

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE

FACULTE DES SCIENCES EXACTES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :.....

Série :.....

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Métallurgie

THEME

Dilatométrie de tôles à base d'aluminium

Par :

M^{elle} Saadallah soror

Soutenu le : / / 2007

Devant le jury :

Président : N. Boukheit *M. C.* Université Mentouri-Constantine

Rapporteur : S. Hamamda *Prof* Université Mentouri-Constantine

Examineurs : R. Bensaha *Prof* Université Mentouri-Constantine

A. Boubertakh *M. C.* Université Mentouri-Constantine

 M. Benabdoun *M. C.* Université Mentouri-Constantine

Remerciements

Ce travail a été réalisé au Laboratoire « Thermodynamiques et Traitements de surfaces des Matériaux » sous la direction du Professeur S. Hamamda.

Je souhaite exprimer ma reconnaissance sincère et ma sympathie à Monsieur S. Hamamda Professeur au département de physique, faculté des sciences exactes de l'université Mentouri de constantine.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur N. Boukheit, Maître de Conférences à l'université Mentouri de constantine, d'avoir bien voulu me faire l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

Je remercie l'ensemble des membres du Jury d'avoir accepté de juger ce travail ; notamment Monsieur R. Bensaha, Professeur à l'université Mentouri de constantine et Monsieur M. Benabdoun Maître de Conférences à l'université Mentouri de constantine.

Je suis particulièrement honorée de la présence dans ce Jury, de Monsieur A. Boubertakh Maître de conférences à l'université Mentouri de constantine.

Je tiens également à remercier les membres du laboratoire « Thermodynamique et Traitement de surface des Matériaux » qui m'ont accueilli au sein de leur groupe.

J'aimerais adresser une mention très spéciale à B. Assous, Chargé de Cours à l'Université de M'sila, pour sa disponibilité exemplaire, son aide et ses conseils précieux.

Je tiens également à remercier les membres du Laboratoire de M'sila, ce qui m'ont permis de mener à bien ce travail et dans les meilleures conditions.

Un salut sympathique à tous mes camarades avec qui j'ai pu tisser des liens d'amitié solide.

Je ne saurai terminer sans remercier toute ma famille, mes parents, mes frères et mes sœurs ainsi que mon mari pour tous leurs encouragements, leur soutien de tout l'instant surtout dans les moments difficiles.

Que les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce modeste travail trouvent l'expression de ma gratitude.

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Bibliographique sur la précipitation et la recristallisation des solutions solides sursaturées

I.1. Introduction.....	2
I.2. Aspect thermodynamique de la germination et de la croissance d'une seconde phase dans une matrice sursaturée.....	2
I.2.1. Phénomène de germination.....	2
a/ Germination homogène dans les solides.....	3
b/ Germination hétérogène dans les solides.....	6
I.2.2. Croissance des précipites.....	10
I.3. Coalescence des précipites.....	12
I.4. Cinétique de la précipitation.....	13
I.4.1 Vitesse de réaction	13
I.4.2 Séquence de précipitation.....	15
I.5. Influence des lacunes en sursaturation sur la décomposition de la phase sursaturée...	17
I.5.1. Généralités sur les lacunes.....	17

Chapitre II : Aluminium et alliages d'aluminium

I. Introduction	24
I.1. L'aluminium et ses alliages	24
I.2. Principales utilisations de l'aluminium.....	25
I.3. Choix des matériaux.....	29

II. Rappels de métallurgie de l'aluminium.....	29
II.1.Durcissement de l'aluminium.....	29
II.2.Famille d'alliages d'aluminium.....	30
III Précipitation dans les alliages Al.Mg.Si.....	40
III. 1.a. Séquence de précipitation.....	40
A. SSS.....	41
B. Phase durcissante B''.....	42
C .Phase B'.....	45
D. Phase d'équilibre B Mg ₂ Si.....	45

Chapitre III : Matériaux étudiés et méthodes expérimentales utilisées

I. Alliages utilisés.....	47
II. Méthodes expérimentales utilisées.....	47
II.1. Analyse calorimétrique différentielle à balayage	47
II.2. Dilatométrie.....	49
II.3.Microscopie optique.....	51
a/ Polissage.....	51
b/ Attaque chimique.....	51
II.4. Micro dureté.....	52
II.5. Diffractions des rayons X.....	53
II.5.1. Description.....	53
II .5.2. Principe de la méthode.....	53

Chapitre IV : Résultats expérimentaux et interprétations

I.1 Résultats d'analyse dilatométrique	54
Tôle 1.....	54
Tôle 2.....	
I.2 Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle	65
I. 3 Microscopie optique	69
I.4 Diffraction des rayons X.....	70
I.5 Micro dureté-Hv.....	72
Conclusion générale.....	73
Références	75

Introduction générale

De nombreux phénomènes physiques peuvent se produire lorsque des particules ou des impuretés interfèrent ou diffusent à l'intérieur d'un alliage.

L'un des objectifs de ce travail est l'étude de l'influence de l'épaisseur sur le coefficient de dilatation thermique en fonction de la température. Pour cela, nous avons pris deux séries de tôles contenant les mêmes éléments d'addition. Mais leurs concentrations sont différentes.

Chaque série est composée de trois tôles d'épaisseurs (1 ; 1.15 et 1.35) mm.

A partir de chaque tôle, nous avons découpé trois échantillons selon X, Y et Z.

X-direction parallèle au laminage, Y-direction perpendiculaire au laminage, et Z- direction perpendiculaire au plan de laminage.

Pour réaliser ce travail, plusieurs techniques expérimentales ont été nécessaires pour mener à bien cette étude. Le dilatomètre utilisé est du type DIL 402C NETTZSCH4. Pour mesurer la DSC, nous avons pris un calorimètre SETARAM DSC-92. Les diffractogrammes ont été obtenus à l'aide du diffractomètre Siemens D8 ADVANCE. La micro-dureté a été mesurée à l'aide du Microduremètre semi automatique du type ZWICK à pénétration Vickers. Et enfin, nous avons utilisé le microscope optique OLYMPUS BX51M.

Le manuscrit de la présente thèse est conçu de la manière suivante :

Le chapitre I est consacré à l'étude générale de la métallurgie, des phénomènes de précipitation et de recristallisation des solutions solides sursaturées.

Le chapitre II : est réservé à la description des caractéristiques de l'aluminium et à l'étude des alliages d'aluminium.

Dans le chapitre III : nous décrivons les méthodes expérimentales utilisées.

Chapitre IV : Analyse des résultats dilatométriques et comparaison avec ceux obtenus par les autres techniques.

Nous terminons par une conclusion générale qui regroupe tous les résultats obtenus et leurs interprétations.

Chapitre I

**Bibliographie sur la
précipitation et la
recristallisation des
solutions solides
sursaturées**

1- INTRODUCTION

Une caractéristique très intéressante dans la plupart des diagrammes d'équilibre, fait que la solubilité limite diminue avec la température. Il en découle qu'un alliage, qui serait monophasé à une certaine température, peut devenir biphasé à des températures plus basses. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases est désigné par le terme de précipitation.

Il existe, en général, deux types de précipitation : la précipitation discontinue et la précipitation continue.

La précipitation est dite discontinue lorsqu'au cours de la transformation il y a coexistence de deux régions, l'une où la transformation est complète et l'autre où la solution solide est encore sursaturée. La transformation s'amorce en général sur les joints de grains en développant des cellules qui contiennent des précipités sous forme de lamelles (d'où l'autre appellation de précipitation cellulaire). Lors de cette précipitation le paramètre de la maille varie d'une manière discontinue avec deux valeurs distinctes, l'une correspondant à la solution solide encore sursaturée et l'autre à la solution solide d'équilibre.

Lors de la précipitation continue, la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir d'une manière continue, aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice. On observe alors un seul paramètre du réseau dont l'évolution est continue.

Cependant, il existe des systèmes d'alliages dans lesquels se produisent les deux types de précipitation (exemple Cu-In et Cu-Sn [1]).

On peut en outre se retrouver en présence d'une précipitation continue qui se produit d'une manière hétérogène de telle façon qu'elle laisse apparaître un double paramètre du réseau (caractéristique d'une précipitation discontinue), sans pour autant que l'on puisse affirmer que c'est une précipitation discontinue, puisque la variation de ces deux paramètres reste continue et se développe principalement à l'intérieur des grains et non aux joints (exemple du système Al-Mg [2]).

2- ASPECT THERMODYNAMIQUE DE LA GERMINATION ET DE LA CROISSANCE D'UNE SECONDE PHASE DANS UNE MATRICE SURSATURÉE

2.1. PHENOMENE DE GERMINATION

Les idées de base de la théorie classique de la germination ont été données par Gibbs en 1878. Elles sont centrées autour du fait que la germination nécessite un apport d'énergie pour créer une interface entre la nouvelle phase et la phase mère.

Le cas le plus simple que l'on peut décrire par cette théorie est la solidification d'un métal pur. C'est à dire la germination d'une phase solide dans un liquide. En effet, il n'y a pas de changement de composition et l'énergie de déformation accompagnant la croissance d'un germe solide dans un liquide est parfaitement négligeable. Ainsi, il y a deux termes dans le bilan énergétique : l'un est le gain en énergie libre volumique, représentant la force motrice de la transformation et l'autre représentant une quantité d'énergie qu'il faut compenser pour donner un germe stable.

C'est de là que vient la barrière d'énergie qu'il faut franchir; franchissement rendu possible grâce à l'agitation thermique. D'où le qualificatif de phénomène thermiquement activé, donné à la germination.

a- Germination homogène dans les solides

On va considérer le cas de la précipitation d'une phase β riche en composé B, à partir d'une solution solide sursaturée α riche en composé A. Pour la germination de la phase β , les atomes de type B doivent tout d'abord diffuser à travers la matrice α pour former un petit volume dont la composition correspond à celle de la phase β , ensuite, si c'est nécessaire, se réarranger suivant la structure cristalline de β .

Comme dans le cas d'une transformation liquide-solide, une interface α/β est créée durant ce processus, ce qui cause l'apparition d'une barrière d'énergie dite énergie d'activation.

Lors de la variation de l'énergie libre associée au phénomène de germination dans un solide, on note les trois contributions suivantes :

- A une température où la phase β est stable, la création d'un volume V de phase β va entraîner une réduction de l'énergie libre égale à $V \cdot \Delta G_v$, ΔG_v étant la variation de l'énergie libre par unité de volume transformée de la phase α en phase β .
- Et si on admet que l'énergie de l'interface α/β est isotrope, alors on peut affirmer que la création d'une aire A d'interface α/β augmentera l'énergie libre de la quantité $A\gamma$. γ étant l'énergie libre superficielle par unité de surface.
- En général, le nouveau germe peut ne pas avoir le même volume que l'espace initial occupé par la matrice mère; ce qui peut être à l'origine de l'apparition d'une énergie de déformation élastique d'accommodation ΔG_s par unité de volume de β . Une énergie qui dépendra de la forme, de la taille et des propriétés mécaniques du précipité ainsi que celles de la matrice. Mais en

première approximation, on va considérer que cette énergie est proportionnelle au volume de l'inclusion.

La somme de ces trois termes nous donne la variation totale de l'énergie libre :

$$\Delta G = -V\Delta G_v + A\gamma + V\Delta G_s \quad (1)$$

Mis à part le terme concernant l'énergie élastique d'accommodation, cette équation est similaire à celle déduite dans le cas de l'apparition d'un germe solide au sein d'un liquide. Avec une interface solide/ liquide, γ peut être considéré avec une très bonne approximation comme ayant la même valeur en tout point de l'interface. Par contre, dans le cas de la germination à l'intérieur d'un solide, γ peut varier dans une large mesure avec le degré de cohérence de l'interface.

Par conséquent le terme $A\gamma$ dans l'équation doit être remplacé par une sommation sur toutes les interfaces du germe $\sum_i \gamma_i A_i$. L'indice i représente les différentes interfaces.

Cependant, si on ignore en première approximation, la variation de γ en fonction des différents types d'interfaces du germe et si on suppose que le germe est sphérique avec un rayon r , alors l'équation du bilan énergétique en fonction de la taille du germe peut s'écrire de la façon suivante :

$$\Delta G = -\frac{4}{3}\pi r^3 (\Delta G_v - \Delta G_s) + 4\pi r^2 \gamma \quad (2)$$

Il faut noter que le terme de l'énergie élastique a pour effet de réduire la force motrice effective de la transformation. Cette dernière est négative (pour peu que le terme ΔG_s reste inférieur à ΔG_v , autrement il ne peut y avoir germination puisque ΔG serait toujours positif) et sa variation est en r^3 , tandis que le terme dû à l'interface est positif et sa variation est en r^2 . Cela veut dire qu'au début, il y a prédominance de l'énergie d'interface qui laisse place par la suite à une prédominance de la force motrice. Donc l'énergie libre totale est nulle pour $r=0$, et augmente avec r pour atteindre un maximum. Ensuite, elle diminue pour s'annuler et prendre des valeurs négatives. Le maximum de la courbe est atteint pour les valeurs critiques suivantes :

$$r^* = \frac{2\gamma}{(\Delta G_v - \Delta G_s)} \quad \text{et} \quad \Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3(\Delta G_v - \Delta G_s)^2} \quad (3)$$

Ce rayon critique du germe correspond à une valeur de r au-dessus de laquelle, en grandissant par capture d'autres atomes, l'énergie libre diminue et en dessous l'apport d'atomes augmentera l'énergie. En d'autres termes, lorsque $r \geq r^*$ le germe sera stable et croîtra, dans le cas contraire il sera instable et disparaîtra.

ΔG^* représente l'énergie d'activation de la germination. Il faut noter qu'il peut y avoir des germes avec un rayon qui correspond à un ΔG positif (c'est à dire dont le rayon est tel que $r_{\Delta G=0} > r > r^*$) et pourtant ils seront stables par la suite. On pourrait dire que ces germes ne devraient pas exister en avançant qu'ils augmentent l'énergie libre du système. En réalité, ces « transgressions » ne sont possibles que grâce au caractère statistique de l'arrangement et de la distribution de l'énergie thermique sur les composants du système. Ce caractère se manifeste par des fluctuations dans la composition en laissant apparaître d'une façon instantanée des domaines dont la composition correspond à celle de la phase β même si l'énergie libre du système augmente. Seulement, par la suite il faut ajuster ce résultat des fluctuations en essayant de diminuer l'énergie libre de ces germes apparus. Cette dernière se fait par la disparition des germes avec $r < r^*$ et la croissance de ceux avec $r > r^*$.

La force motrice de la transformation apparaît en dessous de la température d'équilibre et croît linéairement. En première approximation, avec l'augmentation du "sur refroidissement" (surfusion) ΔT . On peut donc écrire les proportionnalités suivantes [3] :

$$r^* \propto 1/\Delta T \quad \text{et} \quad \Delta G^* \propto 1/\Delta T^2 \quad (4)$$

Voyons à présent la manière dont se déroule cette germination. On peut définir la vitesse de germination comme étant le nombre de germes stables produits par une unité de volume non transformé et par unité de temps. Statistiquement, le nombre d'atomes qui ont une énergie supérieure à l'énergie d'activation de la germination est

$$n^* = n \exp(-\Delta G^*/kT)$$

n étant le nombre d'atomes dans la matrice.

Plus il y a d'atomes dont l'énergie est suffisante pour franchir l'énergie d'activation, plus grande est la probabilité de voir se former un germe ; ce qui veut dire que la vitesse de germination est proportionnelle à $\exp(-\Delta G^*/kT)$ ainsi qu'au nombre n . La vitesse à laquelle chaque germe croîtra sera directement proportionnelle à la fréquence avec laquelle un atome voisin pourra joindre le germe et cela est fonction du coefficient de diffusion en volume qui est lui même proportionnelle à $\exp(-\Delta G_m/kT)$. ΔG_m étant l'énergie d'activation de la diffusion d'un atome en substitution.

Finalement, on aboutit à la relation simplifiée suivante :

$$N = An \exp\left(-\frac{\Delta G_m}{kT}\right) \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (5)$$

A est un facteur qui englobe la fréquence de vibration des atomes et l'aire du germe.

Partant de la relation (5), on peut expliquer la forme des courbes TTT. A cause de la valeur élevée de l'énergie d'activation de la diffusion (1 à 4 eV pour les atomes en substitution), la valeur de D et par conséquent, la vitesse de germination devient très faible à basses températures, ce qui donne un temps d'incubation très important. Pour les hautes températures, l'énergie d'activation de la germination augmente suite à la diminution de la force motrice de la transformation, ce qui réduit la vitesse de germination et provoque encore un accroissement du temps d'incubation. Finalement, la vitesse maximum de germination qui correspond à un minimum pour le temps d'incubation est obtenue pour un compromis entre les deux variables température et énergie d'activation et se situe entre les deux cas extrêmes précédents, d'où la forme en C des diagrammes TTT.

b- Germination hétérogène dans les solides

La germination dans les solides, comme dans les liquides, est presque toujours hétérogène. Tous les défauts tels que les lacunes en excès, les dislocations, les joints de grains, les fautes d'empilement, les inclusions, les impuretés et les surfaces libres sont en réalité des sites préférentiels de germination pour la simple raison qu'ils ne font pas partie de la structure d'équilibre du matériau et qu'ils augmentent l'énergie libre du cristal. Si par le processus de germination, il y a « destruction » du défaut, une certaine quantité ΔG_d va être libérée, ce qui contribue à la diminution de l'énergie d'activation (ou même son élimination complète). Par conséquent, le bilan énergétique peut être écrit de la manière suivante :

$$\Delta G_{\text{hét}} = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma - \Delta G_d \quad (6)$$

Si on classe les différents sites de germination suivant l'ordre croissant de ΔG_d , c'est à dire décroissant de ΔG^* , l'ordre doit être le suivant :

- Sites homogènes ;
- Lacunes ;
- Dislocations ;
- Défauts d'empilement ;
- Joints de grains et joints d'interphase ;
- Les surfaces libres.

La vitesse de germination la plus rapide sera sur les sites qui sont les plus en bas dans la liste. Cependant, l'importance relative de ces sites pour déterminer le plus prépondérant, du point de

vue macroscopique, dépend de la concentration relative de ces derniers. Ainsi pour la germination homogène, chaque atome est un site potentiel de germination tandis que, seulement ceux qui se situent sur le joint de grain peuvent prendre part dans l'assistance à la germination sur un joint de grain.

Si la concentration des sites hétérogènes par unité de volume est n_1 , la vitesse de la germination s'exprime comme :

$$N_{het} = An_1 \exp\left(-\frac{\Delta G_m}{kT}\right) \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G_{het}^*}{kT}\right) \quad (7)$$

Le rapport entre la vitesse de germination homogène et hétérogène peut être obtenu en divisant cette dernière équation par l'équation donnant la vitesse de la germination homogène :

$$\frac{N_{het}}{N_{hom}} = \frac{n_1}{n_0} \exp\left(\frac{\Delta G_{hom}^* - \Delta G_{het}^*}{kT}\right) \quad (8)$$

Puisque le terme ΔG_{het}^* est toujours le plus petit pour la germination hétérogène, le facteur exponentiel représente toujours une grande valeur. Cependant, il y a aussi le terme n_1/n_0 qui modérera la domination de la germination hétérogène, s'il est assez petit.

b.1- Germination sur les joints de grains

Si on ignore, en première approximation, l'énergie de déformation, la forme optimale du germe doit être celle qui minimise l'énergie libre d'interface totale. Un germe incohérent apparaissant sur un joint de grain, va prendre la forme de deux calottes sphériques s'enfonçant dans le grain chacune de son côté (Fig.I.1a) avec, à l'équilibre des tensions, un angle tel que : $\cos \theta = \gamma_{\alpha\alpha} / 2\gamma_{\alpha\beta}$ (en supposant que $\gamma_{\alpha\beta}$ soit isotrope et avec la même valeur pour les deux grains, c'est à dire l'énergie de l'interface ne dépend pas de l'orientation du précipité et du grain de la matrice, ce qui n'est pas toujours le cas). Partant de là, on peut démontrer que le rapport entre l'énergie d'activation de la germination hétérogène et celle de la germination homogène est de la forme [4] :

$$\frac{\Delta G_{het}^*}{\Delta G_{hom}^*} = S(\theta) = \frac{1}{2}(2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2 \quad (9)$$

$S(\theta)$ étant un facteur de forme.

On voit bien que le pouvoir du joint de grain à réduire le terme ΔG_{het}^* dépend de la valeur de $\cos \theta$, c'est à dire du rapport $\gamma_{\alpha\alpha} / 2\gamma_{\alpha\beta}$.

Les joints de grains de grandes désorientations sont des sites très probables de germination pour les précipités incohérents avec $\gamma_{\alpha\beta}$ élevée. Si la matrice et le précipité présentent des plans de correspondance, ils peuvent former des interfaces avec une moindre énergie. La valeur de ΔG_{het}^* peut encore être abaissée (Fig.I.1b).

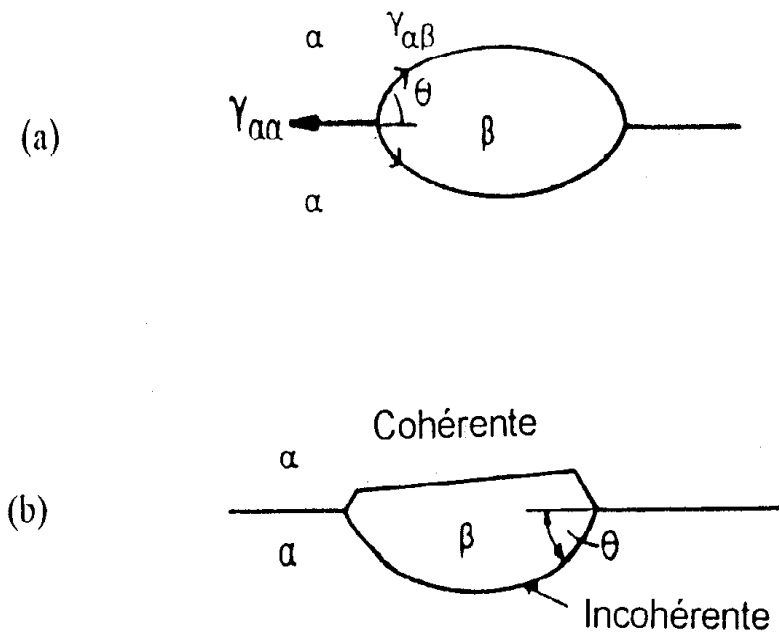


Figure I.1: Germination d'un précipité sur un joint de grain avec interfaces incohérentes avec les deux grains : (a) incohérentes avec le premier et cohérentes ou semi-cohérentes avec le second (b)

Le précipité aura une orientation préférentielle avec la matrice de l'un des deux grains.

D'autres défauts plans tels que les interfaces inclusion/matrice, fautes d'empilement et surfaces libres peuvent agir de la même manière que les joints de grains en réduisant la valeur de ΔG_{het}^* . Mais, il faut noter que les fautes d'empilement sont des sites pas très avantageux par rapport aux joints de grains de forte désorientation qui ont une énergie plus élevée.

b.2-Germination sur les dislocations

La distorsion du réseau de la matrice au voisinage d'une dislocation peut assister le processus de germination de différentes manières. L'effet prépondérant des dislocations est de réduire la contribution du terme ΔG_s dans ΔG^* , en réduisant l'énergie totale de déformation due au germe. Un germe cohérent avec un effet de taille négatif, c'est à dire dont le volume est moindre que celui de son emplacement dans la matrice, peut réduire ΔG^* ; en prenant place au-dessus d'une dislocation coin là où la région est en compression, tandis que si l'effet de taille est positif il est

plus favorable de prendre place au-dessous de la dislocation. Ainsi la probabilité d'avoir une germination hétérogène sur une dislocation est d'autant plus grande que la distorsion du réseau est plus élevée, c'est à dire d'autant plus grande que le vecteur de Burgers est plus grand.

La germination peut être favorisée, au voisinage d'une dislocation, par la ségrégation des atomes de solutés, ce qui rapproche la concentration en atomes de soluté de la matrice de celle du précipité. Une dislocation peut avantager la croissance d'un germe critique, en permettant un apport de soluté plus rapide par le fait que la dislocation fonctionne comme un court circuit de diffusion suivant lequel l'énergie de migration des atomes de solutés est moindre que celle dans la matrice. Ceci est d'autant plus vrai qu'il s'agit de dislocations coins qui ont un coefficient de diffusion plus grand que celui des dislocations vis.

Les dislocations ne permettent pas de réduire la contribution de l'énergie d'interface dans ΔG^* , comme dans le cas de la germination sur un joint de grain. Cela veut dire que la germination sur une dislocation requiert en général une assez bonne correspondance entre les deux réseaux (matrice et précipité) suivant au moins un plan, pour permettre la formation d'une interface cohérente ou semi-cohérente avec une faible énergie. Avec la concurrence de tous ces termes, on peut arriver à une vitesse de germination sur les dislocations égale à 10^7 fois celle de la germination homogène [5].

Lorsque la matrice et le précipité n'ont pas une structure comparable, et plus précisément, ne peuvent pas former une interface cohérente ou semi-cohérente, le précipité prend une forme d'aiguille allongée le long de la dislocation [6].

b.3- Les lacunes en sursaturation

Lorsqu' on fait subir une trempe à un alliage qui a été porté à une température élevée, on peut arriver à garder pratiquement la même concentration en lacunes que celle d'avant la trempe grâce à une grande vitesse de refroidissement. Bien évidemment cette concentration est bien supérieure à celle correspondant à l'équilibre, ce qui nous amène à dire qu'on a une sursaturation en lacunes.

Par la suite, cette sursaturation va influencer la cinétique de décomposition des alliages sursaturés selon deux manières possibles; ce qui nous permet de subdiviser le rôle des lacunes en sursaturation, lors du vieillissement ultérieur de l'alliage, en deux groupes :

- Elles augmentent la vitesse de diffusion des atomes de soluté durant la pré- précipitation.
- Elles stimulent la germination des précipités.

Le premier facteur ne joue pas un grand rôle lors de la croissance des précipités parce que cette croissance a lieu à des températures assez élevées où la durée de vie des lacunes en sursaturation est trop courte par rapport à la durée que prend la croissance. Ce premier facteur caractérise l'influence individuelle des lacunes.

Le deuxième facteur n'entre pas en jeu dans la formation des zones G.P. qui n'ont pas besoin de défauts de structure pour se former.

2.2. Croissance des précipités

Si on considère une transformation au cours de laquelle il n'y a pas de changement de composition, la nouvelle phase croîtra aussi vite que les atomes traverseront l'interface. Une telle transformation est dite contrôlée par l'interface.

Lorsque la phase mère et la phase fille ont différentes compositions, la croissance de la nouvelle phase nécessite une diffusion en volume, ce qui est le cas de la précipitation. Si la réaction à l'interface est rapide, la vitesse avec laquelle la nouvelle phase croît sera tributaire de la vitesse avec laquelle les atomes de soluté sont acheminés vers l'interface; la réaction étant contrôlée par la diffusion. Toutefois, si pour une raison ou une autre, la réaction d'interface venait à être retardée, la croissance sera contrôlée par l'interface. Si la réaction d'interface et celle de diffusion ont des vitesses similaires, la migration de l'interface se fait sous un contrôle mixte.

La diffusion en volume nécessite un grand nombre de sauts tandis qu'une réaction d'interface nécessite essentiellement un seul saut. En plus, l'énergie d'activation de la diffusion en volume est supérieure à celle correspondant à la diffusion à travers l'interface. On peut donc en déduire que la réaction d'interface doit être beaucoup plus rapide que la diffusion en volume. Dans beaucoup de cas ces arguments sont plausibles mais il existe des exceptions.

Si deux phases de composition différente et ont la même structure cristalline sont séparées par une interface cohérente, celle-ci peut avancer en remplaçant les atomes d'une phase dans le plan d'interface par les atomes de la seconde phase par un mécanisme de diffusion lacunaire. Il n'y a pratiquement pas l'intervention de l'interface dans le mécanisme et la migration est contrôlée par la diffusion. C'est le cas de la croissance des zones G.P. Les mêmes remarques peuvent être faites lorsqu'il s'agit d'une interface semi-cohérente dans laquelle la migration de l'interface se fait par la montée des dislocations d'accommodation par l'apport de l'absorption ou de la libération de lacunes (c'est à dire montée positive ou négative).

La situation est toute autre lorsque les deux phases présentent une composition différente mais avec deux structures non identiques et avec une interface soit cohérente, soit semi-cohérente. Considérons par exemple l'interface cohérente entre une structure CFC et une structure HC

(Fig.I.2a). Si la croissance de la phase HC doit se faire par un saut d’atomes, alors un atome dans un site C dans la phase CFC se retrouvera dans un site B (Fig I.2b). Finalement on obtient une configuration d’une grande énergie parce que deux atomes se retrouvent sur le même site B directement l’un au-dessus de l’autre. De plus, tout autour de l’atome, il y aura une dislocation partielle de Shockly ; ce qui représente une configuration instable. Un atome qui fera un tel saut sera instable et reviendra à sa position initiale. La même situation se retrouve encore dans les régions de cohérence dans une interface semi-cohérente. Cela amène à penser à une mobilité très réduite de ce type d’interface.

Un moyen d’éviter cette contrainte serait la migration par un « ledge mécanisme » (Fig. I.2c). Si l’interface contenait une série de ‘coins’ BC, DE perpendiculaires aux faces AB, CD, EF, il peut y avoir un transfert plus facile d’atomes à travers ces « ledge » et la migration se fait d’une façon transversale.

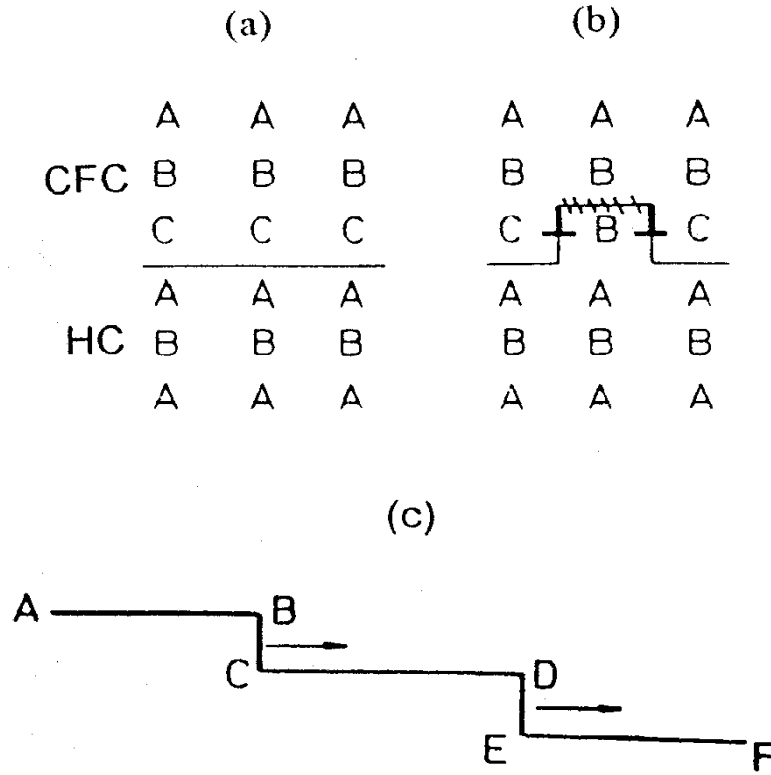


Figure I.2: Interface cohérente entre deux phases avec différentes structures cristallines (a), croissance par mouvement d’interface (b) et croissance par un « ledge mechanism » (c).

Dans le cas de la croissance contrôlée par une diffusion en volume, des calculs [7] ont permis de prédire que la croissance devait obéir à une équation de la forme :

$$r = \alpha(Dt)^{\frac{1}{2}} \tag{10}$$

Où r représente le rayon du précipité après un temps st , D est le coefficient de diffusion en volume et α est fonction de la sursaturation. La plupart des résultats expérimentaux sont en accord avec cette formule. Pour les précipités à forme aplatie, des calculs similaires ont donné une évolution parabolique pareille au premier cas. Cependant, dans le cas d'une structure de Widmanstätten la vitesse de croissance se révèle plus lente que la prédiction théorique, à cause justement du fait que cette structure se caractérise par une bonne correspondance entre la matrice et les précipités ; ce qui privilégie l'apparition d'interfaces cohérentes ou semi-cohérentes présentant une mobilité réduite.

3- COALESCENCE DES PRECIPITES

Quand un système contenant une phase dispersée est recuit à haute température, le nombre de particules de cette phase décroît tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant le recuit, on remarque que les grosses particules se développent aux dépens des petites. La force motrice de la transformation est la tendance du système à réduire son énergie libre en diminuant la surface totale des précipités. Le processus requiert la diffusion du soluté des régions voisines des petites particules vers celles qui entourent les grosses. Cela implique que la concentration du soluté dans la solution en équilibre avec un précipité est plus grande pour une petite particule de précipité que pour une grosse. Ce phénomène peut se comprendre de façon qualitative sur le diagramme d'énergie libre de la figure. I.3.

Puisque la proportion des atomes localisés à l'interface par rapport à ceux en volume, augmente quand la taille diminue, il s'ensuit que l'énergie libre moyenne par atome du précipité est plus grande pour les petites particules. Des trois courbes de la phase β (Fig. I.3), la plus élevée correspond aux petites particules. En traçant la tangente commune à la courbe de la matrice et aux courbes de β , on voit que la solubilité des petites particules est plus grande que celle des grosses. Dans un système contenant des particules de tailles diverses et des gradients de concentration dans la matrice entraînent une diffusion du soluté des régions situées autour des petites particules vers celles qui sont adjacentes aux plus grandes. La soustraction du soluté au voisinage des petites particules a pour effet de dissoudre ces dernières.

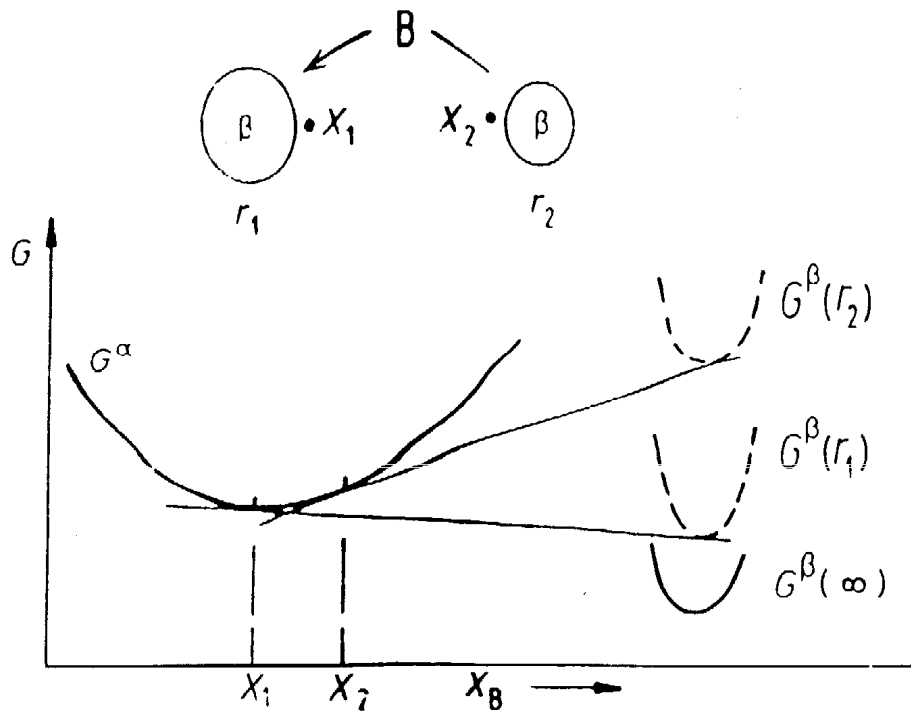


Figure I.3: L'origine de la force motrice de la coalescence des précipités.

4- CINÉTIQUE DE LA PRÉCIPITATION

4.1. vitesse de réaction

Puisque la formation des phases stables correspond à la plus grande variation d'énergie libre, en partant de la solution solide sursaturée, la force motrice qui conduit à sa précipitation est la plus grande. En effet, on voit sur la figure (I.4) que la variation d'énergie libre, pour chaque stade, va en augmentant :

$\Delta f_1 = a-b$ pour la pré-précipitation ;

$\Delta f_2 = a-c$ pour le composé métastable ;

$\Delta f_3 = a-d$ pour la phase d'équilibre.

$$\Delta f_1 < \Delta f_2 < \Delta f_3$$

Toutefois, ce n'est pas la grandeur de la variation d'énergie libre qui gouverne la cinétique.

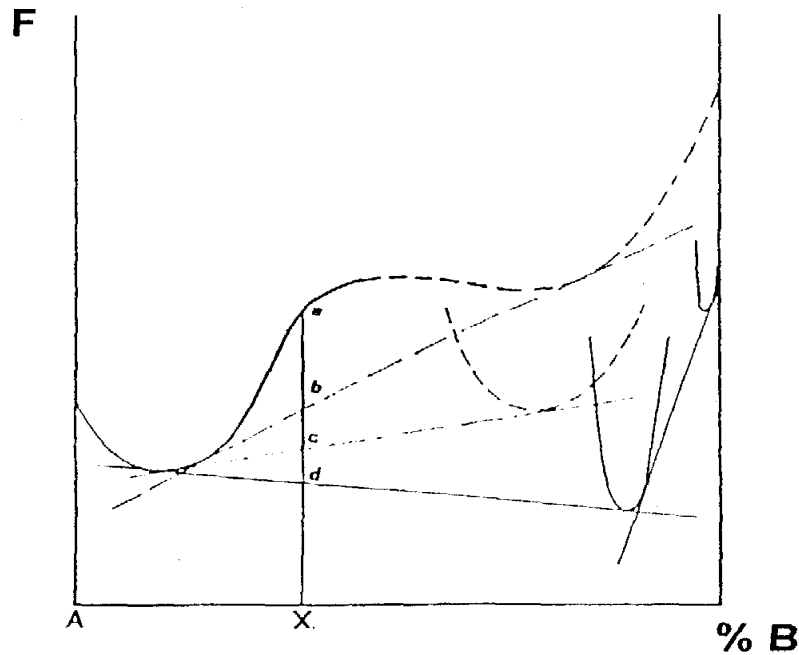


Figure I.4 : Diagramme d'énergie libre correspondant à la température T_1 .

Nous avons vu que la précipitation des phases par germination nécessite une énergie d'activation. Si un système dans un état métastable est susceptible de passer dans d'autres états métastables ou stables, il aura plus de facilité pour passer immédiatement dans l'état pour lequel il aura à acquérir l'énergie d'activation la plus faible. Le système évolue en suivant le chemin qui fait intervenir successivement les énergies d'activation les plus faibles. L'expérience montre qu'il est plus facile de passer à basse température de la solution solide sursaturée à l'état de pré-précipitation puis à l'état de précipitation métastable et enfin à l'état d'équilibre que directement de la solution solide à l'état d'équilibre. Ce diagramme est schématisé sur la [figure I.5](#).

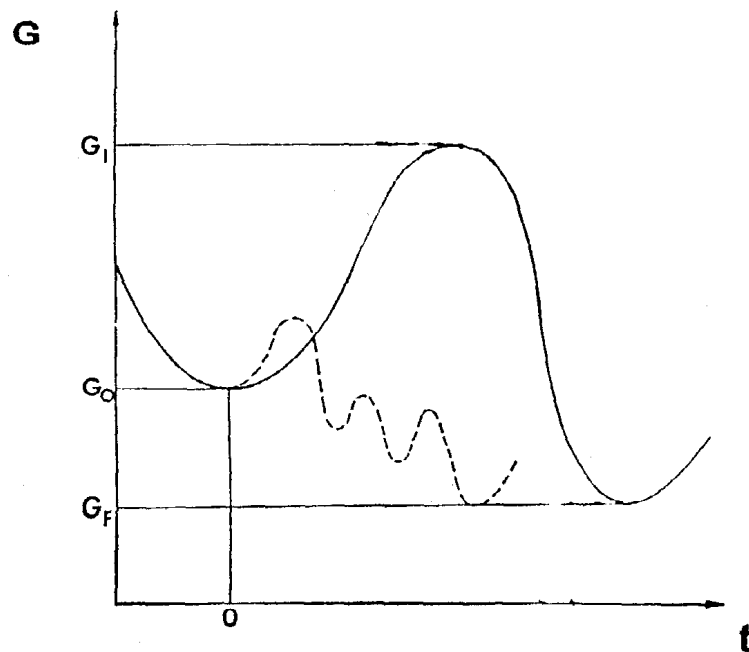


Figure I.5: Diagramme schématisé de l'évolution de l'énergie libre totale en fonction du temps.

4.2. Séquence de précipitation

Les diagrammes d'équilibre et les courbes d'énergie libre en fonction de la concentration qui leur correspondent, ne permettent pas de prévoir l'existence des phases métastables qui apparaissent au cours des vieillissements à basse température. Il faut donc les compléter par des diagrammes de métastabilité.

Prenons l'exemple d'un alliage binaire formé des éléments A et B et dans lequel la précipitation de la phase d'équilibre (stade III) serait précédée d'un stade de pré- précipitation (stade I) et d'un stade pendant lequel apparaît une phase métastable cohérente avec la matrice (stade II).

Dans un certain domaine de composition et de température, on peut avoir le stade III seul, les stades II et III ou les trois stades successivement. Nous pouvons donc tracer, sur les diagrammes d'équilibre, les courbes théoriques délimitant les domaines dans lesquels on observe chacun des stades (Fig. I.6). Les courbes en pointillés correspondent aux limites entre les domaines à deux phases et la matrice appauvrie correspondante.

Pour mieux comprendre ce qui se passe, considérons plusieurs températures T_1 , T_2 , T_3 . A T_1 , l'isotherme rencontre les trois domaines de précipitation. La forme que prendrait le diagramme d'énergie libre (ces courbes correspondent au diagramme d'équilibre), (s'il était possible de le déterminer expérimentalement) est schématisée sur la précédente figure I.3, où f est l'énergie libre par atome de l'alliage. La courbe d'énergie de la solution solide terminale de l'élément A a

été prolongée en pointillés et nous avons supposé qu'elle comportait du côté de l'élément B un deuxième minimum, si bien que deux solutions solides en équilibre métastable peuvent apparaître pour la composition X par exemple. Nous appellerons cette solution solide, riche en B : β'' . Elle pourrait correspondre à une structure instable de B, isomorphe de A et apparaître pour des compositions situées au-delà du point X_3 donné par la tangente commune aux deux minimums.

Sur cette figure, on a également tracé en pointillés une courbe d'énergie libre pour un composé intermétallique hypothétique métastable. Le niveau de son minimum se trouve au-dessus de celui du minimum de la courbe d'énergie libre du composé intermétallique d'équilibre. Ce composé, que nous appellerons β' sera plus stable que β'' mais instable en présence de β (la position relative des compositions correspondant aux minimums sur la figure 4 est arbitraire).

Les compositions X_1 , X_2 et X_3 sont les mêmes que sur le diagramme de la [figure I.6](#).

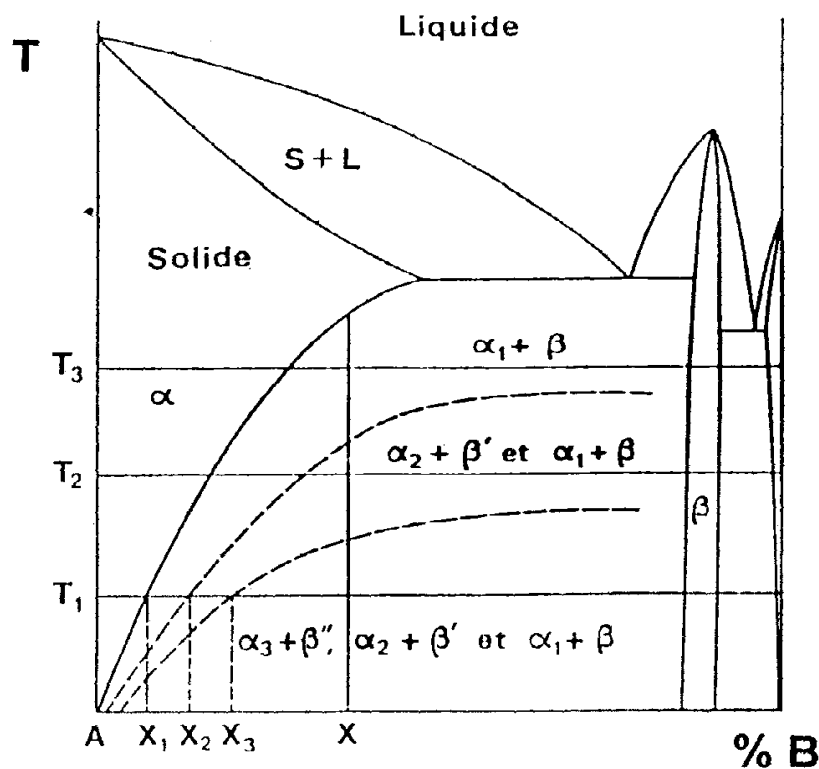


Figure I.6: Un diagramme schématisé des courbes limite des domaines des trois stades de transformations

Si nous nous plaçons à la température T_3 , le diagramme d'énergie libre serait celui qui est schématisé sur la figure I.7. Dans ce cas, la courbe d'énergie libre de la solution solide n'a plus qu'un seul minimum et la courbe correspondant au composé intermétallique métastable se trouve au-dessus. Seul le précipité d'équilibre peut apparaître.

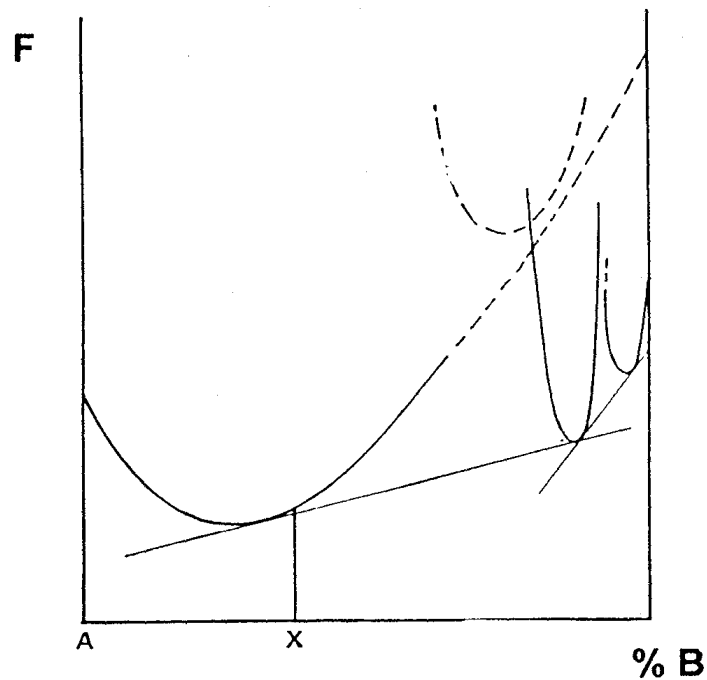


Figure I.7: Diagramme d'énergie libre correspondant à la température T_3

A la température intermédiaire T_2 , la courbe du composé métastable se situerait entre la courbe du composé d'équilibre et celle de la solution solide. Elle n'aurait qu'un minimum. En effet, sur le diagramme de la figure I.5, l'isotherme T_2 ne rencontre que deux domaines.

Dans le cas particulier de l'alliage Al-4% Cu, il faut imaginer un diagramme d'énergie libre plus compliqué permettant d'expliquer l'apparition des quatre stades correspondant aux zones G.P. et aux phases θ'' , θ' et θ . On trouverait alors en plus des trois courbes correspondant aux zones G.P., θ' et θ , de notre exemple théorique, une autre courbe pour le précipité métastable θ'' .

5- INFLUENCE DES LACUNES EN SURSATURATION SUR LA DECOMPOSITION DE LA PHASE SURSATURÉE

5.1. Généralités sur les lacunes

Dans un cristal parfait, les atomes sont arrangés suivant un réseau périodique. Dans un cristal réel, cette périodicité est altérée par la présence d'imperfections. Parmi ces imperfections, il y a les lacunes qui sont des défauts ponctuels définis comme étant le manque d'atomes dans un site normal du réseau.

En thermodynamique statistique, on peut démontrer qu'un cristal ne peut être exempt de lacunes qu'au zéro absolu. Et qu'au delà de cette température, il renferme forcément une certaine concentration de lacunes en équilibre thermodynamique (ce qui n'est pas le cas, par exemple, d'une dislocation ou d'un joint de grain qui ne peuvent faire partie d'un cristal en équilibre

thermodynamique). Cela vient du fait que l'énergie du cristal est distribuée de manière statistique sur ses atomes; ce qui revient à dire qu'il existera toujours une fraction d'atomes ayant une énergie suffisante leur permettant de quitter leur position et créer ainsi une lacune.

A chaque lacune introduite dans le cristal, l'énergie libre totale augmente d'une quantité ΔG_l (énergie libre de formation d'une lacune) composée d'un terme d'énergie de formation E_f et d'un terme dû à l'entropie de formation $-T\Delta S_f$. Ainsi, en considérant un métal avec une structure CFC, si on enlève un atome de sa place pour créer une lacune, on doit fournir une énergie pour casser les 12 liaisons qu'il avait avec ses 12 proches voisins. Ensuite, cet atome doit être emmené quelque part dans le métal pour ne pas perdre de la matière en créant une lacune. Si on le laisse à l'intérieur on aura formé un interstitiel en plus de la lacune. Pour éviter donc la formation d'un interstitiel on doit ramener l'atome arraché vers la surface dans le plus simple des cas. Suivant la position qu'il peut avoir sur la surface il formera en moyenne 6 liaisons avec ses proches voisins. Finalement, pour créer une lacune on aura dépensé un travail équivalent à 6 liaisons atomiques. Cependant, de cette manière l'énergie de formation est surestimée, car il faut prendre en considération le gain en énergie survenant après les réarrangements des électrons et des atomes autour de la lacune. Le deuxième terme - entropie de formation - dans l'énergie libre de formation, représente le changement de la configuration des modes de vibrations des atomes et des électrons autour de la lacune, c'est pour ça qu'elle est parfois dite entropie de vibration. Considérons maintenant un cristal dans lequel on va introduire non pas une seule lacune mais plusieurs à la fois ; l'énergie libre du cristal augmentera d'une quantité égale à ΔG_l fois le nombre de ces lacunes. Toutefois, il y a un terme d'entropie qui résulte des différentes manières avec lesquelles on peut arranger ces lacunes sur tous les sites du réseau, et ce terme, dit entropie de configuration, va contribuer à modérer l'augmentation de l'énergie libre du cristal qui survient lors de l'introduction des lacunes ; par la suite, la minimisation de cette énergie libre nous donnera la concentration des lacunes à l'équilibre thermodynamique et à une température donnée T :

$$n_l = \exp\left(-\frac{\Delta G_l}{kT}\right) = \exp\left(\frac{S_f}{k}\right) \cdot \exp\left(-\frac{E_f}{kT}\right) \quad (11)$$

Le terme $\exp\left(\frac{S_f}{k}\right)$ est de l'ordre de l'unité, aussi écrit-on souvent cette relation en ne conservant que le 2^{ème} terme :

$$n_l = \exp\left(-\frac{E_f}{kT}\right) \quad (12)$$

Il apparaît clairement que la concentration des lacunes est nulle au zéro absolu et augmente rapidement avec la température.

Lorsqu'on a une certaine concentration en lacunes dans un métal en mouvement continu, il est inévitable d'avoir des regroupements entre lacunes qui, ensemble, seront plus stables. Pour deux lacunes, on parle de bi lacune, de tri lacune pour trois, ainsi de suite. Plus généralement, un rassemblement de lacunes est dit cluster.

Si on considère l'énergie de formation d'une lacune (comme rapporté plus haut dans un métal CFC), il faut casser 12 liaisons et en créer 6. Il en va de même pour la deuxième lacune. Cependant, si on faisait en sorte que la deuxième lacune soit voisine de la première, on n'aurait à casser que 11 liaisons au lieu de 12. Ce qui veut dire que l'on a un gain en énergie qui représente l'énergie de liaison des deux lacunes. De la même manière, on peut conduire ce raisonnement pour 3 lacunes ou plus en matière de gain d'énergie lors des rassemblements. Toutefois, il y a un autre terme dans la variation de l'énergie libre totale du cristal, qui résulte de l'entropie de configuration. Ainsi si on regroupe plusieurs lacunes, on institue un certain ordre dans la distribution des lacunes ; ce qui diminue l'entropie et augmente, par la même occasion, l'énergie du cristal. Ce phénomène est à l'origine de la limitation de la concentration de clusters. Autrement, à l'équilibre thermodynamique, on aurait un grand cluster qui contiendrait toutes les lacunes. En réalité, l'équilibre est atteint pour une minimisation de l'énergie libre totale. Un calcul analogue au premier nous donne, par exemple, pour la bi lacune, une concentration :

$$n_2 = \frac{1}{2} z \exp\left(-\frac{E_F^{(2)}}{kT}\right) \quad (13)$$

n_2 étant la concentration de la bi lacune, z le nombre des proches voisins, $E_F^{(2)} = 2E_F^{(1)} - B$ représentant l'énergie de formation d'une bi lacune, $E_F^{(1)}$ l'énergie de formation d'une lacune et B est l'énergie de liaison de la bi lacune. Ainsi, dans un métal CFC, le rapport entre les deux concentrations des lacunes et de la bi lacune s'écrit :

$$n_{(2)} = 6n_{(1)}^2 \exp\left(\frac{B}{kT}\right) \quad (14)$$

On voit que la proportion de la bi lacune peut être négligée devant celle des lacunes isolées. De la même manière on peut démontrer que la proportion des clusters de plus grande taille est

encore plus négligeable à l'équilibre thermodynamique et leur concentration en général est proportionnelle à une puissance croissante de celle des lacunes isolées.

- ***Production des lacunes lors de la trempe***

Les lacunes peuvent être produites dans un alliage par trois méthodes importantes : la trempe, la déformation plastique et l'irradiation par des particules de haute énergie.

L'équation (12) montre clairement que la concentration des lacunes augmente rapidement avec la température. La concentration d'équilibre est réalisée et maintenue dans un cristal par la diffusion de/et vers les différentes surfaces (internes ou externes) du cristal.

Les lacunes, à cause de leur grande mobilité, sont produites et détruites continuellement dans ces surfaces, et par conséquent, leur concentration dans le cristal est maintenue en équilibre dynamique. A toute température, la vitesse d'établissement d'un nouvel équilibre est déterminée par le libre parcours moyen entre les puits et les sources de lacunes, l'énergie de migration et la température. L'équilibre est toujours atteint plus vite lorsqu'on augmente la température que lorsqu'on l'abaisse, du fait que la mobilité des lacunes croît exponentiellement avec la température.

Le but de la trempe, lors d'un traitement avant le vieillissement de l'alliage, est de maintenir l'état monophasé et provoquer un état sursaturé en élément(s) d'addition(s). Parallèlement à cette sursaturation, la trempe provoque une autre sursaturation en lacunes. Cette sursaturation en lacunes dépend fortement des paramètres de la trempe dont les plus importants sont T_h (la température à laquelle sont produites les lacunes, c'est à dire la température d'homogénéisation), T_f (la température finale de la trempe, c'est à dire la température du milieu trempant), et la vitesse de la trempe V (qui dépend aussi du milieu de trempe). Plus T_h est élevée, plus importante sera la proportion de lacunes produites et plus grande sera la sursaturation après la trempe. De même plus basse est T_f , plus faible sera la mobilité des lacunes à la fin de la trempe et moindre sera leur élimination dans différents puits. Enfin, plus élevée est la vitesse de trempe, plus grande sera la concentration de lacunes retenues, car en refroidissant le matériau la concentration d'équilibre diminue et les lacunes en surplus ont tendance à disparaître. Pour freiner ce retour à l'équilibre, il faut réduire la mobilité de ces lacunes le plus rapidement possible en descendant en température le plus vite possible.

Un autre point très important dans le comportement des lacunes lors de la trempe est le fait de voir apparaître des clusters de différentes tailles [8, 9].

Même si on sait que la concentration des clusters est très négligeable par rapport à celle des lacunes isolées à l'équilibre thermodynamique, il se trouve que la formation de clusters est stimulée lors du processus de trempe. Raisonons encore une fois sur le surplus en énergie libre dû à la présence des lacunes. Lors de la trempe, la température diminue ce qui veut dire que la contribution du terme de l'entropie de configuration $-T\Delta S$ va diminuer, ce qui laisse une prépondérance à l'énergie de formation dans la détermination de la plus stable configuration. Ainsi, on voit apparaître de plus en plus de clusters car ils réduisent le surplus d'énergie de formation due aux lacunes.

D'un autre côté, le processus de trempe produit toujours dans le matériau des contraintes dues aux gradients thermiques apparaissant à cause des différences de vitesses de refroidissement entre l'intérieur et l'extérieur de l'échantillon. Au delà d'une certaine vitesse de trempe, les contraintes thermiques deviennent suffisamment grandes et elles peuvent causer des déformations plastiques ; ce qui se traduit par une création de dislocations et leur mise en mouvement en même temps que celles déjà existantes. Durant leur mouvement, des défauts sont créés suivant un processus non thermodynamique et les dislocations elles-mêmes se comportent comme des puits de lacunes (par le mécanisme de montée de dislocations).

- ***Influence des lacunes sur la formation des zones GP***

Les zones G.P apparaissent en général à des températures inférieures à $T_M/2$, T_M étant la température du solidus de l'alliage. La diffusion des atomes de solutés due aux lacunes de l'équilibre thermique à ces températures est très lente. D'un autre côté, la formation des zones G.P nécessite une grande vitesse de diffusion des atomes de soluté au vu des grandes vitesses avec lesquelles les zones G.P apparaissent. En réalité, le seul moyen pour permettre aux atomes du soluté de diffuser avec une vitesse aussi élevée à des températures aussi basses, serait de les mettre en présence d'une grande concentration de lacunes. Cette condition sera, en fait, assurée par les lacunes en sursaturation qui ont été figées lors de la trempe. En effet, le coefficient de diffusion d'un atome de soluté peut s'écrire, en première approximation, de la façon suivante :

$$D_i = A \exp\left(-\frac{E_F}{kT}\right) \cdot B_i \exp\left(-\frac{E_B}{kT}\right) \cdot C_i \exp\left(-\frac{E_{Mi}}{kT}\right) \quad (15)$$

Le 1^{er} facteur représente la concentration des lacunes sans considérer l'effet des atomes de soluté. Le 2nd terme représente le rapport entre la concentration des lacunes autour d'un atome de soluté et la concentration des lacunes dans la matrice, E_B étant l'énergie de liaison entre un atome de soluté et une lacune. Le produit des deux premiers termes représente, en réalité, la concentration moyenne de lacunes autour d'un atome de soluté. Le 3^{ème} terme représente la

mobilité apparente de la paire (atome de soluté-lacune). Quand on est en présence d'un excès de lacunes, le 1^{er} terme est remplacé par la concentration de ces lacunes C_v , qui sont indépendantes de la diffusion ou de la température de vieillissement, c'est à dire

$$D_i = C_v B_i C_i \exp\left(-\frac{E_B + E_{Mi}}{kT}\right) \quad (16).$$

Ainsi, l'alliage Al-4%Cu après une trempe à 500°C contient une concentration égale à 10^{-4} en lacunes, alors qu'à l'équilibre thermique il ne contiendrait que 10^{-12} . On peut donc s'attendre à une stimulation de la vitesse de diffusion par un rapport de 10^8 . Cette partie très précoce de la réaction qui correspond au rassemblement des atomes de solutés, est appelée réaction rapide « faste réaction » et représente le stade primaire de la formation des zones G.P.

Cependant, dans le cas de l'alliage Al-4%Cu, la détection des zones G.P., par diffraction des rayons X (DRX), ne peut se faire qu'après un vieillissement prolongé à température ambiante ou bien un vieillissement à une température voisine de 100°C. On a démontré que toutes les lacunes en sursaturation dans l'aluminium trempé disparaissent pratiquement après quelques heures à la température ambiante [10]. Par conséquent, il doit y avoir un mécanisme par lequel la sursaturation en lacunes est maintenue. Cette partie de la transformation qui prend plus de temps est appelée réaction lente « slow reaction ».

Plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer la durée de vie des lacunes nécessaires pour assurer cette réaction. Les deux plus probables sont:

- une concentration en excès des lacunes persiste en équilibre avec les boucles de dislocations, ou avec les autres formes de regroupement de lacunes.
- les lacunes sont piégées par les zones G.P., ensuite elles sont libérées lentement [2].
- ***Influence des lacunes sur la formation des phases métastables***

Pour que la précipitation soit stimulée par l'effet des lacunes en sursaturation, il est indispensable qu'un pré-vieillissement à une basse température soit effectué. Cela suppose que l'échantillon doit être maintenu à la température de la trempe au moins pour quelques secondes et ensuite, il peut être vieilli à la température voulue. Pour expliquer cette stimulation de la germination, deux mécanismes ont été proposés :

- les atomes de solutés se regroupent en clusters, aidés en cela par les lacunes en sursaturation. Dans le cas des alliages avec zones G.P., ces clusters peuvent être les zones G.P. elles-mêmes. Par la suite, ces clusters se transforment en précipités aux températures de précipitation.

- Les lacunes elles-mêmes qui se rassemblent sous différentes formes durant le pré-vieillissement, vont se comporter comme des sites préférentiels de germination.

On peut rencontrer les deux mécanismes dans les différents alliages à durcissement par précipitation. Ainsi des chercheurs [11] ont démontré que dans un alliage Al-Cu, la stimulation de la précipitation de la phase θ' est beaucoup plus prononcée lors d'une trempe directe que lors d'une trempe étagée; bien qu'il ait été vieilli d'une manière à obtenir une taille et une densité similaires à des zones G.P. formées dans les deux cas. Ce résultat pousse à privilégier le mécanisme du rassemblement des lacunes.

Dans le cas d'un alliage Al-Zn-Mg, une étude [12], [13-14-15] a démontré que lors d'un vieillissement après une trempe directe vers la température de précipitation, c'est à dire sans passer par la température ambiante et sans un pré-vieillissement, la précipitation était beaucoup moins prononcée que lors d'un vieillissement après trempe à l'ambiante suivie d'un pré-vieillissement. Dans le 1^{er} cas, la germination se fait de préférence sur des boucles de dislocation qui sont très espacées, ainsi que le long des dislocations et avec un temps d'incubation très long. Dans le 2^{ème} cas, les précipités apparaissent sur les boucles de dislocations qui sont plus denses, dans le cas où il n'y a pas de pré-vieillissement. Lorsqu'il y a un pré-vieillissement la nouvelle phase prend place sur les zones G.P.

Sur un autre exemple concernant un alliage sans zones G.P. (Al-Si), des chercheurs [16] ont pu démontrer que le mécanisme du rassemblement des atomes de soluté était improbable dans la stimulation de la précipitation. Dans ce cas aussi, ils appuient le mécanisme dû au rassemblement des lacunes.

Ainsi on peut dire que dans le cas du mécanisme mettant en jeu le rassemblement des lacunes en sursaturation, le fait de pré-vieillir laisse le temps aux lacunes de former les sites privilégiant la germination hétérogène pouvant prendre des formes diverses. Dans le cas où il n'y a pas de pré-vieillissement, les rassemblements de lacunes n'ont pas le temps de se former.

Par la suite, en ramenant l'échantillon à la température de vieillissement, les lacunes vont voir leur mobilité augmenter; ce qui diminue le nombre et la densité des sites préférentiels de germination.

Chapitre II

**Aluminium et alliages
d'aluminium**

1-Introduction

Notre travail entre dans le cadre de l'étude expérimentale d'une classe de matériaux demandés et utilisés dans plusieurs domaines et en particulier celui du transport. Ce sont des tôles à base d'aluminium. Notre objectif est une contribution à une meilleure connaissance du système Al-Mg-Si.

Bien que ce système ait déjà été largement étudié, sa complexité est une source à de nombreuses ambiguïtés qui justifient une nouvelle approche et des études détaillées.

L'appareillage expérimental utilisé comprend essentiellement, un dilatomètre, un calorimètre, un diffractomètre, un microscope optique et un microduromètre.

1.1- L'aluminium et ses alliages

La production mondiale d'aluminium est de l'ordre de 20 Mt/an. C'est le second métal le plus utilisé après l'acier. La production mondiale annuelle d'acier est de l'ordre de 800 Mt/an. Mais, il n'est pas très judicieux de comparer des tonnes d'aluminium avec des tonnes d'acier car les masses volumiques sont très différentes et parce que les matériaux métalliques sont le plus souvent utilisés sous la forme de produits minces tôles ou profilés plutôt que sous forme massive. De ce fait, il faudrait comparer des surfaces ou des volumes pour avoir des chiffres comparables et plus représentatifs. On peut prendre 100 pour l'acier et 7,5 ou 10 pour l'aluminium. Ces chiffres confirment que l'acier est le métal le plus utilisé, cela provient du fait que les caractéristiques mécaniques de l'acier sont plus élevées que celles de l'aluminium et que l'acier coûte moins cher. De ce fait l'aluminium n'est préféré que lorsqu'on a besoin des caractéristiques particulières de ce métal, telles que :

- la faible masse volumique est égale à 2,7 g/cm³. L'aluminium est trois fois plus léger que l'acier. Cette propriété est particulièrement intéressante dans les transports.
- la conductivité thermique pour la production d'échangeurs thermiques (radiateurs automobiles, réfrigérateurs, climatiseurs...).
- la conductivité électrique pour la fabrication de câbles électriques.
- la facilité de mise en forme pour la production de boîtes de conserves, de boîtes boissons, de profilés de fenêtres etc...
- la bonne résistance à la corrosion de l'aluminium fait aussi partie des propriétés attractives, déterminantes en milieu marin et appréciée dans de nombreuses applications [16-17-18].

Dans cette présentation nous commencerons par rappeler les principales utilisations actuelles de l'aluminium.

1.2- Principales utilisations de l'aluminium

Les principales applications actuelles de l'aluminium sont résumées ci-dessous (tableau II.1) [17-18-19]:

Tableau II.1 : Les principales applications de l'aluminium

Tableau 1 – Exemples d'applications de l'aluminium et de ses alliages			
Applications	Principaux critères de choix des utilisateurs	Alliages usuels retenus par les utilisateurs	Remarques
Chaudronnerie, tôlerie	Mise en forme Soudage	1200, 1100, 1050A 3105, 3003, 3004 5049, 5052, 5454 5754, 5086, 5083 6082, 6061	
Applications mécaniques	Caractéristiques mécaniques Usinabilité	2618A, 2024, 2017A, 2014, 2214, 2030, 2011 5086, 5083 6005A, 6082, 6061, 6012, 6262, 7075, 7049A, Fortal	Les 2030, 2011, 6012 et 6262 sont des alliages pour le décolletage
Plasturgie	Caractéristiques mécaniques Usinabilité Conductivité thermique	2017A 5083 6061 7075 Fortal, Alumold	
Construction aéronautique et spatiale	Légèreté Caractéristiques mécaniques Mise en forme Usinage Aptitude aux traitements de surface Tenue à la corrosion	2618A, 2024, 2014 2214, 2219 7020, 7075, 7175, 7475, 7050, 7010	
Automobile	Mise en forme Caractéristiques mécaniques Aspect après peinture Tenue à la corrosion	5251, 5754, 5182 5083 6060, 6005A, 6106 6082, 6016	Pour les échangeurs brasés : 3003 et 3005 plaqués
Véhicules industriels	Mise en forme Assemblage (soudage) Fonctionnalités des demi-produits Esthétique Tenue à la corrosion	3003, 3004 5052, 5454, 5754, 5086, 5083 6005A, 6082	En bandes larges : 3003, 5052, 5754 En tôles relief : 3003, 5052, 5754, 5086
Construction navale	Mise en forme Soudage Tenue à la corrosion	5754, 5086, 5383, 5083, 6005A, 6082	Tôles relief en 5086
Bâtiment	Mise en forme Assemblage Aptitude à l'anodisation, au laquage Tenue à la corrosion	1050A 3105, 3003, 3005, 5005, 5052 6060, 6005A, 6106	Bandes prélaquées : 1050A, 3105, 3003, 3005, 5052 Bandes préanodisées : 5005
Luminaires, décoration	Aspect de surface Aptitude aux traitements de surface	1199, 1198, 1095 1090, 1085, 1080 5005, 5657	Il s'agit de « Qualités spéciales »
Équipement du territoire, mobilier urbain	Mise en forme Assemblage (soudage) Fonctionnalités sur demi-produits Esthétique Tenue à la corrosion	3003 5052, 5086, 5083 6005A, 6082, 6060, 6106	En tôles relief : 3003, 5754, 5086
Échangeurs thermiques	Conductivité thermique Mise en forme Assemblage (brasage) Tenue à la corrosion	1050A, 1100, 3003, 3005, 6060, 6063, 8011	Pour les échangeurs brasés : 3003 et 3005 plaqués
Conducteurs électriques	Résistivité électrique	1050A, 1350, 1370 6101	
Emballage	Légèreté Mise en forme Aptitude à la décoration Effet barrière Compatibilité alimentaire	1200 3000 3104, 3004 5052, 5154A, 5182	
Articles culinaires	Emboutissabilité Aptitude aux traitements de surface	1050A, 3003, 3004 4006, 4007, 5052, 5754	Les 4006 et 4007 sont des alliages pour émailage
Fil	Caractéristiques mécaniques Tenue à la corrosion	5051, 5052, 5754, 5056 6101	Fil soudage 4043 5754, 5356, 5183

a- Transports (25 %)

L'aluminium est léger, il peut être obtenu avec des caractéristiques mécaniques élevées ce qui est déterminant pour les matériaux utilisés dans les transports. De ce fait, les avions actuels sont constitués à 80 % d'aluminium. L'aluminium est aussi utilisé dans les transports terrestres rapides comme les trains à grande vitesse (TGV), les bateaux à grandes vitesses (NGV) et, depuis les cinq dernières années, dans la carrosserie automobile (des véhicules plus légers consomment moins de carburant et polluent moins l'atmosphère). En fait, dans ce créneau, ce nouveau développement est une renaissance car l'aluminium était déjà utilisé il y a 50 ans dans la voiture française Dyna-Panhard (1952-1955), mais il avait disparu de ce marché parce que la tôle aluminium coûtait 20 à 25 % plus chère que la tôle équivalente en acier. Ce retour en grâce de l'aluminium provient du changement des réglementations qui obligent maintenant les fabricants de voitures à recycler leurs voitures en fin de vie. Donc en fin de vie, les voitures retourneront chez le fabricant où elles seront démontées en séparant les matériaux constitutifs : acier, aluminium, verre et plastiques, qui seront réutilisés pour la fabrication de nouvelles voitures. Si le recyclage est pris en compte, l'aluminium redevient compétitif parce que le recyclage de l'aluminium est plus rentable que celui de l'acier pour au moins deux raisons :

- les déchets d'aluminium contiennent le tiers de l'énergie nécessaire à la fabrication d'aluminium à partir de minerais (on économise l'électrolyse) ;
- de plus comme la température de fusion de l'aluminium (658 °C) est plus basse que celle de l'acier (1 538 °C), il est plus économique à fondre pour élaborer de nouveaux alliages.

Notons qu'un tiers de l'aluminium utilisé actuellement, de par le monde, est de l'aluminium recyclé.

b- Bâtiment (21 %)

Dans le secteur du bâtiment, on peut citer les cadres de portes et de fenêtres, les bardages de façades ou encore les toitures qui se font de plus en plus avec de l'aluminium.

L'aluminium a une bonne formabilité, ce qui donne la possibilité de produire économiquement des profilés de formes complexes pour les cadres de portes et de fenêtres. De plus, sa légèreté et sa bonne résistance à la corrosion (pour la garantie décennale) et son aspect décoratif (anodisé ou peint) le rendent attractif pour l'industrie du bâtiment.

c- Emballage (21 %)

Beaucoup d'emballages sont produits en aluminium, on peut en citer les boîtes de conserve, les boîtes de boisson ou encore les feuilles minces pour l'emballage alimentaire.

L'aluminium n'est pas toxique. Il est facile à mettre en forme. Il a une bonne résistance à la corrosion et peut être recyclé économiquement. Pour ces raisons, l'aluminium est très utilisé pour les boîtes boissons (100 % aux États-Unis, 50 % en Europe) et beaucoup de produits sont enveloppés dans de la feuille mince d'aluminium avec ou sans papier (aluminium ménager, beurre, cigarettes, chocolat etc...).

Les petites boîtes de conserves et les boîtes de boissons sont en aluminium car ce matériau a été le premier à permettre la fabrication de couvercles à ouverture facile (sans outil). Cela résulte de deux avantages de l'aluminium par rapport aux autres matériaux :

- possibilité de faire une incision par un coup de presse qui diminue localement l'épaisseur du métal (permettant l'ouverture du couvercle par déchirement).
- possibilité de filer un rivet intégré dans le couvercle donnant la possibilité de fixer un anneau d'ouverture sur le couvercle sans le perforer donc sans risque de fuite et de contamination extérieure.

Ces deux opérations ont pu être réalisées de façon fiable, rapide et économique dès le milieu des années 1960.

d- Équipements électriques (9 %)

L'aluminium est un bon conducteur de l'électricité. Il est léger et présente de bonnes caractéristiques mécaniques. Tous les câbles électriques de transport et de distribution extérieurs sont en aluminium, ainsi que la plupart des équipements utilisés dans les postes de transformation.

e- Équipements mécaniques (7 %)

Beaucoup d'équipements mécaniques et accessoires sont à base d'aluminium ; citons les rivets, boulons, renforts de portières ou de capots de voitures.

f- Autres applications (17 %)

Il s'agit d'un grand nombre d'applications diverses et variées qui constituent individuellement de faibles tonnages et qui vont des meubles de bureau ou d'appartement aux panneaux de chaînes HiFi, aux panneaux de signalisation routière, etc...

Pour la plupart de ces utilisations, la bonne résistance à la corrosion de l'aluminium est un avantage apprécié.

De plus, les propriétés mécaniques de l'aluminium sont bien différentes de celles de l'acier. Parmi les principales différences avec l'acier, notons l'élasticité (module de Young) et la densité qui sont trois fois moins élevées. La résistance mécanique et la résistance à la fatigue de l'aluminium sont tout aussi différentes de celles de l'acier. C'est pourquoi il est important de bien connaître les limites du matériau avant de l'utiliser pour la construction des bateaux.

Contrairement à l'acier, la soudure de l'aluminium peut présenter certaines difficultés. En premier lieu, il faut retenir ce paradoxe « *Plus on soude l'aluminium, plus on l'affaibli* ». Cette situation se produit en raison d'un changement des propriétés métallurgiques de l'aluminium de base (base métal) dans une zone localisée dite : Zone Affectée Thermiquement (ZAT). Cette zone détrempee apparaît inévitablement dans chacune des zones soudées. La chaleur du bain de fusion provoque un cycle thermique tout autour des cordons de soudures (s'étendant sur 25 millimètres de chaque côté de l'axe du cordon). Les propriétés mécaniques de l'aluminium soudé sont durement touchées puisqu'il y a 40% de perte en limite d'élasticité pour l'alliage 5083 et 54% pour l'alliage 6061.

Cette spécificité est souvent mal interprétée par les fabricants et trop souvent on entend dire qu'il faut majorer l'épaisseur de l'aluminium de 50% par rapport à l'acier pour compenser les pertes dues au soudage. Cette pratique trop répandue ne favorise pas toujours la bonne utilisation de l'aluminium. En effet, la zone détrempee sera plus ou moins critique (chaînon faible) selon le mode de sollicitation ainsi que selon l'orientation des cordons de soudure par rapport à la direction des contraintes.

Un article publié par l'American Bureau of Shipping (ABS) à la fin des années 90 compare l'échantillonnage d'un bateau d'acier (Grade A) et d'un "sister-ship" fabriqué entièrement en aluminium⁷. Il ressort de cette étude que l'épaisseur des tôles du bateau d'aluminium devait être majorée en moyenne que de 12% par rapport à l'épaisseur des tôles du "sister-ship" d'acier.

Cette étude démontre une fois de plus qu'il est possible d'obtenir des économies de poids substantielles lorsque la structure est conçue avec de l'aluminium (tableau II.1).

Le tableau II.2 présente la résistance mécanique 'typique' des alliages d'aluminium couramment utilisés en construction navale.

Tableaux II.2 : propriétés mécaniques de différents alliages d'aluminium. [hand-book. April 2002]

<i>Alliage de base</i>	<i>Limite élastique (Fy)</i>	<i>Limite ultime (Fu)</i>
5052	215	260
5086	130	270
5083	230	315
6061	275	310

1.3- Choix des matériaux

Le choix des matériaux résulte habituellement d'un compromis de leurs propriétés [21, 22] dont les plus courantes sont : la tenue mécanique, les allongements, la fragilité, la soudabilité, la formabilité, la résistance à la corrosion, l'esthétique et le coût.

Pour la plupart de ces utilisations, la bonne résistance à la corrosion de l'aluminium est un avantage apprécié. La résistance à la corrosion est une propriété importante, mais ce n'est qu'une des propriétés prises en compte ou non dans ces choix [21, 22].

2- RAPPELS DE METALLURGIE DE L'ALUMINIUM

2.1- Durcissement de l'aluminium

Pour augmenter les caractéristiques mécaniques d'un métal, il faut stopper ou ralentir le mouvement des dislocations, deux solutions sont utilisées.

a- Déformation du réseau cristallin

La déformation du réseau cristallin est obtenue par écrouissage à froid ; ce procédé est commun à tous les matériaux métalliques. On peut aussi ajouter des éléments d'alliage en solution solide (les diamètres atomiques sont différents, donc la substitution d'atomes étrangers déforme la matrice).

Pour l'aluminium [23], deux éléments d'alliage permettent d'augmenter les caractéristiques de l'aluminium en solution solide sans dégrader la tenue en corrosion, comme exemple : le manganèse dans les alliages de la série 3xxx et le magnésium dans les alliages de la série 5xxx.

b- Création d'obstacles comme des précipités intermétalliques

Ils vont piéger les dislocations (figure II.1).

Le durcissement maximal est obtenu avec un maximum de précipités cohérents répartis de façon homogène et uniforme dans la matrice d'aluminium.

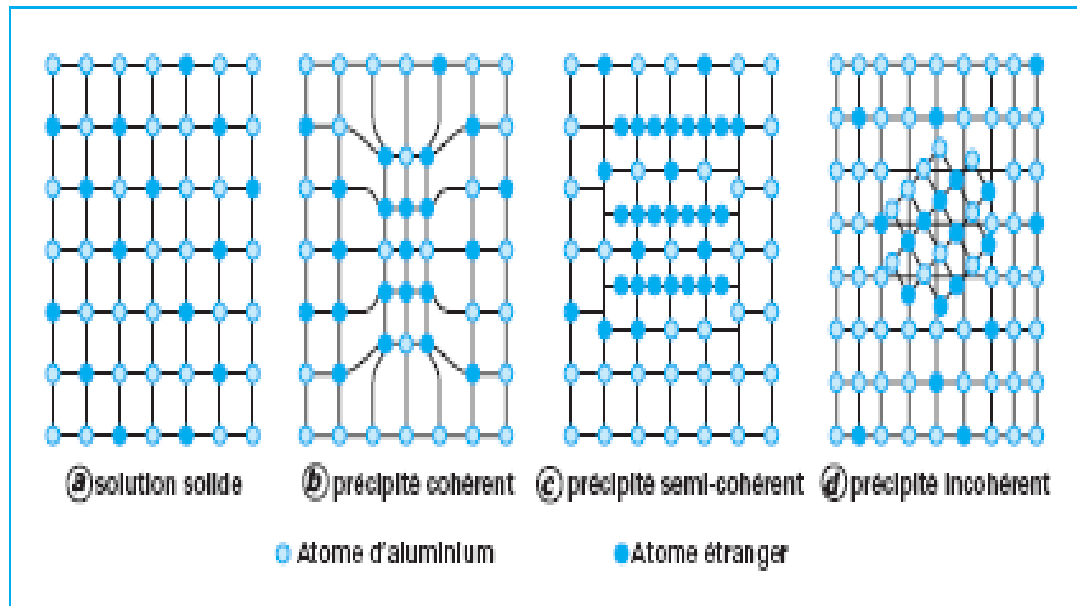


Figure II.1: Durcissement par précipités.

2.2- Familles d'alliages d'aluminium

Le lecteur pourra se reporter à la référence [24] et aux normes NF EN 573 [25] à [26].

Le premier chiffre de 1 à 8 indique la famille d'alliages. Il est déterminé par l'élément principal de l'alliage (tableau II.3) :

- 1xxx, sans élément, pour l'aluminium non allié, les alliages correspondent à différents niveaux de pureté, Fe et Si étant les principales impuretés de l'aluminium ;
- 2xxx Cu, pour les alliages Al-Cu, avec une sous-famille Al-Cu-Mg ;
- 3xxx Mn, pour les alliages Al-Mn ;
- 4xxx Si, pour les alliages Al-Si ;
- 5xxx Mg, pour les alliages Al-Mg ;
- 6xxx Mg + Si, pour les alliages Al-Mg-Si ;
- 7xxx Zn, pour les alliages Al-Zn-Mg, avec une sous-famille Al-Zn-Mg-Cu ;
- 8xxx divers, pour les autres alliages.

Tableau II.3 : Numérotations des alliages d'aluminium.

Série	Désignation	Élément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu - Al ₂ CuMg
Série 3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al ₆ Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	-
Série 5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
Série 6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
Série 7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn ₂
Série 8000	8XXX	Autres éléments	-
Série 9000	/	Non utilisé	-

Les deux derniers chiffres indiquent :

- la pureté de l'alliage dans les alliages de la série 1xxx (1050 = 99,5 % Al, 1070 = 99,7 % Al, 1100 = 99 % Al) ;
- l'alliage de la série dont la composition chimique est précisé dans les registres de désignation de l'aluminium association [24] qui entérine les nouveaux alliages, pour les autres séries.

Le second chiffre correspond aux variantes de l'alliage de base, brevetées pour des applications particulières, exemple : 7175, 7475 variantes du 7075.

Les alliages d'aluminium sont maintenant désignés par des numéros à 4 chiffres : 1050, 3003, 7075.

Dans la série 8xxx sont rassemblés des alliages divers qui ne peuvent pas figurer dans les 7 premières séries.

Les alliages de fonderie n'ont pas encore adopté le système de désignation numérique à quatre chiffres. Chaque pays utilise sa norme de désignation nationale.

La figure II.2 rassemble les huit familles d'alliages d'aluminium regroupées dans deux sous-familles sans et avec durcissement structural.

Trois composés intermétalliques sont utilisés industriellement pour obtenir le durcissement structural de l'aluminium [23]. Ils sont utilisés dans les trois familles d'alliages à hautes caractéristiques mécaniques : 2xxx, 6xxx, 7xxx. Le durcissement structural résulte d'une composition chimique et d'un traitement thermique en trois étapes (mise en solution, trempe et maturation ou revenu). La figure II.2, montre les huit familles d'alliages d'aluminium avec le principal composé intermétallique durcissant présent dans la structure.

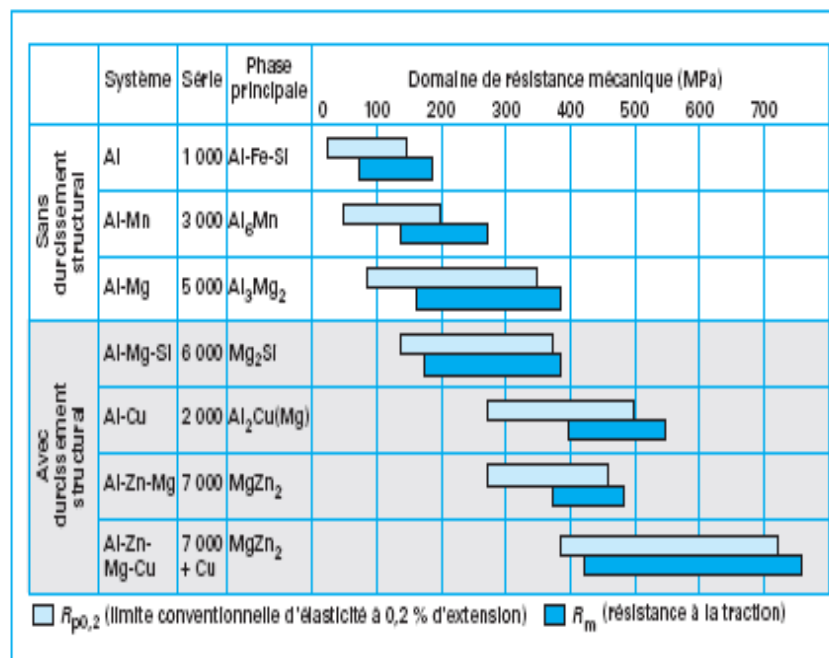


Figure II.2 : Principales familles d'alliages d'aluminium corroyés

Les caractéristiques mécaniques accessibles, avec les différentes familles d'alliages d'aluminium sont montrées pour les alliages avec ou sans durcissement structural.

Un autre élément durcissant a été étudié intensivement par l'industrie de l'aluminium dans les années 1985 à 1992 ; le lithium 3% en masse ajouté à l'aluminium diminue la masse de 10% et augmente le module d'élasticité de 10%. La combinaison de ces deux avantages permettait d'envisager une diminution de 25% de la masse des avions. Malheureusement, la production d'alliages aluminium-lithium nécessite de nouvelles installations de fonderie avec une protection sous gaz inerte ce qui conduit au doublement du prix du métal. Finalement l'industrie aéronautique n'a pas accepté cette augmentation de prix. Et le projet n'a pas été développé.

A l'échelle industrielle, les tôles s'obtiennent à partir de lingots d'épaisseur de l'ordre de 600mm. Ces lingots sont refroidis jusqu'à la température ambiante avant d'être réchauffés jusqu'à 500°C environ, après quoi ils sont passés à plusieurs reprises dans des laminoirs à chaud. Avant de passer par les laminoirs à chaud, les lingots sont donc homogénéisés. A la sortie des laminoirs à

chaud, la tôle A4 à 6mm d'épaisseur est enroulée sur elle-même pour le transport vers les laminoirs à froid.

Pour atteindre les propriétés requises pour les alliages à durcissement par déformation, la tôle est traitée soit par déformation à froid, en réduisant son épaisseur, ou encore déformée puis recuite pour améliorer sa résistance. Selon la méthode choisie, le matériau aura des propriétés différentes. Pour les alliages à durcissement par précipitation, il faut prévoir des traitements thermiques pendant le laminage, ainsi que des niveleurs de tension le long de la ligne de production. Elles doivent aussi être étirées pour qu'elles soient effectivement plates.

La ligne de production est constamment surveillée pour limiter les défauts de fabrication. Pour des produits laminés, le contrôle se fait par appréciation de la tôle en cours de production, ajustant le paramètre du processus en conséquence (distribution du lubrifiant pour le laminage, courbure des laminoirs, etc.). Pour assurer une position compétitive, le processus de contrôle doit être assez performant pour réduire les déchets au minimum.

a- Classement par type de transformation

Les alliages d'aluminium destinés à être corroyés peuvent être classés en deux familles, en fonction du type de transformation ou de traitement permettant d'obtenir les caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion [27] : (Tableau II.4)

- Les alliages trempant seront traités thermiquement.
- Les alliages par écrouissage obtiendront leurs caractéristiques mécaniques par écrouissage, donc par déformation à froid.
- Les états métallurgiques des alliages d'aluminium pour corroyage.

La désignation des alliages d'aluminium est indiquée dans la norme européenne EN 515 (Aluminium et alliages d'aluminium – Produits corroyés – désignation des états métallurgiques).

Les pièces en alliages d'aluminium obtenues par déformation sont classées en état métallurgique. Il y a 5 états normalisés, classifiés par une lettre :

- **F** : brut de transformation. Elle s'applique à une pièce après sa transformation (*laminage, forgeage, filage* etc). Cela sous entend qu'aucun traitement thermique n'a été réalisé et surtout qu'il n'y a pas de garanti de caractéristiques mécaniques,
- **O** : *recuit* (le plus bas niveau des caractéristiques mécaniques),
- **W** : mis en solution, trempé (état instable évoluant par maturation),
- **H** : écroui. Cet état ne s'applique qu'aux alliages à durcissement par écrouissage,

- **T** : traitement thermique. Ne s'applique qu'aux alliages à durcissement par traitement thermique.

Tableau II.4 : classifications des alliages d'aluminium

	Alliages trempant /ou à durcissement structural /ou à traitement thermique	Alliage à durcissement par écrouissage /ou non trempant /ou sans traitement thermique
Série	2000/4000/6000/7000	1000/3000/5000

b- les caractéristiques mécaniques de la série 6000

Il s'agit ici de déterminer les caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium de la série 6000 [27].

***Série 6000 (aluminium magnésium silicium)**

Les éléments d'alliages de cette série sont le magnésium (Mg) et le silicium (Si). Cette famille d'alliages a une grande importance industrielle. Elle est très utilisée pour les profilés. Ces alliages ont une très bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage principalement) et à la mise en forme à froid à l'état recuit. Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et sont inférieures à celles des alliages 2000 et 7000. Ces caractéristiques peuvent être augmentées par addition de silicium qui donnera le précipité durcissant Mg_2Si . Ils ont une excellente résistance à la corrosion notamment atmosphérique. Ils se soudent très bien (soudure à l'arc ou brasage). On peut les diviser en deux groupes.

- Un groupe dont les compositions sont plus chargées en magnésium et silicium (6061, 6082 par exemple). Ils sont utilisés pour des applications de structure (charpente, pylône...), ainsi qu'en aéronautique (liaisons électriques, boîtiers électroniques embarqués..).
- Une deuxième catégorie moins chargée en silicium qui par conséquent aura des caractéristiques mécaniques plus faibles. C'est le cas du 6060 qui permettra de grandes vitesses de filage mais qui aura des caractéristiques mécaniques plus faibles. Il sera utilisé par exemple en décoration et ameublement, menuiserie métallique.

Il faut également noter l'existence du 6101 anciennement appelé Almelec (tableau II.5). Cet alliage a été énormément utilisé pour ces aptitudes de conducteur électrique. Il a notamment été utilisé pour la fabrication de lignes moyenne et haute tension en France (tableau II.6).

Tableau II.5 : compositions des alliages 6060-6082-6101

Composition														
Alliage	-	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Zr+Ti	Autres chaque	Autres total	Al
6060	Min.	0.03	0.10	/	/	0.35	/	/	/	/	/	/	/	le reste
	Max.	0.60	0.30	0.10	0.10	0.60	0.05	/	0.15	0.10	/	0.05	0.15	
6082	Min.	0.70	/	/	0.40	0.60	/	/	/	/	/	/	/	le reste
	Max.	1.30	0.50	0.10	1.00	1.20	0.25	/	0.20	0.10	/	0.05	0.15	
6101	Min.	0.30	/	/	/	0.35	/	/	/	/	/	/	/	le reste
	Max.	0.70	0.50	0.10	0.03	0.80	0.30	/	0.10	/	/	0.05	0.15	

Les concentrations sont en pourcentage massique.

Tableau II.6 : caractéristiques physiques des alliages 6060-6082

Caractéristiques physiques		
/	6060	6082
Masse volumique (g/cm ³)	2.70	2.71
Intervalle de fusion	615-655	570-645
Coefficient de dilatation linéique (0 à 100 °C) (°C-1.106)	23.4.10-6	23.5.10-6
Module d'élasticité (MPa) (1)	69500	69500
Coefficient de Poisson	0.33	0.33
Conductivité thermique (0 à 100°C) (W/M°C)	État T5 : 200	État T6 : 174
Resistivity à 20°C (μΩcm)	État T5 : 3.3	État T6 : 4.2
Capacité thermique massique (0 à 100°C) (J/kg°C)	945	935
Limité élastique RP0.2 (MPa)	110 (2)	240 (3)
Limité à la rupture Rm (MPa)	150 (2)	300 (2)
Allongement (%)	14 (2)	8 (3)

- (1) Moyenne des modules de traction et de compression
- (2) barre étirée état T5 diamètre inférieur à 100 mm
- (3) Barre étirée état T6 diamètre compris entre 60 et 150 mm.

- **Tôles d'aluminium**

- ✓ Description du produit:

Il s'agit de tôles et bandes d'aluminium découpées longitudinalement et transversalement. Les tôles et bandes d'aluminium sont fournies conformément à la norme européenne EN 573 - 3, 485 - 2, 485 - 4 et la norme nationale PN 427305. Selon la demande, il est possible de fournir diverses tailles de bobines (longueurs) des tôles d'aluminium, par exemple, de 100, 500 ou 1000 kg à partir de la propre ligne d'enroulement. [28]

- ✓ Informa-ce:

L'épaisseur des tôles d'aluminium en formats atypiques selon le souhait du client peut être comprise entre 0,3 et 3 mm, la largeur entre 150 et 1500 mm et la longueur entre 100 et 4000 mm. [28]

- ✓ Domaine technique

La présente invention concerne un procédé de fabrication améliorant les propriétés mécaniques et la formabilité des tôles d'alliage d'aluminium destinées notamment à la carrosserie automobile. [28].

- ✓ Etat de la technique

- Les carrosseries automobiles sont fabriquées traditionnellement avec de la tôle d'acier laminée à froid. Soucieux d'alléger la caisse de leurs modèles, les constructeurs étudient depuis quelques années la possibilité de recourir aux alliages d'aluminium du type Al-Mg-Si pour fabriquer notamment les carrosseries.
- Dans cette technologie, la tôle d'alliage Al-Mg-Si est formée en élément de carrosserie après un traitement de mise en solution suivi d'un vieillissement naturel à l'état T4. Après la mise en forme, un durcissement par vieillissement (durcissement de cuisson ou "bake hardening"), lors de l'application et de la cuisson des peintures, lui confère les propriétés mécaniques requises.
- La principale difficulté soulevée par l'exploitation des alliages d'aluminium en carrosserie automobile est la formabilité insuffisante de cette famille de matériaux. La formabilité des alliages d'aluminium et singulièrement celle des alliages Al-Mg-Si demande donc à être nettement améliorée.

- Par ailleurs, les tôles d'alliage d'aluminium souffrent d'un déficit de tenue mécanique par rapport aux tôles d'acier. Aussi, les constructeurs recherchent des procédés de cuisson qui soient d'une part, assez efficaces pour procurer à ces tôles des performances mécaniques élevées et d'autre part, demandent des temps de traitement assez courts et des températures assez basses pour minimiser les coûts de fabrication. [28]

✓ Objet de l'invention

La présente invention concerne un procédé de fabrication de tôles d'alliage d'aluminium à haute formabilité. La tôle d'alliage d'aluminium est caractérisée en poids comme suit : composée de 0,3 à 1,7% (en poids) de Si, 0,01 à 1,2% de Cu, 0,01 à 1,1% de Mn, 0,4 à 1,4% de Mg, moins de 1,0% de Fe et, pour le reste, d'Al et d'inévitables impuretés. Elle est soumise à un traitement thermique en continu de mise en solution d'au moins 3 secondes, à plus de 450°C, suivi d'un refroidissement à une température de 60 à 250°C à une vitesse supérieure à 100°C/mn, d'un bobinage avec maintien à la dite température de 60 à 250°C et d'un pré vieillissement d'une durée comprise entre 1 minute et 10 heures à la dite température de 60 à 250°C. L'alliage peut contenir en plus un ou plusieurs éléments choisis parmi 0,04 à 0,4% de Cr, moins de 0,25% de Zn, moins de 0,4% de Zr et moins de 0,2% de Ti. [28]

✓ Description de l'invention

Les plages de concentration imposées aux éléments constitutifs de l'alliage selon l'invention s'expliquent par les raisons suivantes :

- Si : améliore les propriétés mécaniques en précipitant avec Mg sous forme de Mg_2Si lors de la cuisson de la peinture. Sa concentration est choisie dans la plage 0,3-1,7% en poids. En effet, au-dessous de 0,3% en poids, son effet est insuffisant, et au-dessus de 1,7% en poids, la formabilité après mise en solution s'en ressent [29-30].
- Mg : contribue à améliorer la formabilité en constituant une solution solide dans la matrice après le traitement de mise en solution. De plus, il améliore les propriétés mécaniques en précipitant avec Si sous forme de Mg_2Si lors de la cuisson de la peinture. Sa concentration est choisie dans la plage 0,4-1,4% en poids. En effet, au-dessus de 0,4% le gain de propriétés mécaniques est insuffisant, et au-dessus de 1,4%, la formabilité après mise en solution s'en ressent [30].
- Cu : améliore les propriétés mécaniques en précipitant notamment les zones GP (Guinier-Preston), les phases Q' et les phases S lors de la cuisson. Sa concentration est choisie dans la plage 0,01-1,2% en poids. En effet, au-dessous de 0,01% en poids, le gain de propriétés

mécaniques est insuffisant, et au-dessus de 1,2% en poids, la résistance à la corrosion par exemple s'en ressent [31].

- Mn et Cr améliorent la finesse du grain et les propriétés mécaniques de la matrice. Leur concentration en poids est choisie respectivement dans les plages 0,01-1,1% et 0,04-0,4%. En effet, au-dessous de la borne inférieure, leur effet est insuffisant, et au-dessus de la borne supérieure, la formabilité après mise en solution s'en ressent [29-32].
- Zn améliore les propriétés mécaniques, Zr et Ti affinent la microstructure. Leur concentration est choisie inférieure respectivement à 0,25%, 0,4% et 0,2% sous peine d'une formabilité insuffisante.
- Fe, qui constitue de façon générale une impureté pour l'aluminium, doit être limité à moins de 1,0% en poids sous peine de ne pas réaliser les effets de l'invention [29-32].

Les autres impuretés sont également limitées à moins de 0,5% en poids sous peine de ne pas réaliser les effets de l'invention.

Les alliages d'aluminium du type Al-Mg-Si sont des alliages qui durcissent au vieillissement. Le vieillissement induit la précipitation d'une phase de durcissement structural qui augmente les propriétés mécaniques. Dans le cas de l'alliage Al-Mg-Si, le processus obéit au schéma suivant:

Solution solide sursaturée → *Zone GP* → *Phase intermédiaire* → *Phase stable (en générale)*.

Dans le cas du procédé de mise en solution/trempe/vieillissement à la température normale (traitement T4), le vieillissement engendre des zones GP avec des précipités en excès laissés par la trempe. Ces zones apportent une première amélioration nette des propriétés mécaniques [32].

La cuisson de la peinture provoque un vieillissement artificiel qui précipite pour donner une phase intermédiaire (phase de durcissement structural). Cette phase optimise les propriétés mécaniques de l'alliage. Le problème de ce procédé antérieur réside dans la répartition des précipités qui, étant concentrés majoritairement dans des zones GP au moment du vieillissement naturel, contrarient ensuite la précipitation de la phase intermédiaire par le vieillissement artificiel et interdit de ce fait l'obtention d'une tenue mécanique optimale. Quant à former directement l'alliage vieilli naturellement, il en est difficilement question. L'alignement des zones GP avec la phase matricielle (Al) nuit à la formabilité dans la mesure où il favorise, au moment des déformations, la rupture au niveau des dislocations et finalement la concentration des contraintes dans les joints de grains.

La présente invention résulte de la prise en compte de ces diverses observations. Elle se caractérise principalement dans le maintien permanent à une température supérieure à 60°C, sans

la moindre incursion dans la plage des températures normales et cela pendant tout le processus entre le traitement de mise en solution et le pré vieillissement final.

L'objectif est en effet, en maintenant la température au-dessus de 60°C jusqu'à la fin du pré vieillissement, d'empêcher la formation de zones GP, sachant que le procédé antérieur implique précisément des incursions à température normale, que ce soit à l'occasion de la trempe de vieillissement naturel ou jusqu'à la cuisson et que ces incursions sont à l'origine de la formation de telles zones GP.

La tôle une fois pré vieillie peut ensuite, sans incidence sur sa formabilité ni sur ses propriétés mécaniques, être exposée de façon prolongée à une température normale durant le formage puis l'application et la cuisson des peintures.

Le procédé de fabrication selon l'invention consiste, après élaboration, coulée, homogénéisation et laminage de l'alliage d'aluminium sus décrit selon un procédé habituel, à le soumettre à un traitement en continu de mise en solution par un chauffage de plus de 3 secondes à une température supérieure à 450°C, suivi d'un refroidissement à une température de 60 à 250°C à une vitesse supérieure à 100°C/mn, d'un bobinage avec maintien à la dite température de 60 à 250°C et d'un pré vieillissement d'une durée comprise entre 1 minute et 10 heures à la dite température de 60 à 250°C.

Le traitement de mise en solution améliore la formabilité du matériau en provoquant la mise en solution temporaire d'éléments tels que Si et Mg dans la matrice, et favorise par la suite les propriétés mécaniques par le biais de la précipitation fine de composés tels que Mg_2Si lors de la cuisson ultérieure.

Le chauffage de mise en solution est appliqué durant au minimum 3 secondes à une température supérieure à 450°C. En effet, si la température et la durée n'atteignent pas 450°C et 3 secondes, la mise en solution des éléments (Si, Mg etc...) et donc l'amélioration des propriétés mécaniques lors de la cuisson ultérieure sont insuffisantes. La vitesse de refroidissement après mise en solution est choisie supérieure à 100°C/mn. En effet, une vitesse inférieure à 100°C/mn se traduit par une précipitation grossière, donc par une formabilité médiocre ainsi que par une amélioration insuffisante des propriétés mécaniques lors de la cuisson. La température finale, pour cette vitesse de refroidissement, est choisie dans la plage 60-250°C. En effet, si elle est inférieure à 60°C, elle fait apparaître des zones GP, et si elle est supérieure à 250°C, elle favorise la précipitation d'une phase stable au détriment de la formabilité et des propriétés mécaniques.

Le bobinage dans la même plage de température 60-250°C du matériau refroidi à 60-250°C, puis le pré vieillissement de 1 minute à 10 heures toujours dans la plage de température 60-250°C ont

pour objet de permettre la formation d'une phase intermédiaire qui bénéficie aux propriétés mécaniques et à la formabilité de l'alliage. Si leur température est inférieure à 60°C, il se forme des zones GP, et si elle est supérieure à 250°C, il y a précipitation d'une phase stable, dans les deux cas au détriment des propriétés mécaniques et de la formabilité de l'alliage.

La durée du pré vieillissement est choisie entre 1 minutes et 10 heures. En effet, au-dessous d'une minute, la précipitation insuffisante de la phase intermédiaire risque par la suite, lors du retour à la température normale, de favoriser la formation de zones GP et au-dessus de 10 heures, la phase intermédiaire surabondante renforce exagérément les propriétés mécaniques de l'alliage au détriment de sa formabilité.

Enfin, la présente invention s'applique non seulement au procédé de fabrication en continu évoqué ci-dessus, mais aussi avec les mêmes effets aux classiques procédés discontinus. On général, ce procédé concerne les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Mg-Si.

Donc, la composition indiquée est relative aux deux des tôles à étudier appartenant à la classe Al Mg Si (6xxx). Cette série fait partie de la classe des alliages à durcissement par précipitation. Un regain d'intérêt pour ces alliages a été motivé récemment par leur utilisation dans l'industrie automobile [33] et même aéronautique [34]. Essayons d'en apprendre un peu plus sur ces alliages.

III-Précipitation dans les alliages Al-Mg-Si

III -1 Séquence de précipitation:

La figure II.3 illustre le diagramme d'équilibre du système binaire Al-Mg.

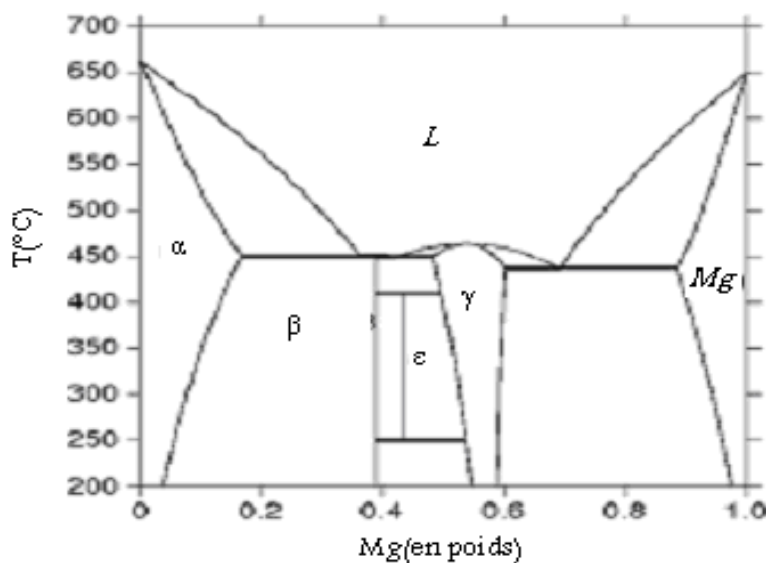


Figure II.3: Diagramme de phases du système binaire Al-Mg

La figure II.4 représente le diagramme d'équilibre isotherme à 300°C du système ternaire Al-Mg-Si.

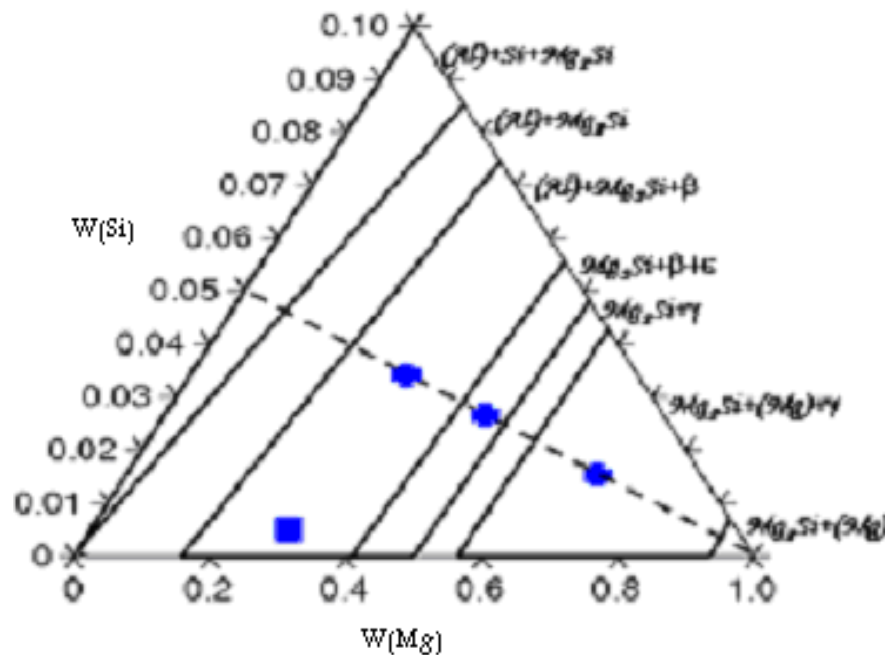


Figure II.4: Section isotherme à 300°C du système Al-Mg-Si.

La séquence de précipitation communément acceptée pour les alliages Al Mg Si [35-37] est la suivante (figure II.5) :

(SSS) → Amas de solutés et /ou zones GP → β'' en aiguilles → β' en batonnets → β (Mg_2Si) en plaquettes

a/ la solution solide sursaturé SSS:

Au cours du maintien d'un alliage d'aluminium à durcissement structural à la température ambiante après la trempe, la solution solide sursaturée se trouve en état métastable. Au cours de ce stade, appelé maturation, l'alliage durcit progressivement, spontanément et la solution solide se décompose pour donner naissance à la formation, à partir de la matrice, de germes stables de petits amas d'atomes de soluté (les zones de Guinier-Preston), en très grande densité (de l'ordre de 10^{17} à 10^{18} / cm^3) [38], dont la taille est supposée comprise entre 1 et 5 nm de diamètre. L'observation en microscopie électronique en transmission conventionnelle d'objet de telle taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électronique de l'aluminium, du magnésium et du silicium [39]. Des récents travaux utilisant des techniques de caractérisations modernes mieux adaptées à l'étude de ces objets, telle la sonde atomique, ont

été menés par différents auteurs [39,40,41,42]. Ces amas d'atomes sont toujours situés aux nœuds du réseau de la matrice d'aluminium et sont constitués de petites portions de plans cristallographiques du réseau d'aluminium enrichis en atomes de soluté.

A cette étape, ces amas d'atomes sont plus ou moins sphériques [43]. Ils contiennent en majorité des atomes d'aluminium en plus des atomes de Mg et/ou Si. Ils sont orientés selon les directions $[100]_{Al}$. Ils sont d'abord désordonnés puis organisés en alternance de couches d'atomes de silicium entourés de deux couches d'atomes de magnésium. Gueuser [39] rapporte que lorsque l'on parlera d'amas homo-atomiques, il s'agira d'amas enrichis en un seul type de soluté en plus des atomes de solvant et non pas d'objets contenant 100% du soluté en question.

Edwards et al. [40] ont détecté à la fois des amas de Mg, des amas de Si et des hétéroamas contenant Mg et Si caractérisés par l'apparition d'un large pic à basse température dans les diagrammes de (DSC). En revanche, les travaux [41, 42], affirment que leurs profils de concentration ne laissent apparaître que des homo- amas de Mg dans l'état brut de trempe.

Ils suggèrent qu'une maturation à température ambiante et/ou un pré-revenu à une température inférieure à 100°C verraient la formation d'amas de Si, puis de co-amas Mg-Si. Les deux équipes sont cependant d'accord pour affirmer que les co-amas formés pendant le pré-revenu servent très probablement de sites de germination préférentielle très finement répartis pour la phase β'' qui leur fait suite dans la séquence de précipitation.

Vau mousse et al. [44] en étudiant des alliages de la série 6000 sont parvenus à la même conclusion à l'aide d'une technique d'identification d'amas. Ils affirment qu'un alliage brut trempé contient déjà des amas de solutés, mais ne précisent pas s'il s'agit d'homo ou d'hétéro-amas. Leur méthode inclue le choix d'un nombre d'atomes minimal pour la définition d'un amas. L'efficacité de détection d'un amas paraît cependant limitée.

b/ La phase durcissante β''

Cette phase de transition cohérente avec la matrice appelée β'' conserve une morphologie similaire à celle des amas de soluté (zones GP) [38], en se formant ainsi en aiguilles au dépens de ces précurseurs qui sont des amas contenant autant de Mg que de Si, s'étendant le long des directions $\langle 100 \rangle_{Al}$. En effet, elle a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP (zone GP-II), car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions $[001]^*$ du réseau réciproque de la matrice d'aluminium. Ces traînées étaient interprétées de la même façon que pour les zones GP des alliages Al-Cu comme étant la trace de zones iso structurales très fines [39]. La dénomination par β'' et la structure de β'' ont été initialement présentés par Shchegoleva [45]

suite à une étude par diffraction des rayons X d'un alliage Al-Mg-Si. Elle a déterminé que la structure de β'' est du type monoclinique, avec $a = b = 0.616$ nm, $c = 0.71$ nm et $\beta = 82^\circ$. Selon les travaux menés par les auteurs [46,47,48,49], cette phase cohérente est responsable de la microstructure correspondante au pic de dureté dans les alliages Al-Mg-Si (Cu) modèles industriels à faible teneur en cuivre. De nombreuses études ont proposé des structures cristallines plus ou moins concordantes [50, 51]. L'utilisation du microscope à transmission à haute résolution (HRTEM) a apporté des images montrant les colonnes atomiques au cœur de ces précipités (figures II.5, II.6). Les structures ainsi proposées pour la phase β'' sont présentées comme suit :

-Monoclinique bc, $a = 1.534$ nm, $c = 0.689$ nm, $b = 0.405$ nm, $\beta = 106^\circ$, Edwards [45]

- Monoclinique $a = 0.30$ nm, $c = 0.33$ nm, $b = 0.40$ nm, $\beta = 71^\circ$, Lynch [50]

-Monoclinique $C2/m$ $a = 1.516$ nm, $c = 0.674$ nm, $b = 0.405$ nm, $\beta : 105.3^\circ$, Andersen [51]

-Monoclinique ($P2/m$) $a = 0,770$ nm, $c = 0,203$ nm, $b = 0,670$, $\gamma = 75^\circ$ [45]

Le groupe de Andersen [52] a beaucoup travaillé sur l'extraction du motif complet des précipités et ils ont publié une étude résolvant entièrement la structure de β'' . Une cellule élémentaire contient deux fois le motif Mg_5Si_6 pour une structure $C2/m$, à base C centrée et de paramètres de maille $a = 1,516$ nm — $b = 0,405$ nm — $c = 0,674$ nm — $\beta = 105,3^\circ$. Selon Andersen [51], le rapport $\frac{Mg}{Si}$ des précipités est donc égale à $\frac{5}{6}$ et les précipités ne sont pas supposés contenir de l'aluminium. L'argument principal de l'exclusion des atomes d'aluminium est la distance inter atomique calculée dans la structure difficilement acceptable pour des atomes d'aluminium. D'autres études publiées par le même groupe [53, 54] ont nuancé ce résultat en affirmant qu'une certaine quantité d'aluminium était probablement présente dans les précipités aux premiers stades de développement, en substitution des atomes de Mg. On aurait donc un rapport $\frac{Mg}{Si}$ inférieur à la valeur théorique supposée de $\frac{5}{6}$ mais qui tendrait vers cette valeur au cours du revenu. Un résultat particulièrement marquant ressortant de toutes les études de ces précipités en sonde atomique est que le rapport $\frac{Mg}{Si}$ des précipités est inférieur à 2 qui est le rapport stœchiométrique correspondant à la phase stable Mg_2Si [43, 51, 55]. Ces rapports sont mesurés entre 1 et 1,7. Tandis que Matsuda et al. [39] ont trouvé ce rapport égal à 0,17. Ces derniers semblent dépendre fortement de la composition nominale de l'alliage. Il est de l'ordre de 1,7 pour des alliages Al- Mg_2Si et autour de 1 dans des alliages en excès de Si. Les dimensions des précipités observés sont peut être responsables des écarts à la stœchiométrie. En effet, la

microstructure correspondante au pic de dureté montre des précipités dont les dimensions sont de l'ordre de 2 nm [49, 56].

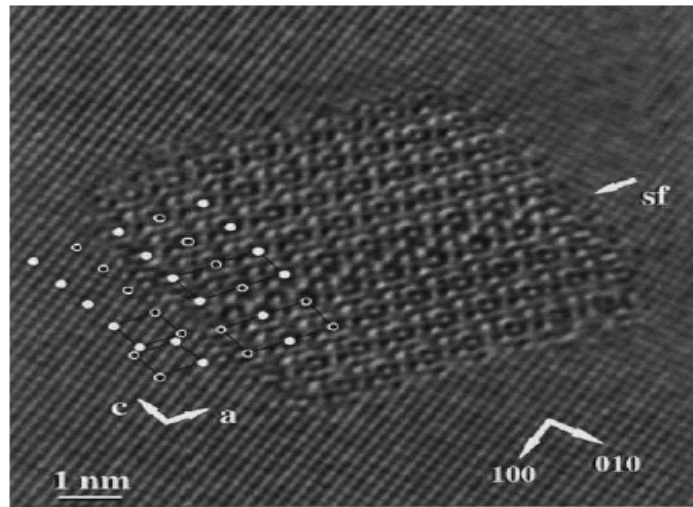


Figure II.5 : Image de la phase β'' obtenue par MET à haute résolution, la direction du faisceau électronique est parallèle à $[001]_{Al}$ [52]

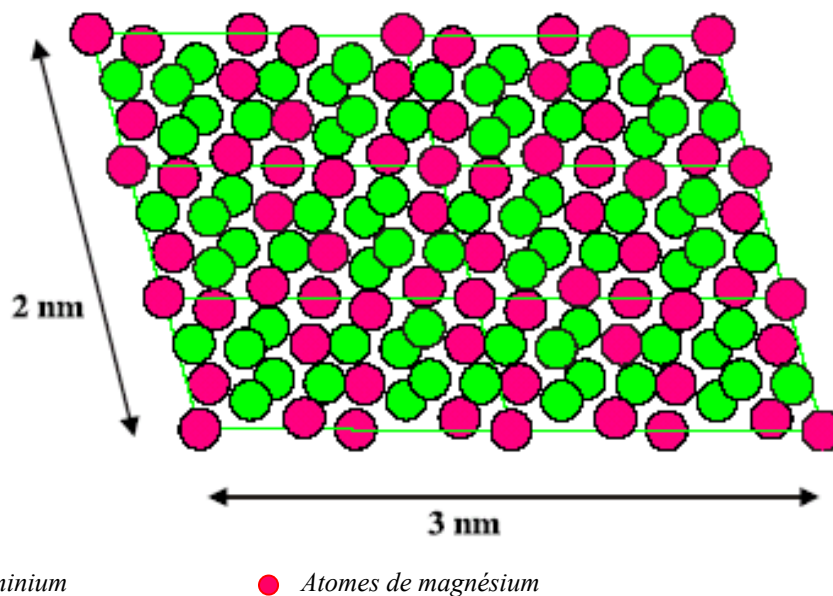


Figure II.6: Précipité de β'' construit selon le modèle Andersen et al. [52] dimensions similaires à ceux présents au pic de dureté. Le rapport Mg/Si de ce précipité vaut 0,95 (distinct de la stœchiométrie 5/6 déduite de la formule chimique).

C/ LA PHASE β'

Cette phase intermédiaire a un rapport $\frac{Mg}{Si}$ plus faible que celui de la phase d'équilibre. Les rapports $\frac{Mg}{Si}$ trouvés dans la littérature sont essentiellement identiques à ceux mesurés pour la phase β' (entre 1 et 1,7 selon les alliages) [51, 55].

Elle précipite sous la forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. La structure de cette dernière a été bien déterminée par la diffraction électronique. Les travaux sont proposés par les auteurs [51, 56]. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres :

$$a = 0,705\text{nm} \text{---} c = 0,405\text{nm}, \text{ rapport } : 1.73 \text{ [56]}$$

$$a = b = 0,407, c = 0,405 \text{ nm}, \text{ rapport } : 1.54 \text{ [51]}$$

Comme les aiguilles β'' , les bâtonnets β' sont cohérents avec la matrice d'aluminium le long de leur grand axe. Une étude récente menée par Anderson et al. [57], propose la stœchiométrie suivante $Mg_{18}Si_{10}$. De récents travaux, (Cayron et Buffat [58]; Anderson et al. [57]), de microscopie électronique à transmission à haute résolution ont montré que cette phase pouvait coexister avec β'' dans un même précipité.

d/ LA PHASE D'EQUILIBRE $\beta(Mg_2Si)$

Actuellement, il est bien convenu que la nucléation de cette phase se fait après dissolution de la phase intermédiaire β' et ne correspond pas à la transformation de cette dernière. Ceci peut être argumenté par le fait que ces deux phases ont des structures cristallographiques entièrement différentes [59]. Le précipité est 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 ordonnées, du type CaF_2 , avec un paramètre de maille $a = 0,639\text{nm}$ [39]. Cette phase (β - Mg_2Si) est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientations : $(001)_\beta \parallel (001)_{Al}$ et $[110]_\beta \parallel [100]_{Al}$, [39].

Récemment, Van Huis et al. [60] rapportent les diverses phases de précipités et les transitions de phases qui se produisent pendant la séquence de précipitation dans les alliages Al Mg Si-(Cu) (fig. II.7). Les structures sont schématisées sur une grille cartésienne conformément aux rapports d'orientation en vigueur. La normale au plan du paramètre du réseau est cohérente avec le réseau de la matrice Al ($\gamma = [010]_{Al} = 4.05 \text{ A}^\circ$). Des hexagones renfermant des atomes Mg peuvent être distingués presque dans toutes les structures. Chaque hexagone reforme un parallélogramme constitué de quatre atomes.

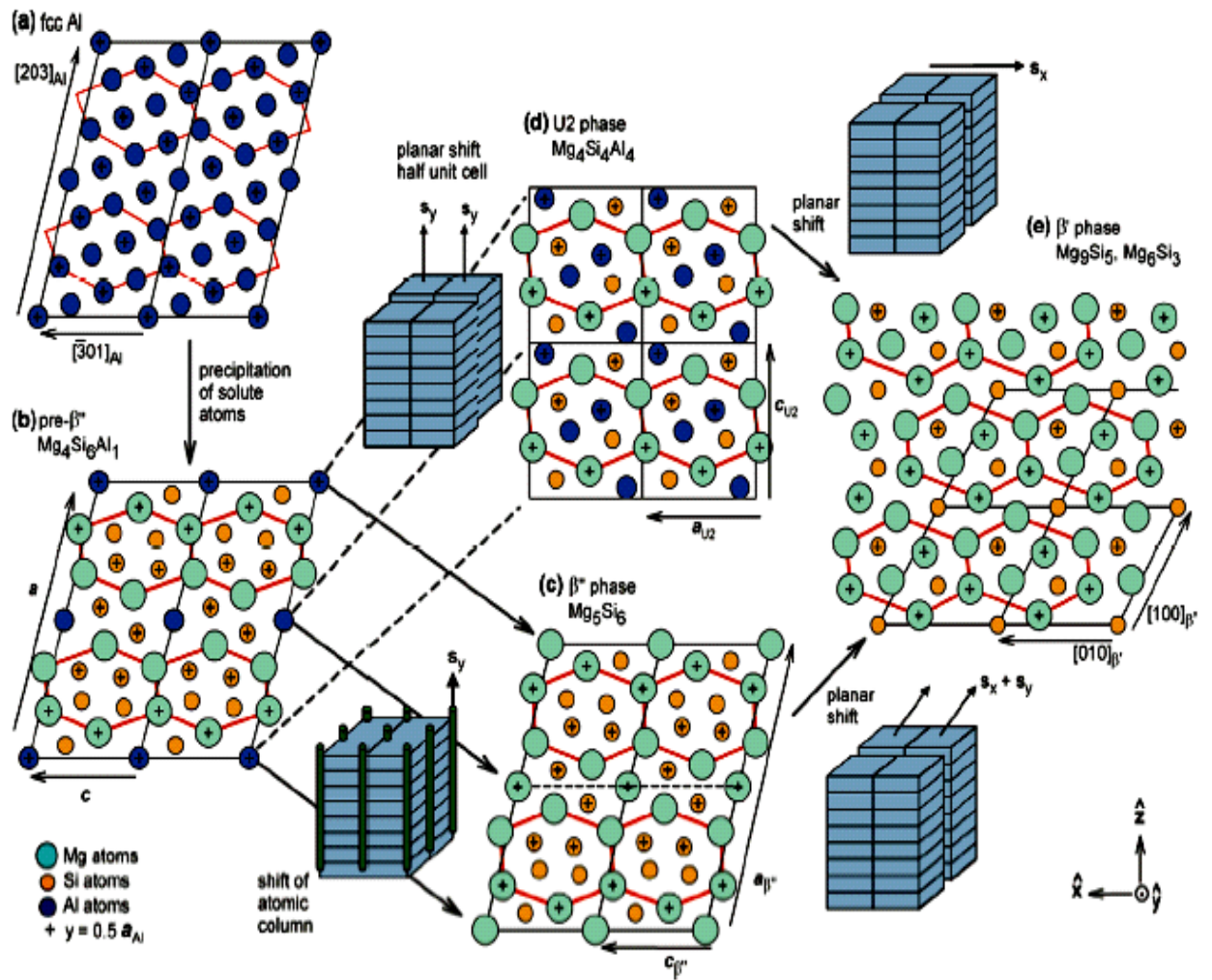


Figure II.7 : Séquences de précipitation et transitions de phases rapportées pour les alliages de la série 6000 [60].

Chapitre III

**Techniques
expérimentales**

Cette partie est consacrée aux techniques utilisées pour la caractérisation des microstructures, des propriétés thermodynamiques et mécaniques des deux alliages étudiés.

I-Alliages utilisés

Dans ce travail, nous avons utilisé deux d'alliages à base d'aluminium Al-1.03 Masse Mg-0.54 Masse Si et Al-1.08 Masse Mg-0.52 Masse Si où la précipitation est toujours continue. Les compositions sont données dans le tableau III.1:

Tableau III.1:composition des alliages étudiés

	Al	Cr	Cu	Fe	Mg	Mn	Ni	Si	Ti	V	Zn	zr
Tôle 1	97.358	0.21	0.34	0.42	1.03	0.049	0.014	0.54	0.016	0.006	0.016	0.001
Tôle 2	97.417	0.21	0.30	0.30	1.08	0.12	<0.011	0.52	0.024	0.006	0.011	0.001

Nous soulignons que les deux alliages contiennent les mêmes éléments d'addition. Mais les concentrations de certains éléments diffèrent d'un alliage à un autre. Les deux alliages ont été préparés par la fusion conventionnelle.

L'étude dilatométrique porte sur plusieurs tôles de différentes épaisseurs élaborées à partir des deux alliages cités dans le tableau ci-dessus. Pour étudier l'influence de l'épaisseur sur les propriétés thermodynamiques des deux matériaux, nous avons préparé deux séries d'échantillons.

A partir de chaque alliage, nous avons préparé trois tôles de différentes épaisseurs ayant les valeurs suivantes : 1mm, 1,15mm et 1,35mm. Puis à partir de chaque tôle, nous avons prélevé trois échantillons selon les directions X, Y et Z.

X correspond à la direction parallèle à la direction de laminage.

Y correspond à la direction perpendiculaire à la direction de laminage.

Z correspond à la direction perpendiculaire au plan de laminage.

Le même procédé a été repris pour l'obtention des échantillons à partir de la tôle2.

II- Méthodes expérimentales utilisées

I.1. Analyse calorimétrique différentielle à balayage

Pour l'analyse calorimétrique des échantillons, nous avons utilisé un calorimètre SETARAM DSC-92, qui atteint une température maximale de 550°C. La vitesse de chauffage peut être

réglée par incréments de $0.01^{\circ}\text{C}/\text{min}$ à $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Les creusets utilisés sont en aluminium. La mesure se fait à l'aide d'un ordinateur relié au contrôleur CS-92 du même fabricant. Ce contrôleur pilote la calorimétrie en répondant aux directives du logiciel. Nous avons calibré l'appareil nous-mêmes. Les mesures ont été faites sous air.

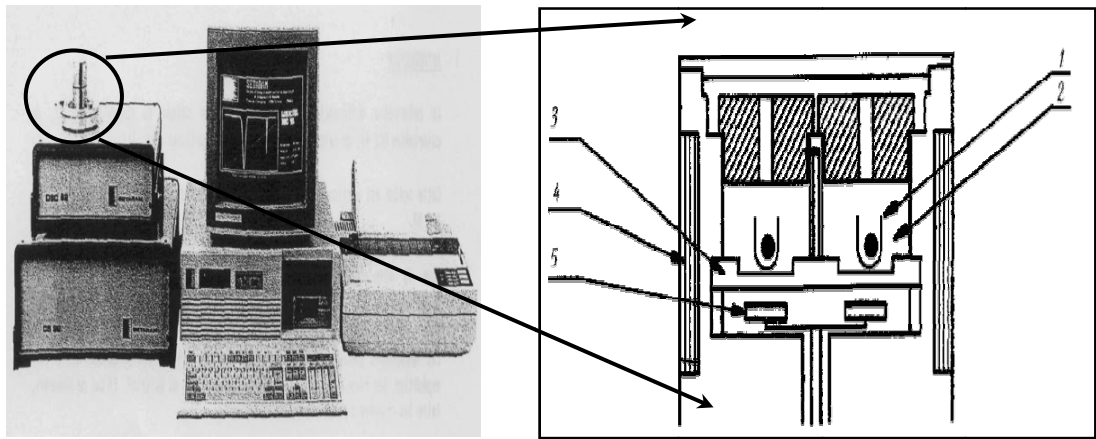
Pour chaque tôle, nous avons procédé à une mesure faite avec une vitesse de chauffage égale à $12^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La masse des échantillons a été choisie pour être la plus proche possible de celle de la référence. Pour cela, nous avons utilisé un fil épais d'aluminium pur, que nous avons enroulé en un anneau ayant un diamètre proche de celui du creuset, lui-même au contact de la plate-forme porte-échantillon. De cette façon, nous estimons avoir réduit les gradients thermiques dans les échantillons.

Un calorimètre différentiel est un appareil qui permet d'effectuer une mesure de la différence de flux de chaleur entre un échantillon et une référence. Cet appareil doit pouvoir mesurer trois grandeurs simultanément: le temps, la température et le flux de chaleur (plus communément, le taux de dégagement de chaleur, dq/dt). De plus, l'appareil doit pouvoir appliquer un programme thermique choisi à l'échantillon, qu'il soit en chauffage continu ou isotherme. Les résultats doivent être fournis par un moyen adéquat (table traçante, tableau de valeurs, fichier sur un ordinateur, etc.)

Le fabricant n'a pas fourni de substances inertes pouvant servir de référence. La plupart des essais se font avec un porte échantillon vide comme référence. Pour discuter cet état des choses, affinons tout d'abord le concept de substance inerte. Tous les corps connus ont des chaleurs spécifiques finies et non nulles.

Telle que définie précédemment, une substance inerte n'existe tout simplement pas avec une chaleur spécifique finie. Toute substance soumise à un programme thermique dégagera et/ ou absorbera de la chaleur, et ce suivant la température de la substance, en vertu du fait que la chaleur spécifique est fonction de la température.

La courbe calorimétrique consiste en un 'fond' lisse sur lequel se 'superposent' des pics correspondant à un dégagement de chaleur « anormal » de l'échantillon. Ces pics sont donc dits "anomalies"[61] et ces anomalies sont soit 'exothermiques' correspondant à un dégagement de chaleur, ou 'endothermiques' correspondant à une absorption de chaleur par l'échantillon. Les anomalies sont la manifestation de transformations qui ont lieu dans l'échantillon. Selon l'échantillon étudié, elles peuvent être d'une grande variété (évaporation, fusion, cristallisation, recristallisation, etc.). (Figure III.1)



1- Creuset, 2- chambre de mesure, 3- porte-échantillon, 4- four, 5- thermocouple

Figure III.1 : Setaram DSC 92.

II.2.Dilatométrie

L'analyse dilatométrique consiste à enregistrer les variations de longueur d'un échantillon en fonction de la température ou du temps. La dilatométrie différentielle consiste à amplifier la différence de dilatation entre un échantillon que l'on étudie et un étalon dont on connaît les propriétés. Elle permet de détecter les changements de phases (transformation allotropique, phénomène de précipitation, les points de curie, les transformations ordre désordre des alliages). Egalement, elle permet d'étudier la variation du coefficient d'expansion thermique en fonction de la température.

L'interprétation des courbes obtenues consiste à déterminer les différentes étapes des transformations, tout en précisant s'il y a une contraction ou une dilatation.

L'intérêt de la courbe dérivée en dilatométrie permet de mettre en évidence des transformations qui s'effectuent avec de faibles variations de volume.

Le dilatomètre utilisé est du type DIL 402C NETTZSCH4, dont la gamme de température est de:25°C à 1600°C

Les vitesses de chauffage et de refroidissement ont un pas compris entre 001°C/min et 50°C/min

La gamme de mesure est de 500 à 5000 μm , avec une résolution ΔL : 8nm

Le DIL 402 C fonctionne avec le logiciel protes sous MS Windows. Ce logiciel inclut toutes les données nécessaires pour effectuer une mesure.

En général, il permet aisément le traitement des courbes de dilatation, $\Delta L / L_0$ en fonction du temps ou de la température et du coefficient d'expansion thermique dans l'intervalle de température choisi pour la détermination de chaque segment du cycle thermique programmé.

Quant à nos essais dilatométriques, le cycle thermique imposé à nos échantillons consiste en un chauffage dans l'intervalle de températures de 25 à 550°C, avec une vitesse de 5°C/min, suivi d'un refroidissement à la même vitesse.

Nous avons effectué des mesures du coefficient de dilatation thermique α (T) selon les trois directions X, Y et Z. Les échantillons selon X et Y ont chacun une longueur de 20mm. Selon la direction Z, l'épaisseur prend trois valeurs : 1mm, 1.15mm et 1.35mm. La précision des mesures est de l'ordre de 10^{-7} °C.

Cette méthode permet de suivre les évolutions structurales à partir de la mesure des variations dimensionnelles (ΔL) en fonction de la température [62]. Ces matériaux sont susceptibles d'être le siège de transformation de phase soit en condition isotherme soit en condition anisotherme, soit les deux en même temps. (Figure III.2).



Figure III.2 : Dilatomètre

II.3. Microscopie optique

L'objectif de la microscopie optique est l'observation de la micro structure, la taille et la forme des grains puis les précipités. Nous avons utilisé un microscope optique OLYMPUS BX51M. (Figure III.3). La préparation métallographique des échantillons consiste:

a/ polissage

Le polissage mécanique est fait avec les papiers abrasifs suivants : 500, 800, 1000, et 1200. Après chaque polissage les échantillons sont nettoyés avec un solvant approprié (éthanol, acétone....) puis séchés à l'air comprimé.

b/ attaque chimique

L'attaque a pour but de révéler et de différencier les divers constituants de l'échantillon. Avant l'étude micrographique, il faut procéder à une attaque chimique. Le réactif utilisé a la formule suivante [63]:

- Eau distillée:87 ml
- Acide fluorhydrique:05 ml,
- Acide chlorhydrique:09 ml,
- Acide nitrique:23 ml.

Les échantillons sont plongés environ une minute dans cette solution, puis sont à nouveau nettoyés à l'éthanol et séchés à l'air comprimé.



Figure III.3: Microscope optique OLYMPUS BX51M

II.4. Micro durezza

La dureté est définie comme étant la résistance qu'un corps oppose à la pénétration par un autre corps plus dur. Pour fixer les conditions de cette pénétration, il est possible par des essais préalables, de déterminer la nature et la forme des pénétrations à utiliser. Parmi les méthodes utilisées pour mesurer la microdureté, nous avons choisi la méthode Vickers. (Figure III.4).

1-la dureté Vickers

Elle est déterminée à partir du quotient de la force d'essai et de la surface d'une empreinte rémanente qui est produit sur l'éprouvette par un diamant pyramidal ayant une surface de base carrée et un angle dièdre de 136° . Le pénétrateur de type Vickers est utilisé pour les essais de microdureté. Les essais de dureté correspondent à des charges comprises entre 5 et 100 kilogrammes forces et les essais de micro dureté correspondent à des charges inférieures à 1000 g et relatent la dureté sur des domaines microscopiques.

Nous avons utilisé une charge de 300 g grammes forces et un microduromètre semi automatisé du type ZWICK B3212002. Pour chaque échantillon dix mesures sont réalisées pour déterminer une valeur moyenne.

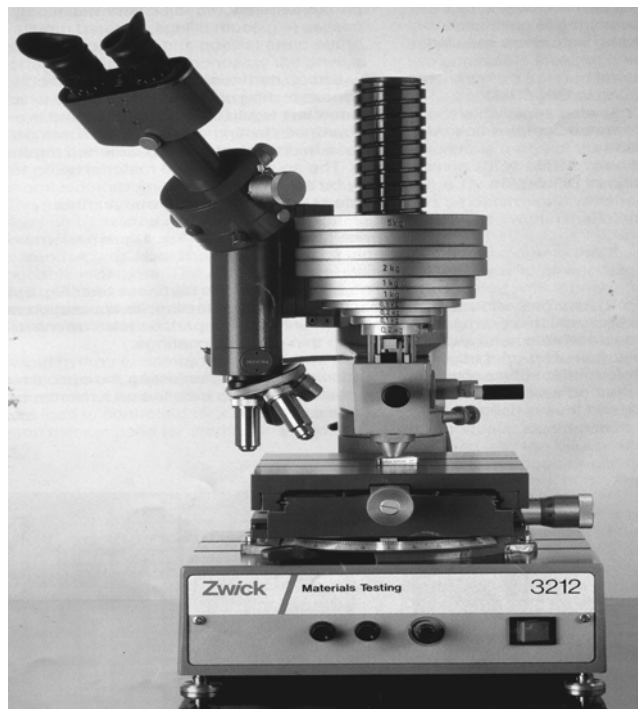


Figure III.4: Microduromètre semi automatique du type ZWICK à pénétration Vickers

II-5.Diffraction des rayons X

Elle permet d'avoir des informations relatives à la structure cristalline et d'étudier les transformations de phases dans les solutions solides. (Figure.III.5)

II-5.1- Description

Il s'agit d'un diffractomètre à poudre automatisé : Siemens D8 Advance .Ce diffractomètre utilise les rayons x pour déterminer la structure cristalline à partir des spectres de diffractions enregistrés avec une anticathode de cuivre ($I=30\text{mA}$ et $V=40\text{KV}$). Le balayage a été fait pas à pas, entre 10° et 120° .

II-5.2-Principe de la méthode

L'état cristallin est caractérisé par une distribution périodique dans l'espace d'un motif atomique. Il est constitué de plans parallèles et équidistants que l'on appelle les plans réticulaires identifiés par les indices de Miller (hkl). Ils sont les caractéristiques du cristal qui peuvent être calculés grâce à la diffraction des rayons X.

Un faisceau de rayons X monochromatique bombarde un cristal. Il y a diffraction suivant une direction donnée à partir des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou la loi de Bragg est satisfaite:

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

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marches des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier.

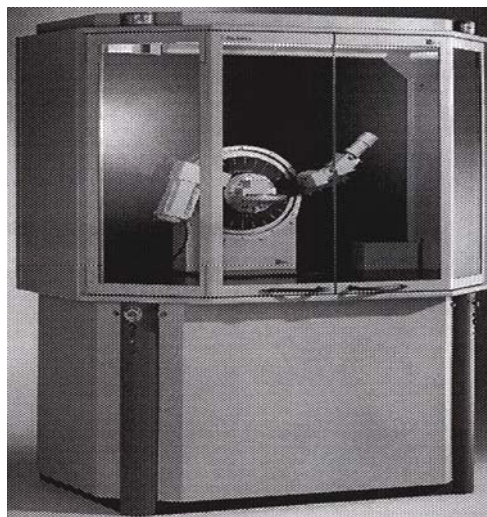


Figure III.5 : Le diffractomètre de type Siemens D8 ADVANCE

Chapitre IV

**Résultats et
interprétations**

I : Résultats de l'analyse dilatométrique

I.1 : Tôle 1 (Alliage Al-1.05% masse Mg - 0.54% masse Si)

I.1.1 : Comportement dilatométrique en fonction de l'épaisseur

I.1.1.a : comportement suivant la direction X

Concernant la tôle 1, nous avons pu mesurer les coefficients de dilatation thermique en fonction de la température des trois tôles découpées selon la direction X. (Figure IV.1)

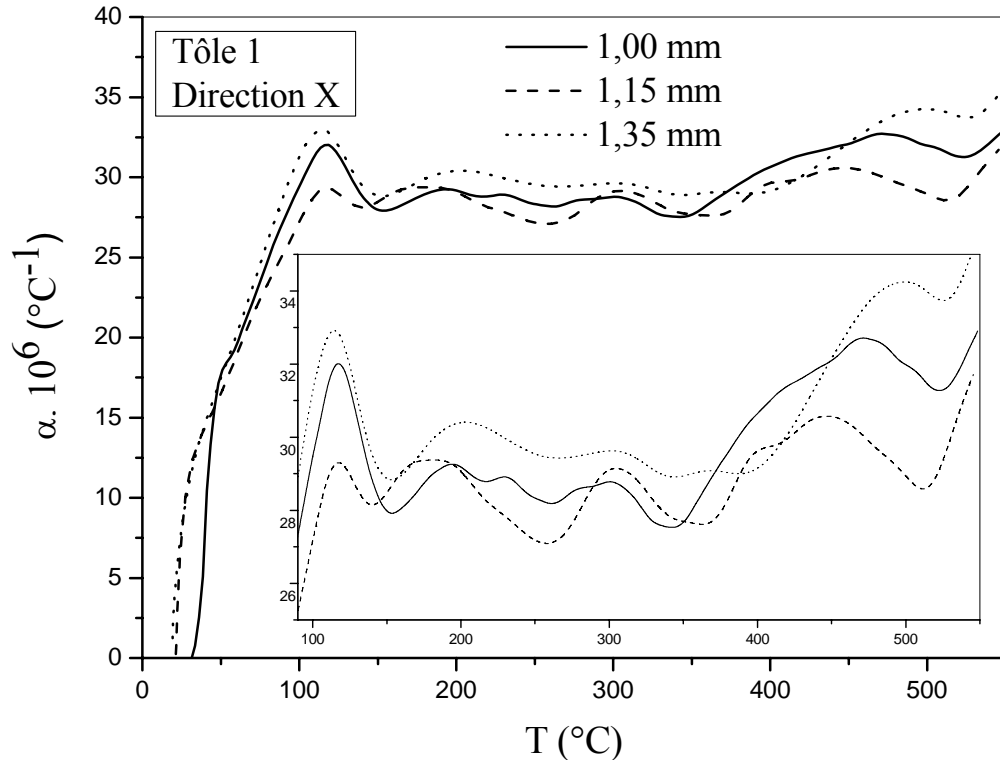


Figure IV.1 : variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon la direction X de la tôle 1 d'épaisseurs 1, 1.15 et 1.35 mm

Nous constatons que les courbes du coefficient de dilatation thermique suivant la direction X des trois échantillons (quand l'épaisseur passe de 1mm à 1.15mm puis à 1.35mm), sont confondues lorsque la température est inférieure à 50°C. Au delà de cette température, les valeurs de α ne sont plus les mêmes. Donc, il y a naissance d'une anisotropie qui s'intensifie avec l'augmentation de la température. Quand $T \geq 250^\circ\text{C}$, le coefficient de dilatation thermique de la tôle d'épaisseur 1.15mm est inférieur à celui des deux autres. Probablement dans ce cas, la concentration de défauts introduits lors du laminage favorise la diffusion des particules formées appelées dispersoïdes responsables de l'amélioration des propriétés mécaniques.

1.1.1.b : comportement selon la direction Y

La figure IV.2 représente le coefficient de dilatation thermique défini selon la direction Y des échantillons dont l'épaisseur passe de 1mm à 1.15mm et à 1.35mm.

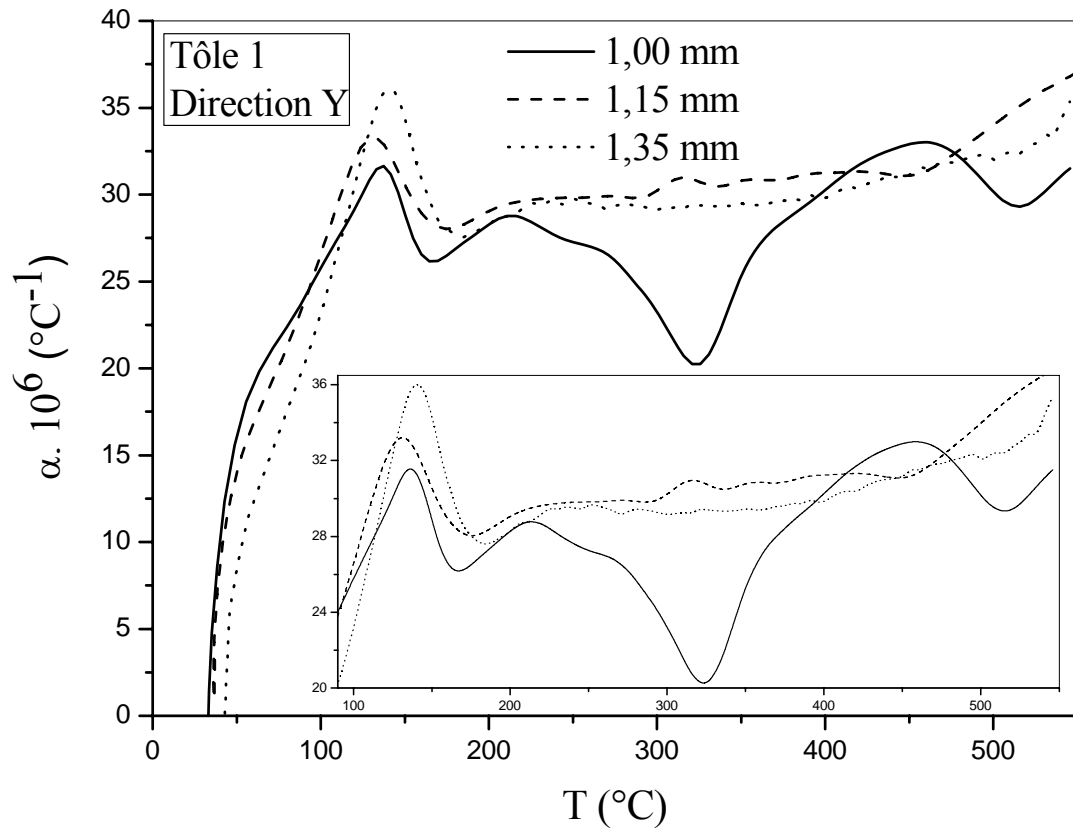


Figure IV.2 : variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon la direction Y de la tôle 1 d'épaisseurs 1, 1.15 et 1.35 mm.

Nous constatons que le coefficient de dilatation de l'échantillon ayant 1.35mm d'épaisseur varie linéairement. Dans l'intervalle de température 150-550°C, α est presque constant et se situe entre les deux autres coefficients de dilatation. Donc, la disparition de l'anomalie dilatométrique dans cet échantillon lui procure un large domaine de température où les changements dilatométriques sont presque nuls, ce qui rend son utilisation intéressante dans ce domaine de température.

1.1.1.c : comportement suivant la direction Z

Le comportement dilatométrique de la tôle 1 avec une épaisseur de 1,35mm est très intéressant. Son coefficient de dilatation a diminué de moitié devant celui de la tôle de 1,15mm. Il est trois fois plus petit que celui de l'échantillon d'épaisseur 1mm. A partir de 200°C, il varie monotonement et sa valeur est égale à $9 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ (figure IV.3).

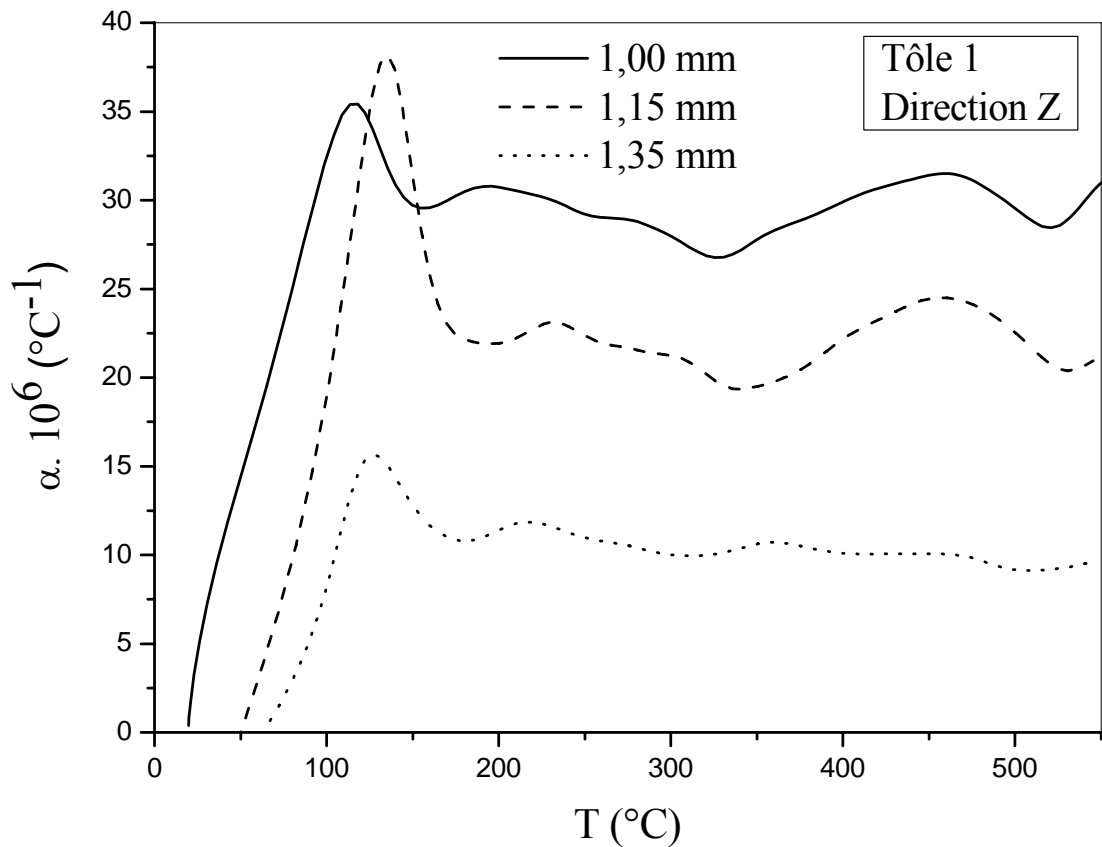


Figure IV.3 : Variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon la direction Z de la tôle 1 d'épaisseurs 1, 1.15 et 1.35 mm.

1.1.2: Comportement dilatométrique suivant les trois directions

1.2.1.a : Tôle de 1mm

La figure IV.4 représente le comportement du coefficient de dilatation thermique des échantillons d'épaisseur 1mm prélevés à partir de la tôle 1 suivant les directions X, Y et Z.

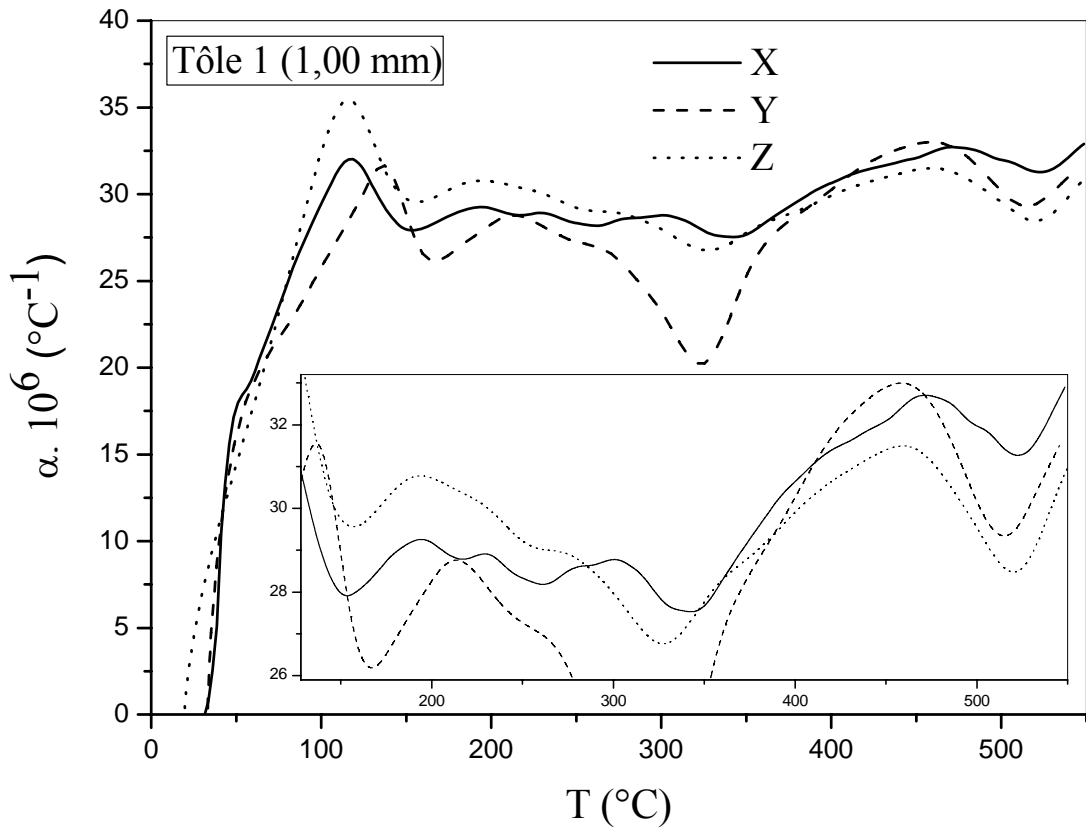


Figure IV.4 : Variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon les trois directions X, Y, Z de la tôle 1 d'épaisseur 1.00 mm.

D'après la figure IV.4, les courbes dilatométriques selon les trois directions ont sensiblement la même allure sauf que suivant la direction Y, l'anomalie située aux environs de 320°C est intense. Probablement, la précipitation a été favorisée par une importante concentration de lacunes. Aux hautes températures, les valeurs de α des trois courbes se rapprochent et l'écart entre-elles devient négligeable. Donc, ce comportement peut être lié à une coalescence des précipités.

1.1.2.b : Tôle de 1.15mm

La figure IV.5 illustre la variation du coefficient de dilatation thermique suivant les trois directions X, Y et Z du matériau dont l'épaisseur est de 1.15mm.

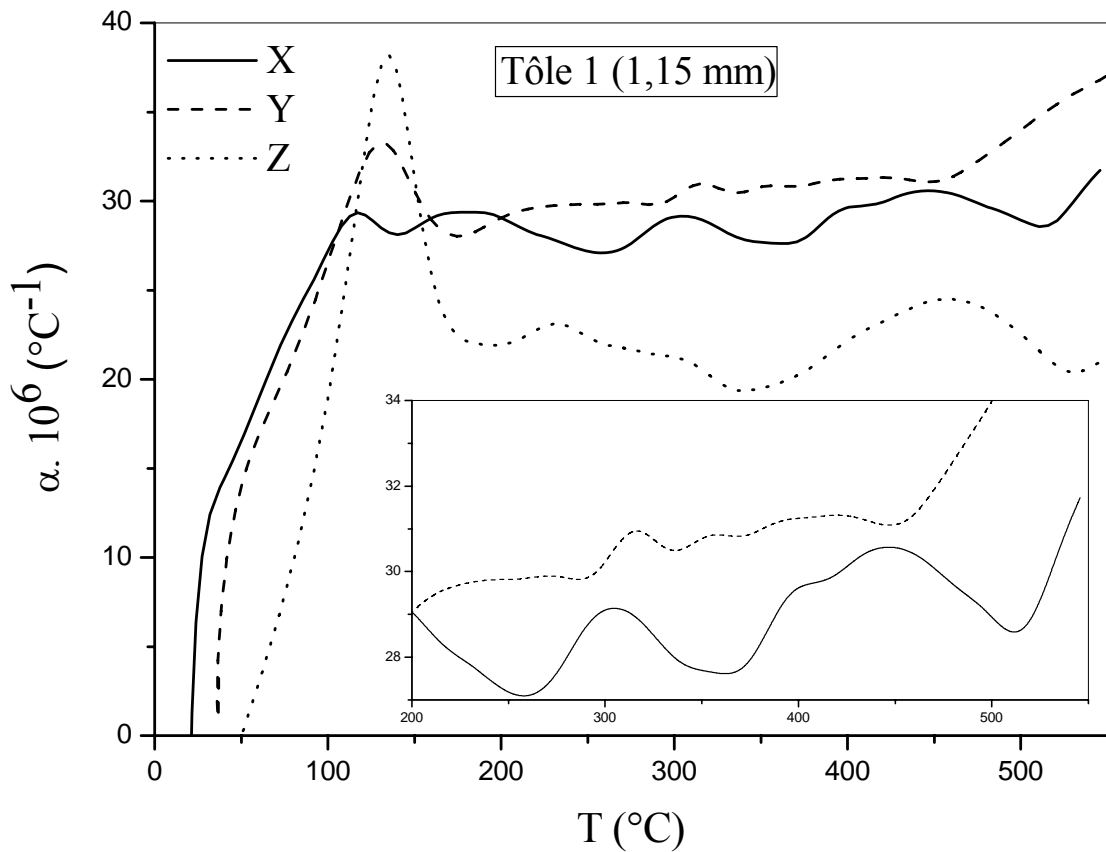


Figure IV.5 : Variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon les trois directions X, Y, Z de la tôle 1 d'épaisseur 1.15 mm.

Le comportement dilatométrique suivant la direction Z présente un pic très intense devant celui des deux autres. Un autre résultat intéressant est la faible valeur du coefficient de dilatation thermique suivant la direction Z. Les rapports α_x/α_z et α_y/α_z dépassent largement 150%. Ce comportement peut être lié à une répartition importante des dispersoïdes stables à hautes températures suivant la direction Z.

1.2.1.c : Tôle de 1.35mm

D'après la figure IV.6 représentée ci-dessous, les anomalies dilatométriques caractéristiques des zones GP apparaissent plutôt suivant la direction X que selon les directions Y et Z. Par contre l'intensité de l'anomalie suivant Y est intense devant celle selon X ou Z. Au delà de 150°C les coefficients de dilatation selon X et Y varient monotonement et sont du même ordre de grandeur.

Dans le cas de cet échantillon, le traitement mécanique a provoqué une forte diminution du coefficient de dilatation thermique selon la direction Z. Il a baissé de 300% devant les deux autres. Cela implique un important renforcement des liaisons interatomiques conduisant à une amélioration des caractéristiques mécaniques.

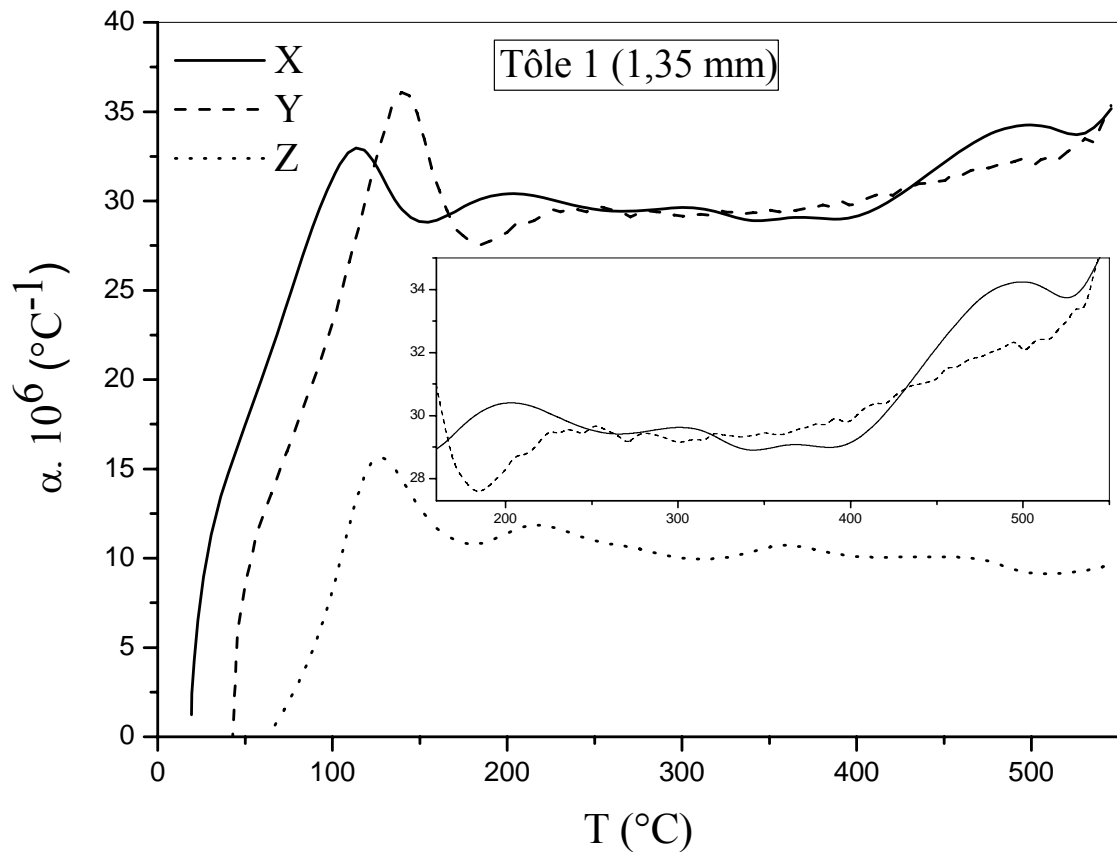


Figure IV.6: Variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon les trois directions X, Y, Z de la tôle 1 d'épaisseur 1.35 mm.

1.2 : Tôle 2 (Alliage Al-1.08% masse Mg-0.52% masse Si)

1.2.1 : Comportement dilatométrique suivant les trois directions

1.2.1.a : Tôle de 1mm

Les courbes de la figure IV.7 représentent les coefficients de dilatation thermique en fonction de la température suivant les trois directions X, Y et Z de la tôle 2 ayant 1mm d'épaisseur. Toutes les courbes ont la même allure.

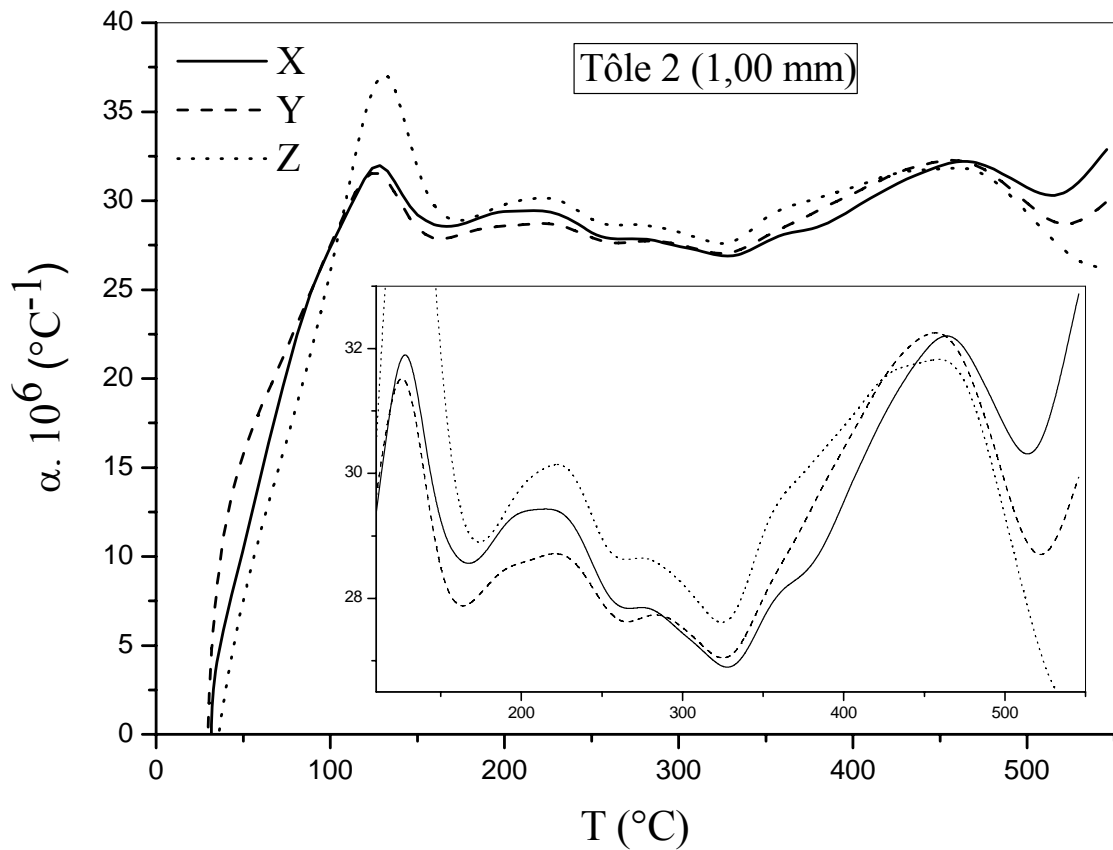


Figure IV.7: variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon les trois directions X, Y, Z de la tôle 2 d'épaisseur 1mm.

Elles comportent plusieurs anomalies dilatométriques. Apparemment leur nombre est le même d'une direction à une autre. Par contre, les intensités des pics varient selon les directions. Nous remarquons que les pics caractéristiques des zones GP sont différents d'une direction à une autre. Selon la direction Z, il est nettement supérieur aux deux autres et légèrement décalé en température. Il est situé à 130°C, alors que les deux autres sont légèrement inférieurs.

Les autres anomalies apparaissent presque aux mêmes températures et elles sont plus étalées. Les valeurs du coefficient de dilatation thermique changent d'une orientation à une autre. Donc, $\alpha(T)$ dépend de la direction de la mesure. Cela implique l'existence d'une anisotropie, alors qu'habituellement, les alliages d'aluminium classiques sont isotropes. Les résultats montrent que le mode d'élaboration joue un rôle non négligeable dans le comportement du matériau.

Nous constatons qu'aux hautes températures, les valeurs des différents coefficients s'éloignent l'un de l'autre. Ce comportement peut signifier qu'il y a une précipitation et ou une coalescence des précipités.

1.2.1.b : Tôle de 1.15m

La figure IV.8 illustre le comportement dilatométrique de la même tôle mais cette fois-ci son épaisseur est égale à 1.15mm. L'analyse du dilatogramme montre que les courbes dilatométriques obtenues selon X, Y et Z sont superposables mais les valeurs de $\alpha(T)$ sont très distinctes.

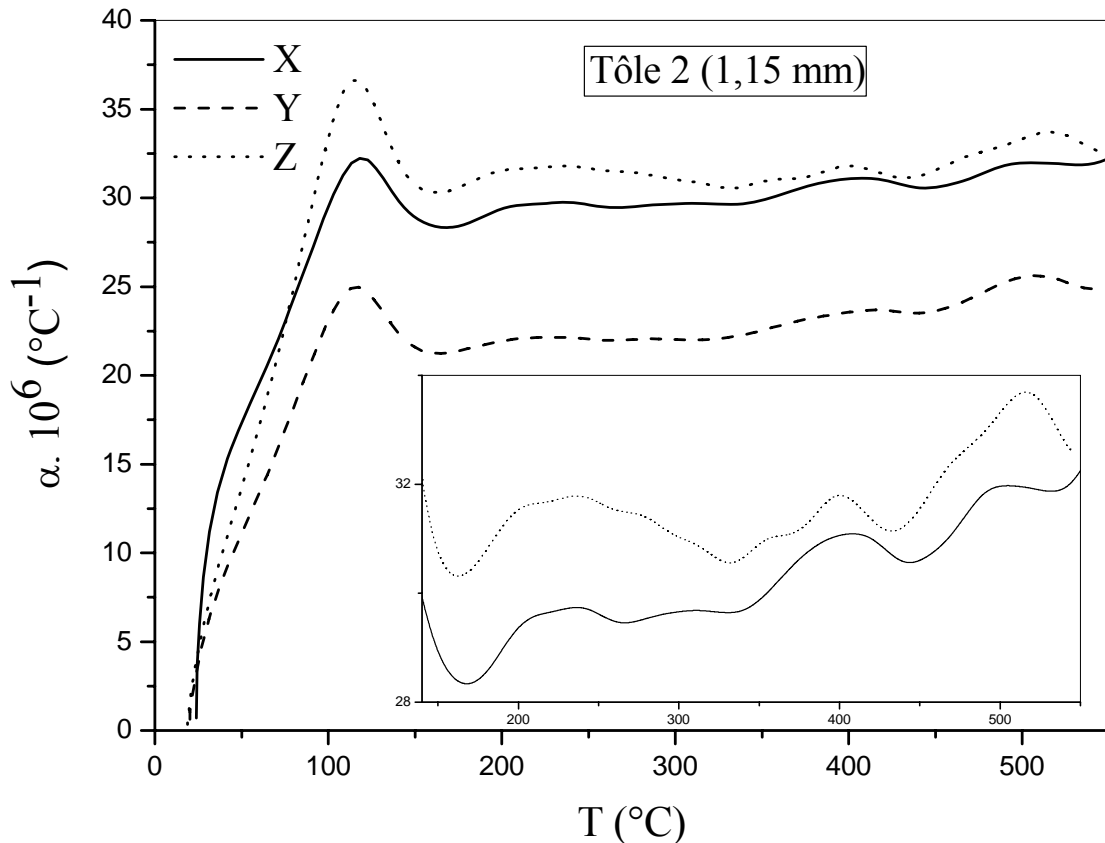


Figure IV.8: variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon les trois directions X, Y et Z de la tôle 2 d'épaisseur 1.15 mm.

Les maximums des pics caractéristiques des zones G.P. sont très importants. La différence entre les maximums du coefficient de dilatation thermique mesuré selon la direction Y et celui déterminé suivant la direction Z dépasse 60%.

Les valeurs de $\alpha(T)$ suivant la direction Y sont très inférieures à celles obtenues selon les deux autres directions. Ce comportement peut témoigner de la bonne tenue mécanique de cet échantillon. Son coefficient de la dilatation thermique est invariable dans un large domaine de température. Les extrêmes des courbes apparaissent à la même température. A partir de 150°C, les allures de ces dernières sont superposables. Les valeurs de α_X et α_Z sont légèrement décalées, alors que celles de α_Y demeurent nettement inférieures à celles de α_X et α_Z .

Un résultat analogue a été obtenu dans le cas de la tôle 1. Lorsque les deux tôles ont la même épaisseur égale à 1,15mm, nous remarquons qu'elles se dilatent moins suivant deux directions distinctes (la direction Z pour la tôle 1 et la direction Y pour la tôle 2). Leurs coefficients de dilatation est sensiblement égal à $25 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$. Le traitement mécanique subi par les deux échantillons a agit différemment sur l'effet de propagation des lacunes. Probablement, les éléments d'addition sont responsables des changements d'interactions selon les différentes directions.

1.2.1.c : Tôle de 1.35mm

La figure IV.9 représente les variations du coefficient de dilatation thermique de l'alliage dont la dimension suivant la direction perpendiculaire au plan de laminage est égale à 1.35mm.

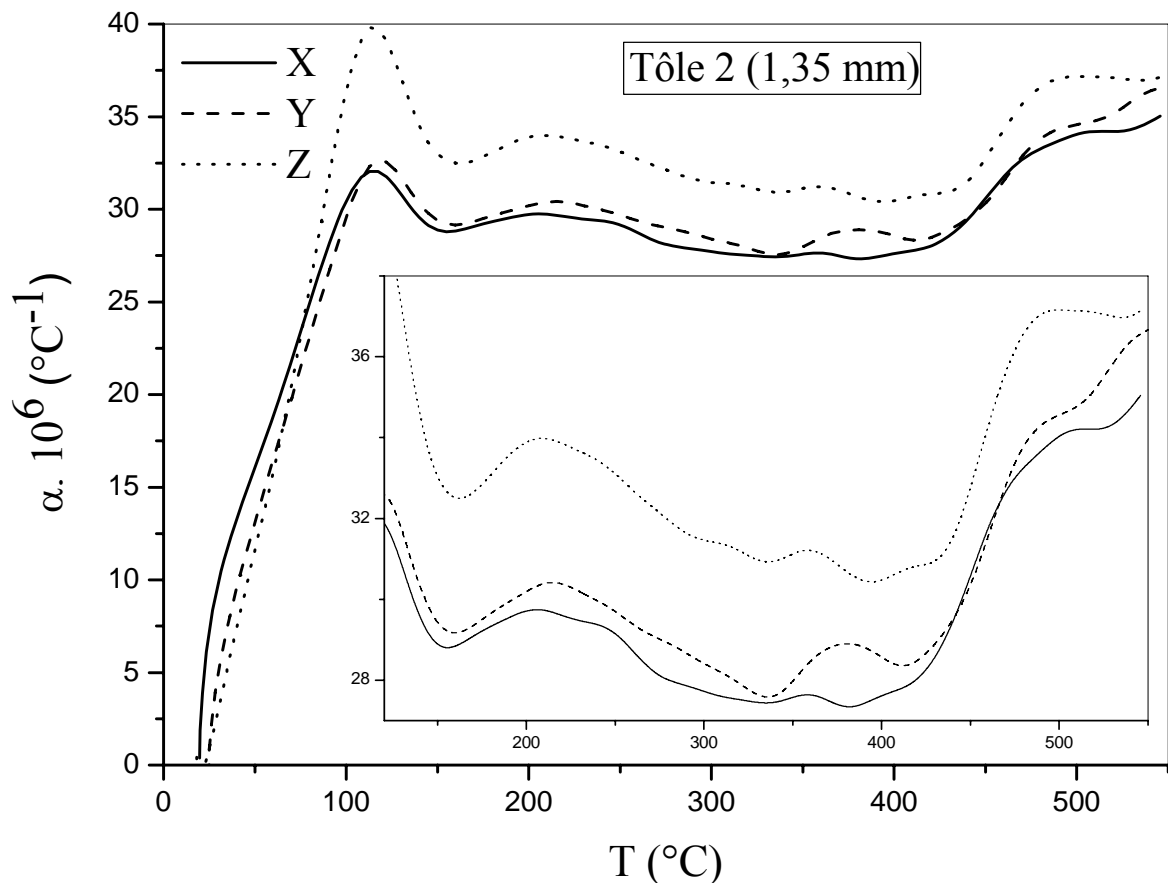


Figure IV.9 : variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon les trois directions X, Y et Z de la tôle 2 d'épaisseurs 1.35 mm.

Nous constatons que l'allure des courbes caractérisant les mesures de la dilatation suivant les trois directions X, Y et Z est la même. Les différentes anomalies dilatométriques sont aux mêmes températures. Par contre, les valeurs du coefficient de dilatation thermique ne sont pas les

mêmes qu'il soit mesuré selon la direction Z ou dans le plan de base. La valeur de α_Z est nettement plus grande que celles de α_X ou α_Y .

Ceci implique l'existence d'une anisotropie. Alors que, le comportement de α est isotrope dans le plan de laminage. Les valeurs de α_X et α_Y sont confondues sur tout le domaine de température.

Le pic selon la direction Z, apparaissant aux environs de 90°C et correspondant aux zones G.P. est très important devant celui observé suivant les directions X ou Y. Probablement, les amas de Si ou de Mg sont plus importants selon la direction Z.

1.2.2: Comportement dilatométrique en fonction de l'épaisseur

1.2.2.a : comportement suivant la direction X

La figure (IV.10) illustre le comportement de α selon la direction X des trois tôles de différentes épaisseurs.

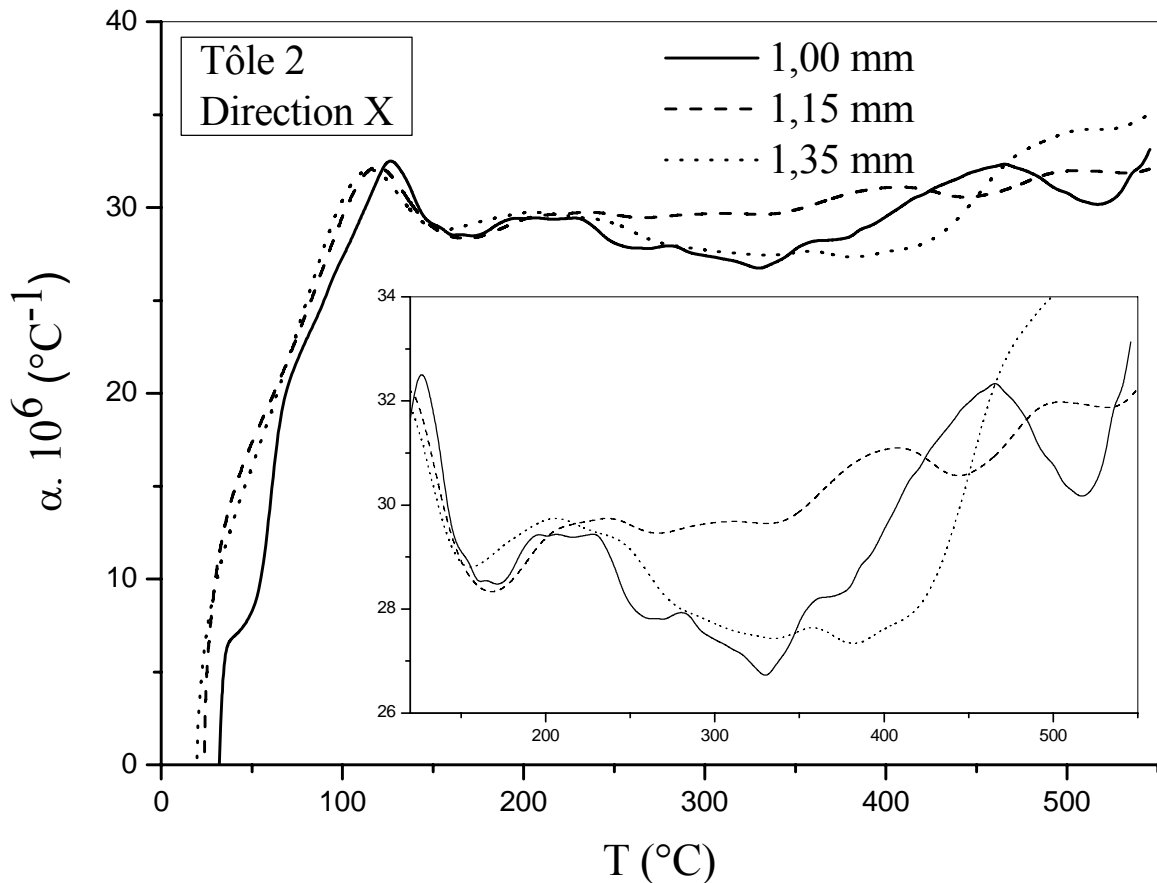


Figure IV.10 : variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon la direction X de la tôle 2 d'épaisseurs 1, 1.15 et 1.35 mm

Dans le domaine de température entre 50 et 200°C, les trois courbes sont superposables. Au delà de 240°C, les courbes diffèrent et présentent des anomalies dilatométriques ayant des intensités différentes et leurs positions en température varient d'une direction à une autre.

1.2.2.b: comportement selon la direction Y

Le comportement de α suivant la direction Y (figure 11), lorsque l'épaisseur des échantillons passe de 1.35mm à 1.15mm puis à 1mm montre qu'il y a une forte anisotropie. La tôle dont l'épaisseur est égale à 1.15mm présente un coefficient de dilatation inférieur à celui des deux autres tôles et varie monotonement dans un large domaine de température. Il est quasiment constant de 150°C à 450°C.

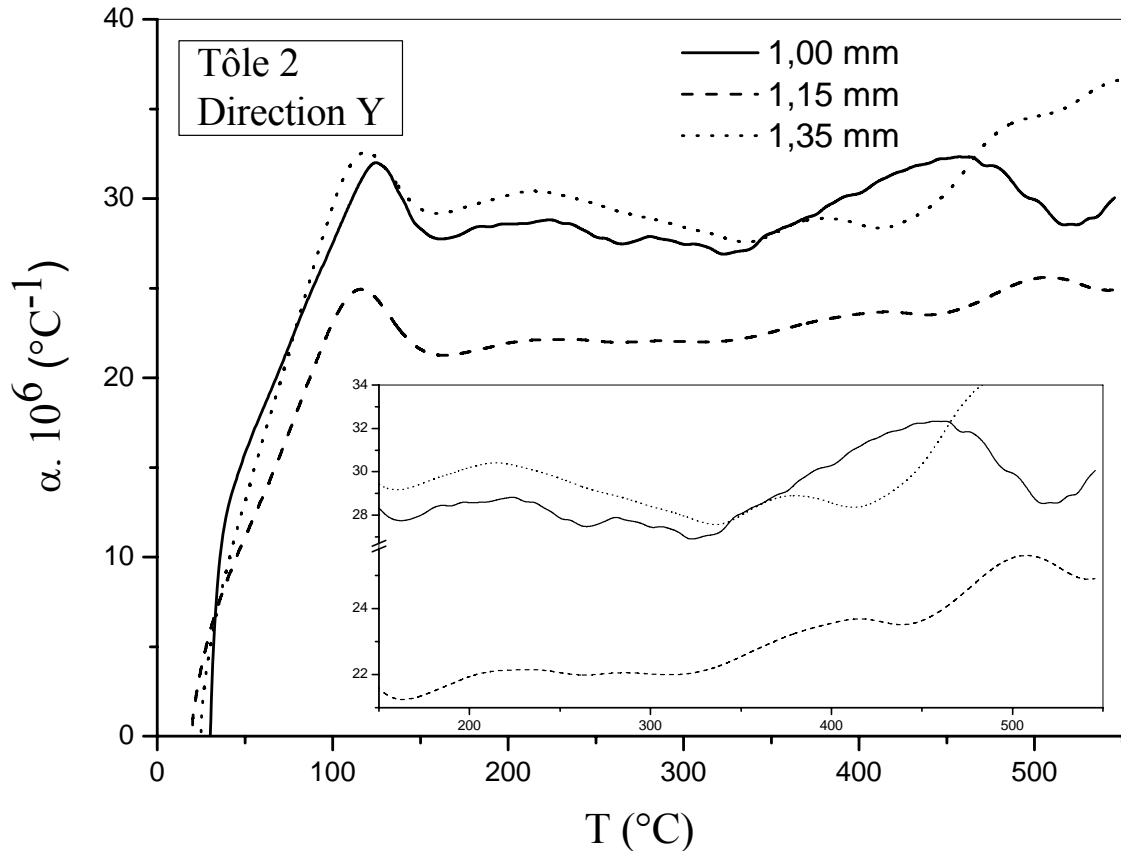


Figure IV.11 : variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon la direction Y de la tôle 2 d'épaisseurs 1, 1.15 et 1.35 mm

1.2.2.c : comportement suivant la direction Z

La figure (IV.12) illustre le comportement du coefficient de dilatation thermique suivant la direction Z de la tôle 2 lorsque l'épaisseur passe de 1mm à 1.15mm puis à 1.35mm.

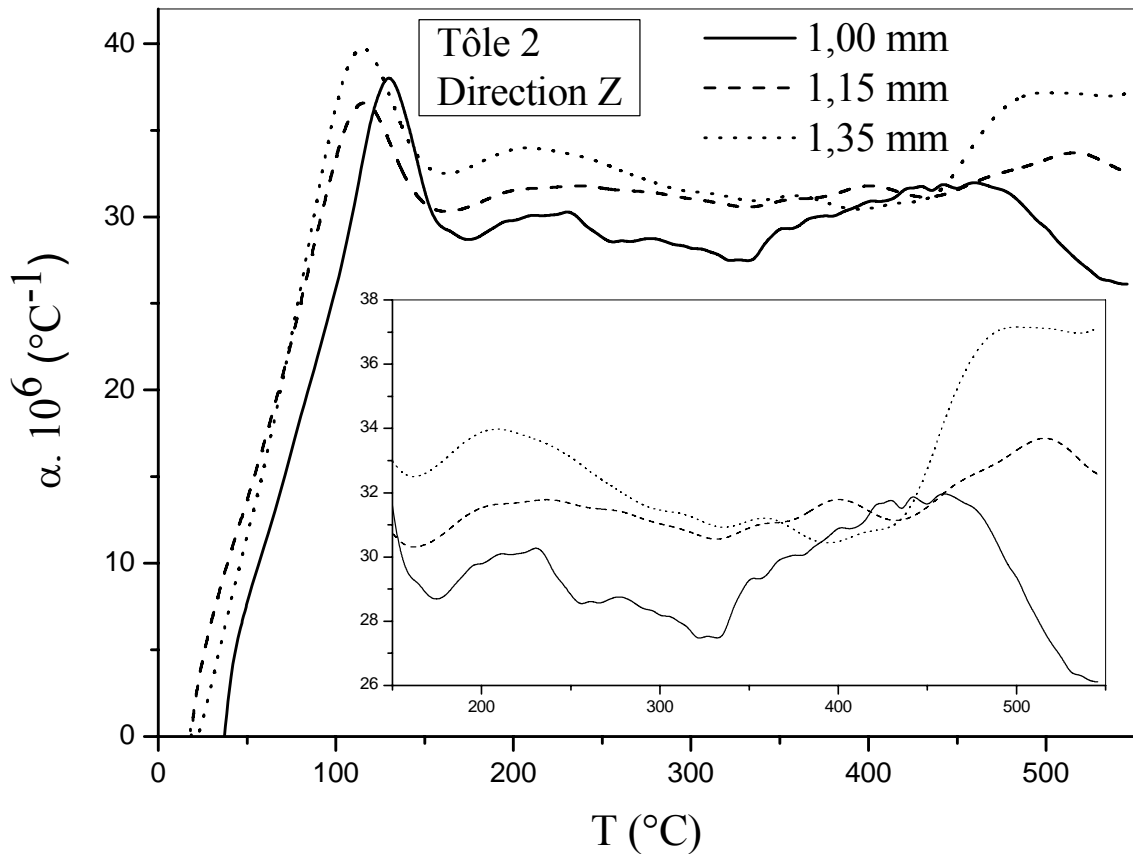


Figure IV.12: Variation du coefficient de dilatation thermique en fonction de la température selon la direction Z de la tôle 2 d'épaisseurs 1, 1.15 et 1.35 mm

Nous remarquons une nette différence entre les trois courbes. Les températures d'apparitions des différentes anomalies dilatométriques changent d'une épaisseur à une autre.

Les pics de la courbe dilatométrique du matériau ayant pour épaisseur 1mm sont tous décalés vers les hautes températures. Les intensités des pics correspondant aux zones GP varient en fonction de l'épaisseur. Nous constatons que le coefficient de dilatation thermique en fonction de la température de la tôle 2 dont l'épaisseur est égale à 1mm est nettement inférieur aux deux autres sur tout l'intervalle de température. Nous estimons que ce résultat peut jouer un rôle très important dans le domaine industriel. Ceci nous permet d'affirmer que les propriétés mécaniques de la tôle de 1mm d'épaisseur se sont améliorées. Donc, l'utilisation de cette tôle devient intéressante d'un point de vue industriel.

II : Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle

Pour compléter et confirmer les résultats de la dilatométrie, nous avons fait des essais calorimétriques pour suivre l'évolution structurale et déterminer les températures des différentes transitions de phases. Pour les mesures de la DSC des deux tôles ayant subi plusieurs traitements

thermiques, nous avons utilisé le cycle suivant : un chauffage jusqu'à 550°C avec une vitesse de 12°C/min suivi d'un maintien de 2 minutes à cette température puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante avec la même vitesse qu'au chauffage.

II.1 : Cas de tôle 1 (Alliage Al-1.03% masse Mg-0.54% masse Si)

II.1.a : tôle 1 d'épaisseur 1.35mm, $v=12^\circ\text{C}/\text{min}$

La courbe de DSC obtenue durant le chauffage de 30 à 550°C avec une vitesse de 12°C/min de l'échantillon prélevé de la tôle 1 et ayant une épaisseur égale à 1.35mm présente six pics dont trois sont exothermiques et les trois autres endothermiques. (Fig. IV.13)

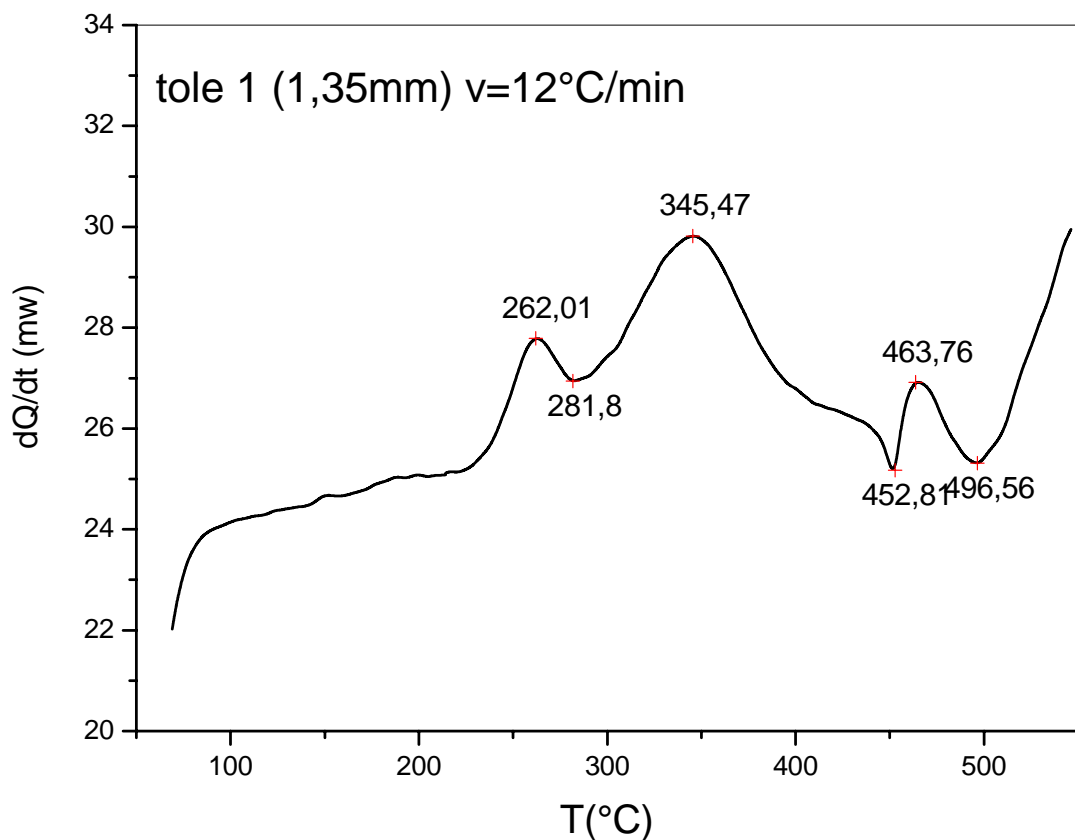


Fig. IV.13 : Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de la tôle 1 d'épaisseur 1.35mm

Le premier pic exothermique situé à 262°C correspond à la précipitation de la phase β'' . Le deuxième pic situé à 345°C correspond à la précipitation de la phase β' .

L'interprétation de ces deux pics est relativement complexe [64]. Ils seraient dus soit, à une réaction de précipitation ou à une recristallisation et/ou restauration.

Le troisième pic situé à 464°C serait lié à la présence d'un amas de Mg et/ou de Si. Il serait souhaitable d'approfondir l'étude concernant cette anomalie calorimétrique.

Quant aux pics exothermiques, on note que le premier, situé à 282°C, est dû à la dissolution de la phase β'' . Le deuxième, situé à 453°C, est lié à la dissolution de la phase β' alors que le dernier, situé à 497°C, est dû à la dissolution de phase β .

II.1.b : tôle 1 d'épaisseur 1.15mm, $v=12^\circ\text{C}/\text{min}$

La courbe DSC de l'échantillon découpé de la tôle 1 d'épaisseur 1.15mm présente les mêmes pics que dans le cas précédent avec toutefois des changements relatifs à la température d'apparition, à la forme et à l'intensité des pics. (Fig. IV.14).

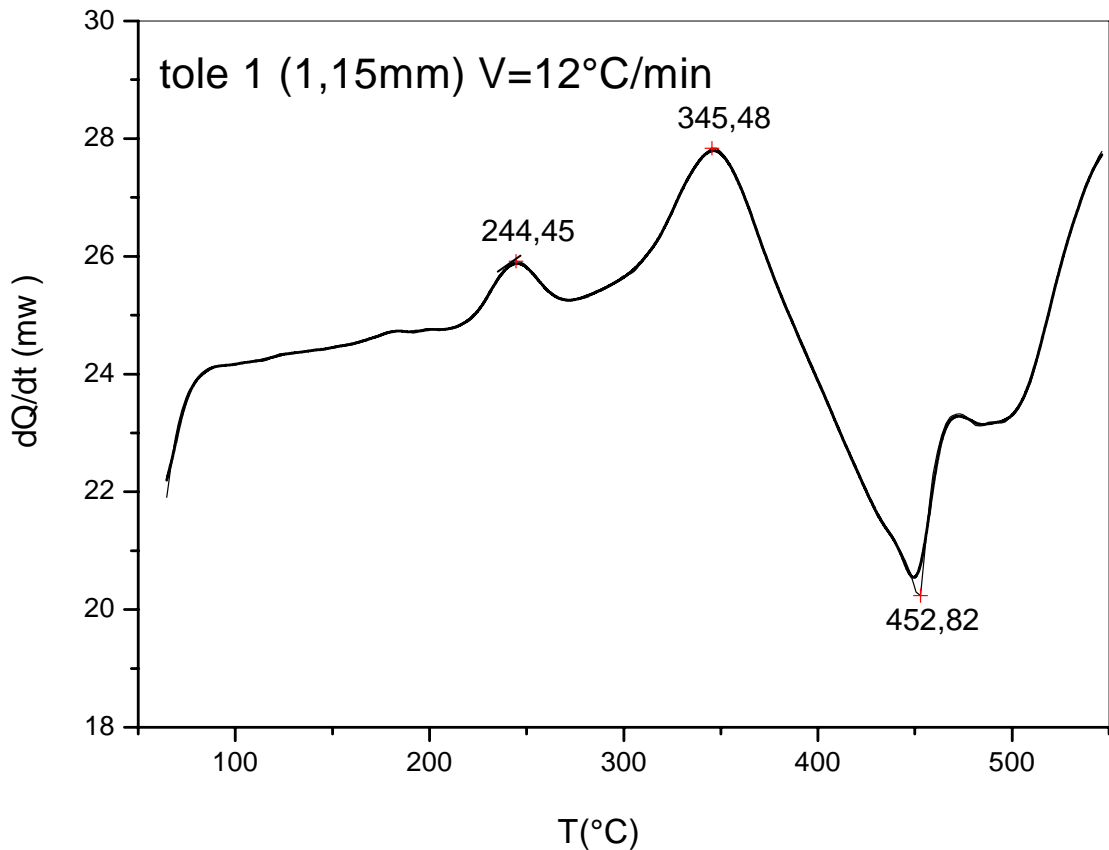


Fig. IV.14 : Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de la tôle 1 d'épaisseur 1.15mm

II.1.c : tôle 1 d'épaisseur 1 mm, $v=12^\circ\text{C}/\text{min}$

Les résultats calorimétriques demeurent analogues aux deux cas précédents quant à l'apparition des phases. Toutefois, quelques légères différences subsistent. L'allure de la courbe apparaît assez différente des deux précédentes. (Figure IV.15).

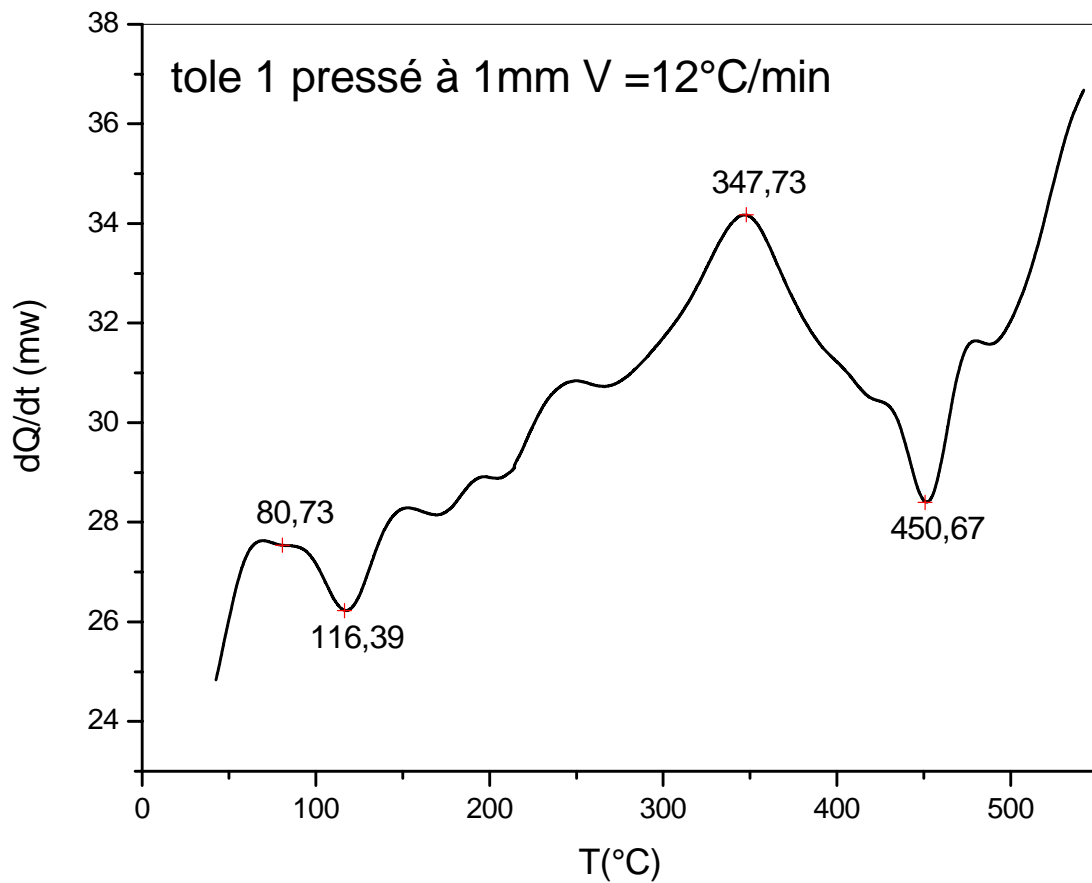


Fig. IV.15 : Courbe DSC obtenues au cours du chauffage de la tôle 1 d'épaisseur 1mm

II.2 : Cas de tôle 2 (Alliage Al-1.08% masse Mg-0.52% masse Si)

II.2.a : tôle 2 d'épaisseur 1.35mm, $v=12^{\circ}\text{C}/\text{min}$

Cette courbe présente également six pics dont trois exothermiques. Son allure reste similaire aux précédentes. Les anomalies calorimétriques se sont nettement décalées en température, notamment le dernier pic qui apparaît à 500°C. (Fig. IV.16)

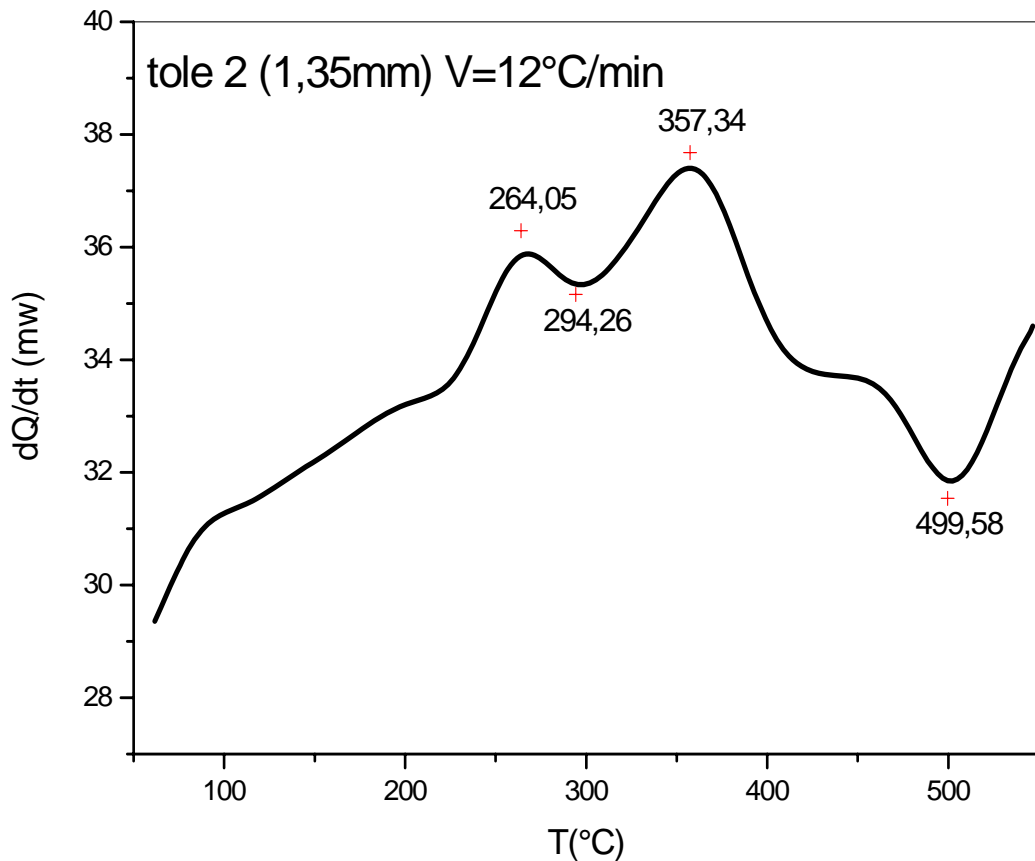


Fig. IV.16 : Courbe DSC obtenue au cours du chauffage de la tôle 2 d'épaisseur 1.35mm.

III.MICROSCOPIE OPTIQUE

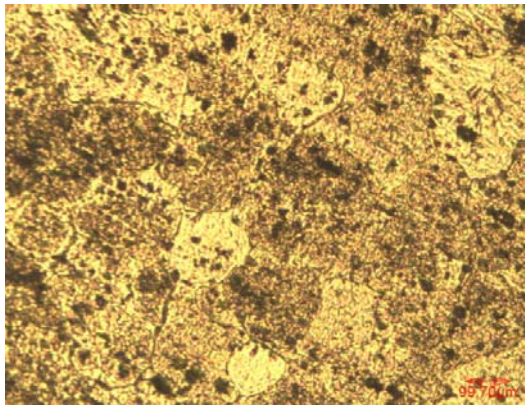
L'évolution de l'état structural des échantillons a été suivie à l'aide d'un microscope optique à grand champ 500 du type AXIVERT 25CA équipé d'une caméra photographique qui permet l'obtention des micrographies de différentes microstructures en utilisant différents grossissements. L'examen des microstructures nous a permis d'observer les tailles des grains des échantillons.

ETAT BRUT

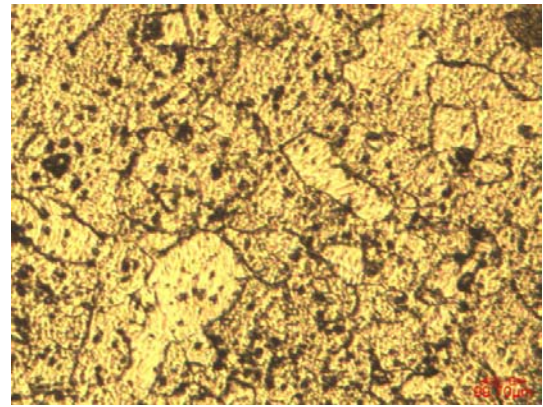
La microstructure à l'état brut des échantillons prélevés à partir de la tôle à l'état de réception (tôle brut) est représentée sur la figure IV.17. Cette microstructure révèle une répartition plus ou moins régulière de la taille des grains. En effet, cette micrographie montre l'existence de certains précipités à l'intérieur des grains.

Les observations au microscope optique ont révélé, dans le cas des échantillons ayant une épaisseur égale à 1.15mm, la présence de précipités fins et leur répartition est uniforme.

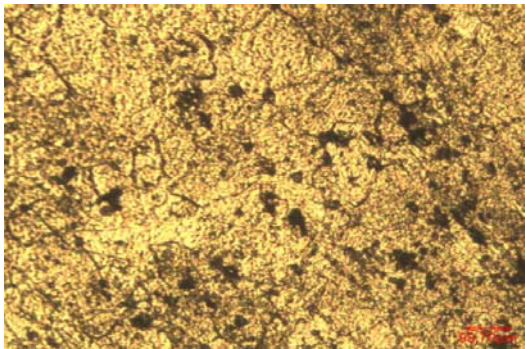
Dans le cas des autres échantillons dont les épaisseurs sont respectivement de 1mm et 1.35mm, les précipités sont de grandes tailles et ont différentes formes.



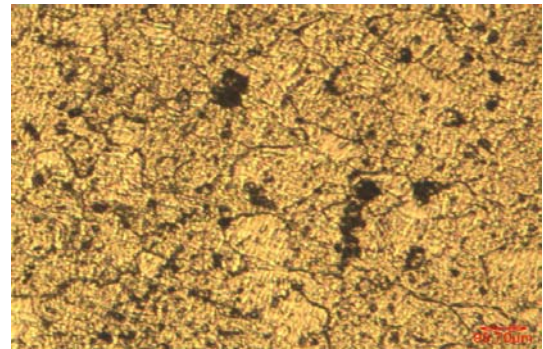
Tôle 1 (1.35mm)



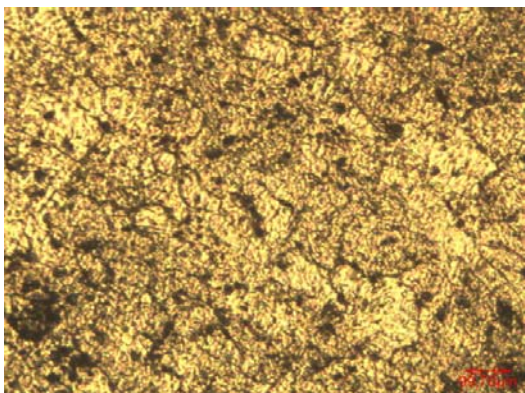
Tôle 2 (1.35 mm)



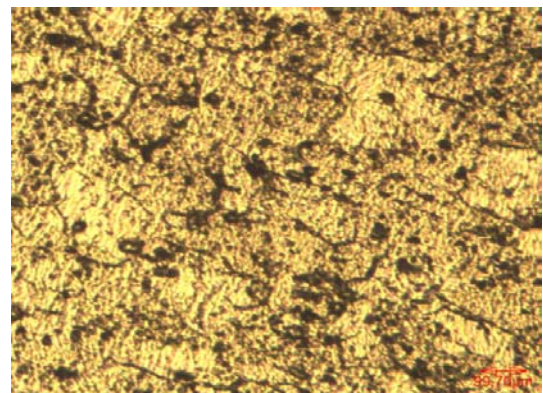
Tôle 1 (1.15 mm)



Tôle 2 (1.15 mm)



Tôle 1 (1.00 mm)



Tôle 2 (1.00 mm)

Figure IV.17 : Microstructure des différents échantillons (x 10).

IV : DIFFRACTION DES RAYONS X

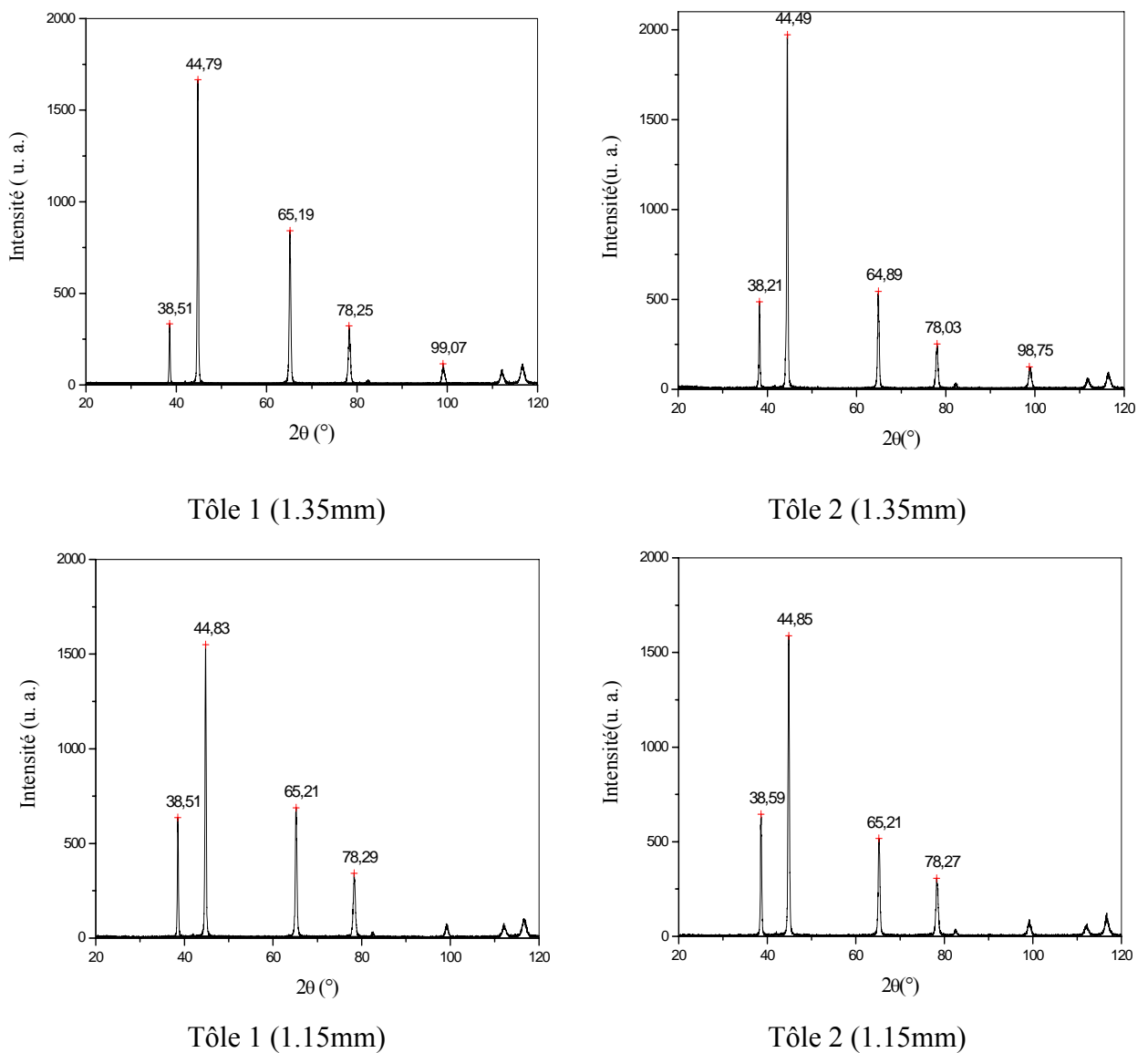
Les spectres de diffraction des rayons X des six échantillons prélevés des deux tôles et ayant les épaisseurs de 1.35mm ,1.15mm et 1mm à l'état brut sont illustrés sur la figure IV.18.

L'intensité rapportée est l'intensité relative. Nous normalisons les intensités de façon à ce que le pic le plus intense ait une intensité 100, en unités arbitraires. Les pics sont tous dus à

l'aluminium. Invariablement, c'est le pic (200) qui est le plus intense. Selon les fiches ASTM, la réflexion la plus intense pour l'aluminium est celle due au plan (111).

D'après [61], les échantillons sont tous texturés, avec leurs plans (100)_{Al} parallèles au plan de laminage pour ne pas faire dire aux spectres plus qu'ils ne le peuvent, nous ne ferons pas d'analyse plus détaillée des spectres de diffraction. En particulier, nous allons ignorer les écarts en intensité des autres pics, pour éviter les affirmations péremptoires et injustifiées et ensuite faire l'étude des tôles par diffraction.

La figure IV.18 représente le spectre de diffraction RX des différents échantillons. On observe le déplacement des raies vers les plus grands angles. On constate que l'intensité de la plus grande raie diminue quand l'épaisseur des échantillons diminue dans le cas des deux tôles.



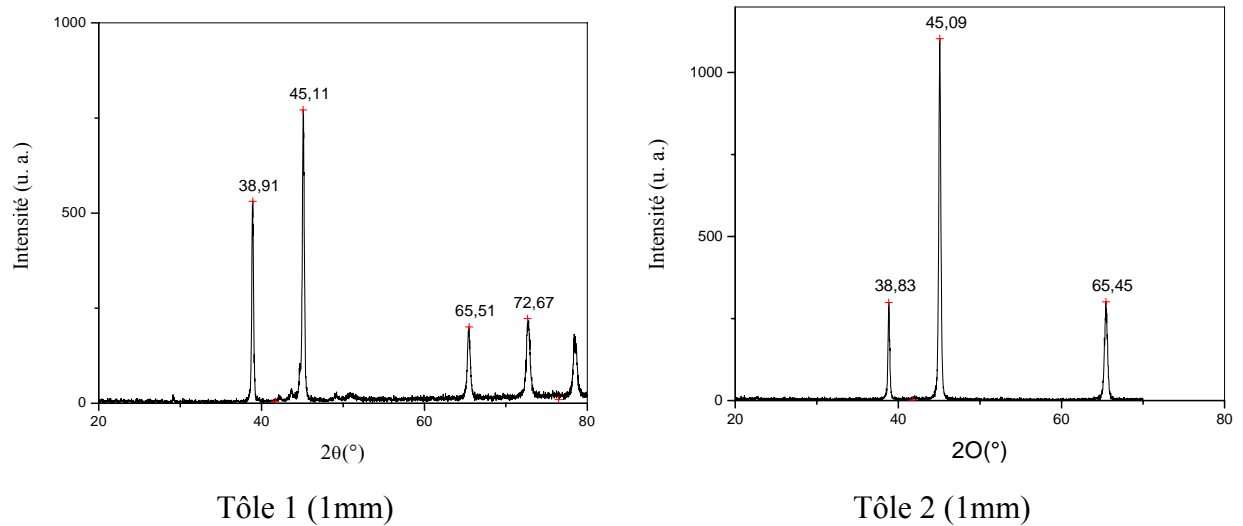


Figure IV.18: Spectres de diffraction des différents échantillons.

V : MICRODURETE – H_v :

Les mesures de microdureté ont été prises au moyen d'un microduremètre du type Zwick. Les tests se font avec un pénétrateur pyramidal en diamant sous une charge de 300g. Nous avons effectué les mesures pour tous les échantillons.

Les résultats obtenus montrent que :

- Dans le cas de la tôle 1, on a remarqué que lorsque l'épaisseur diminue la dureté augmente.
- Pour le cas de la tôle 2, on a constaté également, quand l'épaisseur diminue la dureté augmente. Nous avons remarqué aussi que la dureté dans le cas de la tôle 1 est plus grande que celle de la tôle 2. Ce comportement peut être attribué à l'effet des éléments d'addition et en particulier le Si qui est responsable de la formation des précipités du type Mg_2Si . Ce résultat est en accord avec ceux obtenus en dilatométrie.

En conclusion, quelque soit la tôle, la diminution de l'épaisseur est à l'origine de l'augmentation de la dureté. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

	La dureté de 1.35mm	La dureté de 1.15mm	La dureté de 1mm
Tôle 1	175.6 kg/mm ²	195.78 kg/mm ²	201.1 kg/mm ²
Tôle 2	145.91 kg/mm ²	162.92 kg/mm ²	184.57 kg/mm ²

Conclusion Générale

Conclusion générale

L'objectif de cette thèse est l'étude dilatométrique de deux matériaux à base d'aluminium. A partir de chaque matériau, nous avons élaboré par la méthode de coulée conventionnelle trois tôles ayant les épaisseurs suivantes 1mm, 1.15mm et 1.35mm.

A partir de chaque tôle, nous avons prélevé trois échantillons selon les trois directions suivantes : X correspond à la direction parallèle au laminage, Y correspond à la direction perpendiculaire au laminage et Z correspond à la direction perpendiculaire au plan de laminage.

Les résultats de la dilatométrie montrent que quelque soit l'épaisseur ou le matériau, il y a présence d'une anisotropie qui change d'un échantillon à un autre.

Nous remarquons que les coefficients de dilatations thermiques sont différents selon les trois directions. Apparemment, cette différence peut être liée à une répartition non aléatoire des différents précipités présents dans les échantillons. Nous constatons que les coefficients mesurés dans le plan de base X Y ne sont pas les mêmes. Cette différence est vraisemblablement due à une orientation préférentielle des dispersoïdes.

Nous avons remarqué aussi que le coefficient de dilatation thermique dépend de l'épaisseur de la tôle. Nous avons pu mettre en évidence que α (T) suivant l'axe Z de l'échantillon d'épaisseur 1.15mm est nettement inférieur aux autres dans le cas de la tôle 1 alors que pour la tôle 2, c'est le coefficient de dilatation thermique suivant la direction Y qui est inférieur aux deux autres. L'autre résultat intéressant obtenu dans ce mémoire est la très faible dilatation thermique de l'échantillon découpé de la tôle 1 d'épaisseur 1,35mm. Il est trois fois plus petit que α de la tôle 1 d'épaisseur 1mm et deux fois plus faible que α de la tôle d'épaisseur 1,15mm.

Apparemment, le laminage de la tôle 1 pour obtenir une épaisseur égale à 1.35mm, favorise la formation d'une concentration optimale de défauts qui peuvent être responsables de la mobilité des particules fines et donc d'une diffusion importante des dispersoïdes stables à

haute température. Ce comportement rend les propriétés mécaniques appréciables de la tôle 1 et qui devient intéressante d'un point de vu industriel.

Les séquences de précipitation GP, B'', B', B sont semblables dans tous les échantillons. Mais les intensités des anomalies dilatométriques caractéristiques des différentes transitions de phases changent d'un échantillon à un autre. Il y va de même des températures d'apparitions de ces transformations de phases. Donc, les intensités et les températures d'apparitions des pics dilatométriques dépendent de la direction de prélèvement de l'échantillon et de son épaisseur.

Un autre résultat intéressant a été obtenu dans ce travail. En effet, le coefficient de dilatation thermique de la tôle 1 est inférieur à celui de la tôle 2. L'addition de différents taux des éléments de transitions responsables de la formation des dispersoïdes stables à hautes températures peuvent être responsables de la faible dilatation de la tôle 1.

Références

Références bibliographiques

- [1] Z.Boumerzoug. "Thèse de doctorat d'état", université de Constantine, Algérie (1998).
- [2] D.Hamana, S.Nebti, M.Boucheur, Z.Mehalkd ; Phil Mag B, **87**, p. 2 (1996).
- [3] M.Kanoo, K.Itoi, J.Japan Inst.light Metals, **36**, p.825 (1986).
- [4] P.J.Clemm, J.C.Ficher.Acta Met.3, Januray (1955).
- [5] D.Hamana. "Thèse de Doctorat", Université d'état de Kharkov, URSS 5(1983).
- [6] J.W.Cahn, Acta Met., 5 March (1957).
- [7] H.B.Aaron, D.Fainstein, G.R.Kotler, J.Appl.Phys, **41**, p.4404 (1956).
- [8] M.Kiritani, J.Appl.Soc.Japan, **20**, p.1834 (1965).
- [9] J.Westmacott, K.Barnes, Hull and Smallaman, Phil.Mag.6, 229 (1961).
- [10] H.Kimura, J.Scient.Ind.Res.32.Novembre (1973).
- [11] A. Suzuki, H.Kimura, Mater.Sci.eng, **6**, p.384 (1970).
- [12] J.Lendvai, Mat.Sci.Forum, **43**, p.217 (1996).
- [13] M. Benabdoun, T. Dorbani, S. Hamamda, Ann. Chim. Sci. Mat., **32**, N° 1, p.1-9, (2007).
- [14] S. Hamamda, A. Boubertakh, M. Benabdoun, R. Guemini, Ann. Chim. Sci. Mat., **25**, p.401 (2000).
- [15] A. Boubertakh, M. Benabdoun, S. Hamamda, Ann. Chim. Sci. Mat., **26**, p.29-33,(2001).
- [16] E.Ozowa, H.Kimura, Acta Met., **18**, p 995, (1970).
- [17] D.Leblanc, BscA, "Evaluation de l'effet de surchauffe des alliages d'aluminium par ultrasons et laser-ultrasons" université de Moncton canada, p.10 (1999).
- [18] M.Reboul, Mémoires et Etudes scientifiques, Revue de métallurgie, p.61(1987).
- [19] C.Vargel,"le comportement de l'aluminium et de ses alliages",Ed.Dunod,Paris, p.25 (1984).
- [20] J.Lanthony, "L'aluminium et alliages légers, non ferrous", Ed. Presses universitaires de France, Paris, p.55 (1984).
- [21] M.F.Ashby, Materials selections in mechanical design. Pergamon presse,(1992).
- [22] Y. Brechet, Choix des matériaux. Conference CETIM. Junín (1994).
- [23] R.Deuelay, "Aluminium: Matériaux et Techniques". European society of Aluminum. Avril-Mai (1973).Juin-Jull (1973).aout-sep (1973).
- [24] A.Catterill et P.P.Mould, "Recristaliation and grain growth In Metals", Ed.Surrey University Press, London, p.30 (1976).
- [25] N.F. EN. "Aluminium et alliages d'aluminium-composition chimique et forme des produits corroyés-Partie 1: Système de désignation numérique", p.573 février (2005).

- [26] N.F.EN. "Aluminium et alliages d'aluminium-composition chimique et forme des produits corroyés-partie 4 : formes des produits", p.573 mars (2004).
- [27] http://fr.wikipedia.org/wiki/Alliages_d%, (15/04/2008).
- [28] <http://fr.wikipedia.org/wiki/tôle> (15/04/2008)
- [29] N.Maruyama, R. Uemori, N. Hashimoto, M. Saga, M. Kikuchi. Scripta Mater, **36**, n° 1 p.89 (1997).
- [30] Y. Murakami. Aluminum-Base Alloys In Materials Science and Technology, **8**: "Structure and Properties of Nonferrous Alloys". Eds. R. W. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer. Weinheim: VCH, p.213(1996).
- [31] M.Murayama, K. Hono, D.E.Laughin. Met.Mater.Trans., **32** (A). p.239 (2001).
- [32] A. K. Bhattamishra, K. Lal. Mater. Design **18**, n° 1 p.25 (1997).
- [33] W. S. Miller, L.Zhuang, J.Bottema, A.J.Wittebrood, P.De Smet, A.Haszler, A.Vieregge. Mater. Sci. Eng. A280 p.37 (2000)
- [34] J.P.Immarigeon, R.T. Holt, A. K. Koul, L. Zhao, W. Wallace, J. C. Beddoes. Mater. Charac. **35** p.41 (1995).
- [35] W.R.Cahen, P.Haasen, Physical métallurgie, **2**, 1806 (1996).
- [36] M. Avrami, J. Chem. Phys., **8**, p.212, (1940).
- [37] M. Avrami, J. Chem. Phys., **9**, p. 177, (1941).
- [38] B.Dubost et P.Sainfort: "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium", Chapitre M240-M242.les techniques de l'ingénieur. (1991).
- [39] F.Geuser, "Thèse de doctorat", Université of Rouen, (2005).
- [40] G.A.Edwards, K.Stiller, G.L.Dunlop et M.J.couper, Acta Mater., **46**, p.3893, (1998).
- [41] M. Murayama, K.Hono, M Saga et M.Kikuchi, Mater.Sci.Eng, **250**, p.127, (1998).
- [42] M. Murayama et K.Hono, Acta Mater,**47**, p.537, (1999).
- [43] A. Bigot, "Thèse de doctorat", Université de Rouen (1998).
- [44] D.Vaumousse, A.Cerezo, P.J. Warren et S.A. Court, Mater.Sci.Forum, **396**, p.693, (2002).
- [45] C.Cayron, "Thèse de doctorat", École polytechnique Lausanne, (2000).
- [46] W.F.Miao et D.E.Laughlin, scripta Mater, **40**(7), p.873, (1999).
- [47] D.J.Chakrabarti et D.E.Laughliu, prog.in Mater. SCI, **49**, p.389, (2004).
- [48] A.K.Gupta, D.J. Lloyd et S-A.Court, Mater, SCI, Eng, **316**,1 p. 17, (2001).
- [49] D.J.Chakrabarti, Y.Peng et D.E-Laughlein, MATER.sci. Forum, **396**, p.857, (2002).
- [50] R.P.Wahi, And M.Von Heimendahl, Phys.stat.sol. **24**, p.607, (1974).
- [51] J.P.Lynch, L.M.Brown ET M.H.Jacobs: Acta Metall. **39**, p.1389, (1982).
- [52] S.J.Andersen, H.W.Zandbergen, J.Jansen, C.traeholt, U.Tundal et O.Reiso, Acta Mater. **46**, p.3283, (1998).

- [53] C.D.Marioara, S.J.Andersen, J.Jansen et H.W.Zandbergen, Acta Mater, **49**, p.321, (2001).
- [54] C.D.Marioara, S.J.Andersen, J.Jansen et H.W.Zandbergen, Acta Mater, **51**, p.789, (2003).
- [55] G.A.Edwards, K.Stiller, G.L.Dunlop et M.J.Couper, Mater.Sci.Forum, **217**, p.713, (1996).
- [56] A.Perovic, D.Perovic, G.C.Weatherly ET D.J.Lloyd.scripta mater, **41**(7), p.703 (1999).
- [57] S.J.Andersen, C.D.Marioara, A.Froseth, R.vissers et H.W.Zandbergen.Mater.Sci.Eng.A, **390**, p.127, (2005).
- [58] C. Cayron et P.A.Buffat, Acta Mater, **48**, p. 2639, (2000).
- [59] R.Develay, Traitement thermiques des alliages d'aluminum.Doc.M1290.les techniques de l'ingénieur, (1991).
- [60] M.A. Van Huis, J.H.Chen A, B, H.W.Zandbergen A, M.H:F.Sluite, Acta Mater. **54**, p. 2945, (2006).
- [61] A.Boushaba, "thèse de Magister", Université de Constantine, (2005).
- [62] www.netzsch.com (15/04/2008).
- [63] R.Bourgois, H.Chauvel, J.Kessler, Mémtech "Génie des Matériaux», Editions CASTEILLA, Paris (2001).
- [64] M. Aghaie-Khafri. J. Mater. Sci. **40** p 1135, (2005).

Dans ce travail, nous avons étudié le coefficient de dilatation thermique en fonction de la température de deux catégories de tôles à base d'aluminium dans lesquelles nous avons introduit une large gamme d'éléments de transitions et d'impuretés. Chaque série comporte trois tôles d'épaisseurs (dimension selon la direction perpendiculaire au plan de laminage) différentes. A partir de chaque tôle, nous avons prélevé trois échantillons suivant trois directions : X-direction parallèle au laminage, Y-direction perpendiculaire au laminage et Z- direction perpendiculaire au plan de laminage. Les résultats obtenus montrent que $\alpha(T)$ change d'une tôle à une autre et d'un échantillon à un autre. Le plus intéressant à souligner est la dépendance de $\alpha(T)$ en fonction de la direction de mesure. Donc, nous pouvons affirmer qu'il y a présence d'une anisotropie. Cette dernière varie d'un échantillon à un autre. La différence entre les coefficients de dilatation thermique mesurés selon les directions X, Y et Z s'expliquerait par une répartition non aléatoire des dispersoïdes stables à hautes températures. Par contre l'anisotropie entre $\alpha(T)$ déterminé suivant les directions X et Y (dans le plan de base) serait liée à une orientation préférentielle des précipités. Pour ce qui est des séquences de précipitation, elles sont pratiquement les mêmes pour tous les échantillons. Mais les intensités et les températures d'apparitions des anomalies dilatométriques changent d'une orientation à une autre. En plus, l'effet de l'épaisseur sur l'allure des différentes courbes dilatométriques est non négligeable. Le coefficient de dilatation thermique mesuré selon Z de la tôle1 d'épaisseur 1.35mm est nettement inférieur à tous les autres coefficients de dilatation quelque soit la direction ou l'épaisseur des échantillons prélevés des deux tôles. Ce comportement pourrait être lié à une présence optimale des défauts favorisant la diffusion des précipités. D'autres techniques d'investigation ont été utilisées pour plus de précision et confirmer les résultats de la dilatométrie. Les courbes de la calorimétrie ont les mêmes séquences de précipitation que celles de la classe des matériaux portant le numéro 6061. Nous avons constaté la présence d'une anomalie calorimétrique située dans l'intervalle [460-500] inexistante dans les alliages d'aluminium conventionnels. La température d'apparition de cette phase change d'une tôle à l'autre. Cela signifie que l'épaisseur joue un rôle non négligeable. L'analyse par diffraction X a montré que les diffractogrammes sont semblables. Nous soulignons, lorsque l'épaisseur diminue, les intensités des différents pics diminuent. Les mesures de la microdureté ont montré que la dureté augmente quand l'épaisseur diminue.

Mots clés : Al-Mg-Si, dilatation thermique, anisotropie, transformation de phase.