

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

جامعة باجي مختار- عنابة

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

LABORATOIRE DE MAGNÉTISME ET SPECTROSCOPIE DES SOLIDES



## THÈSE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat

EN PHYSIQUE

Option : NANOMATÉRIAUX ET APPLICATIONS

# Caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques et électrochimiques des alliages Al-Mg et Al-Cu-Mg

Présentée par : M<sup>me</sup> SOUILAH Yamina

Directeur de Thèse : DEBILI Mohamed Yacine      Professeur      UBM Annaba

DEVANT LE JURY:

Président : SAKER Abdelhamid      Professeur      UBM Annaba

Examineurs : MEDDOUR Athmane      Professeur      U Guelma

BOUASLA Abdelaziz      Professeur      UBM Annaba

BENABDESLEM Mohamed      Professeur      UBM Annaba

ANNÉE 2017

## ***REMERCIEMENTS***

Avant tout je remercie Allah qui m'a donné la force et la volonté pour réaliser ce travail de recherche scientifique.

Cette thèse a été réalisée au laboratoire LM2S du département de physique (UBMA) sous la direction de feu Professeur Med DRAISSIA rahimahou ALLAH, je lui adresse mon hommage.

Je tiens à adresser mes plus vifs remerciements à Monsieur le professeur Mohamed Yacine DEBILI chef d'équipe ECA3M, d'avoir accepté d'assurer l'encadrement de la thèse jusqu'à la finalisation, pour son aide et son soutien ainsi que les divers conseils fructueux, qu'il trouve ici ma profonde reconnaissance.

Je tiens également à remercier Madame la Professeur Safia ALLEG Directrice actuelle du laboratoire LM2S, ainsi que le Professeur Bouguerra BOUZABATA.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance aux membres de Jury:

Monsieur le Professeur Abdelhamid SAKER du département de physique (UBMA) pour avoir accepté de présider mon jury de soutenance de doctorat en sciences.

Je remercie le Professeur MEDDOUR Athmane de l'université de Guelma d'avoir accepté d'examiner mon travail de thèse de doctorat.

Je remercie le Professeur BOUASLA Abelaziz du département de physique (UBMA) d'avoir accepté d'examiner ma thèse de doctorat.

Je remercie également le Professeur BENABDESLEM Mohamed du département de physique (UBMA) d'avoir accepté d'examiner mon travail de thèse de doctorat.

Je tiens à remercier également les membres de notre équipe ECA3M et les enseignants du département de physique, le Professeur Abdhafidh TRIKI, le Professeur Elbahi HANECHÉ, le département de chimie, le département de

métallurgie, ainsi que tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Enfin, je remercie ma famille et mes collègues Hamza Laila, Boutabia Nedjwa, Boularas Halima, Boutouta Aziza, Ouchen Amina, pour leurs aides et leur soutien moral.

## Résumé

Cette thèse est basée sur l'étude, des états bruts et traités thermiquement, de l'effet du Mg sur les propriétés de microstructures et des transformations de phases dans les alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg élaborés sous vide et solidifiés rapidement par le procédé de fusion à induction magnétique à haute fréquence (HF). L'étude des transformations de phases par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg à l'état brut ont permis de mieux comprendre le rôle combiné joué par le magnésium et le cuivre.

Quant à l'évolution de la microdureté des alliages de fusion HF Al-Mg et Al-Cu-Mg, elle montre l'évolution l'influence du magnésium et du cuivre sur les caractéristiques mécaniques de l'aluminium dans les alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg.

Les essais électrochimiques ont servi à mesurer le potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}}$  (PCO) de chaque alliage binaire Al-Mg.



## **Abstract**

This thesis is based on the study of the effects of Mg on the properties of microstructures and phase transformations in the Al-Mg binary alloys and Al-Cu-Mg ternary alloys developed under vacuum. Solidified rapidly by the high frequency magnetic induction (HF) fusion process. The study of phase transformations using differential scanning calorimetry (DSC) in crude Al-Cu-Mg ternary alloys allowed us to better understand the combined role played by magnesium and copper.

As for the evolution of the microhardness of the Al-Mg and Al-Cu-Mg alloy fusion alloys, it shows the influence of magnesium and copper on the mechanical characteristics of aluminum in binary alloys Al- Mg and ternary Al-Cu-Mg.

Electrochemical tests were used to measure the E<sub>corr</sub> corrosion potential (PCO) of each Al-Mg binary alloy.

ويستند هذا البحث على ظروف الدراسة الأولية والمعالجة حراريا، وتأثير المغنسيوم على المجهرية وخصائص التحولات المرحلة في السبائك الثنائية آل المغنيسيوم والثلاثي آل النحاس والمغنيسيوم وفراغ المتقدمة عزز بسرعة عن طريق عملية الصهر الحث المغناطيسي عالية التردد (**HF**). دراسة التغيرات في المراحل التي كتبها التفاضلية مسح قياس الكالوري (**DSC**) في سبائك الثلاثي آل النحاس والمغنيسيوم في الخام ساعد على فهم أفضل لدور مجتمعة من المغنيسيوم والنحاس. أما بالنسبة للتطور للصلابة الجزئي سبائك ذوبان **HF** آل المغنيسيوم و آل والنحاس والمغنيسيوم، فإنه يدل على تطور تأثير المغنيسيوم والنحاس على الخواص الميكانيكية للآلألومنيوم في السبائك الثنائية آل ملغ و الثلاثي آل النحاس ملغ. استخدمت الاختبارات الكهروكيميائية لقياس التآكل المحتمل (**PCO**) E من كل خليط ثنائي آل المغنيسيوم.

# Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Étude bibliographique .....	2
I-1 Introduction .....	3
I-2 L'aluminium et ces alliages .....	3
I-2-1 Propriétés de l'aluminium .....	3
I-2-1-1 Propriétés physiques .....	3
I-2-1-2 Propriétés mécaniques.....	4
I-2-1-3 Propriétés de mise en forme.....	5
I-2-1-4 Résistance à la corrosion .....	5
I-3 Nominations des alliages et influence des éléments d'alliages sur les propriétés .....	5
I-3-1 Types d'alliages d'aluminium.....	6
I-3-1-2 Classement par type de transformation .....	7
I-4 Système binaire Al-Mg série (5000).....	8
I-4-1 Diagramme d'équilibre des phases du système binaire Al-Mg .....	9
I-5 Les alliages semi-solides Al-Cu-Mg. ....	10
I-5-1 Diagramme des alliages ternaires Al-Cu-Mg .....	10
I-5-2 Parties liquides de diagramme ternaire .....	12
I-6 Donnée cristallographiques des phases du système binaire(500) Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg (2000 .....	12
I-6-1 Cas du système binaire. ....	12
I-6-2 cas du système ternaire.....	13
I-7 Séquences de précipitation dans les alliages Al-Cu-Mg.....	13
I-8 Morphologie des constituants et des phases après solidification.....	15
I-8-1 Croissances des dendrites .....	15
I-8-2 Paramètres microstructuraux des dendrites.....	17
I-9 Microstructures eutectiques.....	18
I-9 Solidification dans les alliages Al-Mg .....	20
I-9-1 Morphologie des constituants et des phases.....	22
Références bibliographiques.....	23
Chapitre II : Techniques expérimentales.....	26

II-1. Les alliages utilisés .....	27
II-2. Procédure d'élaboration des alliages binaires et ternaires .....	28
II-2-1. Préparation des échantillons .....	28
II-2-2. Fusion des alliages étudiés .....	29
II-2-2-1 Système typique de fonctionnement .....	30
II-2-2-2 Fréquence de fonctionnement .....	30
II-2-2-3 Matériaux magnétiques et non magnétiques .....	30
II-2-2-4 Profondeur de pénétration .....	30
II-2-3. Étapes de la fusion .....	31
II-2-4. Paramètres importants de la fusion haute fréquence .....	32
II-3. Opérations de préparations métallographiques des alliages .....	32
II-3-1. Le découpage mécanique .....	33
II-3-2. Traitement thermique des alliages .....	33
II-3-3. Enrobage dans la résine .....	33
II-3-4. Polissage des surfaces .....	33
II-3-5. Traitement chimique de surfaces .....	34
II-4. Microstructure des alliages étudiés et Méthodes d'observations et d'analyses .....	34
II-4-1. Microscope optique .....	34
II-4-2. L'observation par microscope électronique à balayage .....	35
II-4-3. Les analyses par diffraction des Rayons X .....	35
II-4-4. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) .....	36
II-4-5. Microdureté Vickers .....	37
II-5. Techniques de mesures électrochimiques. ....	38
II-5-1. Description de la cellule électrochimique. ....	38
II-5-2. Mesures électrochimiques .....	39
II-5-3. Dispositif de mesures .....	39
Références bibliographiques .....	40
Chapitre III : Résultats et discussions .....	41
III-1. Introduction .....	42
III-2. Observations optiques des alliages binaires Al-Mg .....	42
III-3 Vitesse de solidification .....	45
III-4. Analyse par diffraction de rayons-X .....	46

III-4. Évolution du Paramètre cristallin de l'aluminium .....	50
III-5. Caractéristiques cristallographiques des phases $-Al_3Mg_2$ et $-Al_{12}Mg_{17}$ .....	51
III-5-1 Paramètres cristallins des phases $-Al_3Mg_2$ et $-Al_{12}Mg_{17}$ .....	51
III-5-2. Structures cristallines des phases $-Al_3Mg_2$ et $-Al_{12}Mg_{17}$ .....	52
III-6. Microstructures des alliages ternaires Al-Cu-Mg.....	54
III-6-1 Alliages Al2m.%Cu-2m.%Mg brut et traité .....	54
III-6-2 Alliages Al-8 m.%Mg -8 m.%Cu brut et traité. ....	55
III-6-3. Alliages Al-20 m.%Mg -20 m.%Cu et Al-25 m.%Mg -25 m.%Cu brut et traité .....	55
III-7. Études morphologiques .....	58
III-7-1. Observation optique .....	58
III-7-1 Alliages brut Al-X m.%Mg -Xm.%Cu .....	58
III-8 Observation par microscopie électronique à balayage .....	63
III-9. Propriétés mécaniques .....	65
III-9-1. Alliages binaires .....	65
III-9-2. Alliages ternaires.....	67
III-10. Étude thermique des alliages Al-Cu-Mg.....	69
III-11. Étude électrochimique.....	72
III-11-1. Potentiel en circuit ouvert.....	72
III-11-2. Les courbes de polarisation $E_{corr}$ ( $I_{corr}$ ) .....	73
III-2-3. Conclusion.....	75
References bibliographiques.....	77
Conclusion générale .....	80

## *Liste des Figures*

<i>Figure</i>	<i>titre</i>	<i>page</i>
<b>Chapitre I</b>		
<i>Figure I.1</i>	<i>Différents classes d'alliages d'aluminium.</i>	6
<i>Figure I.2</i>	<i>Alliages d'aluminium entrant dans la fabrication d'une « canette ».</i>	7
<i>Figure I.3</i>	<i>diagramme des phases du système Al-Mg.</i>	9
<i>Figure I.4</i>	<i>Diagramme ternaires AlCuMg isotherme 400°C</i>	11
<i>Figure I.5</i>	<i>Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg section isotherme à 200°C; <math>\alpha = Al</math>, <math>\theta = CuAl_2</math>, <math>S = Al_2CuMg</math>, <math>T = Al_6CuMg_4</math> et <math>\beta = Al_{12}Mg_{17}</math>.</i>	11
<i>Figure I.6</i>	<i>Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg section isotherme à 190°C et 500°C.</i>	12
<i>Figure I.7</i>	<i>Différentes formes d'interface solide – liquide, génératrices de la microstructure finale. (a) Cellules d'amplitude faible et (b) cellules profondes dans un alliage transparent.</i>	16
<i>Figure I.8</i>	<i>La variation de la taille des grains en fonction de la vitesse de refroidissements (<math>T^*</math>), le gradient thermique(<math>G</math>), la vitesse de croissance (<math>V</math>) et les valeurs de Niyama (<math>N_y</math>).</i>	18
<i>Figure I.9</i>	<i>Différentes formes de la microstructure eutectique.</i>	19
<i>Figure I.10</i>	<i>Microstructures des alliages : (a) et (b) Mg–10Al–Zn; (c) et (d) Mg–20Al–Zn; (e) et (f) Mg–44Al [46, 47].</i>	21
<i>Figure I.11</i>	<i>2D (a) 2D slice from x-ray tomography showing Mg dendrites (grey) and eutectic (white). (b) Segmented dendrite showing six-fold.</i>	22
<b>Chapitre II</b>		
<i>Figure II.1</i>	<i>Étapes de compactage des poudres.</i>	28
<i>Figure II.2</i>	<i>Poudres compacté sous forme cylindrique.</i>	28
<i>Figure II.3</i>	<i>Ensemble du procédé de fusion Hf.</i>	29
<i>Figure II.4</i>	<i>fusion des alliages binaires et ternaires et les étapes de l'élaboration.</i>	31
<i>Figure II.5</i>	<i>Cycles du traitement thermique des alliages Al-Cu-Mg.</i>	
<i>Figure II.6</i>	<i>Appareille de l'observation optique.</i>	33
<i>Figure II.7</i>	<i>Photo du MEB type DSM Zeiss 960 A.</i>	34

<i>Figure II.8</i>	<i>Phénomène de diffraction de RX.</i>	35
<i>Figure II.9</i>	<i>Schéma d'un dispositif de mesure DSC.</i>	35
<i>Figure II.10</i>	<i>Microduromètre Vickers muni d'un micro-ordinateur.</i>	36
<i>Figure II.11</i>	<i>Photo présente les trois électrodes.</i>	37
<i>Figure II.12</i>	<i>voltamaster type (PGZ 301)</i>	38
		39
<b>Chapitre III</b>		
<i>Figure III.1</i>	<i>Micrographies optiques des alliages (a) Al-4%Mg (b) Al-16%Mg.</i>	43
<i>Figure III.2</i>	<i>micrographes optiques des alliages (c) Al-40%Mg (d) Al-50%Mg.</i>	44
<i>Figure III.3</i>	<i>Micrographie optique des alliages (HF) Al-50 wt.%Mg (a) avec zoom et (b) montrant l'espacement interdendrites.</i>	45
<i>Figure III.4</i>	<i>Evolution de la vitesse critique de surfusion de constitution dans le système d'alliages binaires Al(base)-Mg.</i>	46
<i>Figure III.5</i>	<i>Diffractogrammes X de l'alliage Al-4m%Mg en comparaison avec solution solide d'Al.</i>	47
<i>Figure III.6</i>	<i>Les spectres DRX des alliages solution solide(a) 4(b), 16(c),40(d) et 50(e) m.%Mg.</i>	49
<i>Figure III.7</i>	<i>Diffractogramme X de Al pur de fusion HF (a) [7] et évolution de <math>\alpha_{Al}</math> dans les alliages (HF) Al-0 à 50 m.%Mg (b).</i>	51
<i>Figure III.8</i>	<i>Structures complexes des mailles élémentaires des phases cubiques CFC <math>\beta</math>-Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> et <math>\gamma</math>-Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> [17].</i>	53
<i>Figure III.9</i>	<i>Spectres DRX (I, 2<math>\theta</math>) : Al pur (a), Al-2m.%Cu-2m.%Mg brut (b) et traité (b').</i>	54
<i>Figure III.10</i>	<i>Spectres DRX des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg a l'état brut (a) X = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25</i>	56
<i>Figure III.11</i>	<i>Spectres DRX des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mga l'état traité (a) X = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25.</i>	57
<i>Figure III.12</i>	<i>Micrographie optiques des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg a l'état brut (a) X = 2, (b) X = 8.</i>	59
<i>Figure III.13</i>	<i>Micrographie optiques des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg a l'état brut (c) X = 20 et (d) X = 25.</i>	60

<i>Figure III.14</i>	<i>Micrographie optiques des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état traité (a) X = 2, (b) X = 8.</i>	61
<i>Figure III.15</i>	<i>Micrographies optiques des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état traité (c) X = 20, (d) X = 25.</i>	62
<i>Figure III.16</i>	<i>Micrographies (MEB) des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état brut (a) X = 2, (b) X = 8. (c) X = 20 et (d) X = 25.</i>	63
<i>Figure III.17</i>	<i>Micrographies (MEB) des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état brut (c) X = 20 et (d) X = 25.</i>	64
<i>Figure III.18</i>	<i>Images d'empreintes d'indentations Vickers : (a) Al pur et (b) Al-4 m.%Mg.</i>	65
<i>Figure III.19</i>	<i>Variations de la microdureté des alliages en fonctions de la variation de teneurs de Mg.</i>	67
<i>Figure III.20</i>	<i>variation de la microdureté à l'état brut des alliages Al-Cu-Mg.</i>	68
<i>Figure III.21</i>	<i>variation de la microdureté à l'état traité des alliages Al-Cu-Mg.</i>	68
<i>Figure III.22</i>	<i>Les courbes DSC des alliages Al-2m.%Cu-2m.%Mg et Al-8m.%Cu-8m.%Mg.</i>	70
<i>Figure III.23</i>	<i>Courbes DSC des alliages ternaires Al-20m.%Cu-20m.%Mg et Al-25m.%Cu-25m.%Mg.</i>	71
<i>Figure III.24</i>	<i>Courbe de stabilisation (OPC) E(t) des alliages Al-Mg.</i>	73
<i>Figure III.25</i>	<i>courbes de polarisation des alliages Al-Mg.</i>	74
<i>Figure III.26</i>	<i>Variation E<sub>corr</sub> en fonction de la variation de la teneur de Mg.</i>	75



## *Liste des tableaux*

<i>Tableau</i>	<i>titre</i>	<i>page</i>
<b>Chapitre I</b>		
<i>Tableau I.1</i>	<i>Propriété physiques de l'aluminium.</i>	4
<i>Tableau I.2</i>	<i>Module d'élasticité et coefficient de Poisson de quelques métaux.</i>	5
<i>Tableau I.3</i>	<i>Différents alliages d'aluminium corroyés.</i>	6
<i>Tableau I.4</i>	<i>Différents alliages d'aluminium de fonderie.</i>	7
<i>Tableau I.5</i>	<i>Différents alliages trompant et non trompant.</i>	8
<i>Tableau I. 6</i>	<i>Donnée cristallographiques des alliages Al-Mg.</i>	13
<i>Tableau I.7</i>	<i>Donnée cristallographiques des alliages Al-Cu-Mg.</i>	13
<b>Chapitre II</b>		
<i>Tableau II.1</i>	<i>Compositions massique et atomique des alliages binaires Al-Mg.</i>	27
<i>Tableau II.2</i>	<i>Composition massique et atomique des alliages ternaires Al-Cu-Mg.</i>	27
<b>Chapitre III</b>		
<i>Tableau III.1</i>	<i>Paramètres cristallographiques des phases présentes dans le diffractogramme DRX de l'alliage Al-4wt.%Mg.</i>	48
<i>Tableau III.2</i>	<i>Caractéristiques physiques, microstructurales et cristallographiques des alliages Al-4, 16, 40 et 50 m.%Mg.</i>	50
<i>Tableau III.3</i>	<i>Paramètres cristallins des phases <math>\beta</math>-Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> et <math>\gamma</math>-Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub>.</i>	52
<i>Tableau III.4</i>	<i>Paramètres cristallins des phases.</i>	55
<i>Tableau III.5</i>	<i>Les mesures de la microdureté de l'alliage Al-4m.%Mg.</i>	66
<i>Tableau III.6</i>	<i>mesure de la microdureté des alliages binaires et ternaires à l'état brut.</i>	68
<i>Tableau III.7</i>	<i>Paramètres cinétiques des alliages Al-Mg</i>	74
<i>Tableau III.7</i>	<i>Paramètres cinétiques déduit des courbes de polarisation de l'acier et les alliages Al-Mg.</i>	74

# *Introduction générale*

### *Introduction générale*

Le choix dans l'utilisation à grande échelle industrielle des matériaux solides dépend de plusieurs critères dont les caractéristiques mécaniques et physicochimiques, les caractéristiques de mise en œuvre et économiques avec compatibilité avec l'environnement. Les structures métalliques légères à base d'aluminium et d'alliages d'aluminium sont largement utilisées dans une variété d'applications technologiques et plus spécialement comme matériaux légers de structure dans les domaines aéronautiques et spatiaux, les véhicules motorisés, les industries d'agriculture et domestiques. L'aluminium pur qui se distingue par une bonne conductivité électrique et thermique est trop mou pour la plupart des applications métalliques structurales dures et légères, pour cela il est fréquemment utilisé en alliages comme matériau de base en combinaison avec un ou plusieurs éléments d'alliage simples ou oxydes pour améliorer ses propriétés microstructurales et mécaniques [1-2]. Des caractérisations microstructurales cristallographiques et morphologiques aussi bien que mécaniques peuvent conduire à l'étude et à la compréhension des propriétés physico-chimiques de ces matériaux et de ce fait prédire de nouveaux matériaux légers à base d'aluminium avec des caractéristiques technologiques améliorées servant de matrices métalliques dures pour de grandes applications industrielles [3,4]. Ainsi : Dans la présente thèse de doctorat, «Caractérisation microstructurales et propriété mécanique et électrochimiques des alliages Al-Mg et Al-Cu-Mg. », nous nous sommes intéressés à l'étude, aux états bruts et traités thermiquement par DSC, de l'effet du Mg sur les propriétés de microstructures et des transformations de phases dans les alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg élaborés sous vide et solidifiés rapidement par le procédé de fusion à induction magnétique à haute fréquence (HF).

Cette thèse comprend 3 chapitres :

Le premier chapitre : « Etude bibliographique », comprend un recueil de connaissances scientifiques et technologiques sur l'aluminium 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 et les techniques de caractérisation.

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

L'étude des transformations de phases par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg à l'état brut.

Micro dureté des alliages de fusion HF Al-Mg et Al-Cu-Mg, montre l'évolution de la microdureté Vickers par effet de magnésium et de cuivre sur les caractéristiques mécaniques de l'aluminium dans les alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg.

Les essais électrochimique pour mesuré le potentielle de corrosion  $E_{\text{corr}}$  (PCO) de chaque alliage binaire Al-Mg.

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

# *Chapitre I : Étude bibliographique*

**I-1 Introduction**

L'aluminium est présent en grande quantité dans la croûte terrestre, avec une masse de minerai représentant 8%, après l'oxygène (46.71%) et le silicium (27.69%), et devant le fer (5.05%). Mais il n'existe pas de métal pur toujours il y'a des éléments étranges ou des impuretés. Il est difficiles d'avoir un degré de pureté dépassant 99.9999%.

Pour obtenir des matériaux ayant des caractéristiques précises, habituellement les métaux obtenus par alliage ont des meilleures propriétés mécaniques et ils résistent mieux à la corrosion. Les matériaux en général et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, nombreux programmes de recherches sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères...etc., La plupart des métaux utilisés couramment n'ont pas ce degré de pureté ; ce sont des alliages auxquels on ajoute des atomes étrangers. L'utilisation des matériaux dépend de leur disponibilité, de leur coût, de leur facilité de mise en forme et de leur compatibilité avec l'environnement (propriétés mécaniques, physiques et chimiques). Tout progrès technologique important est souvent lié au développement de matériaux dotés de propriétés améliorées ou de nouveaux matériaux.

Les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches et en particulier les alliages non ferreux comme l'aluminium et ses alliages.

Ces types d'alliages jouent un rôle très important dans l'industrie, ils occupent la deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Cette importance est due à leur faible densité et leur basse température de fusion qui facilitent l'obtention de différents complexes. Grâce à la bonne conductivité électrique, l'aluminium et ses alliages sont largement utilisés dans la fabrication des conducteurs massifs du courant électrique (lignes d'alimentation et câble de haute tension).

**I-2 L'aluminium et ces alliages****I-2-1 Propriétés de l'aluminium****I-2-1-1 Propriétés physiques**

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique  $2,7 \text{ g/cm}^3$  possède une température de fusion et d'ébullition de l'ordre de  $660^\circ\text{C}$  et  $2056^\circ\text{C}$ , respectivement. Il exhibe une structure cubique à faces centrées dont le paramètre à  $21^\circ\text{C}$  est

4,04912 A° (pour le titre 99.992). Cette structure est la seule forme stable dans l'état solide. L'aluminium bout à 2270°C environ. L'étendue du domaine liquide est responsable des bonnes propriétés de fonderie des alliages légers.

L'aluminium se dilate deux fois plus que le fer, son coefficient de dilatation est de  $24,10^{-6}$  mm/°C pour le domaine de température compris entre 20°C et 100 °C. L'aluminium pur est un bon conducteur électrique et thermique et il possède un bon pouvoir réflecteur [1].

**Tableau I.1** : Propriétés physiques de l'aluminium [2].

<i>propriété</i>	<i>Unité</i>	<i>valeur</i>	<i>Remarque</i>
Numéro atomique		13	
Masse volumique $\rho$	Kg. m <sup>-3</sup>	2698	
Point de fusion	°C	660.45	Sous 1013 10 <sup>-3</sup> bar
Point d'ébullition	°C	2056	Sous 1013 10 <sup>-3</sup> bar
Pression de vapeur	Pa	3.7 10 <sup>-3</sup>	à 927°C
Energie interne massique U	J.kg <sup>-1</sup>	3.98 10 <sup>5</sup>	
Capacité thermique massique C <sub>p</sub>	J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	897	à 25°C
Conductivité thermique	W. m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>	237	à 27°C
Coefficient de dilatation linéique $\alpha_l$	10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>	23.1	à 25°C
Résistivité électrique $\rho$	10 <sup>-9</sup> Ω m	26.548	à 25°C
Susceptibilité magnétique K		0.6 10 <sup>-3</sup>	à 25°C
Module d'élasticité longitudinal E	MPa	69 000	
Coefficient de poisson		0.33	

### I-2-1-2 Propriétés mécaniques

L'aluminium pur, à l'état recuit, possède des propriétés mécaniques faibles, (module de Young E = 70 GPa) (Tableau I.1) on peut toutefois améliorer considérablement ces propriétés par écrouissage, traitements thermiques ou addition d'éléments d'alliages, Puisque l'aluminium et ses alliages ont une structure cubique à faces centrées, ils font preuve à l'état recuit, d'une excellente ductilité, et ce à toute température.

La résistance mécanique, l'allongement et le module d'élasticité évoluent favorablement lorsqu'on abaisse la température jusqu'au voisinage du zéro absolu. Aucun alliage

d'aluminium ne devient fragile aux basses températures. Le module d'élasticité E de l'aluminium est faible 65000 N/mm<sup>2</sup> à 70000N/mm<sup>2</sup>.

**Tableau I.2 : Module d'élasticité et coefficient de Poisson de quelques métaux [3].**

	Fe	Cu	Al	Ni	Mg	Ti	Mo	W
Module de Young(GPa)	211	130	70	200	45	120	325	410
Coéf. Poisson	0.293	0.343	0.345	0.312	0.291	0.361	0.293	0.28

### I-2-1-3 Propriétés de mise en forme

L'aluminium à une température de fusion relativement basse (660 °C), et un point d'ébullition de 2060 °C, il en résulte une facilité de fusion qui présente un avantage pour la fonderie. L'aluminium étant très ductile, on peut facilement le mettre en forme à l'état solide, par déformation plastique (laminage, filage, étirage,) soit à chaud soit à température ambiante.

### I-2-1-4 Résistance à la corrosion

L'aluminium dilué montre une bonne résistance à la corrosion grâce à la formation de la couche protectrice d'oxyde Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et elle peut être améliorée (couche épaisse) par anodisation. Les alliages d'aluminium présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Par contre, ils sont sensibles à la corrosion galvanique et des précautions sont à prendre en particulier avec le fer. Il est à signaler que des risques de corrosion inter granulaire et de corrosion sous tension existent dans les alliages des séries 2000 et 7000.

### I-3 Nominations des alliages et influence des éléments d'alliages sur les propriétés

L'aluminium non allié possède des propriétés mécaniques faible, afin d'améliorer ces propriétés, on est conduit à ajoute les éléments d'addition lors de sa fusion, tel que Mg, Mn, Cu, Si, Ni, Ti, Zn, Co, etc. Ces éléments entrent en solution solide on formant des précipités qui entraînent des compositions d'alliages, l'avantage des alliages d'aluminium et qu'ils permettent d'avoir une bonne résistance mécanique tout en conservant une faible masse volumique. Et ils sont utilisés dans plusieurs domaines de l'industrie comme la construction aéronautique, automobile, dans les bâtiments comme toitures, façades, et aménagement intérieur, décoration, l'emballage.



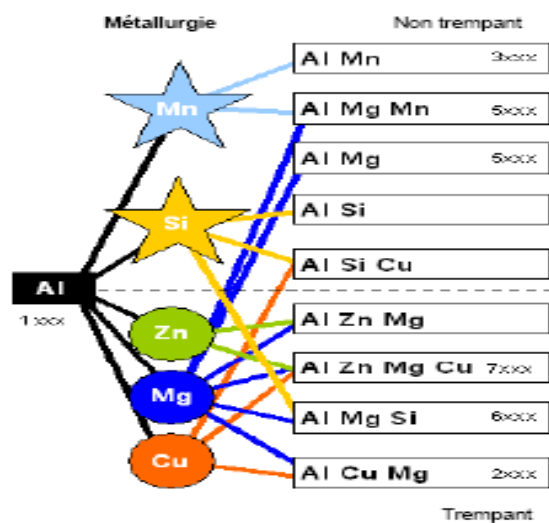
**I-3-1 Types d'alliages d'aluminium**

Il existe deux grandes familles d'alliages d'aluminium, des alliages corroyés, et des alliages de fonderies.

Les différents alliages à base d'aluminium sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en fonction des éléments d'alliages principaux (*tableau I.3*).

*Tableau I.3 : des différents alliages d'aluminium corroyés.*

	Désignation	Élément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
1000	1xxx	99% d'aluminium au minimum	
2000	2xxx	Cuivre (Cu)	Al <sub>2</sub> Cu-Al <sub>2</sub> CuMg
3000	3xxx	Manganèse (Mn)	Al <sub>6</sub> Mn
4000	4xxx	Silicium (Si)	-
5000	5xxx	Magnésium (Mg)	Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
6000	6xxx	Magnésium (Mg)+ Silicium (Si)	Mg <sub>2</sub> Si
7000	7xxx	Zinc (Zn)	MgZn <sub>2</sub>
8000	8xxx	Lithium et autres	Al <sub>3</sub> Li



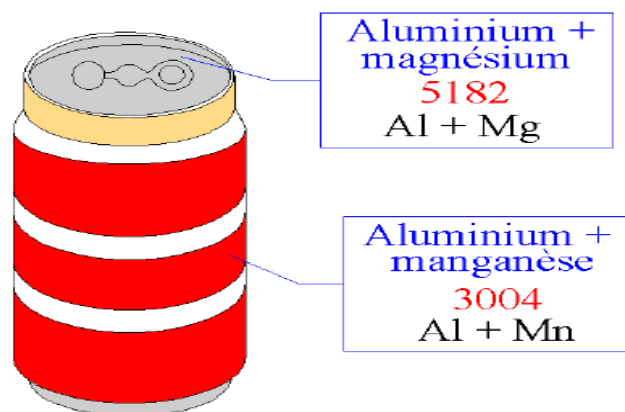
*Figure I.1 : Différents classes d'alliages d'aluminium.*

**Tableau I-4** : différents alliages d'aluminium de fonderie [4].

série	Alliage
100.0	Al commercial (Al Pur)
200.0	Al-Cu
300.0	Al-Si-Mg et Al-Si-Cu
400.0	Al-Si
500.0	Al-Mg
700.0	Al-Zn
800.0	Al-Sn

**Exemple :**

"can" ou boîte d'emballage type "cola cola". Ces boîtes sont constituées de deux nuances d'aluminium différentes. Par exemple, un 3004 (Al + Mn) pour le corps cylindrique, plus malléable et facilement déformable ; et un 5181 (Al + Mg) pour la partie couvercle avec levier d'ouverture, et plus dure que la précédente (figure I.2).

**Figure I.2** : Alliages d'aluminium entrant dans la fabrication d'une « canette ».**I-3-1-2 Classement par type de transformation**

Parmi ces huit classes, une autre distinction peut être faite entre les alliages non trempant et les alliages trempant [5] :

Les alliages non trempant correspondent aux séries 1000, 3000, et 5000 ce sont des alliages sans durcissement structural (*tableau I.5*).

Et les alliages trempant à durcissement structural qui correspondent aux séries 2000,6000 et 7000.

Selon la classe d'alliages envisagée, différentes méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques peuvent être adoptées.

En effet, en ce qui concerne les alliages non trempant, trois méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques existent : le durcissement de solution solide, le durcissement par précipités et le durcissement par écrouissage.

**Tableau I.5 : Différentes alliages trempant et non trempant.**

	Alliages trempant ou A durcissement structural ou A traitement thermique	Alliages non trempant ou à durcissement par écrouissage ou Sans traitement thermique
Série	2000 4000 6000 7000	1000 3000 5000

Pour les alliages trempant, la méthode principale de durcissement correspond à un traitement thermique, appelé traitement à durcissement structural.

Le processus de durcissement structural permet d'améliorer nettement les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium en conduisant à la formation de précipités durcissant. Cette modification de la microstructure du matériau s'accompagne souvent d'une chute de la résistance à la corrosion ce qui amène dans la plupart du temps à travailler, en terme de compromis entre bonnes propriétés mécaniques et résistance à la corrosion intéressante.

#### **I-4 Système binaire Al-Mg série (5000)**

Les alliages binaires Al-Mg (corroyés) contiennent en général moins de 4% de magnésium dans ces conditions ,on retrouve la majeure partie du magnésium en solution solide et le reste sous forme de composé intermétalliques  $Al_3Mg_2$ , cette série ne sont pas

portés au durcissement structural et sont largement utilisés dans des applications qui requièrent un bon fini de surface, une bonne résistance à la corrosion et une combinaison intéressante de résistance, de ductilité et d'usinabilité.[6]

#### I-4-1 Diagramme d'équilibre des phases du système binaire Al-Mg

Le diagramme des phases des alliages corroyés Al-Mg caractérisé par la faible miscibilité du Al et Mg la miscibilité maximal du Mg dans l'aluminium solide est de l'ordre de 17,4 % en poids à 450°C. Cette dernière décroît à 12,4 % d'Al dans le Magnésium solide de en poids à 437°C [7,8], aux extrémités de ce diagramme existent deux domaines monophasés l'une du magnésium dans l'Al ayant la structure d'Al et l'autre l'aluminium dans Mg ayant la structure du Mg, des phases intermétalliques  $Al_3Mg_2$ ,  $Al_{12}Mg_{17}$ , deux paliers eutectiques correspondant à l'équilibre. La présence du magnésium donne des effets remarquables dans l'aluminium (*figure I.3*).

- ✓ Augmente la résistance à la corrosion.
- ✓ Donne bonne fini à la surface.
- ✓ Facilité de travaille à froid.
- ✓ Développement massif décomposé intermétalliques à cause de forte réactivité.
- ✓ Croit les propriétés mécaniques d'aluminium.

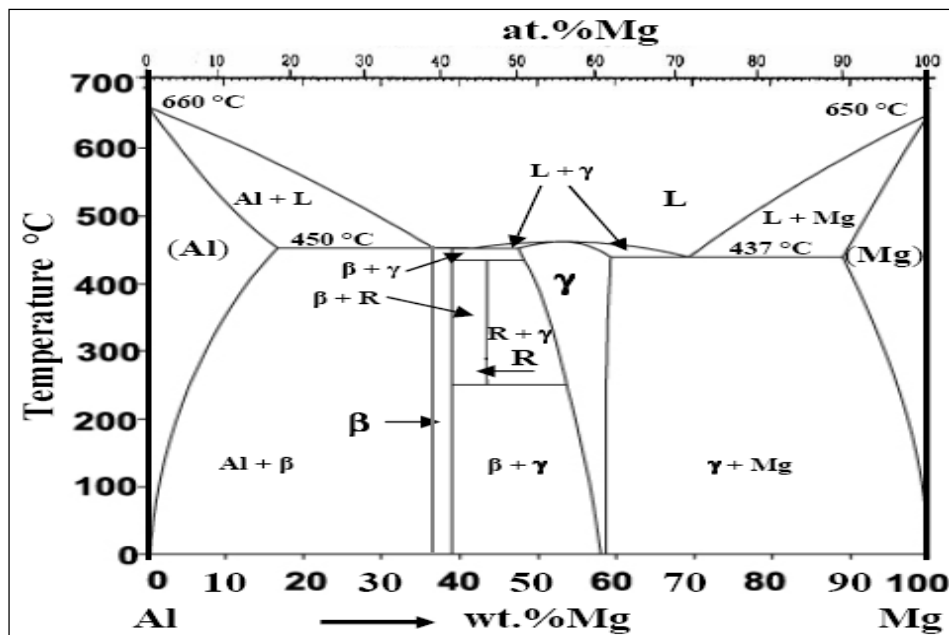


Figure I.3 : Diagramme des phases du système Al-Mg [9].

## I-5 Les alliages semi-solides Al-Cu-Mg.

Les alliages à durcissement structural Al-Cu-Mg : le durcissement structural de ces alliages dû à la précipitation de formes transitoires des composés d'équilibre  $\text{Al}_2\text{Cu}$ ,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  leur confère d'excellentes propriétés mécaniques.

Cette série des alliages sont largement utilisés pour les renforcements structuraux. Ils sont utilisés en majorité dans l'extrusion, avec des quantités plus petites disponibles sous forme de feuilles et plaques avec une structure de phases métastables qui précipitent dans ces alliages et qui sont largement décrites dans la littérature [10].

Récemment, ces derniers sont devenus d'un très grand intérêt dans l'industrie automobile à cause de leurs usage potentiel dans les panneaux de carrosserie (car body) car ils augmentent la réponse de la peinture cuite au four (paint -baking) sans diminuer la formabilité, la résistance mécanique, et la résistance à la corrosion des alliages classiques d'Al-Mg. En plus, les petites additions du Cu améliorent la force mécanique de ces alliages pendant les traitements thermiques par un durcissement de précipitation [11, 12].

### I-5-1 Diagramme des alliages ternaires Al-Cu-Mg

Les figures I.4 et I.5 représentent une section isotherme à 200 °C et 500°C du diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg. Dans le domaine correspondant aux faibles teneurs en cuivre et en magnésium, il apparaît quatre types de précipités. Dans la zone correspondant aux rapports massiques Cu/Mg élevés, si ce rapport est supérieur à 8, l'agent durcissant est alors  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , et si ce rapport est compris entre 4 et 8 deux types de précipités sont activés ( $\text{Al}_2\text{Cu}$  et  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ). Aux rapports Cu/Mg de plus en plus faibles entre 4 et 1,5 seul  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  contrôle les propriétés ; en dessous de cette proportion les propriétés dépendent de  $\text{Al}_6\text{CuMg}_4$  et apparaissent successivement les phases suivantes : la phase S seule dans la matrice  $\alpha$ , S avec la phase T ( $\text{Al}_6\text{CuMg}_4$ ) et S avec la phase  $\beta$  ( $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ ) [13,14 ,15].

La proportion appréciable de cuivre que l'on retrouve dans cette famille d'alliages explique le fait que les réactions de phases qui se produisent sont celles entre une solution solide d'aluminium et les phases intermétalliques AlCu et AlCuMg.

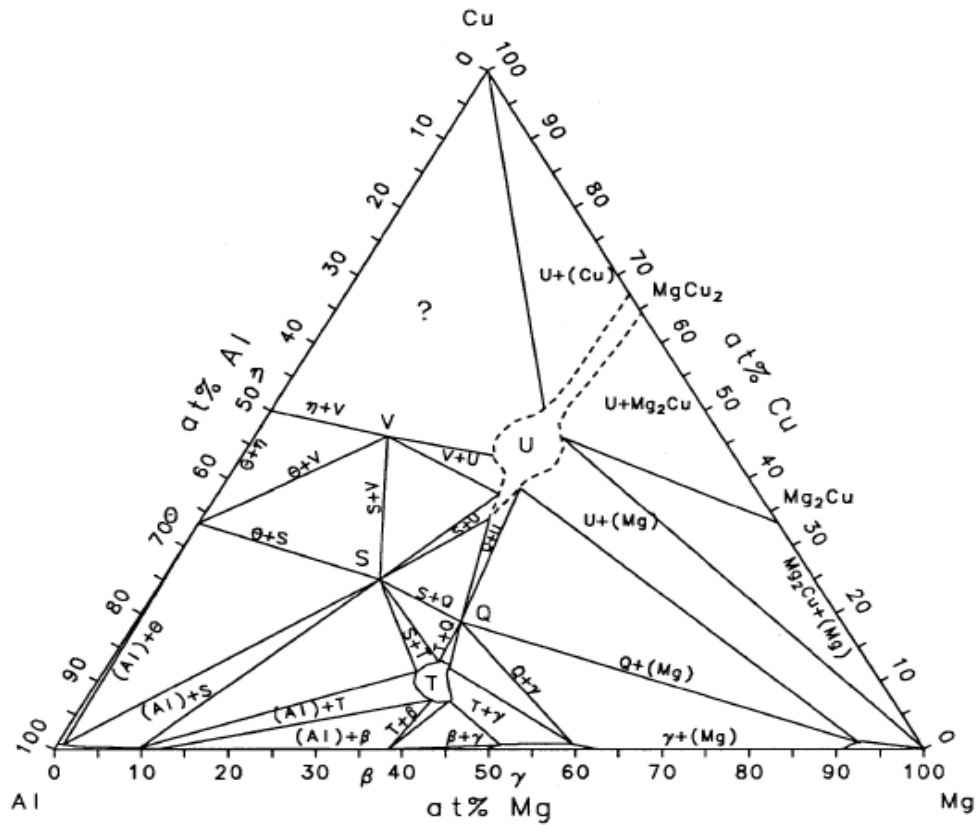


Figure I.4 : Digramme ternaires AlCuMg isotherme 400°C.

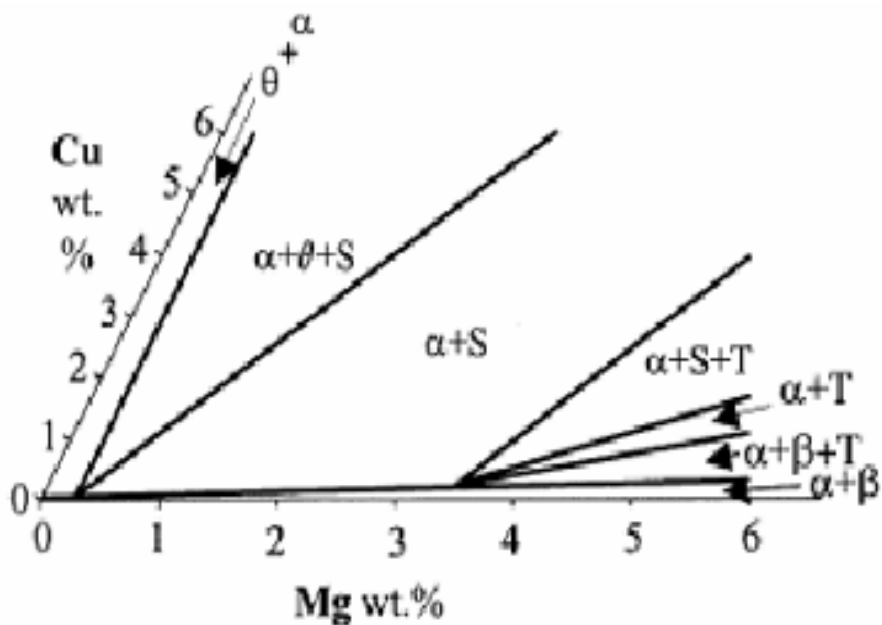
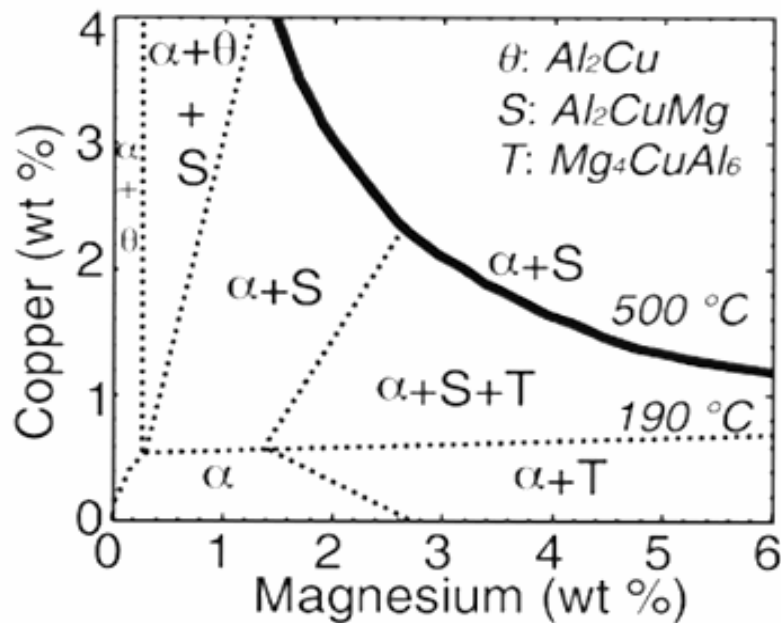


Figure I.5 : Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg section isotherme à 200°C;  $\alpha = Al$ ,  $\theta = CuAl_2$ ,  $S = Al_2CuMg$ ,  $T = Al_6CuMg_4$  et  $\beta = Al_{12}Mg_{17}$  [13,15].



**Figure I.6 :** Diagramme d'équilibre ternaire Al-Cu-Mg section isotherme à 190°C et 500°C [16].

### I-5-2 Parties liquides de diagramme ternaire

Sur le liquidus, on trouve deux points eutectiques ternaires. Un premier à 451 °C avec 2,7 % poids Cu, 32 % en poids Mg et 65,3 % en poids Al. Puis un deuxième à 507°C avec 6 % en poids Mg, 33,1 % en poids Cu,  $Al_2Cu$ ,  $Al_2CuMg$  et une solution solide d'aluminium qui contient 4,28 % poids Cu et 1,35 % poids Mg, se produit à une température de 510 °C.

Il existe aussi un point péritectique ternaire à 467 °C, mais surtout un eutectique situé dans le diagramme pseudo binaire Al-Cu et CuMg à une température de 518 °C avec une phase liquide renfermant 24,5 % poids Cu et 10,5 % poids Mg et qui réagit pour former la phase solide  $Al_2CuMg$  et une solution solide qui contient 2,9 % poids Cu et 2,9 % poids Mg également. La figure 8 illustre l'ensemble de ces phases [17].

### I-6 Donnée cristallographiques des phases du système binaire(500) Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg (2000)

Les phases constituant dans les deux systèmes des alliages sont représentées dans les tableaux I.6 et I.7.

#### I-6-1 Cas du système binaire.

*Tableaux I.6 : Données cristallographiques des alliages Al-Mg.*

Phase	Groupe d'espace	Système cristallin	Paramètres de maille (nm)
Al [18]	F m(-3)m	Cfc	a = 0,40494
$\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> [19]	Fd(-3)m	Cfc	c = 0,28239
R-Al <sub>30</sub> Mg <sub>23</sub> [20]	R(-3)	Cfc	a = 1,28254
X-Al <sub>12</sub> Mg <sub>17</sub> [21]	I(-4)3m	Cs	a = 0,105438
Al <sub>2</sub> Mg [22]	I4 <sub>1</sub> /amd	Tétragonale	a = 0,4132 c = 2,660
Mg [23]	P6 <sub>3</sub> /mmc	Hcp	a = 0,32094 c = 0,52112

**I-6-2 cas du système ternaire.***Tableaux I.7 : Données cristallographiques des alliages Al-Cu-Mg.*

phases	Groupe d'espace	Système cristallin	Paramètres cristallin
$\alpha$ -Al [24]	Fm3m	CFC	a = 4 ,0494
s-Al <sub>2</sub> CuMg [25]	Cmcm	orthorhombique	a = 4 ,000 b = 9.250 c = 7.150
AlCuMg [26] et [27]	P6 <sub>3</sub> /mmc	hexagonal	a = 5.090 c = 16.600

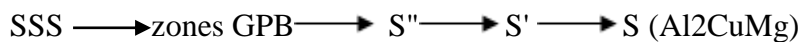
**I-7 Séquences de précipitation dans les alliages Al-Cu-Mg**



Diverses séquences de précipitation sont proposées dans les alliages Al-Cu-Mg. Chaque séquence décrit un nombre et un modèle de structures cristallines des phases précipitées. Les phases les plus citées pour un alliage Al-Cu-Mg sont : les zones de Guiner-Preston-Bagayratsky, les co-clusters Cu-Mg, les phases S''/GPB2, la phase métastable S' et la phase d'équilibre S, toutes dans un domaine de basses températures (100°C-200°C).

Il est important de noter, qu'en général, il n'y a pas de séquences différentes de précipitation dans un même domaine du diagramme d'équilibre contenant la phase S.

En 1952, selon Bagayaratsky [28], si le rapport massique Cu/Mg est supérieur ou égal à deux, la phase S précipite selon la séquence :



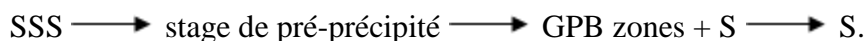
où SSS est la solution solide sursaturée, GPB sont les zones de Guirer-Preston-Bagayaratsky, S'', S' et S sont les phases qui apparaissent en fin de séquence.

Plus tard, en 1961, Silcok [29] affirme ne pas avoir observé la présence de la phase S'' par diffraction X, il a donc proposé la séquence suivante :



Récemment, plusieurs auteurs ont montré qu'un rapport massique Cu/Mg faible (de l'ordre de 1) est suffisant pour la précipitation de la phase S [15 30 3132 33].

Ringer *et al.* [21] dans une étude sur la précipitation, dans le premier stade de durcissement de l'alliage Al-1,1 Cu-1,7 Mg (at. %), montrent que le durcissement est notable, lorsque l'alliage est vieilli plus de 60 s à une température supérieure à 130°C. Il semble que ce sont les clusters (dominants dans ce stade) qui sont responsables du durcissement. Ces clusters se développent pour former des précipités sous forme de bâtonnets considérés comme des zones GPB riches en Cu et Mg. Ensuite, ces zones vont croître pour se transformer en phase S qui apparaît de manière hétérogène sur les dislocations. Les auteurs proposent la séquence suivante:



En 1999, Riechet *al.* [30] n'observent pas les zones GPB au début de la précipitation, mais observent les clusters de Cu-Mg. D'après ces auteurs, les zones GPB apparaissent ultérieurement selon la séquence suivante :



D'autre part, en 2004, Wang et Starink [31], par la corrélation entre les résultats obtenus par MET (Microscopie électronique en transmission) et par DSC, ont confirmé l'existence des co-clusters Cu-Mg et de la phase nommée GPB2/S''. En effet, ils ont étudié la ségrégation des atomes de soluté Cu et Mg en agrégats appelés co-clusters et que les zones GPB sont considérées comme une phase transitoire formant la phase S'' selon la séquence suivante :

SSS  $\longrightarrow$  co-clusters Cu-Mg  $\longrightarrow$  S''/GPB2  $\longrightarrow$  S.

En 2007 [34], les mêmes auteurs, dans un travail différent effectué sur deux alliages contenant en plus du Cu et du Mg, une faible quantité de Silicium: Al- 2,4%Cu-1,5%Mg-0,6%Mn-0,5%Si et Al-2,4%Cu-1,5%Mg-0,6%Mn-0,08%Si (en poids), ont confirmé l'existence de deux types de précipités de la phase S: type 1 et type 2 qui se différencient par les relations d'orientation avec la matrice; ces auteurs proposent la séquence :

SSS  $\longrightarrow$  co-clusters Cu-Mg  $\longrightarrow$  S''/GPB2  $\longrightarrow$  S (type 1)  $\longrightarrow$  S (type 2).

En 2008, Khan *et al.* [ 35 23] dans une étude sur la cinétique de durcissement dans l'alliage 2024 de composition Al-4,2%Cu-1,36%Mg-0,58%Mn-0,06%Si-0,08%Fe (en poids), ont utilisé la séquence suivante :

SSS  $\longrightarrow$  co-clusters Cu-Mg/ zone GPB  $\longrightarrow$  S''/GPB2  $\longrightarrow$  S'/S.

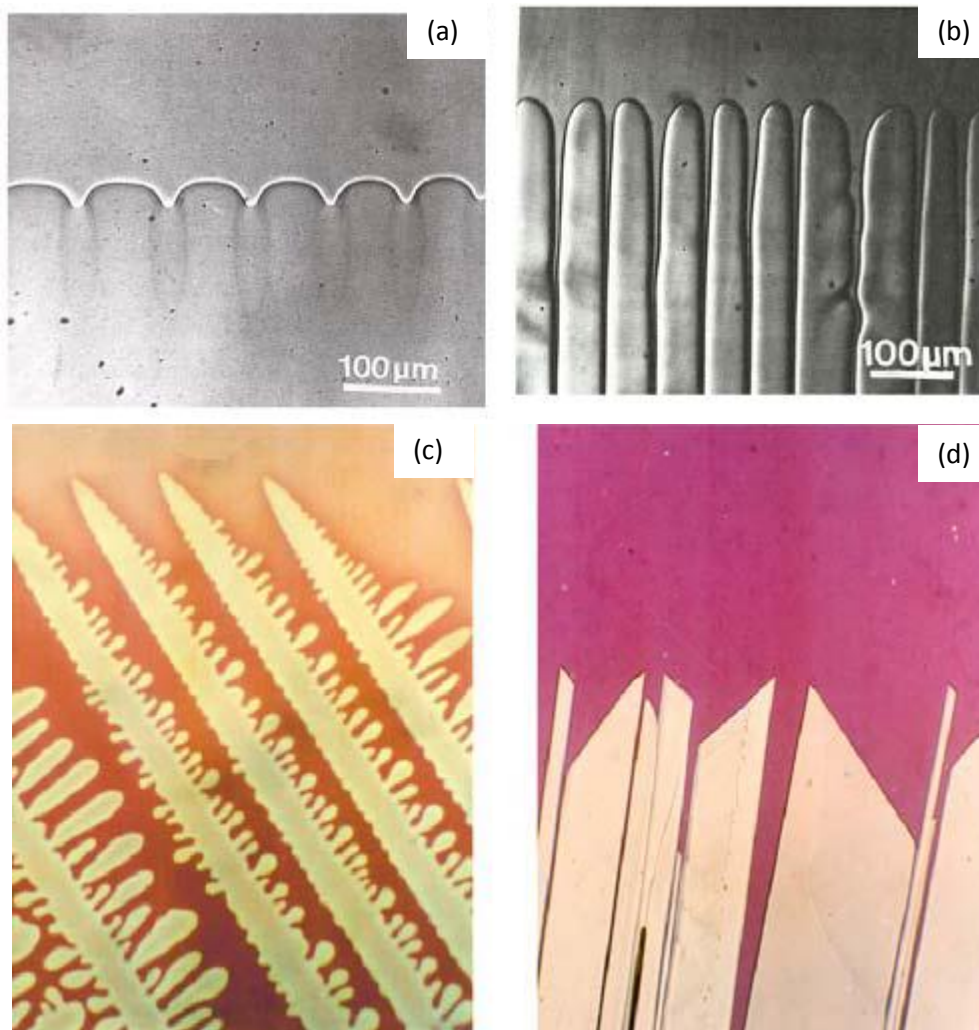
Nous remarquons que chaque étape différente des séquences proposées propriété d'être étudiée plus en détail

### **I-8 Morphologie des constituants et des phases après solidification**

La morphologie des constituants et des phases après solidification peut être très variée. Ce sont très fréquemment des dendrites ou des cellules et des constituants eutectiques. La conséquence de cette instabilité d'interface est la formation d'une microstructure de solidification dont vont dépendre les propriétés finales du matériau élaboré. Plusieurs types de microstructures peuvent être obtenus en fonction des paramètres de solidification (cellulaires à basse vitesse de tirage (*figure I.7a et I.7b*), dendritiques à grande vitesse de tirage (*figure I.7c*) et de l'alliage solidifié (morphologie rugueuse ou facettée (*figure I.7d*)). En fonderie industrielle, où l'on utilise de grandes vitesses de solidification, ce sont les structures dendritiques qui sont le plus couramment observées.

#### **I-8-1 Croissances des dendrites**

Les dendrites peuvent se présenter sous plusieurs formes globulaires ou à facettes, avec des bras primaires et secondaires. Le taux de refroidissement lors de la solidification et la nature des éléments d'alliage ont une forte influence sur la croissance des dendrites et déterminent leurs formes.



**Figure I.7:** Différentes formes d'interface solide – liquide, génératrices de la microstructure finale. (a) Cellules d'amplitude faible et (b) cellules profondes dans un alliage transparent [36, 48], (c) Dendrites colonnaires pour un alliage transparent et (d) cristal benzy le présentant des facettes bien développées [49].

Les dendrites seront plus grosses et leur forme est plus globulaire en présence d'un faible taux de refroidissement. Fleming [37] a décrit le processus de formation des bras secondaires causé par l'instabilité de l'interface paraboloidé provenant de la surfusion constitutionnelle du liquide autour des dendrites.

Cette théorie a fortement été influencée par les travaux conduits par Plaskett et Winegard [38] qui démontrent que la surfusion constitutionnelle est un concept important dans la transition cellules-dendrites. Flemin soutient également qu'une faible distance interdendritique implique un important taux de transfert de chaleur et que celle-ci s'ajuste par elle-même afin de réduire la surfusion constitutionnelle.

En contrepartie, la nature intrinsèque de l'alliage intervient dans la croissance des dendrites et leur aspect. Certains métaux tels les semi-conducteurs et les oxydes fondus ont tendance à former des facettes en se solidifiant, les alliages Al-Cu ont une solidification moins ordonnée produisant des dendrites plus globulaire. [32].

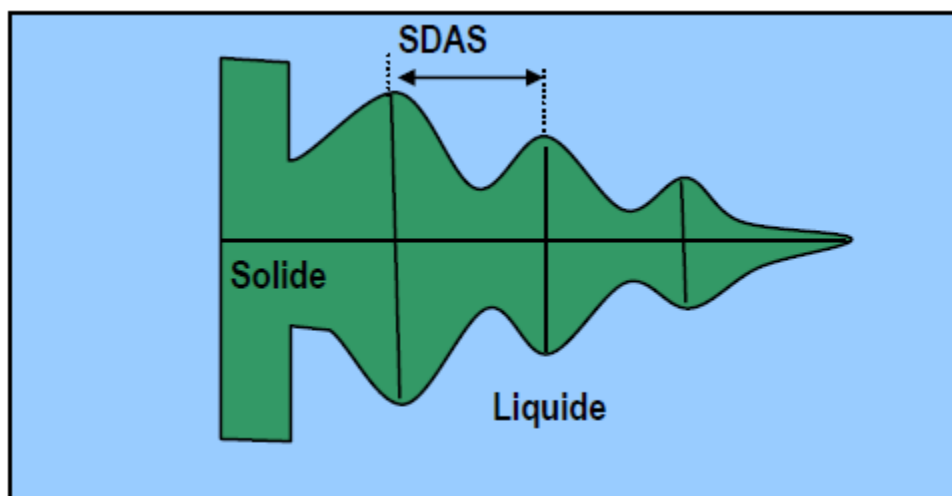
Comme il a été mentionné précédemment, la formation de dendrites est une conséquence de la ségrégation issue du front de solidification.

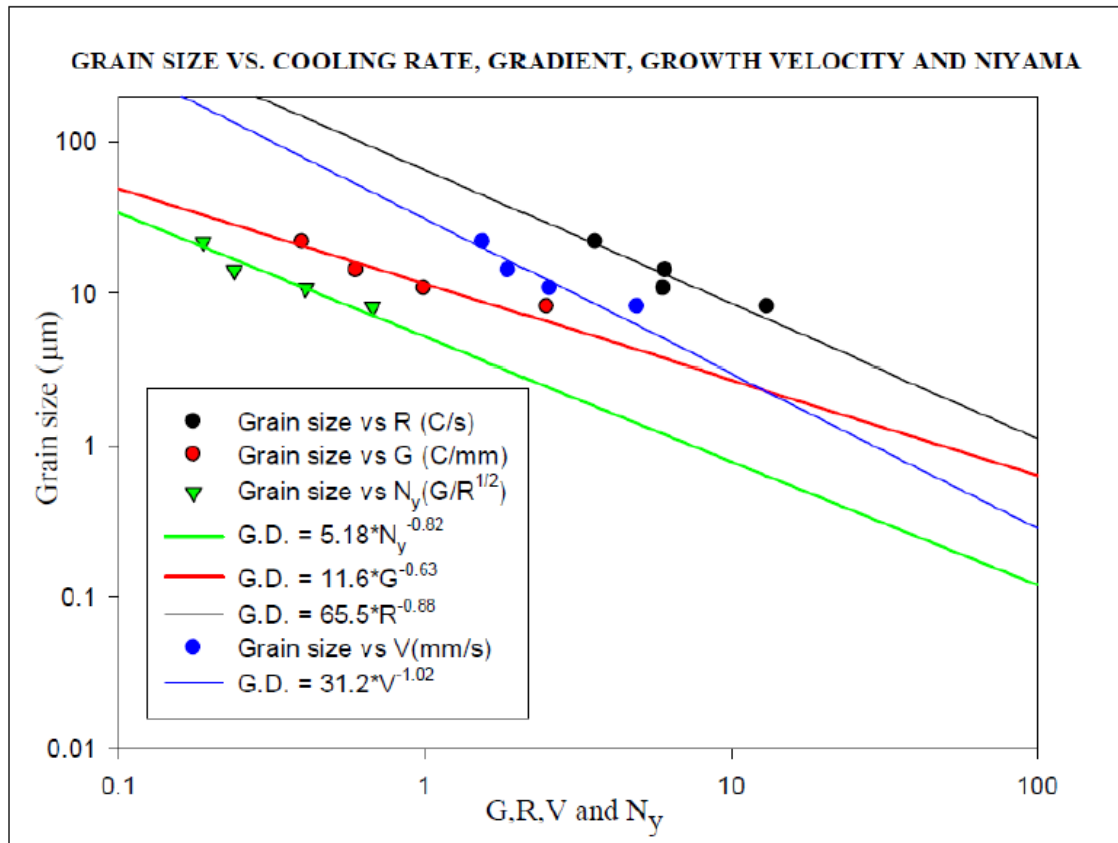
Les dendrites croissent au dépend du métallique de qui est alors enrichi en éléments d'alliage. La forme nette des dendrites après solidification est due à la solidification rapide du métal liquide restant lorsqu' il atteint sa concentration eutectique. Ceci explique la présence de structure eutectique entre les bras dendritiques de certains alliages.

### I-8-2 Paramètres microstructuraux des dendrites

Les paramètres de solidifications (vitesse de refroidissement, le gradient thermique) ont des conséquences considérables sur les microstructures. Basu a étudié l'influence de ce paramètre sur les caractérisations des microstructures de l'alliage de magnésium, tels que la taille de la graine, l'espacement entre les bras dendritique, et de la porosité. Il a été observé dans la solidification directionnelle que la taille des grains augmentés par l'augmentation de la distance du froid et la taille des graines diminue avec l'augmentation de la vitesse de refroidissements.

La figure I.8 montre la variation de la taille des grains en fonction de la vitesse de refroidissements ( $T^*$ ), le gradient thermique( $G$ ), la vitesse de croissance ( $V$ ) et la valeur de Niyama ( $N_y$ ).





**Figure 1.8 :** Variation de la taille des grains en fonction de la vitesse de refroidissements ( $T^*$ ), le gradient thermique( $G$ ), la vitesse de croissance ( $V$ ) et la valeur de Niyama ( $N_y$ ).

Il a été rapporté que l’espacement secondaire de dendrite augmenté avec la diminution de la vitesse de refroidissement et le gradient thermique [39].

Les équations (I-1 et I-2) montre la relations entre l’espacement secondaire ( $\lambda_s$ ), la vitesse de refroidissement ( $T^*$ ) et le gradient thermique ( $G$ )

$$SDAS = 328 * T^{-0.9} \tag{I-1}$$

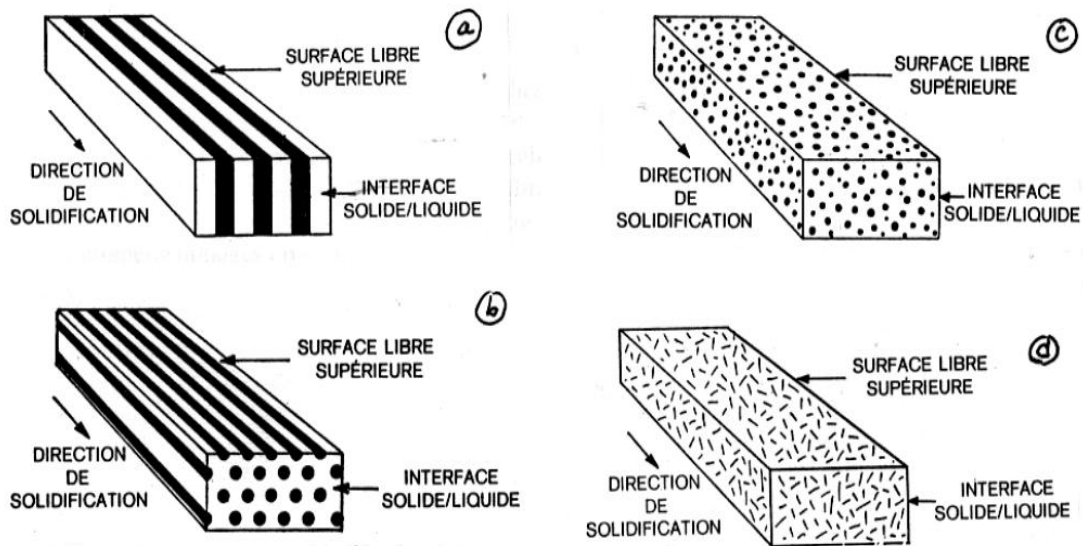
$$SDAS = 55 * G^{-0.9} \tag{I-2}$$

### I-9 Microstructures eutectiques

Les composés eutectiques ont des applications technologiques importantes en raison de leur température de fusion qui est inférieure à celle des constituants. C’est le cas des alliages de brasage utilisés pour l’assemblage en électronique et en plomberie (Pb-Sn). De plus, en fonderie les alliages eutectiques présentent l’avantage de ne pas comporter

d'intervalle de solidification. Ceci limite l'apparition de défauts tels que les ségrégations et le retrait volumique.

Les microstructures eutectiques possèdent fréquemment la forme de lamelles alternées. Elles peuvent être distinguées par la morphologie des phases solides  $\alpha$  et  $\beta$ . L'apparition de l'une ou de l'autre dépend de la composition de l'alliage, la vitesse de refroidissement et la présence d'impuretés ou la présence d'inoculant (*figure I.9*). En effet, l'augmentation du taux transfert de chaleur entraîne la formation de lamelles plus minces tout en conservant leur proportion volumique. De plus, la variation drastique dans le taux de refroidissement résulte en la formation de nouvelles lamelles ou la disparition de certaines d'entre elles. La perte d'une lamelle peut être due à la diminution du taux de refroidissement [40].



*Figure I.9 : Différentes formes de la microstructure eutectique.*

Les microstructures eutectiques peuvent être sous diverses formes :

- **Eutectique lamellaire** : C'est la forme la plus courante. On la rencontre dans les systèmes présentant une composition eutectique située à égale distance des compositions des phases  $\alpha$  et  $\beta$  tel que dans le système Al-Zn.
- **Eutectique en bâtonnet** : Dans cette structure, une phase se présente sous forme de bâtonnet dispersée dans une seconde phase continue (système Cd-Sn).
- **Eutectique globulaire** : c'est une forme peu courante. Elle peut être observée dans le système Cu-Cu<sub>2</sub>O dans lequel la phase Cu<sub>2</sub>O est sous forme de globule.

- **Eutectique aciculaire :**

L'une des phases apparaît sous forme irrégulière, souvent en aiguilles réparties dans une phase continue telle que l'eutectique observé dans le système Al-Si. La structure aciculaire peut être modifiée en agissant sur la vitesse de solidification ou bien en ajoutant un inoculant spécifique.

Dans les alliages binaires simples, La proportion des phases est essentiellement en fonction de la composition initiale de l'alliage et l'épaisseur des lamelles est dirigée par le taux de transfert de chaleur de façon similaire aux distances interdendritiques.

Dans certaines circonstances particulières, les régions eutectiques sont susceptibles d'être observées dans un arrangement en forme de bâtonnet au lieu de lamellaire [37].

### **I-9 Solidification dans les alliages Al-Mg**

Ohno et al. Ont étudié la solidification des alliages Al-Mg dont les concentrations sont inférieures à la limite de solubilité du Mg dans l'Al (figure I-2). Notant que la limite de solubilité maximale du magnésium dans l'aluminium est de l'ordre de 17,1 % en poids avec un coefficient de " partage  $k$  d'environ 0,51. Ils ont observé que la solidification de l'alliage débute par la cristallisation de la phase primaire  $\alpha$ -Al et que la ségrégation est normale. Ainsi que le liquide s'enrichit en magnésium lors de la croissance de la phase solide [41].

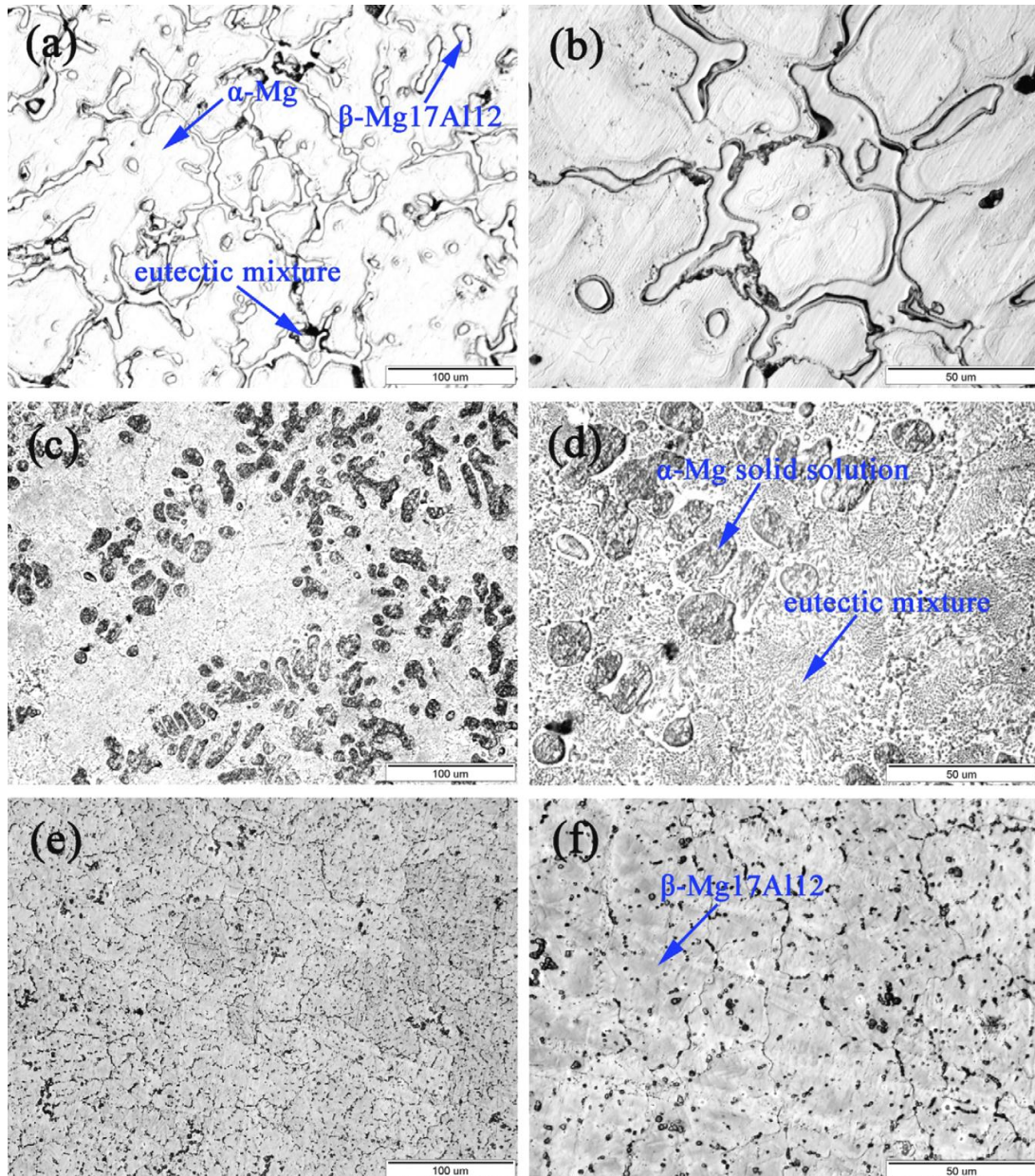
La ségrégation peut être responsable de la formation de l'eutectique à la fin de solidification si la teneur en magnésium suffisamment élevée. D'autres chercheurs ont étudiés les alliages binaires Al - 32 Mg, Al - 42 Mg, Mg-44Al et ternaires Mg-10Al-Zn, Mg-20Al-Zn. Les résultats montrent que la microstructure est constituée de la phase dendritique B-Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> distribuée dans les régions interdendritiques pour les alliages Al - 32 Mg et Al - 42 Mg. Une microstructure eutectique a été observée dans les alliages Mg-10Al-Zn, Mg-20Al-Zn et Mg-44Al (figure I.10) [46,47].

Liu et al. Ont étudié la solidification des alliages binaires Al-Mg. Ils ont trouvé que la structure eutectique lamellaire est composée de deux phases Al<sub>8</sub>Mg<sub>5</sub> et  $\alpha$ -Al. La formation de structures eutectiques aux joints de grains débute dans les alliages ayant une concentration initiale minimale de 3,36 à 7,12% de magnésium [41].

Dans les alliages riches en magnésium, les régions eutectiques peuvent être présentes entre les dendrites. Sur le profil de concentration associé à une coupe transversale de plusieurs dendrites, ces régions correspondent aux plateaux situés après les montées brusques. Les dendrites dans les alliages Al-Mg riche en Mg ont tendance à présenter des extrémités plutôt



arrondies pour donner une morphologie globulaire [42, 43]. Ceci répond bien à ce qui est mentionné dans la littérature puisqu'il n'est pas question d'éléments de nature semi-conducteurs ou de matériaux non métalliques qui encouragent la formation de facettes.



**Figure 1.10 :** Microstructures des alliages :(a) et (b) Mg–10Al–Zn; (c) et (d) Mg–20Al–Zn; (e) et (f) Mg–44Al.

La forme des dendrites dans les alliages Al-Mg peut présenter deux aspects différents selon leur direction de croissance privilégiée. Comme dans bien des alliages, la section transversale des dendrites peut adopter une forme de croix, lorsque la direction de croissance correspond à la famille  $\langle 100 \rangle$ . Elle peut toutefois se présenter sous forme de rosette (*figure 1.11*) [48], avec six (6) bras également espacés les uns des autres, lorsque cette direction correspond à la



famille  $\langle 110 \rangle$  [44 45]. L'orientation du transfert de chaleur peut contribuer à imposer une direction de croissance.

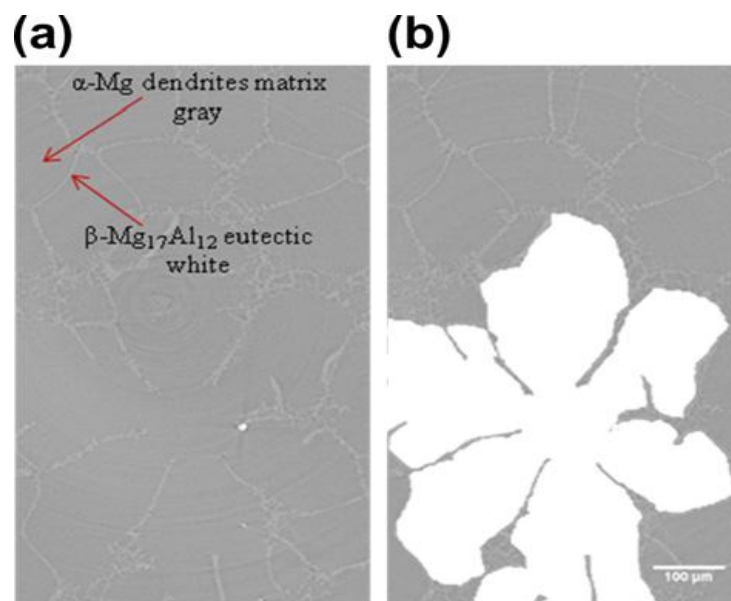
### I-9-1 Morphologie des constituants et des phases

Dans les alliages binaires utilisés ici, la structure eutectique suggérée par Liu et Kang est de type divorcé. Contrairement à la structure eutectique lamellaire, celle-ci se compose de deux phases massives distinctes, ( $\text{Al}_8\text{Mg}_5$ ) et  $\alpha$  ( $\alpha$ -Al), côte à côte [41].

Dans les alliages plus riches en magnésium, des régions eutectiques peuvent être présentes entre les dendrites. Sur le profil de concentration associé à une coupe transversale de plusieurs dendrites, ces régions correspondent aux plateaux situés après les montées brusques.

Les dendrites dans les alliages Al-Mg ont tendance à présenter des extrémités plutôt arrondies pour donner une morphologie globulaire [42, 43]. Ceci répond bien à ce qui est mentionné dans la littérature puisqu'il n'est pas question d'éléments de nature semi-conducteurs ou de matériaux non métalliques qui encouragent la formation de facettes.

La forme des dendrites dans les alliages Al-Mg peut présenter deux aspects différents selon leur direction de croissance privilégiée. Comme dans bien des alliages, la section transversale des dendrites peut adopter une forme de croix, lorsque la direction de croissance correspond à la famille  $\langle 100 \rangle$ . Elle peut toutefois se présenter sous forme de rosette (*figure I.11*) [48], avec six (6) bras également espacés les uns des autres, lorsque cette direction correspond à la famille  $\langle 110 \rangle$  [44 45]. L'orientation du transfert de chaleur peut contribuer à imposer une direction de croissance.



**Figure I.11 :** (a) Image 2D à partir de la tomographie X montrant des dendrites de (gris) eutectique (blanc). (b) Dendrite segmentée montrant six palettes [48]

**Références bibliographiques**

- [1] C. Vargel, le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod Paris (1979).
- [2] Al, ICDD-JCPDS 1997, carte n° 04-0787.
- [3] D. Adenis, Précipitation dans les alliages légers industriels, Revue de l'aluminium 373, (Avril 1969), pp. 331-436.
- [4] R. Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, vol. M440, (1992), p. 2.
- [5] J. E. Hatch, Aluminum: Properties and Physical Metallurgy, Ohio: Metals Park, (1984). p 319.
- [6] E. Romhanji · M. Popović · S. Stanojević J Nondestruct Eval Precipitation Processes in Al-Mg-(Mn,Cu) Type Alloy Sheets Evaluated Through Electrical Resistivity Variations (2010) 29: 43–48.
- [7] L. L. Rokhlin, N. R. Bochvar, E. V. Lysova, and T. V. Dobatkina ALUMINIUM ALLOYS Vol. 46, Nos. 3 – 4, 2004
- [8] I. N. P. Lyakishev (ed.), *Phase Diagrams of Binary Metallic Systems*, Vol. 1 [in Russian], Mashinostroenie, Moscow (1996).
- [9] Murray J.L., 1998, Al-Mg phase diagram, Vol. 3, *ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams*.
- [10] M.S. Salleh, M.Z. Omar, J. Syarif The effects of Mg addition on the microstructure and mechanical properties of thixoformed Al–5%Si–Cu alloys Journal of Alloys and Compounds 621 (2015) 121–130.
- [11] S. Bensaada, M.T. Bouziane, F. Mohammedi Effect of the temperature on the mechanism of the precipitation in Al-8% mass.Mg alloy Materials Letters 65 (2011) 2829–2832.
- [12] K.U. Kainer, "Magnesium Alloys and Technology", Wiley-VCH Verlag GmbH and Co., KGaA, Weinheim, Germany (2003).
- [13] A. M. Zahra, C. Y. Zahra: Journal of thermal analysis., 1990, **36**, 1465-1470.
- [14] L. F. Mondolfo: 'Aluminum alloys, Structures and Properties', 1976, Butterworths and Co, London, 497-505.
- [15] S. C. Wang, M. J. Starink: Int Mater, 2005, **50**, 193-215.
- [16] T. Buhler, S.G. Fries, P.J. Spencer, and H.L. Lukas, A Thermodynamic Assessment of the Al-Cu-Mg Ternary System, J. Phase Equilibria, 1998, 19(4), p 317-333

- [17] S.L. Chen, Y. Zuo, H. Liang, and Y.A. Chang, A Thermodynamic Description for the Ternary Al-Mg-Cu System, *Metall. Mater. Trans. A*, 1997, 28, p 435-446
- [18] JCPDS-ICDD (1997), Card No. 04-0787.
- [19] JCPDS-ICDD (1997), Card No. 29-0048.
- [20] Su H.L., Harmelin M., Donnadiou P., Beatzner C., Seifert H., Lukas H.L., Effenberg G., Aldinger F., 1997, Experimental investigation of the Mg-Al phase diagram from 47 to 63 at.% Al, *Journal of alloys and compounds*, Vol. 247(1-2), 57-65.
- [21] JCPDS-ICDD (1997), Card No. 01-1128.
- [22] JCPDS-ICDD(1997),CardNo.32-1032.
- [23] JCPDS-ICDD (1997), Card No. 34-1035
- [24] JCPDS-ICDD(1997),CardNo.20-0012
- [25] JCPDS-ICDD(1997),CardNo.22-1021
- [26] JCPDS-ICDD(1997),CardNo.23-1024
- [27] JCPDS-ICDD(1997),CardNo.28-0013
- [28] Y. A. Bagaryatsky: *Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R.*, 1952, **87**, 559-562.
- [29] J. M. Silcock: *J. Inst. Met.*, 1960, **88**, 357-364.
- [30] L. Reich, S. P. Ringer, K. Hono: *Phil Mag. Lett.*, 1999, **79**, 639.
- [31] S. C. Wang, M. J. Starink: *Mater Sci Eng A*, 2004, **386**, 156-163.
- [32] L. Kovarik, M. K. Miller, S. A. Court, M. J. Mills: *Acta mater.*, 2006, **54**, 1731-1740.
18. L. Kovarik, P. I. Goumna, C. Kisielowski, S. A. Court, M. J. Mills: *Mater Sci and Eng A*, 2004, **387-389**, 326-330.
- [33] S. P. Ringer, K. Hono : *Mater Charact*, 2000, **44**, 101.
- [34] S. C. Wang, M. J. Starink: *Acta Materialia*, 2007, **55**, 933-941.
- [35] I. N. Khan, M. J. Starink, J. L. Yan: *Acta Metal and Engineering A*, 2008, **472**, 66-74.
- [36] Flemings, M.C., *Solidification Processing*, McGraw-Hill Book Co., NY, USA, 1974, pp. 75-77.84
- [37] Plaskett, T.S. and Winegard, W.C., Cell to Dendrite Transition in Tin base Alloys, *Canadian Journal of physics*, Vol. 38, 1960, pp. 1077-1088.
- [38] Flemings, M.C., *Solidification Processing*, McGraw-Hill Book Co., NY, USA, 1974, pp. 83-85.

- [39] Flemings, M.C., Solidification Processing, McGraw-Hill Book Co., NY, USA, 1974, pp. 141-150.
- [40] Flemings, M.C., Solidification Processing, McGraw-Hill Book Co., NY, USA, 1974, pp. 66-72.
- [41] OHNO, A., The Solidification of Metals, Chijin Shokan Co Ltd., Tokyo, Japan, 1976, pp. 27-28.
- [42] Baïlon j.-P. et Dorlot J.-M., Des Matériaux, Presses Internationales Polytechnique, Montréal, Canada, 3rd Ed., 2000, pp. 179.
- [43] Flemings, M.C., Solidification Processing, McGraw-Hill Book Co., NY, USA, 1974, pp. 94-105.
- [44] Metals Handbook, Metallography and Microstructures, Vol. 9, American Society for Metals, Materials Park, Ohio, USA, 2004, pp. 428-447
- [45] Salgado-ordorica, M.A. and RAP PAZ , M., Twinned Dendrite Growth in binaït Aluminum Alloys, ActaMaterialia, Vol. 56, 2008, pp. 5708-5718
- [46] J.C. Jie, C.M. Zou , H.W. Wangb, Z.J. Wei , T.J. Li a Thermal stability of Al–Mg alloys after solidification under high Pressures Journal of Alloys and Compounds 584 (2014) 507–513
- [47] L. Zhang, Z.Y. Cao, Y.B. Liu, G.H. Su, L.R. Cheng Effect of Al content on the microstructures and mechanical propertiesof Mg–Al alloys Materials Science and Engineering A 508 (2009) 129–133
- [48] M.Y. Wang,J.J. Williams,L. Jiang,bF. De Carlo,cT. Jingaand N. Dendritic morphology of a-Mg during the solidification ofMg-based ScriptaMaterialia 65 (2011) 855–858

## ***Chapitre II : Techniques expérimentales***

L'objectif de ce chapitre est de présenter les matériaux utilisés et de détailler les conditions expérimentales mises en œuvre pour leur obtention ainsi que les techniques de caractérisations.

### II-1. Les alliages utilisés

Les alliages étudiés sont des alliages à base d'aluminium, les alliages binaires aluminium-magnésium à différentes teneurs de Mg ( $X=4, 16, 40, 50$ ) et les alliages ternaires riches en aluminium mais contenant également du magnésium et du cuivre Al-Cu-Mg (Al-2m.%Cu-2m.%Mg, Al-8m.%Cu-8m.%Mg, Al-20m.%Cu-20m.%Mg et Al-25m.%Cu-25m.%Mg). Le tableau II.1 et le tableau II.2 regroupent les compositions en pourcentages massiques et atomiques de chaque alliage.

**Tableau II. 1 :** Compositions massique et atomique des alliages binaires Al-Mg.

Échantillon		1	2	3	4	5
Masse Al (g)		5,000	4,800	4,200	3,000	2,500
Composition Al	%m	100	96	84	60	50
	%at	100	95.57	82.54	57.47	47.39
Masse Mg (g)		0,000	0,200	0,800	2,000	2,500
Composition Mg	%m	0	4	16	40	50
	%at	0	4.42	17.47	42.55	52.63

**Tableau II.2 :** Composition massique et atomique des alliages ternaires Al-Cu-Mg.

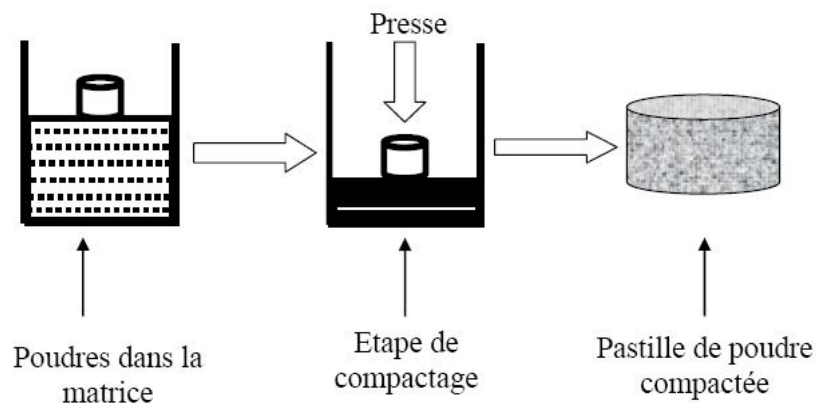
Echantillon		1	2	3	4	5
Masse Al (g)		5,000	4,800	4,200	3,000	2,500
Composition Al	wt.%	100	96	84	60	50
	at.%	100	96.91	87.26	66.15	56.57
Masse Mg (g)		0,000	0,100	0,400	1,000	1,250
Composition Mg	wt.%	0	2	8	20	25
	at.%	0	2.23	9.22	24.50	31.41
Masse Cu (g)		0,000	0,100	0,400	1,000	1,250
Composition Cu	wt.%	0	2	8	20	25
	at.%	0	0.85	3.53	9.34	12.01

## II-2. Procédure d'élaboration des alliages binaires et ternaires (alliages Al-Mg et alliages Al-Cu-Mg)

### II-2-1. Préparation des échantillons

Avant la fusion à haute fréquence, les alliages à base d'aluminium binaires et ternaires sont préparés selon les étapes suivantes :

- Pesées la poudre de chaque élément tel que la masse totale de pastille 5 gramme ont été pesées avec une grande précision ( $10^{-3}$ ) à l'aide d'une balance électronique très sensible (KERN EW/EG-N) et mélangé bien pour donner un alliage homogène.
- Pour le compactage on exerce une forte pression mécanique à froid de l'ordre de 640MPa les échantillons obtenus sont en forme de pastilles cylindriques de diamètre 1cm et de hauteur 16mm .La figure II-3 montre de façon simplifiée, les étapes de compactage des mélanges de poudres Al-Mg et Al-Mg-Cu et la figure II-4 est la photo d'une pastille cylindrique obtenue après compactage.



*Figure II.1 : Étapes de compactage des poudres.*



*Figure II.2 : Poudre compacté sous forme cylindrique.*

### II-2-2. Fusion des alliages étudiés

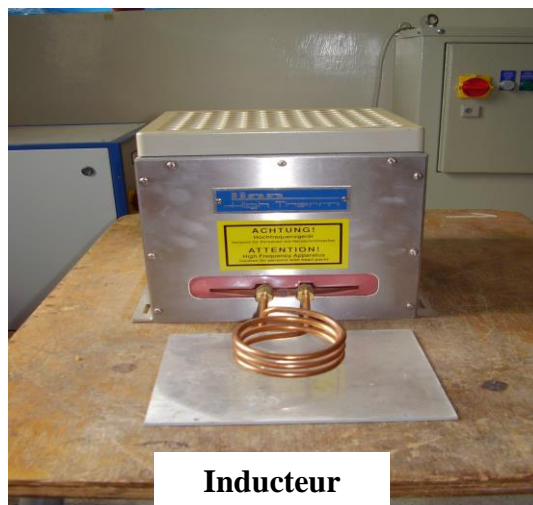
Les alliages à base d'aluminium binaires et ternaires ont été élaborés à l'aide d'un chauffage sous induction électromagnétique sous haute fréquence. Cette fusion a été effectuée dans un four composé de quatre systèmes (*figure II.3*).

- Source de puissance (HF).
- Système de refroidissement.
- Inducteur magnétique.
- Pompe à vide.



Source de puissance

Système de refroidissement



Inducteur

*Figure II.3 : Ensemble du procédé de fusion Hf.*



**II-2-2-1 Système typique de fonctionnement**

Les composants de base d'un système de chauffage par induction sont un générateur CA, un inducteur et une pièce (matériau à chauffer ou à traiter). Le générateur fait passer un courant alternatif à travers l'inducteur, ce qui génère un champ magnétique. Lorsque la pièce est placée dans l'inducteur, le champ magnétique y induit des courants de Foucault, générant des quantités précises de chaleur propre et localisée sans aucun contact physique entre l'inducteur et la pièce.

**II-2-2-2 Fréquence de fonctionnement**

Il existe un rapport entre la fréquence du courant alternatif et la profondeur à laquelle il pénètre dans la pièce ; les basses fréquences entre 5 et 30kHz sont efficaces pour les matériaux épais qui nécessitent une pénétration profonde de la chaleur, tandis que les fréquences plus élevées, entre 100 et 400kHz, sont efficaces pour des pièces plus petites ou pour une faible pénétration. Plus la fréquence est élevée, plus le flux de chaleur est élevé ; l'acte de se frotter les mains pour les réchauffer est une bonne analogie. Plus vite vous frottez vos mains, plus vous produisez de chaleur

**II-2-2-3 Matériaux magnétiques et non magnétiques**

Les matériaux magnétiques sont plus faciles à chauffer que les matériaux non magnétiques, du fait des effets du chauffage par hystérésis. Les matériaux magnétiques résistent naturellement aux champs magnétiques qui changent rapidement au sein de l'inducteur. Le frottement qui en résulte produit son propre supplément de chaleur - chauffage par hystérésis - en plus du chauffage par courant de Foucault. On dit qu'un métal offrant une résistance élevée possède une « perméabilité » magnétique élevée. La perméabilité peut varier sur une échelle de 100 à 500 pour les matériaux magnétiques ; les matériaux non magnétiques ont une perméabilité égale à 1. Le chauffage par hystérésis intervient à des températures en deçà du point de Curie - température à laquelle un matériau magnétique perd ses propriétés magnétiques.

**II-2-2-4 Profondeur de pénétration**

L'intensité du flux de courant induit dans la pièce est à son maximum en surface, et diminue rapidement sous la surface. Ainsi l'extérieur montera plus rapidement en température que l'intérieur ; 80% de la chaleur produite dans la pièce est produite au niveau de la « peau »

externe. Cette caractéristique est dénommée « profondeur de peau » de la pièce. La profondeur de peau diminue en même temps que la résistivité diminue, la perméabilité augmente ou la fréquence augmente.

### II-2-3.Étapes de la fusion

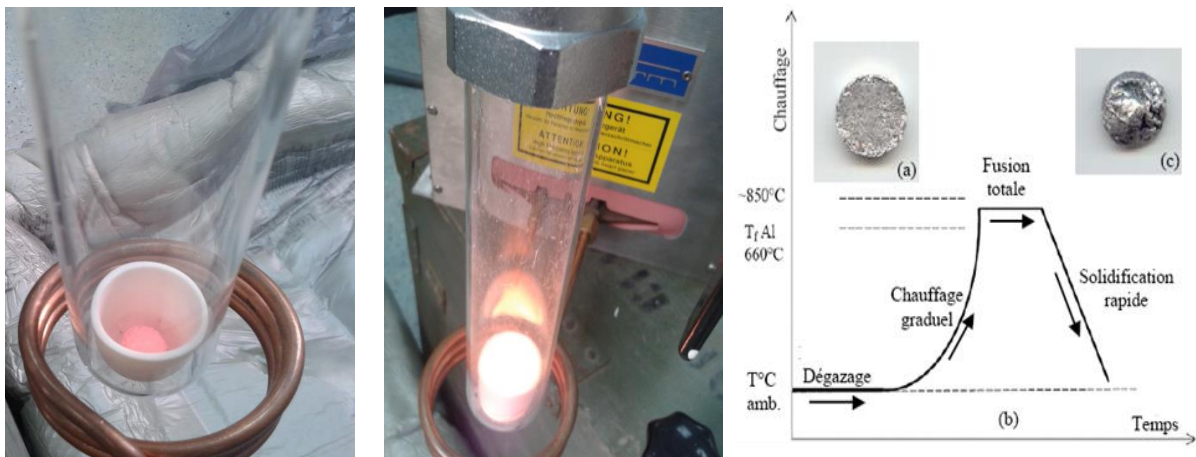
Après l'opération de compactage, les pastilles ainsi obtenues ont une bonne résistance mécanique ce qui permet de les manipuler sans risque de se détruire dans les différentes étapes d'élaboration par fusion à haut fréquence(HF).

L'élaboration des alliages homogènes passe par plusieurs étapes :

Au début, nous plaçons la pastille dans un creuset réfractaire, de dimensions 16mm de diamètre 3cm de hauteur ,l'ensemble pastille-creuset est placé au fond d'un tube en quartz vertical de diamètre intérieure 22mm relié à une pompe à palettes de pression 10-3 torr par un tube en caoutchouc hermétique comme montré la (figure II-4) ,qui permet de faire un dégazage continu.

La seconde opération dans l'élaboration est le chauffage graduel des alliages avec l'augmentation de la température de chauffage par induction électromagnétique. Cette dernière croit par l'augmentation de courant électrique dissipé en chaleur par effet joule à l'intérieure de l'inducteur jusqu'à la fusion totale.

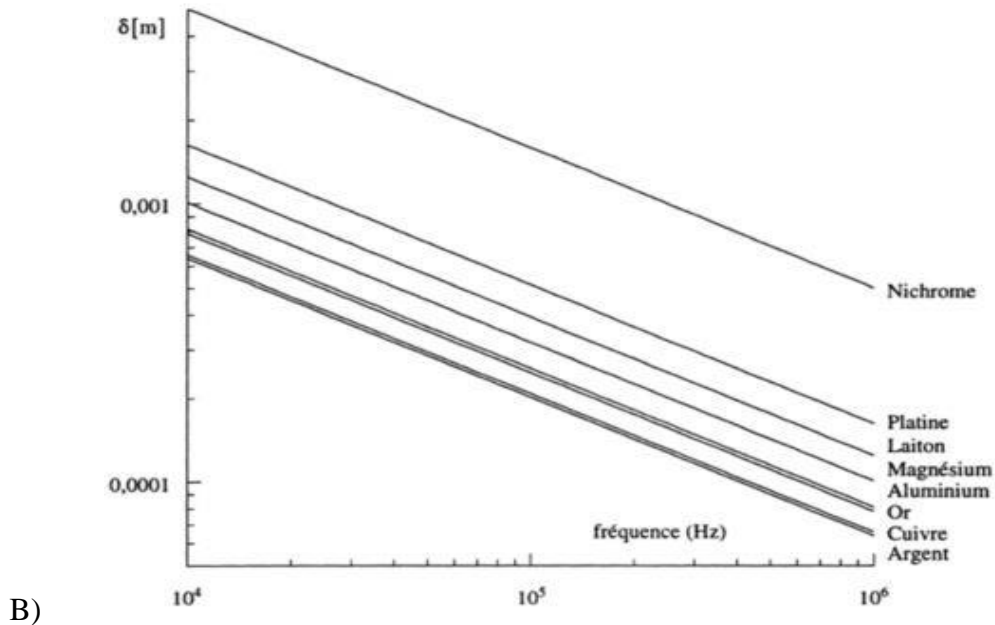
La pastille fusionne durant de 2 à 3 min et est refroidie quasiment rapidement après avoir coupé le courant. Les pertes de masses des alliages élaborés sont inférieures à 3%.



**Figure II.4 :** Fusion des alliages binaires et ternaires et les étapes de l'élaboration.

### II-2-4. Paramètres importants de la fusion haute fréquence

A) La fréquence du courant induit utilisée : plus la fréquence est basse, plus la pénétration du chauffage par induction sera importante, et donc plus la fréquence du courant induit est élevée, plus la pénétration sera faible.



Courbe représentant la pénétration d'un courant induit en fonction de sa fréquence dans différents métaux [2].

B/ La forme de la pièce à traiter est le deuxième facteur important : La disposition de la pièce dans l'inducteur est un paramètre important, car l'inducteur doit assurer un effet de couplage idéal pour obtenir le meilleur rendement possible tout en évitant des écarts de température trop importants entre les différentes parties de la pièce à traiter.

C/ Deux autres paramètres à retenir sont le temps de chauffe et la densité de puissance : appliquée à la pièce. La densité de puissance est le nombre de watts injectés par unité de surface. Exemples : 100 Watts par cm<sup>2</sup> ou 10 Watts par cm<sup>2</sup> [2].

### II-3. Opérations de préparations métallographiques des alliages

Après l'élaboration, les alliages subissent des préparations métallographiques pour les caractérisations microstructurales.

Le découpage des échantillons suivi des étapes suivantes :

- Enrobage dans la résine à froid
- Polissage
- Attaque chimique

### II-3-1. Le découpage mécanique

Les échantillons sont découpés à l'aide d'une tronçonneuse équipée d'un disque diamanté. Les échantillons sont ainsi découpés en 3 morceaux.

### II-3-2. Traitement thermique des alliages

Les alliages semi solide Al-Mg-Cu subissent à un traitement d'homogénéisation sous vide à 500°C dans un four durant une heure et refroidissement jusqu'à la température ambiante (figure II.5) [3].

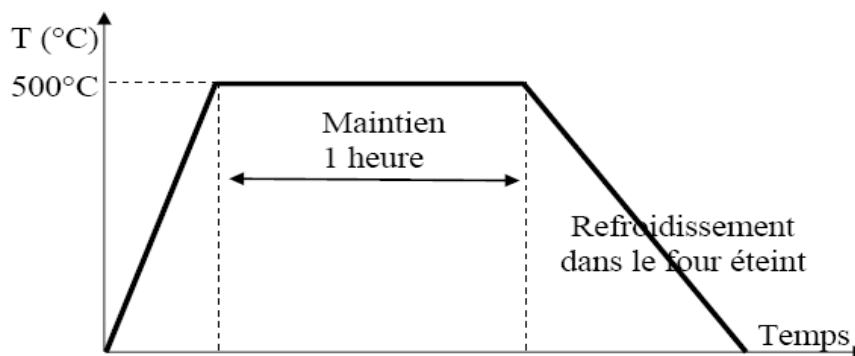


Figure II.5 : Cycles du traitement thermique des alliages Al-Cu-Mg.

### II-3-3. 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-3-4. Polissage des surfaces

Le polissage mécanique est un procédé de préparation des échantillons d'alliages pour des caractérisations de surface. Les échantillons sont polis mécaniquement à l'aide d'une

polisseuse électrique munie d'un papier abrasif de différentes granulométries de plus en plus fines (120 à 4000) suivi d'un nettoyage de surface à l'eau (distillée) à la fin de chaque étape de polissage. Ce genre de polissage permet d'obtenir des états de surface bien polies et adaptées aux différentes observations métallographiques.

### **II-3-5. Traitement chimique de surfaces**

On a utilisé un réactif dont la composition est :

Eau distillée 90 ml

Acide fluorhydrique (HF) 05 ml

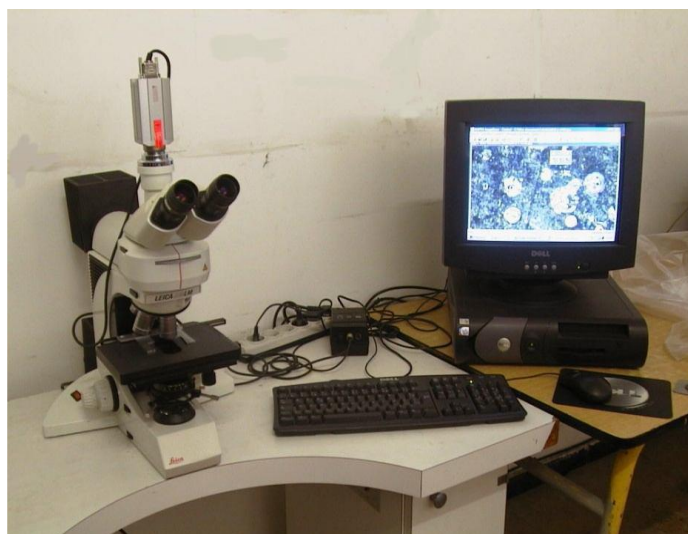
Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) 05 ml

La durée de l'attaque varie entre 5 et 15 secondes pour notre type d'alliage contenant l'aluminium comme élément d'alliage.

### **II-4. Microstructure des alliages étudiés et Méthodes d'observations et d'analyses**

#### **II-4-1. Microscope optique**

Le microscope optique utilisé permet des grossissements relativement importants jusqu'à mille deux cent fois (G1200) (*figure II.6*). Il est équipé d'un microordinateur et permettant d'obtenir des photos consistant des contrastes de phases dans certaines conditions. Pour les alliages binaires nous avons fait l'observation optique à Arcelor métal (complexe Annaba) et pour les alliages ternaires fait à métallurgie de type Zwick avec de différents grossissements (60-1200).



*Figure II.6 : Appareille de l'observation optique [4].*

### II-4-2.L'observation par microscope électronique à balayage

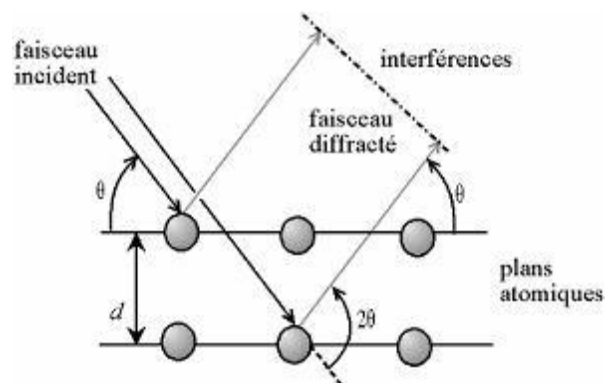
Une analyse MEB/EDX, la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) associée à la micro analyse par Energie Dispersive des rayons X (*figure II.7*), a permis d'identifier les phases présentes dans les microstructures et donner une analyse quantitative de la composition chimique.



*Figure II.7 : Photo du MEB type DSM Zeiss 960 A [5].*

### II-4-3.Les analyses par diffraction des Rayons X

La technique de diffraction des rayons X (DRX) est une méthode d'analyse qualitative et quantitative non destructive, elle permet d'analyser de façon globale la structure cristalline d'un matériau par diffraction des phases en présence (Spectre: I,  $2\theta^\circ$ ) et ainsi évaluer leurs caractéristiques paramétriques cristallines.



*Figure II.8 : Phénomène de diffraction de RX.*

L'angle d'incidence  $\theta^\circ$  est caractéristique de la distance interarticulaire  $d_{hkl}$  (*figure II.8*) satisfaisant la loi de Bragg (Eq. 1) [6]:

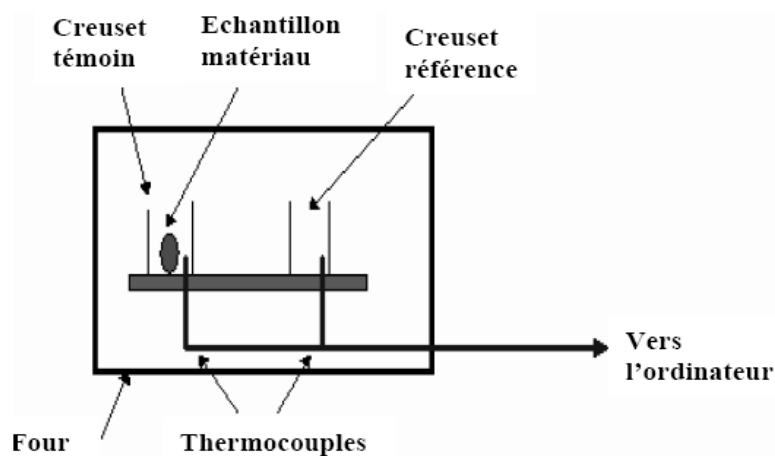
$$2 \times d_{hkl} \times \sin(\theta^\circ) = \lambda$$

La nature des phases constituants nos échantillons a été identifiée par la méthode de diffraction des rayons X sur un diffractomètre DRX en utilisant la radiation  $\text{Co}\lambda_{k\alpha} = 0.17902$  nm avec une incidence fixe de  $4^\circ$  et une vitesse de balayage de  $0.04^\circ/\text{min}$  n incrément d'angle fixe (le pas) de  $0.02^\circ$  pour les alliages binaires (LSGS de Nancy, France) et les alliages ternaires Al-Cu-Mg en utilisant la radiation  $\text{Cu}\lambda_{k\alpha} = 0,154$  nm et le pas ( $0.03^\circ$ ).

L'identification des phases se fait par comparaison des spectres expérimentaux de diffraction RX et les spectres théoriques (fichiers **ASTM**). Cette comparaison permet d'indexer les différentes raies de diffraction obtenues.

#### II-4-4.L'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

L'analyse calorimétrique différentielle DSC (Differential Scanning Calorimetry) est une méthode d'analyse qualitative et quantitative qui permet de mesurer la chaleur échangée entre un échantillon et son environnement en fonction de la température suites à une fusion ou cristallisation induites respectivement par absorption ou dégagement de flux chaleur [7,8]. Le terme "différentielle" indique que ce type d'analyse utilise deux détecteurs, l'un associé à l'échantillon, l'autre à une substance inerte de référence et le signal enregistré  $dH/dt$  (mW) correspond alors à la différence entre les signaux des deux détecteurs, l'échantillon et la référence (*figure II.9*).



*Figure II.9. Schéma d'un dispositif de mesure DSC.*

Dans le présent travail, nous avons fait des mesures de DSC sous atmosphère d'argon à l'aide d'un appareil DSC 822 de Mettler Toledo dans un domaine de températures de 25 - 700°C avec une vitesse de montée fixe de 10°C/min [ 9].

#### II-4-5. Microdureté Vickers

La dureté est définie par la résistance d'un matériau à la pénétration d'un indenter. l'indenteur Vickers est une pointe diamant de forme pyramidale à base carrée (angla au sommet 136°) qui en contact avec le solide, sous l'action d'une charge donnée, va laisser une empreinte. La dureté est définie comme le quotient de la force exercée sur l'indenteur par l'aire de l'empreinte ( $H=F/S$ ). dans le cas de la microdureté vickers , si  $d$  est la moyenne des diagonales , l'aire de l'empreinte est égale à [10 ,11, 12] :

$$S = \frac{d^2}{2\sin\left(\frac{136}{2}\right)} = \frac{d^2}{1,8544}$$

$$H_v = \frac{F}{S} = 0,0018544 \frac{F}{d^2}$$

$H_v$ : Dureté Vickers (GPa) ;

$F$  : La charge appliquée (N) ;

$S$  : Surface de l'empreinte ( $\text{mm}^2$ ) ;

$d$  : Moyenne des deux diagonales de l'empreinte (mm).



**Figure II.10** : Microduromètre Vickers muni d'un micro-ordinateur.



Dans notre cas, nous avons utilisé pour les mesures de dureté des alliages de fusion HF binaires Al-Mg et ternaire Al-Cu-Mg un microduromètre Vickers semi-automatique piloté par ordinateur de type Zwick/ZHV10 avec un pénétrateur en diamant sous forme de pyramide à base carrée de ce microduromètre utilise toute une gamme de charges entre 0,2kgf (200 g) (*figure II.10*). 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.

## II-5. Techniques de mesures électrochimiques.

### II-5-1. Description de la cellule électrochimique.

L'étude électrochimique des alliages binaires Al-Mg est effectuée dans une cellule électrochimique à trois électrodes présente dans la figure II.11 :

**L'électrode de référence** : électrode au calomel saturé KCL.

**Contre électrode** : plaque de platine.

**L'électrode de travail** : Constituée par le matériau étudié



*Figure II.11 : Photo présente les trois électrodes.*

### II-5-2. Mesures électrochimiques

Avant les mesures de potentiels de circuit ouvert les échantillons sont connectés par un fil électrique et enrobé dans la résine.

Les alliages sont polis mécaniquement au papier abrasif de granulométrie décroissante de 1000 à 2400 et les échantillons ainsi préparés sont rincés à l'eau distillée puis nettoyé dans l'éthanol sous ultrasons.

Les essais ont été réalisés à température ambiante et sans agitation thermique et dans un milieu corrosif constitué d'une solution de chlorure de sodium à NaCl3% en poids. Cette concentration correspondant à la teneur en ions Cl<sup>-</sup> dans l'eau de mer. Le Ph de la solution est 6,5.

### II-5-3. Dispositif de mesures

Le dispositif de mesures électrochimiques utilisé dans le cadre de ce travail est constitué d'un potentiostat voltamaster de type PGZ100 assisté par un micro-ordinateur (*figure II.12*). Le potentiel de corrosion ou le potentiel de circuit ouvert (PCO) est déterminé d'après la courbe de stabilisation et la courbe de polarisation courbe de tafel.



**Figure II.12 :** Voltmaster type (PGZ 301).

**Références**

- [1] I. Kebbache ,caracterisation, microstructural et cristallographique des alliages a base de cuivre élaborés par procédai hf,Thèse de doctorat en Science(2011),Université Badji-Mokhtar de Annaba-Agérie
- [2] <http://www.himmel-france.com>
- [3]S. Boulkessaim, M. Draissia, A. Fekrache, M.Y.Debili, Sciences, Techniques & Développement II(8) ANDRU (2011), pp. 280-287.
- [4]Salim Boulkessaim, *Caractérisation microstructurale des alliages Al-Ti*, Thèse de doctorat (2013), Université Badji-Mokhtar de Annaba, Algérie.
- [5] C.Etienne,J.J. Suñol analyse structurale des matériaux avances.(2010) ,Université de girona espagne.
- [6] B. D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, 2nd edition Addison Wesley, MA, 1978.
- [7] H. Bedboudi, S. Boulkessaim, A. Bourbia, M. Draissia, M.Y. Debili, Eur. Phys. J. Appl. Phys.59, 30701 (2012).
- [8] H. Bedboudi, Propriétés de microstructures des alliages de fusion HF Al-Zn et Al-Cu-Zn, Doctorat en Sciences, Université Badji-Mokhtar de Annaba (2010), Algérie.
- [9] D. Parés, E. Sagner, J. Saurina, J. J. Suñol, M. Toldrà, C. Carretero. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry Vol( 52), Number 3 1388-6150
- [10] M. Draissia, M.Y. Debili, Journal of Crystal Growth 270 (2004), p. 150.
- [11] M. Draissia, M.Y. Debili, CSM, 18-20 Novembre 2006 C.U. Oum El Bouaghi, Algérie.
- [12] Norme NF EN ISO 6507-1 matériaux métalliques essai de dureté Vickers partie : 1 méthode d'essai, Lavoisier 2005.

## ***Chapitre III : Résultats et discussions***

### III-1.Introduction

La microstructure des alliages Al-Mg élaborés par fusion haute fréquence a été caractérisée à l'aide d'observations au microscope optique et la diffraction des rayons X (DRX). Les analyses de DRX ont été utilisées pour déterminer les différentes phases formées dans les alliages binaires Al-Mg.

### III-2. Observations optiques des alliages binaires Al-Mg

Les figures III.1 et III.2 montrent l'observation métallographique des alliages binaires Al-Xwt.%Mg (X = 4, 16, 40 et 50) élaborés par fusion électromagnétique à haute fréquence. Pour la composition chimique Al-4m%Mg, on observe que la microstructure est constituée de grains de tailles différentes. D'après cette microstructure on remarque des grains de distribution uniforme, de taille moyenne 10 $\mu$ m.

Les autres compositions possèdent des microstructures eutectiques avec des composés intermétalliques de type cfc $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> et cs $\gamma$ -Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> en équilibre avec la matrice de solution solide cfc $\alpha$ -Al et la phase dendritique. On remarque également l'apparition d'eutectique à partir de 16%Mg. Quant aux deux nuances Al-40%Mg et Al-50%Mg, elles sont constituées de mélanges de structure dendritiques et d'eutectiques. Généralement, la microstructure des alliages Al-Mg est un mélange eutectique -dendritique où la phase  $\gamma$ -Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> se trouve sur le joint de grain [1-2].

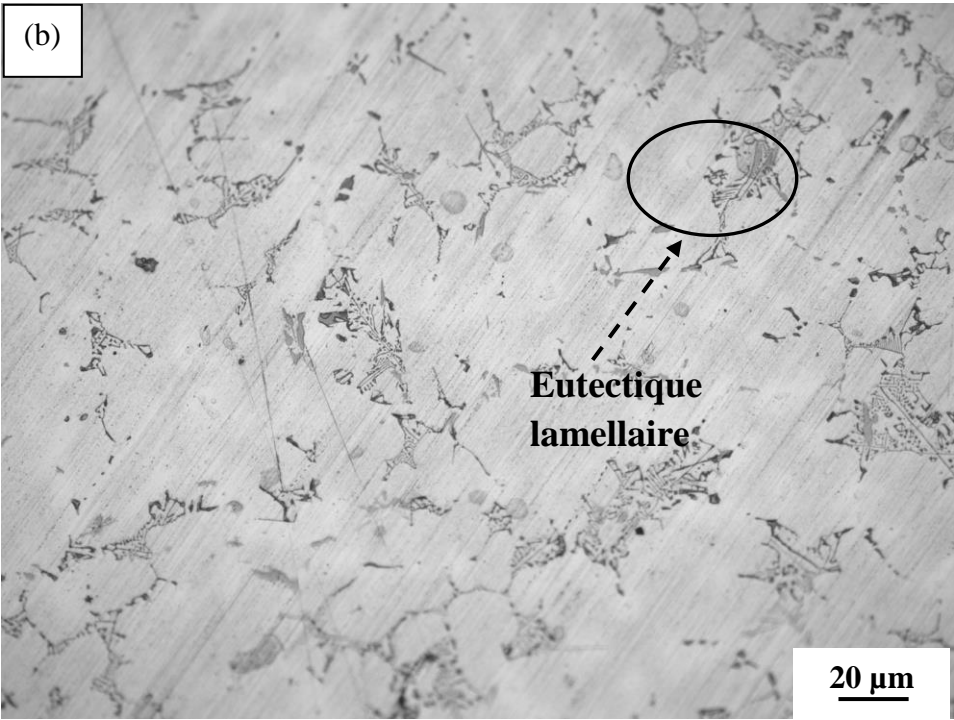
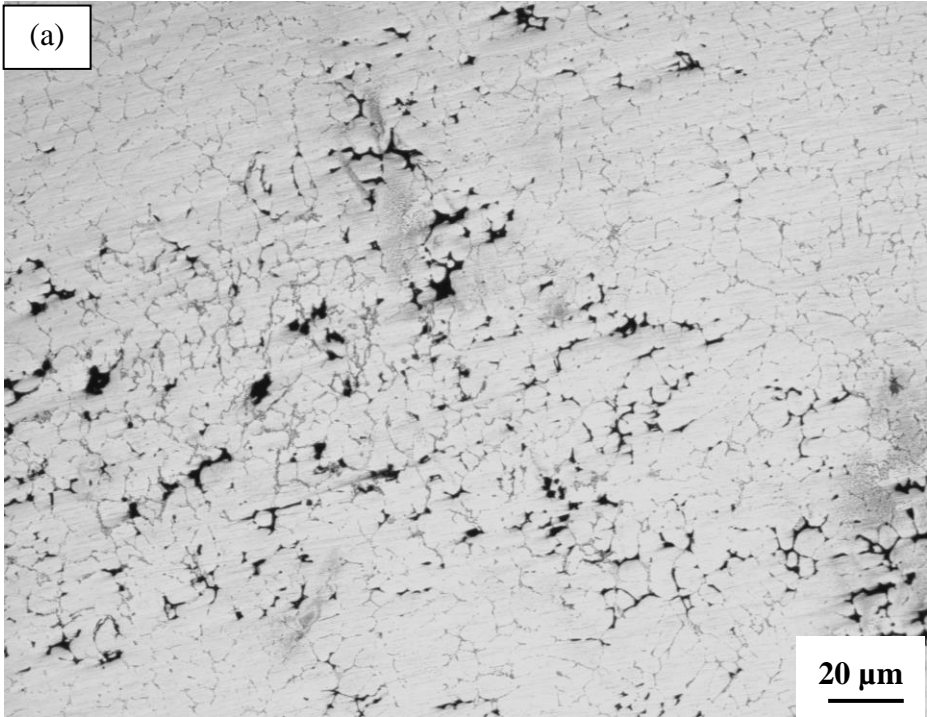


Figure III.1: Micrographies optiques des alliages (a) Al-4%Mg (b) Al-16%Mg.



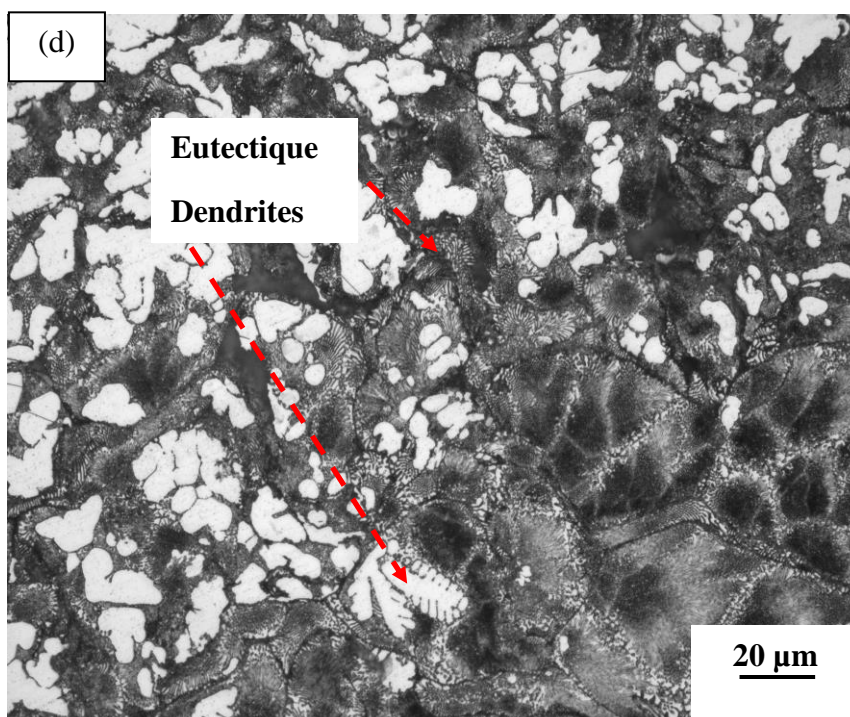
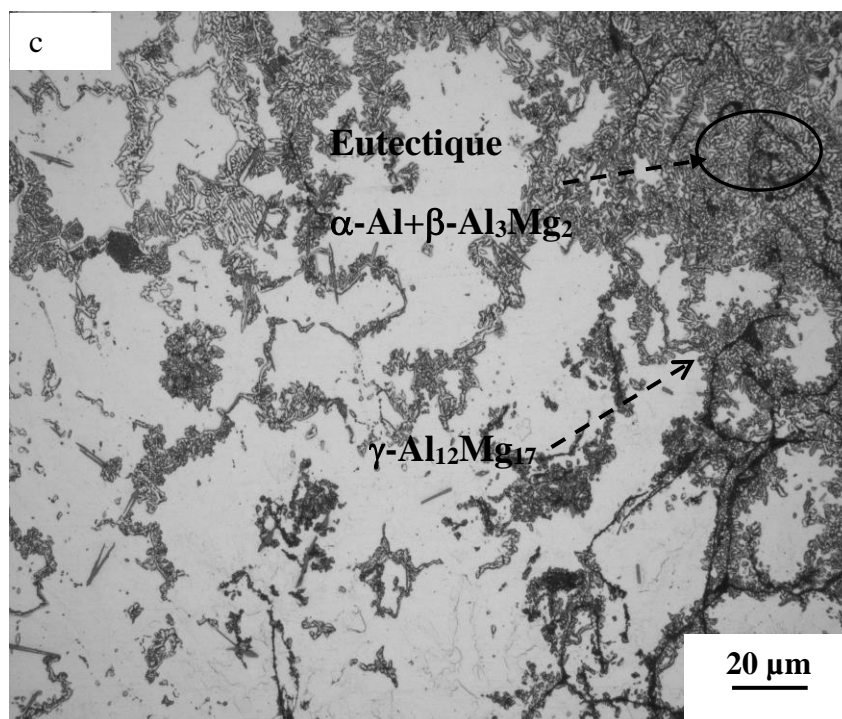
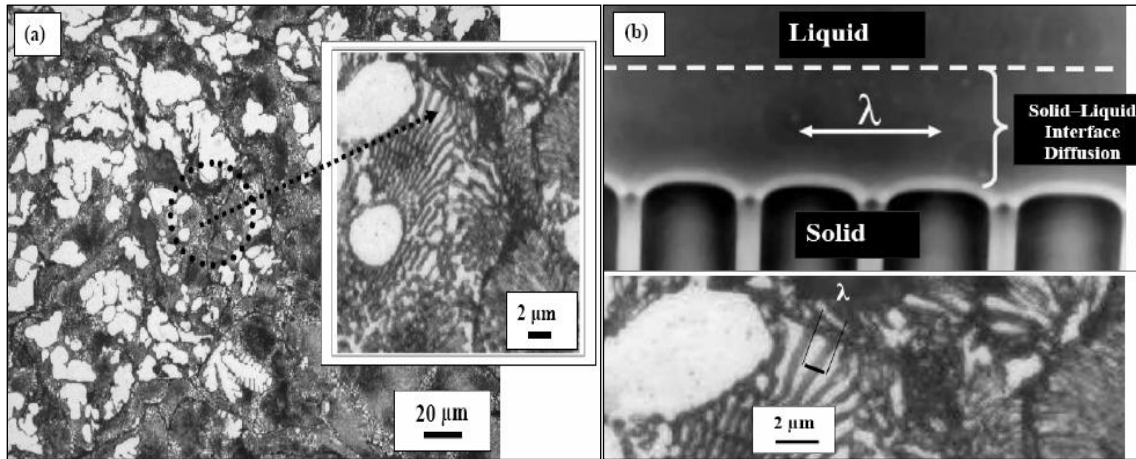


Figure III.2 : Micrographies optiques des alliages (c) Al-40%Mg (d) Al-50%Mg.

### III.3 Vitesse de solidification

La surfusion de constitution est responsable des structures observées dans les alliages lors d'une solidification où la vitesse de solidification  $V$  est estimée par des lois de croissance du type  $\lambda V^n = \text{constante}$  [21-24]. Une loi empirique (Eq. 2) définit la vitesse  $V$  ( $\text{cm.s}^{-1}$ ) de stabilisation du front de solidification de l'interface solide-liquide en fonction de l'espacement  $\lambda$  (cm) de bras dendrites:  $\lambda$  (cm) =  $10^{-5} V^{-1/2}$ .

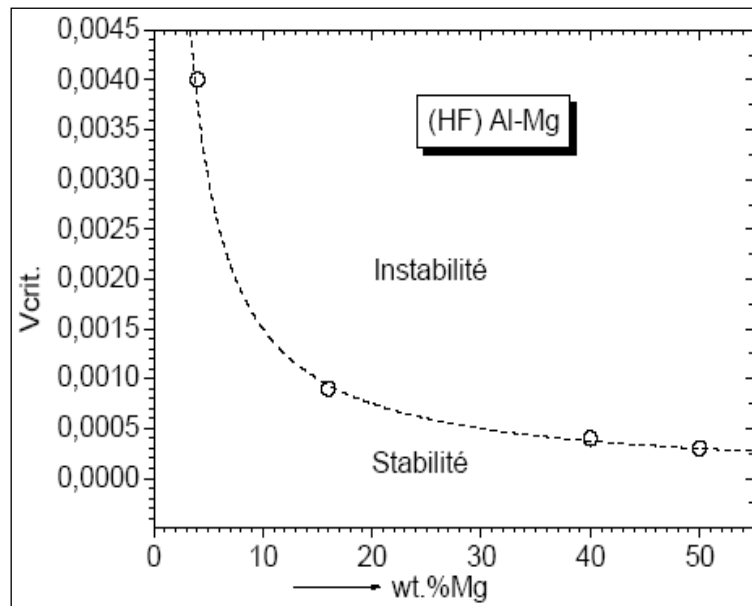


**Figure III.3 :** Micrographie optique des alliages (HF) Al-50 wt.%Mg (a) avec zoom et (b) montrant l'espacement interdendrites.

La figure III.3 montre la micrographie optique de morphologie de surface de l'alliage (HF) Al-50 wt.%Mg. Un zoom de 10 fois montre clairement l'espacement  $\lambda$  entre bras de dendrites évalué dans ce cas aux environs de  $2 \mu\text{m}$  ce qui donnerait d'après la loi de croissance de l'équation 1 pour l'alliage (HF) Al-50 wt.%Mg une vitesse de solidification du front solide-liquide de l'ordre de  $100 \times 10^{-4} \text{ cm.s}^{-1}$ . La valeur critique de la vitesse déstabilisation du front de solidification solide-liquide déduite du modèle donné par MULLINS and SEKERKA est déduite de la relation empirique (Eq. 3). Pour des valeurs de données correspondant au magnésium,  $G_L = 25000 \text{ K.m}^{-1}$ ,  $D = 9.45 \times 10^{-9} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ , la pente du liquidus  $m_L = -0,4 \text{ K (wt.\%)}^{-1}$  et un coefficient de partition  $k_0 = 0,2$  de la région L +  $\alpha$ -Al du diagramme d'équilibre de phases de la figure 3, la vitesse critique sera de l'ordre de  $5 \times 10^{-4} \text{ cm.s}^{-1}$  pour l'alliage Al-50 m.%Mg (52,6 at.% Mg) comme le montre la figure III-4

$$V \geq \frac{DG_L}{mC_0} \left( \frac{k_0}{1-k_0} \right) \quad (1)$$





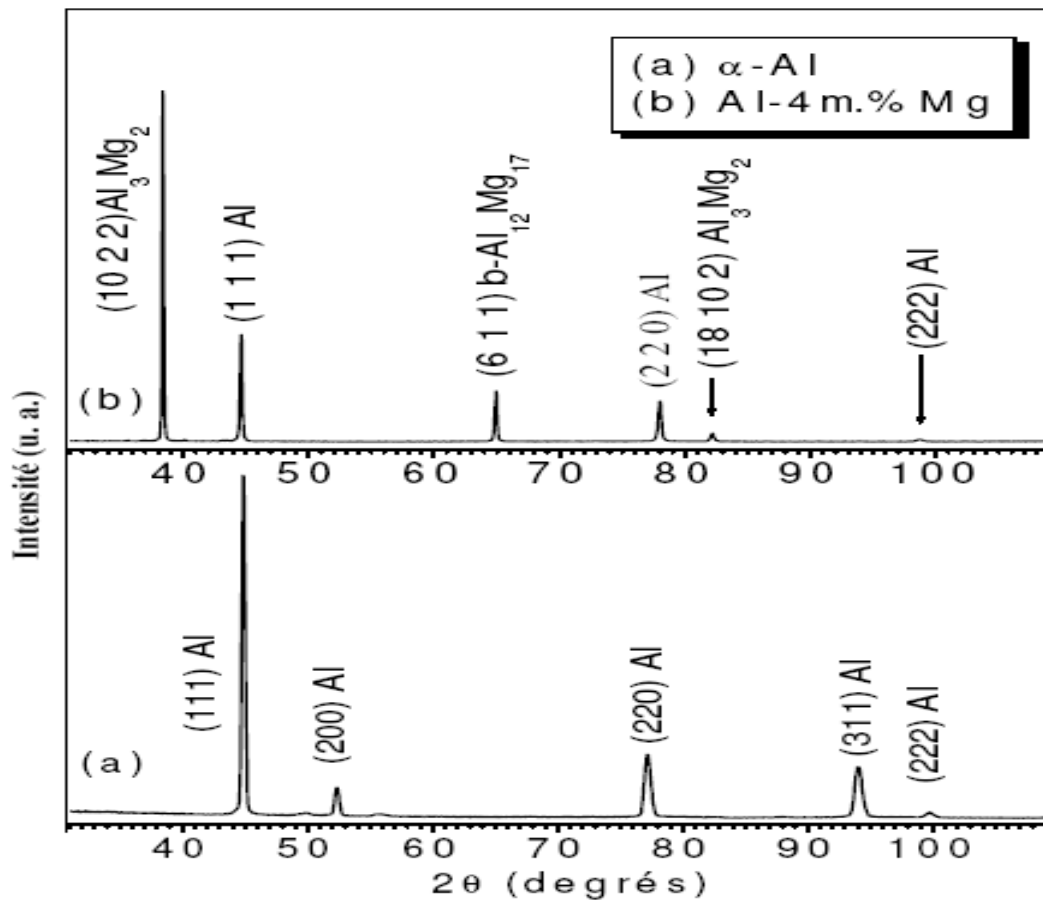
**Figure III.4 :** Évolution de la vitesse critique de surfusion de constitution dans le système d'alliages binaires Al (base)-Mg.

La vitesse critique de solidification pour la croissance de microstructure dendrite-eutectique observée dans l'alliage Al-50 m.%Mg qui est de  $10 \times 10^{-4} \text{cm.s}^{-1}$  se situe bien dans le domaine d'instabilité du front plan de solidification solide-liquide où la solidification rapide tend vers des structures cellulaires et/ou dendritiques.

#### III-4. Analyse par diffraction de rayons-X

Les caractéristiques microstructurales et cristallographiques des alliages de fusion (HF) Al-4, 16, 40 et 50 m.% Mg ainsi élaborés ont été étudiées à partir des analyses des diffractogrammes X réalisés sur un diffractomètre DRX utilisant la radiation  $\text{Co } \lambda_{\text{K}\alpha} = 0,17902 \text{ nm}$  avec une incidence rasante fixe de  $4^\circ$  couvrant un secteur angulaire de  $120^\circ$  en  $2\theta$  [2,6] et un incrément d'angle fixe (pas) de  $0,0329^\circ$ . Le logiciel Origin6.0 est utilisé pour générer les spectres ( $I, 2\theta$ ). Pour une phase distincte par rapport aux autres phases dans un diffractogramme X, nous avons utilisé une loi de proportion des intensités relatives des phases apparentes (Eq. 1) [3,4].

$$\% \text{ phase } (i) = \frac{\sum I \text{ phase } (i)}{\sum I \text{ phases}} \times 100 \quad (2)$$



**Figure III.5 :** Diffractogrammes X de l'alliage Al-4m%Mg (b) en comparaison avec solution solide d'Al (a).

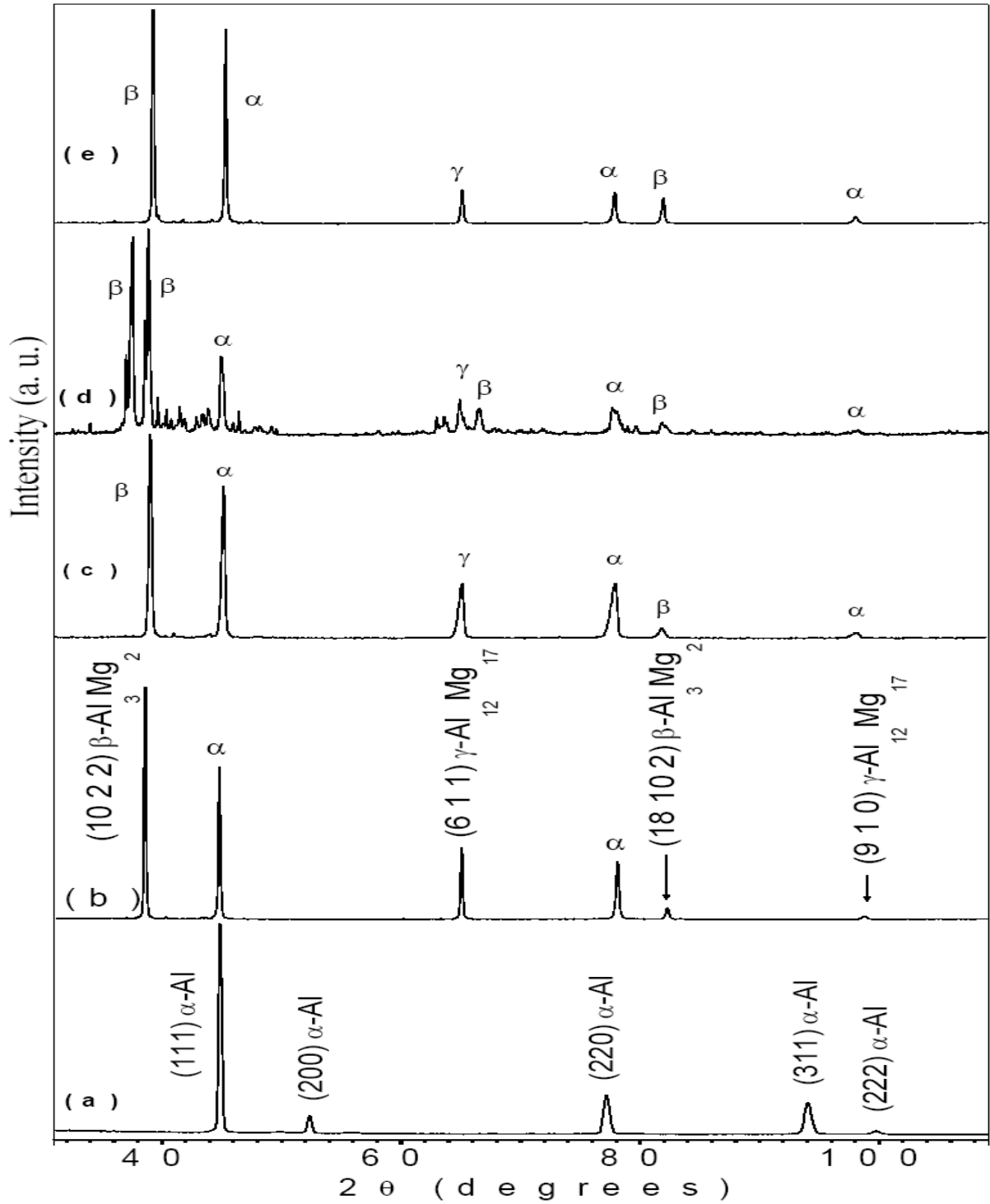
La figure III.5 montre le Diffractogramme X de l'alliage Al-4m%Mg en comparaison avec celui d'une solution solide d'aluminium. L'indexation a été faite au moyen des données cristallographiques sur les fiches ASTM (ICDD-JCPDS 1997) de l'aluminium pur [5] et des phases de composés intermétalliques Al(Mg) susceptibles de se former entre l'aluminium et le magnésium. Le spectre DRX de l'aluminium solution solide  $\alpha$ -Al [6-7] de la figure III.5 (a) a été utilisé comme spectre standard pour indexer les pics des raies apparentes de diffraction DRX de l'échantillon de fusion (hf) de l'alliage Al-4m%Mg (figure III.5 (b)). La microstructure se présente comme étant un mélange de solution solide cfc $\alpha$ -Al(Mg) et les composés intermétalliques des phases cubiques la phase complexe cfc $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> [8] et simple  $\gamma$ -Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> [9]. Le tableau III.1 regroupe les données DRX et cristallographiques de l'alliage Al-4m%Mg où les phases diffractées. Les paramètres cristallins de maille des phases cfc $\beta$ -

$\text{Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\text{cs}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  sont déterminés à partir des pics diffractés les plus intenses de ces phases. Pour la phase bien diffractée cfc  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ , le pic le plus intense ( $I_R = 100$ ) est localisé à  $2\theta = 38,3804^\circ$  donnant des paramètres de maille  $a = b = c = 2,83$  nm. Pour la phase  $\text{cs}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , le pic le plus intense ( $I_R = 15$ ) est localisé à  $2\theta = 64,913^\circ$ , on remarque que la phase cfc $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  diffracte mieux que la phase  $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , ceci est dû à la diminution de la teneur en aluminium [8]. Le paramètre de maille déduit est  $a = 1,03$  nm alors que les valeurs issues de la littérature sont respectivement  $a = 2.8239$  nm et  $a = 1,056$  nm pour ces 2 phases. Il est donné dans des modèles que la phase cfc $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  contient 1168 ou 1192 atomes par maille [10] ce qui est montré clairement dans la figure III.8.

**Tableau III.1:** Paramètres cristallographiques des phases présentes dans le diffractogramme DRX de l'alliage Al-4wt.%Mg.

2 $\theta^\circ$ Mesurés	I <sub>R</sub>	(h k l)	2 $\theta^\circ$ Calculés		
			Cfc Al [ 5] a = 0.4049 (nm)	Cfc $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ [ 8] a = 2.83 nm	Cs $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ [ 9] a = 1.03 nm
38.3804	100	(10 2 2)		38.468	
44.6287	31	(1 1 1)	44.968		
64.9193	15	(6 1 1)			64.028
78.0078	12	(2 2 0)	77.291		
82.1843	3	(18 10 2)		82.760	
98.725		(2 2 2)	99.789		
% $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$		65			
$\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$		9			
Le pic le plus intense			(10 2 2) $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ $2\theta = 38.3804^\circ$		

Les diagrammes de diffraction des rayons X des alliages étudiés sont représentés dans la figure (4) solution solide(a) 4(b), 16(c),40(d) et 50(e) m.%Mg.



**Figure III.6 :** Les spectres DRX des alliages solution solide(a) 4(b), 16(c),40(d) et 50(e) m.%Mg.

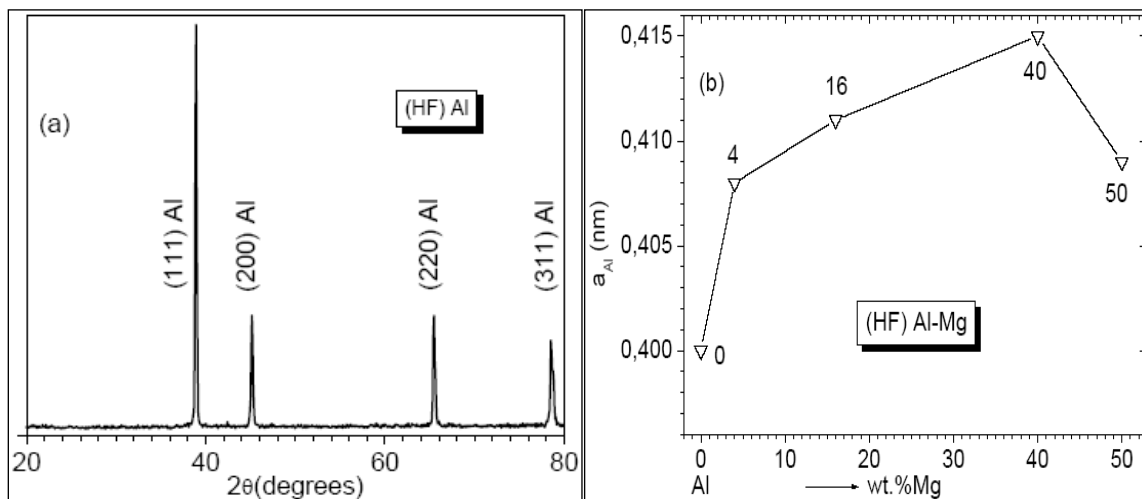
**Tableau III.2 :** Caractéristiques physiques, microstructurales et cristallographiques des alliages Al-4, 16, 40 et 50 m.%Mg.

Echantillon		1	2	3	4
Elements (g)	Al	4.8	4.2	3.0	2.5
	Mg	0.2	0.8	2.0	2.5
Densité (g×cm <sup>3</sup> )		2,66	2.55	2.32	2.22
Comp.	m. %	4	16	40	50
	at. %	04,2	17,5	42,6	52,6
Microstructure		$\alpha$ -Al + $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> + $\gamma$ -Al <sub>12</sub> Mg <sub>17</sub>	$\alpha$ -Al + $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> + $\gamma$ -Al <sub>12</sub> Mg <sub>17</sub>	$\alpha$ -Al + $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> + $\gamma$ -Al <sub>12</sub> Mg <sub>17</sub>	$\alpha$ -Al + $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub> + $\gamma$ -Al <sub>12</sub> Mg <sub>17</sub>
% $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>		65	61	80	67
% $\gamma$ -Al <sub>12</sub> Mg <sub>17</sub>		9	9	7	5
Pic le plus intense	Phase	(10 2 2) $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>	(10 2 2) $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>	(10 2 2) $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>	(10 2 2) $\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>
	Mesuré	38.3804°	38.0516°	37.7885°	38.3804°
	Calculé	38.468°			

### III-4.Évolution du Paramètre cristallin de l'aluminium

La figure 7b montre l'évolution du paramètre cristallin  $a_{Al}$  de l'aluminium en fonction de la teneur en magnésium dans les échantillons d'alliages Al-Mg ainsi élaborés en comparaison avec le paramètre cristallin  $a_{Al}$  de l'échantillon Al pur standard élaboré dans les

mêmes conditions et que son diffractogramme X a été mesuré sous  $\text{Cu } \lambda_{\text{K}\alpha} = 0,154 \text{ nm}$  (figure III.7a) [12-14]. Les valeurs de  $a_{\text{Al}}$  sont déduites des mesures prises sur le pic le plus intense (h k l)Al de chaque diffractogramme X qui est (1 1 1)Al localisé aux angles proches de  $2\theta = 44,968$  ( $\text{Co } \lambda_{\text{K}\alpha} = 0.179 \text{ nm}$ ) [10]. Le pic le plus intense de l'échantillon standard Al pur est (1 1 1)Al est localisé à l'angle de diffraction  $2\theta$  proche de  $38,472^\circ$  ( $\text{Cu } \lambda_{\text{K}\alpha} = 0,154 \text{ nm}$ ) [16]. Les paramètres cristallins mesurés des alliages Al-4 à 50 m.%Mg augmentent avec la teneur en Mg de 0,408 nm pour la composition de 4 m.%Mg atteignant un maximum de 0,415 nm pour la composition de 40 m.%Mg puis décroît vers la valeur 0,409 nm pour la composition de 50 m.%Mg. La valeur  $a_{\text{Al}}$  de l'aluminium pur brut de fusion HF est de 0,400 nm [12,13] et celle de la littérature est de 0,405 nm, et le paramètre de  $\alpha$ -Al cfc augmente jusqu'à 40%Mg [15].



**Figure III.7 :** Diffractogramme X de Al pur de fusion HF (a) [7] et (b) évolution de  $a_{\text{Al}}$  dans les alliages (HF) Al-0 à 50 m.%Mg (b).

### III-5. Caractéristiques cristallographiques des phases $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ et $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$

#### III-5-1 Paramètres cristallins des phases $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ et $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$

Les paramètres cristallins de maille des composés intermétalliques des 2 phases cubiques observées,  $\text{fcc}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\text{cc}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , sont déterminés à partir des pics diffractés les plus intenses de ces 2 phases dans l'alliage brut de fusion (hf) Al-4 m.%Mg (*tableau III.3*) Al-4 m.%Mg où ces 2 phases sont bien diffractées.

Pour la phase  $\text{fcc}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ , le pic le plus intense ( $I_R = 100$ ) est  $(10\ 2\ 2)\beta$  localisé à  $2\theta = 38,3804^\circ$  donnant des paramètres de maille  $a = b = c = 2,830\text{ nm}$ .

Pour la phase  $\text{bcc}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , le pic le plus intense ( $I_R = 15$ ) est  $(6\ 1\ 1)\gamma$  est localisé à  $2\theta = 64,913^\circ$ , les paramètres de maille déduits sont alors  $a = b = c = 1,028\text{ nm}$ .

**Tableau III.3 :** Paramètres cristallins des phases  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ .

Phase	$\alpha\text{-Al}$	$\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$	$\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$
Structure	fcc	fcc	bcc
Paramètre cristallin (nm)	Données (JCPDS)		
	0,405 [2]	2,823 [5]	1,054 [6]
	Mesurés		
	0,400	2,830	1,028
	(hf) Al pur	(hf) Al-4 m.%Mg	

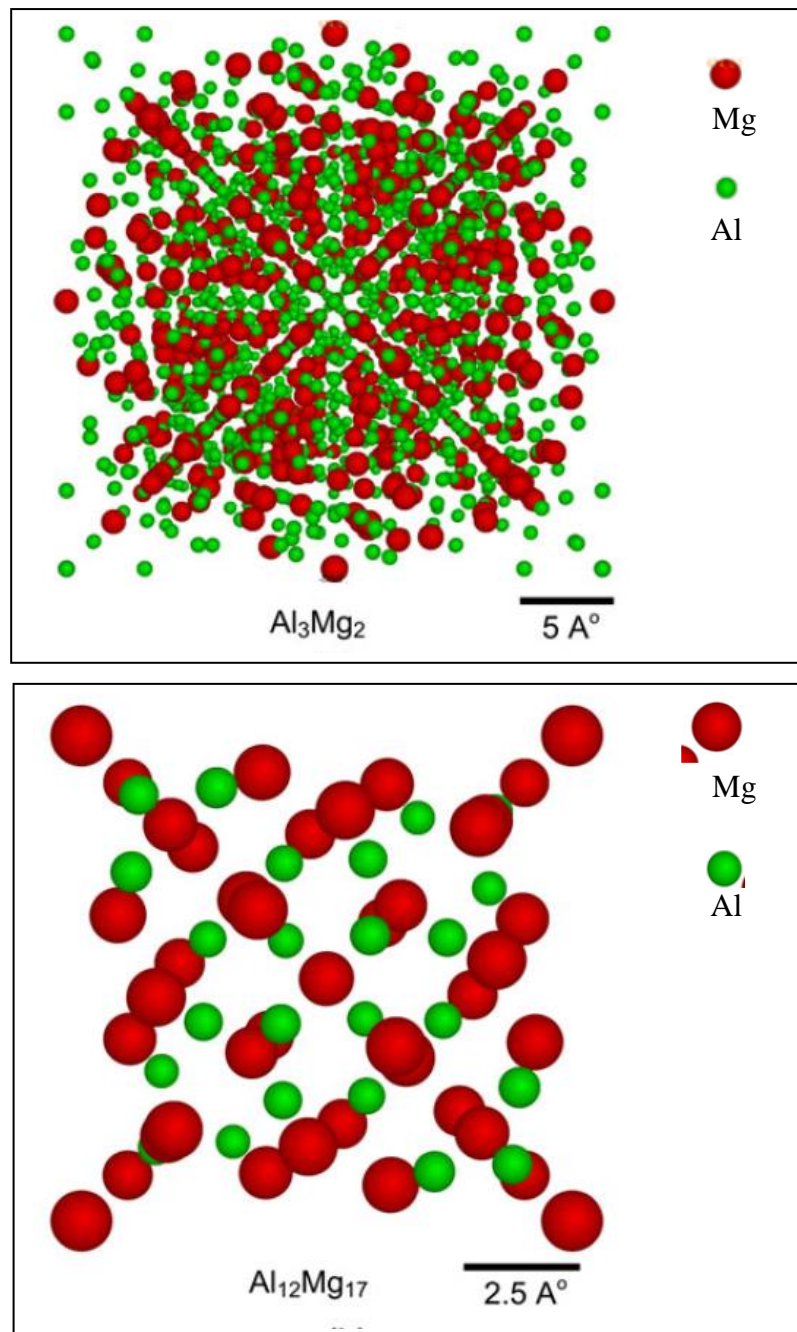
Le tableau III.3 rassemble les caractéristiques cristallographiques des 3 phases identifiées dans les alliages de fusion (hf). Les paramètres cristallins de la phase  $\text{fcc}\text{Al}$  a été mesuré dans l'aluminium pur solidifié par fusion (hf) et des 2 phases cubiques,  $\text{fcc}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\text{cc}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , dans l'alliage de composition Al-4 m.%Mg.

### III-5-2. Structures cristallines des phases $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$ et $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$

Les phases cubiques,  $\text{fcc}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\text{cc}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , du système binaire Al-Mg sont connues comme étant des phases à structures complexes [12-14].

La phase  $\text{cfc}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  a une maille élémentaire géante qui contient 1168 atomes arrangés en agrégats (clusters) de haute symétrie.

La phase  $\text{cc}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  contient 58 atomes par maille élémentaire. La figures III.8 schématise les structures complexes des mailles élémentaires des phases cubiques  $\text{cfc}\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\text{cc}\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ , respectivement [17].



**Figure III.8 :** Structures complexes des mailles élémentaires des phases cubiques CFC  $\beta\text{-Al}_3\text{Mg}_2$  et  $\gamma\text{-Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  [17].



### III-6. Microstructures des alliages ternaires Al-Cu-Mg

Les analyses microstructurales des alliages ternaires Al-X m.%Cu –X m.%Mg (X = 2, 8, 20 et 25) élaborés par fusion à induction électromagnétique à haute fréquence (hf) ont été réalisées par diffraction de rayons X, microscopie optique et microscopie électronique à balayage (MEB).

#### III-6-1 Alliages Al2m.%Cu-2m.%Mg brut et traité

Les diffractogrammes de diffraction des RX obtenus sur les alliages ternaires Al2m.%Cu2m.%Mg élaborés sous vide primaire par fusion électromagnétiques à haut fréquence à l'état brut et traité sont présentés dans la figure III.9.

L'identification des raies qui apparaissent dans ces alliages à l'état brut et traité donne une solution solide de la phase cfc  $\alpha$ -Al (Cu, Mg) de paramètre cristallin  $a=(0,4049)$  peut être due à la faible teneur des éléments d'addition.

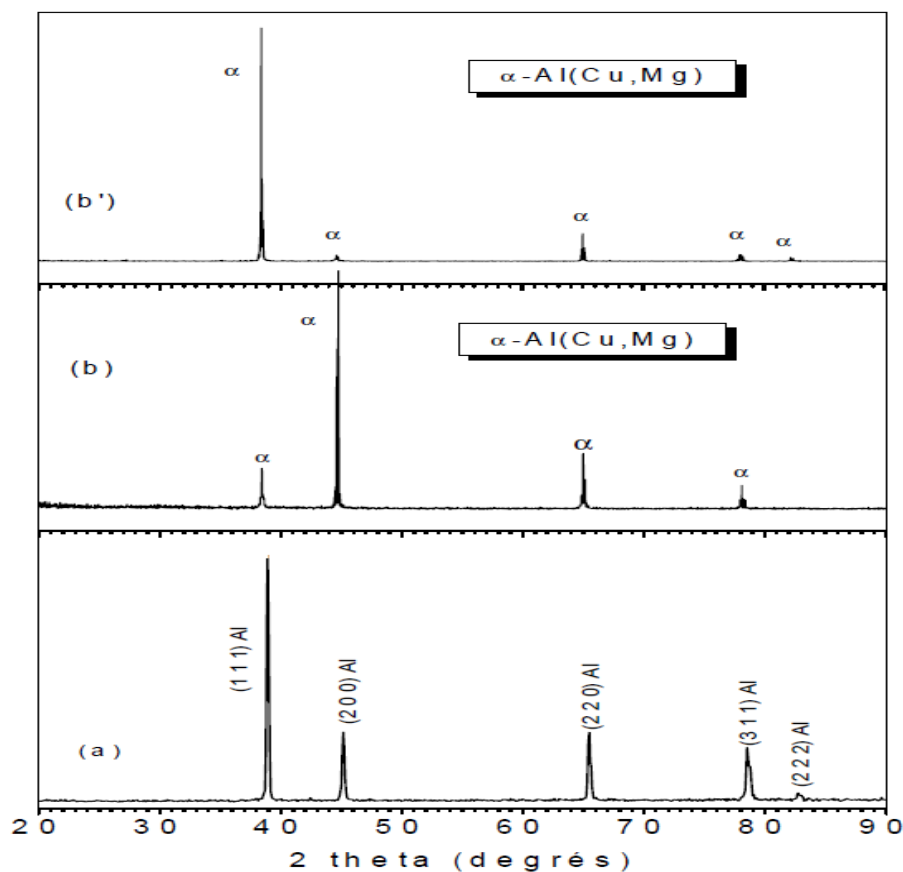


Figure III.9 : Diffractogrammes X ( $I$ ,  $2\theta$ ) : Al pur (a), Al-2m.%Cu-2m.%Mg brut (b) et traité (b').

### III-6-2 Alliages Al-8 m.%Mg -8 m.%Cu brut et traité.

L'augmentation de la teneur de magnésium et de cuivre donne un spectre de rayons X qui consiste en deux phases : la solution solide  $\alpha$ -Al(Cu, Mg) de structure cfc et la phase intermétallique S-Al<sub>2</sub>CuMg de structure orthorhombique centré avec des paramètres cristallins  $a=4,00$   $b=9,25$  et  $c=7,150$  nm [18-19]. On observe que le pic de la solution solide  $\alpha$ -Al qui apparaît suivant le plan (111) est le plus intense à l'état brut et traité avec une trace de la phase stable S-Al<sub>2</sub>CuMg. Le tableau suivant rassemble les caractéristiques des deux alliages ainsi que celles de l'aluminium pur élaboré dans les mêmes conditions de l'élaboration (HF).

*Tableau III.4 : Paramètres cristallins des phases.*

Phases	Groupe d'espace	Système cristallin	Paramètres cristallin	
			Base de données	expérimentaux
$\alpha$ -Al	Fm3m	CFC	$a=4,0494$	$a=4,051$
S-Al <sub>2</sub> CuMg	Cmcm	orthorhombic	$a=4,000$ $b=9,250$ $c=7,150$	$a=3,98$ $b=9,313$ $c=7,143$
AlCuMg	P6 <sub>3</sub> /mmc	hexagonal	$a=5,090$ $c=16,600$	$a=5,085$ $c=18,928$

### III-6-3. Alliages Al-20 m.%Mg -20 m.%Cu et Al-25 m.%Mg -25 m.%Cu brut et traité

Les diffractogrammes de diffraction de RX pour les alliages Al20m%Mg20m%Cu et Al25m%CuAl25m.%Mg à l'état brut et traité sont représentés respectivement dans les figures III.10 et III.11.

À l'état brut de l'alliage Al20m%Cu20m%Mg, on remarque l'apparition d'une nouvelle phase intermétallique AlCuMg de structure hexagonale et de paramètres cristallins  $a=5,090$ nm etc= $18,928$ nm où le pic le plus intense correspondant à cette phase est suivant le plan (222), avec présence de la phase intermétallique S-Al<sub>2</sub>CuMg et la solution solide  $\alpha$ -Al. Pour les alliages Al25m%Cu-25m%Mg à l'état brut tandis qu'à l'état traité on remarque la

disparition de plusieurs pics et apparition de la phase AlCuMg dont le pic le plus intense est suivant le plan (1 0 4).

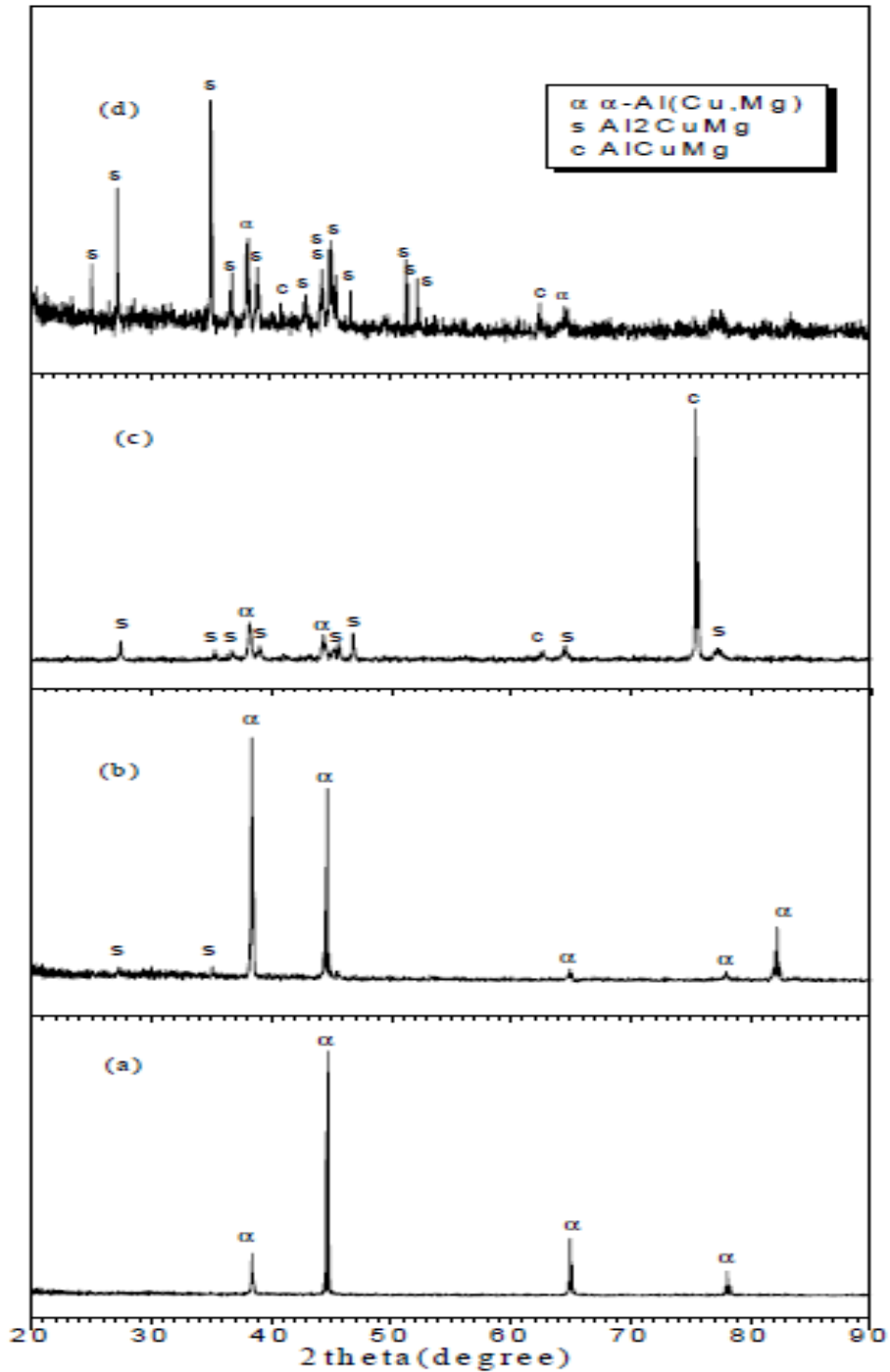


Figure III.10 : Diffractogrammes X des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mga l'état brut

(a) X = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25.

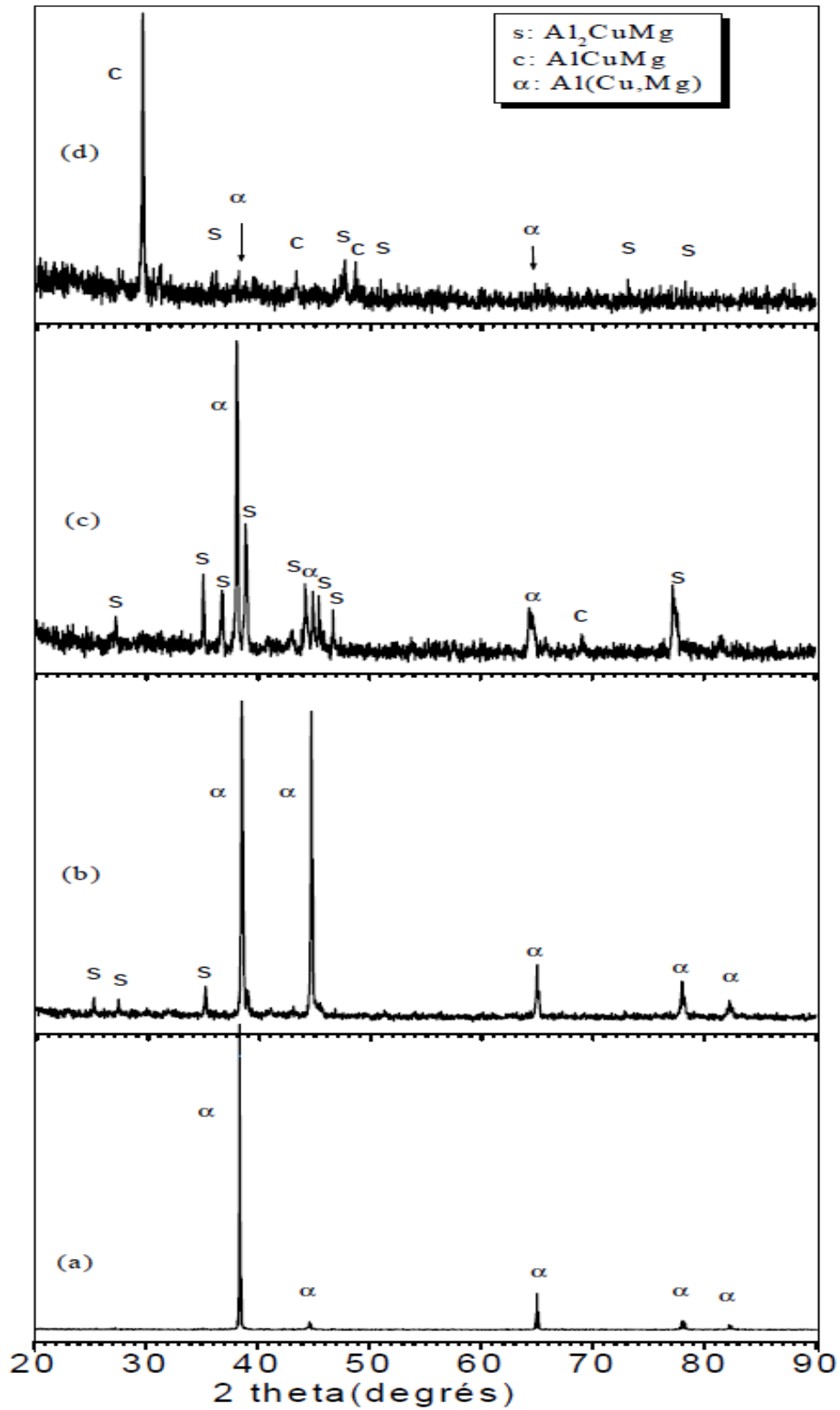


Figure III.11 : Diffractogrammes X des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état traité

(a) X = 2, (b) X = 8, (c) X = 20 et (d) X = 25.

### III-7. Études morphologiques

#### III-7-1. Observation optique

Les microstructures des alliages semi-solides Al-Cu –Mg élaborés par fusion à haute fréquence et solidifiés rapidement à l'état brut et traité sont représentées dans les figures 9 et 10 suivantes :

Les variations des microstructures dépendent de la teneur en magnésium et en cuivre, des conditions d'élaborations, et les vitesses de solidification. Les micrographies optiques (*figures III.12 et III.13*) montrent l'effet de la teneur de Mg et de Cu sur les microstructures.

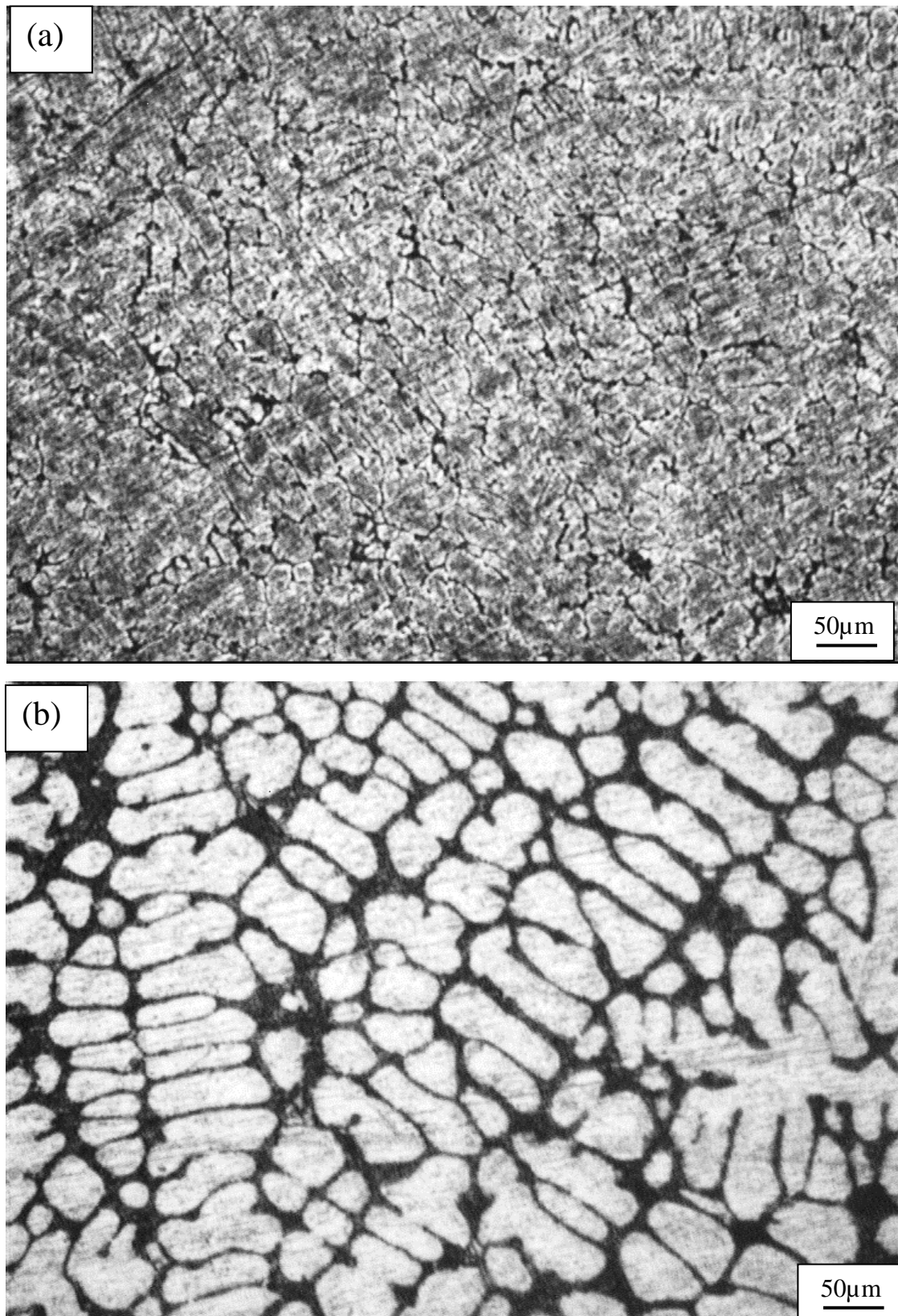
#### III-7-1 Alliages brut Al-X m.%Mg -Xm.%Cu

Pour les alliages Al2 m%Mg-2m%Cu, on observe une microstructure équiaxe de taille de grain d'environ 80  $\mu\text{m}$  à l'état brut et traité constituée de la phase solide cfc  $\alpha$ -Al confirmée par la micrographie MEB.

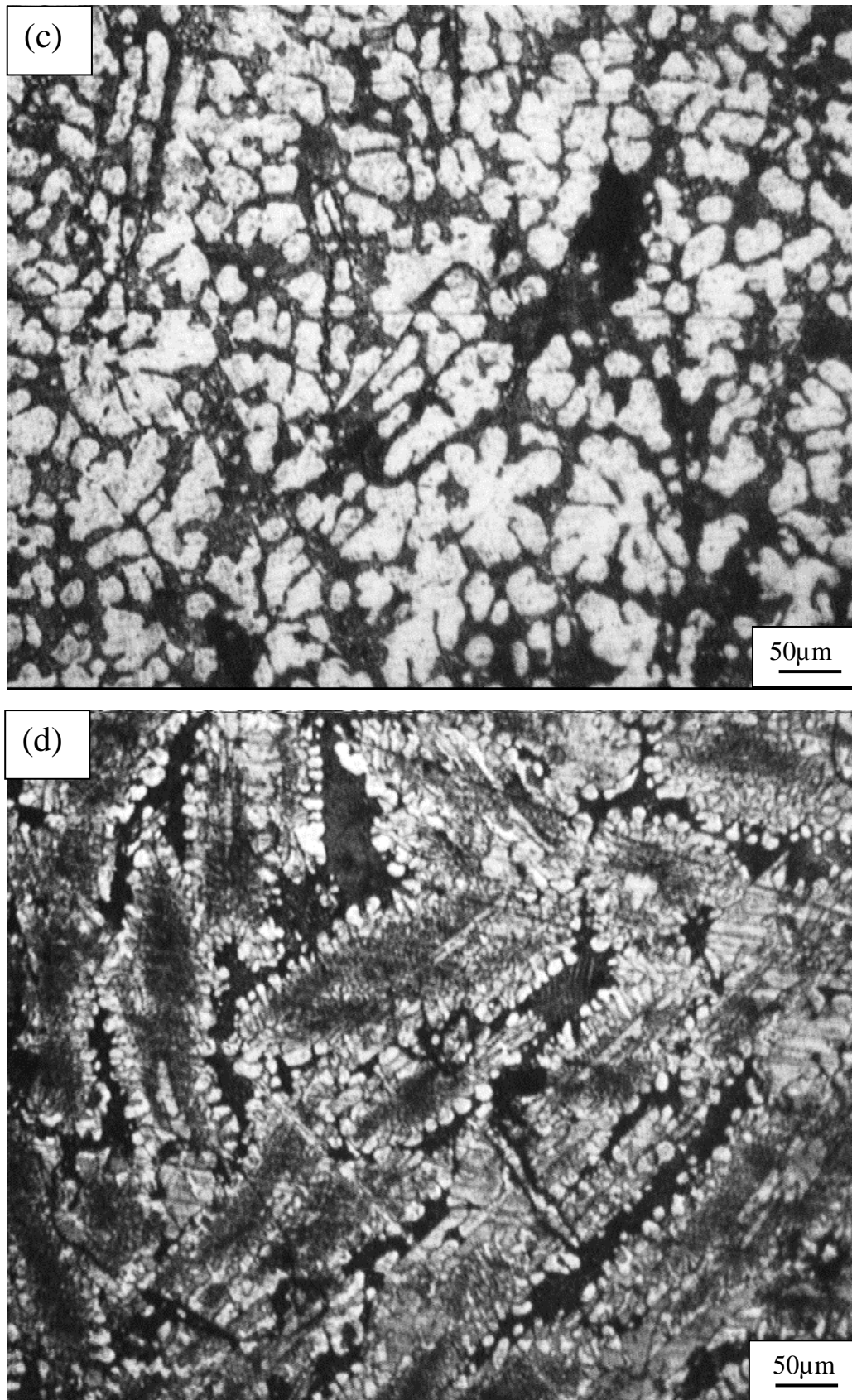
L'augmentation de la teneur de magnésium et de cuivre donne un mélange de dendrites colonnaires développées en branches secondaires correspondant à la phase  $\alpha$ -Al, l'espace inter dendritique est occupé par la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg.

Pour les alliages Al8m%Mg8m%Cu, la taille des dendrites est de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$  et l'espace inter dendrite primaire et secondaire  $\lambda_p=34\mu\text{m}$  et  $\lambda_s= 58,33\mu\text{m}$  à l'état traité et 45  $\mu\text{m}$  à l'état brut.

Pour les alliages Al20m %Cu-20m%Mg on observe une morphologie dendritique se forme de rosettes, et l'alliage Al-25m%Cu-25m%Cu à l'état brut et traité les morphologies à grossissement G200 se forme de feuille consiste des trois phases (*figure III.13d*) et sont toujours sous forme de mélange dendritique avec eutectiques.

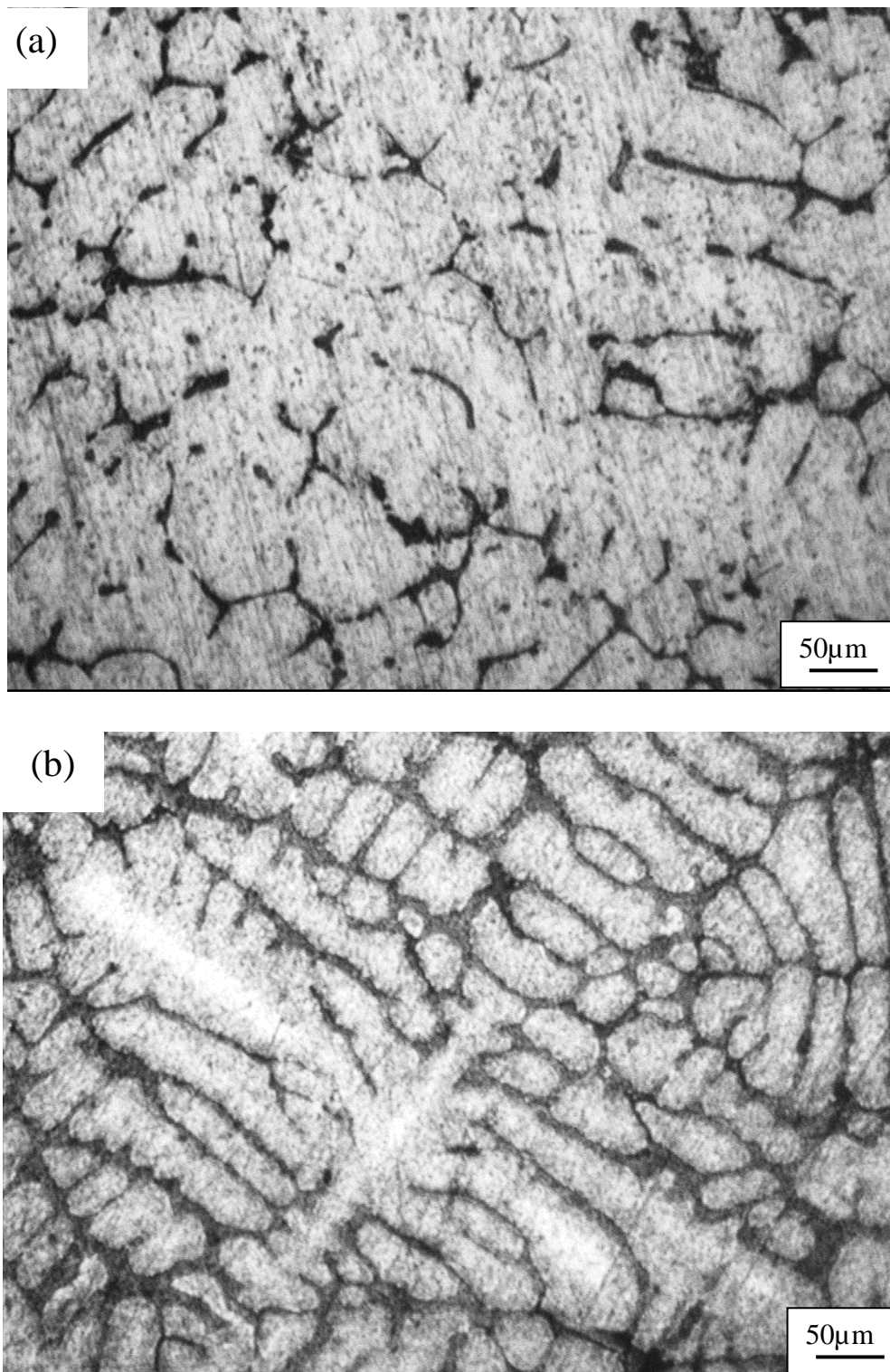


*Figure III.12 : Micrographie optiques des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg a l'état brut (a) X = 2, (b) X = 8.*



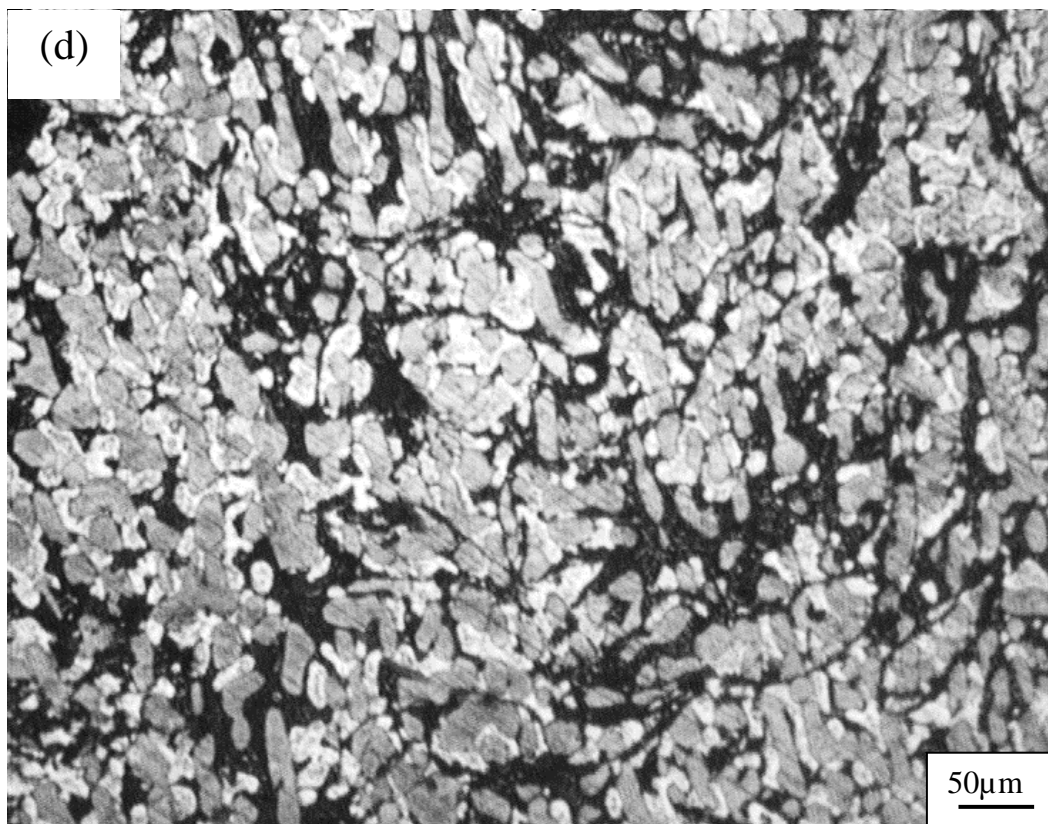
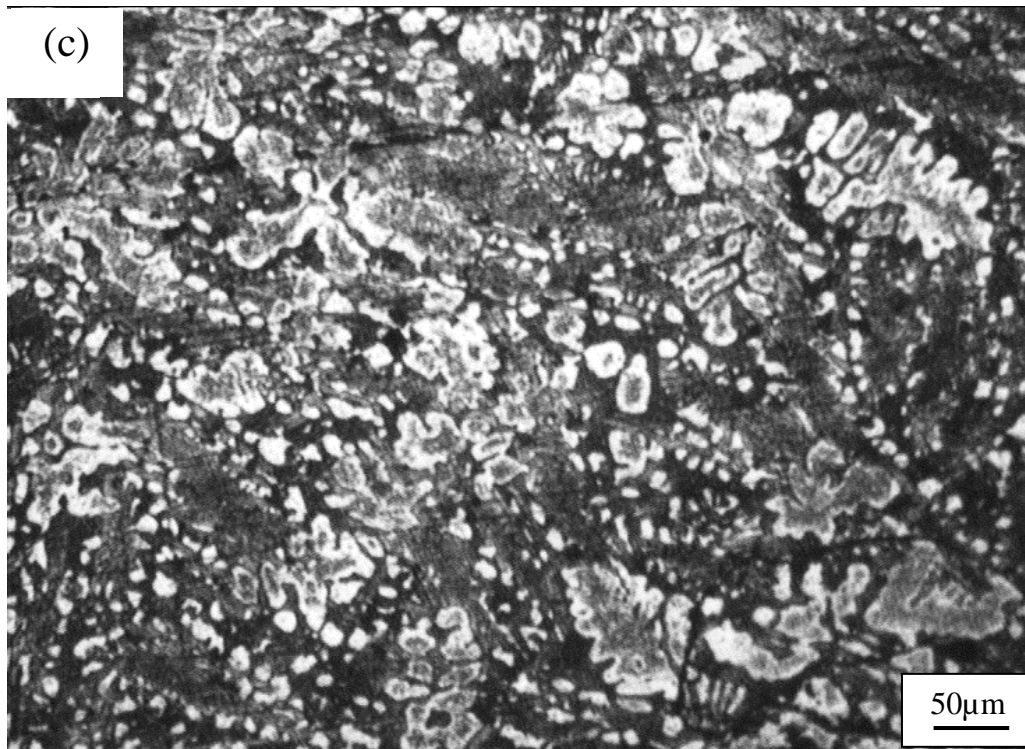
*Figure III.13 : Micrographie optiques des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg a l'état brut (c) X = 20 et (d) X = 25.*





**Figure III.14** : Micrographies optiques des alliages ternaires  $Al-X_m.\%Cu-X_m.\%Mg$  à l'état traité (a)  $X = 2$ , (b)  $X = 8$ .

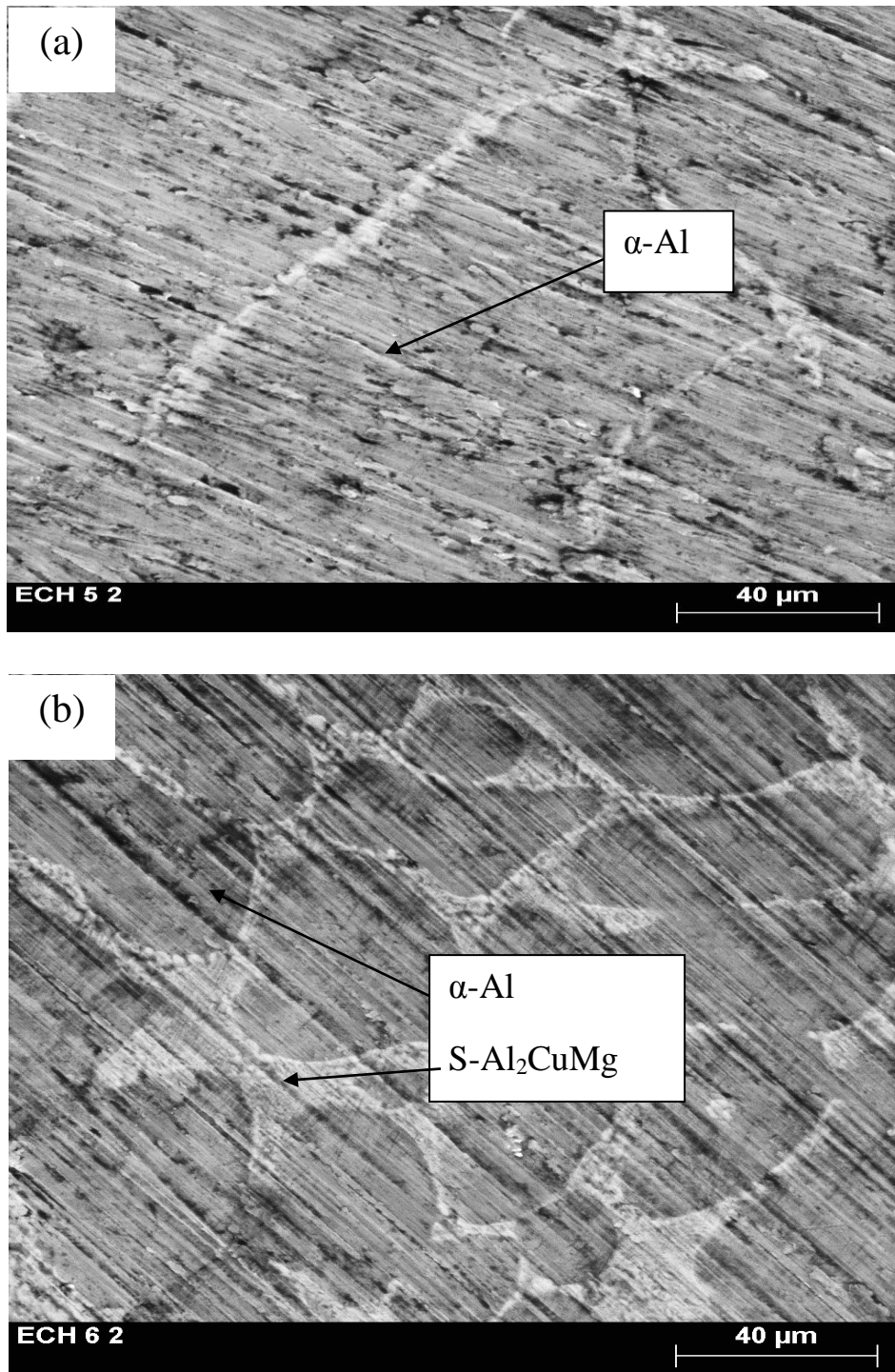




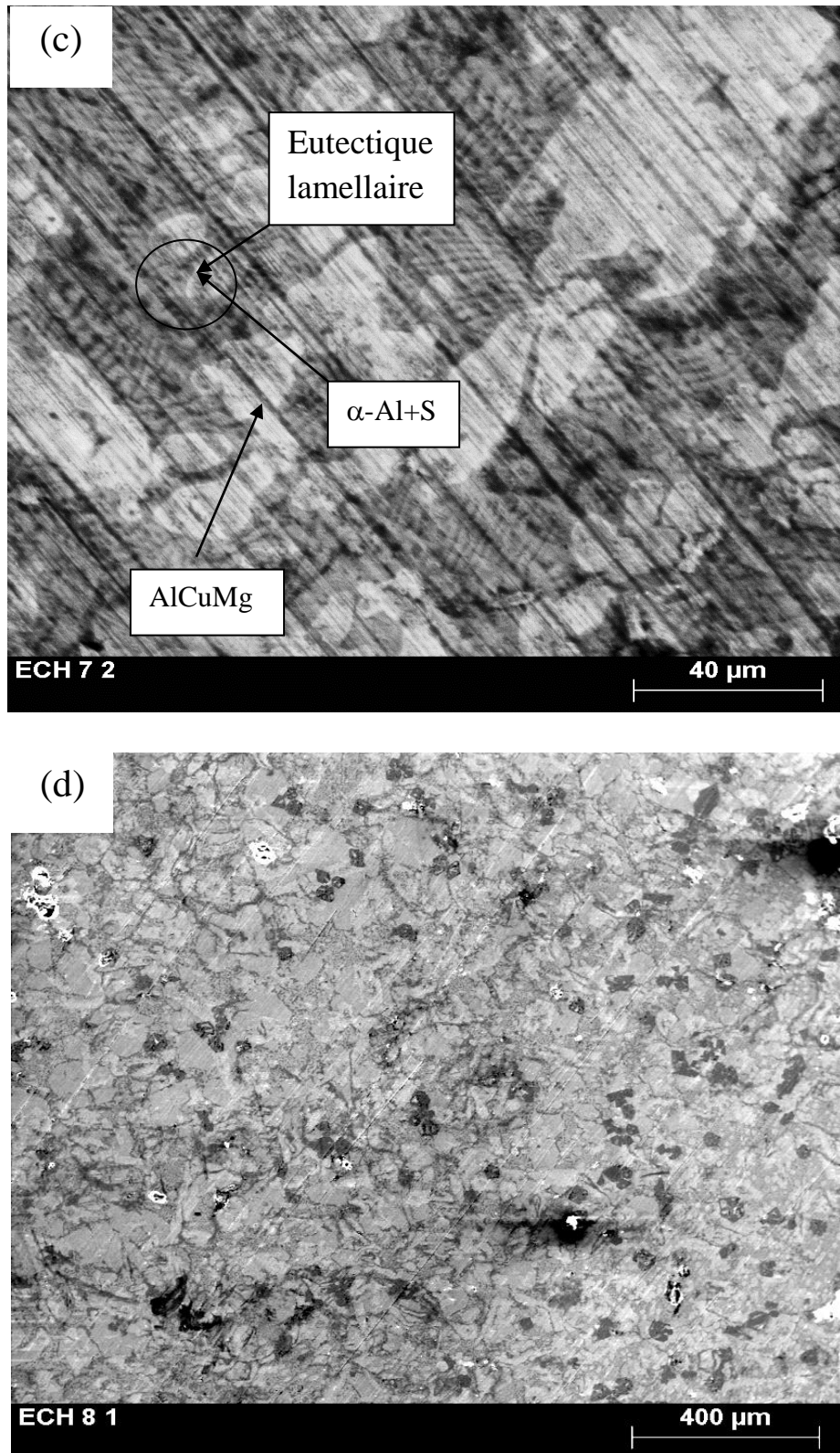
*Figure III.15 : Micrographies optiques des alliages ternaires Al- $X_m$ .%Cu- $X_m$ .%Mg à l'état traité (c)  $X = 20$ , (d)  $X = 25$ .*

### III-8 Observation par microscopie électronique à balayage

Les morphologies structurales des alliages ternaires de fusion électromagnétique de quatre compositions Al-(2, 8, 20 et 25) m% Cu- m %Mg sont présentées dans les figures III.16 (a et b) et III.17 (c et d), respectivement.



*Figure III.16 : Micrographies (MEB) des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état brut (a) X = 2, (b) X = 8. (c) X = 20 et (d) X = 25*



**Figure III.17 :** Micrographies (MEB) des alliages ternaires Al-Xm.%Cu-Xm.%Mg à l'état brut (c)  $X = 20$  et (d)  $X = 25$ .

L'étude de microstructure par l'analyse MEB des alliages semi-solide montrent que la morphologie de surface de l'alliage Al-2m%Cu-2m%Mg présente une structure équiaxe de la phase solution solide Cfc  $\alpha$ -Al.

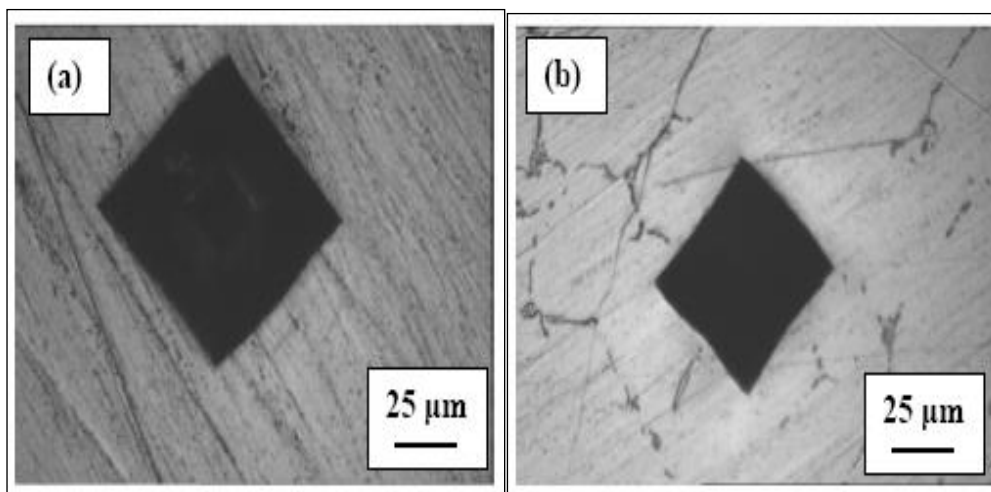
Pour l'alliage Al-8m.%Cu-8m.%Mg donne une structure sphérique à grain équiaxes de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg uniformément répartis dans une matrice solution solide cfc Al. Ces observations concordent avec les microstructures révélées par DRX, on remarque l'apparition de structure dendritique avec eutectique pour l'alliage Al-20m.%Cu-Al20m.%Mg et la microstructure se présente triphasé l'eutectique entre la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg et  $\alpha$ -Al et la phase intermétallique AlCuMg.

### III-9. Propriétés mécaniques

L'objectif de cette partie est l'étude des propriétés mécaniques des alliages binaires à base d'aluminium Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg élaborés par fusion électromagnétique à haute fréquence en utilisant la technique d'indentations Vickers (microduromètre Vickers de type zwick/ZHV10 avec un pénétrateur en diamant sous forme de pyramide à base carrée de charge 200g) et en suivant la variation de la microdureté en fonction de la teneur de magnésium et de cuivre.

#### III-9-1. Alliages binaires

Les tests de la microdureté Hv ont été effectués avec une charge de 200 gf et réalisés sur chaque alliage 2 à 3 fois dans différentes régions. Le tableau III.5 regroupe les valeurs de la microdureté Hv(Vickers) mesurées pour l'alliage Al-4m.%Mg.



**Figure III.18 :** Images d'empreintes d'indentations Vickers : (a) Al pur et (b) Al-4 m.%Mg.

Tableau III.5 : Les mesures de la microdureté de l'alliage Al-4m.%Mg.

Essai	1		2		3	
$d_{1,2}$ ( $\mu\text{m}$ )	84,46	86,90	83,56	86,50	84,46	86,90
$d_{\text{moy}}$ ( $\mu\text{m}$ )	85,68		85,03		84,85	
$d^2_{\text{moy}}$	7341,06		7230,10		7199,52	
$Hv_{0,2}$ (MPa) Calculée	50,51		51,28		51,50	

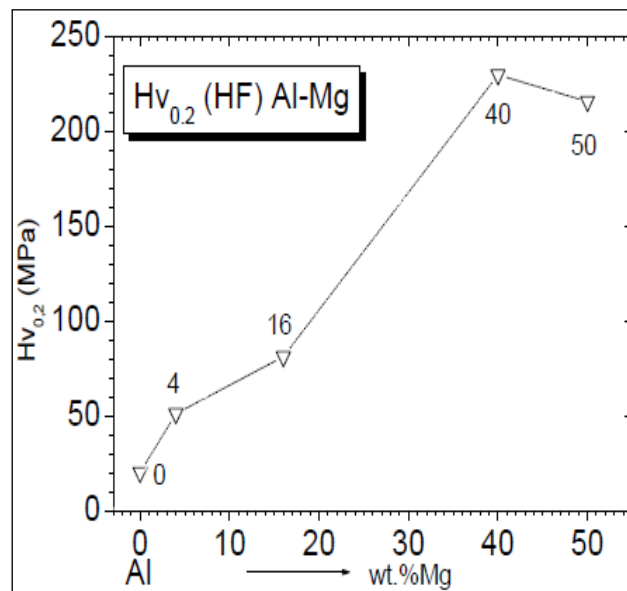


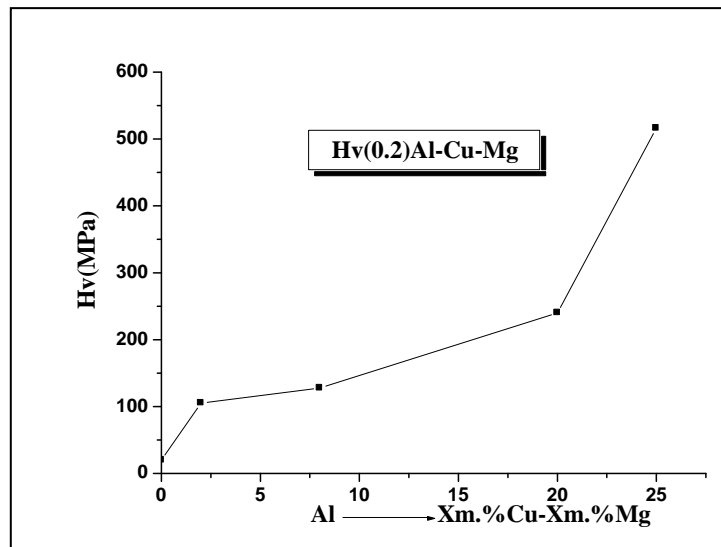
Figure III.19 : Les variations de la microdureté des alliages en fonctions de la variation de teneurs de Mg.

La figure III-19 montre l'évolution  $Hv_{0,2}$  de la microdureté Vickers des alliages solidifiés Al-X m.%Mg (X = 0, 4, 16, 50). La microdureté Vickers augmente de 20 MPa pour Al pur, atteignant un maximum de 230 MPa pour l'alliage Al-40 m.%Mg puis décroît à 215 MPa pour l'échantillon d'alliage contenant 50 m.%Mg. On remarque que la microdureté augmente pour les faibles teneurs en magnésium. Cette évolution  $Hv_{0,2}$  observée est similaire à celle du paramètre de réseau  $a_{Al}$  de ces mêmes alliages (figure III.7b). Ces phénomènes observés d'accroissement de  $Hv_{0,2}$  et de  $a_{Al}$  sont essentiellement dus à une combinaison de solution solide cfc  $\alpha$ -Al et de précipitation de la phase durcissant cfc  $\beta$ - $Al_3Mg_2$  dans les alliages

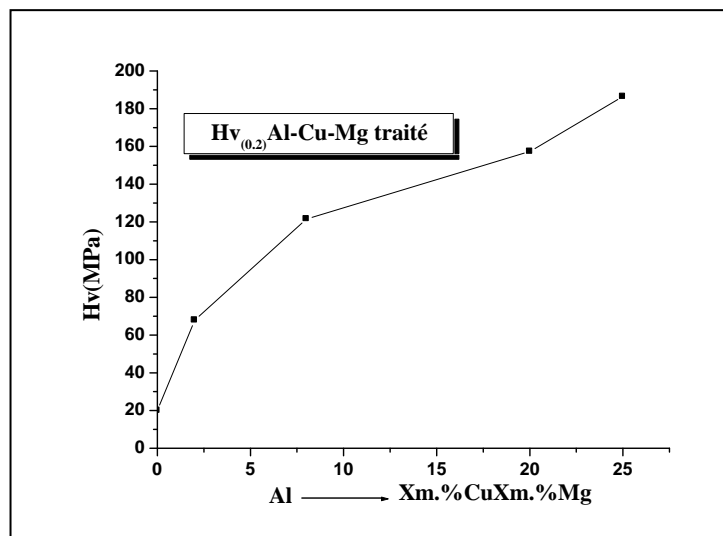
binaires Al(base)-Mg solidifiés rapidement par fusion HF. Le durcissement de l'aluminium est fréquent avec des éléments de transition tels que Cr, Ti, Fe et Cu où les éléments d'addition augmentent la microdureté de l'aluminium atteignant des maximums [20].

### III-9-2. Alliages ternaires.

Pour les alliages ternaires Al-Cu-Mg bruts et traités, les mesures de la microdureté ont été effectuées sous une charge de 200gf (0,2 kgf). Les figures III.20 et III.21 montrent la variation de la microdureté avec la variation de la teneur en Mg et en Cu.



**Figure III.20 :** Variation de la microdureté à l'état brut des alliages Al-Cu-Mg.



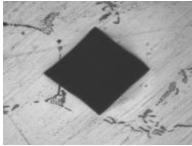
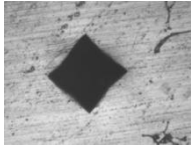
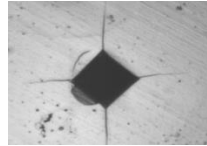
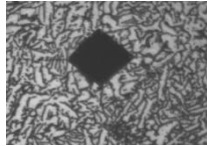
**Figure III.21 :** Variation de la microdureté à l'état traité des alliages Al-Cu-Mg.

Le tableau III.6 résume les valeurs de la microdureté des alliages binaires et ternaires à l'état brut.

La microdureté des alliages ternaires à l'état brut et traité augmente. Cette augmentation est due à l'augmentation de la teneur de cuivre et de magnésium [21], à la solution solide  $\alpha$ -Al ainsi que l'apparition de la phase durcissante  $Al_2CuMg$  et l'eutectique  $\alpha$ -Al+S- $Al_2CuMg$ .

Le durcissement mécanique de l'aluminium a été aussi observé dans des alliages Al-Cu-Zn où la phase durcissante est la phase tétragonale  $\theta$ - $CuAl_2$  [22]. Lors des traitements en solution et vieillissement à différentes températures, les propriétés mécaniques des alliages AlCuMg sont améliorées [23].

**Tableau III.6 : Mesure de la microdureté des alliages binaires et ternaires à l'état brut.**

Alliages binaires				
alliage	Al-4m.%Mg	Al-16m.%Mg	Al-40m.%Mg	Al-50m.%Mg
microdureté	51	81	229,5	215,5
Micrographie de l'empreinte				
Alliages ternaires				
Alliages	Al-2m.%Cu-2m.%Mg	Al-8m.%Cu-8m.%Mg	Al-20m.%Cu-20m.%Mg	Al-25m.%Cu-25m.%Mg
microdureté	105,1	127,6	240,1	516,3

### III-10. Étude thermique des alliages Al-Cu-Mg

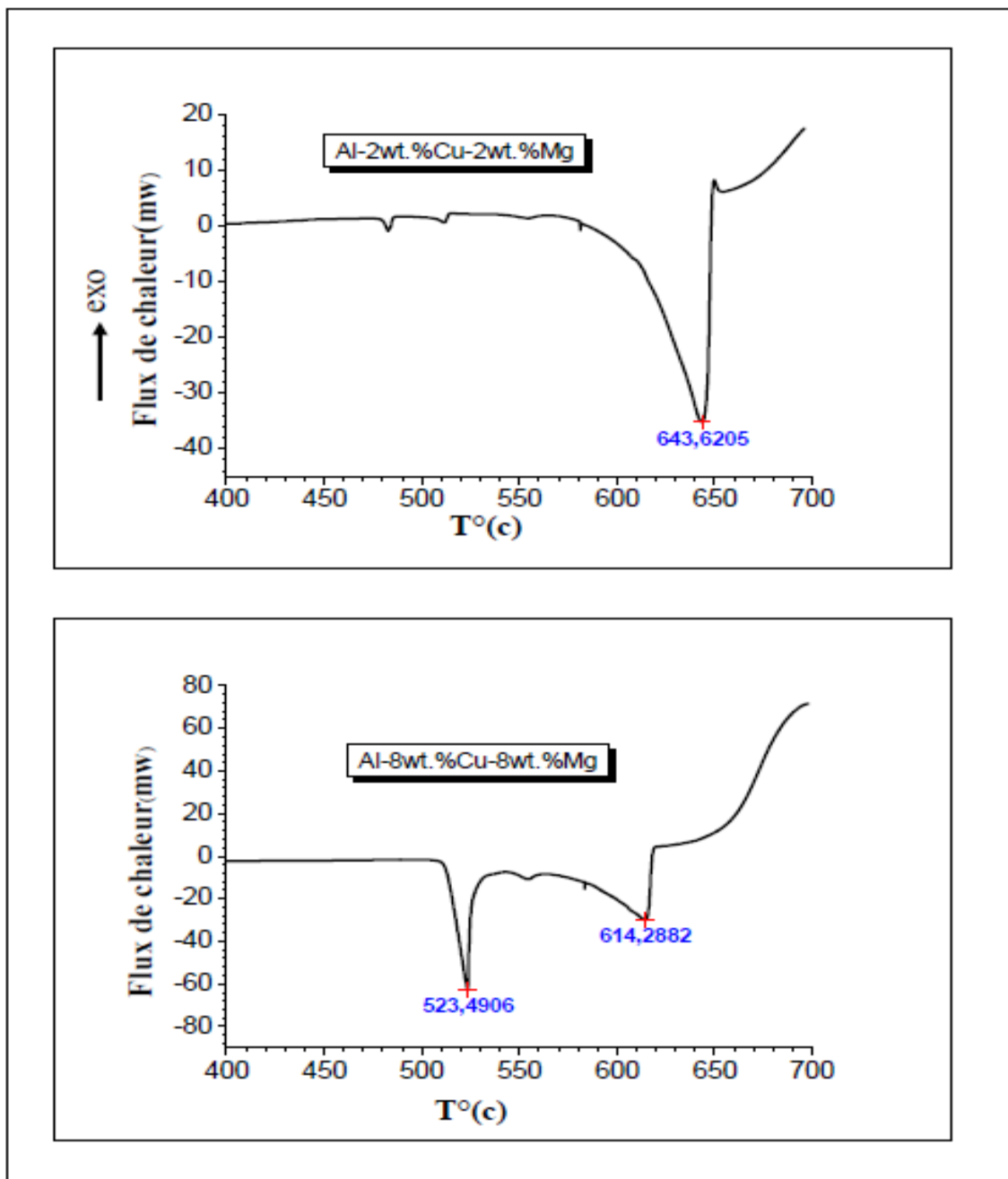
Les courbes DSC obtenues pour les alliages ternaire, élaborés par fusion à haut fréquence et solidifié rapidement, ont été réalisés sous atmosphère d'argon à l'aide d'un appareil DSC 822 de Mettler Toledo dans un domaine de températures allant de 25 à 700 °C avec une vitesse de montée constante de 10°C/min, d'après ces figures on peut observer les transformations structurales et les réactions associées.

Les figures III.22 présente les courbes de L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) des alliages ternaires Al-2m.%Cu-2m.%Mg et Al8m.%Cu-8m.%Mg à l'état brut.

Pour l'alliage de fusion (Hf) Al-2m.%Cu-2m.%Mg la courbe DSC montre l'apparition de trois réactions calorimétrique endothermiques. La première et la deuxième apparaissent dans un intervalle de température entre [450°C et 600°C] et peuvent être dues à des clusters de Mg et Cu ou à la dissolution de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg quant à la troisième réaction endothermique ayant lieu dans un intervalle entre [600°C et 660°C] avec un maximum situé ver 643,62 elle est probablement due à la fusion de la phase de solution solide  $\alpha$ -Al (Cu, Mg).

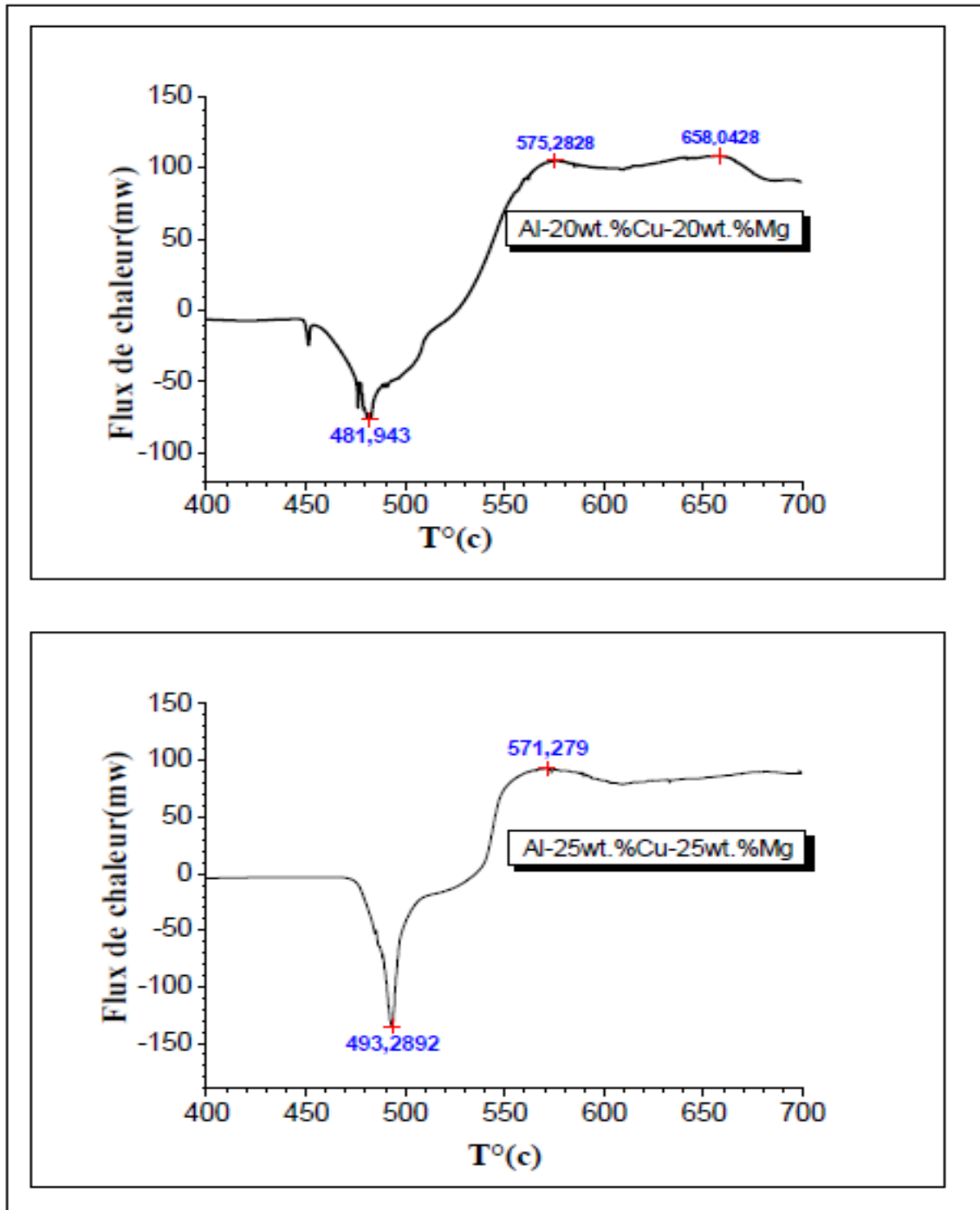
Pour l'alliage Al-8m.%Cu-8m.%Mg, la courbe DSC présente deux réactions endothermiques situées aux températures [523,49°C et 614,28°C] le premier pic est dû à la dissolution de la phase stable S-Al<sub>2</sub>CuMg et le deuxième pic correspond à la fusion  $\alpha$ -Al (Cu, Mg)[24]. L'augmentation la teneur de cuivre et de magnésium diminue la température du pic de fusion de l'aluminium de 643,62°C à 614,28°C [25].





**Figure III.22** : Les courbes DSC des alliages Al-2m.%Cu-2m.%Mg et Al-8m.%Cu-8m.%Mg.

Les courbes DSC des alliages bruts de fusion haute fréquence Al20m.%Cu-20m.%Mg et Al-25m.%Cu-25m.%Mg sont présentés dans la figure III.23 :



**Figure III.23 :** Courbes DSC des alliages ternaires Al-20m.%Cu-20m.%Mg et Al-25m.%Cu-25m.%Mg.

La courbe DSC de l'alliage Al-20m.%Cu-20m.%Mg contient trois pics : un pic de réaction endothermique et deux réactions exothermiques.

La réaction endothermique a lieu dans le domaine de température entre [450°C-500°C], cette réaction est due à la dissolution de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg [26]. Pour les deux pics exothermiques apparaissant dans l'intervalle de température [550°C -600°C] et [600°C -700°C] la première réaction, d'après les résultats de diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage MEB, peut être due à la formation de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg et la deuxième réaction due à la formation de l'eutectique ( $\alpha$ +S)[25].

L'alliage Al-25m.%Cu-25m.%Mg présente deux pics : un pic endothermique et l'autre exothermique les deux apparaissent dans le l'intervalle de température [450°C 500°C] et [550°C et 600°C] respectivement.

Le pic correspondant à la réaction endothermique probablement dû à la fusion de la phase  $\alpha$ -Al et le pic exothermique dû à la formation de l'eutectique  $\alpha$ -Al+S-Al<sub>2</sub>CuMg [26].

### III-11. Étude électrochimique

#### III-11-1.Potentiel en circuit ouvert

La figure III.24 présente les circuits ouverts de potentielle de corrosion (OPC) de l'acier et des alliages binaires Al – m X.%Mg (X=4, 16,40 ,50) élaborés par fusion (HF) immergés pendant 3h dans une solution salée NaCl à 3%.

On a utilisé une tôle d'acier comme échantillon standard pour comparaison avec les alliages étudiés.

La stabilisation potentiodynamique a été enregistrée à l'aide un (OPC) ou un comportement régulier du potentiel de corrosion en fonction du temps, il résulte de cette série d'essai que l'addition de Mg se traduit par une variation de potentiel de corrosion durant les premiers temps d'immersion de chaque alliage vers des valeurs plus électrochimiques traduisant une dissolution spontanée des matériaux après une stabilisation quasi stationnaire .

Pour l'alliage Al-40m.%Mg la courbe de stabilisation du potentiel évolue vers des valeurs plus nobles avant la stabilisation, ce comportement met en évidence un phénomène de passivation.

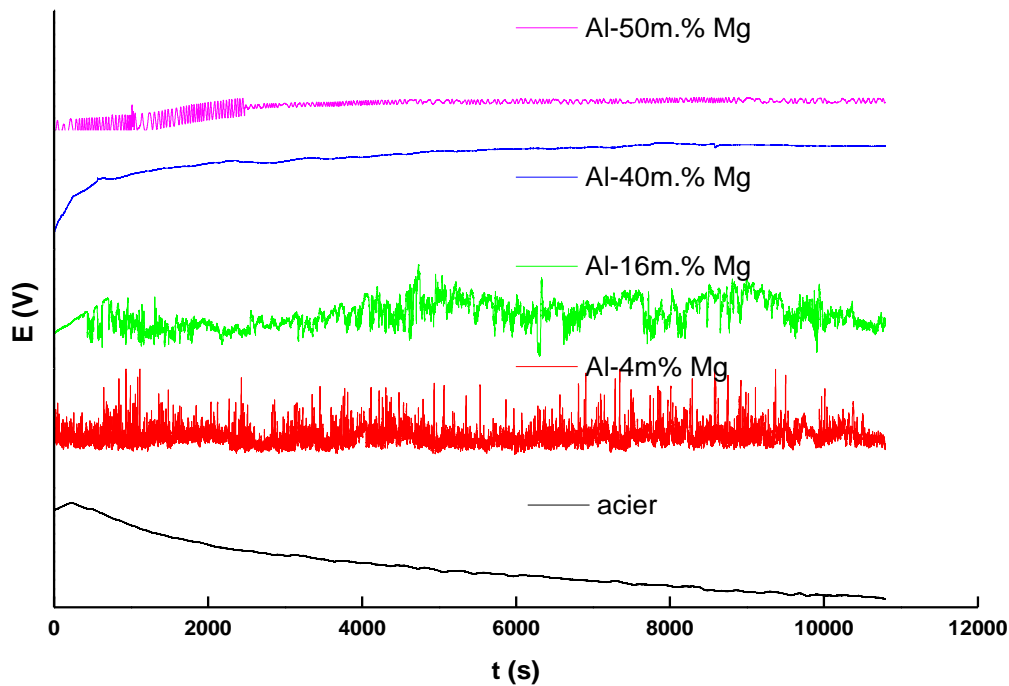


Figure III.24 : Courbe de stabilisation (OPC)  $E(t)$  des alliages Al-Mg.

### III-11-2. Les courbes de polarisation $E_{\text{corr}}$ ( $I_{\text{corr}}$ )

La figure III.25 présente les évolutions de la caractéristique courant- tension (tracé tafel) de l'acier et celles des alliages binaires Al-Mg, lorsqu' ils sont en contacte d'une solution de NaCl à 3% en poids avec un temps d'immersion 3h.

Pour la phase  $\alpha$ -Al et  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> dans une solution NaCl à 3,5% en poids pendant 1h on obtient :

D'après les courbes de polarisations on peut déterminer le potentiel de corrosion et l'intensité de courant associé et le tableau III.8 rassemble les paramètres cinétiques de chaque alliage.

On remarque clairement que le potentiel de corrosion augmente vers les valeurs plus négatives, la densité de courant de corrosion diminue et la résistance de polarisation augmente, ce résultat peut être expliqué par une passivation de piqures formées [27] et [28].

Par exemple le potentiel de corrosion de l'aluminium dans une solution de NaCl à 3% pendant 3 h est égale à -920mV, la densité de courant de corrosion vaut  $0.4\mu\text{A}/\text{cm}^2$  et la résistance de polarisation égale à  $9,02.10^5\Omega.\text{cm}^2$ .

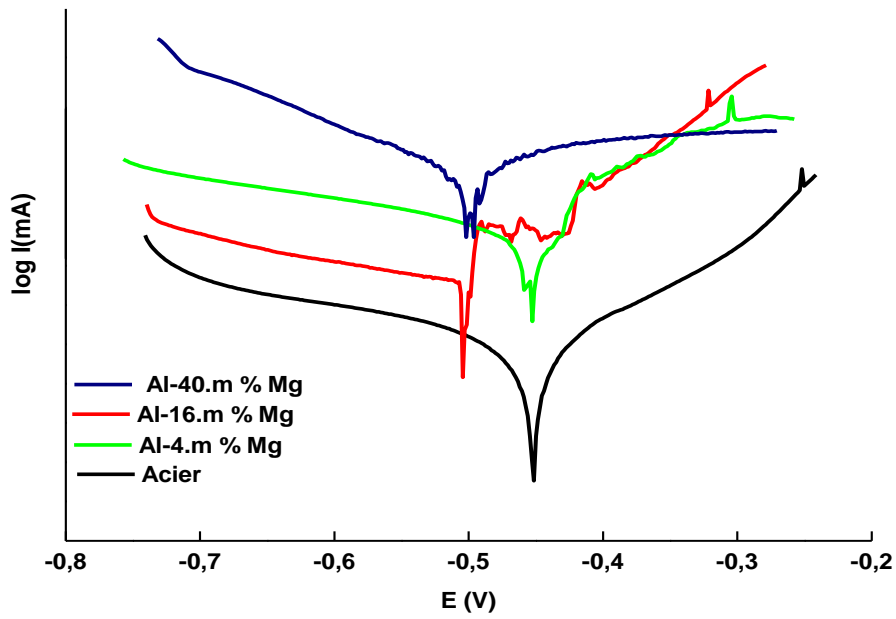


Figure III.25 : Courbes de polarisation des alliages Al-Mg.

Tableau III.7 : Paramètres cinétiques des alliages Al-Mg [29].

Phase	$E_{corr}(V)$	$I_{corr}(A/cm^2)$	$R_p(\Omega.cm^2)$
$\alpha$ -Al	-0,7591	$4,015 \cdot 10^{-7}$	6,498
$\beta$ -Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>	-0,9937	$2,2768 \cdot 10^{-6}$	1147,6

Tableau III.8 : Paramètres cinétiques déduit des courbes de polarisation de l'acier et les alliages Al-Mg.

Alliages	$E_{corr}(mV)$	$I_{corr}(\mu A/cm^2)$	$R_p(kohm.cm^2)$
Acier	-454,7	9,77	4,44
Al-4m.%Mg	-839,80	1,67	15,93
Al-16m.%Mg	-806	0,934	35,52
Al-40m.%Mg	-1226,60	0,289	55,44
Al-50m.%Mg	-1376,31	0,237	60,22

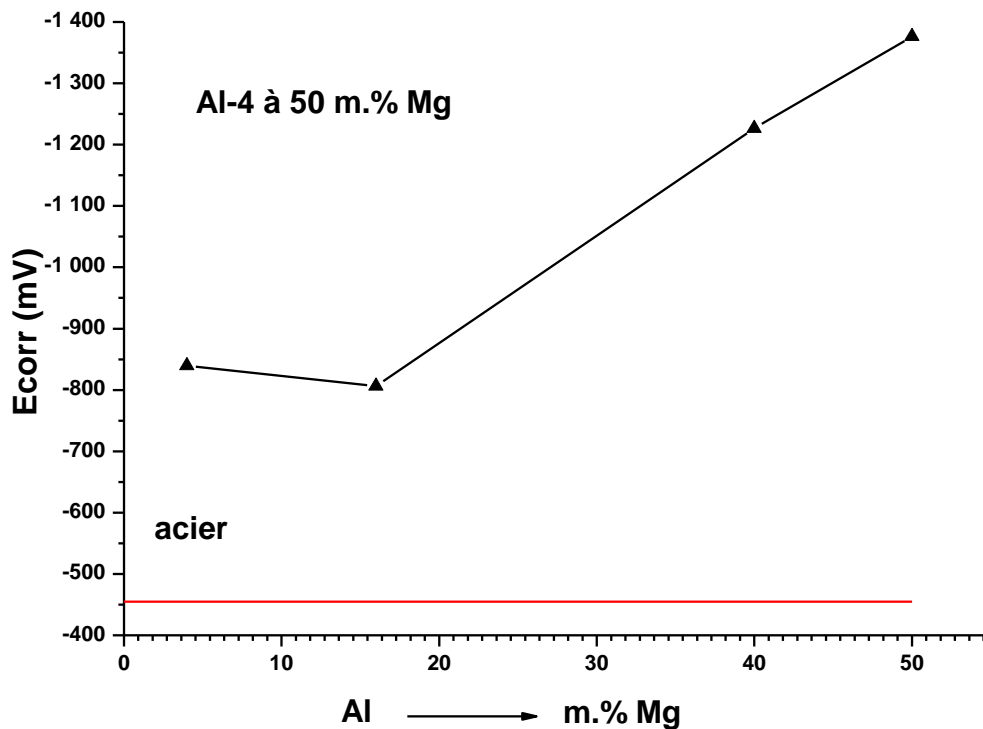


Figure III.26 : Variation  $E_{corr}$  en fonction de la variation de la teneur de Mg.

La figure III.26 montre la variation du potentiel de corrosion en fonction de la variation de la composition Al-Xm.%Mg (X=4, 16, 40, 50) par rapport à l'acier.

On remarque que le potentiel tend vers des valeurs plus négatives avec l'augmentation de la teneur en Mg pour Al-16m.%Mg il est d'environ -800 mV tandis que pour Al-40m.%Mg et Al-50m.%Mg il est de -1200 mV et -1400 mV respectivement donc on conclut que les alliages Al-Mg présentent un caractère anodique par rapport à l'acier.

### III-2-3. Conclusion

L'étude, des états bruts et traités thermiquement, de l'effet du Mg sur les propriétés de microstructures et des transformations de phases dans les alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg élaborés sous vide et solidifiés rapidement par le procédé de fusion à induction magnétique à haute fréquence (HF). L'étude des transformations de phases par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) dans les alliages ternaires Al-Cu-Mg à l'état brut ont permis de mieux comprendre le rôle combiné joué par le magnésium et le cuivre.

Quant à l'évolution de la microdureté des alliages de fusion HF Al-Mg et Al-Cu-Mg, elle montre l'évolution l'influence du magnésium et du cuivre sur les caractéristiques mécaniques de l'aluminium dans les alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg.

Les essais électrochimiques ont servi à mesurer le potentiel de corrosion  $E_{\text{corr}}$  (PCO) de chaque alliage binaire Al-Mg.

## References bibliographies

- [1] Y.C. Chen and K. Nakata Friction stir lap joining aluminum and magnesium alloys *Scripta Materialia* 58 433–436 (2008)
- [2] Luhong Wang a,b, Haozhe Liu a, The microstructural evolution of Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> alloy during the quenching processes *Journal of Non-Crystalline Solids* 352 2880–2884( 2006)
- [3] Cullity B.D., 1978, *Elements of X-ray diffraction, 2nd edition, Addison-Wesley, MA, 501p.*
- [4] Bedboudi H., Bourbia A., Draissia M., Debili M.Y, X-Ray Diffraction Studies of Nanostructured Metallic Alloys, *Journal of Nano Research*, Vol. 3, 45-58. (2008)
- [5] JCPDS-ICDD (1997), Card No. 04-0787.
- [6] Draissia M, Boudemagh H, Debili M Y 69(4) 348 (2004)
- [7] Draissia M, Debili M J. of Crystal Growth 270 250 (2004)
- [8] Marta Lipin´ska-Chwałek, Sergiy Balanetskyy , Carsten Thomas , Stefan Roitsch , Michael Feuerbacher Single-crystal growth of the complex metallic alloy phase b-Al-Mg *Intermetallics* 15 1678e1685(2007)
- [9] J.C. Jie , C.M. Zou , H.W. Wangb, Z.J. Wei b, T.J. Li Thermal stability of Al–Mg alloys after solidification under high Pressures *Journal of Alloys and Compounds* 584 507–513 (2014)
- [10] Amjad Saleh El-Amoush Effect of aluminum content on mechanical properties of hydrogenated Mg–Al magnesium alloys *Journal of Alloys and Compounds* 463 475–479 (2008)
- [11] S. Scudino, M. Sakaliyska, K.B. Surreddi, J. Eckert Mechanical alloying and milling of Al–Mg alloys *Journal of Alloys and Compounds* 483 2–7(2009).
- [12] Bourbia A., Draissia M., Bedboudi H., Boulkhessaim S., Debili M.Y., , X-ray and optical crystallographic parameters investigations of high frequency induction melted Al-( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) alloys, *Journal of X ray Science and Technomogy*, Vol. 18(2), 201-219 (2010)
- [13] Bedboudi H., Draissia M., Bourbia A., Boulkhessaim S., , Microstructure properties of rapidly solidified Al-Cu-Zn alloys, M.Y. Debili, *Matériaux& Techniques*, Vol. 98(3), 219-226 (2010).



- [14] Bourbia A., Boukhessaim S., Bedboudi H., Draïssia M. Phase transformation in rapidly solidified Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> alloys by high-frequency melting, *Physica Scripta*, Vol. 85(5), 055601 (2012).
- [15] Murray J.L., 1998, Al-Mg phase diagram, Vol. 3, ASM Handbook: Alloy Phase Diagrams.
- [16] Su H.L., Harmelin M., Donnadiou P., Beatzner C., Seifert H., Lukas H.L., Effenberg G., Aldinger F, Experimental investigation of the Mg-Al phase diagram from 47 to 63 at.% Al, *Journal of alloys and compounds*, Vol. 247(1-2), 57-65(1997).
- [17] D.L. ZHANG, T.B. MASSALSKI, and M.R. PARUCHURI, 1994 *Metall. Mater. Trans. A* 25, pp. 73-79 (1994).
- [18] Vahid Firouzdor, Sindo Kou, *Metallurgical and Materials Transactions A* 41(12), pp. 3238-3251(2010).
- [19] S.C. Wang, M.J. Starink, 2006 *Acta Materialia* 55 933-941(2007).
- [20] O. Novelo-Peralta, I.A. Figueroa, G. Lara-Rodríguez, G. González *Materials Chemistry and Physics* 130 431– 436 (2011).
- [21] V.S. Aigbodion \*Thermal ageing on the microstructure and mechanical properties of Al–Cu–Mg alloy/bagasse ash particulate composites *Journal of King Saud University – Engineering Sciences* 26, 144–151 (2014).
- [22] Biljana Zlaticanin<sup>1</sup>, Branislav Radonjic<sup>1</sup> and Mirjana Filipovic<sup>2</sup>; *Materials Transactions*, Vol. 45, No. 2 pp. 440 to 446 (2004).
- [23] Effects of Cu/Mg ratio and heat treatment on microstructures and mechanical properties of Al<sub>4.6</sub>CuMg<sub>0.5</sub>Ag alloys Yu-Te Chen b, Guo-Yu Nieh c, Jing-Hong Wang b, Ten-Fu Wu d, Sheng-Long Lee a, b, *Materials Chemistry and Physics* 162 764e770(2015).
- [24] Characterization of Structure and Properties of As-cast AlCuMg Alloys *Materials Transactions*, Vol. 45, No. 2 pp. 440 to 446 *The Japan Institute of Metals*(2004).
- [25] DSC INVESTIGATION OF HIGH-COPPER AlCuMg ALLOYS
- [26] Two types of S phase precipitates in Al–Cu–Mg alloys S.C. Wang a,b,\*, M.J. Starink a *Acta Materialia* 55 933–941(2007).
- [27] Draïssia M, Debili M Y and Millet J P 2005 *J. New Mater. Electrochem. Sys.* 8 229

[28] Thèse Magister KHireche Soraya, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouazou, Département de chimie.

[29]REN Wen-da, LI Jin-feng ', ZHENG Zi-qiao, CHEN Wen-jing Localized corrosion mechanism associated with precipitates containing Mg in Al alloys Trans. Nonferrous Met. SOCC.china 17727-732 (2007).

## *Conclusion générale*

### *Conclusion générale*

Des alliages binaires Al-Mg et ternaires Al-Cu-Mg 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 magnésium pour les alliages binaires Al-Mg et le cuivre et le magnésium pour les alliages ternaires Al-Cu-Mg.

Les propriétés de microstructure, optiques, mécaniques, thermiques et électrochimiques d'un ensemble d'alliages binaires Al-Mg et ternaire Al-Cu-Mg ont été étudiées par des analyses de diffraction des rayons X, des observations optiques, des essais d'indentation Vickers, d'analyse thermique par calorimétrie à balayage différentiel (DSC) et d'observation par microscopie électronique à balayages ainsi que des essais électrochimiques des alliages. Nous concluons que :

- ✓ Les microstructures cristallines se présentent comme étant triphasées, constituées des phases cubiques de composés intermétalliques CFC  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> et Cc  $\gamma$ -Al<sub>12</sub>Mg<sub>17</sub> en équilibre avec la phase solution solide CFC  $\alpha$ -Al. Les paramètres cristallins de maille de la phase dominante CFC  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> sont estimés à 2,83 nm. Le paramètre de réseau de l'aluminium dans les alliages Al-Mg augmente avec la teneur en magnésium témoignant de la tendance à la formation de composés intermétalliques.
- ✓ L'alliage Al-50 wt.%Mg a une morphologie de surface dendritique-eutectique issue d'une surfusion de constitution avec une vitesse de solidification évaluée à  $10^{-3}$  m.s<sup>-1</sup> nettement supérieure à la vitesse critique de solidification de l'interface solide-liquide estimée aux environs de  $5 \times 10^{-4}$  m.s<sup>-1</sup>.
- ✓ La microdureté Vickers augmente avec la teneur en Mg dans les alliages solides Al-Mg de fusion HF atteignant un maximum pour l'alliage Al-40m.%Mg. Ce durcissement observé dans les alliages binaires Al-Mg solidifiés rapidement par fusion HF est essentiellement dû à une combinaison de solution solide  $\alpha$ -Al et à la précipitation de la phase durcissant CFC  $\beta$ -Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>.

- ✓ Les essais électrochimiques des alliages binaires Al-Mg montrent un caractère anodique par rapport l'acier avec un potentiel de corrosion mesuré environ -500mv.
- ✓ Les microstructures dans les premiers alliages Al-2m.%Mg -2 m.%Cu brut et traité sont monophasées de solution solide CFC $\alpha$ Al. La phase S-Al<sub>2</sub>CuMg de structure orthorhombique centré est en équilibre avec la phase CFC  $\alpha$ Al pour Al-8m.%Mg -8 m.%Cu. Pour les autres alliages on observe un domaine triphasé, la phase AlCuMg de structure hexagonale en équilibre avec les phases Al<sub>2</sub>CuMg et CFC  $\alpha$ Al.
- ✓ Les observations optiques et MEB montrent que les morphologies varient avec la variation de la teneur de cuivre et de magnésium, une structure équiaxe avec une taille de grain d'environ 80  $\mu$ m, des morphologies sous forme de mélange dendritique avec eutectique. La forme des dendrites est colonnaire développée en branches secondaires. Pour les alliages Al-8m%Mg-8m%Cu, la taille des dendrites est de l'ordre de 50 $\mu$ m et l'espacement inter dendrite  $\lambda_p=34\mu$ m et  $\lambda_s= 58.33\mu$ m à l'état traité et 45 $\mu$ m à l'état brut.
- ✓ La microdureté Vickers augmente avec la teneur en Mg et Cu dans tous les alliages solides Al-Cu-Mg bruts de fusion HF.
- ✓ Les analyses DSC des alliages ternaires AlCuMg montrent des transformations qui conduisent à la formation de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg, l'eutectique ( $\alpha$ -Al +S-Al<sub>2</sub>CuMg) et le domaine de fusion la phase  $\alpha$ -Al (Cu,Mg) ainsi que la dissolution de la phase S-Al<sub>2</sub>CuMg.

# *Annexe*

## Annexe

### Evaluation de la température d'échauffement d'une pièce [1]

1. Si l'on estime qu'il n'y a pas de pertes :  $P = m C_p dT/dt$

$$T = T_0 + (P/mC_p) t$$

La température croît linéairement avec le temps de chauffage.

2. Si l'on prend en compte les pertes (conduction, convection), on peut montrer que celles-ci peuvent se mettre sous la forme :  $\phi = h S (T - T_0)$  c'est à dire qu'elles sont proportionnelles à la différence de température avec le milieu extérieur et à la surface d'échange. L'équation différentielle devient :

$$P - \phi = P - h S (T - T_0) = m C_p dT/dt$$

L'équation différentielle s'écrit donc :

$$(m C_p / h S) dT/dt + T = P/hS + T_0$$

Résolution de l'équation différentielle sans second membre :

$$(m C_p / h) dT/dt + T = 0$$

$$dT/T = - h S / m C_p dt, T = T_0 e^{-h S t / m C_p}$$

Résolution de l'équation différentielle avec second membre :

$$T = T_0 e^{-h S t / m C_p} + \frac{P}{h S} (1 - e^{-h S t / m C_p})$$

L'équation différentielle avec second membre devient :

$$(mC_p/h S) [dT_0/dt e^{hSt/mC_p} - T_0 hS/mC_p e^{hSt/mC_p}] + T_0 e^{-hSt/mC_p} = P/h S + T_0 (mC_p/h S) [dT_0/dt e^{hSt/mC_p}]$$

$$= P/h S + T_0$$

$$dT_0/dt = (Ph/S + T_0)(hS/mC_p) e^{hSt/mC_p}$$

$$T_0 = (Ph/S + T_0) e^{hSt/mC_p} + T_1$$

$$T = (P/hS + T_0) + T_1 e^{hSt/mC_p}$$

Calcul de la constante  $T_1$  : si  $t = 0$  alors  $T = T_0$  soit  $T_1 = -Ph/S$

$$T = (P/hS + T_0) - Ph/Se^{hSt/mC_p}$$

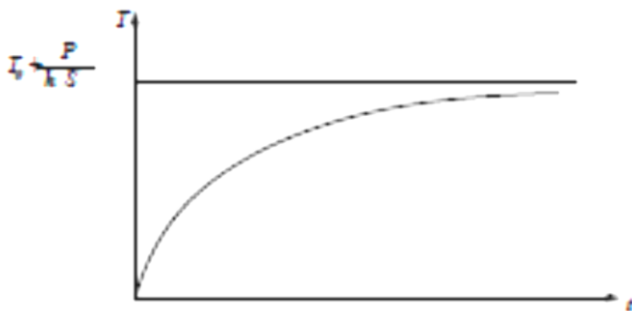


Figure 1 Profil de température au cours du temps.

La température s'élève vers la température d'équilibre  $P/hS + T_0$

### [1]Références

Cours d'Electrothermie I reannée -Olivier PERROT 2010-2011 I.U.T. de Saint-Omer  
Dunkerque -Département Génie Thermique et énergie