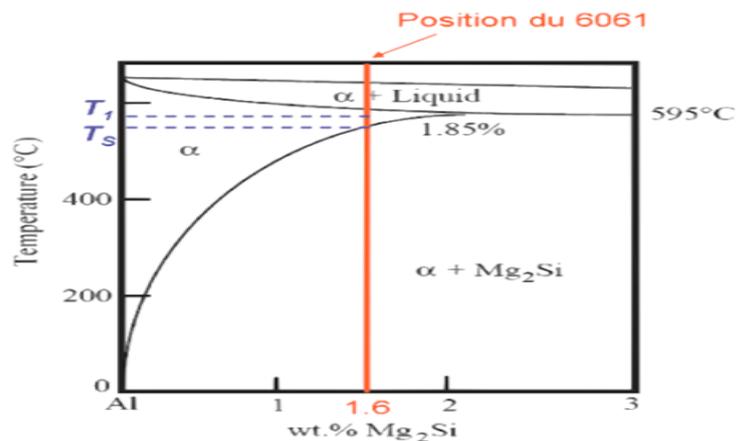


Figure II.2: Diagramme de phase du système pseudo-binaire Al- Mg_2Si [16] .

La composition chimique de l'alliage a une influence sur la séquence de précipitation. En effet, l'addition de certains éléments peut la modifier en favorisant la formation de nouvelles phases supplémentaires.

Influence de l'excès en Si

Une quantité de Si en excès peut entraîner une modification dans la séquence de précipitation avec la formation de phases supplémentaires. L'excès de Si peut améliorer la résistance de l'alliage en agissant favorablement sur la taille, la densité et la répartition des

Chapitre II :Durcissement Structural

précipités β'' (la phase β'' étant la phase qui confère à l'alliage son durcissement optimal) [17].

Influence du Cu

L'addition du Cu à l'alliage ternaire Al-Mg-Si favorise la formation d'une phase dénommée Q et de sa précurseuse Q'. Ce sont deux phases quaternaires constituées des éléments Al, Mg, Si et Cu qui se forment en particulier à l'état survieilli. Elles ont la même structure cristalline (hexagonale) et se présentent sous forme de lattes. La formation de la phase β'' n'est pas affectée et reste la phase qui assure le durcissement de l'alliage dans les états pré-vieillis et vieillis au pic de durcissement [18].

II.3.1 Phases cristallographiques

Les différentes phases susceptibles d'apparaître dans les alliages d'aluminium de la série 6000 peuvent être réparties selon la taille en deux catégories: Précipités micrométriques et les précipités nanométriques.

II.3.1.1 Précipités micrométriques

Les observations métallographiques réalisées en microscopie optique par Asensio-Lozano et al [19]montrent la présence de deux types de précipités micrométrique :

II.3.1.1.1 Les intermétalliques au fer (AlFeSi)

Le Fe est toujours présent dans les alliages d'aluminium de la série 6000, soit comme une impureté ou comme une addition d'alliage. Comme Fe a une très faible solubilité dans la matrice d'aluminium (0,002 % à 20°C), presque tous les atomes de Fe présents dans les alliages 6000 se lieront avec l'excès de Si et Al abondant pour former typiquement un volume pour cent d'intermétalliques contenant du Fe. Lors de la solidification, ces intermétalliques se forment sur les bords des dendrites d'aluminium par une réaction eutectique, ce qui explique leur forme de plaque. La plupart de ces intermétalliques sont la phase β -AlFeSi en forme de plaque tandis qu'une petite fraction des phases peut être la phase cubique α Al(Fe,Mn)Si avec une morphologie connue sous le nom " Chinese-script-like" [20].

II.3.1.1.2 Les précipités Mg₂Si grossiers

La plupart des précipités Mg₂Si grossiers se forment pendant l'étape de la coulée. Ces précipités peuvent être dissous durant les étapes d'homogénéisation et de mise en solution.Cependant, une trempe trop lente entraîne leur précipitation aux joints de grains. De par leur taille et leur densité, ces précipités ne participent pas au durcissement structural de l'alliage.Ils présentent même de nombreux désavantages. Leur présence diminue la quantité

Chapitre II :Durcissement Structural

de Mg et Si disponible pour la précipitation des phases nanométriques durcissantes. Ils ont également un effet néfaste sur la ductilité et la ténacité du matériau en agissant comme zone de concentration de contraintes [21].

II.3.1.2 Précipités nanométriques

Il existe deux types de précipités nanométriques :

II.3.1.2.1 Les dispersoïdes au chrome et au manganèse

Les dispersoïdes au chrome et au manganèse sont des précipités incohérents avec la matrice d'aluminium et ne contribuent guère au durcissement structural de l'alliage. Ces précipités se forment lors de l'étape d'homogénéisation et sont répartis de façon homogène .

Leur diamètre varie entre 50 et 500 nm. Les dispersoïdes présentent une bonne stabilité thermique. Ils jouent un rôle d'ancrage des joints de grain ce qui permet d'améliorer la résistance à la recristallisation et à la croissance de grains [15].

II.3.1.2.2 Les précipités durcissants

Il est bien connu dans les alliages d'aluminium que la formation des phases nanométriques durcissantes suit une séquence de précipitation avant l'apparition d'une phase stable. Bien qu'elle ait été considérablement étudiée, la séquence de précipitation dans la série 6000 est très complexe et elle est toujours soumise à discussions. Elle dépend notamment du rapport des concentrations en Mg et Si ainsi que de la présence d'autres éléments d'addition.

La séquence de précipitation communément admise pour les alliages Al-Mg-Si à partir de la solution solide sursaturée (SSSS) est la suivante [16] :



Zone de Guinier-Preston (GP)

Bien qu'il soit représenté indirectement par l'augmentation de la dureté de l'alliage, et la formation de zones GP à température ambiante, il est extrêmement difficile à observer expérimentalement. Supposant que toutes les zones aient une taille comprise entre 1 et 5 nm de diamètre. Un microscope électronique à transmission d'ombrage traditionnel (MET) à électronique, très proche de l'aluminium, du magnésium, du silicium [22]

la Phase β''

Lors de la poursuite du vieillissement thermique les zones GP se transforment en précipités β'' [23]. Du fait de leurs dimensions, les précipités β'' sont aussi appelés dans la

Chapitre II :Durcissement Structural

littérature zone « GP II » [24]. Cette phase β'' précipite également lors d'un traitement de revenu. Ce traitement consiste en un maintien en température à une température modérée (entre 100 et 200 °C). Dans le cas des alliages de la série 6000, il est généralement considéré que la phase β'' est la plus durcissante. La phase β'' représente ainsi un très grand intérêt pour les propriétés mécaniques du matériau. Pour cette raison, elle fait l'objet d'études détaillées. Par exemple, Andersen et al. mesurent un diamètre moyen des aiguilles de la phase β'' de 4 nm et une longueur moyenne de 50 nm. Ce même auteur met en évidence la chimie de la phase β'' comme étant Mg_5Si_6 [25].

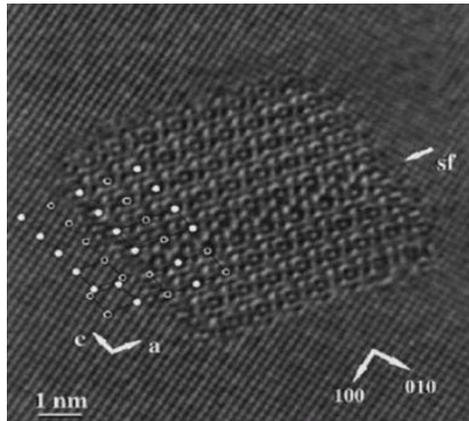


Figure II.3 : Image de MET haute résolution obtenue sur une aiguille de β'' par Andersen et al [26].

La phase β'

Cette phase intermédiaire, ayant un rapport Si/Mg plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports Si/Mg trouvés dans la littérature sont pratiquement identiques à celles mesurées de la phase β' (varie entre 1 et 1,7 dépendant de la composition de l'alliage). Cette phase précipite sous forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre [27].

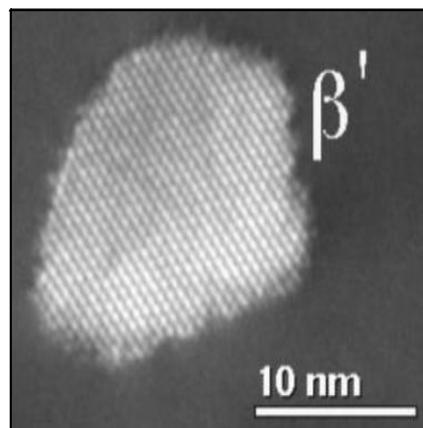


Figure II.4 : Précipitation de la phase β' d'un alliage Al-Mg-Si [23]

Chapitre II : Durcissement Structural

La phase stable β

La phase stable Mg_2Si précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées ordonnée. Elle ne contient pas d'aluminium. Son paramètre de maille est $a = 0,639\text{nm}$. La phase stable est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientation [6].



Figure II.5 : Morphologie des phases $\alpha\text{-Al} + \beta\text{-AlFeSi} + Mg_2Si + Si$ [28]

Pour résumer les modifications microstructurales au cours de durcissement structural, la Figure 1.1.15 montre l'évolution de la dureté des alliages d'aluminium de la série 6xxx au cours de temps vieillissement.

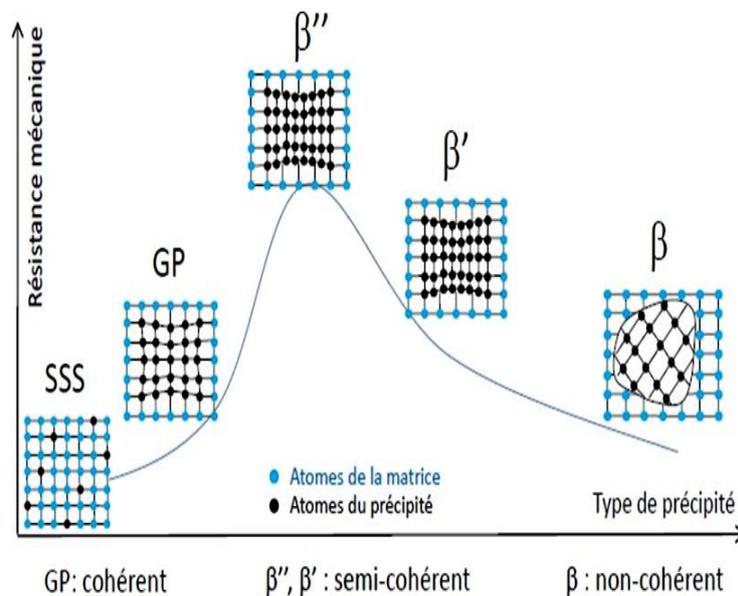


Figure II.6 : Evolution de la dureté des alliages d'aluminium de la série 6000 avec la morphologie des précipités durcissants en fonction du temps de revenu [27].

Chapitre II :Durcissement Structural

II. 4 Explication du durcissement

On obtient le durcissement par précipitation (structural) grâce à une série de chauffages et de refroidissements contrôlés, c'est-à-dire grâce à des traitements thermiques dont le but final est l'obtention d'une répartition optimale des précipités dans la matrice. Les propriétés mécaniques des alliages ainsi traités dépendent de la répartition des précipités et de leur taille. Les dislocations qui doivent franchir les précipités permettent la déformation macroscopique du matériau.

Le type de franchissement est fonction de l'interface entre le précipité et la matrice : Dans le cas de précipités cohérents ou semi cohérents, ce qui est souvent le cas pour des précipités de petite taille, ils peuvent être cisailés. Le durcissement est obtenu à la fois par des effets élastiques et des effets chimiques [15].

Dans le cas de précipités incohérents ou de grande taille, il est plus favorable pour les dislocations de contourner les précipités. C'est le mécanisme d'Orowan. Le durcissement est ici fonction de la distance inter-précipitée. Il existe une transition entre les deux régimes qui correspond au pic de dureté obtenu pendant un recuit isotherme. Le mécanisme de durcissement de l'alliage par précipitation entraîne la formation d'amas cohérents d'atomes de soluté, c'est-à-dire que les atomes de soluté rassemblés dans un amas doivent toujours avoir la même structure cristalline que la phase du solvant. Ceci crée alors beaucoup de distorsions, car les paramètres cristallins des précipités peuvent être légèrement différents de ceux de la matrice du métal. Conséquemment, la présence de ces particules de précipités procure une plus grande résistance en obstruant et en retardant le mouvement des dislocations [29].

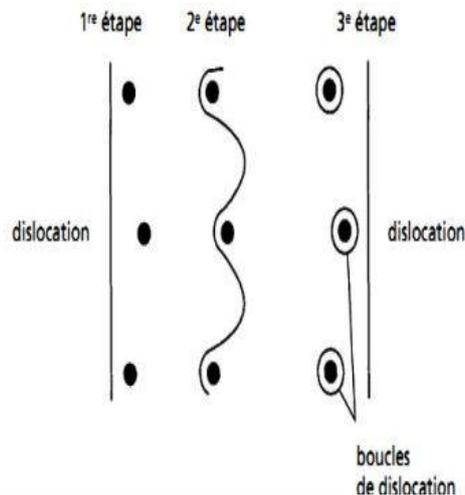


Figure II.7: Schémas des interactions entre dislocations et précipités [8]

Chapitre II :Durcissement Structural

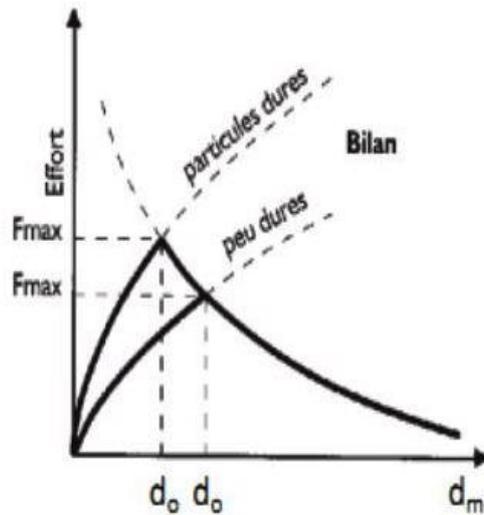
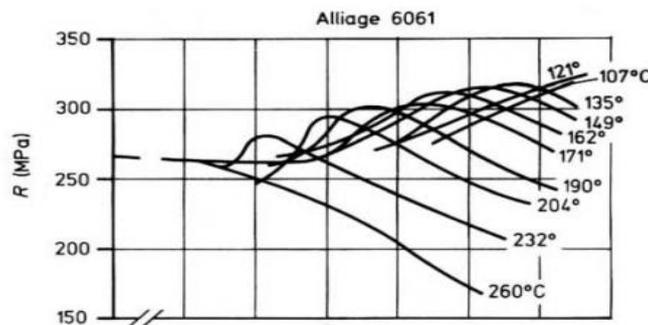


Figure II.8: Variations de l'effort nécessaire pour déplacer des dislocations en présence de précipités de diamètre moyen d_m [8]

II.5 Évolution des caractéristiques mécaniques

La séquence de précipitation : $SSSS \rightarrow zonesGP \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$ ne doit pas être totale pour que l'alliage conserve les propriétés mécaniques de résistance en traction maximales. Cet optimum, piloté par les conditions de réalisation du revenu, est appelé pic de revenu. Les diagrammes de la Figure II.9 illustrent une partie des données bibliographiques disponibles sur le 6061 concernant le pic de revenu. Pour une température donnée, le durcissement passe par un maximum. L'état correspondant à ce maximum est nommé « état T6 ». Cet état est induit par la formation d'une fine et dense précipitation de précipités β'' . Plus la température de revenu est élevée et plus le temps pour atteindre l'état T6 est faible. Plus la température de revenu est faible et plus le durcissement obtenu à l'état T6 est important. Il est à noter également que l'allongement à rupture diminue continûment avec le temps de revenu à une température donnée [30].



Chapitre II : Durcissement Structural

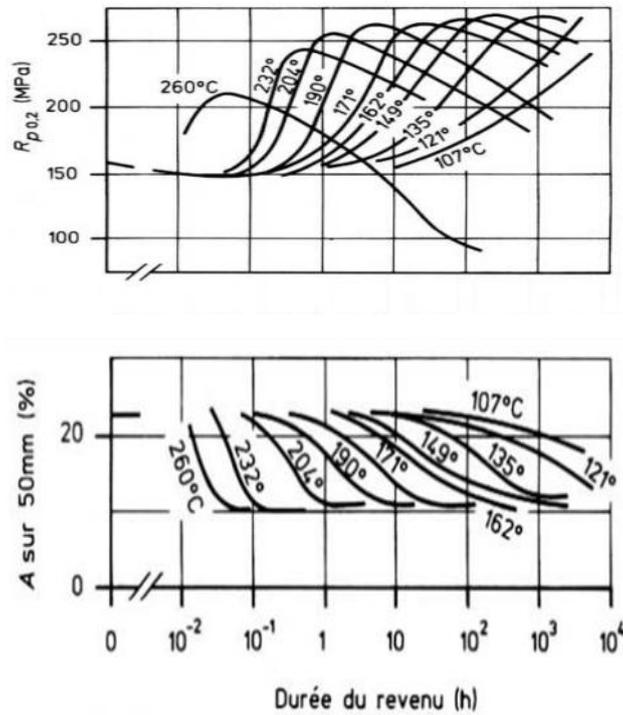


Figure II.9 : Courbes de revenu du 6061 pour R_m et $R_{p0,2}$ et allongement après rupture [31].

II.6 Conclusion

Les phénomènes de précipitation prennent une place considérable dans les solutions métalliques, car elle modifie profondément les propriétés des alliages, parfois dans un sens favorable, ces modifications consistent le plus souvent à des élévations de la charge de la rupture et de la dureté, donc l'apparition de précipitation est le plus souvent accompagnée de changement de propriétés, la résistance est d'autant plus élevée que plus le précipité est finement reparti [32]. Mais la richesse des phénomènes micro structuraux pour le durcissement structural est insoupçonnée tant que l'on ne se rapproche pas des nanostructures [33].

**CHAPITRE III : Techniques
Expérimentale**

Chapitre III : Techniques Expérimentale

III.1 Introduction

Pour mener à bien ce travail, un certain nombre d'outils expérimentaux se sont avérés nécessaires. Ce chapitre décrira les différentes techniques utilisées au cours de cette étude. Nous présentons dans un premier lieu les alliages d'aluminium choisis pour ce travail et leur procédure d'élaboration au four à induction de moyenne fréquence plus les traitements thermiques réalisés, dans un second temps, nous présenterons les techniques de caractérisation physico-chimiques et structurales (MO, MEB, DRX) ainsi que les techniques de caractérisation mécaniques. (Essai de traction, Essai de microdureté, Essai de résilience)

III.2 Elaboration d'alliage

Pour notre étude expérimentale, nous avons utilisé un alliage d'aluminium Al-Mg-Si de nuance A6061. Il a été élaboré dans un four à induction de moyenne fréquence. Après le nettoyage et l'isolation thermique du creuset en MgO, nous avons pesé une quantité 400 gr d'alliage d'aluminium A6061 et une quantité de 0.15 gr du zirconium pur sous forme de pastille pour l'alliage désigné par la suite comme B et 0.20 gr du Zr pour l'alliage désigné comme C. Pour réussir notre élaboration nous commençons à fondre le A6061 sous une température de 670°C. Lorsque notre alliage est complètement fondu on ajoute la pastille du zirconium et on augmente la température à 1400°C. Après 10 minutes de la fusion, nous commençons le barbotage à l'argon dont le but de minimiser les bulles d'hydrogène formé au cœur de notre liquide (dégazage).

Afin de récupérer la petite quantité d'alliage enlevée dans la couche d'alumine lors du moulage et les pertes possible durant la fusion nous avons rajouté 100 gr de notre alliage A6061

Il est à noter que la coulée a été effectuée à l'intérieur du four dans un moule en acier inoxydable à double parois et refroidi à l'aide de l'eau qui circule à l'intérieur du moule.

Le lingot obtenu est de forme rectangulaire de dimensions : 14.5 * 6 * 2 cm. Ce lingot a subi un traitement d'homogénéisation à 530°C pendant 24h suivi par un surfaçage pour éliminer la couche superficielle formée lors du refroidissement.

Chapitre III : Techniques Expérimentale



Figure III.1 : four de fusion à induction LEYBOLD-ISO1 et l'intérieur de l'enceinte du four.

III.3 Analyse chimique

L'analyse chimique des alliages élaborés est effectuée à l'aide d'un spectromètre de fluorescence des rayons X portatif de marque Niton XL2 Plus.

L'analyse des alliages A : A6061, B : A6061+0.05% Zr, C : A6061+0.1% Zr et D le A6061 de grade commercial a donné les compositions chimique suivante (Tableau III.1)

Chapitre III : Techniques Expérimentale

Tableau III.1: Composition chimique de l'alliage

	Al	Si	Mg	Zr	Cu	Ni	Fe	Cr
Alliage A	Rest	0.423	0.952	/	0.285	0.041	0.955	0.838
Alliage B	Rest	0.561	1.109	0.055	0.324	0.067	0.923	0.623
Alliage C	Rest	0.703	1.211	0.111	0.316	0.072	0.645	0.549
Alliage D	Rest	0.648	1.035	/	0.158	/	0.602	0.350

III.4 Traitements thermiques

Pour provoquer le phénomène de précipitation d'une solution solide sursaturée, les échantillons et les éprouvettes ont été traitées comme suit :

- Traitement de mise en solution à 530°C pendant 1h
- Refroidissement lent pour les échantillons A₁, B₁, C₁ et D₁
- Trempe à l'eau pour le reste des échantillons (A₂-A₆, B₂-B₆, C₂-C₆ et D₂-D₆)
- Maturation à l'air pour A₂, B₂, C₂ et D₂
- Revenu à 190°C pendant 4, 5, 6, et 7 heures pour le reste des échantillons

Tous les traitements de mise en solution et de revenu (après un ditentionnement de 30 min) ont été réalisés dans un four à moufle de marque "Thermolyne"(figure III.2)



Figure III.2: Four à moufle pour les traitements thermiques

Chapitre III : Techniques Expérimentale

III.5 Caractérisation structurale

III.5.1 Nettoyage et identification

Après découpage des échantillons au moyen d'une scie diamantée, ces derniers ont été identifiés par un poinçonnage alphabétique (Figure III.3) et subissent un nettoyage chimique après les traitements thermiquement comme suit:

✓ **Dégraissage** : L'opération de dégraissage nécessite un bon lavage des échantillons au moyen d'un détergent afin d'éliminer toute graisse en surface. Celle-ci sera suivi par un nettoyage par acétone et un rinçage à l'eau distillée afin d'éliminer toutes traces d'acétone restants.

✓ **Décapage** Après l'opération de dégraissage, les échantillons et les éprouvettes ont subi un décapage chimique à l'aide de la soude caustique, NaOH à 10 g/l, chauffé à 60°C pendant 5 minutes afin d'éliminer les traces d'oxydes résiduelle.

Cette opération est suivie par un rinçage à l'eau et une immersion dans une solution de HNO₃ à 50% pendant 5 minutes à l'ambiante pour le blanchissement des surfaces décapées. Par la suite, ils subissent un rinçage à l'eau courante

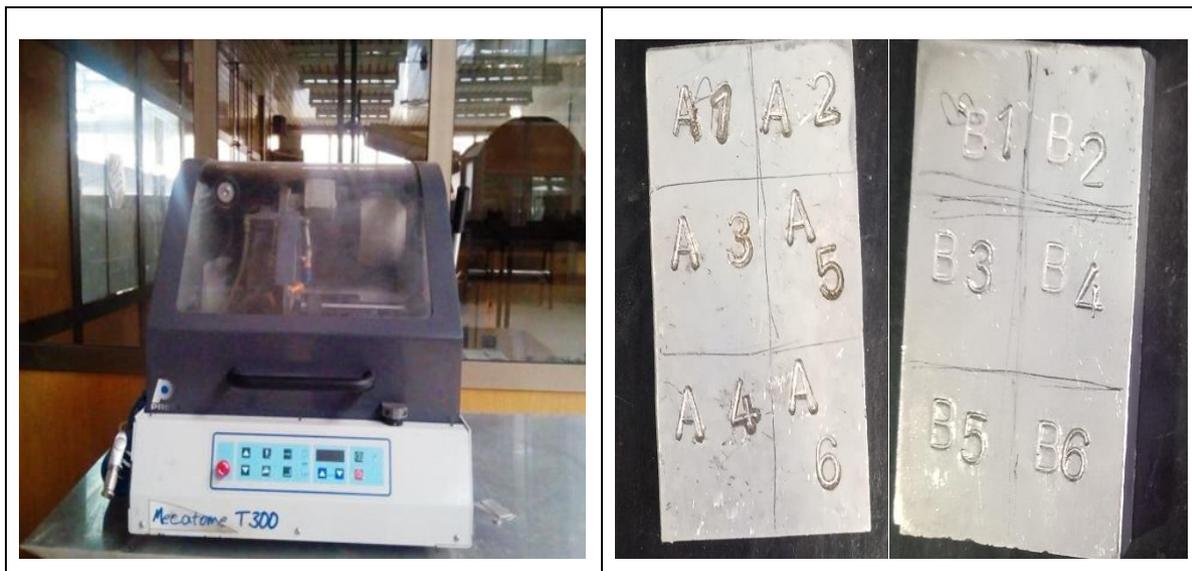


Figure III.3 : découpage et identifiés par un poinçonnage des échantillons

Chapitre III : Techniques Expérimentale

III.5.2 Préparation métallographique

III.5.2.1 Polissage des échantillons

Il permet d'avoir une meilleure qualité de surface, brillante non rugueuse et éliminer les couches d'oxydes superficielles pour faciliter l'observation microscopique. Le polissage a été effectué en deux étapes sur une polisseuse mécanique

➤ Polissage grossier (ébauche) : passer les échantillons sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (de 400 à 2400). Pour le passage d'un papier abrasif à un autre, il est recommandé de faire une rotation de 90° de l'échantillon afin de croiser les stries de polissage et les éliminer.

➤ Polissage de finition : il est réalisé sur du papier feutre à l'aide de pâte diamantée de 3 µm. Les échantillons ont été polie avec des vitesses de rotation des disques de polisseuse entre 150 et 300 tours/ minutes.

III.5.2.2 L'attaque chimique

L'observation des échantillons par le microscope optique nécessite une attaque chimique pour révélation de la microstructure. Pour cela, nous avons utilisé le réactif de Keller pendant une durée de 45 seconds dont la composition est la suivantes :

Tableau III.2 : Composition de l'attaque Keller

HF (acide fluorhydrique)	3ml
HNO ₃ (acide nitrique)	5ml
HCl (Acide chloridrique)	5ml
H ₂ O (eau distillée)	87 ml

III.5.3 Observation par Microscopie Optique (M.O)

Les observations de la microstructure des échantillons élaboré par fusion et traité, ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique de marque Carl Zeiss type Axio teck 100, figure III.4, relié à un micro-ordinateur muni d'un logiciel d'acquisition qui permet le transfert et le traitement des images acquises. Ce microscope nous a permis d'une part, de révéler les microstructures et d'autre part de traiter ultérieurement par la méthode d'interlignes les différentes images obtenues pour la détermination de la taille moyenne des grains.

Chapitre III : Techniques Expérimentale



Figure III.4 : Microscope Optique.

III.5.3.1 Mesure de la taille du grain

Parmi les méthodes de la détermination de la taille moyenne des grains, on peut citer plusieurs méthodes tel que :

- ✓ Méthode de la distribution des grains basée sur un raisonnement mathématique ; elle permet de grouper les grains en différentes classes selon leur forme.
- ✓ Méthode de comptage dont le principe est le comptage du nombre des grains soit par la technique planimétrique, soit par la technique de la ligne d'interception.
- ✓ Méthode de comparaison AFNOR qui utilise un oculaire de comparaison, sur lequel on superpose partiellement l'image de la structure existante sur le cliché sur l'image de la microstructure révélée.

Dans notre travail, nous avons utilisé la méthode la ligne d'interception qui consiste à tracer sur l'image enregistrée une ligne de longueur connue, figure III.5, ensuite on compte le nombre de grains interceptés par cette ligne. Cette opération est effectuée sur plusieurs lignes tracées sur la microstructure de l'échantillon on choisissant un grossissement adéquat pour obtenir un nombre suffisant de grains par image.

Chapitre III : Techniques Expérimentale

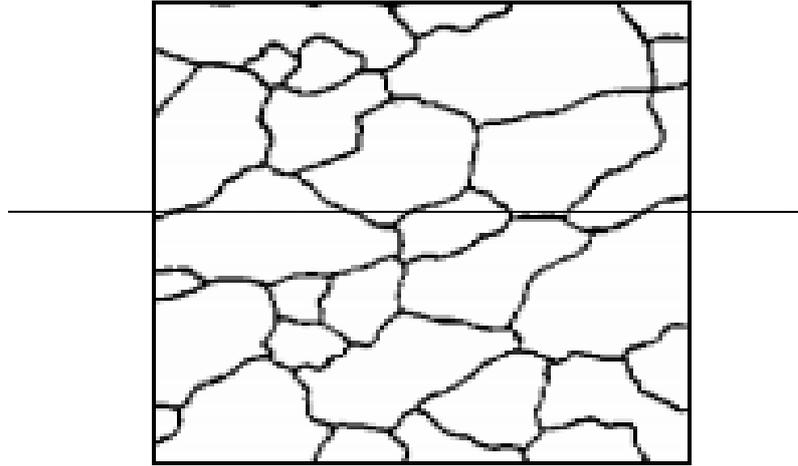


Figure III.5 : Procédure de calcul de la taille moyenne des grains.

III.5.4 Observation par Microscopie Electronique à Balayage (M.E.B)

L'examen micrographique et l'analyse physico-chimique des surfaces des échantillons sont réalisés par un microscope électronique à balayage de marque Zeiss Model : GEMINI SEM 300 (figure III.6), couplé à un détecteur X dispersif en énergie qui permet de faire une analyse (globale ou ponctuelle) qualitative et quantitative par dispersion d'énergie



Figure III.6: microscope électronique à balayage

III. 5.5 Diffraction des rayons X

Les spectres de rayons X sont réalisés sur un diffractomètre de marque BRUCKER Model : D8 DISCOVER (figure III.7), puis sont ensuite traités à l'aide d'un programme d'analyse de diffractogrammes de rayons high Score Plus ! , suivant les conditions suivantes :

Chapitre III : Techniques Expérimentale

✓ La source des rayons X est produite par une anticathode cuivre $\text{CuK}\alpha$ avec une longueur d'onde $\lambda_{\text{CuK}\alpha} = 1.5406 \text{ \AA}$ et qui est séparé à l'aide d'un monochromateur au Germanium, alimenté par une génératrice tension courant de 45kV-40mA.

✓ Les spectres de DRX des échantillons ont été enregistrés pour 2θ compris entre 20° à 80° avec un pas de 0.01° .

Les analyses ont été réalisées pour identifier les phases et vérifier la composition chimique des échantillons.



Figure III.7 : diffractomètre de marque BRUCKER Model D8 DISCOVER

III.6 Caractérisation mécanique

III.6.1 Essais de microdureté

L'établissement du profil de micro-dureté de nos échantillons a pour but d'établir une relation entre leurs microstructures (effet du zirconium et effet des traitements thermique) et leurs propriétés de dureté. Pour cela, nous avons utilisé un micro-duromètre Vickers de marque MHT-10, dont la détermination des valeurs de dureté est déduite à partir de la relation III.1, selon la norme NF A 03-154.

$$\left(\frac{P}{d^2} \right) \cdot \frac{1}{\sin^2 \frac{X}{2}} = \frac{1}{2} \cdot \frac{1}{\cos^2 \frac{X}{2}} \quad \text{---(III.1)}$$

Avec :

$$\left\{ \begin{array}{l} X : \text{Angle au sommet de la pyramide } (X=136^\circ) ; \\ P : \text{ la charge en grammes ;} \\ d : \text{ la valeur moyenne de la diagonale de l'empreinte en microns (figure a).} \end{array} \right.$$

Chapitre III : Techniques Expérimentale

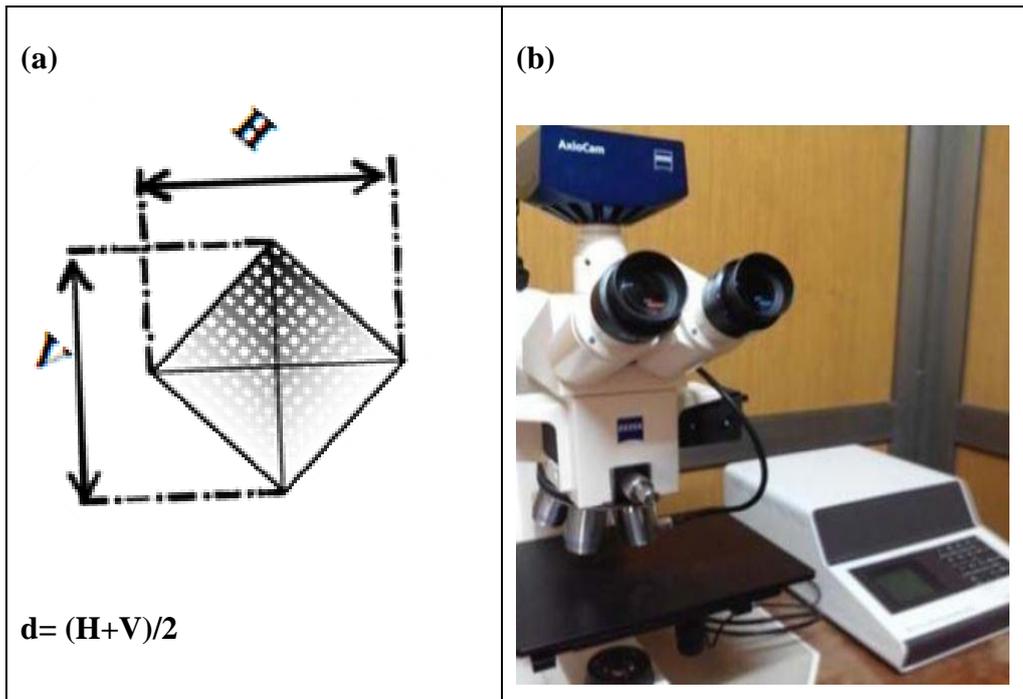


Figure III.8: Mesure de la microdureté Vickers : (a) Principe de mesure de l'empreinte, (b) Dispositif de mesure de la microdureté Vickers.

III.6.2 Essais de traction

L'essai de traction constitue un des essais les plus utilisés pour la caractérisation mécanique des matériaux. Etant uniaxial et sans striction (diminution de la section de l'éprouvette au centre de celle-ci), il permet de s'affranchir des méthodes de calcul inverse pour aboutir directement à une loi de comportement uniaxial. Il permet de déterminer de nombreuses grandeurs normalisées, comme la contrainte à rupture, la contrainte maximale ainsi que la limite d'élasticité.

Les éprouvettes ont été réalisées par une machine d'électroérosion par fil, où le fil conducteur animé d'un mouvement plan et angulaire découpe le matériau suivant une surface réglée suivant le dessin technique de l'éprouvette de traction, voir figure III.8 , et qui sera donné en détail dans la partie annexe.

Chapitre III : Techniques Expérimentale

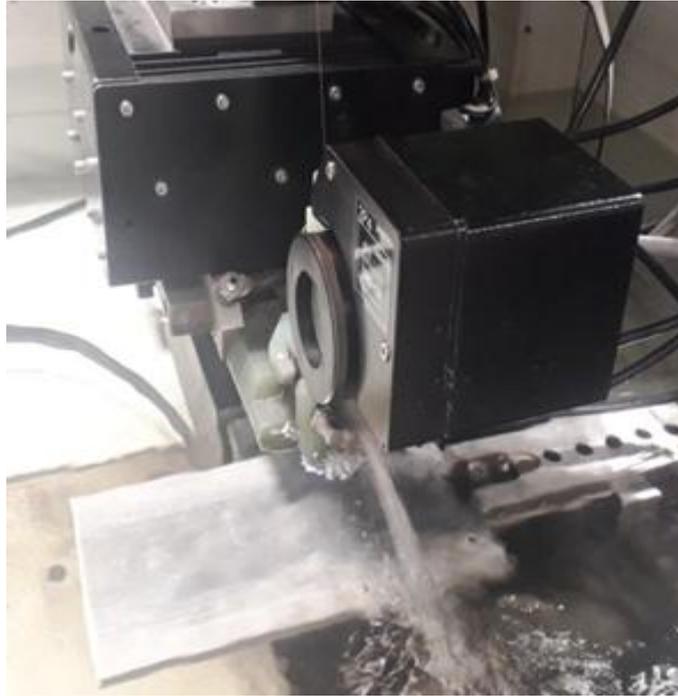


Figure III.9: Machine d'électroérosion par fil.

Les essais de traction ont été effectués à la température ambiante au moyen d'une machine de traction de marque INSTRON d'une capacité de 600 KN assisté par le logiciel Blue Hill 3 (Figure III.9). Les tests ont été réalisés sur des éprouvettes plates, figure III.10, avec une vitesse de déformation constante 0.18 mm/min



Figure III.10 : Machine de traction.

Chapitre III : Techniques Expérimentale



Figure III.11 : Eprouvette plates

III.6.3 Essais de résilience

Pour les essais de résilience à l'ambiante, nous avons réalisé les tests à l'aide d'un mouton-pendule de marque HOYTOM 750J/D2M (Figure III.12) et des éprouvettes réalisées selon la norme ASTM E23-09 (Figure III.12).



Figure III.12 : Mouton-pendule

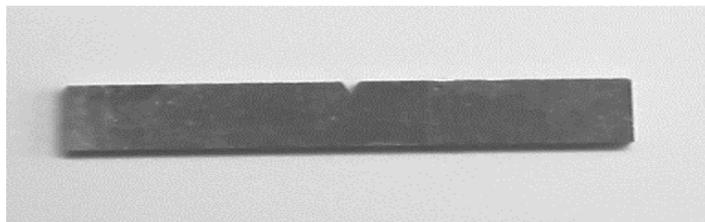


Figure III.13 : Eprouvette réalisées

Chapitre III : Techniques Expérimentale

La valeur de la résilience est déterminée à partir de la relation suivante :

$$\text{Résilience} = \frac{\text{Wénergie absorbée par la rupture (joules)}}{\text{section au droit de l'entaille (cm}^2\text{)}}$$

Avec:

$$W = mg (h_0 - h_1) \text{ en Joules}$$

- m : masse du mouton-pendule ;
- g : accélération de la pesanteur (environ 9.81 m/s^2);
- h_0 : hauteur du mouton-pendule à sa position de départ ;
- h_1 : hauteur du mouton-pendule à sa position d'arrivé.

III.7 Conclusion

Le présent chapitre a pour objet de présenter les différentes techniques expérimentales utilisées dans ce travail et qui nous ont permis de dévoiler les caractéristiques mécaniques de notre alliage et de prouver l'influence de du l'ajout du zirconium sur le comportement mécanique de l'alliage A6061 choisi pour cette étude.

Chapitre IV :
Résultats Et Discussions

IV.1 Introduction

Ce chapitre est consacré essentiellement à la présentation, l'interprétation et la discussion des résultats expérimentaux obtenus. Il s'étalera alors sur deux grandes parties : La première repose sur la caractérisation métallographique et mécanique de l'alliage A6061 industriel de pureté nucléaire, La deuxième partie est consacrée pour la caractérisation structurale des trois alliages élaborés par fusion, des observations faites avec le microscope optique, le microscope électronique à balayage, l'EDS et la DRX ainsi que la caractérisation mécanique : Traction, résilience et micro-dureté.

IV.2 L'alliage A6061 de pureté nucléaire

IV.2.1 Caractérisation métallographique

IV.2.1.1 Etat recuit

Le traitement thermique de recuit effectué produit une microstructure homogène avec une distribution des tâches sombres pouvant être selon les chercheurs soit des précipités stables Mg_2Si grossières de taille micrométrique ou bien des intermétalliques de fer $Al_{12}(Fe_xMn_{1-x})_3$ qui se forment lors de la solidification de l'alliage. Ces derniers, avec une telle dimension agissent comme des zones de concentration de contraintes, qui peuvent être la source de microfissures et peuvent engendrer la rupture de la pièce lors des sollicitations mécaniques

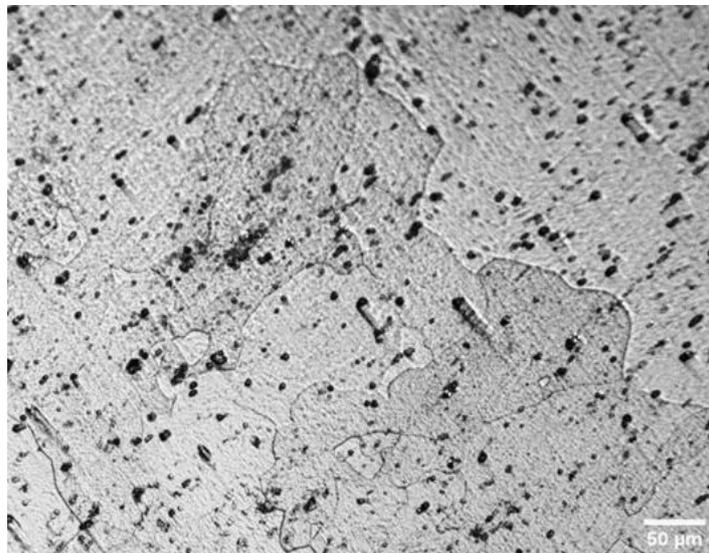


Figure IV.1 : Microstructure de l'aluminium 6061 à l'état O.

IV.2.1 .2.Etat de maturation (T4)

La microstructure de l'alliage A6061 vieilli naturellement à la température ambiante pendant 10 jours est représentée dans les figures IV.2. On remarque l'apparition des zones sombres et d'autres claires qui représentent la même phase d'aluminium La différence de contraste réside

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

dans l'orientation des grains formés lors de la solidification. Cependant, la microstructure présente l'apparition de fins précipités de taille micrométrique répartis d'une manière arbitraire qui se forment dans la matrice.

La micrographie de l'alliage muris pendant 10 jours révèle un léger affinement de grain dû à l'accroissement du temps de maintien (maturation). Enregistre une taille de 85 μm pour l'alliage muris pendant 10 jours et une taille de 93 μm pour l'alliage qui a subi un traitement de recuit.

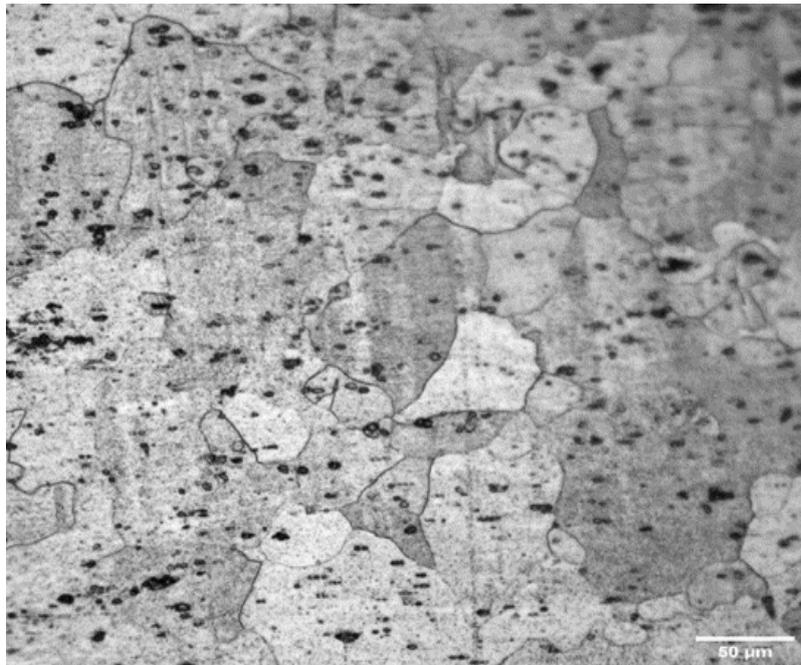


Figure IV.2 : Microstructure d'un échantillon T4

IV.2.1.2. Etat de revenu (T6)

Les micrographies de la figure IV.3 relatives aux alliages vieillis artificiellement présentent une diminution de la taille des grains qui trouve son origine dans la croissance du temps de vieillissement avec la diminution de la température. Les micrographies obtenues révèlent un affinement des grains avec la croissance du temps de maintien pour une température de 190°C, accompagné d'une distribution de précipités plus en moins homogène.

La présence de ces précipités dans la matrice provoque le durcissement de l'alliage A6061 vieilli et améliore ces propriétés mécaniques avec temps de maintien.

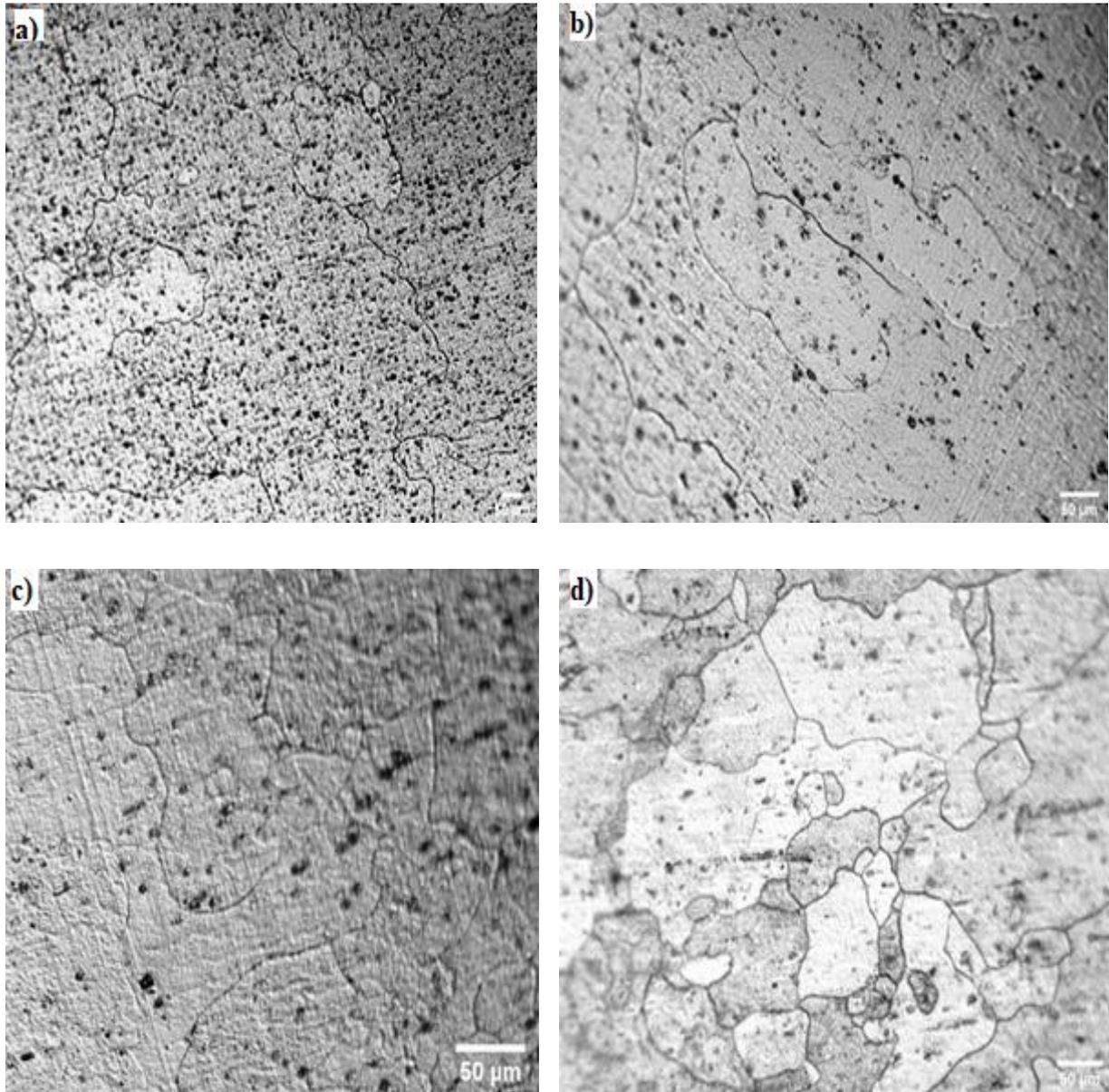
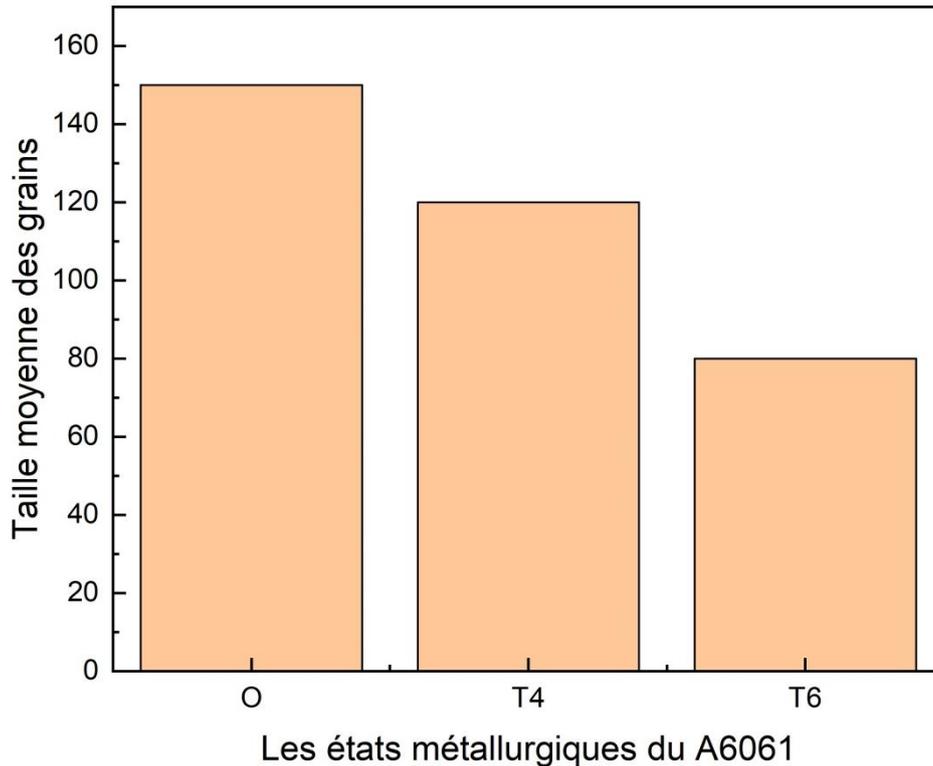


Figure IV. 3 : Micrographies de l'état de revenu de l'alliage A6061 pendant un temps de maintien égal à : a) 4h, b) 5h, c) 6h et d) 7h.



Fuguer IV.4 : Évolution de la taille moyenne des grains en fonction des états métallurgiques du l'alliage A6061.

La courbe ci-dessus présente l'évolution de la taille moyenne des grains en fonction des états O, T4 et T6 de l'alliage A6061 industriel. Les résultats obtenus par la méthode des interlignes appliquée mis en évidence une diminution de la taille des grains pour les états veillé. On enregistre des tailles de grains trop élevées pour le traitement de recuit (l'état O). Par ailleurs, le traitement thermique à 190°C pendant 7 heures (l'état T6) révèle la plus faible valeur de taille de grain qui donne les meilleures propriétés mécaniques.

IV.2.1 Caractérisation mécanique

Nous avons choisi l'essai de micro-dureté pour caractériser le comportement mécanique de l'alliage A6061 de pureté nucléaire. L'alliage a subi une mise en solution à 530°C, trempe et un revenu à 190°C pour les temps de maintien de 4, 5, 6, et 7 heures.

La courbe de la figure ci-dessous présente l'évolution de la micro-dureté Hv en fonction du temps du revenu. Une augmentation significative de la micro-dureté est observée après 6 heures du maintien à une température de 190°C. Après cette augmentation la micro-dureté se stabilise et atteint sa valeur maximale 146 Hv.

L'augmentation de la micro dureté peut être attribuée à la formation des nano précipités Mg_2Si qui joue le rôle des obstacles au mouvement des dislocations

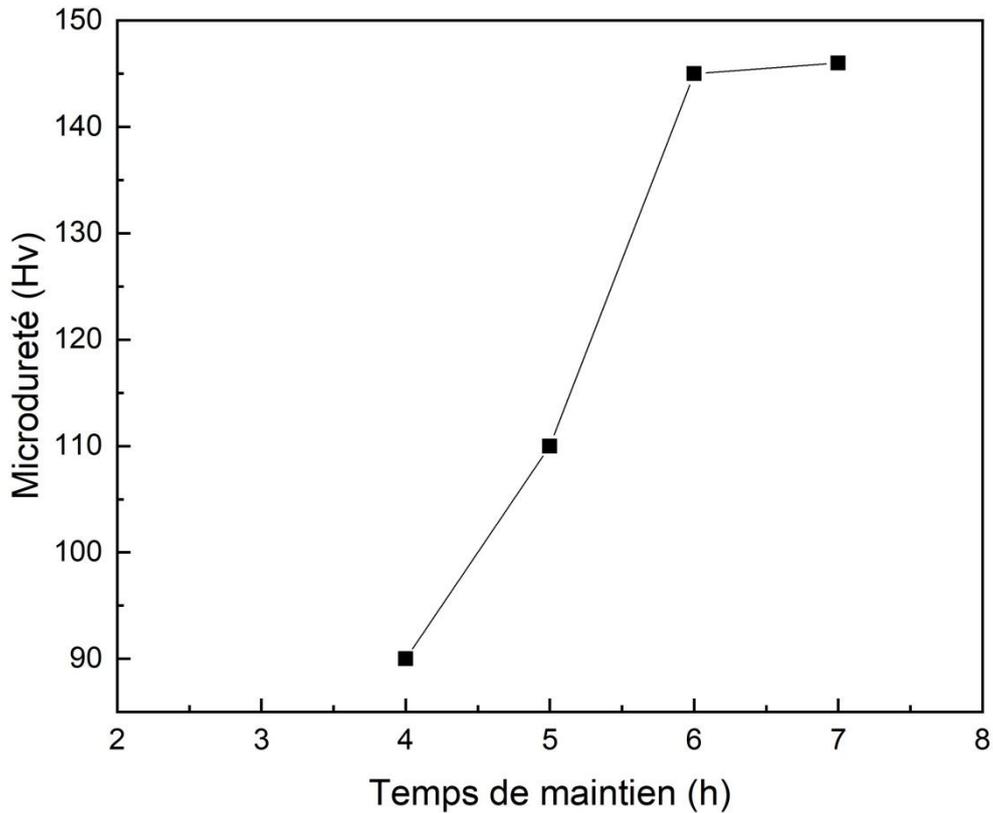


Figure IV.5 : Variation de la microdureté A6061 industriel en fonction de temps de maintien.

IV.3 L'alliage A6061 avec l'addition du zirconium (Zr)

IV.3.1 Caractérisation Structurale par MO et MEB

La Figure IV.6 et donne les observations métallographiques réalisées en microscopie optique de l'alliage A6061 sans et avec du zirconium à l'état brut de coulée, respectivement. En plus des grains de la matrice d'aluminium, la microstructure à l'état brut de coulée est caractérisée par la présence de quelques particules sombre qui peuvent être des précipités Mg_2Si grossier réparties au sein de matrice d'aluminium d'une manière homogène.

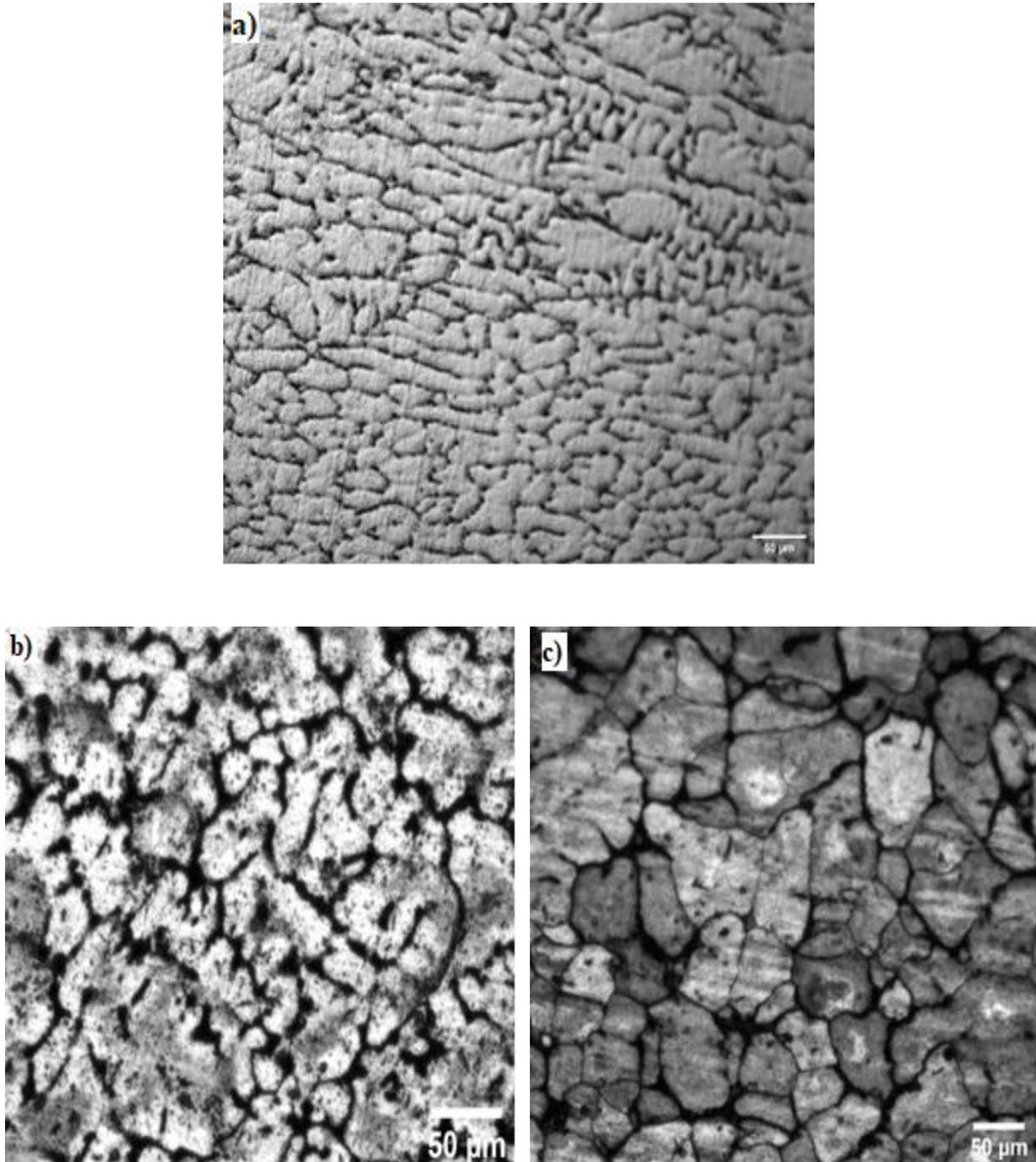


Figure IV.6 :Micrographies de l'état brut de l'alliage A6061: a) sans ajout du Zr, b) avec ajout de 0.05%Zr, c) avec ajout de 0.1%Zr

Afin de confirmer les constatations précédentes, la Figure IV.7 présente une micrographie en Microscope Electronique à Balayage (MEB) des trois alliages A6061, A6061+0.05%Zr et A6061+0.1%Zr contenant à l'état brut de coulé. Les analyses EDS confirment que les particules sombres de la Figure IV.6, correspondent à la phase Mg_2Si grossière. L'observation au MEB fait apparaître également d'autres particules qui sont liées aux intermétalliques au

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

Fer (AlFeSi) et des particules Al_3Zr selon les analyses EDS (Figure IV.7 et Tableau IV.1)

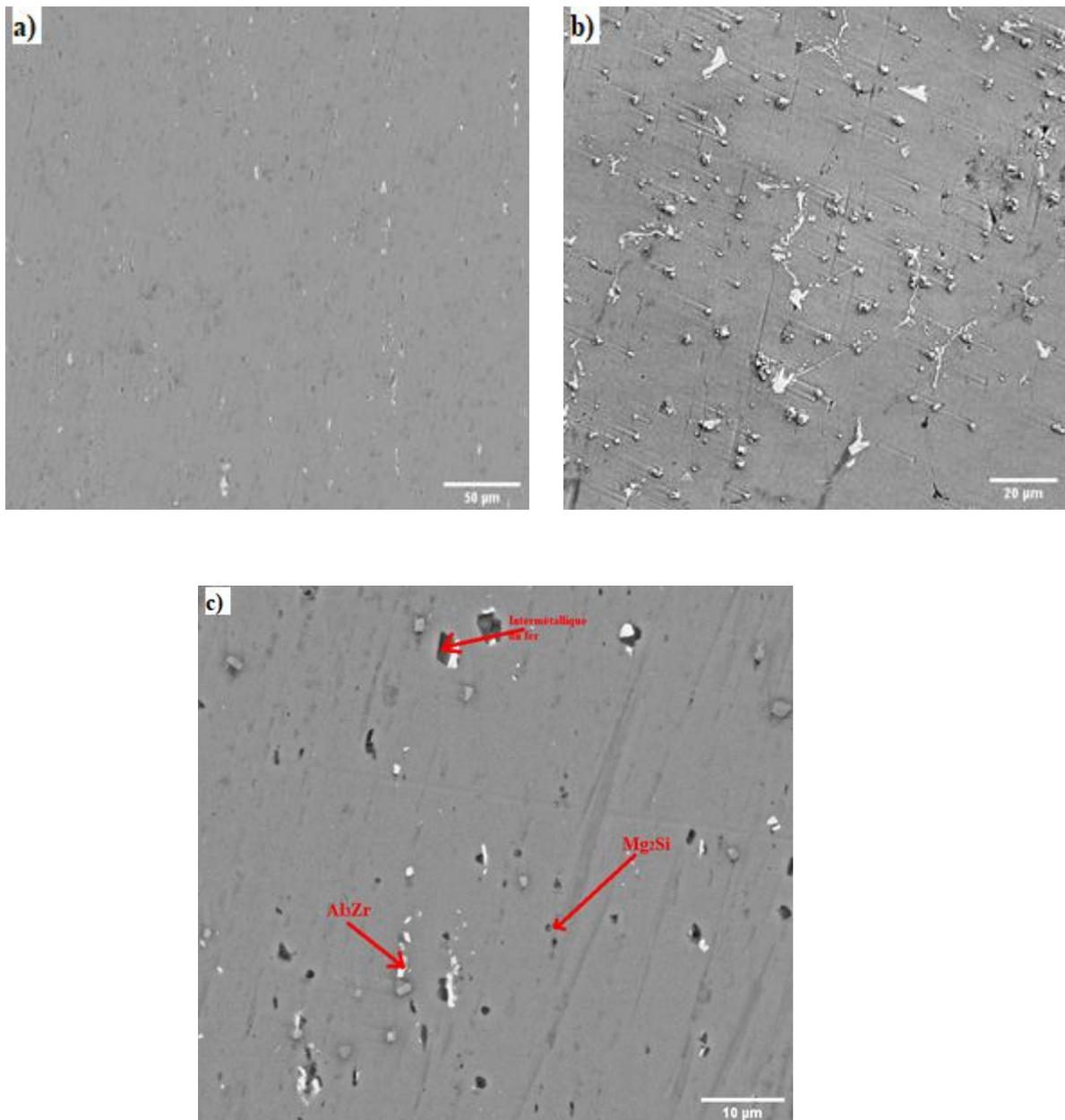


Figure IV.7 : Micrographie MEB de l'alliage a) sans Zr, b) avec 0.1%Zr et c) avec 0.05%Zr

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

Tableau IV.1 : EDS de l'intermétallique au Fer, Mg₂Si grossier, et Al₃Zr.

	Al	Mg	Si	Fe	Zr	Cr
Intermétallique du fer	56.95	22.02	16.36	4.28	/	/
Mg ₂ Si	61.82	25.28	12.90	/	/	/
Al ₃ Zr	67.39	0.4	/	/	24.70	7.51

IV.3.2 Caractérisation Structurale par DRX

Les diagrammes de diffraction des rayons X des éprouvettes traités sont représentés dans les figures IV.8 ,9 et 10.

- ✓ Les pics le plus intense est le pic de l'aluminium pur
- ✓ On peut voir les raies correspondant aux phases intermétalliques Mg₂Si et Al₃Zr pour les alliages avec Zr. Ainsi que le pic du Mg₂Si pour le A6061 sans zirconium.
- ✓ Un pourcentage maximal de 5% du Mg₂Si pour l'alliage A6061+0.05%Zr
- ✓ La variation de l'intensité des pics est causée par l'anisotropie du matériau.

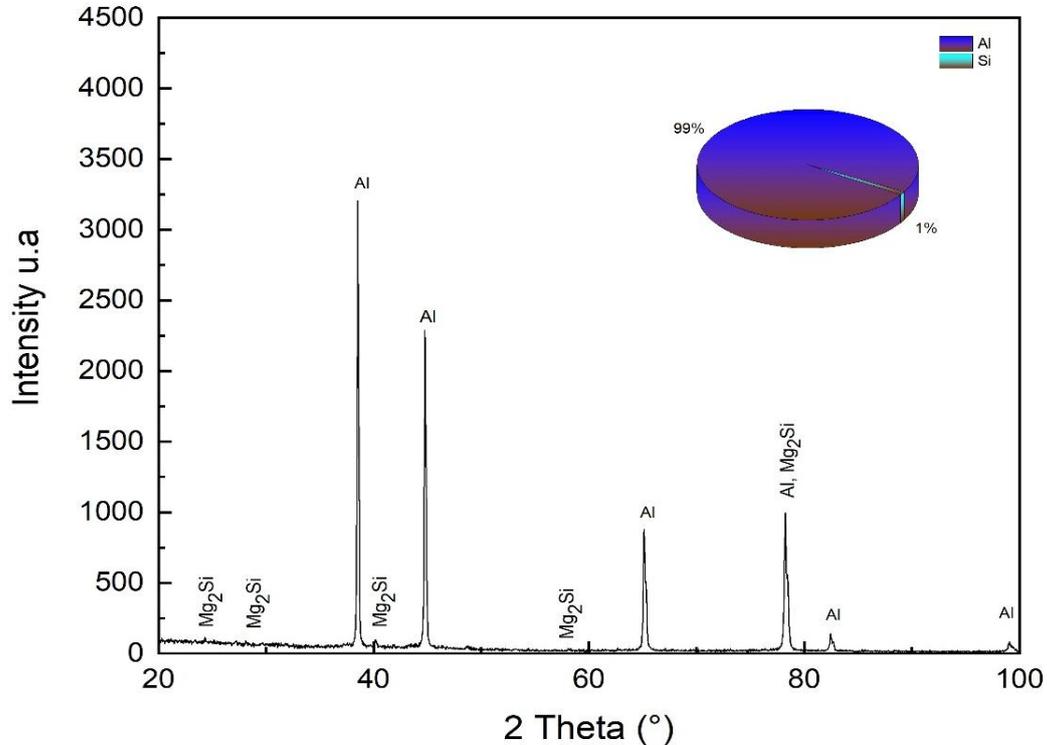


Figure IV.8 : Diffractogramme des rayons X pour l'alliage A6061

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

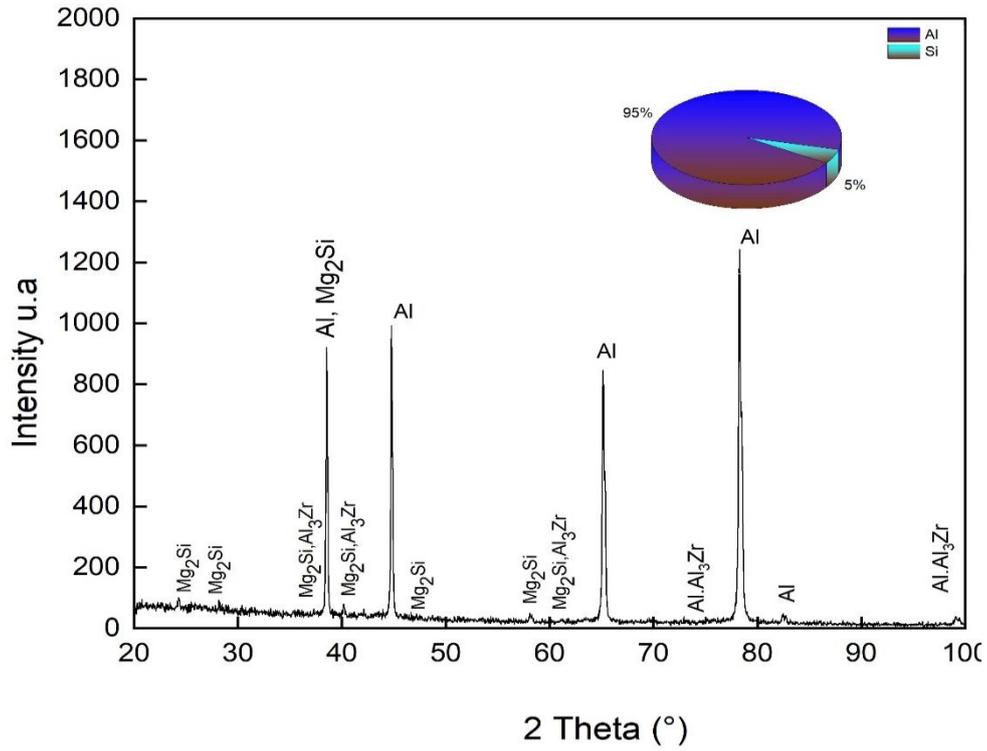


Figure IV.9 : Diffractogramme des rayons X pour l'alliage A6061+0.05%Zr

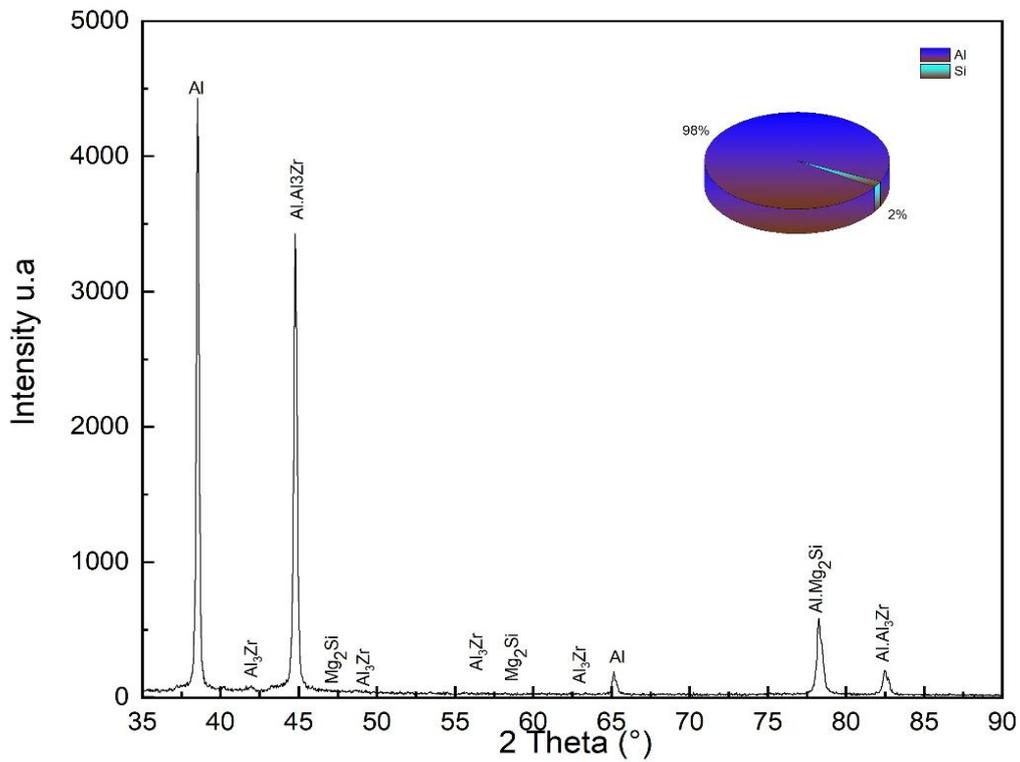


Figure IV.10 : Diffractogramme des rayons X pour l'alliage A6061+0.1%Zr

IV.3.3 Caractérisation mécanique

IV.3.3.1 Essai de microdureté

La figure IV.11, présentent l'effet Du temps de maintien du revenu et l'effet du l'ajout du zirconium, sur la micro-dureté. En examinant ces courbes on peut remarquer que :

- ✓ A travers les mesures de profils de micro-dureté effectuées pour l'A6061 à 190°C, une variation croissante de 43Hv pour 4 heures du maintien à 60Hv pour 7 heures du maintien.
- ✓ Pour l'A6061 avec 0.1% du zirconium, le profil de la micro-dureté est presque similaire à celui d'A6061 mais il enregistre une légère amélioration.
- ✓ On note aussi que la dureté de l'alliage A6061+0.05%Zr enregistre une valeur maximum après 6 heures à 190°C du maintien est atteint la valeur de 70 Hv cette valeur diminue brusquement après 6 heures.

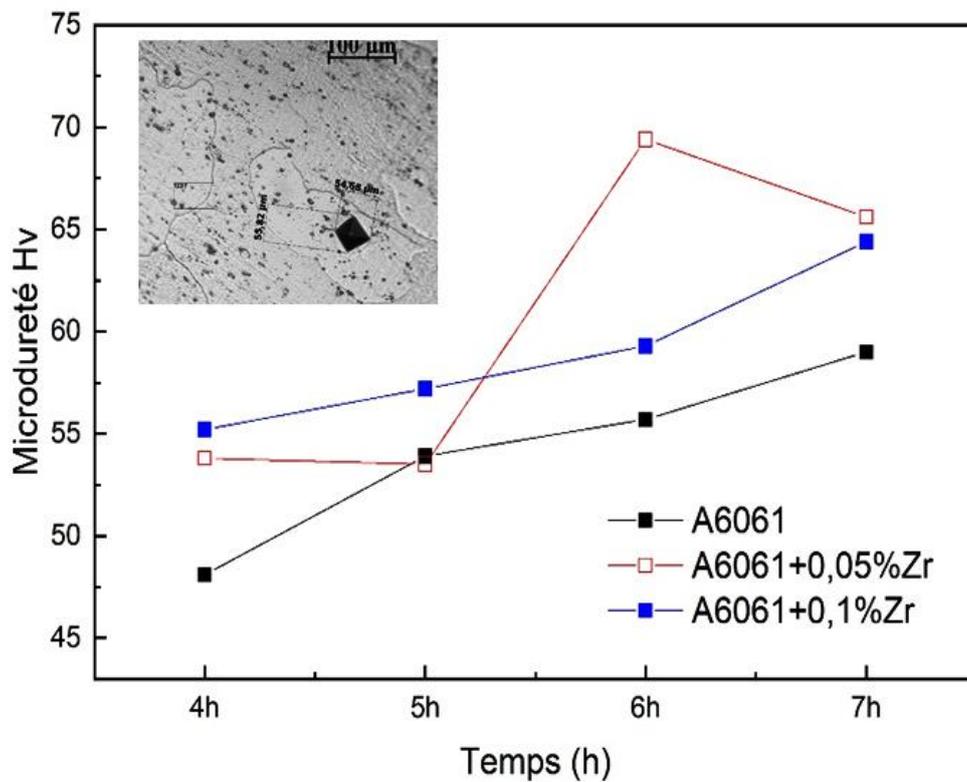


Figure IV.11 : Variation de la microdureté des alliages élaborées A6061, A6061+0.05%Zr et A6061+0.1%Zr en fonction de temps de maintien.

IV.3.3.2 Essai de traction

Les essais de traction ont pour but la détermination des caractéristiques mécaniques des trois alliages A6061, A6061+0.05%Zr et A6061+0.1%Zr. Les résultats issus de ces essais sont présentés ci-dessous :

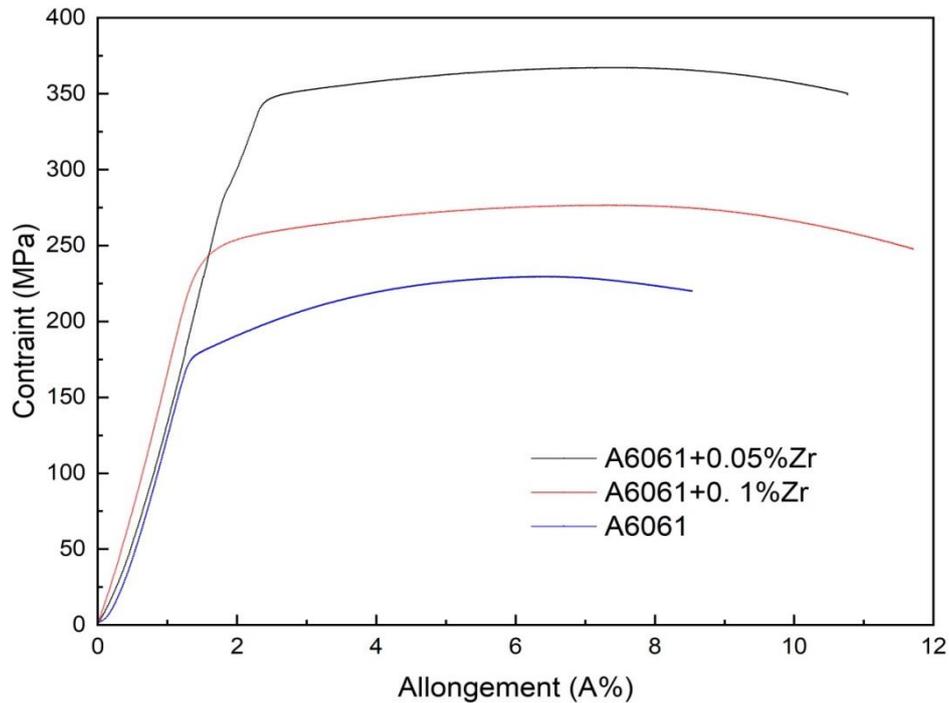


Figure IV.12 : Courbe de traction pour les alliages A6061, A6061+0.05%Zr et A6061+0.1%Zr.

Les courbes de traction de la figure IV.12 présente une amélioration des propriétés mécaniques à savoir la limite élastique et la résistance mécanique en passant de l'alliage A6061 sans zirconium à un l'alliage A6061+0.1%Zr. Les valeurs obtenues mis en évidence une augmentation des valeurs de la limite élastique (R_e) de 175 MPa vers 240 puis 340MPa pour les alliages A6061, A6061+0.1%Zr et A6061+0.05%Zr respectivement. De même, la résistance mécanique passe de 220 MPa vers 260 puis 370. Par ailleurs l'allongement augmente de 7.5% pour atteindre une valeur de 8.5 et 10 %.

D'après les courbes de traction, on voit que les caractéristiques mécaniques de l'alliage A6061 s'améliorent avec l'ajout des petites quantités du zirconium

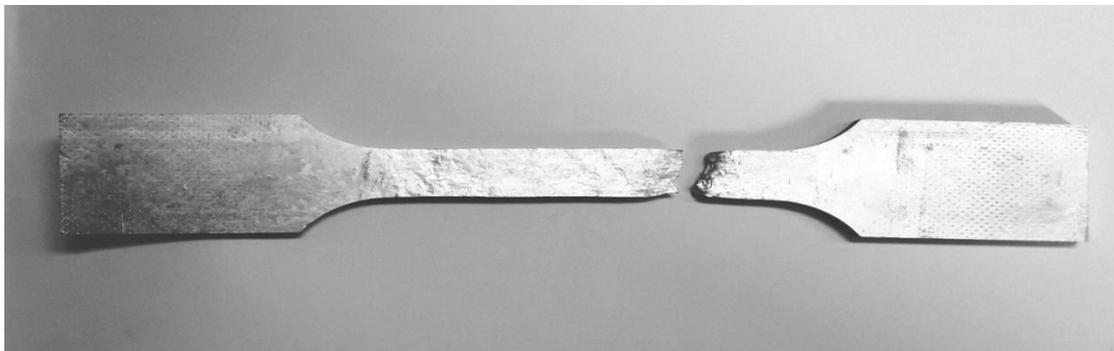


Figure IV.13 : Epreuves de traction après l'essai.

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

La figure IV.13 présente une éprouvette de traction après une sollicitation mécanique. Nous avons remarqué que :

- La rupture n'est pas centrée.
- La section de rupture n'est pas droite.

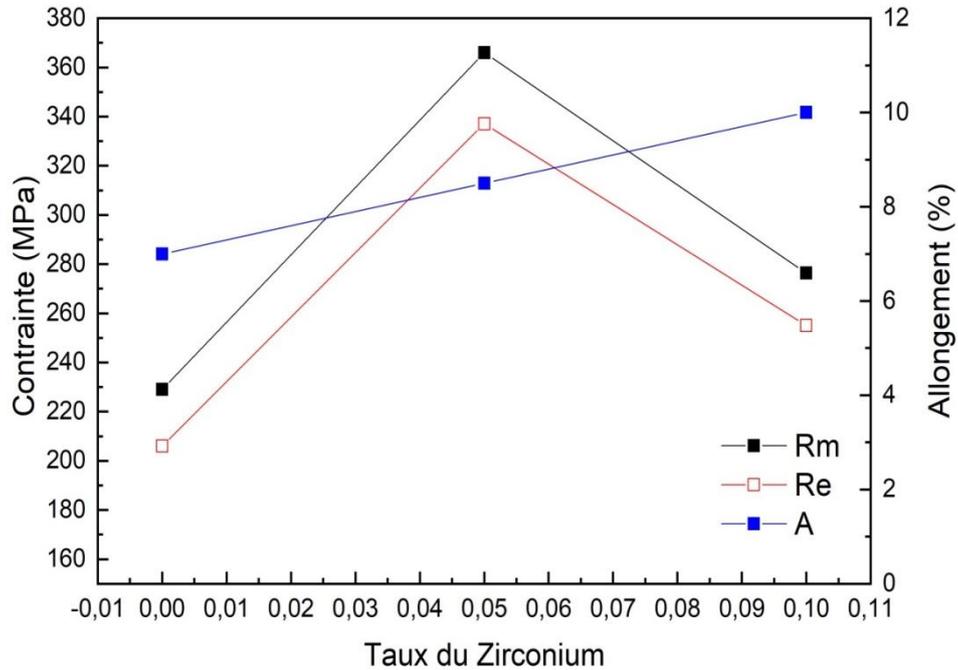


Figure IV.14 : Variation de la résistance à la traction R_m , la limite élastique R_e et l'allongement $A\%$ en fonction du pourcentage du zirconium ajouté

D'après la figure ci-dessus, on peut observer aussi que, pour l'alliage A6061 avec un ajout de 0.05% de zirconium, la résistance mécanique et la limite élastique passe par le maximum, 370 et 340 MPa respectivement.

L'allongement à la rupture, par contre, diminue pour l'ajout de 0.05% du zirconium. D'une façon générale, si l'on veut obtenir une résistance mécanique élevée et conserver néanmoins des allongements substantiels, il faut plutôt choisir un la fraction d'élément ajouté optimale.

IV.3.3 Facies de rupture

Les faciès de rupture des trois alliages A6061 avec et sans ajout du zirconium ont été examinés avec un MEB, pour déterminer la nature de rupture pour chaque alliage, les résultats sont présentés sur la figure IV. 15:

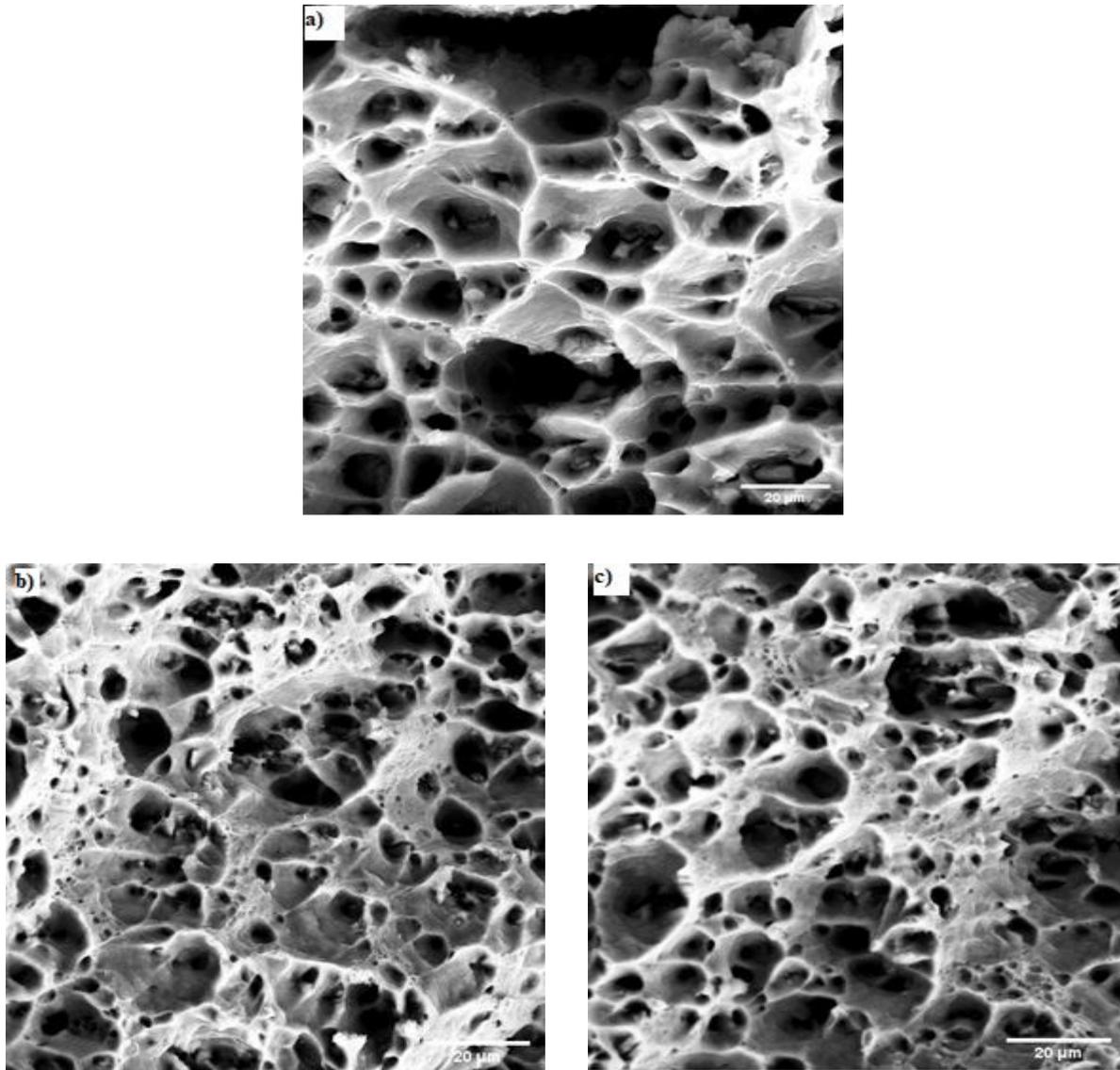


Figure IV.15 : Faciès de rupture des essais de traction des alliages a) A6061, b) A6061+0.05%Zr et c) A6061+0.1%Zr

A partir des micrographies par MEB des faciès de rupture, nous avons remarqué que les surfaces de fracture des trois alliages sont très similaires. Tous les faciès contiennent de nombreux micro-vides et un grand nombre de fossettes qui indiquent le mode de rupture ductile.

La fracture ductile a un aspect gris et fibreux avec des fossettes équiaxiales. Ces fossettes apparaissent à la suite de la formation de micro-vides qui fusionnent généralement autour des

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

précipités. En outre, on peut voir que pour les deux alliages A6061+0.05%Zr et A6061+0.1%Zr, les fossettes deviennent plus fines et moins profondes en raison du raffinement du grain et de la fragmentation des différentes particules intermétalliques.

IV.3.4 Essai de résilience

En contrôle industriel, l'énergie de rupture d'une éprouvette de résilience est souvent un repère de qualité pour les mécaniciens. Elle est d'autant plus significative pour le cas des matériaux qui se rompent dans le domaine élastique avant d'atteindre la déformation plastique. C'est une caractéristique très importante dans le plan d'assurance de la qualité des matériaux.



Figure IV.16 : Epreuves de résilience après l'essai.

Tableau IV.2 : Grandeurs relatives à l'essai de résilience.

L'alliage	Kv (Joule) Essai I	Kv (Joule) Essai II	Kv (Joule) Essai III	Kv _{moy} (Joule)	Kcv (J/cm ²)
A6061	16,863	17,494	17,132	17,163	21.453
A6061+0.05%Zr	18,863	17,863	18,279	18,335	22.913
A6061+0.1%Zr	17,899	18,251	17,295	17,815	22.268

Chapitre IV : Résultats Et Discussions

La figure IV.16 présente une partie de l'éprouvette de résilience après l'essai et le tableau IV.2, présente les valeurs de la résilience déterminées à partir des tests de Charpy des éprouvettes étudiées. On enregistre des valeurs presque similaires pour les trois alliages. L'évolution de la résilience d'un alliage à l'autre est liée à la microstructure (Taille des grains, nature et taille des intermétalliques et leurs distributions). D'après les résultats obtenus, nous confirmons que les trois alliages alliage A6061 avec et sans l'ajout de zirconium présentent une rupture de type ductile. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenues par les essais de traction.

D'après plusieurs recherches, le type de rupture est étroitement lié à la valeur de la résilience. Plus le matériau présente des valeurs de résilience importantes, plus celui-ci est plus ductile et vice-versa.

IV.4 Conclusion

A partir des résultats de ce chapitre on distingue que le comportement mécanique d'un alliage A6061 est lié aux conditions d'élaboration et des traitements thermique c'est-à-dire la microstructure (tailles des grains, taille, distribution, nature et comportement des précipités) .

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Le présent travail a fait l'objet d'une étude de l'effet du zirconium et l'influence des traitements thermiques sur les propriétés structurale et mécanique de l'alliage A6061 utilisé comme matériau de gainage dans la fabrication des éléments combustible et les cibles d'irradiation.

L'étude de l'évolution structurale a été essentiellement basée sur l'observation par microscopie optique, microscopie électronique à balayage (MEB), l'analyse des spectres de diffraction des rayons X (DRX), les essais de traction, de résilience et la mesure de microdureté. Les résultats obtenus peuvent se résumer comme suit :

- L'observation au microscope optique montre que la taille moyenne des grains est plus fine, et donne une micro dureté plus élevée dans le cas d'un vieillissement à 190°C durant 6 heures et que ce traitement est le plus bénéfique dans l'amélioration des propriétés mécaniques grâce à l'accélération de la précipitation pour l'alliage A6061 de pureté nucléaire (industriel).

- L'étude microstructurale de l'alliage A6061 de pureté nucléaire (industriel) a mis en évidence que le traitement thermique de mise en solution, trempe suivi d'un vieillissement artificiel permet d'obtenir une microstructure fine qui améliore les propriétés mécaniques.

- Les résultats de la diffraction des rayons X et l'analyse EDS montrent la présence des phases intermétalliques Mg_2Si , Al_3Zr , des intermétalliques du fer.

- L'ajout du zirconium à 0.05% en poids améliore le comportement mécanique (micro dureté, résilience, résistance à la traction, limite élastique et l'allongement) de notre alliage en provoquant la formation du nano-précipités Mg_2Si (accélération du taux de précipitation).

- La taille et la distribution des précipités qui sont conditionnées par la température et le temps de maintien du vieillissement et le taux des éléments d'addition influent sur le comportement mécanique de notre alliage.

Le travail entrepris a abouti à un certain nombre de résultats accompagnés des interprétations des expériences réalisées, mais il n'en demeure pas moins que cette étude demande des affinements qui font l'objet de nos perspectives de recherche.

- Etudier l'influence des traitements thermiques (température, temps) sur le comportement mécanique de l'alliage A6061 avec et sans zirconium après mis en forme.
- Refaire les élaborations avec d'autre taux de zirconium
- Compléter l'étude par l'analyse DSC
- Etudier le comportement électrochimique des alliages élaborés

**Références
Bibliographique**

Références bibliographiques

- [1] : M. COLOMBIE. Matériaux métalliques. Paris: DUNOD, 2000, 867 p.
- [2] : D. LANDOLT. Corrosion et chimie de surfaces des métaux. Lausanne: PPUR, 1997, 564 p.
- [3] : EURALLIAGE. Spécialiste du stockage du négoce et de la découpe des métaux non ferreux. < <http://www.euralliage.com> />, 2014.
- [4] : X. DORÉ. Modélisation de la microségrégation et de l'homogénéisation dans les alliages multicomposés : Application au système Al-Mg-Si. Thèse de doctorat, Ecole polytechnique fédérale de Lausanne, 2000.
- [5] : C. VARGEL, Les propriétés physiques de l'aluminium , in Corrosion de l'Aluminium, Dunod, 2004.
- [6] : S. MECHERI , Etude des réactions des Transformations de phase dans les alliages d'aluminium sous forme des tôles, mémoire de magister, université Mentouri-Constantine, 2007.
- [7] : Propriétés des alliages d'aluminium de fonderie. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, vol. M4 675, 2001.
- [8] : E. SARRAZIN, Modélisation du soudage d'alliages d'aluminium. Thèse de doctorat. Lille, 1995.
- [9] : A. LEBERT, Etude expérimentale et prévision des mécanismes de rupture des tôles et des joints soudés bout à bout en alliage d'aluminium 6056. Mécanique .École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005.
- [10] : B. KAPUSTA. Influence des neutrons thermiques et rapides sur les alliages d'aluminium de la série 6000, Jean-Eric Campagne, Paris, 2003, 5 p.
- [11] : S. HADJI. Matériaux Nucléaires. Support de cour interne, CRND .2013.
- [12] : JD. EMBURY. Strengthening mechanisms in Al alloys an overview of natural limits and engineering possibilities. Materials Science Forum, 1996.
- [13] : A. GUINIER. « On the birth of GP zones » *Proceedings of ICAA5* (Suisse, Scientific Net <http://www.scientific.net>), France, July 1996.
- [14] : H. NEMOUR, Etude des cinétiques de précipitation, de recristallisation et du durcissement structural dans un alliage Al-Mg-Si sévèrement déformé par laminage à froid, Thèse de doctorat, université Badji Mokhtar- Annaba, 2017.
- [15] : I. HAMDI, Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage d'aluminium (série 6000) Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider Biskra, 2014.
- [16] : D. MAISONNETTE, Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute température sur un alliage d'aluminium 6061-T6, Thèse de doctorat, INSA Lyon, 2010.
- [17] : TOURNAIRE, MARCEL et M. RENOUEAU, Contribution à l'étude des alliages Al-Mg-Si, Revue de Métallurgie, 1953.

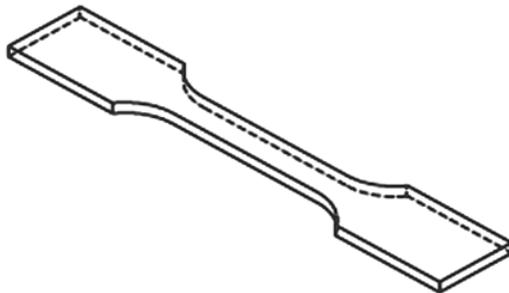
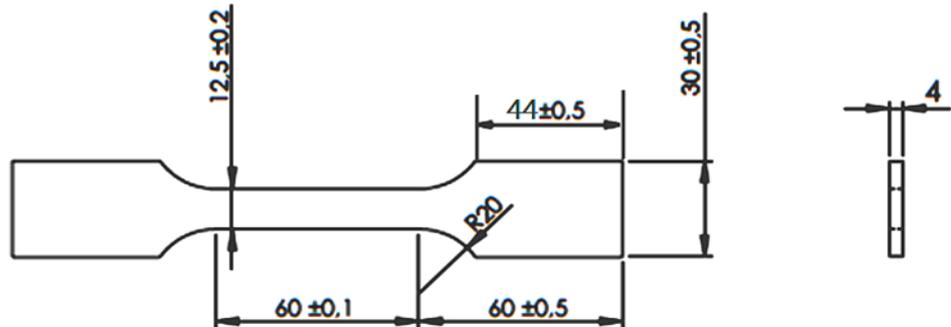
Références bibliographiques

- [18] : D. GEUSER, Interprétation et traitement des données de sonde atomique tomographique: application à la précipitation dans les Al-Mg-Si, Thèse de doctorat, Université de Rouen, 2005.
- [19] : J. ASENSIO-LOZANO et G. F. VANDER VOORT, Effect of Processing Steps on the Mechanical Properties and Surface Appearance of 6063 Aluminium Extruded Products, 2014, <http://dx.doi.org/10.3390/ma7064224>.
- [20] : N.KUIJPERS, Kinetics of the β -AlFeSi to α -Al(FeMn)Si transformation in Al-Mg-Si alloys, Thèse de doctorat, Université de Technologie de Delft, 2004.
- [21] :C. FLAMENT, Etude des évolutions microstructurales sous irradiation de l'alliage d'aluminium 6061-T6, Thèse de doctorat, Université Grenoble Alpes, 2016.
- [22] : D. GRANHOLT, Precipitate Structure Changes during Overaging in an Al-Mg-Si Alloy, Thèse de doctorat, Université des Sciences et de la Technologie de Norvège . 2012.
- [23] : C. CAYRON et P.A .BUFFA, Transmission electron microscopy study of the β' phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys): ordering mechanism and crystallographic structure, *Acta Materialia*, 2000.
- [24] : S.HASTING, G.FROSETH et J.ANDERSEN, Composition of β'' precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations, *Journl of Appl Phys*, <http://dx.doi.org/10.1063/1.3269714>.
- [25] : P.M. DERLET, S.J. ANDERSEN, C.D. MARIOARA et A. FROSETH, A first-principles study of the β'' - phase in Al – Mg – Si alloys, *Journal of Physics: Condensed Matters*, 2002, <http://dx.doi.org/10.1063/1.3269714>.
- [26] : J. ANDERSEN, H.W. ZANDBERGEN, J. JANCEN, C. TRAEHOLT, U. TUNDAL et O. REISO, The Crystal Structure of the β'' Phase in Al-Mg-Si Alloys, *Journal of Acta Mater*, 1998.
- [27] : W. REKIK, Etude de la ténacité d'une soudure en undermatch : Application à la tenue mécanique de la jonction soudée FE en Al 6061-T6, Thèse de doctorat , Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers : 2016.
- [28]: G. MRÓWKA-NOWOTNIK, J. SIENIAWSKI et M. WIERZBI!SKA, Intermetallic phase particles in 6082 aluminium alloy, *Archives of Materials Science and Engineering*, 2007.
- [29] : V. MASSARDIER et T. EPICIER, Study of the influence of a low copper addition and of an excess silicon on the precipitation kinetics and on the precipitation sequence of Al -Mg₂Si alloys, *Journal of Mater. Sci.*, 2002.
- [30] : Y. SHEN, Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : approche micromécanique, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012.
- [31] : Traitements thermiques des alliages d'aluminium. M1290: Technique de l'ingénieur.
- [32] : R.A.FOURNELLE, J.B.CLARK, *Metallurgy. Transformation* , 1972.

Références bibliographiques

[33]: E. LINDH, J. HAGSTROM et T. FURU, Industrial verification of microstructural models for thermomechanical processing by application to hot rolling of AA3104 , *ICAA7*, 2000.

Annexes



CRND

BP 43 Sebala Draria

DESSINE PAR : Lh. MEDJKOUN

VERIFIE PAR :

VALIDE PAR :

MATIERE : Aluminium

MASSE :

TOL.GEN : ± mm; ± °

PROJET :

DATE :

Description :

Eprouvette de traction ASTM E8

PLAN N° :

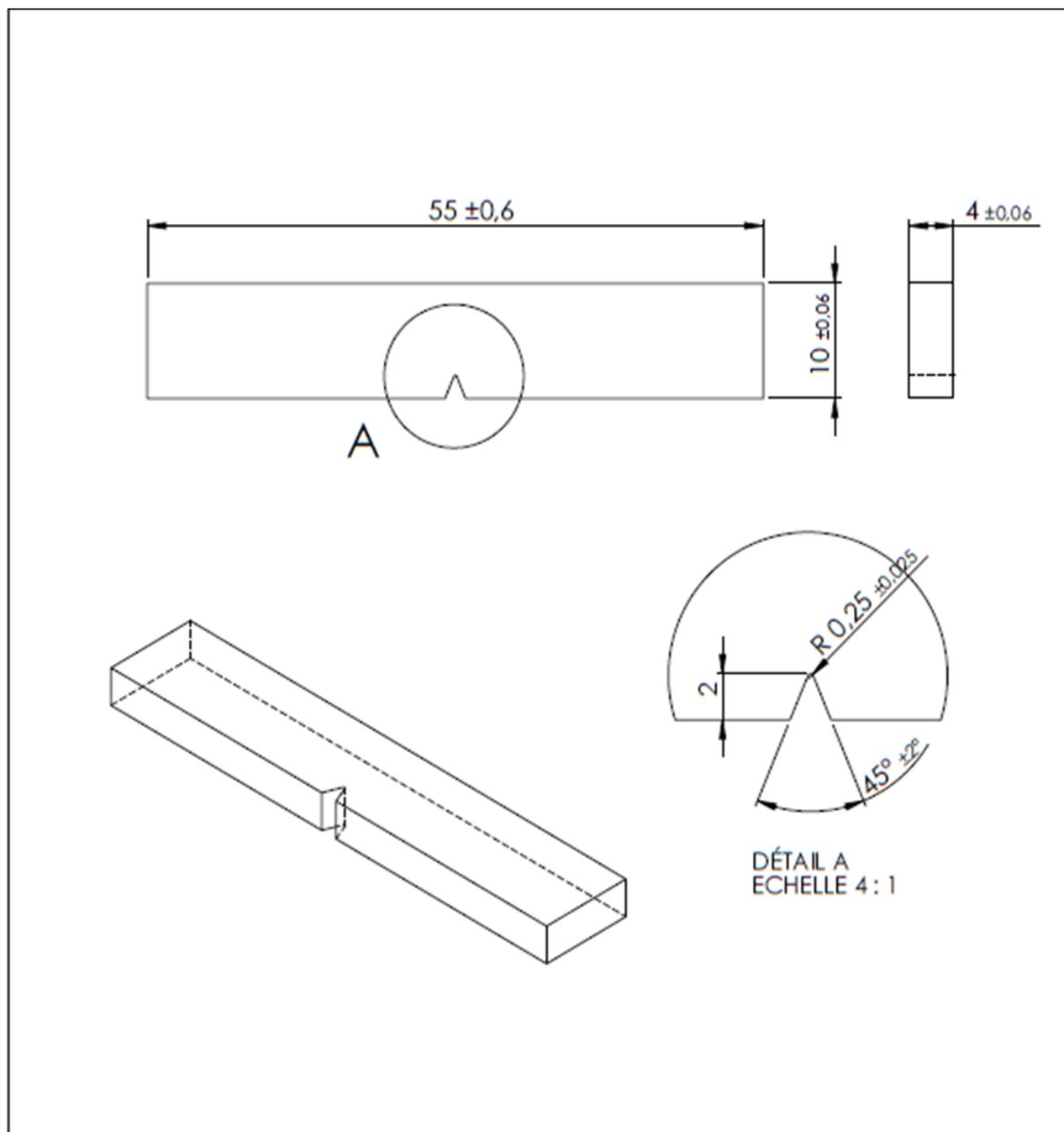
Révision :

FEUILLE : 1/1

FORMAT : A4

ECHELLE 1:2





CRND

BP 43 Sebala Draria

DESSINE PAR : L. Medjkoun

VERIFIE PAR :

VALIDE PAR :

MATIERE : Aluminium

MASSE :

TOL.GEN : $\pm 1\text{mm}$; $\pm 1^\circ$

PROJET :

DATE :

Description :

**Eprouvette de résilience
EN 10045-1**

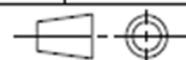
PLAN N° :

Révision :

FEUILLE : 1/1

FORMAT : A4

ECHELLE 2:1



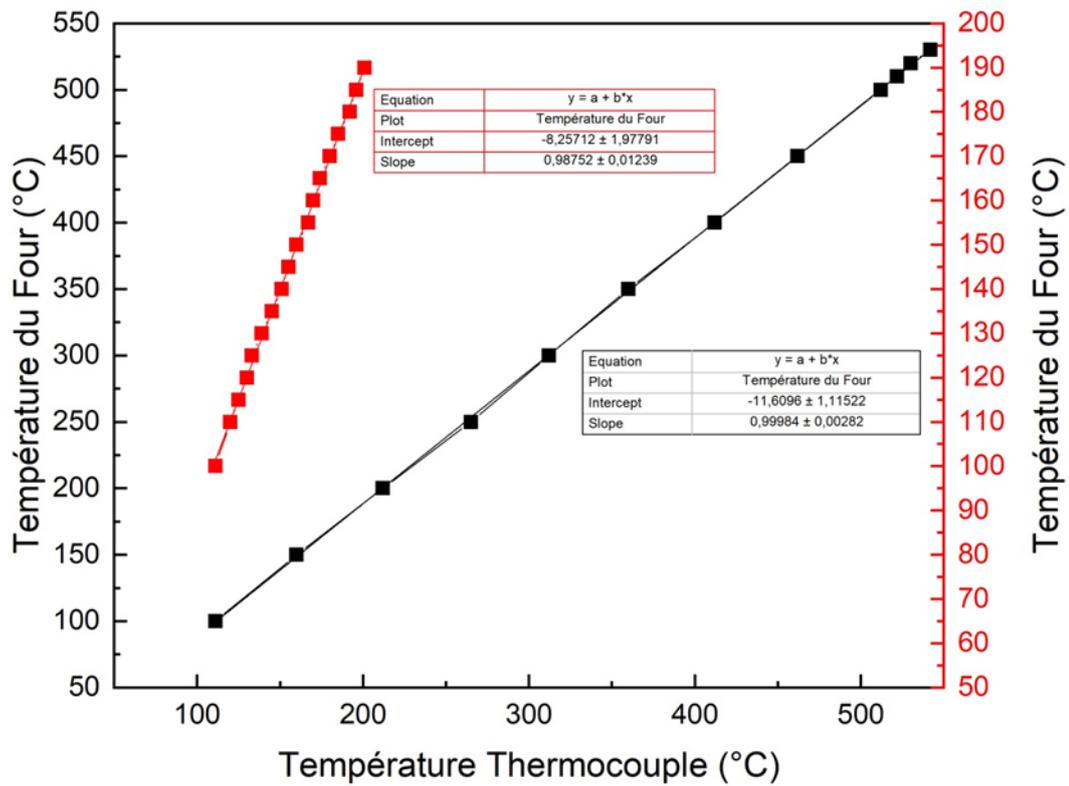


Figure 1 : Courbe d'étalonnage du four utilisé pour les traitements thermique