



Année 2010/2011

Faculté des Sciences
Département de Physique

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

DOCTORAT

**Etude de développement de structures dans les alliages à
base d'aluminium : Al-Zn et Al-Cu-Zn**

Option: Sciences des Matériaux

Par

Hayette BEDBOUDI

DIRECTEUR DE THESE: DRAISSIA Mohamed

M. C.

U. Annaba

Devant le Jury:

Président

DEBILI Mohamed Yacine

Pr

U. Annaba

Examineurs

MEDDOUR Athmane

Pr.

U. Guelma

OTMANI Amara

Pr.

U. Skikda

GHERS Mokhtar

Pr

U. Annaba

BENCHIHEUB Mostefa

M.C.

U. Annaba

ملخص

هذه الأطروحة تهتم بدراسة خصائص البنية البلورية في سبائك الألمنيوم. الأعمال المنجزة تهتم بالسبائك ذات التركيبات الثنائية (Al-Xwt.%Zn (X = 4, 16, 40 et 50) و الثلاثية (Al-Xwt.%Cu- Xwt.%Zn (X = 2, 8, 20 et 25). ان استعمال عدة طرق، انعراج أشعة X (DRX)، و المشاهدات البصرية و اختبارات صلابة (Vickers) فيكرس و التحاليل الحرارية (DSC) تسمح لنا باستنتاج بوضوح خصائص البنية و الصلابة و كذلك التحولات البلورية في هذه السبائك.

التحليل DRX يسمح بمعرفة مختلف الأطوار الموجودة في كل مركب و تحديد المعامل البلوري للألمنيوم في هذه السبائك. المشاهدات البصرية تظهر تموضع نسيج السطوح متجانس التوزيع و متكاثف في القاعدة. اضافة الزنك للألمنيوم في السبائك الثنائية Al-Zn تؤدي لزيادة الصلابة، و التقوية الميكانيكية الملاحظة ناتجة أساسا على الفرق بين أبعاد ذرتي المذيب Al و المذاب Zn. في السبائك الثلاثية Al-Cu-Zn و زيادة الصلابة ناتجة عن وجود الطور (θ) $CuAl_2$ الصلب.

التحليل الحراري ب DSC يسمح بمتابعة التحولات الطورية بدلالة درجة الحرارة التي تؤدي الى تكوين أطوار جديدة و هي الطور الثلاثي (τ') Al_4Cu_3Zn rhomboédrique متوازنة مع الطور $tétragonale$ $CuAl_2$ (θ).

Abstract

This thesis relates of the study of crystalline microstructure properties in aluminium- based alloys. Realised work concern binary Al-Xwt.%Zn (X = 4, 16, 40 et 50) and ternary Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (X = 2, 8, 20 et 25) composition alloys. Varied characterization methods such as X-Ray diffraction (XRD) analysis, optical microscopy observations, Vickers microhardness indentation measurements and thermal analysis by differential scanning calorimetry (DSC) lead to describe clearly the microstructure and microhardness properties as well as the phase transformations occurred in these alloys.

DRX analysis permit to identify the present phases in each composition alloy and determine the lattice parameter evolution of aluminium in these alloys. The optical microscopy observation reveals a homogeneous surface texture with dense grains uniformly distributed in the matrix.

The addition of zinc to aluminium in binary Al-Zn alloys increases its microhardness and the observed mechanical reinforcement is essentially due to the difference in size between the solvent Al and solute Zn atoms. In the ternary Al-Cu-Zn alloys, the microhardness increase is due to the presence of the hardening tetragonal $\text{CuAl}_2(\theta)$ phase.

The thermal DSC analysis makes possible to follow according to temperature the phase transformations, which led to the formation of new phases such as the rhomboedric ternary $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ phase in equilibrium with the tetragonal $\text{CuAl}_2(\theta)$ phase.

Résumé

Cette thèse porte sur l'étude des propriétés de microstructure cristalline dans les alliages à base d'aluminium. Les travaux effectués concernent des alliages de différentes compositions binaires Al-Xwt.%Zn ($X = 4, 16, 40$ et 50) et ternaires Al-Xwt.%Cu- Xwt.%Zn ($X = 2, 8, 20$ et 25). L'utilisation de différentes méthodes de caractérisation telles que l'analyse par diffraction des rayons X (DRX), l'observation par microscopie optique, les mesures de microdureté par indentation Vickers et l'analyse thermique par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) a permis de décrire clairement les propriétés de microstructure et de microdureté ainsi que les transformations de phase dans ces alliages.

L'analyse par DRX a permis d'identifier les phases en présence pour chaque composition et de déterminer l'évolution du paramètre cristallin de l'aluminium dans ces alliages. L'observation par microscopie optique révèle une texture de surface homogène à grains denses et uniformément répartis dans la matrice.

L'addition du zinc à l'aluminium dans les alliages binaires Al-Zn augmente sa microdureté et que le renforcement mécanique observé est essentiellement dû à la différence de taille entre les atomes du soluté Zn et ceux du solvant Al. Dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn, l'augmentation de la microdureté est due à la présence de la phase durcissante tétragonale CuAl_2 (θ).

L'analyse thermique par DSC a permis de suivre en fonction de la température les transformations de phase, ce qui a conduit à la formation de nouvelles phases telle que la phase ternaire rhomboédrique $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ (τ') en équilibre avec la phase tétragonale CuAl_2 (θ).

REMERCIEMENTS

Avant tout merci à dieu qui ma donné le courage et la volonté pour réaliser ce travail de recherche scientifique.

Ce travail de recherche scientifique a été réalisé dans le laboratoire LM2S (Annaba) sous la direction du Dr. monsieur DRAISSIA Mohamed maître de conférence en physique à l'université de Annaba. Je tiens à lui à exprimer ma reconnaissance pour son aide, sa patience, son assistance ainsi que les discussions fructueuse qui ont aboutit à la réalisation de cette thèse de doctorat.

Je tiens à remercier les membres de Jury :

Monsieur Mohamed Yacine DEBILI, Professeur en physique à l'université de Annaba, chef d'équipe pour le support technique et les discussions fructueuses et pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance de thèse de doctorat.

Je tiens à remercier monsieur Athmane MEDDOUR , Professeur en physique à l'université de Guelma d'avoir accepté d'examiner ma thèse de doctorat.

Je remercie monsieur Amara OTMANI, Professeur en physique à l'université de Skikda d'avoir accepté de faire partie du jury et d'examiner ma thèse de doctorat.

Mes remerciements vont monsieur Mokhtar GHERS, Professeur en physique à l'université de Annaba d'avoir accepté d'examiner cette thèse.

J'adresse mes remerciements à monsieur Mostefa BENCHIHEUB maître de conférences en physique à l'université de Annaba d'avoir accepté d'examiner ma thèse.

Je tiens à remercier également les membres de l'équipe de recherche, l'équipe administrative du département de physique ainsi que tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail et en particulier Dr Saida Chouf.

En fin, Mes grands remerciements à ma famille pour le soutien qu'elle m'a apporté durant toute la période de réalisation de cette thèse de doctorat.

Liste des figures

Fig.	Titre	Page
I-1.	Les grandes classes des matériaux solides communs.	3
I-2.	Schématisation d'une maille cristalline	8
I-3.	Les 7 systèmes cristallins	9
I-4.	Empilement compact à 2 dimensions.	9
I-5.	Empilement compact de sphères.	10
I-6.	Diagramme binaire d'une solution solide unique.	13
I-7.	Représentation d'un diagramme d'équilibre de phases à point triple.	14
I-8.	Représentation géométrique d'un diagramme d'équilibre de phases ternaire.	15
I-9.	Microstructure d'un alliage Al-4 wt.% Cu.	20
I-10.	Diagramme de phase Al-Zn.	21
I-11.	Limites de solubilité du Cu et du Zn dans l'Al.	22
II-1.	Chauffage par induction électromagnétique d'une pièce métallique cylindrique.	26
II-2.	Schéma de fonctionnement d'un inducteur.	28
II-3.	Inducteur de tube en cuivre.	28
II-4.	Pastille d'un mélange homogène compactée de poudres à base d'aluminium.	31
II-5.	Ensemble du procédé de fusion par induction HF.	33
II-6.	Alliage Al-Zn en fusion.	33
II-7.	Cycles thermiques de la fusion-solidification HF (b), pastille et échantillon (a et c).	33
II-8.	Echantillon d'alliage à base d'aluminium élaboré par fusion HF.	34
II-9.	Echantillons d'alliages à base d'aluminium HF, (a) pastille, (b) échantillon brut, (c) demi-sphère d'échantillon et (d) après enrobage.	37
III-1.	Schéma du principe de base de la DRX.	41
III-2.	Photo de diffractomètre X' Pert-PRO PANALYTICAL.	45
III-3.	Dispositif d'observation optique.	46
III-4.	Spectre de diffraction de rayons X de l'aluminium pur à l'état brut.	48

III-5.	Diagramme d'équilibre de phases Al-Zn.	48
III-6.	Diffractogrammes XRD des alliages Al-0 à 50wt.%Zn (a, b, c, d et e = 0, 4, 16, 40 et 50wt.%Zn).	49
III-7.	Évolution de paramètre de réseau d'Al dans les alliages binaire Al-Zn élaboré par fusion HF.	51
III-8.	Micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Zn : (a) pour X = 4, (b) X = 16, (c) X = 40 et (d) X = 50.	52
III-9.	Spectres DRX des alliages ternaire Al-Xwt.%Cu- Xwt.%Zn (b) X=4, (c) X= 16 en comparaison avec celui de Al pur (a) élaborés par fusion HF	58
III-10.	Diagramme de phases Al-Cu, coté riche en aluminium.	59
III-11.	Spectres DRX des alliages ternaires de fusion HF, (b et c) Al-Xwt%Cu-Xwt.%Zn (X = 20 et 25) et (a) Al pur.	61
III-12.	Spectres DRX des alliages ternaires HF Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (b, c, d et e) pour X = 4, 16, 20 et 25 et (a) Al pur élaboré par fusion HF.	63
III-13.	Micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn: (a) pour X = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25.	65
III-14.	Maille de la phase tétragonale θ -CuAl ₂ .	67
III-15.	La microstructure cristallographique habituelle de la phase tétragonale θ -CuAl ₂ prévue en Al-Cu.	68
III-16.	Évolution de paramètre de réseau d'Al dans les alliages ternaire Al-Cu-Zn élaboré par fusion et les alliages binaire Al-Cu.	70
IV-1.	Zones GP et précipités dans les alliages à base Al-Cu.	75
IV-2.	Schéma du dispositif de mesure DSC.	76
IV-3.	Courbe DSC de l'alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn.	78
IV-4.	Diagramme d'équilibre de phases du système ternaire Al-Cu-Zn à 240°C.	80
IV-5.	Diagramme d'équilibre de phases du système ternaire Al-Cu-Zn à 300°C.	80
IV-6.	Courbe de DSC de l'alliage Al-20wt%Cu-20wt%Zn.	81
IV-7.	Courbe DSC de l'alliage ternaire (HF) Al-8wt%Cu-8wt%Zn.	82
IV-8.	Diagramme d'équilibre de phase des systèmes ternaires Al-Cu-Zn à T = 240°C.	83
IV-9.	Courbe DSC de l'alliage ternaire (HF) Al-2wt%Cu-2wt%Zn	83
IV-10.	Diagramme de phases ternaire Al-Cu-Zn à la température ambiante.	84
IV-11.	Diffratogrammes DRX des alliages ternaires (HF)	86

	Al-0 à 25wt.%Cu-25wt.%Zn.	
IV-12	Diagrammes DRX des alliages ternaires Al-Xwt.%Cu- Xwt.%Zn de fusion HF après étude thermique (b, c, d et e : X = 2, 8, 20 et 25).	88
IV-13.	Micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn traités: (a) pour x = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25.	91
V-1.	Comportement plastique sur la profondeur moyenne de contact h_c .	96
V-2.	Conditions sur la profondeur d'empreinte Vickers.	97
V-3.	Photo du microduromètre Vickers Zwick/ZHV10.	98
V-4.	Empreinte Vickers de (HF) Al pur sous l'effet d'une charge de 200 g (0,2 kgf)	98
V-5.	Empreintes d'indentation Vickers dans les alliages de fusion HF (a) Al-4wt.%Zn et (b) Al-16wt.%Zn.	99
V-6.	Evolution de la microdureté Vickers à l'état brut dans les alliages de fusion HF Al-Zn.	100
V-7.	Empreintes d'indentation Vickers dans les alliages de fusion HF (a) Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn et (b) Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn.	101
V-8.	Evolution de la microdureté Vickers à l'état brut dans les alliages de fusion HF Al-Cu-Zn.	101

Liste des Tableaux

Tab.	Titre	Page
I-1.	Relations entre paramètres cristallins pour les 7 systèmes cristallins.	8
I-2.	Alliages à durcissement structural et leurs précipités intermétalliques.	18
II-1.	Caractéristiques physiques d'Al, Cu et Zn.	29
II-2.	Masses, compositions chimiques nominales et densités correspondantes des échantillons d'alliages binaires Al-Zn.	30
II-3.	Masses, compositions chimiques nominales et densités correspondantes des échantillons d'alliages ternaires Al-Cu-Zn.	30
III-1.	Paramètres cristallographiques et physiques des phases FCC Al et HCP Zn.	47
III-2.	Caractéristiques de DRX pour les alliages binaires Al-0 à 50wt.%Zn.	50
III-3.	Paramètres cristallographiques et physico-chimiques concernant la solubilité dans les alliages binaires Al-Zn.	54
III-4.	Paramètres et limites d'extension de solution solide CFC α Al dans les alliages binaires à base d'Al.	56
III-5.	Données cristallographiques DRX mesurées et calculées des phases dans les alliages ternaires HF Al-Xwt%Cu-Xwt.%Zn (X = 2 et 8).	57
III-6.	Données cristallographiques DRX mesurées et calculées pour les alliages ternaires de fusion HF Al-Xwt%Cu-Xwt.%Zn (X = 20 et 25)	60
III-7.	Les microstructures cristallographiques principales des alliages Al-0wt.%Cu-0wt.%Zn à 25wt.%Cu-25wt.%Zn élaborés par fusion.	64
III-8.	Alliages à durcissement structural et leurs précipités intermétalliques.	66
III-9.	Les paramètres caractéristiques de la phase tétragonale θ -CuAl ₂	69
IV-1.	Caractéristiques cristallographiques de l'alliage de fusion HF Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn à l'état traité.	90
V-1.	Microdureté Vickers principale de Al pur sous une charge de 200 g (0.2 kgf).	99

Sommaire

Introduction générale	...01
-----------------------	-------

Chapitre I: Etude bibliographique

I-1. Introduction	...03
I-2. Les matériaux métalliques	...04
I.2.1 Description	...04
I-2.2. Les matériaux ferreux et non ferreux	...04
I-2.2.1. Les matériaux ferreux	...04
I-2.2.2 Les matériaux non ferreux	...04
I-2.3 Les principaux alliages métalliques	...05
I-2.3.1. Alliages de fer	...05
I-2.3.2. Alliages d'aluminium	...05
I-2.4. Propriétés générales des matériaux métalliques	...05
I-2.5. Utilisations et recyclage des matériaux métalliques	...06
I-3. Traitements thermiques	...06
I-3-1. Chauffage et refroidissement	...06
I-3-2. Le refroidissement lent	...07
I-4. La structure cristalline	...07
I-4-1. Les 7 systèmes cristallins	...07
I-4-2. Empilements compacts	...09
I-5. Diagrammes de phases	...11
I-5-1. Généralités	...11
I-5-1-1. Définition de la phase	...11
I-5-1-2. Règle des phases	...11
I-5-1-3. Présentation géométrique du diagramme de phases	...12
I-5-1-4. Refroidissement d'un matériau	...12
I-5-1-5. Durcissement d'un matériau	...12
I-5-1-5-1. Durcissement par écrouissage et par soluté	...12

I-5-1-5-2. Durcissement structural par précipitation	...12
I-5-2. Etude des diagrammes de phases	...13
I-5-2-1. Description d'un diagramme de phases binaire	...13
I-5-2-1-1. Diagramme à solution solide unique	...13
I-5-2-1-2. Diagramme de phases binaire avec point triple	...14
I-5-2-1-3. Diagramme de phases ternaire	...15
I-6. L'aluminium et ses alliages	...16
I-6-1. Caractéristiques générales	...16
I-6-1-1. L'aluminium pur	...16
I-6-1-2. Légèreté	...16
I-6-1-3. Conductivité électrique et thermique	...16
I-6-1-4. Tenue à la corrosion	...17
I-6-1-5. Recyclage	...17
I-6-2. Les alliages de l'aluminium	...17
I-6-2-1. Diversité des alliages d'aluminium	...17
I-6-2-2. Caractéristiques générales des alliages d'aluminium	...19
I-6-2-3. Alliages Al-Cu	...19
I-6-2-4. Alliages Al-Zn	...21
I-6-2-5. Alliages Al-Cu-Zn	...22
I-7. Conclusion	...23
I-8. Références bibliographiques	...24

Chapitre II: Elaboration par fusion HF

II-1. Introduction	...26
II-2. Le chauffage par induction électromagnétique	...26
II-2-1. Description du procédé de chauffage par induction	...26
II-2-2. Principe de base	...27
II-2-3. Utilisation du chauffage par induction	...27
II-3 Elaboration des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn par fusion HF	...27
II-3-1. Généralités sur l'induction HF	...27
II-3-1-1. Principe de base	...27
II-3-1-2. Fonctionnement d'un générateur HF	...28
II-3-2. Etapes d'élaboration des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn par fusion HF	...29

II-3-2-1. Préparation des cibles	...29
II-3-2-1-1. Matériaux étudiés	...29
II-3-2-1-2. La pesée des poudres	...31
II-3-2-1-3. Compactage de poudres	...31
II-3-3. Processus d'élaboration des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn	...32
II-3-3-1. Description de l'élaboration par fusion HF	...32
II-3-3-2. Etapes d'élaboration	...33
II-4. Préparations des échantillons pour les caractérisations	...35
II-4-1. Le traitement thermique	...35
II-4-2. Procédures métallographiques	...35
II-4-2-1. Description des méthodes métallographiques	...35
II-4-2-2. Découpe des échantillons	...36
II-4-2-3. Polissage mécanique	...36
II-4-2-4. Traitement chimique	...36
II-4-2-5. Enrobage dans la résine	...37
II-4-3. Photos des alliages suivant les opérations de préparation	...37
II-5. Conclusion	...38
II-6. Références bibliographiques	...39

***Chapitre III : Etude des paramètres microstructuraux caractéristiques des alliages de fusion HF
Al-Zn et Al-Cu-Zn***

III-1. Introduction	...40
III-2. Les méthodes des rayons X	...40
III-3. Diffraction des rayons X (DRX)	...40
III-3-1. Utilisation de la DRX	...40
III-3-2. Principe de la DRX	...41
III-3-3. Lois relatives de la DRX	...42
III-3-4. Cartes JCPDS	...42
III-3-5. Indexation des diffractogrammes DRX	...43
III-4. Etude des paramètres de microstructure	...43
III-4-1. Généralités sur l'analyse DRX et l'observation optique	...43
III-4-1-1. L'analyse DRX	...43
III-4-1-2. L'observation optique	...44

III-4-2. Montage expérimental	...44
III-4-3. Microscope optique	...45
III-4-4. Observations optiques et analyses DRX des alliages	...46
III-4-4-1. Présentation de l'étude	...46
III-4-4-2. Données cristallographiques et physiques générales	...47
III-4-4-3. Paramètres microstructuraux des alliages binaires Al-Zn	...47
III-4-4-3-1. Microstructure des alliages binaires Al-Zn	...47
III-4-4-3-2. Variation du paramètre cristallin avec la teneur en zinc	...50
III-4-4-3-3. Observations optiques des alliages Al-Zn	...52
III-4-4-3-4. Etude de la solubilité dans les alliages binaires Al-Zn	...53
III-4-4-3-4-1. Enoncé des lois de Hume-Rothry	...53
III-4-4-3-4-2. Application des lois de Hume-Rothry	...54
III-5. Investigations de microstructure des alliages ternaires Al-Cu-Zn	...57
III-5-1. Identification des phases	...57
III-5-2. Observations optiques des alliages Al-Cu-Zn	...65
III-5-3. Détermination des paramètres microstructuraux	...66
III-5-3-1. Etude de la phase tétragonale θ -CuAl ₂	...66
III-5-3-1-1. Présentation de la phase θ -CuAl ₂	...66
III-5-3-1-2. Mesures des paramètres cristallins de la Phase θ -CuAl ₂	...67
III-5-3-2. Mesure des paramètres cristallins de l'aluminium	...69
III-6. Conclusion	...71
III-7. Références bibliographiques	...72

Chapitre IV: Etude thermique des alliages ternaires Al-Cu-Zn

IV-1. Introduction	...74
IV-2. Les transformations de phases dans les alliages Al-Cu	...74
IV-2.1. Les zones de Guinier-Preston dans les alliages Al-Cu	...74
IV-3. Analyse thermique des alliages (HF) Al-Cu-Zn	...76
IV-3-1. Description générale de la DSC	...76
IV-3-2. Procédure expérimentale	...77
IV-3-3. Etude par DSC des alliages (HF) Al-Cu-Zn	...78
IV-3-3-1. Thermogrammes DSC des alliages	...78

IV-3-3-1-1. DSC de l'Alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn	...78
IV-3-3-1-2. DSC de l'Alliage Al-20wt%Cu-20wt%Zn	...81
IV-3-3-1-3. DSC de l'Alliage Al-8wt%Cu-8wt%Zn	...82
IV-3-3-1-4. DSC de l'Alliage Al-2wt%Cu-2wt%Zn	...83
IV-4. Analyse microstructurale par DRX après chauffage	...84
IV-4-1. Recherche de transformation de phases	...84
IV-4-1-1. Diagramme de phases	...84
IV-4-1-2. Description des phases	...85
IV-4-1-3. Reconnaissance des phases par DRX	...86
IV-4-2. Microstructure après analyse thermique	...88
IV-4.3. Observations optiques des alliages Al-Cu-Zn traité	...91
IV-5. Conclusion	...92
IV-6. Références bibliographiques	...93

Chapitre V: Microdureté des alliages de fusion HF Al-Zn et Al-Cu-Zn

V-1. Introduction	...95
V-2. Généralités sur les tests de microdureté	...95
V-2-1. Principe de mesure de dureté	...95
V-2-2. Dureté Vickers	...96
V-3. Microdureté Vickers des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn	...97
V-3-1. Description du dispositif expérimental	...97
V-3-2. Mesures de microdureté des alliages (HF) Al-Zn	...98
V-3-2. Mesures de microdureté des alliages Al-Cu-Zn	..100
V-4. Conclusion	..102
V-5. Références bibliographiques	..103
Conclusion générale	..104

Introduction générale

Le progrès scientifique dans le domaine des sciences des matériaux a connu un essor considérable à travers le monde. Le besoin de développer des matériaux présentant des propriétés spécifiques et répondant à des critères de qualité nécessite la connaissance préalable de leurs structures cristallines et de leurs propriétés physico-chimiques, mécaniques, électriques, magnétiques,... Les recherches scientifiques et applications utilisant ces matériaux (métaux purs, alliages métalliques, céramiques, polymères,...), sont aussi variées que les industries métallurgiques, mécaniques, nucléaires, aéronautiques et électroniques en plus des applications domestiques et médicales... Les applications essentielles de la physique du solide avec une connaissance bien approfondie des notions principales des caractéristiques des matériaux telles que leurs propriétés physico-chimiques, mécaniques, électriques et magnétiques ainsi que les modes et les paramètres appropriés d'élaboration et leurs applications spécifiques, en plus des techniques permettant leur caractérisation constituent les bases fondamentales de la physique des matériaux.

L'amélioration permanente des caractéristiques propres des matériaux, voire le développement et l'amélioration des qualités des matériaux métalliques et l'émergence de nouveaux matériaux, passe par l'acquisition d'une base scientifique d'études fondamentales et technologiques permettant de concevoir de tels matériaux, de les élaborer et de les caractériser. Ainsi : Dans la présente thèse de doctorat, « **Etude de développement de structures dans les alliages à base d'aluminium : Al-Zn et Al-Cu-Zn** », nous nous sommes intéressés à l'étude, aux états bruts et traités thermiquement par DSC, de l'effet du zinc sur les propriétés de microstructures et des transformations de phases dans les alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn élaborés sous vide et solidifiés rapidement par le procédé de fusion à induction magnétique à haute fréquence (HF).

Cette thèse comprend 5 chapitres :

Le premier chapitre : « Etude bibliographique », comprend un recueil de connaissances scientifiques et technologiques sur les matériaux solides et plus spécialement l'aluminium et ses alliages.

Le second chapitre : « Elaboration par fusion HF », décrit les différentes étapes de préparation des cibles, du mode et des paramètres d'élaboration du procédé HF et les étapes métallographiques de traitements des échantillons ainsi élaborés

Le troisième chapitre : « Etude des paramètres microstructuraux caractéristiques des alliages de fusion HF Al-Zn et Al-Cu-Zn », concerne des investigations des paramètres microstructuraux caractéristiques de ces alliages par des analyses par diffraction de rayons X (DRX) et observations par microscopie optique.

Le quatrième chapitre : « Etude thermique des alliages ternaires Al-Cu-Zn », traite de l'étude des transformations de phases par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn.

Le cinquième chapitre : « Microdureté des alliages de fusion HF Al-Zn et Al-Cu-Zn », montre l'évolution de la microdureté Vickers par effet de zinc sur les caractéristiques mécaniques de l'aluminium dans les alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn.

Enfin, une conclusion générale reprendra l'ensemble des interprétations dans une synthèse qui résumera les résultats

I-1. Introduction

Les métaux purs sont des matériaux présentant à la fois des caractéristiques mécaniques relativement faibles et plus ou moins de facilité de mise en forme à chaud ou à froid. L'addition d'un métal pur ou plus à un autre métal pur (alliages binaires, ternaires et d'ordre supérieur) a pour effet d'améliorer les propriétés physico-chimiques de celui-ci. Ces propriétés observées dans un alliage dépendent essentiellement de la nature du métal de base, de l'élément ou des éléments d'addition, du mode et des paramètres d'élaboration.

Un matériau est donc une matière de base sélectionnée en vue d'un usage spécifique suivant certaines propriétés physico-chimiques particulières et des mises en œuvre appropriées. On distingue ainsi quatre grandes classes usuelles (Fig. I-1.) de matériaux solides :

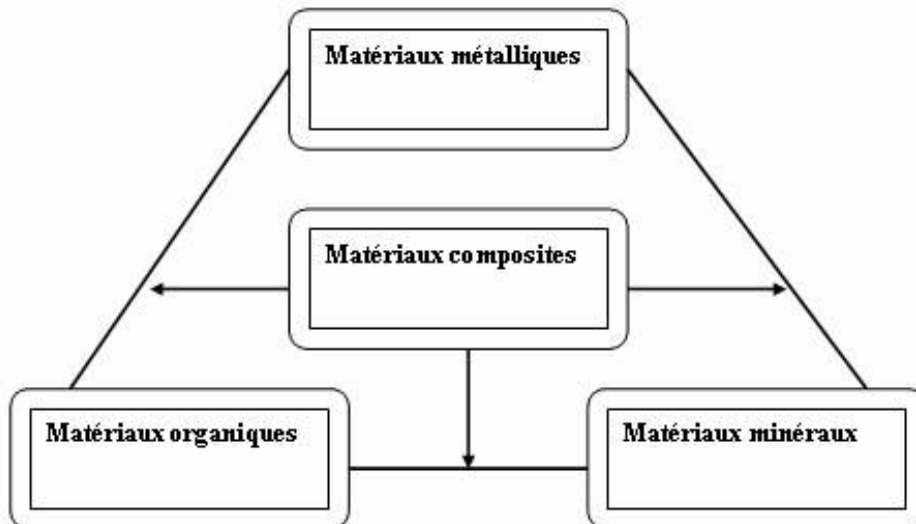


Figure I.1. Les grandes classes des matériaux solides communs.

1. Les matériaux métalliques sont des métaux ou des alliages de métaux.
2. Les matériaux composites en phase solide sont constitués au moins de deux matériaux solides aux propriétés respectives, la matrice et le renfort.
3. Les matériaux organiques solides ou polymères sont des produits chimiques contenant du carbone (polymères ou matières plastiques).
4. Les matériaux minéraux sont des roches, des céramiques ou des verres.

I-2. Les matériaux métalliques

I.2.1 Description

Les métaux purs et leurs alliages sont très utilisés à des applications très variées à une très grande échelle industrielle. Ils ont fait irruption au début dans de larges applications à usages domestiques et puis à grande échelle dans les ménages avec l'électroménager et les constructions à bases métalliques.

Bien que plusieurs produits aux bases métalliques sont de plus en plus remplacés par des matières plastiques. Cependant, les matériaux métalliques restent indispensables en tant que conducteurs d'électricité ou de chaleur (radiateurs, échangeurs,...) même à très haute température dans les réacteurs nucléaires aux inconvénients des irradiations.

I-2.2. Les matériaux ferreux et non ferreux

On divise les matériaux métalliques en deux catégories :

Les matériaux métalliques ferreux

Les matériaux métalliques non ferreux.

I-2.2.1. Les matériaux ferreux

Les matériaux métalliques ferreux, désignent les alliages métalliques à base de fer. Ils sont attirés par les aimants.

A de rares exceptions près, ils contiennent tous du carbone comme élément d'alliage et en proportions diverses. Ainsi les aciers titrent moins de 2% de carbone ; les fontes au contraire, en contiennent plus de 2 %. Dans ces deux cas, peuvent être ajoutés d'autres éléments d'alliage en quantités très diverses, sous réserve que l'élément fer reste quasiment majoritaire.

Tous ces matériaux métalliques ferreux doivent être plus ou moins protégés de l'oxygène et l'humidité (Oxydation) par des revêtements métalliques anticorrosifs ou non métalliques comme les peintures de protection contre la corrosion.

I-2.2.2 Les matériaux non ferreux

Les matériaux non ferreux comprennent tous les métaux à l'exception du fer à l'état pur ou faiblement allié (moins de 10%). Les principaux matériaux non ferreux sont des alliages aux solutions solides ou à composés intermétalliques.

Parmi les alliages métalliques non ferreux, on peut citer trois catégories particulières dont:

L'aluminium Al, le magnésium Mg, le titane Ti, le nickel Ni, le cuivre Cu, le zinc Zn, le plomb Pb, l'étain Sn, le chrome Cr,...

Les métaux nobles et précieux : tels que l'or Au, l'argent Ag, le platine Pt et le palladium Pd,

....

Les métaux réfractaires : tels que le molybdène Mo et le tungstène W,...

I-2.3 Les principaux alliages métalliques

I-2.3.1. Alliages de fer

Ces alliages pour la plus part peuvent se voir appliquer avec profit des traitements de diffusion superficielle leur permettant d'acquérir ainsi des propriétés particulières, ce qui n'est pas toujours possible avec certains métaux non ferreux, traitement ayant pour effet par exemple d'augmenter la résistance à l'usure, la dureté, d'améliorer le frottement ou la résistance à l'oxydation à haute température. Parmi ces alliages :

La fonte : fer + carbone (à plus de 2,1% et jusqu'à 6,7% en masse de carbone)

L'acier : fer + carbone (à moins de 2,1% en masse de carbone) (+ des traces éventuelles de Ni, Cr, Mo en faible pourcentage (<4%))

L'acier inoxydable : fer + carbone + nickel + chrome, et parfois molybdène, vanadium.

I-2.3.2. Alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium [1] sont aussi appelés alliages légers compte tenu de la masse volumique de l'aluminium ($2,7 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$) comparée à celle des autres métaux (à part le magnésium $1,74 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$).

I-2.4. Propriétés générales des matériaux métalliques

Les matériaux métalliques présentent des propriétés par rapport aux autres matériaux telles que :

- **Rigidité** : Ils sont rigides. En général ductiles et malléables, ils peuvent être mis en forme à froid ou à chaud par martelage, pliage, cintrage, roulage, laminage, forgeage.
- **Conduction de l'électricité** : Excellents conducteurs d'électricité.
- **Conduction de la chaleur** : Excellents conducteurs de chaleur.
- **Réflexion de la lumière** : Lorsqu'ils sont bien polis, ils réfléchissent la lumière (éclat métallique). Ils peuvent être utilisés comme des revêtements d'embellissement [2] ou des miroirs métalliques [3, 4].
- **Impact environnemental** : Leur impact environnemental peut être considéré comme modéré du fait de leur recyclabilité, bien que leur élaboration primaire nécessite une grande quantité d'énergie dans les différentes opérations d'extraction des minerais et de réduction et génère des rejets polluants.

- **Cristallinité des métaux purs :** Ils ont une structure cristalline. Les métaux purs sont des cristaux formés d'un seul type d'atomes, appartenant à la partie centrale du tableau périodique des éléments.

I-2.5. Utilisations et recyclage des matériaux métalliques

Les matériaux métalliques tels que le fer, métal tenace et malléable, le zinc, qui s'altère peu, l'aluminium, grâce à sa résistance aux intempéries, le cuivre, inaltérable à l'eau et à la vapeur d'eau,... et leurs principaux alliages sont des produits de grande consommation industrielle. Les matériaux sont facilement recyclables il suffit de les refondre, et cela peut se faire indéfiniment sans qu'il y ait d'altération généralisée dans les propriétés mécaniques. Le principal problème est celui du tri et qui peut être résolu par une conception astucieuse de procédés de tri permettant l'élimination des impuretés.

I-3. Traitements thermiques

On effectue des traitements thermiques sur les alliages pour opérer des transformations en phase solide et modifier ainsi les caractéristiques physiques et mécaniques du matériau. Les différentes techniques de traitement thermique, permettent de faire varier les propriétés des alliages. En effet lorsque qu'il vient d'être coulé un alliage comporte des irrégularités dans sa structure, les traitements thermique permettent de les éliminer et donc de s'affranchir des problèmes qu'ils pourraient entraîner.

I-3-1. Chauffage et refroidissement

Ces deux modifications diamétralement opposées consistent en une augmentation de la taille du métal lors de la chauffe et à une diminution de sa taille lors du refroidissement

La dilatation thermique est l'expansion du volume d'un corps occasionnée par le réchauffement elle entraîne une augmentation du volume de l'alliage.

Le retrait de coulée se définit comme l'aptitude qu'a un métal de se contracter quand il passe de l'état liquide à l'état solide. Pour les nickel chrome le retrait est de l'ordre de 2%. [5]

Ces deux paramètres doivent être pris en compte lors de la réalisation des moules, en effet par mégarde la pièce pourrait être trop petite ou trop grosse. Il faut également prendre ces paramètres en compte lors de la réalisation de traitements thermiques.

I-3-2. Le refroidissement lent

Il consiste à laisser l'alliage se refroidir lentement, à l'air libre (refroidissement normal ou naturel) ou de laisser le refroidissement se faire dans le four (refroidissement ralenti). Cette technique se traduit par des modifications structurales de l'alliage. Les différents atomes qui s'étaient mélangés grâce aux intégrations et substitutions, se séparent de nouveau. On obtient donc un matériau hétérogène qui n'a pas ses propriétés optimales (rupture, corrosion...). Il faudra donc par la suite réaliser différentes étapes de traitement thermique afin de rendre les propriétés souhaitées à l'alliage. Pour appréhender les résultats d'un refroidissement lent, il faut avant de faire un alliage consulter les diagrammes de phases pour pouvoir choisir le mélange qui présentera le moins de défauts et les propriétés recherchées.

I-4. La structure cristalline

I-4-1. Les 7 systèmes cristallins

Un cristal est formé d'un arrangement périodique d'atomes. Un minéral est constitué par la répétition d'un motif selon un réseau cristallin infini.

Ce réseau est composé par la juxtaposition de parallélépipèdes jointifs identiques. Ces parallélépipèdes de bases sont appelés maille. La maille primitive (ou élémentaire) du réseau de Bravais est le volume qui répété périodiquement remplit tout l'espace sans recouvrement.

Un cristal se caractérise, d'une part par son réseau périodique (appelé réseau de Bravais) et d'autre part par le motif attaché à chaque nœud de ce réseau.

Le réseau peut être décrit par une base formée de 3 vecteurs a , b et c (2 vecteurs en dimension 2 et 1 en dimension 1). Les mailles peuvent être définies par les angles α , β , γ entre les 3 axes et par les longueurs de ces axes a , b et c .

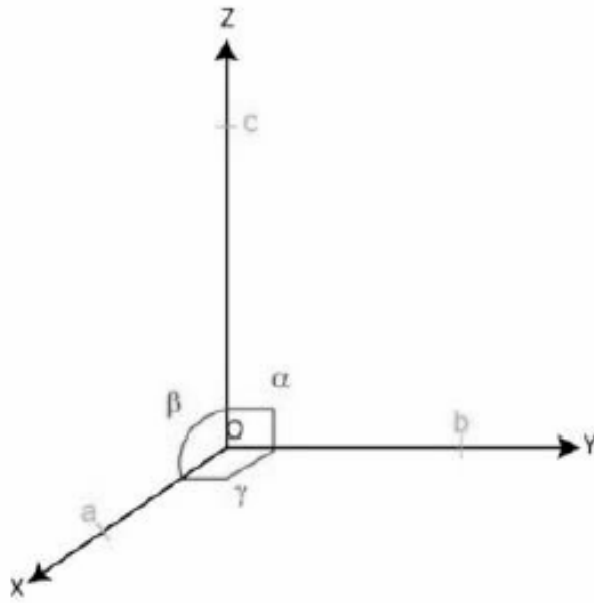


Figure I-2. Schématisation d'une maille cristalline

Les 7 réseaux de Bravais sont représentés par les 7 systèmes géométriques :
 Le système cubique, tétragonal, orthorhombique, monoclinique, triclinique, trigonal et hexagonal
 (tab. I-1. et Fig. I-3)

Géométrie du cristal	Distances	Angles
Cubique	$a = b = c$	$\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$
Tétragonal	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$
Orthorhombique	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = \beta = 90^\circ$
monoclinique	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
triclinique	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
trigonal	$a = b = c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
hexagonal	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$

Tableau I-1. Relations entre paramètres cristallins pour les 7 systèmes cristallins.

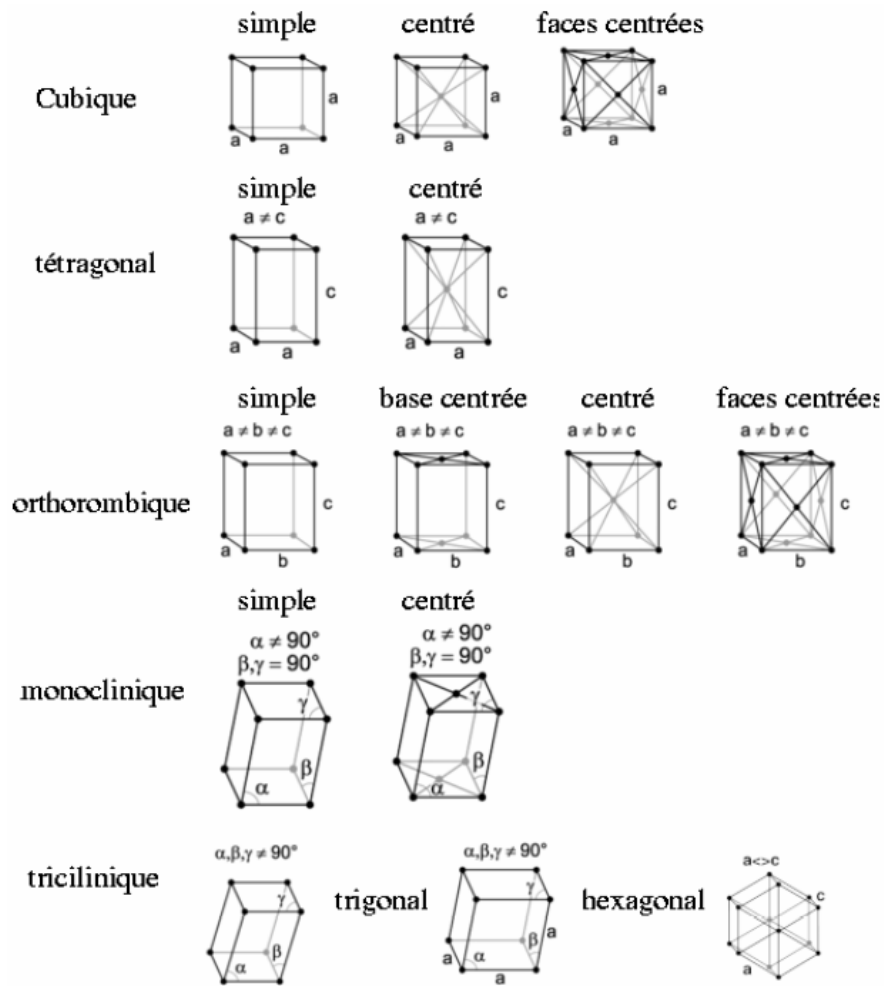


Figure I-3. Les 7 systèmes cristallins.

I-4-2. Empilements compacts

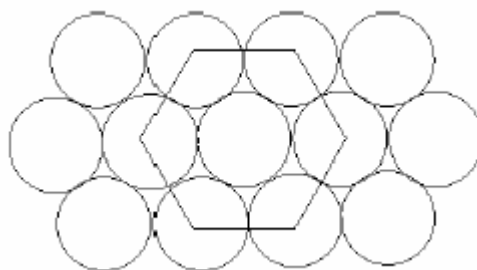


Figure I-4. Empilement compact à 2 dimensions.

Nombre de structures cristallines sont obtenues par empilement de sphères dures. Il est donc intéressant de connaître l'empilement le plus compact possible. A une dimension, il suffit d'empiler

les sphères (ponctuelles) les unes par dessus les autres et le remplissage est maximum. A deux dimensions on obtient un empilement dense en empilant successivement des rangées denses. On obtient un réseau triangulaire comme illustré sur la figure I-4.

Une fois un premier plan formé (nous noterons par la lettre A, la position des centres des sphères de ce premier plan) il existe deux types de sites possibles (B ou C) pour "caler" le deuxième plan (Fig. I-5.). On peut ainsi former par empilements successifs un nombre infini de structures que l'on note par la séquence des sites A, B ou C. Il existe deux types d'empilement particulièrement importants :

- AB, AB, AB,... Hexagonal compact
- ABC, ABC, ABC,... Cubique faces centrées

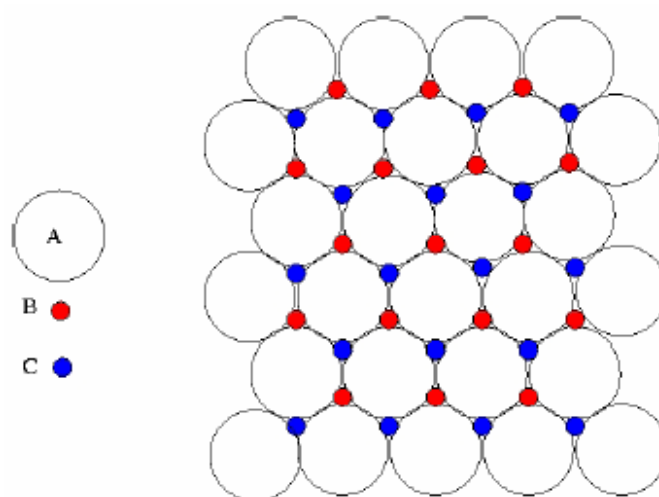


Figure I-5. Empilement compact de sphères.

Les propriétés d'un métal résident dans un premier temps dans leur structure et dans un second temps dans leurs défauts. Les lois de diffraction de Bragg ont permis de mettre en évidence que l'état cristallin qui était décrit comme un empilement d'atomes parfaitement ordonné et symétrique, donc un cristal métallique parfait, n'existe pas. En effet il existe des modifications partielles du cristal. [6].

I-5. Diagrammes de phases

I-5-1. Généralités

Une élévation de température entraîne une agitation thermique qui va jouer un rôle essentiel sur la création et les modifications des phases de la structure cristalline d'un matériau cristallin.

I-5-1-1. Définition de la phase

En thermodynamique, en chimie et en science des matériaux, une phase est un milieu dans lesquelles les paramètres varient de manière continue ; cela inclut notamment la composition chimique et la densité. De ce fait, un corps pur dans un état donné (solide, liquide ou gazeux) constitue en général une seule phase.

I-5-1-2. Règle des phases

La règle des phases ou règles des phases de Gibbs ou relation de Gibbs donne la variance d'un système thermodynamique à l'équilibre. La Règle des phases F (Eq. I-1) est utilisée pour déterminer les degrés de liberté ou le nombre de variables qui peuvent être changés indépendamment dans le domaine de stabilité d'une même phase :

$$F = C - P + 2 \quad (1)$$

Où C est égal au nombre de corps purs en présence, P est le nombre de phases présentes dans le système et 2 représente les facteurs d'équilibre, la pression et la température, qui sont variables.

La plupart des diagrammes de phases dans les sciences des matériaux sont des diagrammes température fonction de composition $T = f(\text{wt.}\% \text{ ou at.}\%)$ ce qui implique que la pression est considérée constante (1 atm.), ce-ci mène à une règle de phases réduite (Eq. I-2) :

$$F = C - P + 1 \quad (2)$$

I-5-1-3. Présentation géométrique du diagramme de phases

Le diagramme de phase s'intéresse à la représentation du comportement de chaque alliage en fonction de la température. L'axe des abscisses représente la composition de l'alliage, celui des ordonnées la température.

Il informe sur l'intervalle de fusion de chaque proportion de l'alliage réalisé et permet de connaître la phase dans laquelle se trouve l'alliage pour une température et une composition donnée.

Donc, Un diagramme de phases représente donc les états sous lesquels on retrouve les constituants dans les différents domaines de température et de pression.

I-5-1-4. Refroidissement d'un matériau

Au cours du refroidissement on peut observer les différentes phases de solidification. Si l'on a affaire à un corps pur on observe un palier horizontal au niveau de la température de fusion, alors que si l'on s'intéresse à un alliage on observe un intervalle de solidification compris entre deux points d'inflexions. Au niveau du premier point d'inflexion les premiers cristaux solidifient, au niveau du deuxième point tous les cristaux sont formés.

I-5-1-5. Durcissement d'un matériau

Le durcissement se fait par différentes méthodes, il consiste à faire disparaître ou à empêcher la propagation des dislocations au sein du métal et donc à diminuer la plasticité du matériau.

I-5-1-5-1. Durcissement par écrouissage et par soluté

Ces deux premières techniques de durcissement ne sont pas des traitements thermiques, le durcissement par écrouissage consiste à travailler un métal froid, cela empêche l'apparition de nouvelles dislocations. Le durcissement par soluté consiste à intégrer - au cours de la préparation de l'alliage - des éléments au sein du métal pour empêcher le bon déplacement des dislocations.

I-5-1-5-2. Durcissement structural par précipitation

La technique de durcissement structural par précipitation peut être considérée comme une technique de traitement thermique. Il consiste à faire apparaître de nouvelles phases dans la solution solide (précipitation de composés intermétalliques), au niveau des dislocations.

Pour se faire le traitement consiste à réaliser une mise en solution des éléments puis de réaliser une trempe. Il faudra par la suite réaliser un revenu afin de provoquer la précipitation des composés intermétalliques.

Ces nouvelles phases peuvent être des solutions solides constituées par l'élément d'alliage retenant en solution une partie du métal de base ou par un autre composé formé par le métal de base et l'élément d'alliage. On peut les appeler des phases durcissantes. Elles se constituent au cours d'un réchauffement de l'alliage, dont il faut bien choisir les proportions pour avoir la dureté souhaitée.

Plus la vitesse de refroidissement est importante, plus les cristaux de cette phase sont fins et plus l'alliage est dur. Il faudra ainsi bien contrôler la vitesse de refroidissement pour contrôler le calibre des précipitations. Ces nouvelles phases sont autant d'obstacles au mouvement des dislocations et vont donc durcir le métal.

I-5-2. Etude des diagrammes de phases

I-5-2-1. Description d'un diagramme de phases binaire

I-5-2-1-1. Diagramme à solution solide unique

Un diagramme de phases représente donc les états sous lesquels on retrouve les constituants dans les différents domaines de température et de pression.

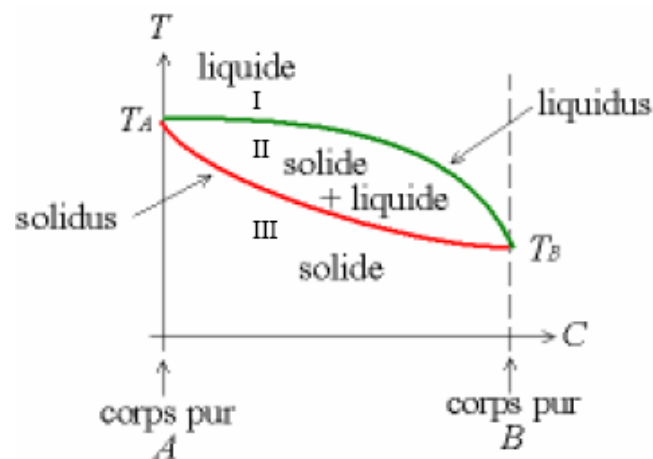


Figure I-6. Diagramme binaire d'une solution solide unique

Dans certains cas, comme par exemple pour les alliages argent-or (Ag-Au) il n'y a pas de composé défini. Dans ces cas-là, le diagramme binaire, Diagramme à solution solide unique, est comme illustré dans la figure I-6, où on définit :

T_A la température de fusion du corps pur A.

T_B la température de fusion du corps pur B.

Les lignes liquidus et solidus délimitent dans ce diagramme trois domaines :

Dans le domaine I, et aux températures supérieures à la ligne de liquidus, le liquide est homogène où se présente une seule phase.

Dans le domaine II, entre le liquidus et solidus coexistent liquide et solide en mélange aux phases cristallines thermodynamiquement stables.

Dans le domaine III, au dessous de la ligne solidus se trouve seulement une seule phase solide.

Le liquidus définit la composition du liquide qui est à l'équilibre avec un solide à une température donnée.

Le solidus définit la composition d'un solide qui est en équilibre avec un liquide à une température donnée.

I-5-2-1-2. Diagramme de phases binaire avec point triple

La figure I-7 est une représentation schématique d'un diagramme d'équilibre de phases d'un alliage binaire A-B à point triple où les éléments A et B sont totalement ou partiellement miscibles l'un dans l'autre.

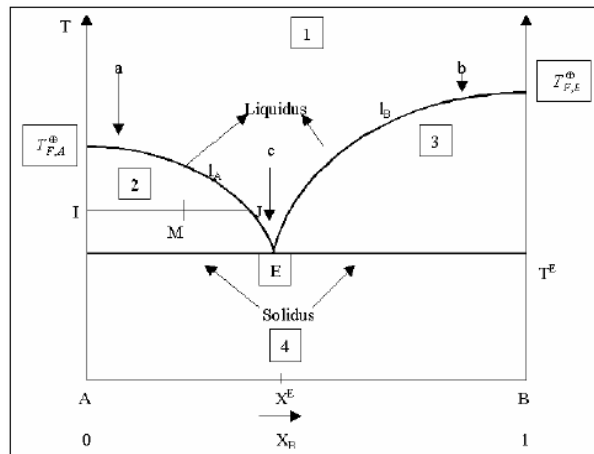


Figure I-7. Représentation d'un diagramme d'équilibre de phases à point triple.

Pour connaître la proportion des phases en équilibre présente dans un domaine biphasé à une température donnée, on utilise la règle des moments chimiques ou règle des leviers.

l_A et l_B sont des lieux géométriques des compositions des solutions saturées en fonction de la température par rapport au solide A pur et par rapport au solide B, respectivement.

Le point E qui est l'intersection des deux branches du liquidus avec le solidus est appelé point eutectique ; il est caractérisé par ses coordonnées eutectiques (T^E et X^E).

Au point eutectique, on a trois phases : liquide + solide A pur + solide B pur.

Domaine 1 : Monophasé (liquide).

Domaine 2 : Biphasé (liquide + A pur solide).

Domaine 3 : Biphasé (liquide + B pur solide).

Domaine 4 : Biphasé (A pur solide + B pur solide).

Soit M le point figuratif d'un mélange qui se compose de deux phases en équilibre (la phase solide représentée par I et la phase liquide par J). Leurs compositions sont lues graphiquement tandis que leurs quantités sont calculées à l'aide de la règle des leviers.

I-5-2-1-3. Diagramme de phases ternaire

Dans certains cas, on s'intéresse à l'alliage de trois éléments A-B-C. On peut dans ce cas-là utiliser un diagramme ternaire, il s'agit d'un diagramme isotherme (pour une température donnée) en forme de triangle, chaque point correspondant à une composition de l'alliage ternaire où $X_A + X_B + X_C = 100$ (avec $X = \text{wt.}\%$ ou $\text{at.}\%$).

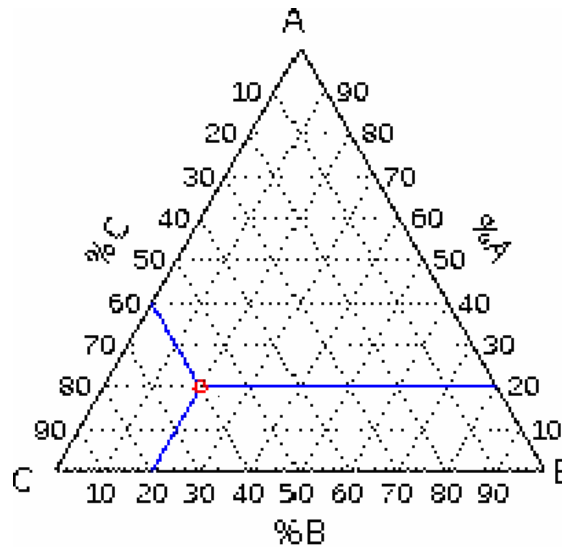


Figure I-8. Représentation géométrique d'un diagramme d'équilibre de phases ternaire

Soit un diagramme ternaire pour trois éléments (ou composés) A, B et C. Chaque sommet correspond à un élément pur. La composition correspondant à un point quelconque du diagramme se détermine comme suit : pour l'élément A On trace la parallèle au côté opposé au sommet A. On détermine l'intersection de cette droite avec le côté portant la mention %A et la valeur est celle indiquée par l'échelle de ce côté.

I-6. L'aluminium et ses alliages

I-6-1. Caractéristiques générales

L'utilisation de l'aluminium est en plein devenir grâce à ses nombreuses caractéristiques:

I-6-1-1. L'aluminium pur

L'aluminium représente environ 8% de la masse de la croûte terrestre, après l'oxygène (46,71%) et le silicium (27,69%), et devant le fer (5,05%).

L'aluminium pur fond à 659°C, sa masse volumique est de $2,7 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$ à 20°C. L'aluminium se trouve à l'état naturel sous différentes formes d'oxyde, comme les silicates d'aluminium qui sont le constituant de base des terres glaises.

La production au niveau industriel de l'aluminium commence à partir de la bauxite, dont le principal constituant est l'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{AlO}(\text{OH})$. C'est une roche rouge foncé dont la couleur rouge est due à sa teneur en fer contenu dans le minerai.

I-6-1-2. Légèreté

L'aluminium est léger et de plus présente des caractéristiques mécaniques très élevées. Il constitue de ce fait 80% du poids des avions actuels. Il est très utilisé aussi dans les transports terrestres rapides TGV et maritimes, et de plus en plus dans l'automobile. Bien que, en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de 2% de celles des aciers, ce métal (et les alliages qui en dérivent) arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques.

L'expérience montre que l'allègement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable.

I-6-1-3. Conductivité électrique et thermique

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus pour les lignes à haute tension.

À l'instar du cuivre, l'aluminium, en plus d'une bonne conductivité électrique procure également un fort pouvoir caloporteur ce qui explique par exemple sa présence dans les dispositifs de refroidissements [1].

I-6-1-4. Tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages ont en général une bonne tenue à la corrosion atmosphérique, en milieu marin, urbain, industriel allié à sa faible densité ($2,7 \text{ g}\times\text{cm}^{-3}$) [1]

I-6-1-5. Recyclage

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. La refusion de l'aluminium ne représente que 5% de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai. L'expérience montre que les déchets d'aluminium ont toujours une valeur marchande [7].

I-6-2. Les alliages de l'aluminium

I-6-2-1. Diversité des alliages d'aluminium

Les progrès permanents de la métallurgie de l'aluminium ont abouti à proposer une gamme étendue de nuances, bien adaptée aux utilisations envisagées. Tellement nombreux, les alliages d'aluminium sont regroupés conformément à une nomenclature.

Les principaux éléments additionnés à l'aluminium sont: Cu, Mg, Si et à un moindre degré: Mn, Ni, Cr, Zn, Fe [1]. Les alliages d'aluminium sont basés sur quelques systèmes seulement :

Al-Cu, Al-Mn, Al-Mg, Al-Si, Al-Zn.

Suivant les formes générales des caractéristiques mécaniques des alliages d'aluminium obtenues suite à des transformations mécaniques et/ou thermiques, on distingue pour les alliages d'aluminium de corroyage :

Les alliages à durcissement structural

Les alliages à durcissement structural (trempants (heat treatable))

Les alliages non susceptibles au durcissement structural (no trempants (non heat treatable))

Il existe 7 familles d'alliages d'aluminium appelées séries où le métal pur non allié constitue la série : 1000 et les autres séries dépendent de la nature de l'élément d'alliage principal. 2000 pour le cuivre (AlCu), 3000 pour le manganèse (AlMn), 4000 pour le silicium (AlSi), 5000 pour le magnésium (AlMg), 6000 pour le magnésium et le silicium (AlMgSi) et 7000 pour le zinc (AlZnMg) [1].

Alliages non susceptibles au durcissements structural ou non trempants (non heat-treatable alloys) :

Série 1000 Aluminium pur (minimum 99,00 Al)

Série 3000 Aluminium-Manganèse (AlMn)

Série 4000 Aluminium-Silicium (AlSi)

Série 5000 Aluminium-Magnésium (AlMg)

Alliages à durcissements structural ou trempants (heat-treatable alloys) :

Série 2000 Aluminium-Cuivre (AlCu)

Série 6000 Aluminium-Magnésium-Silicium (AlMgSi)

Série 7000 Aluminium-Zinc-Magnésium (AlZnMg)

Suite à des traitements thermiques de mise en solution, de trempe ou de revenu, des précipités de composés intermétalliques précipitent à l'intérieur des grains ou aux joints de grains [1]. Les éléments d'alliages existent sous deux formes dans l'aluminium en solution solide ou sous forme de précipités intermétalliques.

Le durcissement par précipitation ou par vieillissement fait suite à un double traitement thermique, trempe plus revenu ou vieillissement Il se produit par la mise en solution puis le refroidissement

rapide d'un alliage dans lequel une deuxième phase est en solution solide à une température élevée mais précipite par refroidissement rapide et vieillissement à une température basse. La deuxième phase doit être soluble à une température élevée et présente une diminution de solubilité par diminution de la température. Les alliages à durcissement structural sont ceux de la série (Tab. I-2) [8].

Série	Composition	Précipités
2000	Al-Cu	Al ₂ Cu
	Al-Cu-Mg	Al ₂ CuMg
6000	Al-Mg-Si	Mg ₂ Si
7000	Al-Zn-Mg	MgZn ₂
	Al-Zn-Mg-Cu	Mg ₃ Zn ₅ Al ₂

Tableau. I-2. Alliages à durcissement structural et leurs précipités intermétalliques.

I-6-2-2. Caractéristiques générales des alliages d'aluminium

D'une famille d'alliages d'aluminium à une autre, les propriétés caractéristiques générales sont très variables.

Les alliages de la série 1000 sont principalement utilisés pour leur capacité à être déformés à froid. Ils sont largement utilisés pour les produits de la vie quotidienne tels que les emballages sous leurs formes diverses. Les alliages de haute pureté (99.99%) sont utilisés dans les domaines de l'électronique et de l'optique.

Enfin, en tant que métal pur, l'aluminium est très malléable et ductile. L'addition d'autres éléments d'alliage peut augmenter considérablement sa résistance à la traction, mais modifie bien d'autres propriétés. Ainsi, un large éventail d'alliages à base d'aluminium a été développé.

Les alliages de la famille 5000 (AlMg) sont soudables résistants à la corrosion tandis que ceux de la famille 2000 (AlCu) ont des caractéristiques mécaniques plus élevées, mais sans possibilité de soudage par les procédés classiques, et avec une sensibilité marquée à la corrosion atmosphérique [9].

Les alliages de la série 3000 (AlMn) (composant du radiateur de chauffage automobile) se caractérisent par [10] : une résistance mécanique faible mais qui peut être augmentée par écrouissage, ou addition de magnésium, une bonne aptitude à la mise en forme, au soudage et au brasage, une excellente résistance à la corrosion dans des conditions normales d'utilisation.

Les alliages de la série 7000 (AlZnMg) sont des alliages à durcissement structural et présentent donc de très bonnes propriétés mécaniques.

Ceux de la série 6000 (AlMgSi) ont de très bonnes capacités de formage, ainsi qu'une bonne résistance à la corrosion : ils sont donc plutôt utilisés pour la conception de conducteur électrique tels que les câbles des lignes à haute et moyenne tension.

I-6-2-3. Alliages Al-Cu

La plupart des alliages d'aluminium utilisés dans les structures aéronautiques sont des alliages à durcissement structural, comme ceux de la série 2xxx. Les caractéristiques mécaniques des alliages de la série 2000 sont accrues en raison de la fine précipitation d'une seconde phase. Ce type d'alliage est donc constitué d'une matrice, qui correspond à une solution solide de cuivre dans l'aluminium.

La morphologie de la précipitation ainsi que les proportions respectives des différentes phases susceptibles d'être observées varient selon le mode de refroidissement de l'alliage. Dans le cas d'un refroidissement lent, les précipités de phase θ -CuAl₂ sont espacés. Dans le cas d'un refroidissement rapide, ils sont fins et très rapprochés [11].

Ainsi, les microstructures obtenues à température ambiante dans un alliage Al- 4 wt.% Cu par refroidissement lent à partir de 550°C (a) ou par refroidissement rapide à partir de 550°C (b) [11] varient de manière considérable comme le montre la figure I-9.

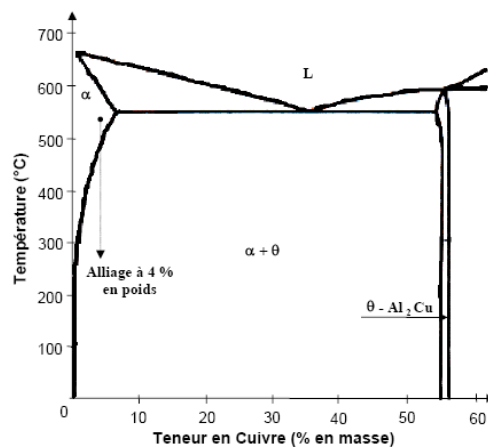


Figure I-9. Microstructure d'un alliage Al-4 wt.% Cu.

La séquence de précipitation des alliages binaires Al-Cu suit généralement le schéma suivant :

Solution solide sursaturée $\alpha \rightarrow$ Zones Guinier Preston \rightarrow Phase $\theta'' \rightarrow$ Phase $\theta' \rightarrow$ Phase θ

A partir de la solution solide sursaturée α dans laquelle les atomes de cuivre sont en substitution et répartis au hasard [11], des zones de Guinier-Preston (GP) germent sous forme de disques. Les faces des disques (diamètre environ 10 nm) sont parfaitement cohérentes avec la matrice. Les côtés de ces disques (épaisseur environ 1 nm) sont aussi cohérents mais présentent une forte déformation [11].

Une nouvelle étape est atteinte lorsque certaines zones GP croissent pour former les précipités θ'' . Parallèlement à cela, d'autres zones GP se dissolvent et le cuivre ainsi libéré est incorporé par diffusion aux précipités θ'' qui grossissent [11]. La phase θ'' se présente aussi sous forme de disques dont les faces sont cohérentes avec la matrice (diamètre environ 100 nm, épaisseur environ 10 nm). Les côtés des disques le sont aussi mais l'écart paramétrique entre la phase θ'' et la matrice est tel que cette évolution métallique génère des contraintes élastiques de cohérence.

Par la suite, des précipités θ' germent sur les dislocations de la matrice. Les précipités θ'' se dissolvent alors et le cuivre libéré est incorporé à la phase θ' qui grossit [11]. Les faces des disques sont cohérentes avec la matrice mais les côtés de ces disques ne le sont plus (diamètre environ 1 μm).

La phase d'équilibre correspond aux précipités $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ qui germent aux joints de grains et aux interfaces $\theta'/\text{matrice}$ [11]. Les précipités θ' se dissolvent et le cuivre est transféré vers la phase θ qui précipite. La phase $\theta\text{-CuAl}_2$ est complètement incohérente avec la matrice. Ces précipités ne croissent plus sous forme de disques, mais sous forme de globules.

Le durcissement des alliages de la série 2000 et l'amélioration de leurs propriétés mécaniques sont essentiellement dus à la précipitation des zones GP ou des phases θ'' et θ' . En effet, le durcissement de l'alliage dépend de la taille, de la morphologie et de la distribution des précipités, ces différents paramètres influençant l'interaction précipités / dislocations. De la même façon, la taille, la distribution, mais surtout la composition chimique de ces précipités durcissants influencent nettement les mécanismes de corrosion intergranulaire.

I-6-2-4. Alliages Al-Zn

Les alliages d'aluminium-zinc constituent une partie importante des alliages usinés et sont aussi utilisés comme couche anti-corrosion sur les tôles d'acier. Ils sont aussi intéressants d'un point de vue fondamental puisque le zinc, élément hexagonal compact (HCP), peut être additionné à l'aluminium (CFC) jusqu'à un taux élevé de 94 wt.% en conservant la structure cubique face centrée de ce dernier.

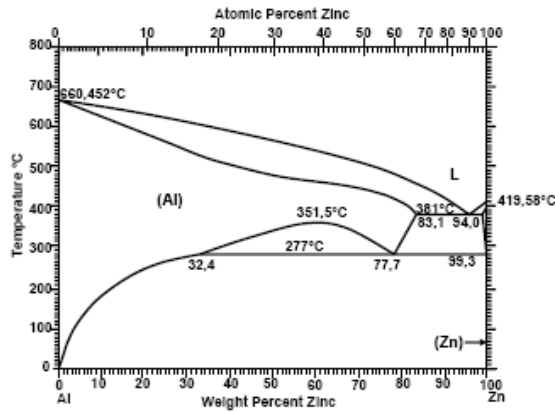


Figure I-10. Diagramme de phase Al-Zn [12].

Le diagramme de phase Al-Zn (figure I-10) présente deux particularités :

- un vaste domaine de solution solide α (cfc), s'étendant jusqu'à 84 wt.% de zinc à 382°C,
- un domaine d'immiscibilité entre deux phases α contenant des pourcentages différents en zinc.

La solubilité du Zn dans la phase α -Al est très importante à haute température et diminue rapidement avec la chute de température.

I-6-2-5. Alliages Al-Cu-Zn

La solubilité maximale du Cu dans l'Al (α) est jusqu'à 5,5% en masse en l'absence du Zn, et celle du Zn est jusqu'à 83,1% en masse en l'absence du Cu.

En équilibre avec la phase θ , la solubilité du Cu dans l'Al augmente avec l'addition du Zn, tandis qu'elle diminue avec l'augmentation de celui-ci dans le domaine biphasé (α Al) + τ .

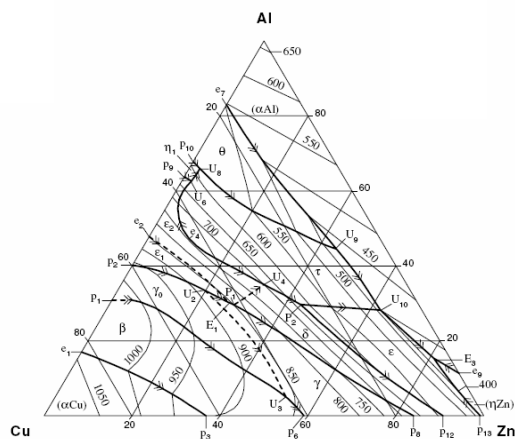


Figure I-11. Limites de solubilité du Cu et du Zn dans l'Al.

Les limites de solubilité du Cu et du Zn dans l'Al sont illustrées dans la figure I-11 [13, 14]. Selon l'intervalle de composition montrée dans la figure I-16, lieu de limite du domaine triphasé $(Al\alpha) + \theta + \tau$ est également montré. La limite du domaine triphasé $(Al\alpha) + \tau + (\eta Zn)$ est donné [15].

Le comportement des phases binaires et ternaires γ a été étudié la diffraction de rayons X [16, 17], les solubilités solides de l'Al dans le Cu_5Zn_8 à 20 et 350°C sont respectivement d'environ 3,5wt.% et 7,0 wt.% d'Al, [18]. Aux mêmes températures, les phases γ_1 du système binaire d'Al-Cu dissolvent environ 30 wt.% de Zn [18]. Avec l'addition d'Al dans le Cu_5Zn_8 , le paramètre cristallin se voit en diminution continue [19, 13 et 20].

La phase θ du système binaire Al-Cu peut dissoudre jusqu'à 2 à 3 wt.% de Zn avec un léger changement des propriétés et du paramètre cristallin [20].

La phase ternaire τ , au-dessous de 250°C a deux gammes séparées d'homogénéité τ et τ' [21] en raison du maximum du domaine triphasé $\tau + \varepsilon + \eta_1$ [22, 13].

Les formules possibles des phases τ et τ' peuvent être représentées respectivement comme $Cu_5Zn_2Al_3$ et Cu_3ZnAl_4 . La phase τ est formée à température d'environ 740°C. La phase ternaire τ' apparaît entre 600 et 550°C.

A 550°C, la phase τ a un large intervalle d'homogénéité. A 200°C, l'homogénéité est relativement étroite a l'entourage de 13 wt.% d'Al, de 56 wt.% de Cu et de 31 wt.% de Zn. La phase τ' a également une gamme étroite d'homogénéité avoisinant les 32 wt.% d'Al, de 56 wt.% de Cu et de 12 wt.% de Zn.

I-7. Conclusion

L'aluminium et ses alliages sont employés intensivement dans les applications exigeant des matériaux dont les caractéristiques générales sont en relation avec le poids, la résistance à la corrosion aux conditions atmosphériques, et la bonne conductivité électrique et thermique. Pour des applications d'industrie de transformation, les alliages d'aluminium travaillés les plus employés couramment sont de la série 1XXX, 3XXX, 4XXX, 5XXX, et 6XXX.

Les alliages d'aluminium utilisés dans applications structurales en aéronautiques sont alliages structuraux en aluminium couverts de couche mince (revêtement) d'aluminium pur. Les industries automotrices telles que aéronautiques et automobiles représentent le marché principal pour l'aluminium et ses alliages, suivies des industries agricoles et domestiques.

I-8. Références bibliographiques

- [1] C. Vargel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod Paris (1979).
- [2] M. Draïssia, thèse de doctorat en sciences, université Badji-Mokhar à annaba (Algérie).
- [3] Li-Piin, Maria E. NADAL, Mary E. MCKNIGHT, Egon MARX, Brent LAURENTI, Journal of coatings technology, vol. 74,n° 932 (2002), p. 55.
- [4] N.G. Semaltianos, Appl. Surf. Sc., 183 (2001) p. 223.
- [5] DEHI LEROUX J. « Influence du facteur de température lors du brasage des alliages dentaires nickel-chrome », (1988).
- [6]MURRY G. « Aide mémoire métallurgie, métaux, alliage, propriétés », (2004).
- [7] J-P. Baïlon, J-M. Dorlot. Des matériaux, troisième édition, Montréal : Ecole Polytechnique de Montréal, , (2000), p 480.
- [8] D. Adenis, "Précipitation dans les alliages légers industriels", Revue de l'Aluminium 373, Avril, (1969), p. 431.
- [9] J. E. Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, Ohio: Metals Park, (1984). p 319.
- [10] R. Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol. M440, (1992), p. 2.
- [11] MF.ASHBY and DRH.JONES, Matériaux, 2 Microstructure et mise en œuvre, DUNOD, (1991), p. 94
- [12] T.B. Massalski, editor. Binary Alloy Phase Diagram. ASM, (1986).
- [13] Köster, W., Moeller, K., "The Constitution and the Volume Changes of Zn-Cu-Al Alloys. II. The Relation of CuAl with the Ternary Phase" (in German), Z. Metallkd., 33, (Equi. Diagram, Experimental, #, 3), (1941), p 284.
- [14] Arndt, H.H., Moeller, K., "The Ternary Phase of the Cu-Al-Zn System. II. The T-Phase Field above 500°C" (in German), Z. Metallkd., 51, (Equi. Diagram, Experimental, #, 13), (1960), p 656.
- [15] Philips, H.W.L., "Al-Cu-Zn" in "Equilibrium Diagrams of Aluminium Alloy Systems" Aluminium Development Association, (Equi. Diagram, Review, #, *, 1), (1961), p 74.
- [16] Kandaurov, N.E., Beginov, T.B., Presnyakov, A.A., Melikhov, V.D., Ashirimbetov, Zh. A., "Structure of Alloys in the -Region of the Cu-Al-Zn System at Room Temperature" (in Russian), Prikl. Teor. Fiz., 3, (Experimental, 6), (1972), p 269.
- [17] Kuznetsov, G.M., Krivosheeva, G.B., Shaina, M.V., "Study of Alloys of the Al-Mg-Zn-Cu System" (in russian) Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved., Tsvetn. Metall., (5), (Equi. Diagram, 8), (1988), p 88.

- [18] Ashirimbetov, Zh. A., Kandaurov, N.E., Kalina, M.M., Melikhov, V.D., Presnyakov, A.A., "Structure and Properties of Solid Solutions of the α -Region of the Cu-Al-Zn System" (in Russian), *Prikl. Teor. Fiz.*, 5, (Experimental), (1973), p 210.
- [19] Bradley, A.J., Gregory, C.H., "The Structure of Some Ternary Alloys of Copper, Zinc and Aluminium", *Mem. Proc. Manchester Lit. Phil. Soc.*, 72, (Crys. Structure, Experimental, 7), (1928), p 91.
- [20] Köster, W., "The Constitution and the Volume Changes of Zn-Cu-Al Alloys. III. Summary of the Equilibrium Relationships in the System Cu-Al-Zn" (in German), *Z. Metallkd.*, 33, (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 12), (1941), p 289.
- [21] Arndt, H.H., Moeller, K., "The Ternary Phase of the Cu-Al-Zn System. I. The Decomposition of the T-Phase at 200-300°C" (in German), *Z. Metallkd.*, 51, (Equi. Diagram, Experimental, #, 9), (1960), p 596.
- [22] Köster, W., Moeller, K., "The Constitution and the Volume Changes of Zn-Cu-Al Alloys. I. The Partitioning of the Concentration Plane at 350°C" (in German), *Z. Metallkd.*, 33, (Equi. Diagram, Experimental, #, *, 18), (1941), p 278.

II-1. Introduction

Le chauffage par induction est un procédé permettant de chauffer des matériaux conducteurs par l'application d'un champ électromagnétique variable. D'une façon générale, les opérations de chauffage et de refroidissement sont faites dans le but de changer les caractéristiques microstructurales et mécaniques d'un matériau solide. Pour les alliages d'aluminium, les opérations d'élaboration et de traitement visent à améliorer les caractéristiques générales de ces alliages.

Les traitements thermiques sont généralement liés à des transformations de phase dans l'état solide.

Dans ce chapitre nous décrivons le processus d'élaboration par fusion HF et les étapes métallographiques nécessaires pour les différents modes de caractérisation des échantillons obtenus par fusion HF.

II-2. Le chauffage par induction électromagnétique

II-2-1. Description du procédé de chauffage par induction

Le chauffage par induction électromagnétique est un procédé permettant de chauffer des matériaux conducteurs par l'application d'un champ électromagnétique variable. Ce dernier est généré par un inducteur qui est placé autour de la pièce et dans lequel on fait circuler un courant alternatif.

Considérons le cas d'un inducteur constitué de spires circulaires horizontales chauffant une pièce cylindrique placée verticalement (Fig. II-1).

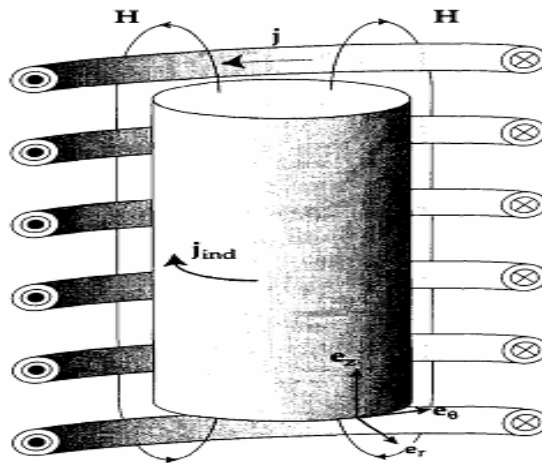


Figure II-1. Chauffage par induction électromagnétique d'une pièce métallique cylindrique.

II-2-2. Principe de base

Le principe de base du chauffage par induction consiste à appliquer une tension alternative à un inducteur à l'intérieur duquel on place la pièce à chauffer.

Le champ magnétique généré par le courant circulant dans les spires génère des courants induits. Le champ pénétrant dans la pièce est orienté principalement selon l'axe d'induction électromagnétique vertical et génère des courants induits horizontaux. Les variations de flux magnétique induisent dans la pièce des courants de Foucault qui présentent des lignes de force fermées autour des spires provoquant un échauffement par effet Joule.

II-2-3. Utilisation du chauffage par induction

Comme les matériaux métalliques sont en général de bons conducteurs électriques, le chauffage par induction est utilisé pour de nombreuses applications en métallurgie. On citera les procédés de soudage, brasage, refusion de zone et forgeage à chaud. Le chauffage par induction est également intéressant pour le traitement thermique car, comparé à des méthodes classiques en four, il présente les avantages d'offrir un haut rendement, de permettre des cadences de production élevées, tout en étant propre, silencieux et automatisable.

II-3 Elaboration des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn par fusion HF

II-3-1. Généralités sur l'induction HF

II-3-1-1. Principe de base

Le principe du chauffage par induction électromagnétique est basé sur deux phénomènes physiques :

1. L'induction électromagnétique
2. L'effet joule

L'induction électromagnétique est le vecteur de transfert de chaleur depuis la source vers l'objet à chauffer.

Le transfert de l'énergie vers l'objet à chauffer est créé par induction électromagnétique. Quand une boucle d'un matériau conducteur (voir figure II-2) est placée dans un champ magnétique, on voit apparaître aux bords de la boucle une tension induite.

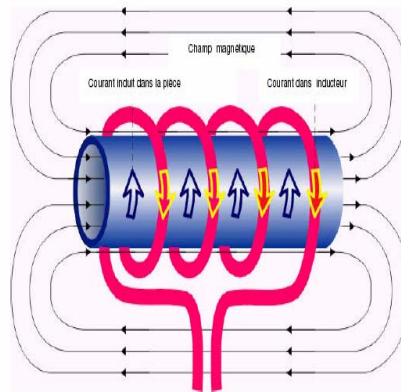


Figure II-2. Schéma de fonctionnement d'un inducteur.

II-3-1-2. Fonctionnement d'un générateur HF

Le générateur HF génère un champ magnétique autour de la pièce à chauffer en faisant passer un courant alternatif à travers l'inducteur. La puissance de sortie du générateur détermine la vitesse relative à laquelle la pièce peut être chauffée. L'alimentation est assurée par un convertisseur de fréquence permettant de faire varier la fréquence d'alimentation du circuit [1-4].

Pour la plupart des applications, l'inducteur est un tube en cuivre creux se présentant comme un enroulement venant couvrir l'objet à chauffer (Fig. II-3). Toutefois, l'inducteur peut être placé de différentes façons selon l'application. Comme l'inducteur est le plus souvent en cuivre, afin de limiter les pertes électriques, il est refroidi par eau dans la plupart des cas.



Figure II-3. Inducteur de tube en cuivre.

II-3-2. Etapes d'élaboration des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn par fusion HF

II-3-2-1. Préparation des cibles

II-3-2-1-1. Matériaux étudiés

Notre travail consiste à étudier les propriétés microstructurales et mécaniques caractéristiques de deux systèmes d'alliages à base d'aluminium, l'un binaire Al-Zn de type Al(riche)-Xwt.%Zn et l'autre ternaire Al-Cu-Zn de type Al(riche)-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn élaborés par fusion à induction magnétique haute fréquence (HF).

Des caractéristiques physiques générales de l'aluminium et ses éléments d'alliages le cuivre et le zinc choisis dans notre étude sont donnés dans le tableau II-1.

Elément	Al	Cu	Zn
Masse atomique	27	63,5	65,4
Densité (20 - 25°C) (g.cm ⁻³)	2,70	8,96	7,14

Tableau II-1. Caractéristiques physiques d'Al, Cu et Zn.

Quelques échantillons d'alliages binaires Al(riche)-Zn et ternaires Al(riche)-Cu-Zn ont été choisis, de masse globale 5 grammes et de composition nominale, Al-0 à 50wt.%Zn et Al-0 à 25wt.%Cu-25wt.%Zn (Tab. II-2, II-3).

L'aluminium est pris comme matériau de base (solvant) et le zinc est le matériau d'addition (soluté) avec les proportions $X = 0, 4, 16, 40$ et 50 en zinc dans les alliages binaires Al-Xwt.%Zn, le cuivre et le zinc sont les matériaux d'addition avec les mêmes proportions $X = 0, 2, 8, 20$ et 25 en zinc et en cuivre dans les alliages ternaires Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn.

L'aluminium pur, élaboré dans les mêmes conditions par fusion à induction magnétique (HF) où il est pris dans notre étude des propriétés de microstructure cristalline et de microdureté mécanique comme matériau standard pour les matériaux d'alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn.

Les proportions nominales en pourcentages atomiques des éléments d'addition, %at. X_B , dans les alliages binaires A-B, déduites des pourcentages en masse, %wt. X_B , par la relation 1 :

$$\%at.X_B = \%wt.X_B \times 100 / \{ \%wt.X_B + \sum [(100 - \%wt.X_B) \times (A_B / A_A)] \} \quad (1)$$

où A_A et A_B sont les masses atomiques des éléments A et B, respectivement.

La densité de l'alliage à l'état solide peut être donnée par l'équation 2 ;

$$\rho_{A-B} (\text{g} \times \text{cm}^{-3}) = [\rho_A \times (100 - \%wt.X_B) + \rho_B \times (\%wt.X_B)] / 100 \quad (2)$$

où ρ_A and ρ_B sont les densités des éléments A et B, respectivement. :

Les compositions en pourcentages atomiques ainsi que les densités données dans le tableau II-2 pour les alliages binaires Al-Zn et le tableau II-3 pour les alliages ternaires Al-Cu-Zn sont des valeurs approximatives.

Echantillon		1	2	3	4	5
Masse Al (g)		5,000	4,800	4,200	3,000	2,500
Composition Al	wt.%	100	96	84	60	50
	at.%	100	96	92	78	71
Masse Zn (g)		0,000	0,200	0,800	2,000	2,500
Composition Zn	wt.%	0	4	16	40	50
	at.%	0	2	8	22	30
Densité (g.cm ⁻³)		2,70	2,88	3,41	4.48	4.92

Tableau II-2. Masses, compositions chimiques nominales et densités correspondantes des échantillons d'alliages binaires Al-Zn.

Echantillon		1	2	3	4	5
Masse Al (g)		5,000	4,800	4,200	3,000	2,500
Composition Al	wt.%	100	96	84	60	50
	at.%	100	98	92.	78	70
Masse Cu (g)		0,000	0,100	0,400	1,000	1,250
Composition Cu	wt.%	0	2	8	20	25
	at.%	0	1	4	11	15
Masse Zn (g)		0,000	0,100	0,400	1,000	1,250
Composition Zn	wt.%	0	2	8	20	25
	at.%	0	1	4	11	15
Densité (g.cm ⁻³)		2.70	2,914	3,556	4,84	5,375

Tableau II-3. Masses, compositions chimiques nominales et densités correspondantes des échantillons d'alliages ternaires Al-Cu-Zn.

II-3-2-1-2. La pesée des poudres

Les matériaux de base utilisés dans l'élaboration Al-Zn et Al-Cu-Zn à étudier, sont des poudres très fines d'aluminium et de zinc et de cuivre de très grandes puretés (pureté de laboratoire de l'ordre de 99,99%).

Nous avons utilisé pour les pesées des poudres une balance électronique (milli balance, KERN EW/EG-N), de grande sensibilité (1 millième de gramme). Les poids de poudres sont choisis pour obtenir un mélange final de masse globale de 5 gramme d'un alliage binaire Al-Zn et ternaire Al-Cu-Zn de compositions nominales bien définies.

II-3-2-1-3. Compactage de poudres

Les cibles des alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn à utiliser pour l'élaboration ont été confectionnées par compactage sous forte pression mécanique à froid en forme de pastilles cylindriques. A cet effet, le mélange homogène de poudres (Al + Zn ou Al + Cu + Zn) est déversé dans une matrice cylindrique creuse en acier traité, pour subir une compression mécanique de l'ordre de 640 MPa, puis éjecté sous forme d'une pastille cylindrique de diamètre 16 mm et d'hauteur 4 mm (Fig. II-4).

Les pastilles ainsi obtenues ont une bonne résistance mécanique ce qui permet de les manipuler sans risque de s'effriter dans les différentes étapes d'élaboration par fusion à induction (HF).



Figure II-4. Pastille d'un mélange homogène compactée de poudres à base d'aluminium.

II-3-3-1. Description de l'élaboration par fusion HF

L'élaboration des alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn est réalisée par le procédé à chauffage par induction électromagnétique à haute fréquence (HF). L'installation à induction HF peut être compacte et réaliser un chauffage rapide à des températures très élevées sans fumée grâce à la haute densité de puissance. Elle peut être utilisée dans un environnement sain dans des conditions de travail sans risques majeures.

Après le compactage des mélanges homogènes des poudres fines d'aluminium comme élément de base avec le cuivre et/ou le zinc comme éléments d'addition, les pastilles d'alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn obtenues vont subir une opération de fusion-solidification par générateur haute fréquence (HF) (High therm linn) (Fig. II-5) dans laboratoire de recherche LM2S (Laboratoire de Magnétisme et Spectroscopie des Solides) du département de physique.

La pastille d'alliage bien compactée est placée dans un creuset en alumine, bien propre pour éviter toute contamination métallique, de dimensions 16 mm de diamètre et 3cm de taille.

L'ensemble creuset-pastille est inséré au fond d'un tube en quartz vertical de diamètre intérieur 22 mm relié à une pompe à palettes de pression 10^{-3} torr par un tube en caoutchouc hermétique comme montré dans la figure II-6. Donc, une pureté extrême peut être obtenue en travaillant sous vide ou dans des atmosphères inertes.

Le tube en quartz est fixé verticalement de telle sorte que la partie basse, où se trouve le creuset contenant la pastille du matériau à fusionner, se trouve normalement à l'intérieur du flux des inductions électromagnétiques à l'intérieur des trois spires circulaires et colloïdales de l'inducteur HF.

Une régulation précise de la température de chauffage peut être obtenue grâce à la puissance d'induction générée par le courant électrique. L'induction qui peut être appliquée de façon très locale, permet d'obtenir des températures de chauffe très élevées.

Les spires à induction magnétique à haute fréquence (HF) sont refroidies par circulation d'eau à circuit fermé.

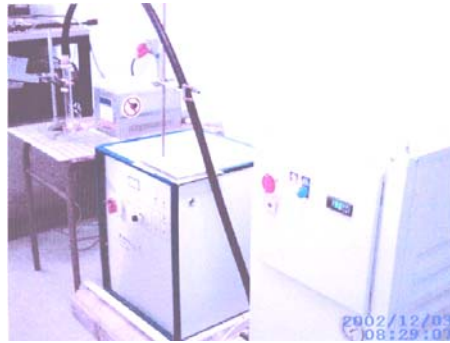


Figure II-5. Ensemble du procédé de fusion par induction HF.

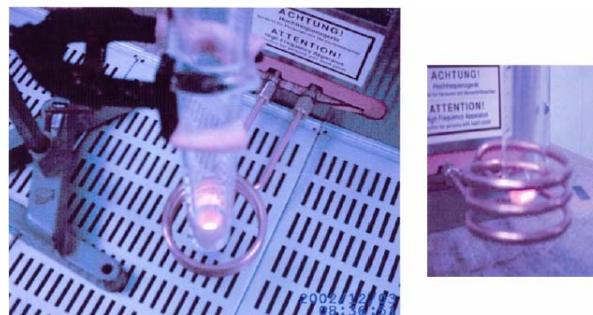


Figure II-6. Alliage Al-Zn en fusion.

II-3-3-2. Etapes d'élaboration

Pour l'élaboration des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn, le processus de fusion-solidification doit suivre un cycle d'opérations successives.

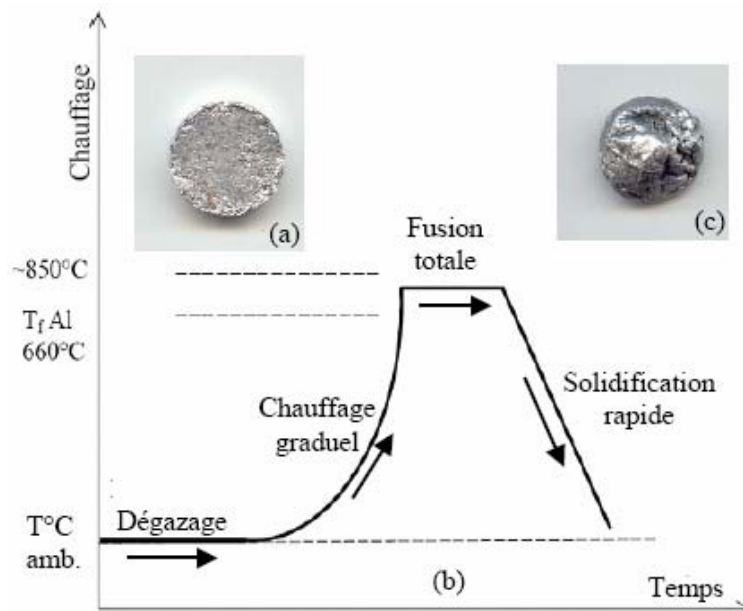


Figure II-7. Cycles thermiques de la fusion-solidification HF (b), pastille et échantillon (a et c).

La figure II-7 montre les différentes étapes de l'opération d'élaboration fusion-solidification des alliages Al-Zn où les cycles thermiques successifs sont présentés

Les 4 cycles thermiques :

Une première étape de pompage continu à froid durant environ 2 minutes, étape de dégazage et chasse de l'air, permet de dégazer l'ensemble creuset-pastille et intérieur du tube de chauffage en quartz pour éviter le maximum possible l'oxydation à chaud des constituants du matériaux. Ce-ci permettra de fusionner et solidifier le matériau dans un vide primaire.

Une deuxième étape de chauffage graduel sous vide. Avec un pompage toujours continu, la température de chauffage par induction électromagnétique est augmentée graduellement en augmentant le courant électrique dissipé en chaleur par effet joule à l'intérieur des spires jusqu'à fusion totale de la pastille. La puissance de chauffe peut être augmentée en augmentant l'intensité du flux magnétique. La température devait atteindre une température juste un peu supérieure à la température de fusion de l'aluminium (660°C) qui est l'élément de base sans trop la dépasser pour éviter de l'évaporer. Cette température est estimée aux alentours de 850°C environ [5], Cette température est très utilisée dans les chauffages de traitements d'homogénéisation des alliages à base d'aluminium (Al(rich)-addition) tel que Al-Ti [4].

Une troisième étape très courte de fusion totale de la pastille à vue d'œil, 2 à 3 secondes. Le courant généré est coupé brusquement après fusion totale de la pastille de l'alliage, ce qui permettra de refroidir rapidement à température ambiante le matériau fusionné.

Une quatrième étape de refroidissement rapide de l'échantillon. Après fusion totale de la pastille, l'échantillon est refroidit rapidement à la température ambiante où il a pris une forme sphérique (Fig.II-8). Les pertes de masse mesurées des échantillons d'alliages massifs à base d'aluminium ainsi élaborés sont inférieures à 3% de la masse des pastilles.



Figure II-8. Echantillon d'alliage à base d'aluminium élaboré par fusion HF.

II-4. Préparations des échantillons pour les caractérisations

II-4-1. Le traitement thermique

Toutefois, les traitements thermiques n'ont pas comme seul but d'agir sur le niveau de résistance mécanique, ils sont susceptibles d'influencer un grand nombre d'autres propriétés parfois très importantes pour les utilisateurs telles que l'aptitude à la transformation à chaud ou à froid, la résistance à la corrosion, à la fatigue, au fluage, l'aptitude à l'oxydation anodique, la conductivité électrique, la stabilité dimensionnelle, etc.

Dans le but d'améliorer les caractéristiques mécaniques des matériaux, soit l'homogénéisation des compositions et la stabilisation des microstructures des alliages, un traitement thermique a été appliqué à nos échantillons.

Les conditions du traitement thermique ont été choisies afin d'obtenir tout d'abord un bon compromis résistance mécanique/ductilité et puis stabilité des phases. Parmi les traitements thermiques, seul le traitement à 500°C pour un heure est susceptible de favoriser une assez bonne stabilité microstructurale pour des longues durées d'utilisation de ces matériaux à des températures inférieures à 500°C.

Nous avons utilisé un four pour le traitement thermique dans laboratoire de recherche LM2S, les échantillons ont subi des traitements sous vide à 500°C durant un heure, plus un refroidissement rapide à la température ambiante.

II-4-2. Procédures métallographiques

II-4-2-1. Description des méthodes métallographiques

Les échantillons d'alliages à base d'aluminium, binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn, qui ont été élaborés sous vide par solidification rapide après fusion par induction électromagnétique HF doivent subir des opérations métallographiques de préparation, qu'ils soient à l'état brut ou après traitements thermiques [6,7]. Ces opérations métallographiques sont nécessaires pour les différentes méthodes de caractérisations microstructurales et mécaniques tels que ;

- 1- les analyses de microstructures cristallines par la technique de diffraction des rayons X (DRX),
- 2- les observations de texture de surfaces par microscopie optique.
- 3- les tests de microdureté par microindentation Vickers.
- 4- L'étude calorimétrique tel que la DSC

Les échantillons doivent subir un série d'opérations métallographiques minimum nécessaires tels que :

- 1- la découpe mécanique par microtrancheuse électrique (disques de tronçonnage)
- 2- le polissage mécanique ou manuel des surfaces (disques diamantés ou papiers abrasifs)
- 3- les attaques chimiques par réactifs appropriés
- 4- des traitements thermiques d'homogénéisation (si besoin)
- 5- et l'enrobage à chaud ou à froid dans les résines

II-4-2-2. Découpe des échantillons

L'opération de découpe des échantillons de matériaux métalliques est une très importante en vue des différents essais métallographiques.

Lors de l'étape de découpe, il est très important de veiller à ne pas modifier la structure du matériau à examiner. Pour cela on utilise le plus souvent dans nos opérations de découpe une microtrancheuse électrique à disque diamanté. Les disques diamantés de découpe bien appropriés donnent une qualité de surface permettant de diminuer les durées des opérations de traitements ultérieurs.

Nous avons découpé, à l'état brut, les échantillons sphériques d'alliages à base d'aluminium deux demi-sphères identiques, une partie pour faire le traitement thermique et l'autre pour conserver comme échantillon à l'état brut.

II-4-2-3. Polissage mécanique

Les préparations en laboratoire des échantillons d'alliages pour les différentes caractérisations de surface nécessitent un polissage mécanique bien précis. Celui-ci a consisté en une série consécutive de polissage au papier abrasif de granulométrie de plus en plus fine (120 jusqu'à 4000) suivi à chaque fois d'un nettoyage de surface à l'eau (distillée) à la fin de chaque étape de polissage pour enlever les plus grosses particules qui pourraient griffer la surface.

II-4-2-4. Traitement chimique

Dans certains cas les échantillons peuvent être examinés sans attaque chimique. La micrographie révélée après polissage, certains constituants colorés naturellement et les différences de pouvoir réflecteur et d'orientation cristallographique permettent souvent un premier examen.

Les échantillons sont soigneusement débarrassés des dernières traces d'abrasif par lavage à l'eau, un séchage à l'air comprimé ou avec un chiffon doux, puis nous avons attaqué chimiquement

les surfaces bien polies des échantillons d'alliages à base d'aluminium par le réactif dont la composition est la suivante:

Eau distillée	90 ml
Acide fluorhydrique (HF)	05 ml
Acide nitrique (HNO ₃)	05 ml

La durée de l'attaque varie entre 5 et 15 secondes pour notre type matériaux d'alliages à base d'aluminium.

II-4-2-5. Enrobage dans la résine

L'enrobage dans la résine de l'échantillon d'alliage à chaud ou à froid facilite les différentes manipulations pour une rapidité d'exécution et permet de limiter les effets de bords de surface utile pendant l'étape de polissage.

On a utilisé une résine qui polymérise très rapidement, résistante aux principales attaques chimiques.

II-4-3. Photos des alliages suivant les opérations de préparation

La figure II-9 montre les photos d'échantillons d'alliages à base d'aluminium.

Avant élaboration, (a) la pastille après le compactage du mélange homogène des poudres des éléments d'alliages.

Après élaboration, (b et c) échantillon HF à l'état brut où (c) après découpe, (d) échantillon enrobé à la résine après les différentes opérations métallographiques qu'il soit à l'état brut ou traité [2,7].

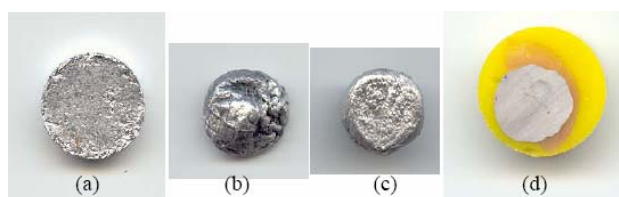


Figure II-9. Echantillons d'alliages à base d'aluminium HF, (a) pastille, (b) échantillon brut, (c) demi-sphère d'échantillon et (d) après enrobage.

II-5. Conclusion

Les techniques de fusion par induction magnétique à haute fréquence HF permettent de faire fondre la matière métallique dans un réacteur refroidi par circulation d'eau sous pression sans contact avec la source d'énergie.

Un ensemble d'échantillons d'alliages binaires Al-X wt. % Zn (X = 4, 16, 40, 50) et ternaires Al-X wt. % Cu- X wt. % Zn (X = 2, 8, 20, 25) ont été élaborés sous vide continu par induction magnétique HF à partir de cibles composites Al-Zn et Al-Zn-Cu. Les cibles de 5 g environ se composent d'un mélange homogène de poudres très fines de très grande pureté (99,99%) d'Al, Cu et Zn.

Les échantillons ainsi élaborés ont subi des opérations métallographiques de traitements mécaniques, chimiques et thermiques appropriées aux caractérisations d'analyse de microstructure, d'observation optique et de mesure de microdureté des alliages à l'état massif.

II-6. Références bibliographiques

- [1] N. Boukhris, S. Lallouche, M.Y. Debili and M. Draissia, The European Physical Journal Applied Physics Vol. 45(3) (2009), p. 30501.
- [2] A. Bourbia, M. Draissia, Congrès Français de Mécanique CFM'09, Marseille 24-28 août (2009) France.
- [3] A. Bourbia, M. Draissia, H. Bedboudi, S. Boulkhessaim and M.Y. Debili, Journal of X ray Science and Technology 18(2) (2010), p. 201.
- [4] M. Draissia, S. Boulkhessaim, H. Bedboudi, A. Bourbia and M.Y. Debili, PTM 2010 -6-11 June 2010, Avignon, France.
- [5] T. NOVOSELOVA, S. CELOTTO, R. MORGAN, P. FOX and W. O'NEIL, Journal of Alloys and Compounds 436 (2007), p. 69.
- [6] H. Bedboudi, A. Bourbia, M. Draissia, M.Y. Debili,, Congrès Internationale sur la Technologie des Poudres CITP2009 (Alger du 22 au 23 Novembre 2009).
- [7] H. Bedboudi, A. Bourbia, M. Draissia, S. Boulkhessaim, M.Y. Debili, Defect and Diffusion Forum Vols. 303-304 (2010) p. 39.

Etude des paramètres microstructuraux caractéristiques des alliages de fusion HF Al-Zn et Al-Cu-Zn

III-1. Introduction

L'utilisation des méthodes de rayons X par l'intermédiaire des techniques non destructives telles que la méthode de diffraction des rayons X, est largement conçue dans les caractérisations des matériaux. La DRX permet d'étudier les structures cristallines par identification des phases connues ou inconnues présentes dans les matériaux et ainsi déterminer leurs paramètres caractéristiques.

Dans ce chapitre, l'évolution microstructurale et les paramètres microstructuraux caractéristiques à l'état brut des alliages de fusion HF, binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn, ont été étudiés par analyse DRX et observations optiques. Des corrélations microstructurales faites avec le système de films minces d'alliages binaires Al-Cu sont données.

III-2. Les méthodes des rayons X

L'utilisation des méthodes de rayons X à travers des techniques non destructives est largement conçue dans les caractérisations par rayons X des matériaux. Pratiquement tous les domaines de la physique du solide ont recours à l'une ou l'autre des méthodes de caractérisation par rayons X telles que par des analyses chimiques, des identifications de structures cristallines, excitation optiques et autres.

La fluorescence X dispersion d'énergie (Energy-dispersive X-Ray fluorescence EDXRF) est une méthode d'analyse de composition élémentaire (concentrations massiques en éléments) d'un matériau [1,2].

La luminescence optique excitée par les rayons X (X-Ray excited optical luminescence XEOL) permet l'étude des propriétés électroniques et optiques des semi-conducteurs [3].

La méthode de diffraction des rayons X (DRX) (X-Ray diffraction XRD) [4,5] permet de déterminer les paramètres cristallins de maille d'une phase cristalline.

III-3. Diffraction des rayons X (DRX)

III-3-1. Utilisation de la DRX

La méthode de la diffraction des rayons X (DRX) est un outil très performant et universel pour identifier les phases cristallines et déterminer leurs paramètres microstructuraux, elle permet aussi de déterminer la nature et la quantité de phases secondaires.

III-3-2. Principe de la DRX

Le principe de base de la diffraction des rayons X (DRX) par un cristal, est illustré par la figure III-1, le faisceau de rayons X incidents d'un angle θ sur la surface plane de l'échantillon irradié, (F.I.) le faisceau de rayons X diffractés d'un angle θ par le réseau cristallin et d_{hkl} est la distance réticulaire, soit la distance consécutive entre 2 plans d'atomes du réseau cristallin. L'angle entre le faisceau incident et le faisceau diffracté est donc 2θ .

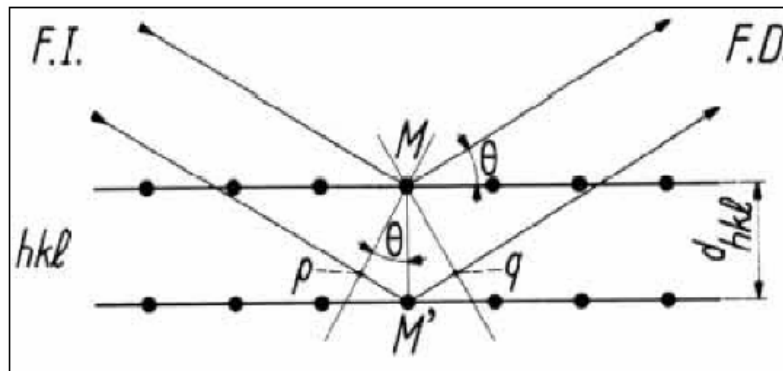


Figure III-1. Schéma du principe de base de la DRX.

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique (de longueur d'onde λ) illumine un composé, une partie du faisceau est diffusé par les atomes du réseau cristallin, c'est-à-dire réémis sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. La différence de marche entre 2 rayons incidents est :

$$\delta = pM' + M'q = 2 d_{hkl} \sin\theta.$$

Pour que l'intensité du rayonnement X réémis soit observable, il faut que les rayonnements diffusés par les différents atomes du cristal soient en phase et forment ainsi un faisceau diffracté.

Cette condition de diffraction qui est illustrée sur la figure III-1 est connue sous le nom de loi de Bragg et s'exprime sous la forme (Eq.III-1) :

$$2 d_{hkl} \sin\theta_{hkl} = n \lambda \quad (\text{III-1})$$

Avec :

d_{hkl} : distance réticulaire, distance entre deux plans atomiques réticulaires consécutifs,

θ_{hkl} : angle de Bragg, angle des rayons x incidents ou diffractés avec le plan réticulaire,

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons X incidents,

n : nombre entier appelé ordre de la réflexion.

Cette loi montre que, pour un matériau donné et un faisceau de rayons X monochromatiques, il n'y aura diffraction des rayons X que pour des angles d'incidence déterminés par l'arrangement tridimensionnel des atomes. Ces angles sont en relation avec les distances entre les plans réticulaires produisant les réflexions.

III-3-3. Lois relatives de la DRX

En combinant les indices de Miller (h, k, l) et les paramètres cristallins (a, b, c) du réseau de la maille élémentaire et les paramètres cristallins (a*, b*, c*) du réseau réciproque on obtient des formules simples pour d_{hkl} dérivées de la loi de Bragg (Eq.III-2) pour les structures cristallines usuelles des 7 réseaux de Bravais :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + 2(hka^*b^*\cos\gamma^* + hla^*c^*\cos\beta^* + klb^*c^*\cos\alpha^*) \quad (\text{III-2})$$

$$(a^* \text{ ou } b^* \text{ ou } c^*) = 2\pi \frac{(b \text{ ou } c \text{ ou } a) \times (c \text{ ou } a \text{ ou } b)}{a \cdot (b \times c)} \quad (\text{III-3})$$

et la quantité $V = a \cdot (b \times c)$ représente le volume de la maille élémentaire.

Une loi relative (Eq. III-4) est utilisée pour déterminer l'orientation préférentielle pour une phase spécifique présente dans le diffractogramme d'un spectre DRX. Cette loi est basée sur toutes les intensités relatives I des lignes (hkl) des pics apparents des phases dans le spectre DRX [5].

$$\% \text{ specific phase} = \frac{\sum I_{\text{specific phase}}}{\sum I_{\text{phases}}} \times 100 \quad (\text{III-4})$$

III-3-4. Cartes JCPDS

Une carte JCPDS-ICDD (Joint Committee on Powder Diffraction Standards - International Center for Diffraction Data) [6] fournit une liste de valeurs mesurées d_{hkl} (ou θ_{hkl}) associées à des intensités relatives I. Les diffractogrammes étalons des espèces cristallines connues sont classés dans un fichier de cartes constitué par l'A.S.T.M (American Society for Testing Materials), les distances réticulaires de toutes les raies observées sont rangées en ordre décroissant et l'intensité de chaque raie est indiquée par le rapport ($I = I_1$) avec l'intensité la plus intense prise comme unité, en posant $I_1=100$ arbitrairement. La base de données la plus complète à l'heure actuelle (2004) est la Powder Diffraction File (2004) est la Powder diffraction file (PDF) de l'ICDD (ex-JCPDS, ex- comité E4 de l'ASTM), avec plus de 150000 cartes.

III-3-5. Indexation des diffractogrammes DRX

Le diffractogramme du spectre DRX d'un matériau constitue "l'empreinte digitale" de son espèce cristalline. La liste (d_{hkl} , I) est caractéristique d'une espèce cristalline où la liste des d_{hkl} étant spécifique du réseau et celle des I étant spécifique de la structure. On l'utilise pour l'identification d'une espèce cristalline, connue ou inconnue, en le comparant à un diffractogramme étalon, soit une carte JCPDS-ICDD [6] la plus appropriée.

III-4. Etude des paramètres de microstructure

III-4-1. Généralités sur l'analyse DRX et l'observation optique

III-4-1-1. L'analyse DRX

La méthode d'analyse DRX ou diffractométrie DRX utilise une technique radiocristallographique non destructive d'analyse de diffraction spectrale. Les données obtenues de nature géométrique associées (d_{hkl} , θ_{hkl}) avec la longueur d'onde fixée, loi de Bragg de l'équation III-1, permettent d'obtenir des informations sur la microstructure cristalline des matériaux par l'analyse du profil de raies du diffractogramme, le spectre de raies DRX enregistré.

Il existe de très nombreux montages permettant la mise en oeuvre pratique de cette méthode. Ces montages diffèrent par :

- la manière d'obtenir le rayonnement monochromatique, (filtre, monochromateur, compteur à fort pouvoir de résolution en énergie).
- le type d'échantillon utilisé (poudre, échantillon massif, échantillon mince).
- le type de détecteur de rayons X utilisé (enregistreur).
- la longueur d'onde de la radiation des rayons X utilisés.

Les anticathodes métalliques les plus utilisées en diffractométrie DRX et la raie de la radiation $k\alpha$ associée de longueur d'onde $\lambda_{k\alpha}$ (nm) sont :

Ag (0,05608), Mo (0,07107), Cu (0,15418), Co (0,17905), Fe (0,19373), Cr (0,22909).

Comme la longueur d'onde obtenue est dépendante de la nature du métal constituant l'anticathode, il est parfois nécessaire de choisir un type d'anticathode pour l'analyse de certains matériaux.

La plupart des installations DRX utilisent des tubes à rayons X avec une anticathode en Cuivre ($\lambda_{k\alpha} = 0,15418$ nm).

Le nickel est utilisée pour filtrer le rayonnement d'émission d'un tube à rayons X émis par une anticathode de cuivre. La raie $\text{CuK}\alpha$ ne sera que très faiblement absorbée, car elle est située juste après la discontinuité d'absorption du nickel, par contre la raie $\text{CuK}\beta$ qui se situe dans la zone de forte absorption du filtre de nickel sera donc très fortement absorbée. Le rayonnement ainsi filtré sera pratiquement composé uniquement de la raie de la radiation $\text{CuK}\alpha$ de longueur d'onde $\lambda_{\text{K}\alpha} = 0.15418 \text{ nm}$.

III-4-1-2. L'observation optique

L'utilisation de microscope optique nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (répartition et la quantité des précipités formés, la taille de grains et leurs formes et d'autres caractéristiques structurales) durant les traitements thermomécaniques et/ou chimiques, et aussi de prendre des micrographes de la structure des échantillons en question avec différents grossissements

III-4-2. Montage expérimental

L'ensemble des spectres de diffraction DRX des alliages de fusion HF a été réalisé sur un diffractomètre PANalytical X'Pert PRO en montage (Bragg – Brentano) de type θ - 2θ (Fig. III-2).



Figure III-2. Photo de diffractomètre X' Pert-PRO PANALYTICAL

Le rayonnement X est produit par une anticathode en cuivre utilisant la radiation de la raie $\text{K}\alpha$ de longueur d'onde $\lambda_{\text{K}\alpha} = 0.154060 \text{ nm}$ sous une incidence fixe et continue avec une vitesse de 2 à 4° par minute et un pas de 0,02°. Les caractéristiques d'alimentation du tube sont 40kV 20 mA (0,8 kW) et la température de mesure est de 25°C. Les échantillons à caractériser par ce type de diffractomètre peuvent avoir une épaisseur allant jusqu'à 10 mm. Les rayons X diffractés par l'échantillon sont détectés par un détecteur couvrant un secteur angulaire de $2\theta = 120^\circ$.

III-4-3. Microscope optique :

Pour ce genre d'examen, on a utilisé pour l'observation des surfaces des échantillons d'alliages binaire Al-Zn et ternaire Al-Cu-Zn élaborés par fusion HF et après différents traitements appropriés un microscope métallographique en laboratoire de la métallurgie type RICHTERT équipé d'une camera vidéo de type LEICA et piloté par ordinateur (Figure III-3).



Figure III-3. Dispositif d'observation optique.

Il est possible de visualiser tous types de surfaces avec un grossissement $\times 600$ pouvant aller jusqu'à $\times 1200$ fois. Grâce aux paramètres du microscope, de nombreuses observations seront faites et une analyse précise des surfaces visualisées peut être bien menée.

L'échantillon à caractériser par observations optiques doit remplir certaines conditions tels que :

1- la planéité de la surface à observer pour que l'objectif en donne avec un agrandissement bien choisi une image entière et nette.

2- La surface doit être en général bien polie et chimiquement traitée afin que les rayures ne masquent pas ce que l'on veut observer.

III-4-4. Observations optiques et analyses DRX des alliages :

III-4-4-1. Présentation de l'étude :

Cette étude est consacrée à la caractérisation microstructurale et l'investigation des paramètres microstructuraux caractéristiques par analyse DRX et observations optiques des alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn élaborés par la méthode de solidification rapide par le procédé de fusion à induction électromagnétique haute fréquence HF.

Des observations micrographiques de microscopie optique ainsi que des expériences spectrales de DRX ont été réalisées sur les alliages (HF) binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn afin de mettre en évidence l'influence de la teneur en zinc sur les microstructures des alliages Al-Xwt.%Zn ($X = 0, 4, 16, 40, 50$) et Al- Xwt.%Cu-Xwt.%Zn ($X = 0, 2, 8, 20, 25$).

III-4-4-2. Données cristallographiques et physiques générales

Le tableau III-1 rassemble les paramètres cristallographiques et des données de propriétés physiques caractéristiques des phases CFC Al [7] et HCP Zn [8].

Aluminium (Al)	Zinc (Zn)
structure Face-centred cubic (FCC)	structure Hexagonal close-packed (HCP)
Space-group: Fm3m (225)	Space-group: P6 ₃ /mmc (194)
Cubic system:	Hexagonal system:
a = b = c = 0.4049 nm	a = b = 0.2665 nm , c = 0.4947 nm
$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	$\alpha = \beta = 90^\circ , \gamma = 120^\circ$
a* = b* = c* = 2.4697 nm ⁻¹	a*=b*= 4.3328 nm ⁻¹ , c* = 2.0214 nm ⁻¹
$\alpha^* = \beta^* = \gamma^* = 90^\circ$	$\alpha^* = \beta^* = 90^\circ , \gamma^* = 60^\circ$
Unit cell volume V = 0.0664 nm ³	Unit cell volume = 0.0304 nm ³
Obverse setting:	Obverse setting:
(h,k,l) : all odd or even only	(h,k,l) : no condition
Atomic mass: 27	Atomic mass: 65.4
Density: 2.70 g×cm ⁻³	Density: 7.13 g×cm ⁻³
Atomic radius r _{Al} = 0.143 nm	Atomic radius r _{Zn} = 0.134 nm
Melting temperature 660 °C	Melting temperature 420 °C
Valence: 3	Valence: 2
Electronegativity: 1.61	Electronegativity : 1.65

Tableau III-1. Paramètres cristallographiques et physiques des phases FCC Al et HCP Zn.

III-4-4-3. Paramètres microstructuraux des alliages binaires Al-Zn

III-4-4-3-1. Microstructure des alliages binaires Al-Zn

L'indexation des spectres de diffraction des rayons X, les lignes de pics (hkl) des diffractogrammes DRX, à l'état brut des alliages binaires Al(riche)-Zn fusionnés sous vide par induction HF et solidifiés rapidement à température ambiante a été faite à l'aide des fiches ASTM (JCPDS ICDD 1997) de toutes les phases possibles (Al,Zn) susceptibles d'apparaître dans le système d'alliages binaire Al-Zn.

On a utilisé le programme du logiciel ORIGIN 6.0 pour tracer les spectres diffractogrammes DRX à partir des données YX, I = f(2θ), obtenues des mesures de diffraction des rayons X sur les échantillons d'alliages de fusion HF.

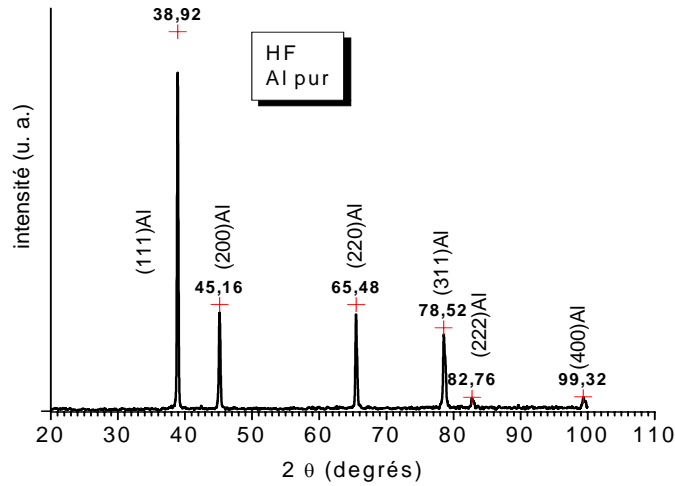


Figure III-4. Spectre de diffraction de rayons X de l'aluminium pur à l'état brut.

La figure III-4 montre le diagramme DRX de l'aluminium pur à l'état brut élaboré sous induction HF dans les mêmes conditions d'élaboration des alliages binaires Al-Zn à étudier. Le diffractogramme DRX qui porte les indexations des lignes de pic (hkl)Al avec les positions angulaires $2\theta_{hkl}$ sera utilisé comme spectre standard pour l'indexation des spectres DRX des alliages binaires de fusion HF Al-Xwt.%Zn (X = 4, 16, 40 et 50).

La figure III-5 montre le diagramme d'équilibre de phases du système d'alliages binaires Al-Zn [9]

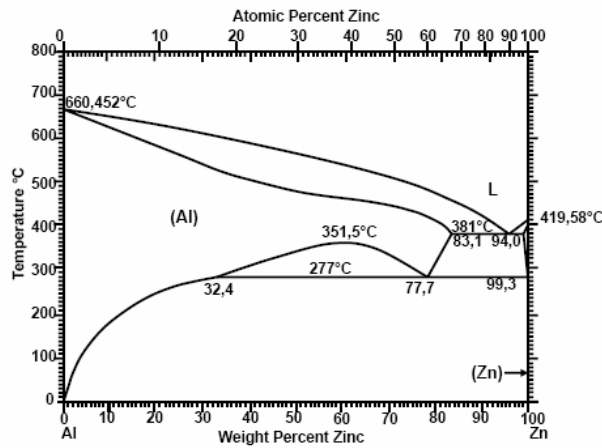


Figure III-5. Diagramme d'équilibre de phases Al-Zn.

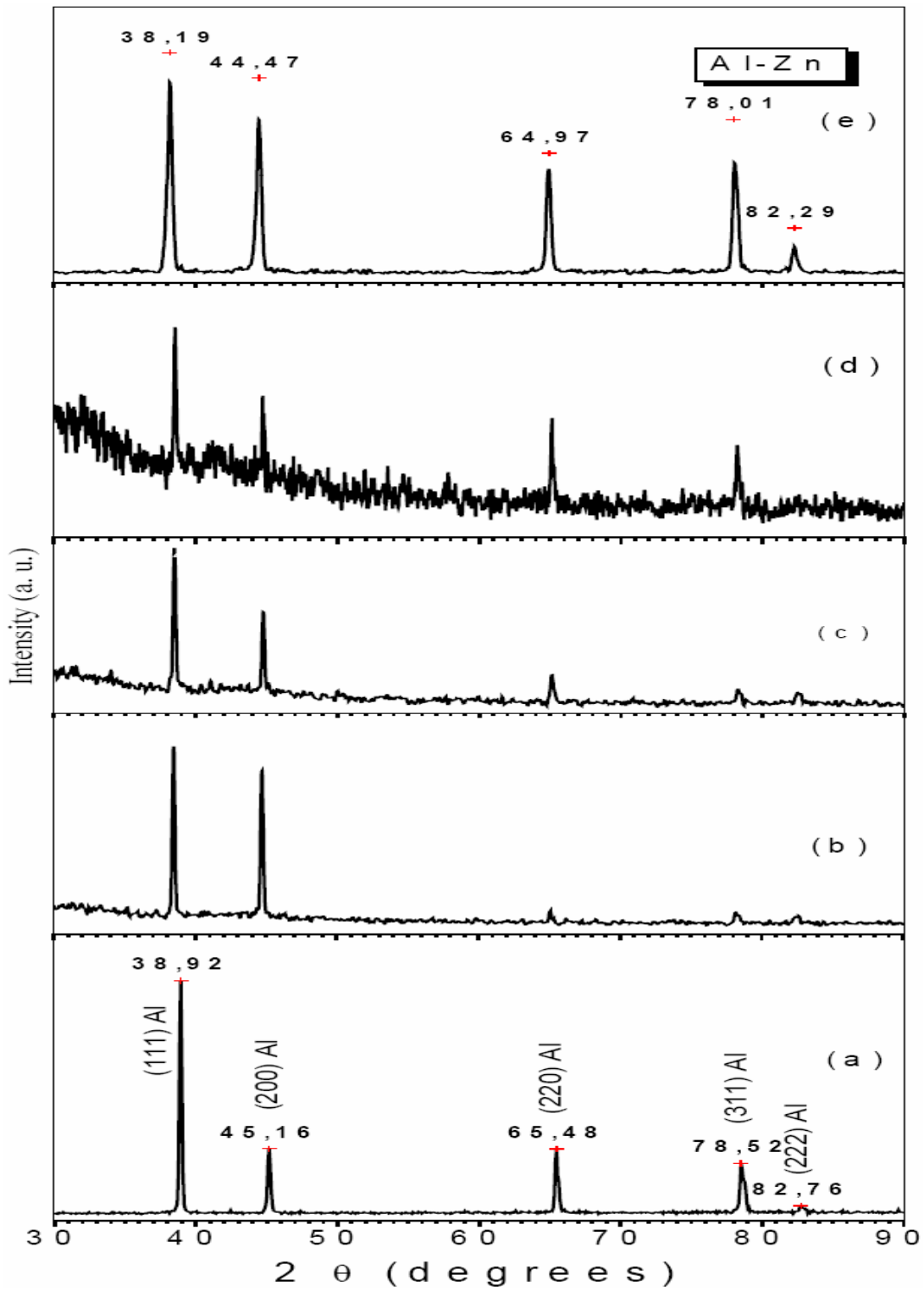


Figure III-6. Diffractogrammes XRD des alliages Al-0 à 50wt.%Zn
 (a, b, c, d et e = 0, 4, 16, 40 et 50wt.%Zn).

La figure III-6 montre les spectres diffractogrammes DRX obtenues à partir des mesures de diffraction des rayons X sur les échantillons d'alliages de fusion HF Al-0 à 50wt.%Zn.

Les microstructures observées des alliages Al(riche)-Zn sont monophasées. Elles se composent toutes, de 0 à 50wt.%Zn, de la phase prévue par le diagramme d'équilibre de phases du système d'alliages binaires Al-Zn de la solution solide CFC Al.

Le tableau III-2 qui rassemble les caractéristiques DRX des alliages binaires de fusion HF Al-4wt.%Zn et Al-50wt.%Zn comparées à celle d'Al pur de fusion Hf et standard où il montre que les microstructures observées révèlent une texture cristalline d'orientation dominée par la ligne de pic (111)Al de position angulaire standard $2\theta = 38.472^\circ$ [7].

Al [7] a = 0.4049 (nm)			HF Al Pur		HF Al-4wt.%Zn		HF Al-50wt.%Zn	
Plan hkl	$2\theta^\circ$	I	$2\theta^\circ$	I	$2\theta^\circ$	I	$2\theta^\circ$	I
(111)	38.472	100	38.92	100	38,45	100	38.19	100
(200)	44.738	47	45,16	28	44,69	88	44.47	89
(220)	65.133	22	65,48	28	65,13	12	64.97	55
(311)	78.227	24	78,52	22	78,11	8	78.01	70
(222)	82.435	7	82,76	4	82.69	6	82.29	21
(400)	99.078	2	99,32	4	99.05	7	99.03	15

Tableau III-2. Caractéristiques de DRX pour les alliages binaires Al-0 à 50wt.%Zn.

III-4-4-3-2. Variation du paramètre cristallin avec la teneur en zinc

Les spectres diffractogrammes DRX des alliages binaires Al-Zn de fusion HF, Al-0 à 50wt.% Zn (Al-0 à 25at.%Zn), permettent de déterminer l'évolution de paramètre cristallin a_{Al} (Figure III-7) du réseau CFC d'aluminium en solution solide α Al en fonction de la teneur en zinc dans ces alliages. Nous avons fait nos calculs, en utilisant l'équation 1, pour le pic le plus intense de l'aluminium apparaissant dans tous les diffractogrammes DRX [5]. Ainsi, le pic (111)Al, de position angulaire standard $2\theta_{(111)Al} = 38.472^\circ$, apparaît comme étant le pic le plus intense dans tous les spectres DRX des échantillons des alliages de fusion HF, Al-0 à 50wt. % Zn.

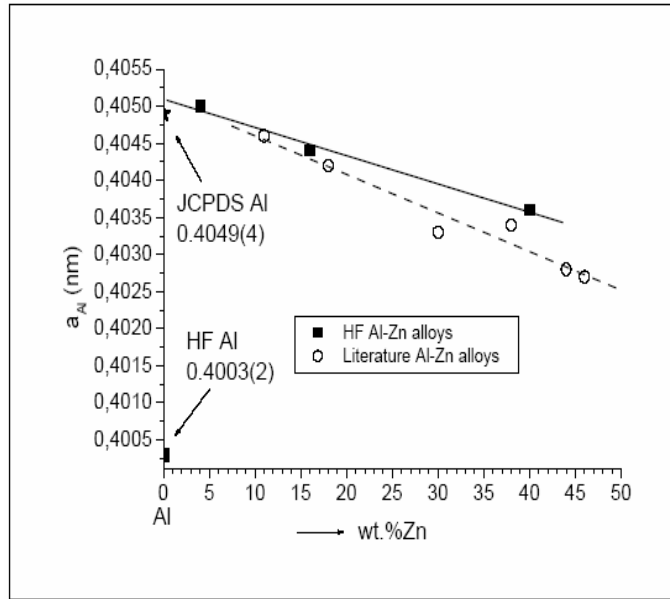


Figure III-7. Évolution de paramètre de réseau d'Al dans les alliages binaire Al-Zn élaboré par fusion HF.

Pour les alliages de fusion HF Al-Xwt.%Zn ($X = 4, 16, 40, 50$) dont microstructure monophasée et qui consiste en une extension de la solution solide FCC α Al (Fig. III-6 b, c, d et e), le paramètre de maille a_{Al} (Fig. III-7) évolue linéairement en décroissance (Eq. III-5) jusqu'à la composition 40wt.%Zn (≈ 20 at.%Zn) Une similitude a été observée avec le même système Al-Zn (Eq. III-6) [10, 11] où la limite de décroissance était de 40wt.%Zn (≈ 62 at.%Zn).

$$a[\alpha\text{Al}(X \text{ wt.\%Zn})] = 0.4051(3) - 0.38 \times 10^{-4} X \text{ nm} \quad (\text{III-5})$$

$$a[\alpha\text{Al}(X \text{ wt.\%Zn})] = 0.4051(7) - 0.52 \times 10^{-4} X \text{ nm} \quad (\text{III-6})$$

L'extrapolation du paramètre de réseau a_{Al} pour l'Al pur de fusion HF était 0.4003(2) nm. Comparé au paramètre de réseau a_{Al} standard, 0.4049(4) nm, on observe une compression du réseau cristallin de l'aluminium pur de 12% environ. Ce-ci est dû aux conditions d'élaboration où la solidification rapide à la température ambiante agit par une cristallisation rapide des alentours du matériau vers son coeur en fusion, soumettant le réseau cristallin à des contraintes de surfaces extérieures.

III-4-4-3-3. Observations optiques des alliages Al-Zn :

Les figures III-8 (a, b, c et d) sont des microscopies optiques des alliages de fusion HF Al-Xwt.%Zn pour $X = 4, 16, 40$ et 50 respectivement où on est en présence de la solution d'aluminium.

On observe que les microscopies optiques révèlent des grains presque identiques et équiaxes de taille moyenne de grain typiquement aux alentours de 70 μm .

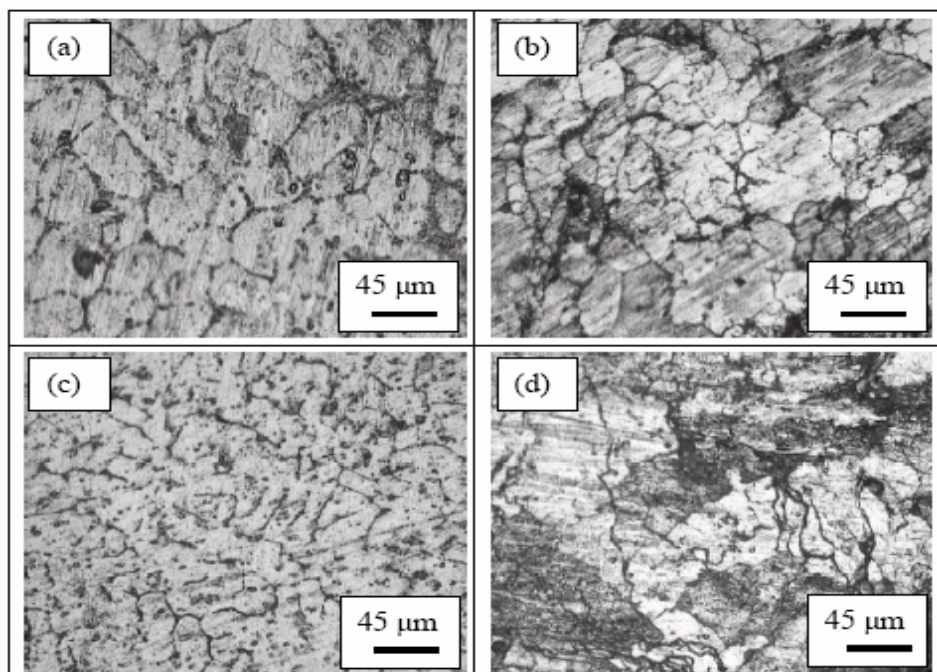


Figure III-8. Micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Zn : (a) pour X = 4, (b) X = 16, (c) X = 40 et (d) X = 50.

Les observations optiques montrent que les grains sont de formes presque sphériques régulièrement dispersés dans la matrice d'aluminium, Ces observations peuvent être expliquées par la tendance de grande solubilité du soluté, le zinc, dans le solvant, l'aluminium. Le système binaire d'alliage Al-Zn (Fig. III-5) est réputé par l'extension notable de solution solide CFC αAl due à une différence de taille entre les atomes de soluté, le zinc ($r_{\text{Zn}} = 0,134 \text{ nm}$), et le solvant, l'aluminium ($r_{\text{Al}} = 0,143 \text{ nm}$) (Tab. III-1). .

III-4-4-3-4. Etude de la solubilité dans les alliages binaires Al-Zn

III-4-4-3-4-1. Enoncé des lois de Hume-Rothery

Hume-Rothery a établi que la microstructure d'un alliage dépend de la taille des atomes composants, et les structures cristallines aussi bien que la concentration d'électron de valence et les différences électrochimiques. Il donne 4 conditions, connues sous le nom de : les 4 règles ou lois de Hume-Rothery, qui doivent être satisfaisantes pour que les solutions solides se forment dans les alliages binaires [12, 13].

1- La règle de facteur de taille : une règle empirique qui concerne la différence de taille atomique. Pour former une solution solide, les atomes d'un alliage binaire, solvant et soluté, doivent avoir une différence de taille qui favorise la formation des solutions solides, soit la différence relative entre les rayons atomiques des deux constituants, le solvant et le soluté, est inférieure à $\pm 15\%$ (Eq. III-7). Si la différence entre les rayons atomiques est 15% . La solubilité du soluté dans le solvant est limitée et les alliages tendent à former des composés intermétalliques. La règle de facteur de taille qui favorise la formation de solution solide est donnée par Hume-Rothery comme :

$$\Delta r (\%) = \left(\frac{r_{\text{solute}} - r_{\text{solvant}}}{r_{\text{solvant}}} \right) \times 100 \leq \pm 15 \quad (\text{III-7})$$

2- La règle de structure : pour atteindre une solubilité totale du soluté dans le solvant dans les alliages binaires, il faut que les structures cristallines des 2 constituants doivent être identiques.

3- La règle de valence : les atomes du soluté et de solvant devraient typiquement avoir les mêmes valences.

4- La règle d'électronégativité : les 2 constituants doivent avoir des électronégativités similaires, soit une différence entre les 2 électronégativités de l'ordre de ± 0.4 (u.e.). Si la différence est importante, les 2 constituants formeront alors des composés intermétalliques au lieu des solutions solides.

Donc électrochimiquement, un métal est soluble dans un autre métal d'une valence plus élevée et que si l'un des 2 éléments est plus électropositif et que l'autre est moins électronégatif, les 2 éléments formeront alors des composés intermétalliques.

III-4-4-3-4-2. Application des lois de Hume-Rothery

La solubilité du zinc dans la matrice aluminium est très significative. Le diagramme d'équilibre de phases du système d'alliages binaires Al-Zn (Fig. III-5) présente une extension notable de solution solide CFC α Al s'étendant jusqu'à 93,1 wt.%Zn (\approx 85 at.%Zn) à une température en dessous de 382°C. Le tableau III-3 rassemble quelques paramètres cristallographiques et physico-chimiques concernant la formation de solution solide CFC α Al dans les alliages binaires Al-Zn.

Système	Élément	Structure Crystalline	Rayon atomique (nm)	Valence	Électronégativité (u.e.)
Al-Zn	Al	FCC	1.43	3	1.61
	Zn	HCP	1.34	2	1.65
FCC Al	93.1 wt.% (\approx 85 at.%)				

Tableau III-3. Paramètres cristallographiques et physico-chimiques concernant la solubilité dans les alliages binaires Al-Zn.

On a utilisé les règles de Hume-Rothery pour expliquer la formation de solutions solide dans le système binaire Al-Zn, où le constituant Al est le solvant (matrice) et Zn est le soluté (addition).

$$r_{Al} = 0.143 \text{ nm et } r_{Zn} = 0.134 \text{ nm, } \Delta r (\%) = -6 \%. \quad \text{Favorable}$$

La structure d'Al est CFC et du Zn est HCP défavorable

La valence d'Al est 3 et de Zn est 2 défavorable

$$E_{Al} = 1.61 \text{ et } E_{Zn} = 1.65, \quad \Delta E = +0.04 \quad \text{Favorable}$$

L'application des règles de Hume-Rothery dans le cas du système d'alliages binaires Al-Zn, les deux éléments Al et Zn ont structures et des valences différentes, la structure CFC et HCP et des valences 3 et de 2 respectivement pour Al et Zn, Cependant, les conditions de Hume-Rothery pour la formation de solution solide dans les alliages binaires Al-Zn sont partiellement satisfaisantes et donc, la formation de solution solide n'est possible que par le facteur taille et électronégativité.

Ainsi, par le fait que la différence de taille est de -6% (inférieur à $\pm 15\%$) et d'électronégativité de +0.04 u.e. (inférieur à ± 0.4 u.e.), la formation de solution solide est possible entre Al et Zn.

Les alliages Al(riche)-Zn élaborés sous vide par fusion HF et solidifiés rapidement révèlent une extension notable de solution solide α Al de plus de 50wt.%Zn ($\approx 29\text{at}\%.\text{Zn}$), malgré que l'aluminium et le zinc ont des structures cristallographiques totalement différentes, CFC pour Al et HCP pour Zn, et que le rayon atomique du zinc dont le volume de 0.010 nm^3 est légèrement inférieur à celui de l'aluminium, qui est de volume de 0.012 nm^3 , ceci est en concordance avec la première règle de Hume-Rothery, qui permettrait la solubilité par la substitution de l'aluminium par le zinc. Donc le genre de solution solide CFC α Al dans les systèmes d'alliages binaires Al-Zn est du type solution solide de substitution.

La formation de solution solide dans les alliages binaires à base d'aluminium [12] avec des extensions plus ou moins notables est révélée avec les éléments d'addition tels que Mg, Cr, Ti, Fe et Cu [14, 15, 16, 17 et 13] (Tab. III-4).

Dans le cas de ces alliages en films minces de pulvérisation cathodique magnétron RF, pour l'alliage Al-Fe, l'extension de solution solide α Al est de 5,5at.%Fe ($\approx 12 \text{ wt}\%.\text{Fe}$), semblable à celle observée dans l'alliage Al-Cr qui est de 5at.%Cr ($\approx 10 \text{ wt}\%.\text{Cr}$), par contre elle est de 27 at.%Ti ($\approx 40\text{wt}\%.\text{Ti}$) dans les alliages Al-Ti et de 27 at.%Mg ($\approx 19 \text{ wt}\%.\text{Mg}$) dans les alliages Al-Mg. Ces différences dans les limites de solubilité sont dues à la différence de taille entre les rayons atomiques du solvant Al et le soluté Mg, Ti, Cr ou Fe.

Dans le cas des alliages binaires Al-Cu, la différence relative entre les rayons atomiques Δr (%) est moins de $\pm 15\%$, ceci permet de prévoir une solubilité de Cu en Al. Tandis que réellement, d'après le diagramme d'équilibre de phase d'Al-Cu [18] et l'évolution structurale avec la concentration en élément d'addition Cu du système de films minces Al-Cu [19], l'extension de solution solide est très limitée, $< 1,8\text{at}\%.\text{Cu}$ ($< 4\text{wt}\%.\text{Cu}$) coté riche en Al alors qu'elle est très étendue, $\approx 20\text{at}\%.\text{Cu}$ ($\approx 9\text{wt}\%.\text{Cu}$) coté riche en Al et ceci malgré la différence des rayons atomiques entre Al et Cu, $r_{\text{Al}} = 0.143\text{nm}$ et $r_{\text{Cu}} = 0.128\text{nm}$. Ainsi, le facteur de taille à lui seul ne peut pas informer sur la formation de solution solide dans les alliages binaires, il est nécessaire d'introduire le facteur de valence. Donc, la solubilité de l'élément de valence inférieur est plus étendue que dans le cas d'une valence plus élevée [11]. Ainsi, l'aluminium avec une valence de 3 est plus soluble dans le cuivre avec une valence de 1 [13].

Eléments		Al	Mg	Ti	Cr	Fe	Cu	Zn
Densité (20 °C) (g×cm ⁻³)		2.70	1.74	4.54	7.19	7.87	8.96	7.13
Masse atomique (g×mol ⁻¹)		27	24.3	47.9	52	55.8	63.5	65.4
Rayon atomique r (nm)		0.143	0.160	0.147	0.127	0.126	0.128	0.134
Rapport r / r _{Al}		1	1.1	1.0	0.89	0.88	0.90	0.94
Δr (%)		0	12	3	12	12	11	6
Structure cristalline		FCC	HCP	HCP	BCC	BCC	CFC	HCP
Electronégativité (e.u.)		1.61	1.31	1.54	1.66	1.83	1.9	1.65
ΔE = E _{soluté} – E _{solvant} (u.e.)		0	- 0.3	- 0.09	0.05	0.22	0.29	0.04
Valence		3	2	4, 3	6, 3, 2	2, 3	2, 1	2
Diagramme de phase	at.%		(18.7)	(0.7)	(0.4)		(2.5)	(85)
	wt.%		17.1	1.2	0.7	-	5.7	93.1
Références			[21]	[22]	[23]	[24]	[19]	[11]
Solubilité	at.%		20	27	5	5.5	< 1.8	(~ > 29)
	wt.%		(19)	(40)	(10)	(1.2)	(<4.2)	> 50
Références			[14,18]	[11]	[19]	[20]	[21]	Travail présent

Tableau III-4. Paramètres et limites d'extension de solution solide CFC αAl dans les alliages binaires a base d'Al.

III-5. Investigations de microstructure des alliages ternaires Al-Cu-Zn

III-5-1. Identification des phases

L'analyse de microstructure par DRX, utilisant la radiation du cuivre de longueur d'onde $\lambda_{k\alpha}$ de 0.154 nm, des échantillons d'alliages ternaires de fusion HF Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (X = 2, 8, 20, 25) en comparaison avec celle de l'aluminium pur de fusion HF nous a permis de réaliser une étude sur les paramètres microstructuraux caractéristiques des phases cristallines (Al,Cu,Zn) présentes dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn.

Rappelons que les microstructures des alliages binaires de fusion HF Al-Zn étudiées précédemment sont monophasées, Extension de solution solide CFC α Al.

Le tableau III-5 rassemble les données cristallographiques des phases apparentes dans les alliages ternaires Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn (\approx Al-1at.%Cu-1at.%Zn) et Al-8wt.%Cu-8wt.%Zn (\approx Al-4at.%Cu-4at.%Zn) en comparaison avec les données standards des cartes cristallographiques ASTM utilisant le rayonnement d'anticathode Cu, de longueur d'onde $\lambda_{k\alpha} = 0.154$ nm pour les phases CFC Al [7] et tétragonale θ -CuAl₂ [27] susceptibles d'apparaître avec les éléments d'alliages Al et Cu.

Standard Al [7] a = 0.4049 (nm)			HF Al Pur		HF Al- 2wt.%Cu- 2wt.%Zn		HF Al- 8wt.%Cu- 8wt.%Zn	
Plan (hkl)	2 θ°	I	2 θ°	I	2 θ°	I	2 θ°	I
(110)	-	-	-	-	-	-	20,59	22
(111)	38.472	100	38.92	100	38,45	100	38.19	100
(200)	44.738	47	45,16	28	44,69	88	44.47	89
(220)	65.133	22	65,48	28	-	-	-	-
(311)	78.227	24	78,52	22	78,11	8	78.01	70
(222)	82.435	7	82,76	4	82.69	6	-	-

Tableau III-5. Données cristallographiques DRX mesurées et calculées des phases dans les alliages ternaires HF Al-Xwt%Cu-Xwt.%Zn (X = 2 et 8).

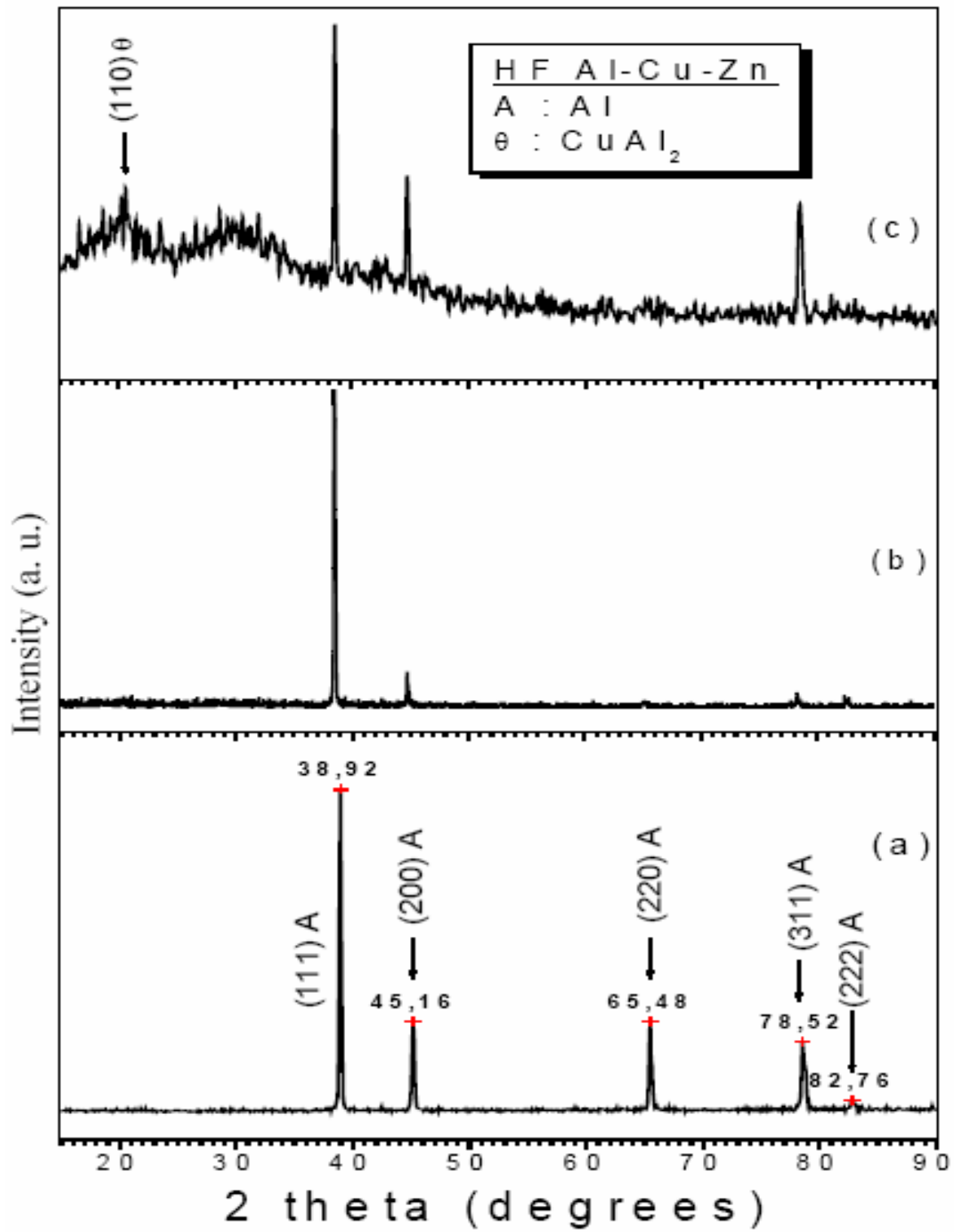


Figure III-9. Spectres DRX des alliages ternaire Al-Xwt.%Cu- Xwt.%Zn (b) X= 2, (c) X= 8 en comparaison avec celui de Al pur (a) élaborés par fusion HF

La figure III-9 montre les spectres diffractogrammes DRX obtenues à partir des mesures de diffraction des rayons X sur les échantillons d'alliages de fusion HF ternaires Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn et Al-8wt.%Cu-8wt.%Zn.

Le diffractogramme DRX de l'alliage Al-2wt%Cu-2wt.%Zn ne présente effectivement que des lignes de pics (hkl) qui ont été indexées comme étant les raies caractéristiques d'une solution solide CFC α Al (Fig. III-9 b). Le pic le plus intense est (111)Al situé à la position angulaire 2θ de 38.47° , correspondance à $2\theta = 38,472^\circ$ [7], l'addition du zinc à une proportion de 2wt% dans les alliages a base d'Al (Al-2wt%Cu) ne favorise pas l'apparition des phase intermétallique tétragonale θ -CuAl₂ et fait étendre la solution solide CFC α Al dans ces alliages ternaires Al-Cu-Zn contrairement au cas des alliages binaires Al-Cu où l'extension de la solution solide CFC α Al est très étroite (Fig. III-10).

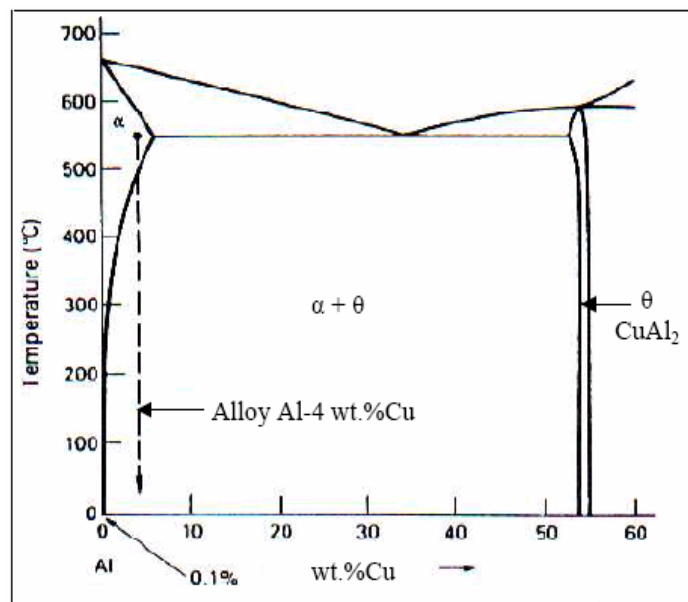


Figure III-10. Diagramme de phases Al-Cu, coté riche en aluminium.

L'indexation de l'alliage Al-8wt.%Cu-8wt.%Zn conduit à une structure biphasée qui consiste en mélange des deux phases traditionnelles (Figure III-9 c), la solution solide CFC α Al et la phase intermétallique tétragonale θ -CuAl₂. Cette phase détectée sur le diffractogramme à la ligne de pic de position angulaire $2\theta = 20.59^\circ$ avec une intensité relative 22 correspond au pic (110) θ -CuAl₂ située à $2\theta = 20.619^\circ$. D'après l'équation III-4. On obtient pour cette phase une orientation préférentielle de $\% \theta = 19$. Le pic le plus intense est ce lui de la solution solide CFC α Al de ligne de pic (111)Al située à la position angulaire $2\theta = 38.53^\circ$.

Le tableau III-6 qui rassemble les données cristallographiques des phases apparentes dans les microstructures des alliages ternaires Al-20wt.%Cu-20wt.%Zn (Al-11at.%Cu-11at.%Zn) et Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn (Al-15at.%Cu-15at.%Zn). Les indexations ont été faites en comparaison avec les données cristallographiques d'indexation pour les phases CFC Al [7] et tétragonale θ -CuAl₂ [27] utilisant le rayonnement d'anticathode Cu, de longueur d'onde $\lambda k\alpha = 0.154$ nm.

Alliges Al-Cu-Zn	Plan hkl	I. relative	(CFC) α Al [7] a=0.4049 (nm)		(Tétragonale) θ -CuAl ₂ [27] a=0.6065 (nm) c=0.4873 (nm)	
			2 θ°		2 θ°	
			Mesuré.	Calculé.	Mesuré.	Calculé
Al- 20wt.%Cu- 20wt.%Zn	110	60	-	-	20.61	20.619
	111	94	38.49	38.472	-	-
	112	64	-	-	42.59	42.588
	200	81	44.75	44.738	-	-
	220	42	65.37	65.133	-	-
	311	100	78.27	78.227	-	-
Al- 25wt.%Cu- 25wt.%Zn	110	100	-	-	20.67	20.619
	111	9	38.63	38.472	-	-
	220	36	-	-	42.07	42.068

Tableau III-6. Données cristallographiques DRX mesurées et calculées pour les alliages ternaires de fusion HF Al-Xwt%Cu-Xwt.%Zn (X = 20 et 25)

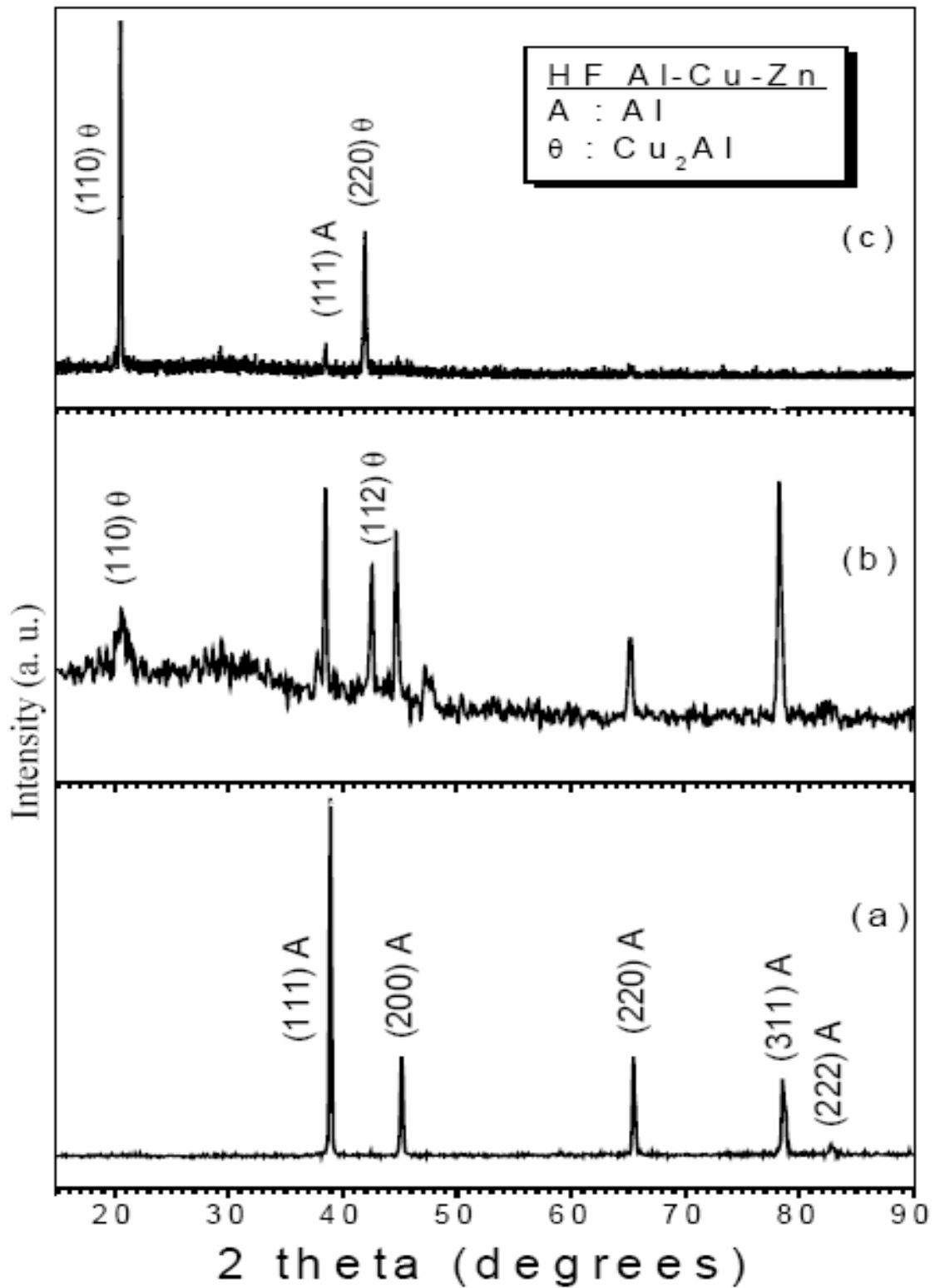


Figure III-11. Spectres DRX des alliages ternaires de fusion HF, (b et c) Al-Xwt%Cu-Xwt.%Zn (X = 20 et 25) et (a) Al pur.

Les microstructures des 2 alliages Al-20wt.%Cu-20wt.%Zn (Al-11at.%Cu-11at.%Zn) et Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn (Al-15at.%Cu-15at.%Zn) sont représentées dans la figure III-11. Celles-ci se présentent comme étant biphasées, un mélange des 2 phases traditionnelles, la solution solide CFC α Al qui est en équilibre avec la phase tétragonale θ -CuAl₂.

Pour l'alliage ternaire HF Al-20wt.%Cu-20wt.%Zn, les lignes de pics (hkl) des raies fondamentales de la phase tétragonale θ -CuAl₂ sont de plus en plus intenses (Fig. III-11 b). Elles sont indexées comme étant les raies (hkl) θ -CuAl₂ tels que (110) et (112) représentant une orientation préférentielle $\% \theta$ de 28. Le pic le plus intense de cette phase est (112) θ -CuAl₂ avec une intensité relative $I = 64$, situé à $2\theta = 42.59^\circ$ correspondant à la ligne standard de $2\theta = 42.588$ [27]. Le pic (110) CuAl₂ est situé à $2\theta = 20.61^\circ$, avec une intensité relative $I = 60$. On note aussi que la ligne de pic (111)Al de la phase α Al situé à $2\theta = 38.63^\circ$ et d'intensité relative $I = 9$ apparaît comme un pic singulier des orientations (hkl)Al.

Pour l'alliage ternaire HF Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn, nous constatons après dépouillement du cliché de spectre de diffraction des rayons X (Fig. III-11 c) que les 2 raies aux intensités relatives 100 et 36 et situées respectivement aux positions angulaires $2\theta = 20.67^\circ$ et $2\theta = 42.07^\circ$ appartiennent bien à la phase tétragonale θ - CuAl₂ et correspondent aux pics (110) θ -CuAl₂ et (220) θ -CuAl₂. La présence de la solution solide CFC α Al est distinguée par les raies (111), (200) et (220). La présence de la phase tétragonale θ -CuAl₂ est exprimée par une orientation préférentielle maximale de $\% \theta = 95$.

Ceci montre que la présence du zinc dans les alliages à base Al-Cu tend à modifier l'extension de la solution solide CFC α Al, extension notable jusqu'à 8wt.%Zn, diminution distinguée au dessus de 25wt.%Zn.

La figure III-12 rassemble les spectres diffractogrammes DRX des alliages de fusion HF ternaires Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn avec $X = 2, 8, 20$ et 25 correspondants aux figures (b), (c), (d) et (e) et $X = 0$ (a) pour l'aluminium pur.

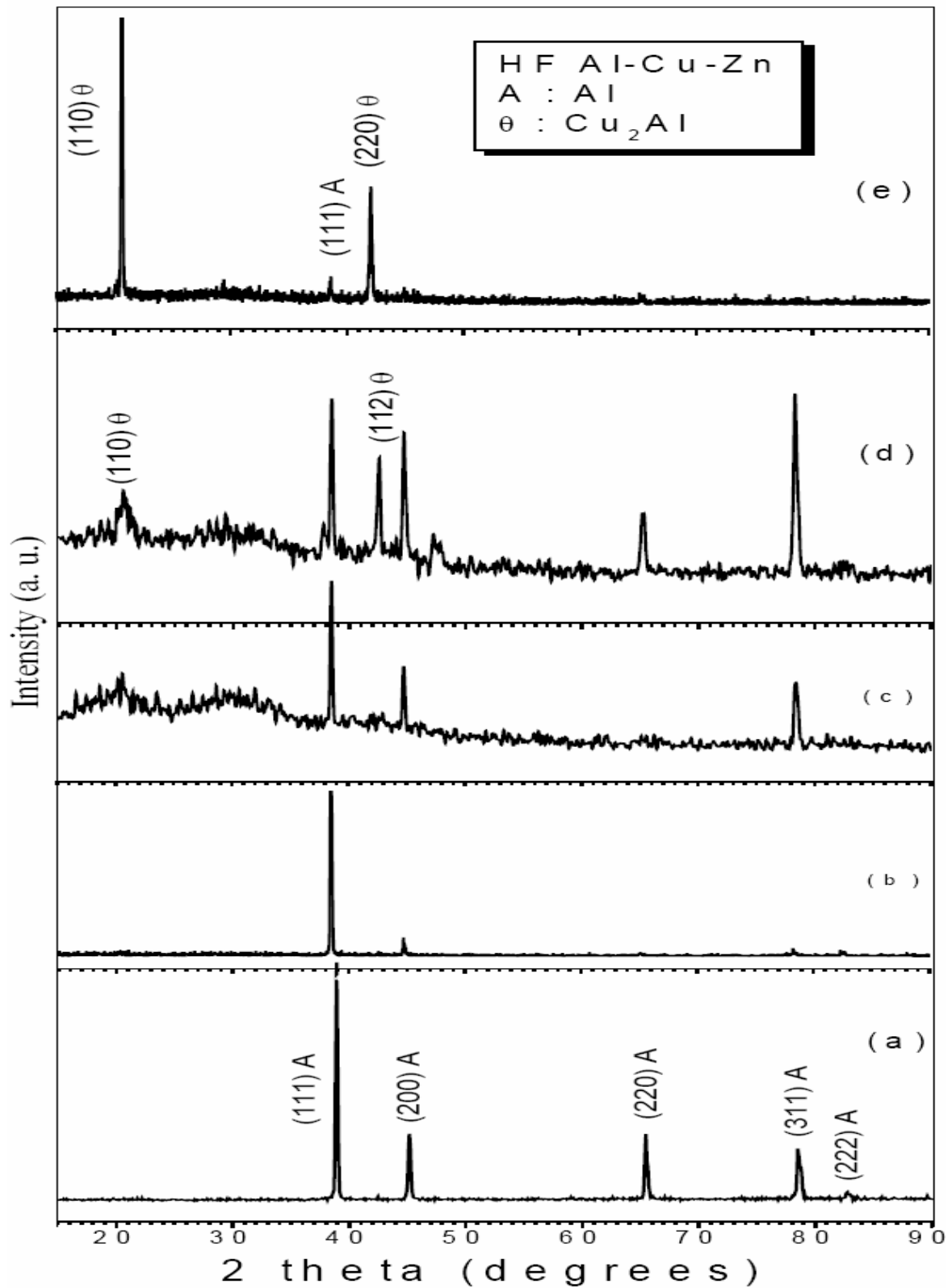


Figure III-12. Spectres DRX des alliages ternaires HF Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (b, c, d et e) pour X = 2, 8, 20 et 25 et (a) Al pur élaboré par fusion HF.

Le tableau III-7 récapitule les résultats de mesures des paramètres microstructuraux caractéristiques des alliages ternaires Al-0 à 25wt.%Cu-25wt.%Zn élaborés par fusion HF. Les positions angulaires 2θ mesurées pour les lignes de pics (hkl)Al de la phase solution solide CFC Al et (hkl) θ -CuAl₂ de la phase tétragonale θ -CuAl₂ sont parfaitement en bon accord avec celles données sur les fiches ASTM des phases Al et de θ -CuAl₂.

Echantillon		1	2	3	4	5
Composition (wt.%)	Al	100	96	84	60	50
	Cu	0	2	8	20	25
	Zn	0	2	8	20	25
Composition (at.%)	Al	100	98	92	78	70
	Cu	0	1	4	11	15
	Zn	0	1	4	11	15
Microstructure		Al	Al	Al + CuAl ₂	Al + CuAl ₂	Al + CuAl ₂
% θ -CuAl ₂		0	0	19	28	95
Pic le plus intense		(111)Al	(111)Al	(111)Al	(311)Al	(110) θ
Position $2\theta^\circ$	Mesuré	38.92	38.53	38.53	78.27	20.67
	Calculé	38.472	38,472	38,472	78.227	20.619

Tableau III-7. Les microstructures cristallographiques principales des alliages Al-0wt.%Cu-0wt.%Zn à 25wt.%Cu-25wt.%Zn élaborés par fusion.

III-5-2. Observations optiques des alliages Al-Cu-Zn :

Nous avons tenté de relier la microstructure cristalline des alliages ternaires Al-Cu-Zn à la morphologie de surface par observation optique. La figures III-13 montrent l'évolution microstructurale de ces alliages en fonction de la teneur en éléments d'addition le cuivre et le zinc.

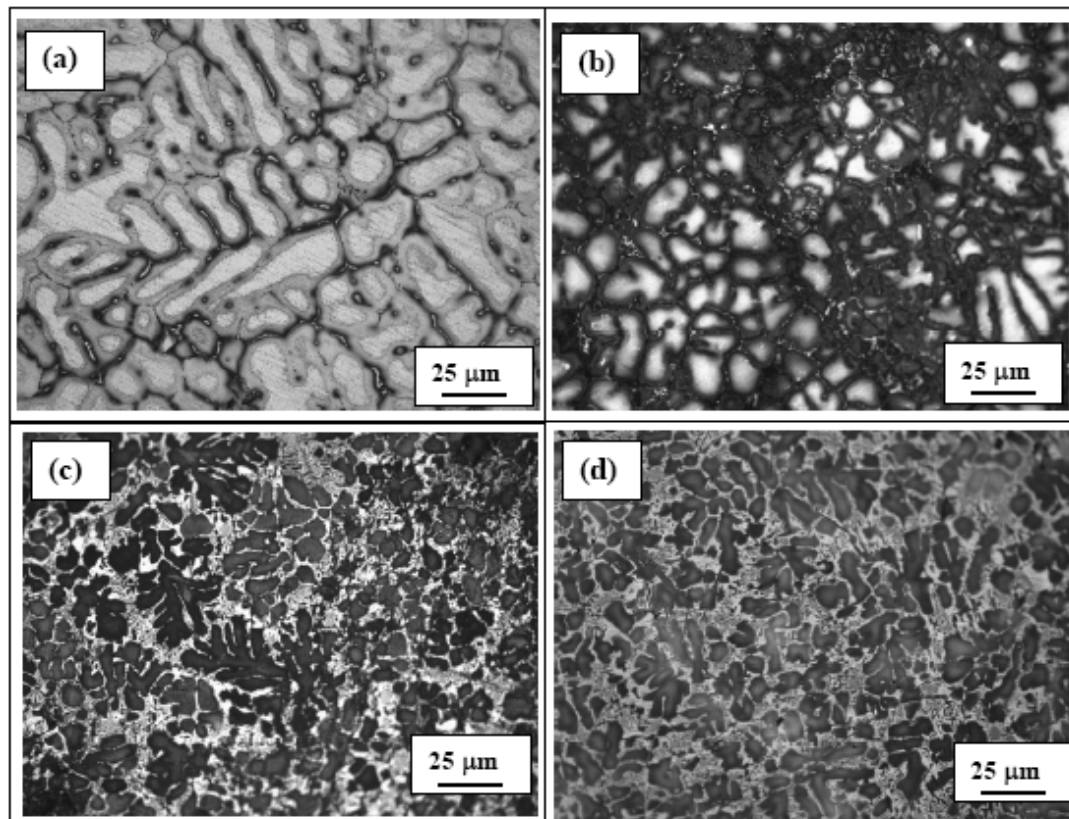


Figure III-13. Micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn: (a) pour $x = 2$, (b) $X = 8$, (c) $X = 20$ et (d) $X = 25$.

Les observations optiques faites sur ces alliages montrent que les morphologies microstructurale sont différentes.

pour les compositions Al–Xwt.%Cu–Xwt.%Zn (X = 2, 8), la morphologie de solidification apparaît comme dendritique où la microstructure de ces alliages est monophasée de solution solide CFC Al.

Pour les compositions X = 20 et 25, la microstructure est biphasée, un mélange CFC Al et la phase tétragonale θ -CuAl₂, la morphologie tend vers une croissance à grains de formes presque sphériques régulièrement réparties dans la matrice.

III-5-3. Détermination des paramètres microstructuraux

III-5-3-1. Etude de la phase tétragonale θ -CuAl₂

III-5-3-1-1. Présentation de la phase θ -CuAl₂

Le durcissement par précipitation ou par vieillissement fait suite à un double traitement thermique, trempe plus revenu ou vieillissement Il se produit par la mise en solution puis le refroidissement rapide d'un alliage dans lequel une deuxième phase est en solution solide à une température élevée mais précipite par refroidissement rapide et vieillissement à une température basse. La deuxième phase doit être soluble à une température élevée et présente une diminution de solubilité par diminution de la température.

Les principaux éléments additionnés à l'aluminium sont: Cu, Mg, Si et à un moindre degré: Mn, Ni, Cr, Zn, Fe. Suite à des traitements thermiques de mise en solution, de trempe ou de revenu, des précipités de composés intermétalliques précipitent à l'intérieur des grains ou aux joints de grains (Tab. III-8) [17, 28].

Série	Composition	Précipités
2000	Al-Cu	Al ₂ Cu
	Al-Cu-Mg	Al ₂ CuMg
6000	Al-Mg-Si	Mg ₂ Si
7000	Al-Zn-Mg	MgZn ₂
	Al-Zn-Mg-Cu	Mg ₃ Zn ₅ Al ₂

Tableau III-8. Alliages à durcissement structural et leurs précipités intermétalliques.

La Série 2000, alliages aluminium-cuivre souvent désignés “Duralumins”, légers résistants, masse volumique de 2,8g.cm⁻³ L'exemple classique de durcissement par précipitation en

vieillessement est la série 2000 des alliages aluminium-cuivre ou duralumins, qui contiennent entre 4 et 5% en masse (wt.%Cu) de cuivre.

L'alliage Al-4,5 wt.%Cu (2 at.%Cu) est l'alliage de base des duralumins qui sont couramment utilisés dans la pratique. (Fig. III-10).

On considère le diagramme de phase aluminium-cuivre coté riche en aluminium allant jusqu'à la composition 53,5 wt.%Cu qui correspond au composé intermétallique, la phase tétragonale θ -CuAl₂.

Les proportions d'équilibre sont de 93 wt.% de la phase solution solide CFC α Al et 7 wt.% de θ -CuAl₂ (Equations. III-8 et III-9) [17, 28].

$$\text{wt.\% Al} = (54-4,5) / (54-0,1) = 93 \quad (\text{III-8})$$

$$\text{wt.\% } \theta\text{-CuAl}_2 = (4,5-0,1) / (54-0,1) = 7 \quad (\text{III-9})$$

Les deux phases, la phase solution solide CFC α Al et la phase tétragonale θ -CuAl₂ sont en équilibre. On observe que la dissolution du cuivre dans l'aluminium est très faible et qu'il y a tendance à formation de composés intermétalliques entre Al et Cu.

III-5-3-1-2. Mesures des paramètres cristallins de la phase θ -CuAl₂

La phase θ -CuAl₂ est de structure tétragonale, de groupe spatial I4/m mc (Fig. III-14 et III-15), de paramètres cristallins $a = b = 0,607$ nm et $c = 0,487$ nm avec le rapport $c/a = 0.802$.

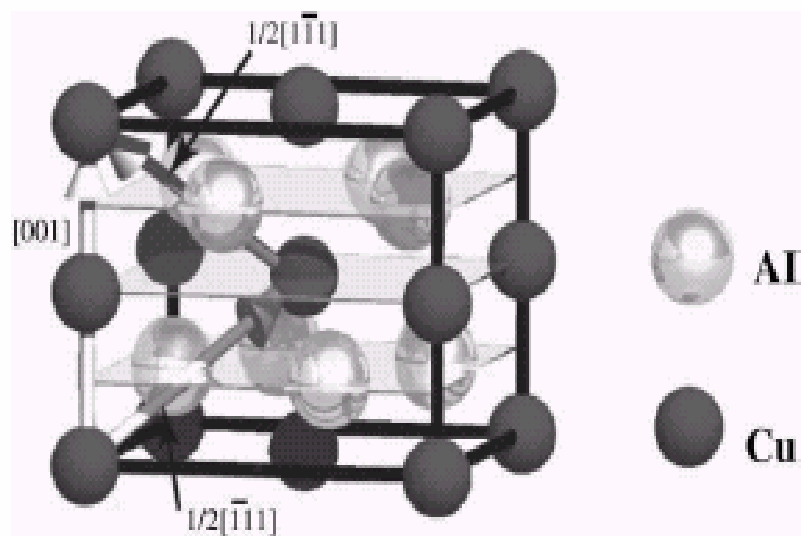


Figure III-14. Maille de la phase tétragonale θ -CuAl₂.

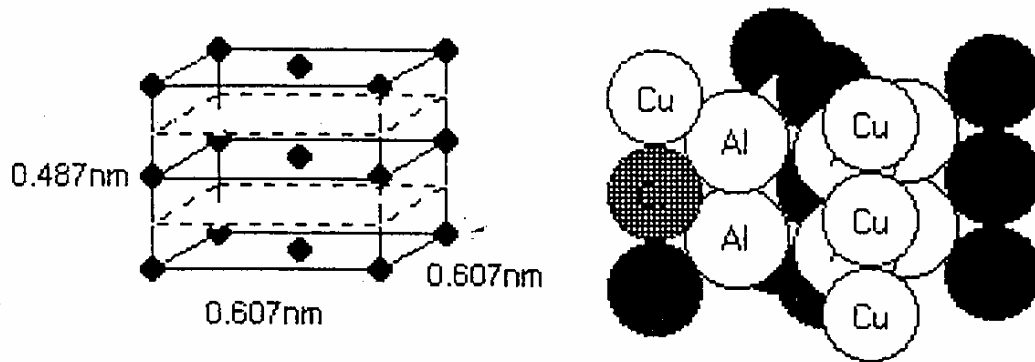


Figure III-15. La microstructure cristallographique habituelle de la phase tétragonale θ -CuAl₂ prévue en Al-Cu.

La microstructure de l'alliage ternaire HF Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn (\approx Al-15at.%Cu-15at.%Zn) est biphasée, un mélange de la phase solution solide CFC Al et la phase tétragonale θ -CuAl₂, où θ -CuAl₂ est la phase dominante dans cet alliage et a l'orientation préférentielle la plus élevée, $\% \theta = 95$, avec le pic le plus intense, la ligne de pic (110) θ -CuAl₂.

Pour l'évaluation expérimentale des paramètres cristallins de la phase tétragonale θ -CuAl₂ observée dans les alliages ternaires de fusion HF Al-Cu-Zn nous avons utilisées des lignes de pics (hkl) θ -CuAl₂ intenses de l'alliage.

Pour l'alliage Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn, la ligne la plus intense (110) θ -CuAl₂ située à la position angulaire $2\theta = 20.67^\circ$ est associée à la ligne (112) θ -Al₂Cu d'intensité relative 36 située à la position angulaire $2\theta = 42.07^\circ$. Les paramètres cristallins de maille extrapolées sont $a = b = 0.607$ nm et $c = 0,459$ nm avec un rapport $c/a = 0,82$ en bon accord avec les données standards usuelles de la phase tétragonale θ -CuAl₂ (Tab. III-9). On observe une légère dilatation du volume de réseau de la phase tétragonale θ -CuAl₂ due essentiellement à l'extension de la solution solide CFC Al dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn sous l'effet de Zn.

θ -CuAl ₂	a = b (nm)	c (nm)	c/a	Volume nm ³
Usuelle [27]	0.607	0.487	0.802	0.1794
Al-Cu [32]	0.6052	0.4870	0.8034	0.1792
Al-Cu [33]	0.6066(1)	0.4874(1)	0.8034	0.1793
Al-Cu [34]	0.6063(3)	0.4872(3)	0.8035	0.1791
Al-Cu [13]	0.6067(1)	0.4877(1)	0.8038	0.1795
RF Al-Cu [17]	0.6032(4)	0.4289(4)	0.7110	0.1580
HF Al-Cu-Zn [Travail présent]	0.6069(8)	0.4953(5)	0.8160	0.1793

Tableau III-9. Les paramètres caractéristiques de la phase tétragonale θ -CuAl₂

Une étude similaire a été faite avec des films minces d'alliages binaires RF Al-Cu. Pour un film mince RF Al-21.95at.%Cu (\approx Al-40wt.%Cu), d'orientation préférentielle $\theta = 90^\circ$ avec le (310) θ -CuAl₂ le plus intense située à la position angulaire $2\theta = 55.690^\circ$ et la ligne (112) θ -CuAl₂ avec une intensité relative de 69 située à la position angulaire $2\theta = 49.434^\circ$ mènent aux mesures expérimentales des paramètres de réseau de la phase tétragonale θ -CuAl₂. Nous observons que le réseau cristallin de la phase tétragonale θ -CuAl₂ a subi une compression en volume de 13% environ avec une vraie diminution en valeurs des paramètres de réseau dues au processus de pulvérisation sous martelage (Shot penning) des atomes accélérés des cibles composites vers le substrat en verre froid.

III-5-3-2. Mesures des paramètres cristallins de l'aluminium

La figure III-16 montre les variations du paramètre cristallin a_{Al} de la solution solide CFC α Al. L'aluminium pur de fusion HF donne une valeur du paramètre cristallin de l'ordre de 0.4003 nm beaucoup inférieure à celle de l'aluminium pur standard qui est de 0.4049 nm [7]. Cette différence de taille de - 0.0046 nm prouve que le paramètre de réseau de CFC Al de fusion HF a subi une compression de volume de l'ordre de 0.0022 nm³ sous les effets des conditions d'élaboration à haute fréquence.

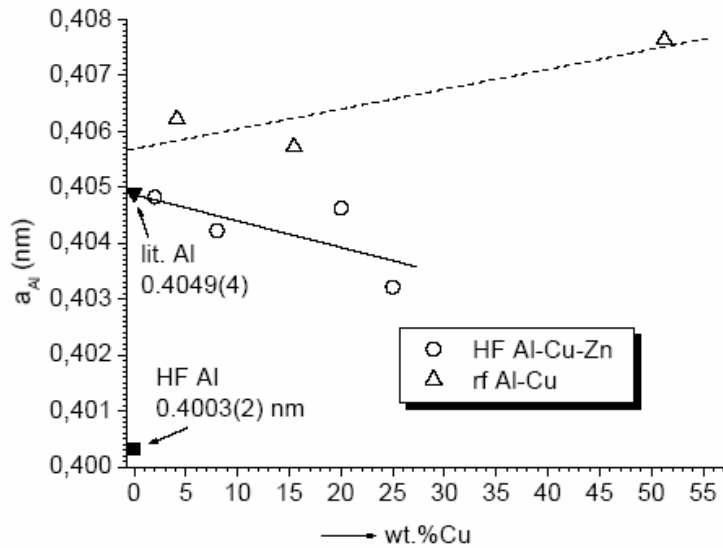


Figure III-16. Évolution de paramètre de réseau d'Al dans les alliages ternaire Al-Cu-Zn élaboré par fusion et les alliages binaire Al-Cu.

Nous observons que l'évolution de paramètre de réseau de CFC Al dans les alliages ternaires HF Al-Cu-Zn est une droite qui décroît avec l'augmentation des teneurs des éléments d'addition Cu et Zn. L'extrapolation de a_{Al} pour Al pur est d'environ 0.4048 (7) nm, en bon accord avec celui de Al standard qui est de 0.4049 nm. Dans les alliages binaires RF Al-Cu paramètre de réseau de CFC Al est d'environ de 0.4056 (8) nm. Cette différence est due à la présence de Zn dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn de solubilité élevée créant une extension de la solution solide CFC Al au-dessus de sa limite dans les alliages binaires Al-Cu [13].

III-6. Conclusion

Les propriétés microstructurales des alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn de fusion (HF) ont été étudiées par la méthode DRX et la microscopie optique où on a observé :

Pour les alliages binaires Al-Zn

- Solubilité totale de Zn dans la matrice aluminium.
- Les microstructures sont monophasées de solution solide CFC α Al avec une évolution linéaire du paramètre cristallin a_{Al} dans ces alliages.

Pour les alliages ternaires Al-Cu-Zn

- la microstructure est monophasée de solution solide CFC α Al pour la composition Al-2wt%.Zn-2wt%.Cu, par contre pour les alliages Al-8wt%.Zn-8wt%.Cu à Al-25wt%.Zn-25wt%.Cu nous observons qu'elle est biphasée où les deux phases identifiées sont la solution solide CFC α Al et la phase tétragonale θ (CuAl₂).

Les observations optiques montrent que les grains sont de formes presque sphériques, denses et régulièrement dispersés dans la matrice d'aluminium dans le système binaire Al-Zn, ces observations peuvent être expliquées par la tendance de grande solubilité du soluté, le zinc, dans le solvant, l'aluminium. La morphologie de solidification apparaît comme dendritique dans les alliages ternaires Al-Xwt%.Cu-Xwt%.Zn (X = 2, 8), et une croissance à grains de formes presque sphériques régulièrement réparties dans la matrice pour les compositions Al-Xwt%.Cu-Xwt%.Zn (X = 20, 25).

III-7. Références bibliographiques

- [1] R. Cesario and A. Brunetti, *Journal of X-Ray Science and Technology* 16 (2008), p.119.
- [2] EDXRF, site web: <http://www.panalytical.com/index.cfm?pid=133>.
- [3] A. Lankinen and al., *Journal of X-Ray Science and Technology* 16 (2008), p. 215.
- [4] B. D. Cullity, *Elements of X-ray diffraction*, 2nd edition Addison Wesley, MA, 1978.
- [5] H. Bedboudi, A. Bourbia, M. Draissia, M.Y. Debili, *Journal of Nano Research* Vol.3 (2008), p. 45.
- [6] JCPDS-ICDD 1997, 12 Campus Boulevard Newtown Square, PA 19073-3273 U.S.A.
- [7] ICDD 1997 carte N° 04-0787.
- [8] ICDD 1997 carte N° 04-0831.
- [9] T.B. Massalski, editor. *Binary Alloy Phase Diagram*. ASM, (1986).
- [10] S. Popovic and B. Grzeta, *CROATICA CHEMICA ACTA*, **72** (2–3) (1999), p. 621.
- [11] Hans LÖFFLER, D. Bergner, *Structure and structure development of Al-Zn alloys*, 1st ed. Library of Congress Card pending, Berlin, Germany(1995).
- [12] J. Axon and W. Hume-Rothery *Proc. Roy. Soc. A*193, (1948), p. 1.
- [13] M. Draissia, M.Y. Debili, *Central European Journal of Physics* CEJP 3(3) Springer, (2005), p. 395.
- [14] R.D. Arnell, R.I. Bates, *Vacuum*, 43(1), (1992), p. 105.
- [15] F.Sanchette, Tran Huu Loï, C. Frantz, *Surf. Coat. Technol.*, 74-75, (1995), p. 903.
- [16] M. Draissia, H. Boudemagh, M.Y. Debili, *Physica Scripta* 69(4), (2004), p. 348.
- [17] M. Draissia, M.Y. Debili, *J. of Crystal Growth* 270 (1–2), (2004), p. 250.
- [18] J.L. MURRAY, The aluminium-copper system, *International metals reviews*, 1985, vol. 30, n°5, Metals Society, London, ROYAUME-UNI (1976-1986), p. 211.
- [19] M. Draissia, M.Y. Debili, *J. of Metastable and Nanocrystalline Materials*, Vol. 22, (2004), p. 121.
- [20] H. Okamoto, Al-Mg (aluminum-magnesium), *Journal of phase equilibria*, vol. 19 n°6, (1998), p.598.
- [21] H. Okamoto, Al-Ti, *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, Springer Boston, Volume 14, Number 6 / décembre, (1993), p. 764.
- [22] J.L. Murray, The Al-Cr (aluminum-chromium) system, *Journal of Phase Equilibria*, Volume 19, Number 4 / aout (1998), p. 367.

- [23] UR Kattner UR Kattner, Al-Fe (Aluminum-Iron) in Phase Diagrams of Binary Iron Alloys, edited by H.Okamoto, (ASM International, Materials Park, OH, (1993), p. 2.
- [24] J.L. MURRAY, in "Binary alloy phase diagrams", Vol. 1 edited by T. B. Massalski, j. L. Murray, L. H. Bennett and H. Baker (American Society for Metals, Metals Park, Ohio, (1986), p. 184.
- [25] C. Vargel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod Paris (1979).
- [26] S. Popovic and B. Grzeta, CROATICA CHEMICA ACTA, 72 (2-3), (1999), p. 621.
- [27] JCPDS-ICDD 1997 card 25-0012.
- [28] M. Draissia, Doctorat en sciences, Universit  Badji-Mokhtar* Annaba, (2004) Alg rie.
- [29] A.J. Bradley, P.H. Jones, J. Inst. Met. (London) 51 (1933), p. 131.
- [30] E.E. Havinga, H. Damsma, P. Hokkeling, J. Common Met.. 27 (1972), p. 169.
- [31] A. Meetsma, J.L. DE Boer, S. Van Smaalen, J. of Solid State Chemistry 83 (1989), p. 370.
- [32] A.J. Bradley, P.H. Jones, J. Inst. Met. (London) 51 (1933), p. 131.
- [33] E.E. Havinga, H. Damsma, P. Hokkeling, J. Common Met.. 27 (1972), p. 169.
- [34] A. Meetsma, J.L. DE Boer, S. Van Smaalen, J. of Solid State Chemistry 83 (1989), p. 370.

Etude thermique des alliages ternaires Al-Cu-Zn

IV-1. Introduction

La détermination des températures de transitions de phases, de fusion et de cristallisation des matériaux dans les alliages ternaires (HF) Al-Cu-Zn permet d'étudier le comportement de ces alliages par influence des traitements thermiques directs et continus.

La calorimétrie à balayage différentiel, DSC (Differential Scanning Calorimetry), est une technique, à flux de chaleur, utilisée pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'ils sont soumis à un chauffage ou un refroidissement. Les courbes DSC permettent de déterminer toutes transformations de phases, fluctuations creuses ou convexes sur les courbes DSC, suites à une fusion ou cristallisation induites respectivement par absorption ou dégagement de flux chaleur.

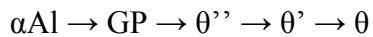
Dans ce chapitre, les alliages ternaires (HF) Al-Cu-Zn ont subits des analyses thermiques par DSC où les courbes DSC sont étudiées pour déterminer les températures de transitions de phases, par les pics endothermiques de fusion et exothermiques de cristallisation de ces matériaux. Des analyses microstructurales par DRX à température ambiante ont suivis.

IV-2. Les transformations de phases dans les alliages Al-Cu

IV-2.1. Les zones de Guinier-Preston dans les alliages Al-Cu

Parmi les alliages à durcissement structural, le système Al-Cu est connu comme modèle (Al-4wt.%Cu) pour les alliages industriels. Les zones de Guinier-Preston (Fig. IV-1) [1,2], découvertes en 1938 dans des alliages Al-Cu, sont des petits rassemblements d'atomes d'éléments minoritaires qui se forment dans les premières étapes du durcissement de certains alliages. En forme de disques d'épaisseur monoatomique dans les alliages Al-Cu.

Les solutions solides sursaturées de ce système, trempées, conduisent à un précipité d'équilibre, suivant les séquences suivantes:



Où αAl est la solution solide CFC Al, θ'' et θ' sont les phases métastables semi-cohérentes avec le réseau de leur matrice et θ est le précipité d'équilibre incohérent avec le réseau, soit la phase tétragonale CuAl_2 [3].

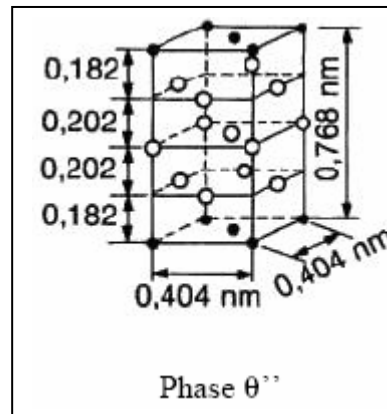
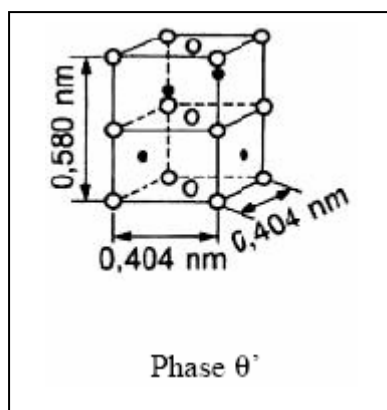
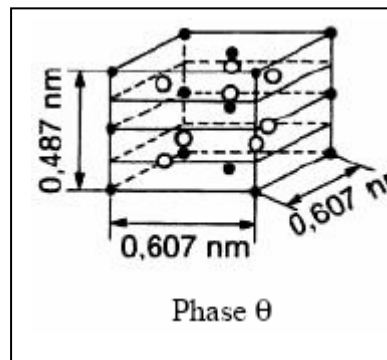
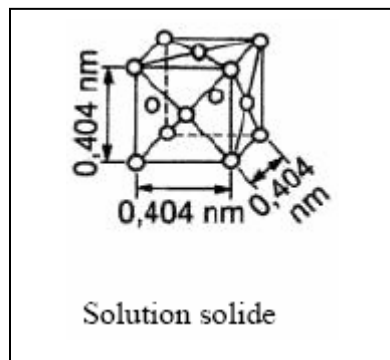
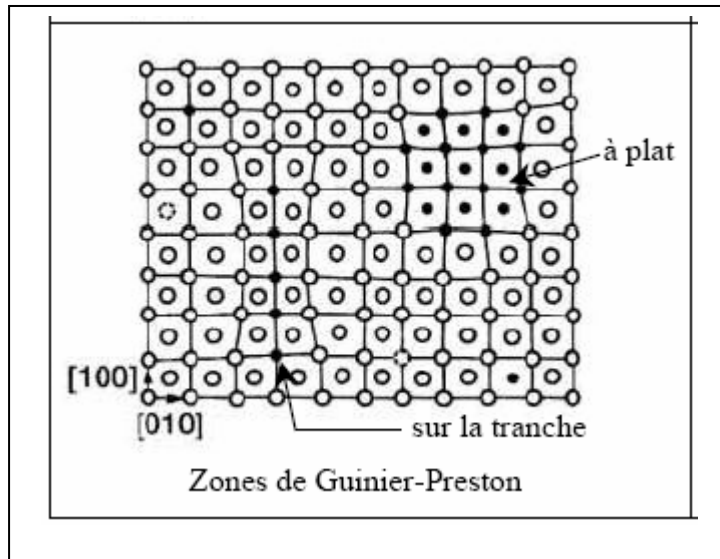


Figure IV-1. Zones GP et précipités dans les alliages à base Al-Cu.

IV-3. Analyse thermique des alliages (HF) Al-Cu-Zn

IV-3-1. Description générale de la DSC

Les températures et les enthalpies de transformation de phases sont déterminées par analyse calorimétrique utilisant la méthode de mesure par calorimétrie différentielle à balayage, la DSC (Differential Scanning Calorimetry). Cette technique est employée pour étudier le comportement microstructural d'un matériau placé bien appuyé au fond d'un creuset en fonction de la température de chauffage en augmentation continue et constante avec un creuset de référence nécessaire pour mesurer les écarts de températures, soit le flux de chaleur ΔT (Fig. IV-2).

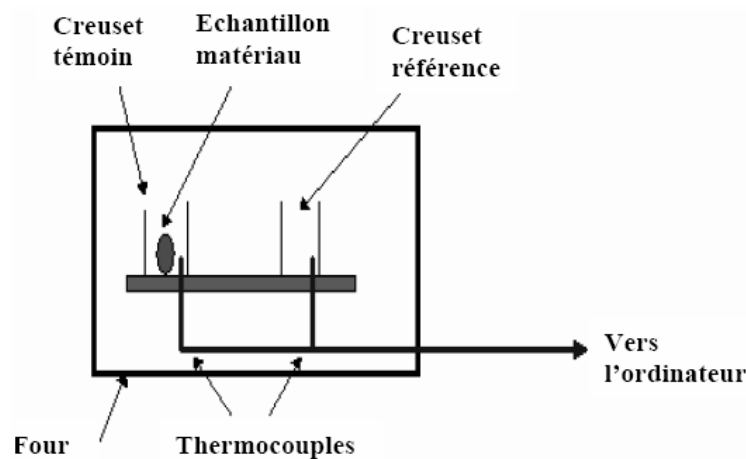


Figure IV-2. Schéma du dispositif de mesure DSC

Les courbes de DSC permettent de déterminer directement les températures de transformation et de mesurer les valeurs des énergies de la transformation. Le flux thermique de l'échantillon bien appuyé sur son creuset est traduit en signal électrique et est opposé à celui d'un témoin du creuset de référence soumis au même cycle thermique où la différence est enregistrée en fonction de la température, en croissance dans les transformations de phases en cristallisation et en décroissance pour la fusion. La surface de courbe de transformation de phases en cristallisation ou en fusion permet de mesurer la chaleur latente de cristallisation ou en fusion du matériau en prenant comme températures de cristallisation T_c ou de fusion T_f , les températures de sommet ou du fond de courbe de la transformation traduite par une fluctuation convexe d'augmentation ou creuse de diminution du flux de chaleur sur la courbe DSC enregistrée.

Comme de l'énergie est apportée au matériau étudié pour obtenir sa fusion, fluctuation creuse de la courbe DSC, nous sommes dans le cas d'une transition, dite endothermique. Dans une fluctuation convexe de la courbe DSC, la transition est dite exothermique où elle se traduit par dégagement de chaleur par le matériau en phase de recristallisation.

IV-3-2. Procédure expérimentale

Le dispositif utilisé est un appareil (DSC METTLER-TOLEDO DSC30) qui permet des balayages en température sur une gamme de -150 à 400°C à des vitesses n'excédant pas les 10°C/min. Donc, une température bien inférieure à la température de fusion de l'aluminium (660°C).

Dans notre étude, nous avons choisi de travailler sur des échantillons de masse variant de 50 à 90 mg avec une cinétique de chauffage constante de 10°C/min. L'échantillon de matériau d'alliage ternaire (HF) Al-Cu-Zn à tester, placé au fond d'un creuset en aluminium, ainsi que la référence qui est un creuset d'aluminium vide sont introduits dans une enceinte hermétique, balayée par en continu par un gaz inerte l'argon et régulée en température.

La différence de températures entre la cellule témoin creuset-échantillon et la cellule référence du creuset vide est détectée en permanence en signaux transformés en thermogrammes représentant les compensations de puissance calorifique qui sont enregistrées à pression constante en fonction de la température, ce qui permet d'obtenir une courbe DSC.

Lorsque l'échantillon de matériau étudié subit une transformation de phase par cristallisation ou fusion, le dégagement ou l'absorption de chaleur qui résulte va donner une fluctuation correspondante de température ΔT , exothermique ou endothermique respectivement. Par la mesure de cette fluctuation ΔT de forme convexe ou creuse, on peut estimer le flux de chaleur dégagée ou absorbée par l'échantillon de matériau. Cette opération est réalisée par ordinateur en tenant compte différences d'inerties thermiques.

IV-3-3. Etude par DSC des alliages (HF) Al-Cu-Zn

IV-3-3-1. Thermogrammes DSC des alliages

IV-3-3-1-1. DSC de l'Alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn :

La figure IV-3 donne la courbe de DSC de l'alliage ternaire de fusion HF Al-25wt%Cu-25wt%Zn (\approx Al-15at.%Cu-15at.%Zn) soumis à un balayage constant et continu en température dans le sens de chauffage allant de -50 à $+350^\circ\text{C}$.

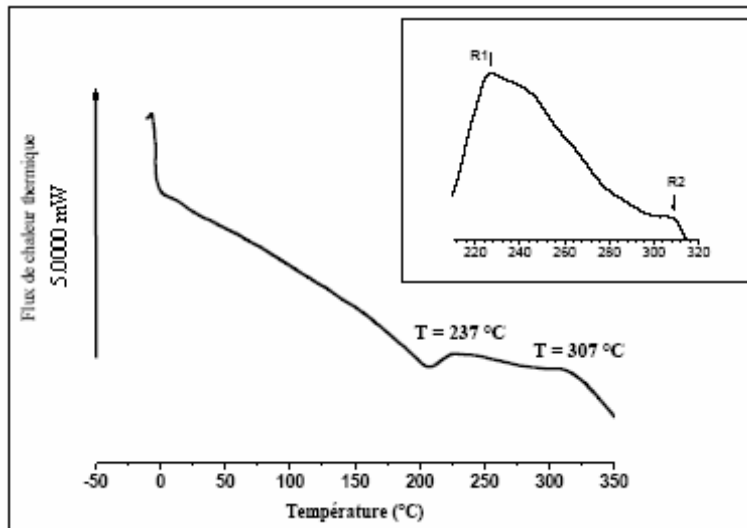


Figure IV-3. Courbe DSC de l'alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn

Dans le thermogramme de DSC de cycle de chauffages -50 à 350°C de l'alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn obtenu, on peut assister à des transformations ou créations des phases à 2 températures successives :

$T_1 = 237^\circ\text{C}$, transformation de phase exothermique de cristallisation

$T_2 = 307^\circ\text{C}$, transformation de phase exothermique de cristallisation

Le thermogramme de la figure VI-3 montre 2 signaux de flux de chaleur exothermiques, fluctuations convexes sur la courbe DSC de transitions de phase par recristallisation.

Le premier pic exothermique est détecté à la température $T_1 = 237^\circ\text{C}$. Il se rapporte à une transition de recristallisation, création de phases avec une enthalpie de réaction de $88,71 \text{ J/g}$. La réaction de création de phases par recristallisation peut se présenter comme étant (Eq. IV-1) :



Le deuxième effet thermique sur le matériau étudié se présente comme un pic de réaction de transition de phases exothermique à une température supérieure au premier, $T_2 = 300^\circ\text{C}$.

Il se rapporte aussi à une création de phase, avec l'enthalpie de réaction de 14,44 J/g. La réaction (Eq. IV-2) :



A partir de ces résultats expérimentaux observés sur les alliages de composition Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn (correspondant à Al-15at.%Cu-15at.%Zn) et en se basant sur 2 diagrammes d'équilibre du système ternaire Al-Cu-Zn (en composition at.%) aux températures d'étude $T = 240^\circ\text{C}$ pour la figure IV-4 et $T = 300^\circ\text{C}$ pour la figure IV-5 [9], il nous est possible de déduire que dans notre alliage ternaire Al(riche)-Cu-Zn (en composition wt.%) que :

1- à $T = 240^\circ\text{C}$ il y a eu création de 2 phases, la phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ (τ') de structure Rhomboédrique et de paramètre cristallin $a = 0,867 \text{ nm}$ et d'angle $\alpha = 27,41^\circ$ [5, 6, 7] et la phase Zn (η) a une structure Hcp et de groupe d'espace $P6_3/mmc$ avec des paramètres cristallins $a = 0,266 \text{ nm}$ et $c = 0,494 \text{ nm}$, cette dernière a été observée aussi dans le zinc pur à la température 22°C et qui peut dissoudre jusqu'à 1,5 at.%Cu à 424°C [8].

2- à $T = 300^\circ\text{C}$ il y a création de la phase $\text{Cu}_5\text{Zn}_2\text{Al}_3$ (τ), de structure Cubique et de groupe d'espace $Pm\bar{6}m$ avec 2 atomes par unité de maille et des paramètres cristallins de maille variant entre 0,290 nm dans les alliages Al-40at.%Cu-7at.%Zn ($\text{Cu}_{40}\text{Zn}_7\text{Al}_{53}$) et 0,293 pour les alliages Al-46at.%Cu-20at.%Zn ($\text{Cu}_{46}\text{Zn}_{20}\text{Al}_{34}$) [5].

Avec la présence toujours de la solution solide CFC αAl dans les deux cas, $T = 240^\circ\text{C}$ et $T = 300^\circ\text{C}$.

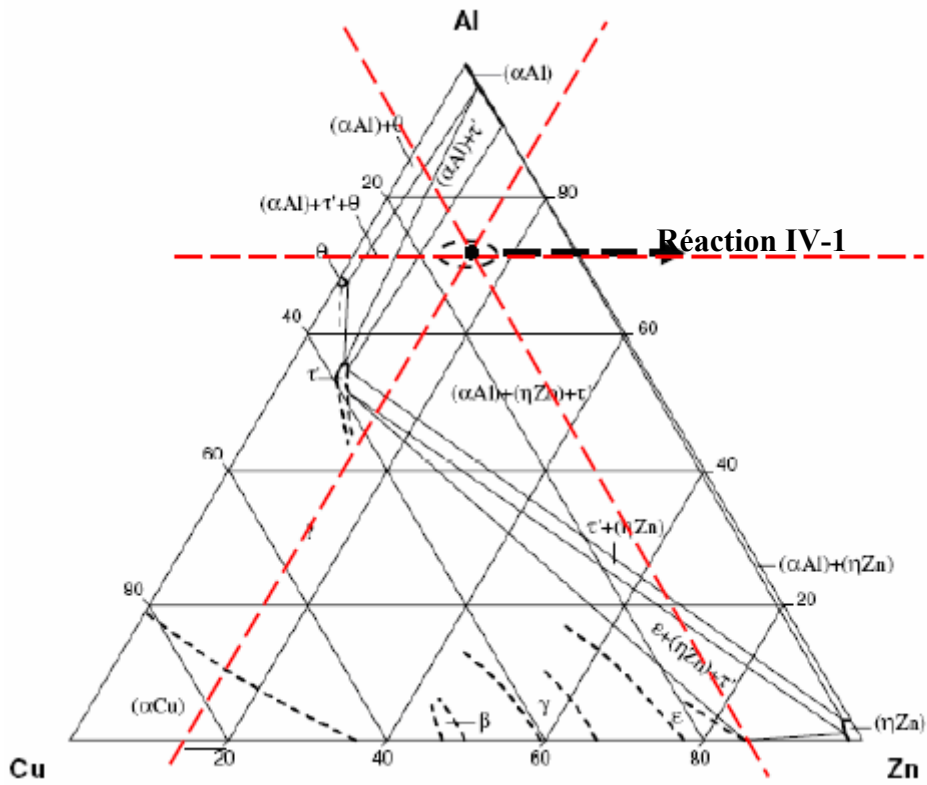


Figure IV-4. Diagramme d'équilibre de phases du système ternaire Al-Cu-Zn à 240°C.

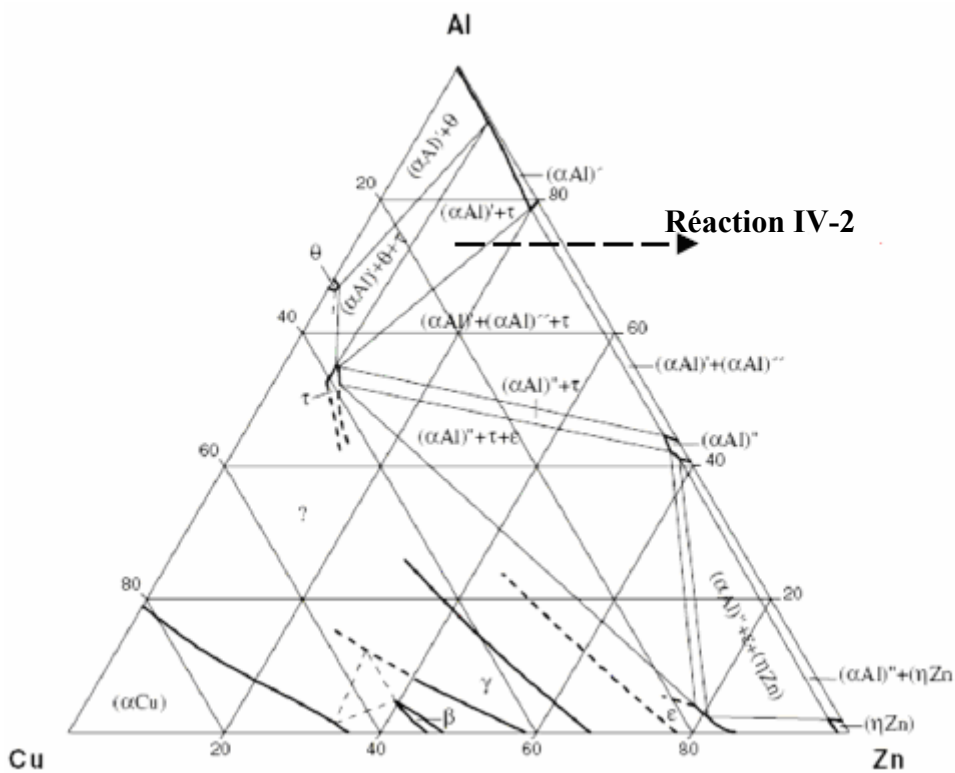


Figure IV-5. Diagramme d'équilibre de phases du système ternaire Al-Cu-Zn à 300°C.

IV-3.3.1.2. DSC de l'Alliage Al-20wt%Cu-20wt%Zn :

La figure IV-6 donne la courbe thermogramme de DSC de l'alliage ternaire de fusion HF Al-20wt%Cu-20wt%Zn (\approx Al-11at.%Cu-11at.%Zn) soumis à un balayage constant et continu sur une gamme de température dans le sens de chauffage entre s'étalant de -50 à +200°C.

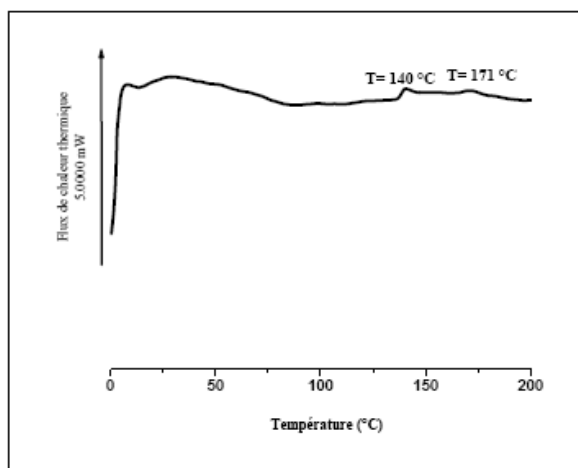


Figure IV-6. Courbe de DSC de l'alliage Al-20wt%Cu-20wt%Zn

D'après la courbe thermogramme DSC de cycle de chauffages de -50 à +200°C de l'alliage Al-20wt%Cu-20wt%Zn obtenue, on peut observer 2 pics de transformations de phase exothermiques à :

$$T_1 = 140^\circ\text{C}$$

$$T_2 = 171^\circ\text{C}$$

Comme l'alliage ternaire de fusion HF Al-20wt%Cu-20wt%Zn (correspondant à Al-11wt.%Cu-11wt.%Zn) a des compositions en masse de cuivre et de zinc plus proches de celles de l'alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn, avec une différence de 5% dans l'élément de base, la matrice en aluminium, on peut déduire que les phases créées par recristallisation dans cet alliage sont celles des Réactions IV-1 et IV-2 dans les mêmes systèmes (Fig. IV-4 et IV-5) avec décalage dans la température pour l'alliage Al-20wt%Cu-20wt%Zn où on a donc :

1- à $T_1 = 140^\circ\text{C}$, la réaction de présence de la phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ (τ') et la phase Zn (η) qui se rapporte à l'enthalpie de réaction de 950,32 J/g.

2- et à $T_2 = 171^\circ\text{C}$, la présence de la phase $\text{Al}_3\text{Cu}_5\text{Zn}_2$ (τ) qui se rapporte à l'enthalpie de réaction de 49,03 J/g.

IV-3-3-1-3. DSC de l'Alliage Al-8wt%Cu-8wt%Zn :

La figure IV-7 donne la courbe thermogramme de DSC de l'alliage ternaire de fusion HF Al-8wt%Cu-8wt%Zn (\approx Al-4at.%Cu-4at.%Zn) soumis à un balayage en température constant et continu dans le sens de chauffage allant de -50 à $+350^\circ\text{C}$.

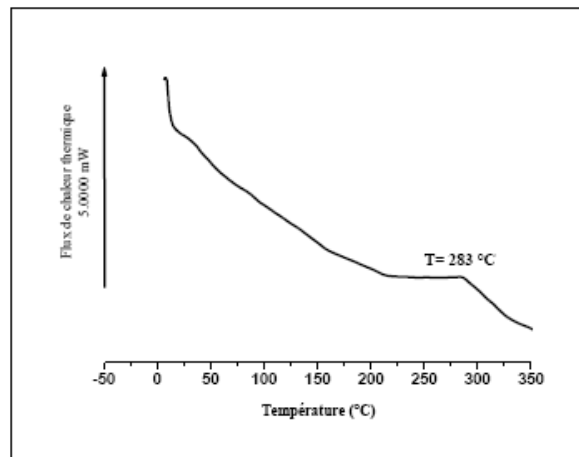


Figure IV-7. Courbe DSC de l'alliage ternaire (HF) Al-8wt%Cu-8wt%Zn

L'analyse thermique différentielle DSC de l'échantillon de l'alliage ternaire (HF) Al-8%Cu-8wt%Zn (fig. IV-7), a donné une courbe DSC caractérisée par une seule fluctuation convexe de pic exothermique (dégagement de chaleur) de la variation de l'énergie du flux de chaleur lors de l'élévation constante et continue de la température de chauffage.

D'après le diagramme d'équilibre de phases à la température 240°C [4] (Fig. IV-8), on observe pour l'alliage Al-8wt%.Cu-8wt%.Zn (correspondant à Al-4at%.Cu-4at%.Zn) deux phases, le solution solide αAl et la phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ (τ') de structure Rhomboédrique et de paramètre cristallin $a = 0,867 \text{ nm}$ et d'angle $\alpha = 27,41^\circ$ [5, 6, 7]. Donc, une transformation (création) de phase exothermique de recristallisation à la température de chauffage de :

$T_1 = 283^\circ\text{C}$, Il se rapporte à une création (transition) de phase (Eq. IV-3) avec l'enthalpie de réaction de $540,85 \text{ J/g}$. La réaction (Eq. IV-3) :



On a obtenu pour l'alliage Al-25wt%Cu-25wt%Zn à cette température la présence de deux phase T' et τ , par contre dans cet alliage et presque à même température, on signale que la phase τ est disparaît, ceci montre que la diminution en composition massique (atomique) du cuivre et de zinc (défèrece de 17%) conduit a la disparition de la phase τ .

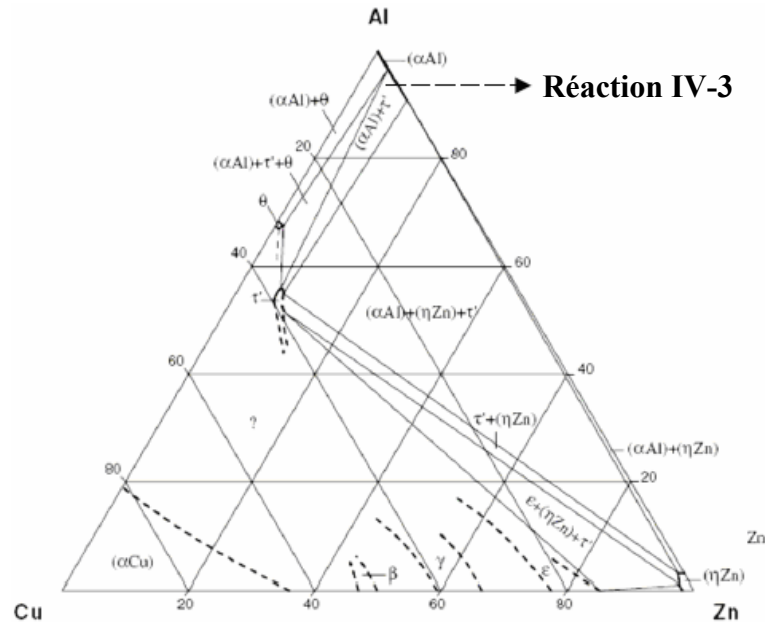


Figure IV-8. Diagramme d'équilibre de phase des systèmes ternaires Al-Cu-Zn à $T = 240^{\circ}\text{C}$.

IV-3-3-1-4. DSC de l'Alliage Al-2wt%Cu-2wt%Zn

La figure IV-9 donne la courbe de DSC de l'alliage Al -2%Cu-2wt%Zn (\approx Al-1at.%Cu-1at.%Zn) soumis à un balayage en température constant et continu dans le sens de chauffage entre -50 et $+350^{\circ}\text{C}$.

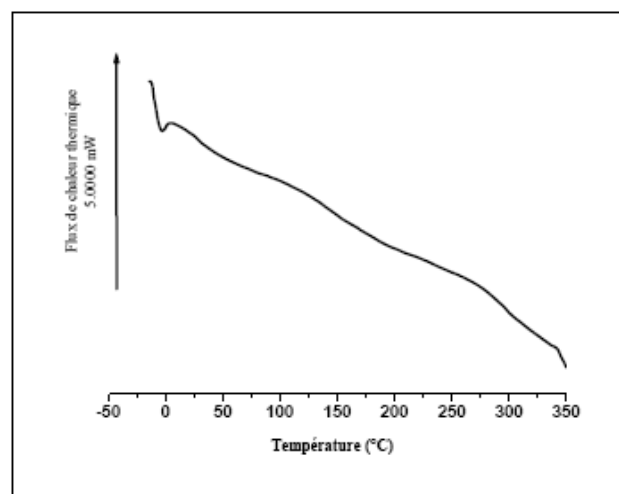


Figure IV-9. Courbe DSC de l'alliage ternaire (HF) Al-2wt%Cu-2wt%Zn

La courbe thermogramme DSC enregistrée pour l'échantillon de matériau de l'alliage Al-2wt%Cu-2wt%Zn (correspondant à Al-1at.%Cu-1at.%Zn) et montrée par la figure IV-9 ne révèle aucune transformation de phase qui peut y avoir lieu durant le cycle de chauffage constant et continu entre -50°C et +350°C. Donc, le chauffage à une température aux environs de +400°C ne favorise pas de transformation ou création de phase dans ces compositions nominales $\leq 2\text{wt.Cu}$ et $\leq 2\text{wt.Zn}$ dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn.

IV-4. Analyse microstructurale par DRX après chauffage

IV-4-1. Recherche de transformation de phases

IV-4-1-1. Diagramme de phases

En adoptant les diagrammes d'équilibre de phases du système ternaire d'alliages Al-Cu-Zn (Fig. IV-10) [9] les plus probables, les phases susceptibles d'apparaître dans ce système sont les phases :

La phase tétragonale $\text{CuAl}_2(\theta)$,

La phase cubique $\text{Al}_3\text{Cu}_5\text{Zn}_2(\tau)$,

La phase hexagonale CuZn_5 et

La phase HCP $\text{Zn}(\beta)$

qui sont en équilibre avec la phase CFC Al.

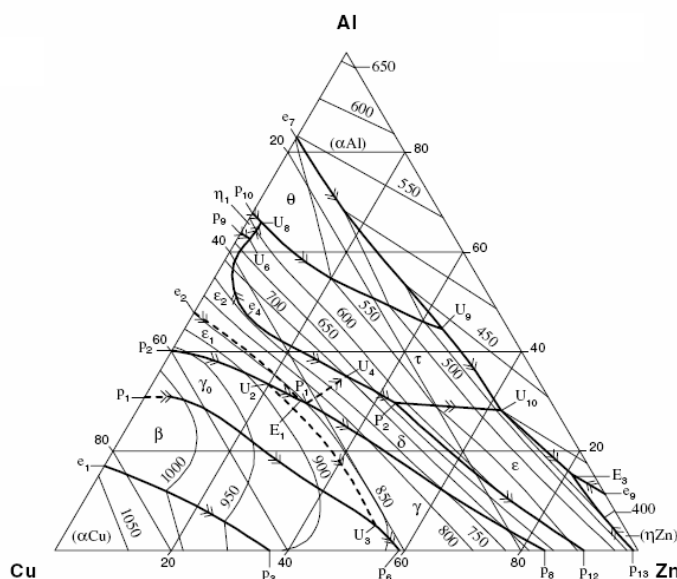


Figure IV-10. Diagramme de phases ternaire Al-Cu-Zn à la température ambiante.

IV-4-1-2. Description des phases

Les phases $\text{Al}_3\text{Cu}_5\text{Zn}_2(\tau)$, CuZn_5 et HCP $\text{Zn}(\beta)$ ne se forment que seulement dans les alliages aux grandes concentrations de Cu et Zn.

Une phase ternaire de composé intermétallique $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ stable à température ambiante a été observée après traitement thermique des alliages du système ternaire Al-Cu-Zn [10].

La phase CuZn_5 , qui apparaît dans les alliages contenant de 78 à 87wt.%Zn, a une structure hexagonale de groupe d'espace $p6/mmc$ [11] avec des paramètres de maille variant aux alentours de $a = 0,274 \text{ nm}$ et $c = 0,492 \text{ nm}$ avec un rapport c/a de 1,8 et peut dissoudre jusqu'à 5 wt.%Al.

La phase $\text{Al}_3\text{Cu}_5\text{Zn}_2(\tau)$, apparaît dans une gamme homogène de compositions de 56 à 58wt.%Cu et 10 à 30wt.%Zn. La phase $\text{Al}_3\text{Cu}_5\text{Zn}_2(\tau)$ a structure Cubique, de groupe d'espace $Pm\bar{6}m$, 2 atomes par unité de maille, avec des paramètres variant entre 0,291 nm pour les alliages à compositions 57wt.%Cu et 10wt.%Zn et 0,294 nm pour 57wt.%Cu et 25wt.%Zn [12]. Elle apparaît aussi dans les alliages de compositions Al-40wt.%Cu-7wt.%Zn avec pour paramètres de maille 0,2904 nm et 0,2932 nm dans les alliages de compositions Al-46wt.%Cu-20wt.%Zn [5].

Une phase stable de composé intermétallique ternaire (Al, Cu, Zn) est très susceptible d'apparaître dans alliages ternaires Al-Cu-Zn après traitement thermique à partir des phases Cu_5Zn_8 , Al_4Cu_9 et CuZn_4 , la phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ (Fig. IV-10). La phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ est de structure Rhomboédrique et de paramètres de maille 0,8676 nm et $\alpha = 27,41^\circ$, [6, 7].

La formule dérivée III-2 de la loi de Bragg III-1 permet de déterminer les distances réticulaires d_{hkl} en fonction du paramètre de maille (Eq. IV-4) et d'indexer les pics de diffraction sur les diffractogrammes DRX pris pour les échantillons après chauffage DSC ($< 400^\circ\text{C}$). L'équation IV-4 [13] permet de trouver les lignes de pics (hkl) théoriques et les comparer aux lignes de pics d'indexation sur les diffractogrammes DRX.

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha)} \quad (\text{IV-4})$$

IV-4-1-3. Reconnaissance des phases par DRX

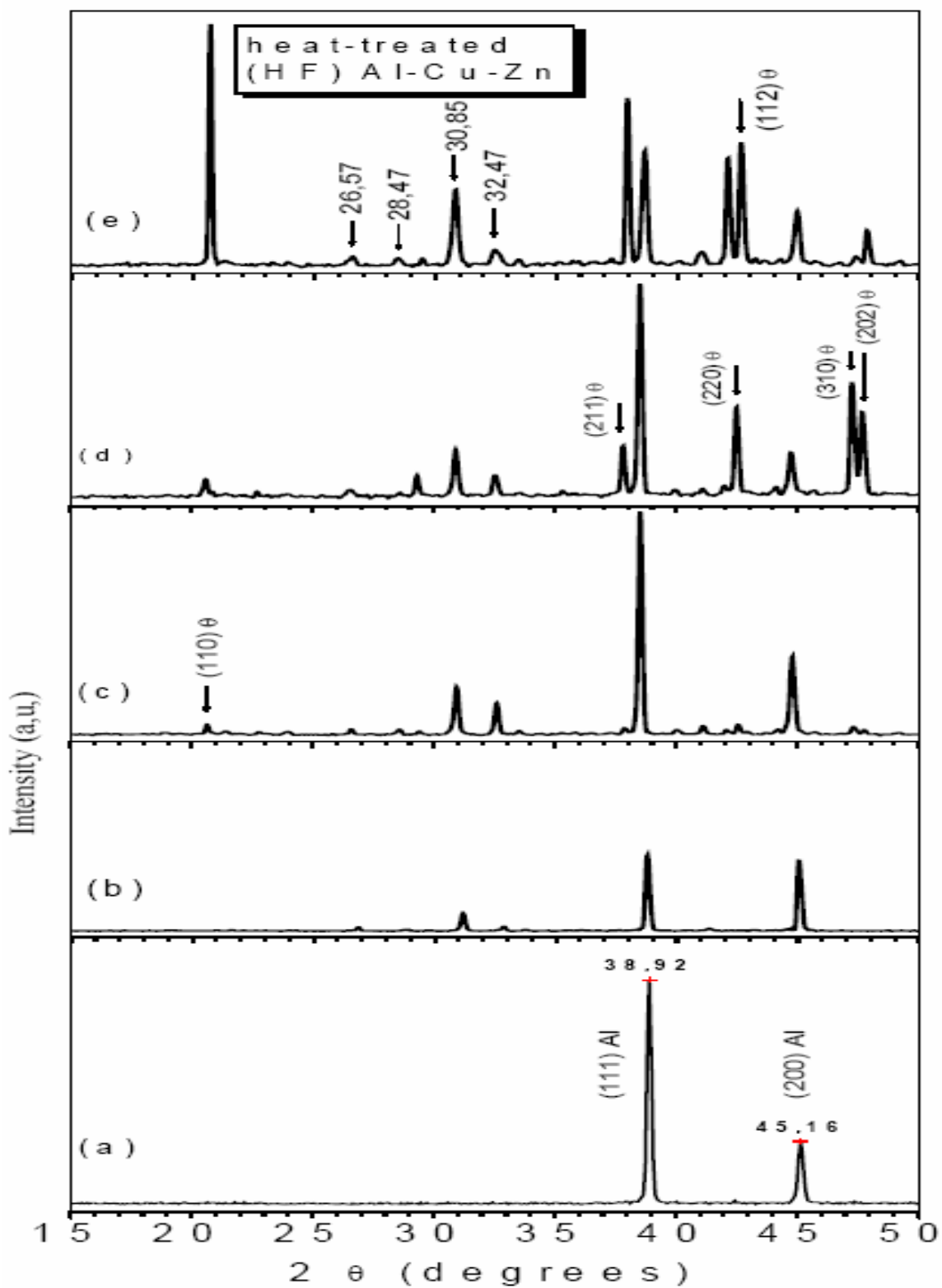


Figure IV-11. Diffratogrammes DRX des alliages ternaires (HF)

Al-0 à 25wt.%Cu-25wt.%Zn.

La figure IV-11 montre les parties de spectres des diffractogrammes DRX à la température ambiante des alliages ternaires de fusion HF Al-Cu-Zn après étude thermique (500°C/1h). La phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ [10] susceptible d'être diffracté par transition de phase après chauffage DSC apparaît sur une gamme angulaire $2\theta_{\text{hkl}}$ inférieure 50°.

Les positions angulaires $2\theta_{\text{hkl}}$ observées sur les diffractogrammes des alliages ternaires Al-8 à 25wt.%Cu-8 à 25wt.%Zn hors les lignes de pics (hkl)Al et (hkl)CuAl₂ semblent bien appartenir à la phase stable à température ambiante, la phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ [10]. Cette phase ternaire apparaît après traitement thermique des alliages ternaires Al(riche)-Cu-Zn.

Les positions angulaires mesurées $2\theta_{\text{hkl}}$ aux lignes de pics (hkl) de phases inconnues sur les diffractogrammes DRX de l'alliage ternaire Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn seront comparées à celles calculées pour les 2 phases ternaires connues $\text{Al}_3\text{Cu}_5\text{Zn}_2(\tau)$ [5] et $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ [10].

Aux positions angulaires mesurées $2\theta_{100} = 26,57^\circ$ ($d_{100} = 0,3351$ nm) et l'intensité relative $I = 6$ (%), $2\theta_{211} = 28,47^\circ$ ($d_{211} = 0,3131$ nm) et $I = 7$ (%), $2\theta_{221} = 30,85^\circ$ ($d_{221} = 0,2895$ nm) et $I = 32$ (%) et $2\theta_{333} = 32,47^\circ$ ($d_{333} = 0,2754$ nm) avec $I = 9$ (%) correspondant les positions angulaires mesurées $2\theta_{100} = 25,25^\circ$, $2\theta_{211} = 28,83^\circ$, $2\theta_{221} = 30,79^\circ$ et $2\theta_{333} = 32,15^\circ$ seulement pour la phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$, Toutes ces lignes de pics (hkl) de diffraction correspondantes seulement à celles de la phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ sont dues à la grande différence des paramètres de réseau des 2 phases τ avec $a = 0,8676$ nm [10] et τ' avec $a = 0,2904$ nm ou $0,2932$ nm [5].

Il est bien établi que la phase ternaire ordonnée $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ de structure Rhomboédrique et de paramètres de maille $a = b = c = 0,8676$ nm et $\alpha = 27,41^\circ$ peut exister à température ambiante après chauffage à des températures inférieures à la température de fusion du zinc (420°C) dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn [6, 7] et même dans des alliages quaternaires Al-Cu-Zn-Si [14]. L'étude thermique par DSC sur des alliages ternaires Al-Cu-Zn à des températures inférieures à 400°C a montré que ces températures sont des précurseurs de précipitation de la phase ternaire ordonnée $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ de structure Rhomboédrique [Présent travail], ce qui confirme bien la réaction de formation de cette phase à 350°C [14].

Il a été trouvé que l'existence de cette même phase est liée à une certaine réaction de phases avec les solutions solides FCC Al(α) et HCP Zn(β), les composés intermétallique de phases CuZn_4 et CuZn sur une gamme de températures de 250-350°C [15,16].

Des observations similaires ont été faites sur un ensemble d'alliages ternaires Al(52-60 wt.%)-Cu(35-40 wt.%)-Zn(5-10 wt.% wt.) [10]. Les traitements thermiques homogènes et les études thermiques par DSC qui utilisent des chauffages continus avec des cinétiques constantes de l'ordre de 10°C/mn ont fait montrer que la phase ordonnée Rhomboédrique $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ est détecté à une

température de 20°C, ce qui certifie bien son existence comme phase stable dans les alliages ternaires Al-Cu-Zn à la température ambiante.

IV-4-2. Microstructure après analyse thermique

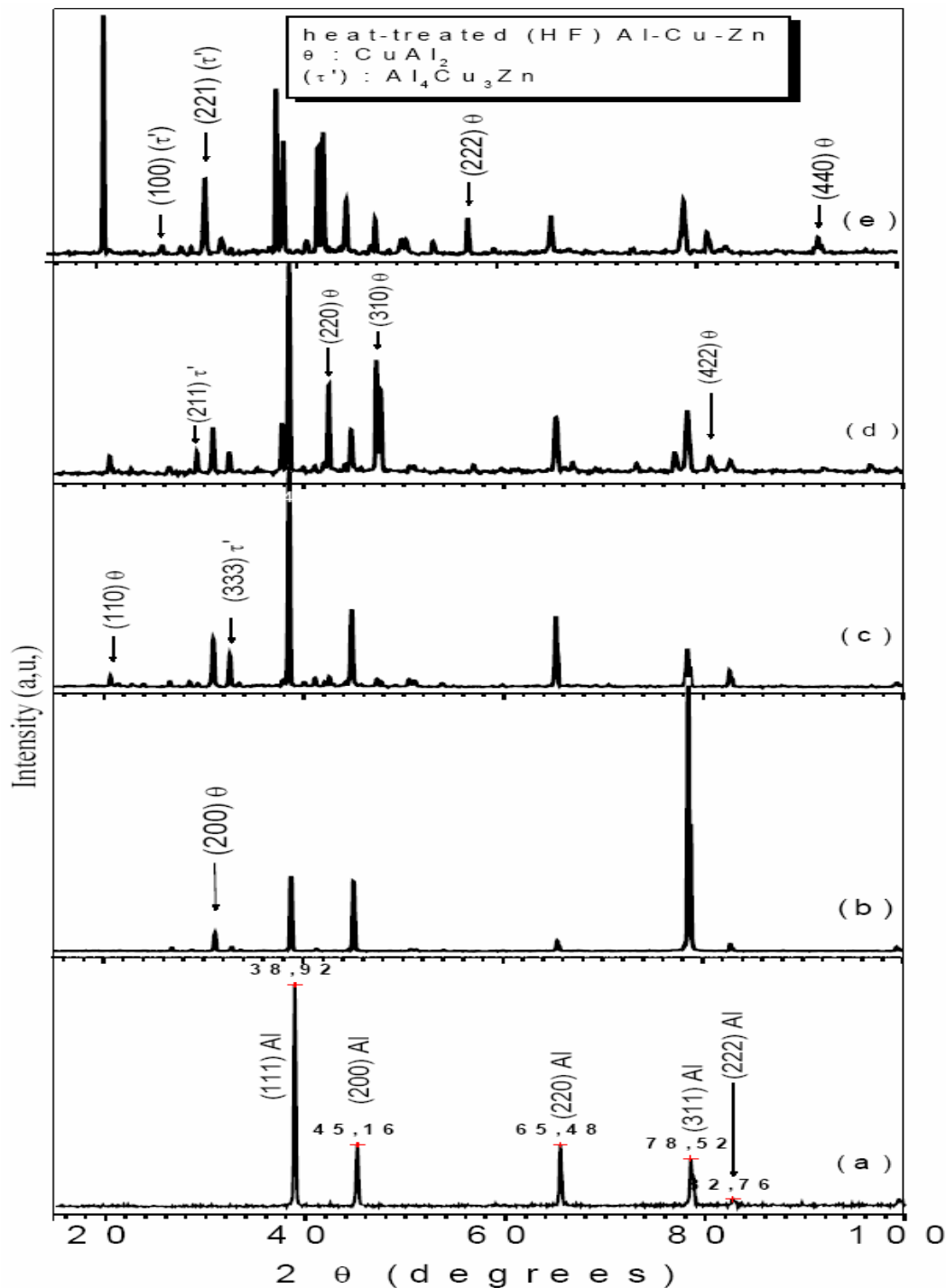


Figure IV-12. Diagrammes DRX des alliages ternaires Al-Xwt.%Cu- Xwt.%Zn de fusion HF après étude thermique (b, c, d et e : X = 2, 8, 20 et 25).

La figure IV-12 montre les spectres diffractogrammes DRX des alliages ternaires Al-0 à Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (X = 2, 8, 20 et 25) de fusion HF après étude thermique. Les diffractions DRX des alliages ternaires après traitement thermique, étude DSC aux environs de -50 à $+400^{\circ}\text{C}$, ont été réalisées dans les mêmes conditions que dans le cas de ces alliages à base d'aluminium de fusion HF analysés par DRX à l'état brut, les alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn. L'analyse microstructurale est faite en comparaison avec l'aluminium pur (Fig. IV-12 a) utilisé dans ces alliages et élaboré par fusion HF et caractérisé par DRX dans les mêmes conditions.

Pour l'alliage Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn à l'état traité, le diagramme de diffraction de cet alliage (fig. VI-12-b) montre que la microstructure de cet alliage se présente comme étant monophasée de solution solide CFC Al, où on trouve les raies (111)Al, (200)Al, (220)Al, (311)Al et (222)Al caractéristiques cette phase. Le pic le plus intense (311)Al est situé à 2θ de $78,55^{\circ}$, par contre, le pic le plus intense dans l'alliage Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn à l'état brut est (111)Al qui est situé à $2\theta = 38,45^{\circ}$, ceci est dû à une recristallisation de l'alliage sous l'effet de traitement thermique (500°C , 1h).

L'état traité de l'alliage Al-8wt.%Cu-8wt.%Zn induit une microstructure triphasée dans cet alliage. Celle-ci consiste en un mélange de trois phases : la solution solide CFC Al, la phase intermétallique tétragonale $\theta\text{-CuAl}_2$ et l'apparition de la phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ de structure rhomboédrique. Le pic le plus intense est (111)Al, situé à $2\theta = 38,45^{\circ}$. On observe l'apparition du nouveau pic (333) τ' localisé à $2\theta = 32,59^{\circ}$ due au traitement thermique (500°C , 1h) et confirmé aussi dans l'étude thermique par DSC.

La microstructure de l'alliage Al-20wt.%Cu-20wt.%Zn est triphasée, elle est constituée d'un mélange de solution solide CFC Al en équilibre avec la phase tétragonale $\theta\text{-CuAl}_2$ et la phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$. Cette microstructure montre que le pic (111)Al apparaît toujours comme étant le pic le plus intense à l'état brut et à l'état traité. On observe que les pics (211) et (333) de la phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ situés respectivement à 2θ de $29,29^{\circ}$ et $32,47^{\circ}$ apparaissent dans cet alliage après traitement thermique.

Pour l'alliage Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn, on trouve que la microstructure de cet alliage est aussi triphasée. Nous constatons, après lecture du spectre DRX (Figure IV-12-e) que le pic le plus intense appartient à la phase tétragonale $\theta\text{-CuAl}_2$ et est identifié comme étant (110) θ . On observe que la phase $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ se développe par l'apparition de nouveaux pics identifiés comme étant (100) et (221) ceci confirme que cette phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$ est bien stable à la température ambiante [10].

Le tableau IV-1 rassemble les données cristallographiques des phases apparentes dans l'alliage ternaire Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn (\approx Al-15at.%Cu-15at.%Zn) en comparaison avec les

phases susceptibles d'apparaître. Les données standards des cartes cristallographiques ASTM utilisant le rayonnement d'anticathode Cu, de longueur d'onde $\lambda_{K\alpha} = 0.154 \text{ nm}$ pour les phases CFC Al [17] et tétragonale $\theta\text{-CuAl}_2$ [18]. et les 2 θ_{hkl} calculés correspondant à la phase rhomboédrique $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ (τ')..

$2\theta^\circ$ Obs.	I (%)	Plan hkl	$2\theta^\circ$ Calc. τ' - $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ $a=0,8676(\text{nm})$ [9]
20,70	100	(110) θ	-
26,37	7	(100) τ'	25,24
29,49	6	(211) τ'	28,90
30,85	34	(221) τ'	30,79
32,47	10	(333) τ'	32,15
37,95	70	(211) θ	-
38,67	49	(111) Al	-
42,12	46	(220) θ	-
42,70	52	(112) θ	-
44,99	25	(200) Al	-
47,33	6	(310) θ	-
47,85	19	(202) θ	-
57,09	18	(222) θ	-
65,41	18	(220)Al	-
78,71	25	(311)Al	-
80,95	12	(422) θ	-
82,81	7	(222)Al	-
92,11	10	(440) θ	-

Tableau IV-1. Caractéristiques cristallographiques de l'alliage de fusion HF Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn à l'état traité.

Dans l'alliage de composition Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn, à l'état traité (Fig. IV-9-e), on observe des séparations de phases (démixion). Les séparations de phases observées dans cet alliage sont telles que :

la séparation de phases et identifiée comme étant θ -CuAl₂ + Al correspondants aux pics (211) CuAl₂ et (111)Al situés aux diffractions angulaires 2θ de 37,95° et 38,67° avec les intensités relatives de 68 et 84. Cette séparation de phase θ -CuAl₂ + Al de l'état traité est issue de la phase (111)Al situé à 38,63° de l'état brut.

L'apparition de séparation de phase est très courante dans les alliages binaires à base d'aluminium telle que le système Al-Cu [19], Al-Ni [20].

IV-4.3. Observations optiques des alliages Al-Cu-Zn traité:

La figure IV-13 représente les micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (X=2(a), 8(b), 20(c) et 25(d)) qui ont subits a un traitement thermique à 500°C une heure de temps.

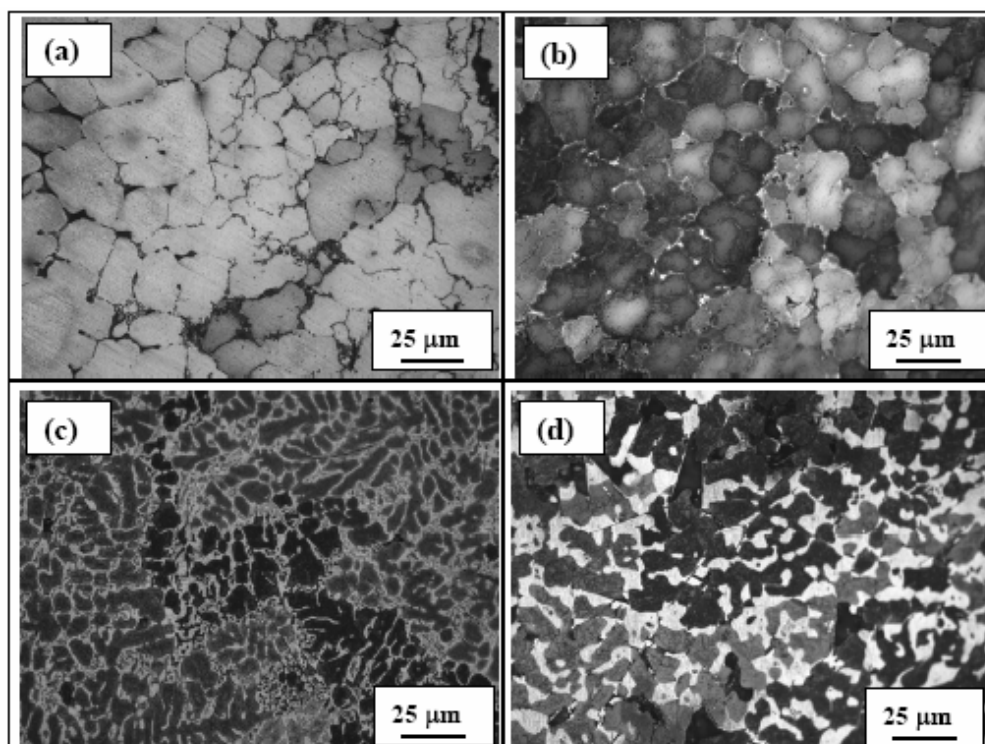


Figure IV-13. Micrographies optiques des alliages Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn traités: (a) pour x = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25.

Dans les alliages Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (X = 2(a) et 8(b)), on observe que la morphologie de solidification apparaît comme une distribution régulière de grains presque sphériques, reliée aux différents processus de diffusion et recristallisation durant le maintien à 500 °C pendant 1 heure.

Pour les compositions X = 20(c) et 25(d), la microstructure tend vers une morphologie dendritique due à une refusion de l'aluminium dans la matrice.

IV-5. Conclusion

La DSC est une méthode d'analyse thermique. Notre but est d'étudier par DSC et DRX la nature de la transformation de phase ayant lieu dans les alliages ternaires de fusion HF, Al-0 à Xwt.%Cu-Xwt.%Zn (X = 2, 8, 20 et 25). A partir d'un état d'équilibre ($\alpha\text{Al} + \theta\text{-CuAl}_2$), nous avons réalisé un cycle de chauffage constant et continu à la vitesse de 10°C/min, entre la température -150 et +400°C sur des échantillons d'alliages de masse variant entre 50 et 90 mg. Les techniques de caractérisation utilisées, DSC et DRX ont permis de mettre en évidence la nature et de transformation de phase et identifier les phases qui se sont créées par chauffage.

D'après les analyses DSC, on peut déduire que l'alliage ternaire Al-2wt%Cu-2wt%Zn de fusion HF n'a subi aucune transformation de phase, alors que dans les alliages Al-Xwt%.Cu-Xwt%.Zn (X = 8, 20, 25), on a observé des transformations qui ont conduit à la formation de nouvelles phases entre autre la phase ternaire $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}(\tau')$.

IV-6. Références bibliographiques

- [1] A. Guinier, Ann. Phys. 13 (1939), p.161.
- [2] G.D. Preston, Philos. Mag. 26 (1938), p. 855.
- [3] JCPDS-ICDD 1997 card
- [4] Gebhardt, E., “The Constitution and the Volume Changes of Zn-Cu-Al Alloys. VI. Survey of the Equilibrium Relationships on the Zn-Al Side under 350°C” (in German), Z. Metallkd., 34, (1942), p. 208.
- [5] Köster, W., Moeller, K., “The Constitution and Volume Changes of Zn-Cu-Al Alloys. V. The Division of the Ternary Phases at Low Temperatures” (in German), Z. Metallkd., 34, (1942), p 206.
- [6] Murphy, S., “The Structure of the T'-Phase in the System Al-Cu-Zn”, Met. Sci., **9**, (1975) (Crys. Structure, Experimental, *, 8), p. 163.
- [7] Dorantes-Rosales, H.J., Lopez-Hirata, V.M., Mendez-Velazquez, J.L., Saucedo-Munoz, M.L., Hernandez-Silva, D., “Microstructure Characterization of Phase Transformations in a Zn-22 wt%Al-2 wt%Cu alloy by XRD, SEM, TEM and FIM”, J. Alloys Compd., 313, (Crys. Structure, Equi. Diagram, Experimental, 15), (2000), p. 154.
- [8] Lebrun, N., “Cu-Zn (Copper-Zinc)”, MSIT Binary Evaluation Program, in MSIT Workplace, Effenberg, G. (Ed.), MSI, Materials Science International Services GmbH, Stuttgart; to be published, (Equi. Diagram, Assessment, Crys. Structure, 18), (2003).
- [9] Arndt, H.H., Moeller, K., “The Ternary Phase of the Cu-Al-Zn System. II. The T-Phase Field above 500°C” (in German), Z. Metallkd., 51, (Equi. Diagram, Experimental, #, 13), (1960), p 656.
- [10] H. Chen, X. Xin, D. Y. Y. P. Ren and S. M. Hao, Acta Metallurgica Sinica , Vol. 17 N° 3, Jun 2004, p. 269.
- [11] Aluminum alloys : structure and properties / L. F. Mondolfo, 1976.
- [12] N. A. Belov, D. G. Eskin, A. A. Aksenov, Multicomponent phase diagrams: applications for commercial aluminium alloys, Site web : <http://books.google.com/books?hl=fr&q=Al3Cu5Zn2>, (2005), P. 197.
- [13] B. D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, 2nd edition Addison Wesley, MA, 1978.
- [14] ZHU. Yaohua J. Cin. Met. Sci. Technol., Vol. 5. 1989.
- [15] S. Murphy, Metal Science 9 (1975), p. 163.
- [16] S. Murphy, Z. Metallkunde 71 (1980), p. 96.
- [17] ICDD 1997 carte N° 04-0787.
- [18] JCPDS-ICDD 1997 card 25-0012.
- [19] M. Draissia, M.Y. Debili, Philosophical Magazine Letters, V. 85(8) (2005) , p. 439.

[20] R. Banerjee, G. B. Thomson, G. B. Viswanathan, H. L. Fraser, *Phil. Mag. Lett.*, 82, 11 (2002), p. 633.

Microdureté des alliages de fusion HF Al-Zn et Al-Cu-Zn

V-1. Introduction

La compréhension des propriétés mécaniques des matériaux solides est essentielle pour développer des structures matérielles dures. L'indentation est une méthode caractéristique de mesure de la dureté des matériaux solides. L'indentation consiste à appliquer par l'intermédiaire d'un pénétrateur rigide sur la surface d'un matériau solide en général plane, un cycle charge-décharge localisé et d'observer sa réponse, à la fois plastique et élastique. Sous l'effet d'une charge, le pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester. Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante afin que la pénétration ne déforme le matériau. On mesure les dimensions de l'empreinte et selon la technique d'indentation utilisée on en déduit un nombre de la dureté intrinsèque du matériau solide testé.

Dans l'intention de déterminer l'effet de durcissement du zinc sur la dureté mécanique intrinsèque de l'aluminium et les alliages aluminium-cuivre, on a effectué des tests de microdureté Vickers sous charge faible sur les alliages de fusion HF binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn.

V-2. Généralités sur les tests de microdureté

V-2-1. Principe de mesure de dureté

La dureté mécanique d'un matériau solide caractérise la résistance de ce matériau à la déformation sous l'effet d'une charge rigide P . Les tests de mesure de dureté, qui consistent à enfoncez un pénétrateur rigide (en général en diamant) dans le matériau solide, doivent avoir un caractère peu destructif et utiliser une charge normale et constante et à mesurer les dimensions de l'empreinte laissée par le pénétrateur rigide sur la surface plane du matériau solide indenté [1,2].

Le nombre de dureté, ayant la dimension d'une pression, s'exprime alors par le rapport entre la force de la charge appliquée P et l'aire de surface de contact A_c projetée de l'empreinte $H = P / A_c$.

Pendant l'essai de dureté, cycle charge-décharge, il se forme une empreinte d'indentation (Fig V-1) entourée d'une zone déformée plastiquement. Plus la dureté est élevée, plus l'empreinte et la zone déformée sont réduites.

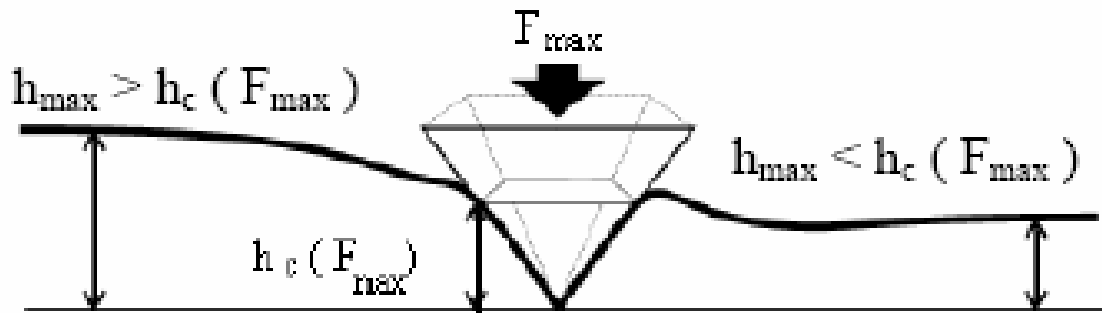


Figure V-1. Comportement plastique sur la profondeur moyenne de contact h_c .

La déformation plastique est le résultat de microdéformations intervenantes à l'échelle de la maille cristalline à partir des défauts microstructuraux comme les précipités, les atomes en insertion ou en substitution et les dislocations.

V-2-2. Dureté Vickers

La méthode d'indentation Vickers qui est une technique de mesure de dureté non destructive, est généralement utilisée pour des pièces de petites dimensions où la lecture des longueurs de diagonale est généralement lente.

Le principe de base d'un essai de dureté Vickers consiste à imprimer dans le matériau solide, à l'aide d'un pénétrateur rigide (diamant) en forme de pyramide droite à base carrée d'angle au sommet 136° , sous une charge normale et constante et mesurer la diagonale de l'empreinte d de l'empreinte laissée sur la surface après annulation de la charge (retrait du pénétrateur). Le temps d'application de la charge est entre 10 et 15 secondes.

On applique une charge normale et suffisamment faible pour que l'empreinte (déformation) induite par la pression de la pyramide Vickers soit localisée au dessus de la surface plane de l'échantillon de matériau solide à tester, on mesure les longueurs respectives des 2 diagonales d_1 et d_2 de l'empreinte carrée à l'aide d'un appareil d'observation optique. On obtient la valeur d , moyenne de d_1 et d_2 , qui sera utilisée pour le calcul du nombre de dureté Vickers caractéristique de la dureté du matériau.

Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante afin que la pénétration ne déforme le matériau. Il faut une épaisseur de l'échantillon solide indenté de au moins huit fois la profondeur h de l'empreinte (Fig. V-2) [3,4].

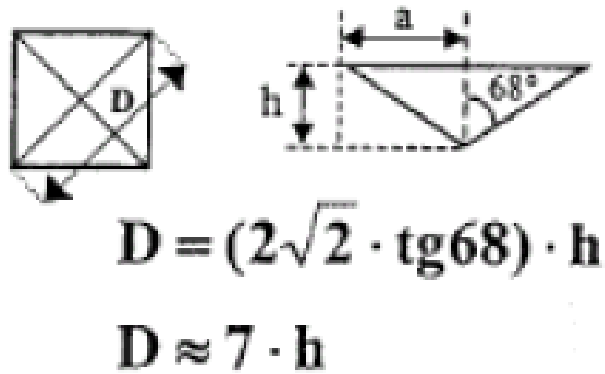


Figure V-2. Conditions sur la profondeur d’empreinte Vickers.

Généralement, la dureté Vickers H_v est définie par ISO 6507-1 [5] et est exprimée par l’équation V-1 comme étant :

$$H_v = 0.102 \frac{2P \sin\left(\frac{2\alpha}{2}\right)}{d^2} \quad (\text{V-1})$$

Ainsi, la dureté Vickers H_v est définie en MPa avec la charge appliquée en Kilogramforce (kgf) et la diagonale en micromètre (μm) par l’équation V-2:

$$H_v \text{ (MPa)} = 1,854 \times 10^6 \frac{P \text{ (Kgf)}}{d^2 \text{ (\mu m}^2\text{)}} \quad (\text{V-2})$$

V-3. Microdureté Vickers des alliages Al-Zn et Al-Cu-Zn

V-3-1. Description du dispositif expérimental

Dans notre cas, nous avons utilisé pour les mesures de dureté des alliages de fusion HF binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn un microduromètre Vickers semi-automatique piloté par ordinateur de type Zwick/ZHV10 avec un pénétrateur en diamant sous forme de pyramide à base carrée.

La figure V-3 est une photo du dispositif de mesure de dureté Vickers.



Figure V-3. Photo du microduromètre Vickers Zwick/ZHV10.

Ce microduromètre utilise toute une gamme de charges entre 0,2kgf (200 g) et 100 kgf. Les échantillons destinés pour les mesures de microdureté sont préparés auparavant par polissage mécanique et attaque chimique par réactif. Les mesures consistent en 2 ou 3 tests sur des endroits différents de la surface de l'échantillon, la durée d'application est de l'ordre 10 secondes sous une charge fixe de 200 g (0,2 kgf), ensuite la valeur moyenne des mesures représentera la valeur de microdureté Vickers du matériau testé.

V-3-2. Mesures de microdureté des alliages (HF) Al-Zn

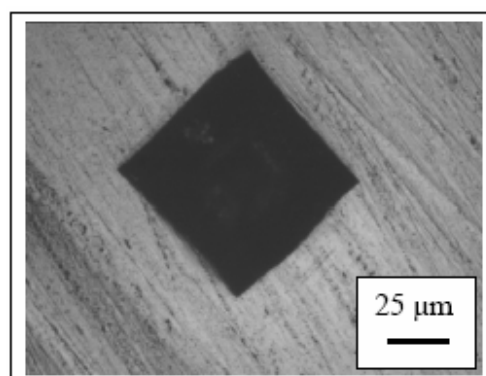


Figure V-4. Empreinte Vickers de (HF) Al pur sous l'effet d'une charge de 200 g (0,2 kgf)

La figure V-4 et V-5 montrent respectivement les empreintes de l'image projetée laissée après retrait de l'indenteur Vickers sous l'effet d'une charge de 200 g (0,2 kgf) pour une durée

d'application de 10 secondes sur la surface de dessus de l'échantillon d'aluminium pur de fusion HF et des alliages Al-4 et 16wt.%Zn. Le tableau V-1 rassemble les 2 essais de microdureté Vickers réalisés sur l'aluminium pur de fusion HF sous une charge de 200 g (0,2 kgf) où la microdureté Vickers est de l'ordre de 20 MPa.

Essai (i)	1	2
d_1 (μm)	137.9	139.6
d_2 (μm)	136.3	134.2
Moyenne d (μm)	137.1	136.9
H_v (i) (MPa)	19.7	19.8
Moyenne H_v (MPa)	19.8	

Tableau V-1. Tests de microdureté Vickers de Al pur (HF) sous une charge de 200 g (0.2 kgf).

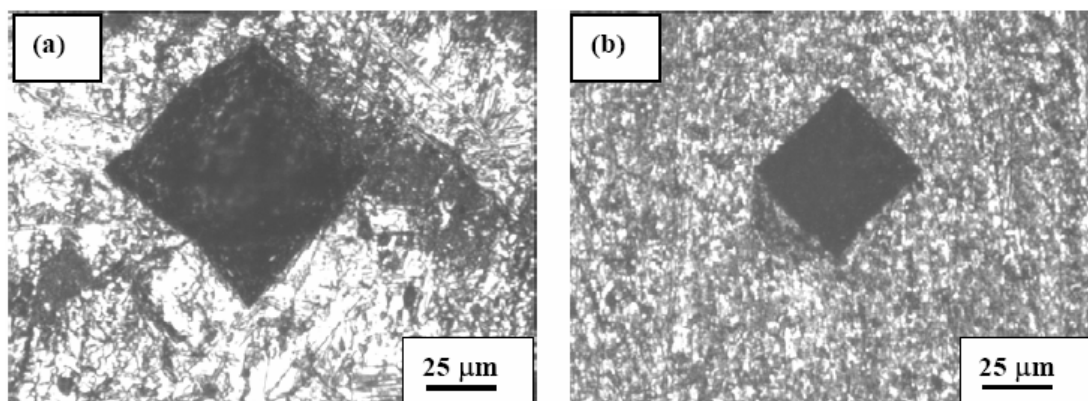


Figure V-5. Empreintes d'indentation Vickers dans les alliages de fusion HF

(a) Al-4wt.%Zn et (b) Al-16wt.%Zn.

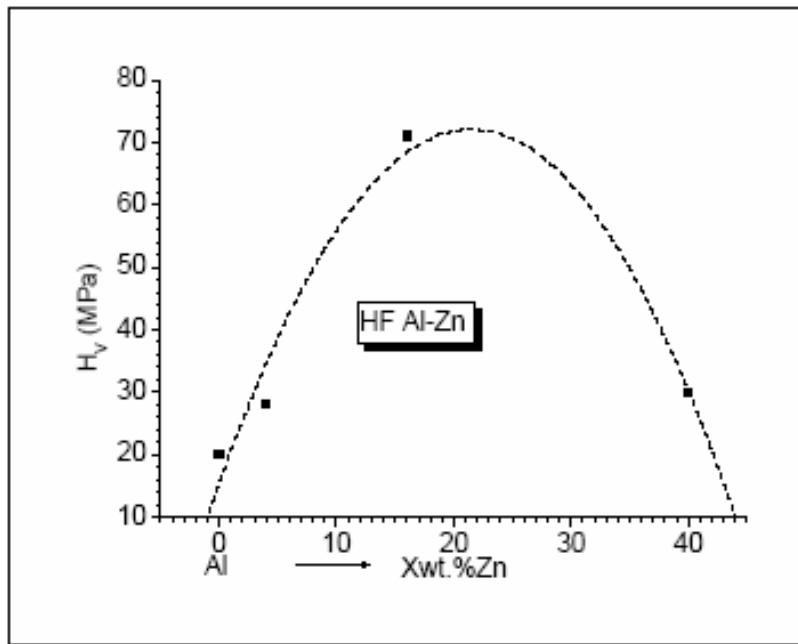


Figure V-6. Evolution de la microdureté Vickers à l'état brut dans les alliages de fusion HF Al-Zn.

La figure V-6 montre l'évolution de la microdureté Vickersles sous une charge de 200 g (0,2 kgf) des alliages binaires de fusion HF Al-Zn en fonction de la teneur en zinc. Celle-ci augmente de 20MPa, microdureté de l'aluminium pur de fusion HF, atteignant un maximum de l'ordre 70 MPa puis diminue avec l'augmentation de l'ajout en zinc jusqu'à 30 MPa pour l'alliage de composition Al-40wt.%Zn. Donc, l'addition du zinc à l'aluminium par fusion HF augmente la microdureté pour les faibles teneurs en zinc et diminue celle-ci au fur et à mesure que l'ajout de zinc augmente dans ce type d'alliage [6]. Le renforcement mécanique observé de l'aluminium au moyen du zinc pour les faibles teneurs est essentiellement dû à la différence de taille entre les atomes du soluté Zn et ceux du solvant Al [7,8] où la solubilité de Zn dans Al peut atteindre jusqu'à 94wt.%Zn de solution solide notable CFC Al [9].

V-3-2. Mesures de microdureté des alliages Al-Cu-Zn

Les tests de mesures de microdureté Vickers ont été effectués avec une charge de 200 g (0,2 kgf) pour une application d'une durée de 10 secondes. La figure V-7 montre l'empreinte laissée après retrait de l'indenteur sur les alliages de fusion HF Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn et Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn.

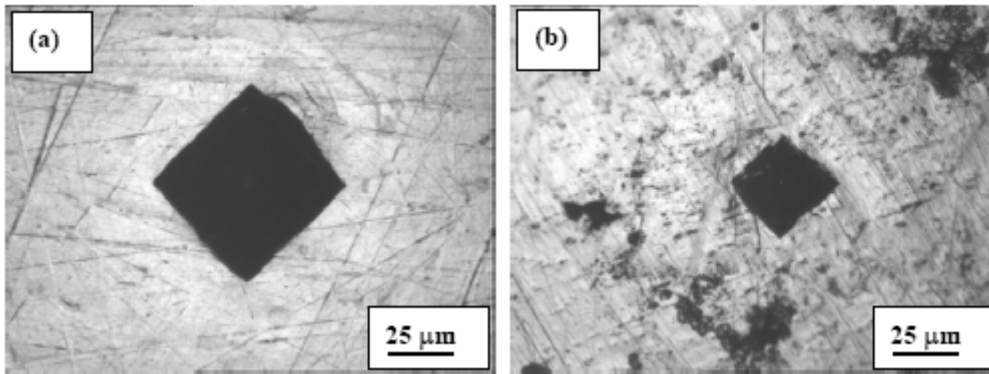


Figure V-7. Empreintes d'indentation Vickers dans les alliages de fusion HF
 (a) Al-2wt.%Cu-2wt.%Zn et (b) Al-25wt.%Cu-25wt.%Zn.

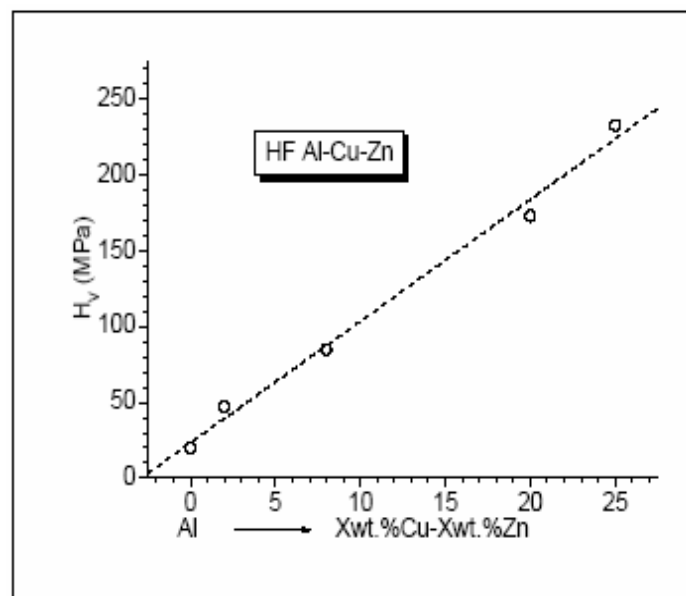


Figure V-8. Evolution de la microdureté Vickers à l'état brut dans les alliages de fusion HF Al-Cu-Zn.

La Figure V-8 montre l'évolution de la microdureté Vickers à l'état brut dans les alliages ternaires de fusion HF Al-Cu-Zn. La microdureté croît linéairement avec la teneur d'équicompositions en cuivre et en zinc. La microdureté Vickers de l'aluminium pur de fusion HF est de 20 MPa, pour une addition de 25wt.%Cu-25wt.%Zn elle atteint les 250MPa environ, alors que dans les alliages binaires Al-50wt.%Zn, elle n'était que de 50 MPa. Ce durcissement notable observé dans les alliages ternaire de fusion HF Al-Cu-Zn est due essentiellement au précipité de durcissement dans les alliages à base Al-Cu, la phase durcissante, la phase tétragonale θ -CuAl₂. Le durcissement mécanique de l'aluminium a été aussi observé dans des alliages Al-Al₂O₃ où la phase oxyde Al₂O₃ contribue à l'amélioration des propriétés mécaniques de celui-ci [10, 11, 12].

V-4. Conclusion

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation sous l'effet d'une force pressante. En général, la microdureté Vickers est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermomécaniques, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur rigide, sous l'action d'une charge appliquée. Les mesures de microdureté Vickers ont permis de déterminer les variations de celle-ci en fonction de la teneur en cuivre et /ou en zinc dans les alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn élaborés par fusion HF.

On observe que l'addition du zinc à l'aluminium augmente sa microdureté pour les faibles teneurs en zinc et que le renforcement mécanique observé de l'aluminium au moyen du zinc est essentiellement dû à la différence de taille entre les atomes du soluté Zn et ceux du solvant Al.

La microdureté augmente avec la composition en cuivre et en zinc dans les alliages ternaires. L'addition de cuivre et de zinc à l'aluminium renforce les propriétés mécaniques de l'aluminium par la présence de la phase durcissante, la phase intermétallique tétragonale θ -CuAl₂.

V-5. Références bibliographiques

- [1] A.R. Franco Jr, G. Pintaude, A. Sinatora, C.E. Pinedo and A.P. Tschiptschin, *Material Research* 7(3) São Carlos July/Sept. (2004), p. 483.
- [2] A. Bourbia, H.Bedboudi, M. Draissia and M.Y. Debili, *Journal of NanoResearch* 3 (2008), p. 33.
- [3] M. Draissia, M.Y. Debili, *Journal of Crystal Growth* 270 (2004), p. 150.
- [4] M. Draissia, M.Y. Debili, CSM, 18-20 Novembre 2006 C.U. Oum El Bouaghi, Algérie.
- [5] Norme NF EN ISO 6507-1 matériaux métalliques essai de dureté Vickers partie : 1 méthode d'essai, Lavoisier 2005.
- [6] C. Vargel, *Le comportement de l'aluminium et de ses alliages*, Dunod Paris (1979).
- [7] M. Iqbal, M.A. Shaikh, J.I. Akhter, M. Ahmad, M. Akhtar and M.J. Moughal, *Journal of Materials Science* 39(13) (2004), p. 4255.
- [8] H. Bedboudi, A. Bourbia, M. Draissia, S. Boukhessaim, M.Y. Debili, *Defect and Diffusion Forum Vols. 303-304* (2010) p. 39.
- [9] T.B. Massalski, editor. *Binary Alloy Phase Diagram*. ASM, (1986).
- [10] Khairel Rafezi Ahmad, Wong Jing Lee, Ruhuyuddin Mohd Zaki, M.N. Mazlee, M.W.M. Fitri, S.S. Rizam and J.B. Shamsul, *ICoSM2007*, Penang 7-9 june (2007) Malaysia.
- [11] Shang-Nan Chou, Jow-Lay Huang, Ding-Fwu Lii, Horng-Hwa Lu, *Journal of Alloys and Compounds* 436 (2007), p.124.
- [12] A. Bourbia, M. Draissia, H. Bedboudi, S. Boukhessaim and M.Y. Debili, *Journal of X-Ray Science and Technology* 18(2) (2010), p. 201.

Conclusion générale

Des alliages binaires Al-Zn et ternaires Al-Cu-Zn ont été élaborés par le procédé à chauffage par induction électromagnétique à haute fréquence (HF) à partir de cible de mélange homogène de poudre fine de grande pureté de laboratoire (99,99%) d'aluminium comme élément de base avec le zinc pour les alliages binaires Al-Zn et le cuivre et le zinc pour les alliages ternaires Al-Cu-Zn.

Ces alliages de fusion HF à base d'aluminium ont subi des opérations métallographiques appropriées aux différentes caractérisations d'analyse de microstructure cristalline par diffraction de rayon X (DRX), des observations optiques de surface, de mesure de microdureté Vickers et d'analyse thermique par calorimétrie à balayage différentiel (DSC). Nous avons trouvés que :

Solubilité totale de Zn dans la matrice aluminium dans les alliages binaires Al-Zn. Les microstructures sont monophasées de solution solide CFC α Al pour les compositions Al-Xwt.%Cu-Xwt.%Zn où X = 2, pour X = 8, 20, 25, on observe l'apparition de la phase tétragonale θ (CuAl₂) en équilibre avec la phase CFC α Al. Les observations optiques montrent que les grains sont de formes presque sphériques, denses et régulièrement dispersés dans la matrice d'aluminium.

On observe que l'addition du zinc à l'aluminium augmente sa microdureté et que le renforcement mécanique observé de l'aluminium au moyen du zinc est essentiellement due à la différence de taille entre les atomes du soluté Zn et ceux du solvant Al. L'addition de cuivre et de zinc à l'aluminium renforce les propriétés mécaniques de l'aluminium par la présence de la phase durcissante, la phase intermétallique tétragonale θ -CuAl₂.

D'après les analyses DSC, on peut déduire que l'alliage ternaire Al-2wt%Cu-2wt%Zn de fusion HF n'a subi aucune transformation de phase, alors que dans les alliages Al-Xwt%.Cu-Xwt%.Zn (X = 8, 20, 25), on a observé des transformations qui ont conduit à la formation de nouvelles phases telle que la phase ternaire rhomboédrique Al₄Cu₃Zn(τ') en équilibre avec la phase tétragonale CuAl₂ (θ).