

République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique  
Université 8 mai 1945 Guelma

Faculté des Mathématiques et de l'Informatique et des Sciences de la Matière  
Département des Sciences de la Matière

Mémoire de fin d'études  
Master



**Spécialité : Physique de la Matière Condensée**

*Présenté par :*

**KADDECHE ASMA**

---

**Etude Thermique et Mécanique d'un Alliage  
d'Aluminium Al-Cu**

---

**Sous la Direction de :**

**Professeur : Brahim BELFARHI**

**Juin 2022**

***Remerciement***

Je tiens tout d'abord à remercier Allah le tout puissant le clément et le miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience d'accomplir ce modeste travail.

Je voudrais exprimer toute ma gratitude à mon encadreur, **Monsieur Brahim BELFARHI Professeur** à l'université 8 Mai 1945 Guelma, pour ses précieux conseils, son orientation, la confiance et la patience qu'il m'avait octroyée. Aussi j'ai énormément profité de son expérience.

Mes remerciements vont également à monsieur **Fares SERRADJ** à l'université 8 Mai 1945, **Maitre de conférences** à l'université 8 Mai 1945 Guelma pour son aide inconditionnelle et ses riches directives durant toute la période du travail.

Aussi, je remercie Monsieur **Ahmed Belhaffef** pour la contribution qu'il a apportée pour la correction de mon mémoire.

Mes remerciements à monsieur **Abderrezak BEZAZI Professeur** à l'université du 8 Mai 1945 Guelma et directeur du laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux (LMANM), pour nous avoir aidés à réaliser notre plan expérimental.

Enfin, je tiens également à remercier ma famille qui m'a soutenue par ses sacrifices, ses prières et ses encouragements, ce qui m'a permis de surmonter tous les obstacles.

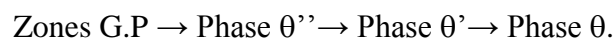
## RÉSUMÉ

Les alliages d'aluminium-cuivre de la série 2xxx sont largement usés notamment dans l'industrie automobile, aéronautique et dans le domaine urbain. Pour répondre aux différentes exigences pour les différentes applications pratiques, divers processus de traitement thermique sont couramment effectués sur les matériaux. Les chercheurs ont travaillé pour trouver des matériaux disponibles et moins chers pour couvrir les besoins requis.

Notre travail vise à l'étude thermique et mécanique d'un alliage d'aluminium Al-4%Cu qui est utilisé largement dans l'industrie. Pour cela, on a utilisé des méthodes d'investigations suivantes : la microscopie optique (MO), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et le micro-duromètre Vickers (HV).

Les microstructures optiques de l'alliage, la cinétique de précipitation de l'alliage et la micro-dureté sont étudiés. Les résultats de la micro-dureté peuvent bien soutenir l'évolution des courbes DSC. Les résultats ont montré que divers pics sont apparus sur les courbes DSC, qui ont été caractérisées pour identifier les processus de précipitation ou de dissolution de différentes phases métastables. Certains pics sur la courbe DSC sont utilisés pour calculer des paramètres cinétiques de précipitation, à savoir l'énergie d'activation. Les résultats montrent que l'énergie d'activation du processus de transformation varie significativement d'une phase à autre.

La diminution de la vitesse de chauffage favorise l'accélération de la séquence de précipitation dans l'alliage Al-4%Cu. La séquence de précipitation est la suivante :



La formation des phases intermédiaires  $\theta''$ ,  $\theta'$  et la phase stable  $\theta$  nécessite des énergies d'activation d'environ 50 KJ/mol, 77 KJ/mol et 104 KJ/mol, respectivement.

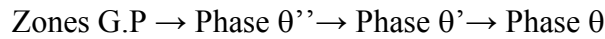
**Mots clés :** les alliages Al-Cu, traitements thermiques, précipitation, phases, DSC, séquence de précipitation, énergie d'activation, propriétés mécaniques, micro-dureté Vickers.

## ملخص

تستخدم سبائك ألومنيوم-نحاس والمعروفة أيضا بسبائك السلسلة 2xxx على نطاق واسع، لا سيما في صناعة السيارات والطائرات وأيضا في الصناعة الحضرية. ولتلبية المتطلبات المختلفة للتطبيقات العلمية المختلفة، يتم إجراء عمليات المعالجة الحرارية المختلفة بشكل شائع على المواد. عمل الباحثون على إيجاد المواد المتاحة والأقل تكلفة لتغطية الاحتياجات المطلوبة. يهدف عملنا إلى الدراسة الحرارية والميكانيكية لسبائك الألومنيوم Al-4%Cu والتي تستخدم على نطاق واسع في الصناعة. لهذا الغرض، تم استخدام الطرق التجريبية التالية: الفحص المجهرى البصري (MO)، الماسح الحراري التفاضلي (DSC) و جهاز فيكرز لقياس الصلادة (HV).

تمت دراسة البنية المجهرية للسبيكة، حركية الترسيب للسبائك والصلادة. وقد دعمت نتائج الصلادة تطور منحنيات DSC أظهرت النتائج ظهور قمم مختلفة على المنحنيات، والتي بواسطتها تم تحديد عمليات الترسيب أو الذوبان لمختلف الأطوار. استخدمنا هذه القمم لحساب المعاملات الحركية للترسيب، والتي تتمثل في طاقة التنشيط. تظهر النتائج أن طاقة التنشيط لعملية التحول تختلف بشكل كبير من طور إلى آخر.

يؤدي الإنخفاض في سرعة التسخين إلى تسريع الترسيب في سبيكة Al-4%Cu والتي هي على النحو التالي:



يتطلب تكوين الأطوار الوسيطة  $\theta''$  و  $\theta'$  و المرحلة المستقرة  $\theta$  طاقات تنشيط تبلغ حوالي 50 كيلوجول/مول، 77 كيلوجول/مول و 104 كيلوجول/مول على التوالي.

**الكلمات المفتاحية:** سبيكة ألومنيوم-نحاس، المعالجات الحرارية، الترسيب، الطور، الماسح الحراري التفاضلي، تشكل الترسيبات الطورية، طاقة التنشيط، الخصائص الميكانيكية، الصلادة.

## **Abstract**

The aluminum-copper alloys of the 2xxx series are widely used, particularly in the automotive, aeronautical and urban industries. To meet the different requirements for the different practical applications, various heat treatment processes are commonly performed on the materials. The researchers worked to find available and less expensive materials to cover the required needs.

Our work aims at the thermal and mechanical study of an aluminum alloy Al-4%Cu which is widely used in industry. For this, the following investigation methods were used: optical microscopy (MO), differential calorimetry (DSC) and the Vickers microdurometer (HV).

The optical microstructures of the alloy, the precipitation kinetics of the alloy and the microdurometer are studied. Microdurometer resultants showed that various peaks appeared on the DSC curves, which were characterized to identify precipitation or dissolution processes of different metastable phases. Certain peaks on the DSC curve are used to calculate precipitation kinetic parameters, namely the activation energy. The results show that the activation energy of the transformation process varies significantly from one phase to another.

The decrease in the heating rate favors the acceleration of the precipitation sequence in the Al-4%Cu alloy. It is as follows: Zones G.P  $\rightarrow$  Phase  $\theta''$   $\rightarrow$  Phase  $\theta'$   $\rightarrow$  Phase  $\theta$ .

The formation of the intermediate phases  $\theta''$ ,  $\theta'$  and the stable phase  $\theta$  require activation energies of approximately 50 KJ/mol, 77 KJ/mol and 104 KJ/mol respectively.

**Key words:** Al-Cu alloys, heat treatments, precipitation, phase, DSC, precipitation sequence, activation energy, mechanical properties, Vickers microhardness.

## Table des matières

Remerciement	
Résumé	<b>a</b>
ملخص	<b>b</b>
Abstract	<b>c</b>
Introduction générale	<b>1</b>
<b>Chapitre I :</b> <b>L'aluminium et ses alliages</b>	
I.1. Introduction	<b>4</b>
I.2. Historique de l'aluminium	<b>5</b>
I.3. Fabrication de l'aluminium	<b>8</b>
I.3. Désignation des alliages de l'aluminium	<b>9</b>
I.3.1. Les alliages corroyés	<b>9</b>
I.3.2. Les alliages de moulage	<b>9</b>
I.4. Influence des éléments d'addition sur les propriétés de l'aluminium	<b>10</b>
I.5. Les différents domaines de l'utilisation de l'aluminium	<b>10</b>
I.6. Propriétés des alliages de l'aluminium	<b>14</b>
I.7. Les alliages aluminium cuivre : (série 2000)	<b>14</b>
I.7.1. Les alliages de l'aluminium 2017A	<b>15</b>
I.7.2. Composition chimique de l'alliage 2017A	<b>15</b>
I. 8. Diagramme des phases de l'alliage Al-Cu	<b>16</b>
I. 9. Traitements thermiques des alliages d'aluminium	<b>16</b>
I. 9.1. Traitements d'homogénéisation	<b>16</b>
I. 9.2. Traitements d'adoucissement	<b>17</b>
I. 9.3. Traitement de trempe structurale	<b>17</b>
<b>Chapitre II :</b> <b>Précipitation des phases dans l'alliage Al-Cu</b>	
II.1. Introduction	<b>22</b>
II.2. Définition de la précipitation	<b>22</b>
II.3. Les types de précipitations	<b>22</b>
II.3.1. La précipitation continue	<b>23</b>
II.3.2. La précipitation discontinue	<b>23</b>

II.4. Types de précipitation discontinue	24
II.4.1. Précipitation sur les défauts de réseaux (dislocations)	24
II.4.2. Précipitation sur les joints intra-cristallins	24
II.4.3. Précipitation aux joints d'interphases	25
II.4.4. Précipitation inter faciale	25
II.5. Précipitation dans les alliages du système Al-Cu	25
II.6. Mécanisme de précipitation	28
II.6.1. La germination	28
II.6.2. La croissance	29
II.6.3. La coalescence	31
II.7. Détermination de l'énergie d'activation	32
<b>Chapitre III :</b>	
<b>Matériau étudié et Techniques expérimentales exploitées</b>	
III. Matériau étudié et techniques expérimentales exploitées	37
III.1. Introduction	37
III.2. Traitements thermiques appliqués	37
III.3. Préparation des échantillons pour l'étude micrographique	37
III.4. Méthodes et techniques expérimentales	38
III.4.1. Microscopie optique (MO)	38
III.4.2. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)	39
III.4.3. Micro-dureté Vickers	41
<b>Chapitre IV :</b>	
<b>Résultats et tentative d'interprétation</b>	
IV. Résultats et tentative d'interprétation	43
IV.1 Observations de la microstructure	43
IV.1.1. A l'état brut	43
IV.1.2. A état homogénéisé	43
IV.1.3. A l'état de vieillissement 1min à 350 °C	44
IV.2 Etude calorimétrique par l'analyse calorimétrique DSC	45
IV.2.1 Détermination de l'énergie d'activation	46
IV.2.1.1. Méthode d'Ozawa	46
IV.2.1.2. Par la méthode de Kissinger	51

IV.2.1.3. Par la méthode de Boswell	<b>56</b>
IV.2.1.4. Par la méthode de Starink	<b>61</b>
IV.3. Etude des propriétés mécaniques par micro-dureté Vickers	<b>66</b>
Conclusion générale	<b>69</b>



## Liste des figures

Figure I.1 : L'aluminium non allié	<b>4</b>
Figure I.2 : Position de l'aluminium dans le tableau périodique des éléments	<b>5</b>
Figure I.3: Lingots d'aluminium	<b>5</b>
Figure I .4 : Les inventeurs de la procédure d'électrolyse de l'aluminium	<b>6</b>
Figure I .5: La bauxite	<b>6</b>
Figure I .6: L'alumine	<b>7</b>
Figure I .7 : Les minerais d'aluminium	<b>7</b>
Figure I.8: Le principal minerai d'aluminium est la bauxite	<b>8</b>
Figure I.9 : Production de l'aluminium	<b>8</b>
Figure I.10: Construction automobile, aéronautique, ferroviaire	<b>11</b>
Figure I.11: Utilisations de l'aluminium dans l'architecture	<b>12</b>
Figure I.12: Câble en aluminium	<b>12</b>
Figure I.13: Feuilles minces pour l'emballage alimentaire en aluminium	<b>13</b>
Figure I.14: Autres utilisations de l'aluminium	<b>13</b>
Figure I.15 : Les applications de l'aluminium et ses alliages	<b>14</b>
Figure I.16: Diagramme d'équilibre d'un alliage Al-Cu	<b>16</b>
Figure II. 1 : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation	<b>22</b>
Figure II. 2. Schéma de la précipitation discontinue	<b>23</b>
Figure II. 3: Représentation schématique d'une réaction de dislocation	<b>24</b>
Figure II. 4: Microstructure d'un alliage Al- 4% pds Cu obtenue par (a) refroidissement rapide, (b) refroidissement lent	<b>26</b>
Figure II. 5 : Zone de Grenier-Preston	<b>26</b>
Figure II.6 : Structure cristalline de La phase $\theta''$	<b>27</b>
Figure II.7 : Structure cristalline de la phase $\theta'$	<b>27</b>
Figure II.8: structure cristalline de la phase $\theta$	<b>28</b>
Figure II.9 : Représentation schématique du précipité ; cohérente avec la matrice	<b>30</b>
Figure II.10 : Représentation schématique du précipité : semi-cohérent avec la matrice	<b>30</b>
Figure II.11 : Représentation schématique du précipité : incohérent avec la matrice	<b>31</b>

Figure III.1 : Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B	<b>32</b>
Figure III.2 : Microscope optique de type ZEISS	<b>39</b>
Figure III.3 : Machine de DSC model <i>METTLER TOLEDO DSC</i>	<b>40</b>
Figure III.4 : Creuset en Aluminium	<b>40</b>
Figure IV. 1. Microstructure optique de l'alliage à l'état brut.	<b>43</b>
Figure IV. 2. Microstructure de l'alliage étudié à l'état homogénéisé pendant 10 min à 550°C et trempé à l'eau.	<b>44</b>
Figure IV. 3. Microstructure de l'alliage étudié vieilli 1 min à 350°C.	<b>44</b>
Figure IV.4 : La courbe de DSC de l'alliage Al-Cu étudié, obtenue par deux vitesses de chauffage $\varphi = 10^\circ\text{C}/\text{min}$ et $\varphi = 15^\circ\text{C}/\text{min}$ .	<b>45</b>
Figure IV.5 : La courbe $\ln(\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode d'Ozawa.	<b>48</b>
Figure IV.6 : La courbe $\ln(\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta''$ par la méthode d'Ozawa.	<b>48</b>
Figure IV.7 : La courbe $\ln(\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta'$ par la méthode d'Ozawa.	<b>49</b>
Figure IV.8 : La courbe $\ln(\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta'$ par la méthode d'Ozawa.	<b>49</b>
Figure IV.9 : La courbe $\ln(\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta$ par la méthode d'Ozawa.	<b>50</b>
Figure IV.10 : La courbe $\ln(\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta$ par la méthode d'Ozawa.	<b>50</b>
Figure IV.11 : La courbe $\ln(T_p^2/\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode de Kissinger	<b>53</b>
Figure IV.12 : La courbe $\ln(T_p^2/\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta''$ par la méthode de Kissinger.	<b>53</b>
Figure IV.13 : La courbe $\ln(T_p^2/\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta'$ par la méthode de Kissinger.	<b>54</b>
Figure IV.14 : La courbe $\ln(T_p^2/\varphi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta'$ par la méthode de Kissinger.	<b>54</b>

Figure IV.15 : La courbe $\ln (T_p^2/\phi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta$ par la méthode de Kissinger.	<b>55</b>
Figure IV.16 : La courbe $\ln (T_p^2/\phi)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta$ par la méthode de Kissinger.	<b>55</b>
Figure IV.17 : La courbe $\ln (\phi/T_p)$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode de Boswell.	<b>58</b>
Figure IV.18 : La courbe $\ln (\phi/T_p)$ en fonction de $1/T_p$ Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta''$ par la méthode de Boswell.	<b>58</b>
Figure IV.19 : La courbe $\ln (\phi/T_p)$ en fonction de $1/T_p$ Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta'$ par la méthode de Boswell.	<b>59</b>
Figure IV.20 : La courbe $\ln (\phi/T_p)$ en fonction de $1/T_p$ Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta'$ par la méthode de Boswell.	<b>59</b>
Figure IV.21 : La courbe $\ln (\phi/T_p)$ en fonction de $1/T_p$ Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta$ par la méthode de Boswell.	<b>60</b>
Figure IV.22 : La courbe $\ln (\phi/T_p)$ en fonction de $1/T_p$ Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta$ par la méthode de Boswell.	<b>60</b>
Figure IV.23 : La courbe $\ln (\phi/T_p^{1.92})$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P par la méthode de Starink.	<b>63</b>
Figure IV.24 : La courbe $\ln (\phi/T_p^{1.92})$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta''$ par la méthode de Starink.	<b>63</b>
Figure IV.25 : La courbe $\ln (\phi/T_p^{1.92})$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta'$ par la méthode de Starink.	<b>64</b>
Figure IV.26 : La courbe $\ln (\phi/T_p^{1.92})$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta'$ par la méthode de Starink.	<b>64</b>
Figure IV.27 : La courbe $\ln (\phi/T_p^{1.92})$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase $\theta$ par la méthode de Starink.	<b>65</b>
Figure IV.28 : La courbe $\ln (\phi/T_p^{1.92})$ en fonction de $1/T_p$ : Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase $\theta$ par la méthode de Starink.	<b>65</b>
Figure IV. 29 : Variation de la micro-dureté Vickers (HV) de l'alliage étudié en fonction de la température de vieillissement.	<b>67</b>

## Liste des tableaux

Tableau I.1 : Désignation des séries principales des alliages de l'aluminium	<b>9</b>
Tableau I.2 : Composition chimique de l'alliage 2017A	<b>15</b>
Tableau III.1 : Compositions chimiques de l'alliage étudié en % massique	<b>37</b>
Tableau IV. 1 : Valeurs calculées par la méthode d'Ozawa.	<b>47</b>
Tableau IV. 2. Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode d'Ozawa.	<b>47</b>
Tableau IV. 3 : Valeurs calculées par la méthode de Kissinger.	<b>52</b>
Tableau IV. 4 : Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Kissinger.	<b>52</b>
Tableau IV. 5 : Valeurs calculées par la méthode de Boswell.	<b>57</b>
Tableau IV. 6. Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Boswell.	<b>57</b>
Tableau IV. 7 : Valeurs calculées par la méthode de Starink.	<b>62</b>
Tableau IV. 8 : Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Starink.	<b>62</b>
Tableau IV. 9 : Energies d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage étudié, calculées par différentes méthodes.	<b>66</b>

## **Introduction générale**

Les matériaux et les métaux jouent un rôle important dans tout progrès technologique ou développement industriel. La célérité des progrès technologiques et la prospection incessante de la perfection nécessitent de plus en plus de recherches pour répondre aux problèmes rencontrés dans différentes industries.

Faisant l'objet de nombreux travaux de recherches scientifiques les alliages de l'aluminium, par leurs excellentes propriétés mécaniques et électriques et leur bonne résistance à la corrosion, ont pu être utilisés dans divers secteurs d'activité tels que l'aéronautique, l'automobile ou les transports électriques.

L'aluminium est l'un des matériaux non ferreux les plus populaires dans l'industrie, il est peu utilisé à l'état pur en raison de ses faibles caractéristiques mécaniques.

Dans notre travail, nous nous intéressons aux alliages les plus utilisés dans plusieurs domaines tels que la construction aéronautique, la construction ferroviaire, la construction électrique, l'appareillage, l'emballage, la décoration et surtout aux alliages Al-Cu (la série 2xxx). Grâce à ses bonnes propriétés mécaniques et électriques dont un grand nombre est dû aux modifications structurales obtenues après des traitements thermiques qui permettent de transformer les phases des matériaux à l'état solide par la décomposition de la solution sursaturée constituant l'alliage. Ce phénomène est appelé « durcissement structural » d'une solution sursaturée.

L'objectif principal de notre travail est d'étudier les propriétés mécaniques et les traitements thermiques de l'alliage Al-Cu avec un excès de cuivre. L'étude principale est basée sur la microscopie optique et l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC).

Le présent mémoire est organisé comme suit :

- Le premier chapitre comporte une recherche bibliographique sur l'aluminium et ses alliages, les traitements thermiques dans les alliages Al-Cu.
- Le deuxième chapitre présente une étude sur le phénomène de précipitation dans l'alliage Al-Cu.
- Le troisième chapitre décrit la composition chimique du matériau utilisé, la déformation et différents traitements thermiques appliqués et une description des méthodes expérimentales utilisées.

- Le quatrième chapitre traite les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques utilisées et accompagnés de discussions.
- Enfin, nous terminons par une conclusion générale présentant les principaux résultats obtenus et leurs interprétations.

**Chapitre I**  
**Aluminium**  
**et ses alliages**

## I. Aluminium et ses alliages :

### I.1. Introduction :

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendeleïev, il contient le nombre atomique 13. C'est un métal blanc argenté et le plus utilisé après le fer et l'acier de masse volumique  $2.7 \text{ g/cm}^3$  [1], son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de  $23.10^{-6}$ , son module de Yong de 6600 bar, sa masse atomique égale à 26.27 g/mol et sa température de fusion  $660^\circ\text{C}$ . Il se cristallise dans le système cubique à faces centrées à paramètre de maille 0.404 nm.

Les propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont très faibles est incomplète pour une utilisation dans les applications structurales, il est léger, ductile, résiste à la corrosion et pourvu d'une très bonne conductivité thermique et électrique [2].

L'aluminium industriel comporte de manière générale 0.5% d'impuretés, ces impuretés ont plusieurs influences sur les propriétés électriques et mécaniques [3].

Ils existent plusieurs éléments d'alliages d'aluminium différent par les éléments d'additions ; Al-Cu (série 2000), Al-Mn (série 3000), Al-Si (série 4000), Al-Mg (série 5000), Al-Mg-Si (série 6000) et les alliages Al-Mg-Zn (série 7000) [4].

L'aluminium est utilisé sous forme d'alliage, ils existent environ 310 alliages d'aluminium différents désignés par un nombre de 4 chiffres. Les alliages possèdent des caractéristiques mécaniques et sont classés en 8 séries [5].

Les caractéristiques principales de l'aluminium et ses alliages sont :

✚ faible poids spécifique.	✚ résistance chimique élevée.
✚ bonne conductivité électrique.	✚ résistance mécanique élevée.



**Figure I.1 :** L'aluminium non allié [6].



**Periodic Table of Elements**  
Including Names, Atomic Numbers, Weights, Symbols

The image shows a standard periodic table with various groups color-coded: Non-Metal (orange), Alkali Metals (yellow), Alkaline Earth (grey), Transition Metal (black), Lanthanides (red), Actinides (pink), Basic Metal (purple), Semi Metal (brown), Halogen (blue), and Nobel Gas (green). The element Aluminium (Al) is circled in black. The table includes atomic numbers, names, and symbols for all elements from Hydrogen (H) to Oganesson (Og).

Figure I.2 : Position de l'aluminium dans le tableau périodique des éléments [7].

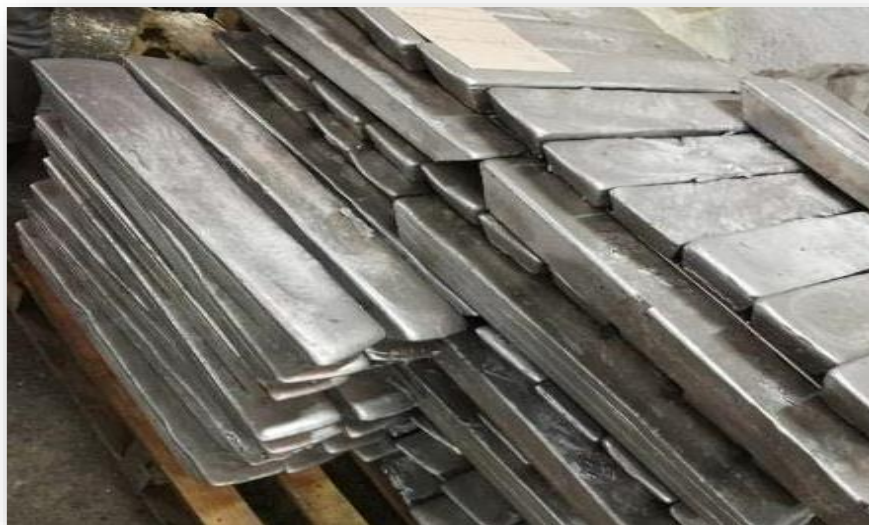


Figure I.3: Lingots d'aluminium [8].

## I.2. Historique de l'aluminium :

L'aluminium a été introduit en 1854, sous forme d'un alliage obtenu par voie chimique, ce dernier a été initié par Hans Christian Oersted [9] et le chimiste français Sainte-Claire Deville, lors d'une présentation à l'Académie des Sciences. Cependant en 1888, l'aluminium a été développé de manière incroyable du fait de son utilisation dans les

industries et ce après la réalisation de l'électrolyse par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux Etats-Unis [10].

En 1888, l'Autrichien Karl Josef Bayer établit l'extraction de l'alumine du minerai de bauxite en le dissolvant dans de l'hydroxyde de sodium. La poudre d'oxyde d'aluminium ainsi collectée alimente les unités d'électrolyse pour réduire l'alumine en aluminium élémentaire [11].



*Charles Martin Hall*



*Paul Héroult*

**Figure I.4 :** *Les inventeurs de la procédure d'électrolyse de l'aluminium [12,13].*


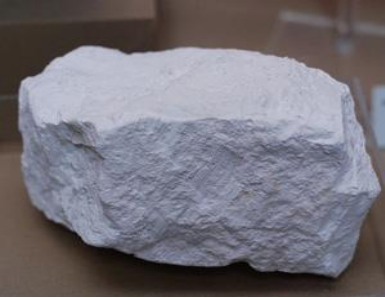






**Figure I.5:** *La bauxite*



*Figure I.6: L'alumine.*

L'aluminium se trouve dans plusieurs minerais tels que : silicates, kaolin, micas, fluorures cryolithe, feldspaths, et surtout d'hydroxydes [14].

		
<i>Silicates</i>	<i>Kaolin</i>	<i>Mica</i>
		
<i>Fluorures cryolithe</i>	<i>Felds-paths</i>	<i>Hydroxydes</i>

*Figure I.7 : Les minerais d'aluminium.*

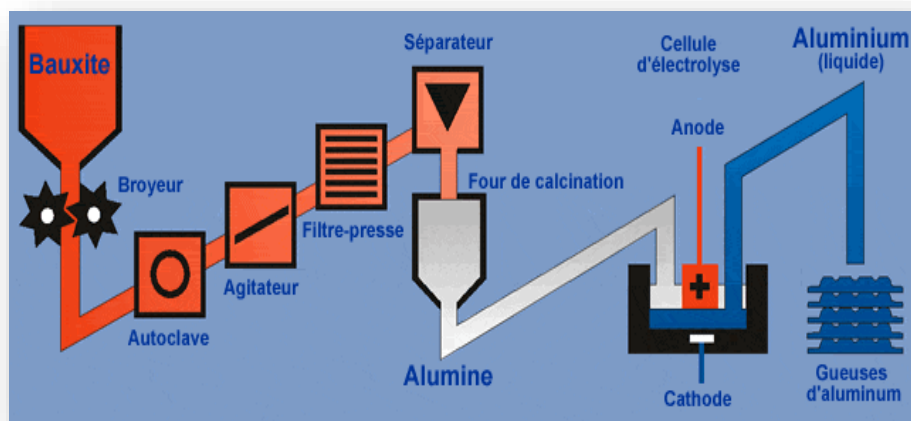
### I.3. Fabrication de l'aluminium :

La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'aluminium, car c'est une roche riche en aluminium. Il contient 40% à 60% d'oxyde d'aluminium hydraté mélangé à la silice et à l'oxyde de fer [15].



*Figure I.8: Le principal minerai d'aluminium est la bauxite [16].*

L'aluminium est produit par électrolyse de l'alumine dans de la cryolithe fondue, à environ 1000°C dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone. L'aluminium se dépose au fond de la cuve avec un titre de 99,7%.



*Figure I.9 : Production de l'aluminium.*

### I.3. Désignation des alliages d'aluminium :

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue une série de 4 chiffres [17]. Le premier chiffre allant de 0 jusqu'à 8 indique le groupe d'appartenance, le second identifie des variantes ou impuretés, les deux derniers indiquent le (%) en aluminium. [18].

*Tableau I.1 : Désignation des séries principales des alliages d'aluminium [19].*

<i>Série</i>	<i>Désignation</i>	<i>Elément d'alliages principal</i>	<i>Phase principale</i>
<b>1000</b>	1xxx	99% d'Al au minimum	-
<b>2000</b>	2xxx	Cuivre (Cu).	$Al_2Cu$ , $Al_2Cu/Mg$
<b>3000</b>	3xxx	Manganèse (Mn).	$Al_6Mn$
<b>4000</b>	4xxx	Silicium (Si).	-
<b>5000</b>	5xxx	Magnésium (Mg).	$Al_3Mg_2$
<b>6000</b>	6xxx	Magnésium (Mg) et silicium (Si).	$Mg_2Si$
<b>7000</b>	7xxx	Autres éléments.	$MgZn_2$
<b>8000</b>	8xxx	Non utilisé.	-

On distingue les deux grandes classes d'alliages d'aluminium suivantes :

#### I.3.1. Les alliages corroyés :

Le corroyage est une déformation à chaud, coulés en plaques ou billettes puis transformés en semi produits par laminages, filages, matriçages...

Les plus distingués sont les alliages à durcissement structural et sans durcissement [18].

- Les alliages à durcissement structural :

Ce sont des alliages non trempant, les caractéristiques mécaniques de ces alliages obtenues par : chauffage, refroidissement et maintien [20].

- Les alliages sans durcissement structural :

Ce sont des alliages non trempant qui sont utilisés à la place de l'aluminium non allié pour augmenter ses propriétés mécaniques. Ces caractéristiques mécaniques dépendent du taux d'écrouissage ou de la teneur en addition [18].

#### I.3.2. Les alliages de moulage :

Les alliages de moulage sont la fabrication des pièces obtenues par la coulée. Les alliages appartenant à cette série sont : Al-Cu, Al-Mn, Al-Zn [21,22].

#### **I.4. Influence des éléments d'addition sur les propriétés d'aluminium :**

Les éléments additions jouent un rôle important en métallurgie car ils améliorent ou dégradent l'état physique ou chimique de l'aluminium pur. Ces éléments sont le cuivre, le magnésium, le manganèse, le silicium soit sous forme solution ou sous forme de précipité [23, 18].

L'élément d'addition est classé en fonction de la contribution à l'amélioration, il est ajouté à la substance sur la base de :

- possession d'un potentiel plus électro-négatif.
- élévation et amélioration des propriétés mécaniques et de la capacité de l'anode.
- élimination des effets nocifs des impuretés [24].

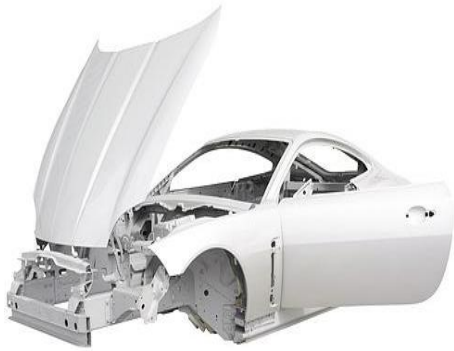
#### **I.5. Les différents domaines d'utilisation :**

En raison des propriétés de l'aluminium tel que la ductilité et le point de fusion qui reste, toutefois, bas par rapport à celui du fer pour une économie d'énergie considérable lors de sa fabrication, l'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines de l'industrie et de la vie quotidienne.

En 1887, l'électrolyse est apparue et le coût de production de l'aluminium a diminué. Les secteurs du transport, de la construction et de l'emballage comptent parmi les marchés les plus importants pour l'aluminium. Ce dernier est aussi utilisé dans l'électricité, la mécanique et la chimie [25].

#### **Le transport :**

L'aluminium est prisé dans ce domaine grâce à sa légèreté et sa facilité de liaison avec le cuivre ou le silicium pour former des alliages résistants pour une conduite idéale de la chaleur surtout pour les moteurs de l'automobile, du train, du bateau et de l'aéronautique. Son utilisation réduit les vibrations et le bruit [25].



*Aluminium en construction automobile*



*Aluminium en construction aéronautique*

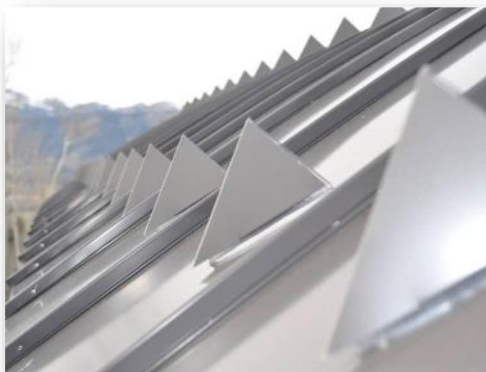


*Aluminium en construction ferroviaire*

**Figure I.10 :** Construction automobile, aéronautique et ferroviaire.

**Le bâtiment :**

L'aluminium est très apprécié en architecture car il est facilement malléable, résistant et ne nécessite que très peu d'entretien [25].



*Toiture en aluminium*



*Façade en aluminium*



*Aménagements intérieurs en aluminium*

*Figure I.11 : Utilisations de l'aluminium dans l'architecture.*

### **L'électricité :**

Dans ce domaine, aujourd'hui l'aluminium est le moyen le plus économique de transmettre l'énergie électrique, il remplace le cuivre pour les lignes à haute tension et ce grâce à sa conductivité électrique élevée et son absence de magnétisme [25].



*Figure I.12 : Câble en aluminium.*

### **L'alimentation :**

Grâce à son faible coût, les feuilles d'aluminium sont utilisées pour l'emballage même alimentaire contre la permutation de l'air, la lumière et les rayons [25].





*Figure I.13 : Feuilles minces pour l'emballage alimentaire en aluminium.*

**Autres applications :**

Il s'agit d'un grand nombre d'applications diverses qui constituent individuellement de faibles tonnages (meubles de bureau, panneaux de chaînes Wifi, panneaux de signalisation routière...) [25].



*Meubles de bureau en aluminium*



*Panneaux de chaînes Wifi*



*Panneaux de signalisation routière*

*Figure I.14 : Autres utilisations de l'aluminium.*

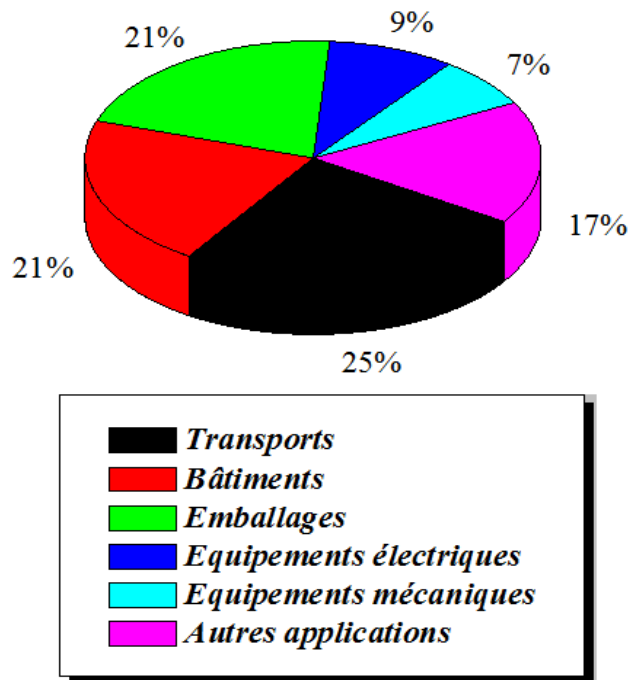


Figure I.15 : Les applications de l'aluminium et ses alliages.

### I.6. Propriétés des alliages d'aluminium :

Les principales caractéristiques des alliages d'aluminium sont [26,27]:

- **Résistance à chaud** : la résistance à chaud des alliages d'aluminium au-delà de 150 °C.
- **Résistance aux basses températures** : l'alliage d'aluminium a un réseau cristallin, il n'est pas fragile lorsqu'il est appliqué à des températures élevées.
- **Résistance à la fatigue** : en général, le coefficient d'endurance est de l'ordre de 0.5 pour les alliages non trempant et de (0.25 à 0.30) pour les alliages trempant.
- **Résistance à la corrosion** : l'alliage d'aluminium est protégé contre la corrosion grâce à la formation d'une pellicule de  $Al_2O_3$ .
- **Mise en forme** : l'alliage d'aluminium est facile à emboutir et à laminier.

### I.7. Les alliages d'aluminium-cuivre (série 2000) :

Cette série contient des alliages avec le cuivre comme un élément de durcissement structural.

La famille 2000 caractérisée par [28]:

-une moyenne résistance mécanique.

-une faible résistance à la corrosion.

-une aptitude au soudage.

-une bonne teneur à chaud.

**a) Alliages pour structure aux résistances mécaniques élevées :**

L'alliage 2017A est connu sous le nom de Duralumin, qui est à l'origine du développement de l'aluminium et du domaine de l'aviation lui-même [28].

**b) Alliage pour résistance à chaud :**

Les alliages : 2618, 2219 et 2419 sont utilisés dans aubes de compresseurs et les disques.

Les caractéristiques de ces alliages sont [28] :

- une bonne résistance au fluage.
- un bon comportement pour les basses températures.
- une bonne stabilité thermique.

**c) Alliages pour décolletage :**

Ces alliages donnent des copeaux courts à l'usinage.

- L'alliage 2030 : Fabriqué uniquement sous forme de barres ou tubes filés.
- L'alliage 2011 : Il est obtenu sous forme de produits filés et sous forme de pièces matricées [28].

**I.7.1. Les alliages d'aluminium 2017A :**

Le rôle du duralumin était celui de précurseur d'un certain nombre d'alliage de la série 2xxx on incluant l'alliage 2014 et l'alliage 2024. Il est utilisé à l'état T4.

Cet alliage a été développé à Berlin en 1906 par Alfred Wilm, dont les travaux ont conduit au développement des alliages corroyés.

**I.7.2. Composition chimique de l'alliage 2017A :**

La composition de l'alliage 2017 est présentée dans le tableau I.2.

L'alliage 2017 est un alliage Al-Cu avec des additifs secondaire de Fe et de Mg [29].

**Tableau I.2 :** Composition chimique de l'alliage 2017A en pourcentage massique.

Alliage	Si (%)	Fe (%)	Cu (%)	Mn (%)	Mg (%)	Cr (%)
2017A	0.20-0.8	0.7	3.5-4.5	0.40-1.0	0.40-1.0	0.10

### I. 8. Diagramme des phases de l'alliage Al-Cu :

Le diagramme de phases Al-Cu à l'équilibre (figure I.16). L'alliage Al-4%Cu est monophasé à la température comprise entre 500°C et 580°C, le cuivre fait une solution solide. En dessous de 500 °C, l'alliage se divise en deux phases  $\alpha$  +  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , avec une température plus basse la proportion de  $\text{Al}_2\text{Cu}$  augmente [20].

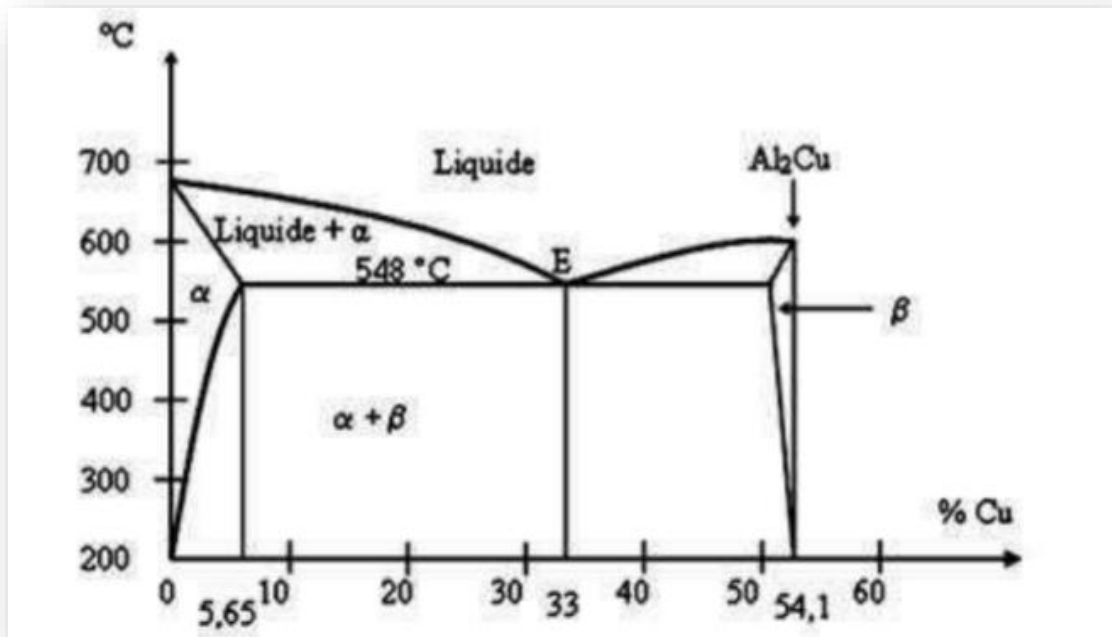


Figure I.16 : Diagramme d'équilibre d'un alliage Al-Cu [30].

### I. 9. Traitements thermiques des alliages d'aluminium :

L'alliage d'aluminium reçoit des traitements thermiques qui permettent des améliorations en propriétés mécaniques [20].

Les traitements thermiques sont classés en trois types principaux :

#### I. 9.1. Traitements d'homogénéisation :

Ce sont des traitements appliqués à des produits de corroyés ou de fonderie, se comportent à température relativement élevée et sont destinés à faciliter la transformation à froid ou à chaud. Ils consistent au maintien, de 6h à 48h, à des températures de 450°C à 610°C, qui ont pour but de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide [31].

### I. 9.2. Traitement d'adoucissement :

Le but est d'adoucir un alliage ou un métal par trempe structurale ou par écrouissage. Ces traitements ont des effets similaires à ceux décrits pour l'aluminium.

Les températures de traitements sont plus élevées pour les alliages :

\*Le traitement de recristallisation est effectué à 300-400 °C pendant 0.5 à 3 heures.

\*Le traitement de restauration est effectué à 200-300°C pendant 1 à 8 heures [31].

### I. 9.3. Traitement de trempe structurale :

Le traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend à :

- une mise en solution.

-un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir la température ambiante de la solution solide à une température plus élevée.

-un traitement de revenu ultérieur à l'ambiante ou à une température supérieure pour le durcissement de l'alliage [31].

**Références :**

- [1] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenant différents teneurs des éléments d'additions. Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014).
- [2] S. Vyazovkin, D. Dollimore, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 (1996) 42-55.
- [3] R. Guemini, Thèse d'Etat, Université de Constantine (2002).
- [4] The Aluminum Association, 1525 Wilson Boulevard, Arlington, VA 2220 [www.aluminium.org](http://www.aluminium.org) . Revised: April 2006.
- [5] F. Dalel : Etude du durcissement structural de l'alliage Al-4.6%Cu-1%Mg-0.7%Si (mass). Université de Costantine, (2012) 14.
- [6] <https://www.saf-eloxal.de/produkt-vier.html>.
- [7] <https://www.montremoicoment.com/scolaire/comment-apprendre-le-tableau-periodique-des-elements.html>.
- [8] A. Lallali, Y. Assous, « Elaboration et caractérisation de l'alliage Al-Si-Cu effet de cuivre sur le durcissement par vieillissement », mémoire de master, Université Annaba, 2019.
- [9] A. Cochard : Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du Breguet 765 n°504 64-PH : Approche historique et sciences des matériaux. Thèse de doctorat, université de Toulouse, Toulouse. (2016).
- [10] F. Z. Lemmadi : Caractérisations des alliages à base d'aluminium et étude de l'effet des traitements thermiques sur la microstructure et la taille des grains. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, (2014).
- [11] A. Fleury : Conception en fatigue de joints soudés par friction malaxages dans les tabliers de pont en aluminium. Université de Québec, Chitoumi, (2020).
- [12] <https://fineartamerica.com/featured/charles-martin-hall-chemical-heritage-foundation.htmlproduct =art-print>
- [13] <https://aluminium-foil-liam-saflus.weebly.com/who-discovered-aluminium-foil.html>
- [14] G. Hartman: L'aluminium historique. Fichier pdf.  
[www.hydroretro.net/etudegh/aluminium-historique.pdf](http://www.hydroretro.net/etudegh/aluminium-historique.pdf) (2014).

- [15] R. S. Rana, Rajesh Purohit, and S Das, Reviews on the influences of alloying elements in Microstructure and mechanical Properties of aluminum alloys and aluminum alloy composites, International Journal of Scientific and Research Publications, Volume 2, Issue 6, June 2012.
- [16] <http://hmf.enseeiht.fr/travaux/bei/beiere/content/la-bauxite>.
- [17] Classification des alliages d'aluminium. Métallerie 49- spécial soudage- avril 2003.
- [18] C. Vargel : Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, Edition Dunod Technique. Paris, 1979.
- [19] W.F. Miao, D. E. Laughlin, Met. Master. Trans, 31(A) (2000) 361-371.
- [20] M. Sara : Etude des réactions des transformations de phase dans les alliages d'aluminium sous forme des tôles. Mémoire de magister. Université de Constantine 2007.
- [21] M. Colombie et all, matériaux métallique, Fabrication de l'aluminium et de ses alliages, page (343-376).
- [22] JEAN BARRALISS GERARD MEADER Précis- métallurgie : élaboration, structure, propriété, normalisation, AFNOR NATHAN, Paris 2001.
- [23] J. Lanthony, L'aluminium et les alliages légers. Ed. Presses Universitaires de France, Paris (1984) 55.
- [24] M. Ratiba. Mémoire magister en chimie appliquée. Université de Skikda 2008.
- [25] M. Bayarassou : Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (ASG) tréfilés à L'ENICAB. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider, Biskra, (2018).
- [26] B. Barlas Thèse doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (2004).
- [27] L. F. Mondolfo, Aluminum Alloys, Structures and Properties, Butterworth, 1<sup>st</sup> edition, London. (1976).
- [28] R. Devalay propriétés de l'aluminium et des alliages corroyés alliages de la série (2000).
- [29] J. Baralis. G. Maeder : Précis métallurgie, Nathan, paris, 1997.
- [30] R. Devalay : Traitement thermique des alliages d'aluminium, Techniques de l'ingénieur, Traité Matériaux métalliques, MI290, 2001.

- [31] B. Dubost. P. Sainfort, « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Dossier Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, p.2, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.



# **Chapitre II**

## **Précipitation des phases dans l'alliage Al-Cu**

## II. Précipitation des phases dans l'alliage Al-Cu :

### II.1. Introduction :

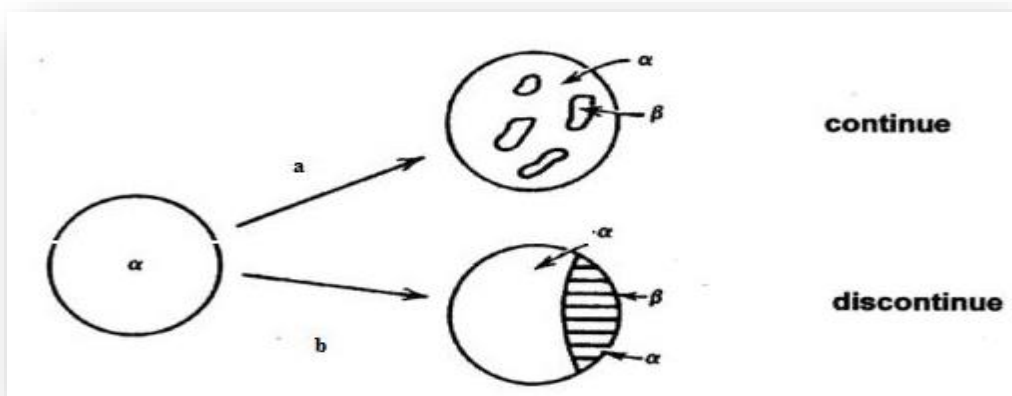
La précipitation d'une solution solide sursaturée est un traitement physicochimique dont la cinétique est précisée par différents facteurs. En particulier l'existence des erreurs du réseau et leur distribution dans l'alliage, et le type de conversion (précipitation continue et précipitation discontinue). L'intérêt associé à l'étude des réactions de précipitation est dû principalement aux changements des propriétés mécaniques des solutions solides à partir desquelles ils se produisent. Ces modifications consistent généralement à augmenter les limites d'élasticité et à changer la rupture et la dureté. L'évolution de ces grandeurs dépend de la température et de l'état structural du matériau.

### II.2. Définition de la précipitation :

La précipitation est un processus qui correspond à une transformation à l'état solide. Elle est caractérisée par une germination et une croissance d'une ou de plusieurs phases. Elle consiste en général en une décomposition de la solution solide sursaturée soit la matrice mère en deux nouvelles phases : la matrice appauvrie et la phase précipitée [1].

### II.3. Les types de précipitation :

On distingue en général deux types de précipitation :



**Figure II. 1 :** Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation [2].

### II.3.1. La précipitation continue :

Au cours de laquelle la solution solide sursaturée commence à s'appauvrir de façon aléatoire continue et théoriquement homogène dans toute la matrice.

La précipitation continue apparaît parfois principalement dans les joints de grains et les niveaux de glissement, on parle alors de précipitations localisées ou hétérogènes [3].

### II.3.2. La précipitation discontinue :

La précipitation discontinue est connue sous le nom « le phénomène énigme », car il s'agit d'une réaction inconnue. La précipitation est dite discontinue lorsqu'il y a apparition de deux régions :

- une où la transformation est complète.
- et l'autre où la solution solide est encore sursaturée.

La transformation commence généralement aux joints de grains par le développement des cellules. Au cours de cette précipitation, le paramètre de maille change par intermittence avec deux valeurs différentes [3].

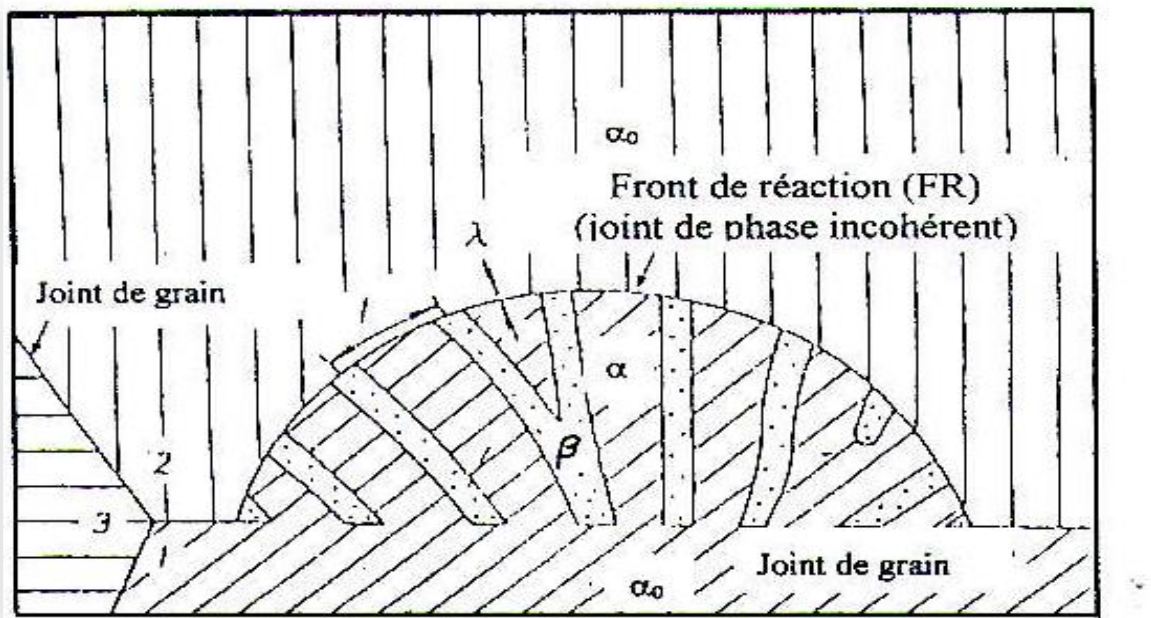


Figure II. 2 : Schéma de la précipitation discontinue [4].

#### II.4. Types de précipitation discontinue :

Les propriétés physiques, en particulier les propriétés mécaniques des alliages dépendent de la nature et de la forme des précipités ainsi que de son état de dispersion. Les principaux du type de la précipitation discontinue sont les suivants :

##### II.4.1. Précipitation sur les défauts de réseaux (dislocations) :

Les dislocations sont introduites dans l'alliage lorsque l'alliage trempé par revenu subit un traitement mécanique. La présence de perturbations dans les réseaux favorise la précipitation ainsi que le processus de germination et de croissance du précipité.

Les précipitations qui se produisent lors du laminage contrôlé peuvent conduire à une précipitation abondante et fine de l'ébullition, favorable à l'amélioration de la résistance mécanique [5].

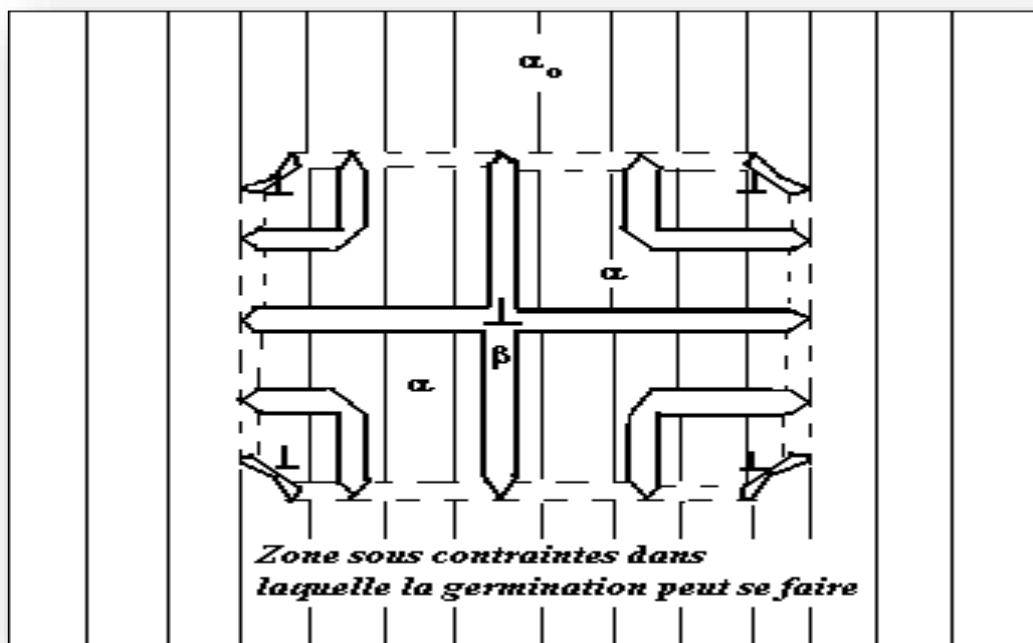


Figure II. 3: Représentation schématique d'une réaction de sur les dislocations [6].

##### II.4.2. Précipitation sur les joints intra-cristallins :

Les joints intra-cristallins forment souvent des lieux caractéristiques de formation de précipités. Le précipité apparaît souvent le long des joints de grains. Plus tard le précipité apparaît au sein des cristaux de la matrice de sorte qu'il est généralement plus massif au moment particulier du traitement de trempe [5].

### II.4.3. Précipitation aux joints d'interphases :

Il s'agit d'un mécanisme de précipitation qui se produit aux joints d'interphases. Les joints d'interphases représentent des sites favorables à la germination particulière d'une nouvelle phase à basse température.

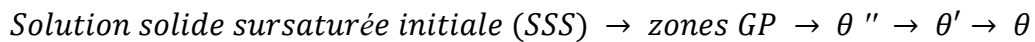
La précipitation discontinue est similaire à celle qui se produit au joint de grain [5].

### II.4.4. Précipitation inter faciale :

La réaction dans ce type de précipitation se produit grâce au transport de matrice par diffusion inter faciale le long du front de réaction qui est un joint de grain fort confusion [5].

### II.5. La précipitation dans les alliages du système Al-Cu :

Plusieurs études ont été menées à l'aide de différentes méthodes expérimentales sur le système binaire  $Al - Cu$ . Des précipitations, caractérisées par le passage progressif d'une série d'états intermédiaires métastables entre l'état initial et l'état final, sont mises en évidence :



Les taux de précipitations ainsi que la morphologie de chacun d'eux sont différents. Les étapes pouvant être introduites varient selon le mode de refroidissement de l'alliage. Dans le cas d'un refroidissement rapide, les précipités de phase  $\theta$  sont fins et très proches les uns des autres. Ils sont grossiers et largement espacés dans le cas d'un refroidissement lent. Ainsi, les microstructures obtenues à température ambiante dans l'alliage  $Al-4\% \text{ pds } Cu$  par refroidissement rapide, refroidissement lent à partir de  $550^\circ C$ .

Dans le cas d'un refroidissement dépendant, du taux de germination et de l'enthalpie libre de faibles précipitations. Pour assurer le rapport d'équilibre en  $\theta$ , les rares germes doivent croître en de gros précipités très distants les uns des autres. Les dislocations n'ont pas ces dépôts sont difficiles à précipiter et les alliages ainsi obtenus ont de faibles propriétés mécaniques. D'autre part, on refroidit l'alliage rapidement, la structure obtenue est beaucoup plus fine. En raison du nombre élevé de germes et l'énergie motrice. Quoique petits Les précipités sont très rapprochés [6].

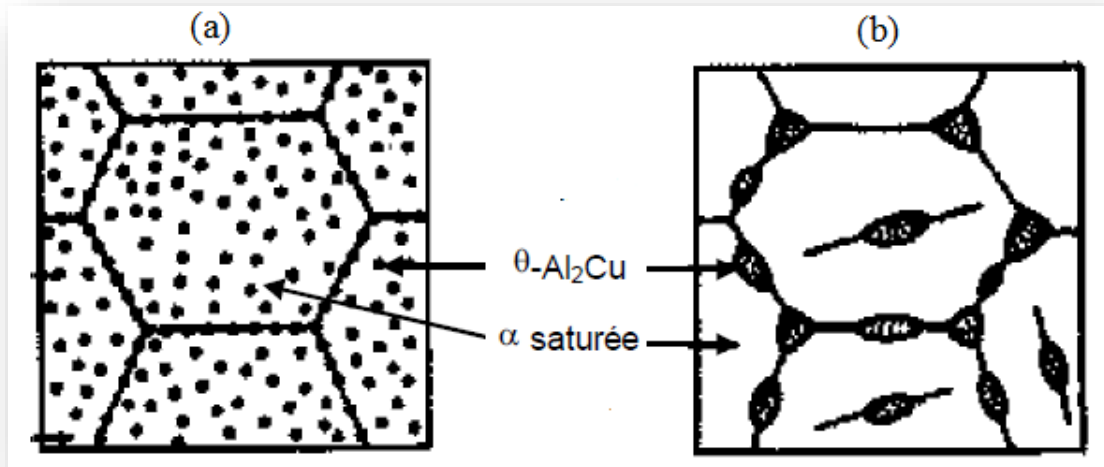


Figure II. 4: Microstructure d'un alliage Al- 4% pds Cu obtenue par (a) refroidissement rapide, (b) refroidissement lent [7].

#### a) Les zones G.P (Guinier-Preston) :

Les zones de Guinier-Preston (G.P) se développent sous forme de disques plats, les côtés de ces disques (épaisseur environ 1nm) sont parfaitement cohérents avec la matrice et présentent une forte déformation, les faces des disques (diamètre environ 10 nm) sont également cohérentes [8].

Les zones G.P sont formées de disques, d'atomes de Cu, plans et parallèles aux plans [100] de la matrice, notés [100] Al [9].

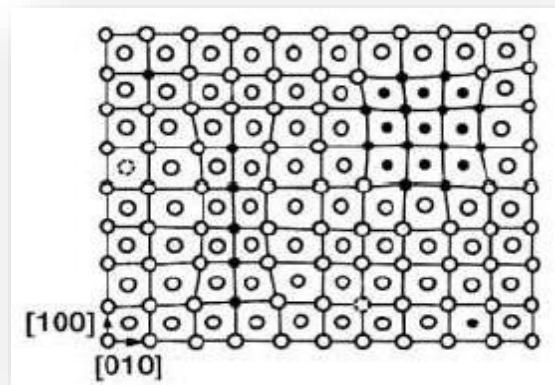
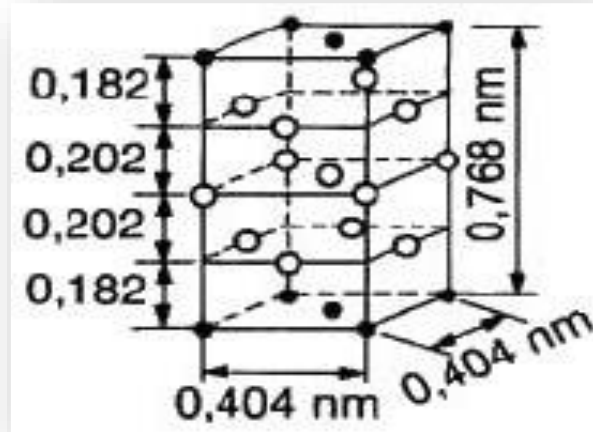


Figure II. 5 : Zone de Grenier-Preston [10].

**b) La phase  $\theta''$  :**

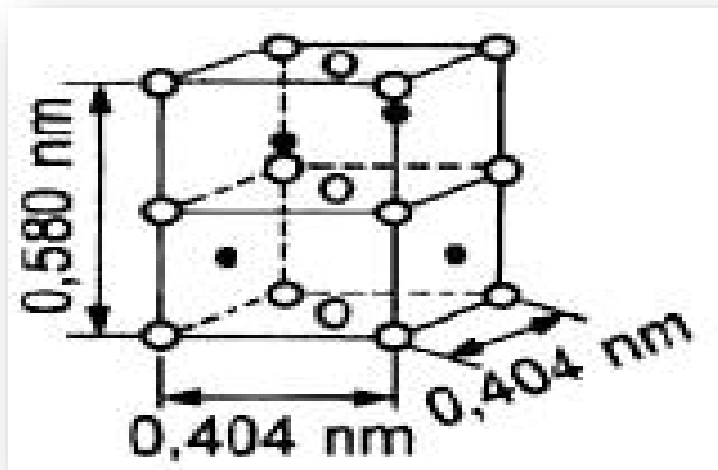
La phase  $\theta''$ , précipite sous forme de plaquettes parallèles aux plans [100] de la matrice, soit par précipitation homogène en présence des zones G.P, soit par précipitation hétérogène sur les zones G.P. Elle se présente sous la forme de plans riches en Cu [9].



*Figure II.6 : Structure cristalline de La phase  $\theta''$  [10].*

**c) La phase  $\theta'$  :**

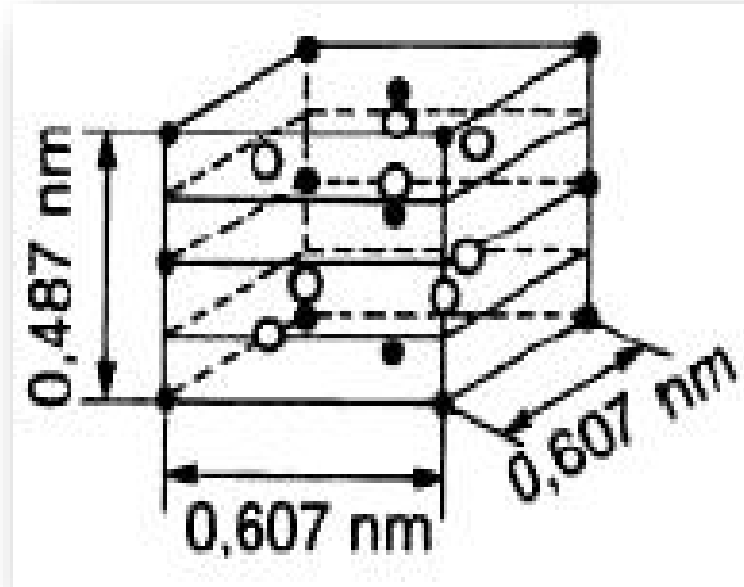
La phase  $\theta'$  se présente sous forme de plaquettes dont les grandes faces sont cohérentes et parallèles aux plans [100] de la matrice, cette phase a une structure quadratique [9].



*Figure II.7 : Structure cristalline de la phase  $\theta'$  [10].*

**d) La phase  $\theta$  :**

La phase d'équilibre  $\theta$  qui germe aux joints de grain, et aux interfaces  $\theta'$  (matrice). Les précipités  $\theta'$  se dissolvent et le cuivre est transféré vers la phase  $\theta$ . La phase d'équilibre est totalement incohérente avec la matrice. Ces précipités se croisent sous forme de globules [8].



*Figure II.8 : structure cristalline de la phase  $\theta$  [10].*

**II.6. Mécanisme de précipitation :**

La décomposition d'une solution solide sursaturée est un processus physico-chimique dont les cinétiques sont déterminées par physique facteur, elle peut être décrite par la succession de trois étapes : germination, croissance et coalescence.

**II.6.1. La germination :**

La germination, première étape de la précipitation, suppose de la formation de germes stables, riches en soluté (de composition complètement différente de celle de la solution solide) et dotés d'une interface définie avec la matrice. La germination semble être aléatoire et due aux fluctuations naturelles de la concentration de la phase mère [11].



On distingue deux types de germination :

### **Germination homogène :**

La transformation homogène se caractérise par le passage graduel de l'alliage à travers celle-ci une série d'états intermédiaires entre l'état initial et l'état final. La germination homogène apparaît de manière aléatoire dans tout l'alliage [11].

### **Germination hétérogène :**

Une transformation hétérogène signifie qu'il y a deux régions distinctes de celle-ci l'une change et l'autre non. En fait, la germination se produit de préférence sur les hétérogénéités de la phase mère qui réduit l'enthalpie libre, pour former un germe, en réduisant soit l'énergie superficielle, soit l'énergie de déformation et soit les deux. Les hétérogénéités peuvent être des dislocations, d'impuretés ou des joints de grains [11].

### **II.6.2. La croissance :**

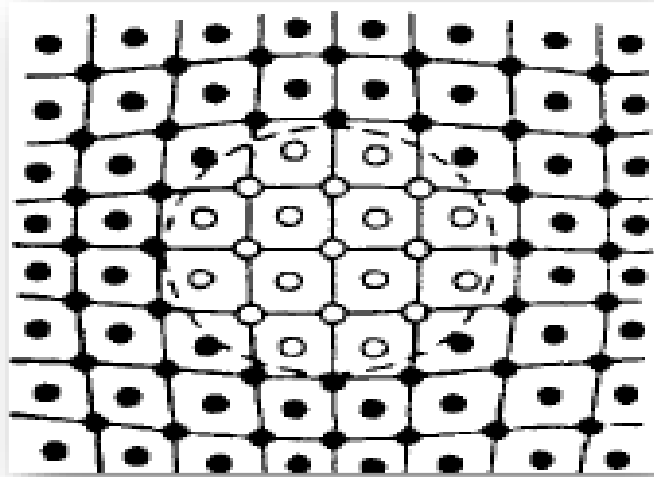
La croissance ultérieure des germes et des précipités est soumise à la diffusion des atomes dissous vers les germes, qui sont thermiquement activés.

Le traitement de revenu provoque, en premier temps en drainant le soluté selon un processus régi, soit par transfert du soluté à l'interface entre la matrice et le précipité, soit par diffusion du soluté dans la matrice, soit par un mode de contrôle mixte. Ceci est suivi par la présence d'un gradient de concentration de soluté de matrice à partir de l'interface entre la matrice et le précipité [11,12].

Les interfaces existantes entre la matrice et le précipité ont été classées en trois types

#### **. Interface cohérente :**

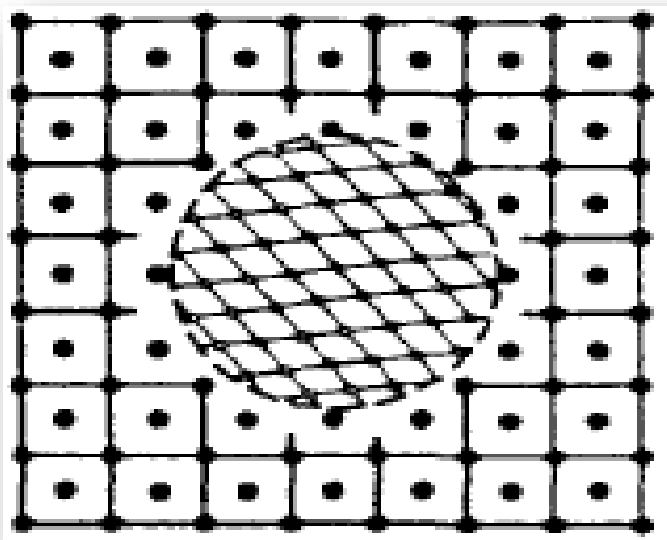
L'interface entre deux cristaux est complètement cohérente lorsque le plan des atomes qui composent l'interface est commun aux deux phases. La précipitation étant contrôlée par un processus de diffusion consiste essentiellement en un simple échange d'atomes, les premières séparations d'atomes de soluté doivent être parfaitement cohérentes avec la matrice [11].



*Figure II.9 : Représentation schématique du précipité ; cohérente avec la matrice [13].*

**Interface semi-cohérente :**

Lorsque le germe atteint une dimension critique au-delà de laquelle l'énergie de déformation devient supérieur à l'énergie interfaciale, un réseau de dislocations s'introduit progressivement et provoque ainsi une perte de continuité du réseau à certains endroits de l'interface qui devient à son tour semi-cohérente [11].



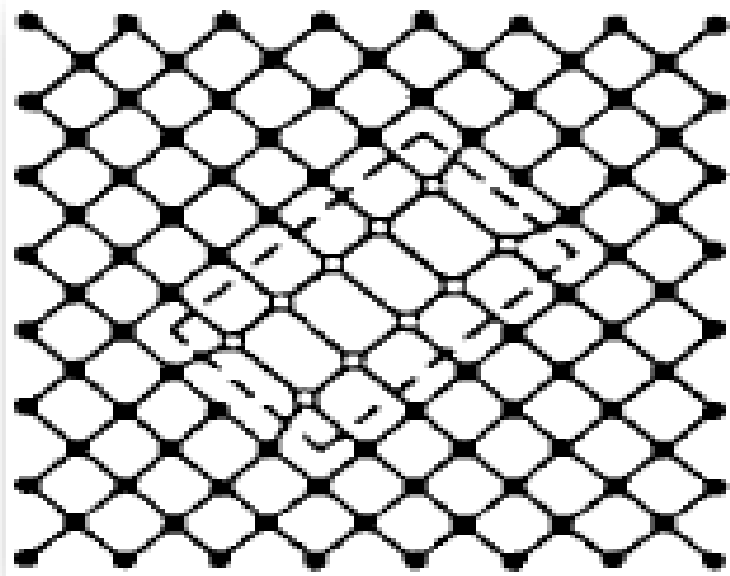
*Figure II.10 : Représentation schématique du précipité :*

*Semi-cohérent avec la matrice [13].*

**Interface incohérente :**

Lors d'une croissance précipitée, des dislocations appelées dislocations d'accommodation continuent à s'introduire progressivement jusqu'à la perte totale de la continuité du réseau au niveau de l'interface.

Il y a donc un changement brusque d'une structure à une autre au niveau de cette interface [11].



*Figure II.11: Représentation schématique du précipité : incohérent avec la matrice [13].*

**II.6.3. La coalescence :**

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée et maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules augmente. Au cours de cette fusion, les particules plus grosses croissent aux dépens des particules plus petites car le système a tendance à réduire son énergie libre globale en réduisant la surface globale des interfaces.

La coalescence des précipités se produit lorsque la concentration d'atomes de soluté est supérieure près des particules plus grosses. Cette différence de concentration provoque la diffusion des atomes dissous de la surface de séparation des particules fines vers la surface de séparation des grandes particules [14].

### II.7. Détermination de l'énergie d'activation :

Pour analyser la réaction activée thermiquement, en utilisant l'approche décrite par les équations d'Arrhenius. On devrait obtenir le triplet cinétique ;  $E, K_0$  et la fonction  $f(\alpha)$ .

En fait, généralement  $f(\alpha)$  est inconnue au début de l'analyse, et le facteur pré-exponentiel,  $K_0$  peut être modifié de manière relativement simple, mais après que les deux autres éléments du triplet soient déterminés.

En général, l'analyse peut commencer après avoir obtenu la valeur de l'énergie d'activation  $E_a$  pour la réaction. La combinaison de la valeur de  $E_a$  est une courbe de transformation simple qui fournit essentiellement une solution de la détermination du triplet cinétique. Ainsi déterminée, la cinétique de l'interaction dans le cadre simplifié est fournie par les équations d'Arrhenius. Il deviendra clair que la détermination de l'énergie d'activation est l'étape cruciale de l'analyse.

L'analyse de l'énergie d'activation n'est pas seulement la première étape qui consiste à déterminer les paramètres cinétiques, mais elle effectue également un meilleur arrangement des mécanismes de réaction activés thermiquement. Sur expériences de chauffage linéaire, les énergies d'activation des réactions peuvent être dérivées d'un ensemble d'expériences menées à différentes vitesses de chauffage.

Un grand nombre de méthodes, qui sont relativement simples à l'application et donne une bonne exactitude, ont été proposées, d'où l'importance de leur présence qui permettrait de déterminer l'énergie d'activation dans le cas des alliages à base d'aluminium [15].

#### -Le traitement isotherme :

La base théorique pour l'interprétation des résultats DSC est fournie par la théorie de Johnson-Mehl-Avrami (JMA), qui définit l'évolution d'une partie de la cristallisation  $x$  en fonction du temps  $t$ , pendant le déphasage sous une condition isotherme :

$$X = 1 - \exp [-(K T)^n]$$

X : est la fraction de volume cristallisé après l'instant  $t$ .

N : Coefficient de JMAK.

T : temps de maintien isotherme (en secondes)

K : Constante de vitesse dépendant essentiellement de la température, est généralement exprimée par l'équation d'Arrhenius :  $K = K_0 \exp (-E/RT)$

E : l'énergie d'activation.

R : la constante des gaz parfaits

T : l'isotherme la température en Kelvin.

$K_0$  : le facteur de fréquence.

### **Le traitement non-isotherme :**

La détermination des paramètres cinétiques et principalement de l'énergie d'activation s'appuie sur différentes méthodes, dont celles de *Kissinger*, d'*Ozawa*, de *Boswell* et de *Starink* que nous avons utilisées car elles permettent d'effectuer le calcul des paramètres cinétiques.

### **Méthode de Kissinger :**

Cette méthode repose sur l'hypothèse selon laquelle, au cours de la montée en température, la réaction passe par un maximum avant de décroître, grâce à la relation suivante [16] :

$$\ln (\varphi / T_p^2) = (-E_a / R T_p) + C$$

### **Méthode d'Ozawa :**

La méthode d'Ozawa est très répandue. Elle est basée sur l'évolution de la température  $T_p$  du pic exothermique et/ou endothermique en fonction de la vitesse de chauffage. C'est défini par la relation suivante [17, 18] :

$$\ln (\varphi) = -1,0516 (E_a / R T_p) + C$$

### **Méthode de Boswell :**

La méthode de Boswell est basée sur l'évolution de la température  $T_p$  du pic exothermique et ou endothermique en fonction de la vitesse de chauffage. La méthode est définie par la relation suivante [19] :

$$\ln (\varphi / T_p) = (-E_a / R T_p) + C$$

### **Méthode de Starink :**

La méthode de Starink est basée sur l'évolution de la température  $T_p$  en fonction de la vitesse de chauffage [19]. Starink a constaté que si la valeur de  $A= 1.0008$  et  $s= 1.92$ , alors une approximation très exacte est donnée par l'équation :

$$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p^{1.92}} \right) = -1.0008 (-E_a / R T_p) + C$$

La représentation graphique de  $1/T_p$  donne une ligne droite dont la pente dépend de  $E_a$ .

C : constante dépendent de l'étape de la réaction suivant le modèle cinétique.

$\varphi$ : vitesse de chauffage.

$T_p$ : température maximum des pics.

R : constante des gaz parfaits ( $R= 8.31 \text{ J. mol}^{-1}$ ).

**Références :**

- [1] W. Kurz, J.P. Mercier et Zambelie, Introduction à la Science des Matériaux, presses polytechnique et universitaire romandes (1995).
- [2] W Kurz, J.P. Mercier, G. Zambili, 2<sup>ème</sup> édition, presse polytechnique et universitaires Romandes, Suisse Lausanne, (1995).
- [3] M. Hillet, Acta Metall, 9, (1961) 525-530
- [4] M. P. Puls and J. S. Kirkaldy, Met. Trans. 3, p.2777, (1972).
- [5] D. B. Williams and J. W. Edington, Acta. Met. 24, p.323, (1976).
- [6] L. N. Larikov, O. A. Shmatko, Cellular precipitation in supersaturated solid solutions, Nauk. Dumka, Kiev (1976).
- [7] M. F. Ashby, D. R. H. Jones, Matériaux Tome 2. Microstructure et mise en œuvre, Éditeur Dunod (1991).
- [8] A. Assia. Thèse de Magister, Université de Constantine (2007).
- [9] R. Develay, « Traitement thermique des alliages d'aluminium » Technique de l'Ingénieur, fiche M240
- [10] S. P. Ringer, K. Hono, I. J. Polmear, T. Sakurai, Acta Mater, vol.44, p. 1883, (1996).
- [11] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenant différents teneurs des éléments d'additions. Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014).
- [12] S. C. Wang, M. J. Starink, N. Gao, Scripta Mater, vol. 54, p. 287-291, (2006).
- [13] V. GEROLD, H. Haberkom, Physica Status Solidi, vol. 16, p. 675, (1966).
- [14] S. P. Ringer, S. K. Caralrer, I. J. Polmear, Scripta Mater, vol. 39, p. 1559, (1998).
- [15] A. Perovic, D. D. Perovic, G. C. Weatherly, D. J. Lloyd, Scripta Mater., 41(7) (1999) 703-708.
- [16] H. E. Kissinger; Anal. Chem, 29 (1957) 1702-1706.
- [17] T. Ozawa; J. Therm. Anal., 2 (1970) 301-324
- [18] H. Flynn, L.A. Wall; J. Polym. Sci., 4 (1966) 323-328.
- [19] P.G. Boswell; J. Thermal Anal., 18 (1980) 353-358

**Chapitre III**

**Matériau étudié**

**et Techniques**

**expérimentales**

**exploitées**



### III. Matériaux étudié et techniques expérimentales exploitées :

#### III.1. Introduction :

Le matériau utilisé dans notre étude est une tôle d'alliage à base d'aluminium de la série 2xxx (Al-Cu), sa composition chimique est indiquée dans le *tableau III.1*.

Dans ce chapitre nous présentons différentes techniques expérimentales utilisées pour identifier les caractéristiques mécaniques de notre alliage. La Microscopie Optique (MO) et la Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).

Notre travail expérimental a été effectué au Laboratoire de Mécanique Appliquée des Nouveaux Matériaux d'Analyse (LMANM) de l'université 8 Mai 1954, Guelma.

**Tableau III.1 :** Compositions chimiques de l'alliage étudié en % massique.

Elément	Al	Cu	Mn	Zn	Cr	Autres
% massique	<b>95.1</b>	<b>3.99</b>	<b>0.13</b>	<b>0.08</b>	<b>0.04</b>	<b>0.66</b>

#### III.2. Traitements thermiques appliqués :

Nous avons appliqué une série de traitements thermiques pour étudier leur effet sur les propriétés mécaniques de notre l'alliage. Nous avons utilisé un four de type Nabertherm pour effectuer les traitements thermiques suivants :

1- Un traitement d'homogénéisation à la température 550°C pendant 10 min, suivi d'une trempe à l'eau.

2- Un traitement d'homogénéisation pendant 10 min à 550°C, une trempe à l'eau, suivi d'un vieillissement artificiel à la température 350°C pendant 1 min.

#### III.3. Préparation des échantillons pour l'étude micrographique :

Pour l'étude micrographique et les observations optiques, les échantillons ont subi un polissage mécanique puis une attaque chimique par le réactif de Keller.

La composition chimique du réactif de Keller est la suivante :

Eau distillée ( $H_2O$ )	78 ml
Acide fluorhydrique ( $HF$ )	05 ml
Acide nitrique ( $HNO_3$ )	17 ml
Acide chlorhydrique ( $HCl$ )	06 ml



**Figure III.1 :** Polisseuse mécanique de type MECAPOL 3B.

La polisseuse à disque ou plateau de marque MECAPOL : il y a deux disques de 250 mm de diamètre de même puissance 180 W.

- ✓ Avant de mettre sous tension la polisseuse s'assurer que le ou les papiers abrasifs sont en places et bien serrés par les cerceaux.
- ✓ Mettre sous tension.
- ✓ Ouvrir les robinets d'eau.
- ✓ Augmenter ou diminuer les vitesses des rotations des plateaux.
- ✓ Mettre à chaque fois quelques gouttes d'une solution.
- ✓ Une fois terminer, nettoyer la machine.

#### **III.4. Méthodes et techniques expérimentales :**

##### **III.4.1. Microscopie optique (MO) :**

Nous avons utilisé un microscope optique pour observer le précipité, la forme et la taille de grains. Cette technique est la plus courante pour la détermination quantitative de la taille de grains.

Dans notre étude nous avons utilisés un microscope optique à grand champ ZEISS équipé d'un appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images MoticImages V2.0.



*Figure III.2 : Microscope optique de type ZEISS.*

#### **III.4.2. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :**

La calorimétrie différentielle est une technique utilisée pour étudier les transitions thermiques d'une substance et déterminer la séquence de précipitation dans les alliages. Les transitions thermiques sont les changements qui se produisent dans une substance lorsqu'elle est chauffée.

Dans notre travail, nous avons utilisé une calorimétrie différentielle à balayage DSC de type **METTLER TOLEDO DSC** sous contrôle du programme de traitement **CALISTO** pour chauffer des échantillons contenant des masses de 18 mg, ces échantillons ont été expérimentés dans l'intervalle de la température [30°C, 550°C]. La vitesse de chauffage utilisée est 10°C/min sous atmosphère d'azote liquide. Les échantillons ont été placés dans un creuset en aluminium.

La DSC est la méthode idéale pour la quantification calorifique, l'étude des processus thermodynamiques et caractérisation ou la comparaison des matériaux. La préparation des échantillons est facile et ne nécessite que de petites quantités de matériel. Cette technologie est idéale dans les domaines du contrôle qualité, de la recherche et du développement de matériaux.

La DSC est très utilisée dans plusieurs domaines notamment l'industrie à cause de l'applicabilité dans la pureté d'échantillons.

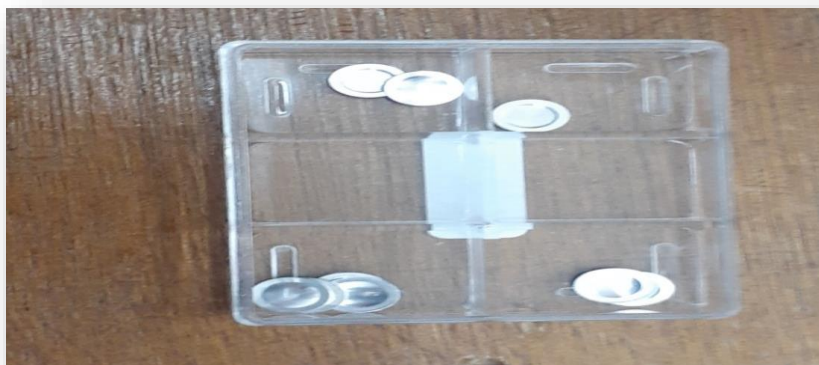
Caractéristique de METTLER TOLEDO :

- détection des effets thermiques les plus faibles et les plus élevés.
- fonctionnement en continu efficace et faible.
- mesure de routine simple et rapide.
- gain de temps et résultats de mesure précis et exacts.

**Conception de la DSC :** les différents flux de chaleur résultent des quantités de chaleur absorbées et libérées par l'échantillon en raison d'effets thermiques tels que la fusion, la cristallisation, les réactions chimiques et l'évaporation.



*Figure III.3 : Machine de DSC model METTLER TOLEDO DSC.*



*Figure III.4 : Creuset en Aluminium.*

### **III.4.3. Micro-dureté Vickers :**

La dureté caractérise la résistance d'un matériau qui est déterminée par le pénétrateur qui est appliqué sur la surface du matériau à tester fortement pendant un temps donné.

Si l'empreinte du pénétrateur est petite, donc, le matériau est solide, si l'inverse le matériau est fragile.

Dans notre travail, nous avons utilisé un micro-duromètre de type **ZWICK**, lié à un micro-ordinateur qui permet la mesure automatique de la micro-dureté.

**Chapitre IV**

**Résultats et**

**tentative d'interprétation**

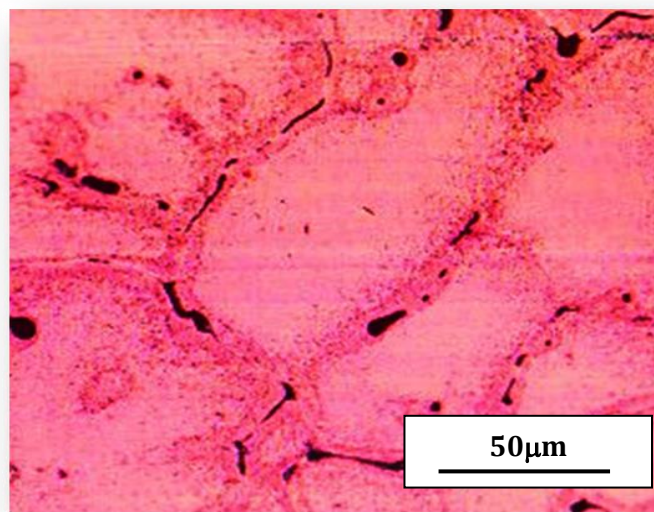
## IV. Résultats et tentative d'interprétation

Dans ce chapitre, nous représentons nos résultats expérimentaux obtenus et les discussions et les interprétations de ces résultats.

### IV.1 Observations de la microstructure :

#### IV.1.1. A l'état brut :

La *figure (IV.1)* représente la microstructure de notre alliage étudié à l'état brut. On observe des grains de différentes tailles, ainsi que des particules réparties d'une façon aléatoire à l'intérieur de ces grains. La taille moyenne des grains observés est d'environ  $80 \mu\text{m}$ .

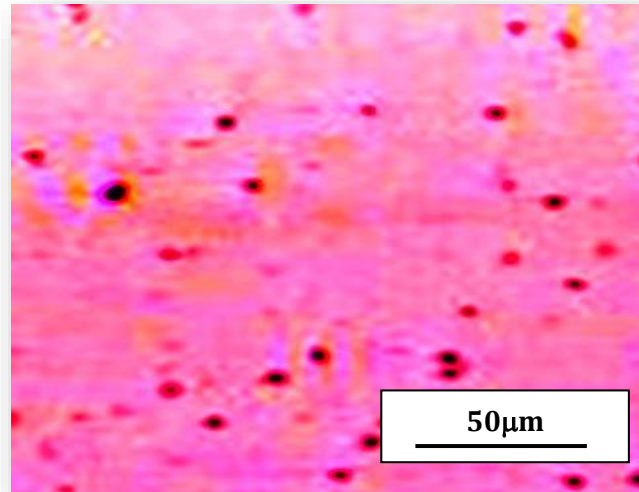


**Figure IV. 4.** *Microstructure optique de l'alliage à l'état brut.*

#### IV.1.2.A l'état homogénéisé

La microstructure obtenue par la microscopie optique de notre alliage étudié homogénéisé à la température  $550^{\circ}\text{C}$  pendant 10 min et trempé à l'eau est illustré sur la *figure (IV.2)*.

On observe l'apparition d'une grande densité des particules plus fines répartie à l'intérieur des grains. En effet le traitement d'homogénéisation libère une partie des éléments d'addition, responsable de la formation des précipités et favorise les sites de germination.



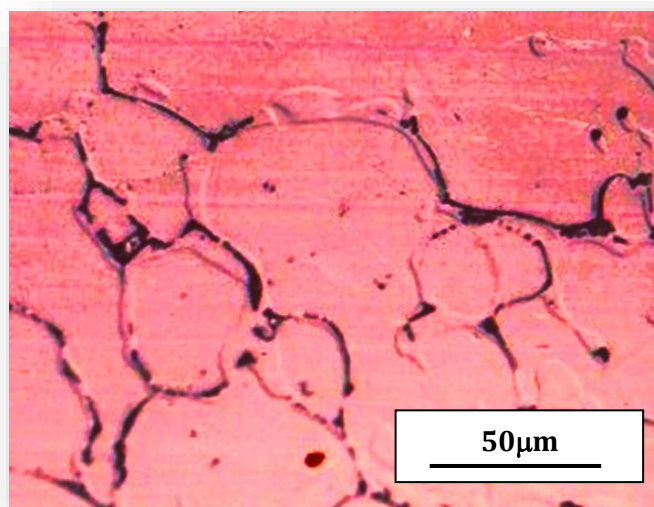
**Figure IV. 5.** *Microstructure de l'alliage étudié à l'état homogénéisé pendant 10 min à 550°C et trempé à l'eau.*

#### **IV.1.3. A l'état de vieillissement 1min à 350 °C**

Après le traitement d'homogénéisation 10 min à 550 °C et la trempe à l'eau, notre alliage est vieilli artificiellement 1 minute à la température 350°C.

La *figure (IV.3)* représente la microstructure de notre alliage étudié vieilli 1 min à 350°C. La taille des grains, dans ce cas, est légèrement diminué par rapport à l'état brut.

On observe aussi l'existence des fines particules réparties surtout aux joints des grains.



**Figure IV. 6.** *Microstructure de l'alliage étudié vieilli 1 min à 350°C.*



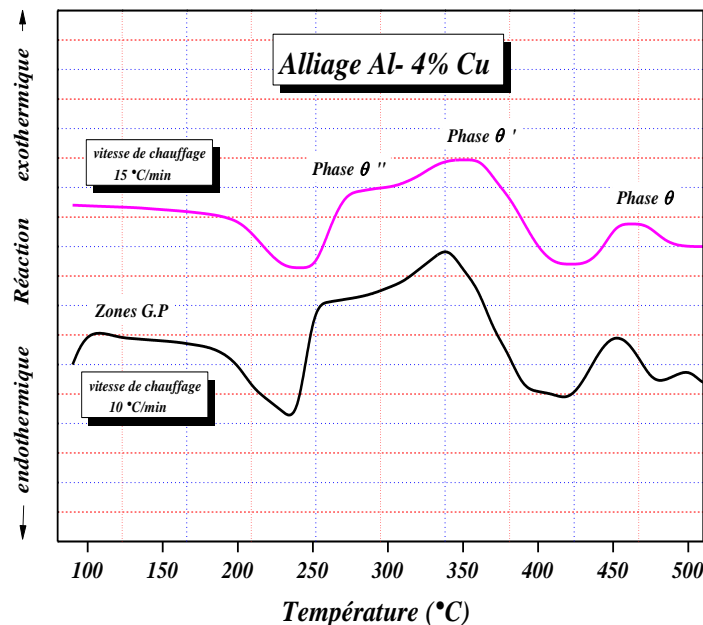
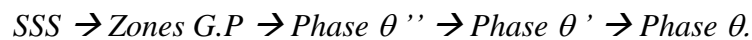
## IV.2 Etude calorimétrique par l'analyse calorimétrique (DSC) :

Pour faire ce travail, on a utilisé le DSC de type **METTLER TOLEDO**. Cette technique nous a permis de voir les réactions exothermiques et endothermiques. Ces réactions correspondent à la formation et à la dissolution des phases précipités, respectivement.

La *figure (IV.4)* représente la courbe de DSC de l'alliage étudié homogénéisé 10 min à 550°C puis trempé à l'eau. Nous avons choisi deux vitesses de chauffage 10°C/min et 15°C/min.

On observe des pics exothermiques et des pics endothermiques. Les pics exothermiques sont, probablement, attribués à la formation : des zones G.P, de la phase  $\theta''$ , de la phase  $\theta'$  et de la phase  $\theta$  respectivement. Les pics endothermiques sont associés à la dissolution des zones et des phases qui sont déjà précipités, respectivement.

On remarque que les pics exothermiques et endothermiques sont décalés vers les hautes températures avec la montée de la vitesse de chauffage. On note aussi, que les courbes de DSC de l'alliage étudié, confirment la séquence de précipitation dans les alliages Al-Cu décrite dans la littérature [1-5] :



**Figure IV.4 :** La courbe de DSC de l'alliage Al-Cu étudié obtenue par deux vitesses de chauffage  $\varphi = 10^\circ\text{C}/\text{min}$  et  $\varphi = 15^\circ\text{C}/\text{min}$ .

### IV.2.1 Détermination de l'énergie d'activation :

Pour réaliser l'alliage Al-Cu, il est nécessaire d'évaluer le paramètre cinétique c'est-à-dire l'énergie d'activation  $E_a$ . On peut citer quatre méthodes pour calculer l'énergie d'activation : *la méthode d'Ozawa, la méthode de Kissinger, la méthode de Boswell et la méthode de Starink.*

#### IV.2.1.1. Méthode d'Ozawa :

Cette méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln(\varphi) = -1,0516 \cdot \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

Pour chaque vitesse de chauffage  $\varphi$ , nous avons déterminé la température maximale  $T_p$  du pic. La variation de  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  est linéaire avec une pente de  $(-1,0516 \cdot \frac{E_a}{R})$ .

Nous avons analysé les pics exothermiques et endothermiques qui sont attribués à la formation et à la dissolution des zones G.P, des phases  $\theta''$ ,  $\theta'$  et  $\theta$ .

Les valeurs de cette méthode de calcul sont rassemblées dans le *tableau (IV.1)* suivant :

**Tableau IV. 1 : Valeurs calculées par la méthode d'Ozawa.**

Dissolution des zones G.P				
$\varphi$ (°C/min)	$\ln(\varphi)$	$T_p$ (°C)	$T_p$ (K)	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ ) (K <sup>-1</sup> )
10	2.3	230	503	1.99
15	2.71	242	515	1.94
Formation de la phase $\theta''$				
$\varphi$ (°C/min)	$\ln(\varphi)$	$T_p$ (°C)	$T_p$ (K)	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ ) (K <sup>-1</sup> )
10	2.3	255	528	1.89
15	2.71	272	545	1.83
Formation de la phase $\theta'$				
$\varphi$ (°C/min)	$\ln(\varphi)$	$T_p$ (°C)	$T_p$ (K)	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ ) (K <sup>-1</sup> )
10	2.3	340	613	1.63

15	2.71	355	628	1.59
<b>Dissolution de la phase <math>\theta'</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$\ln(\varphi)$	$T_p$ (°C)	$T_p$ (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K <sup>-1</sup> )
10	2.3	410	683	1.46
15	2.71	422	695	1.44
<b>Formation de la phase <math>\theta</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$\ln(\varphi)$	$T_p$ (°C)	$T_p$ (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K <sup>-1</sup> )
10	2.3	450	723	1.38
15	2.71	465	738	1.35
<b>Dissolution de la phase <math>\theta</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$\ln(\varphi)$	$T_p$ (°C)	$T_p$ (K)	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$ (K <sup>-1</sup> )
10	2.3	480	753	1.33
15	2.71	495	768	1.30

Les figures (IV.5-10) présentent les droites obtenues par la méthode d'Ozawa qui permet d'obtenir les valeurs d'énergie d'activation des différents processus de transformation.

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le tableau (IV.2).

**Tableau IV. 2 :** Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode d'Ozawa.

Phases	Energie d'activation (kJ/mol)
Dissolution des zones G.P	64.79
Formation de la phase $\theta''$	53.99
Formation de la phase $\theta'$	80.99
Dissolution de la phase $\theta'$	161.99
Formation de la phase $\theta$	108
Dissolution de la phase $\theta$	107.99

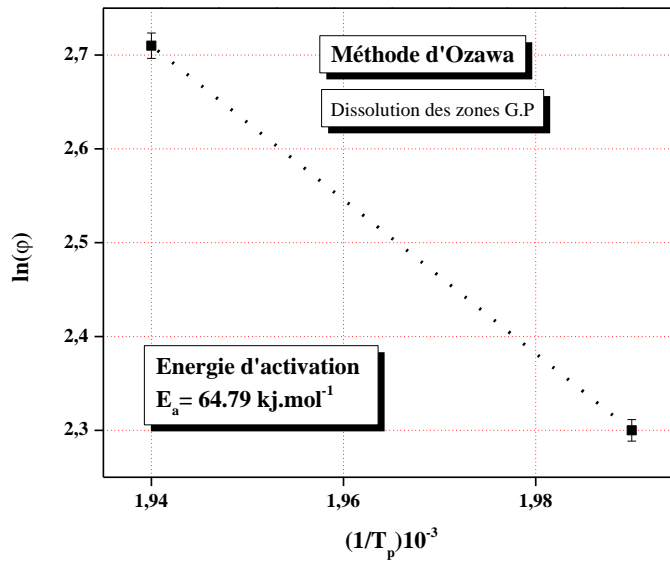


Figure IV.5 : La courbe  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode d'Ozawa.

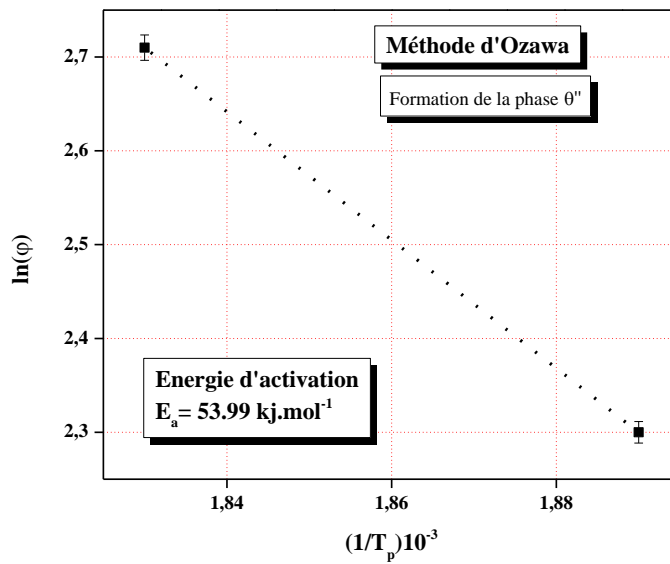


Figure IV.6 : La courbe  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta''$   
par la méthode d'Ozawa.

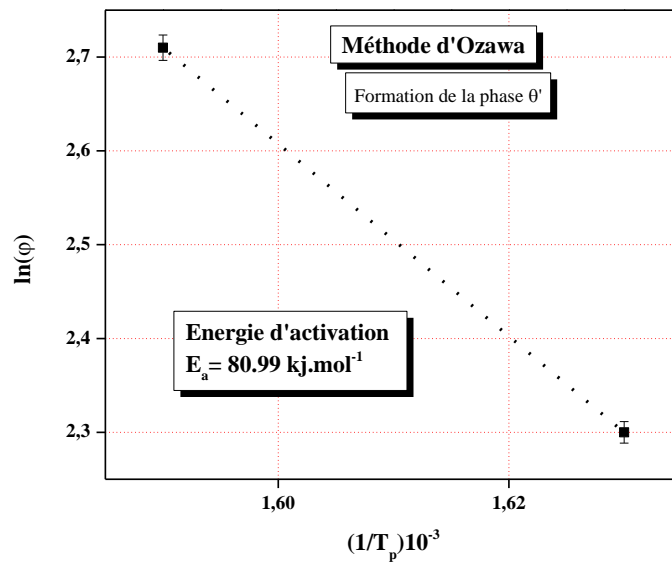


Figure IV.7 : La courbe  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta'$   
par la méthode d'Ozawa.

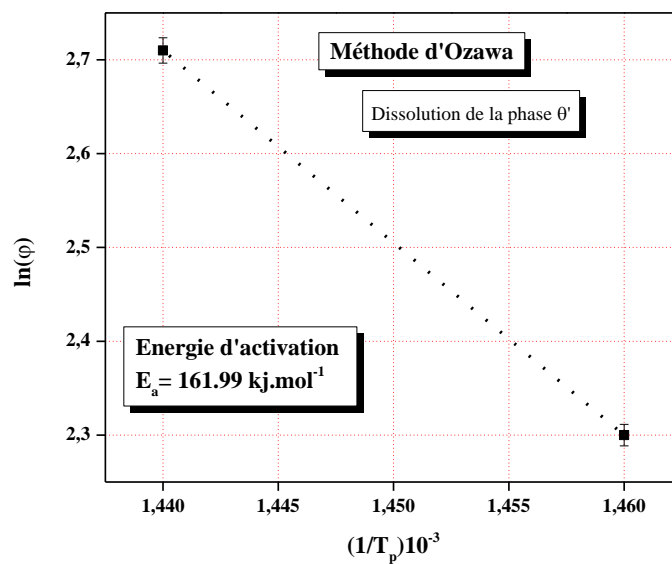
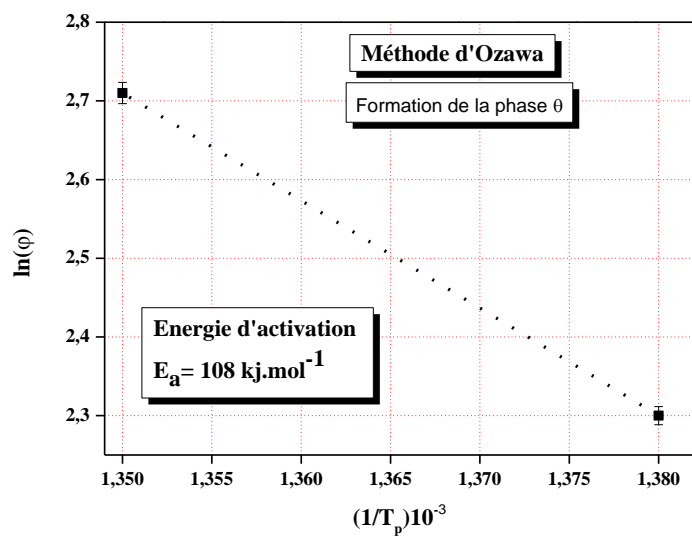


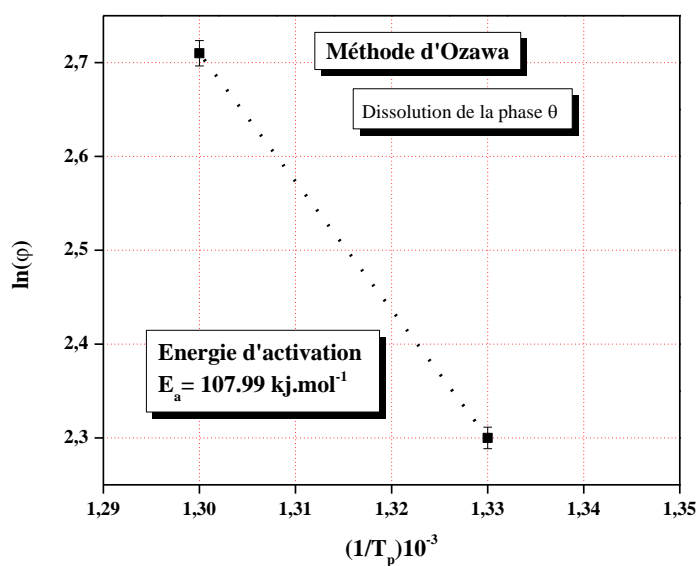
Figure IV.8 : La courbe  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta'$   
par la méthode d'Ozawa.



**Figure IV.9 :** La courbe  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta$   
par la méthode d'Ozawa.



**Figure IV.10 :** La courbe  $\ln(\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta$   
par la méthode d'Ozawa.

## IV.2.1.2. Par la méthode de Kissinger :

La méthode de Kissinger est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right) = \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

La variation de  $\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right)$  en fonction de  $\frac{1}{T_p}$  est linéaire avec une pente de  $\left(\frac{E_a}{R}\right)$ .

Nous avons récapitulé les valeurs de cette méthode dans le *tableau (IV.3)* suivant :

**Tableau IV. 3 :** Valeurs calculées par la méthode de Kissinger.

Dissolution des zones G.P					
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^2$ (K <sup>2</sup> )	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ (10 <sup>-3</sup> )
10	503	253009	25300.9	10.13	1.99
15	515	265225	17681.66	9.78	1.94
Formation de la phase $\theta''$					
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^2$ (K <sup>2</sup> )	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ (10 <sup>-3</sup> )
10	528	278784	27878.4	10.23	1.89
15	545	297025	19801.66	9.89	1.83
Formation de la phase $\theta'$					
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^2$ (K <sup>2</sup> )	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ (10 <sup>-3</sup> )
10	613	375769	37576.9	10.53	1.63
15	628	394384	26292.26	10.17	1.59
Dissolution de la phase $\theta'$					
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^2$ (K <sup>2</sup> )	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ (10 <sup>-3</sup> )
10	683	466489	46648.9	10.75	1.46
15	695	483025	32201.66	10.37	1.44
Formation de la phase $\theta$					
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^2$ (K <sup>2</sup> )	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln\left(\frac{T_p^2}{\varphi}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ (10 <sup>-3</sup> )

10	723	522729	52272.9	10.86	1.38
15	738	544644	36309.6	10.5	1.35
<b>Dissolution de la phase <math>\theta</math></b>					
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^2$ (K <sup>2</sup> )	$\frac{T_p^2}{\varphi}$	$\ln \left( \frac{T_p^2}{\varphi} \right)$	$\frac{1}{T_p}$ (10 <sup>-3</sup> )
10	753	567009	56700.9	10.94	1.33
15	768	589824	39321.6	10.57	1.30

Les droites obtenues par la méthode de Kissinger qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipitées sont présentées sur les *figures (IV.11-16)*.

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le *tableau (IV.4)*.

**Tableau IV. 4 :** *Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Kissinger.*

<b>Phases</b>	<b>Energie d'activation (kJ/mol)</b>
Dissolution des zones G.P	58.17
Formation de la phase $\theta''$	47.09
Formation de la phase $\theta'$	74.79
Dissolution de la phase $\theta'$	157.89
Formation de la phase $\theta$	99.72
Dissolution de la phase $\theta$	102.49



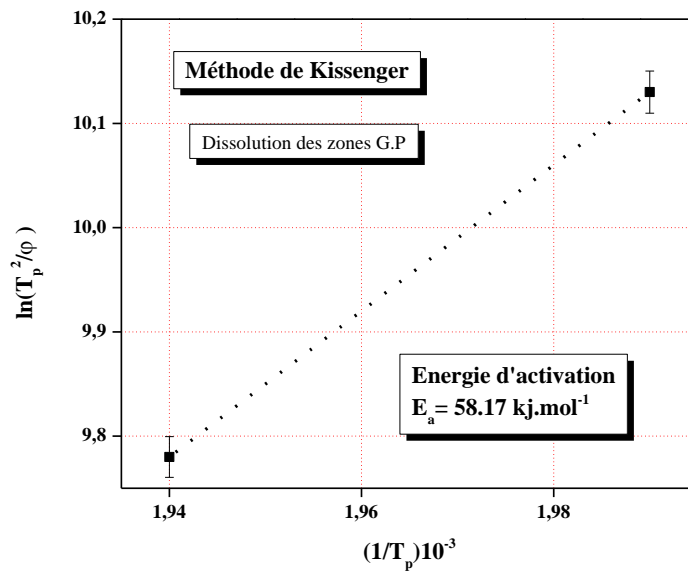


Figure IV.11 : La courbe  $\ln (T_p^2/\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode de Kissinger.

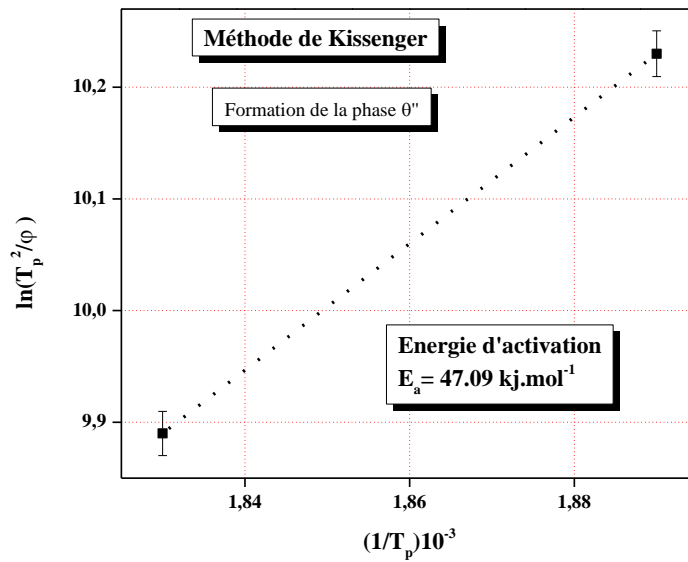
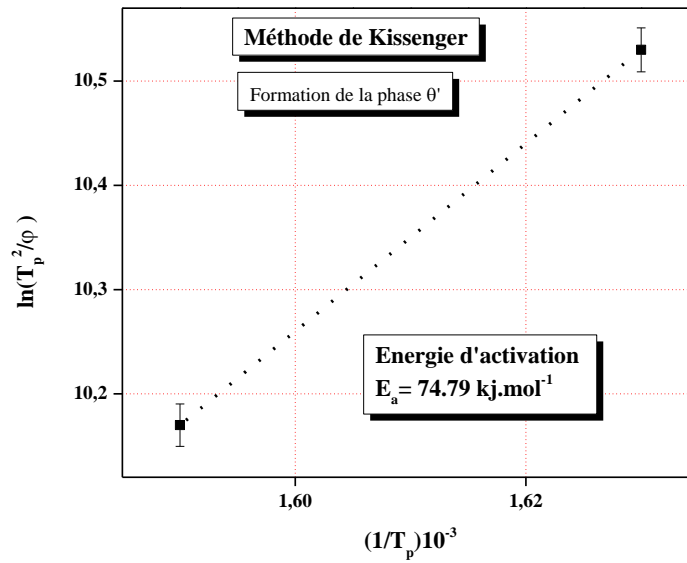


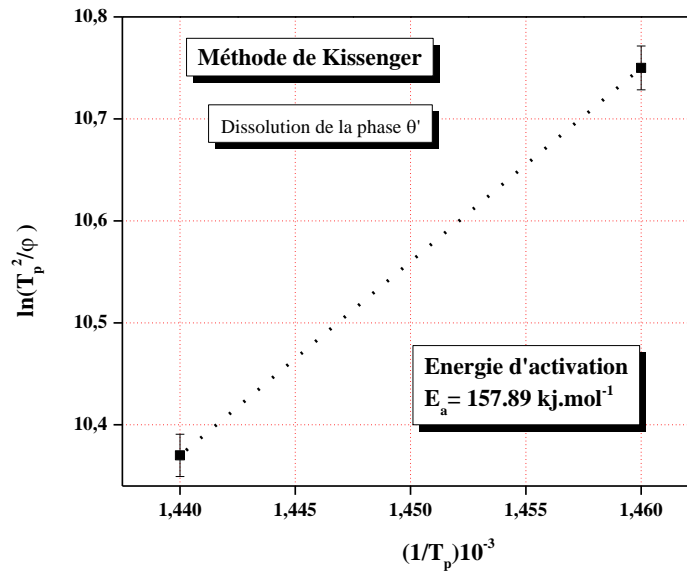
Figure IV.12 : La courbe  $\ln (T_p^2/\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta''$   
par la méthode de Kissinger.



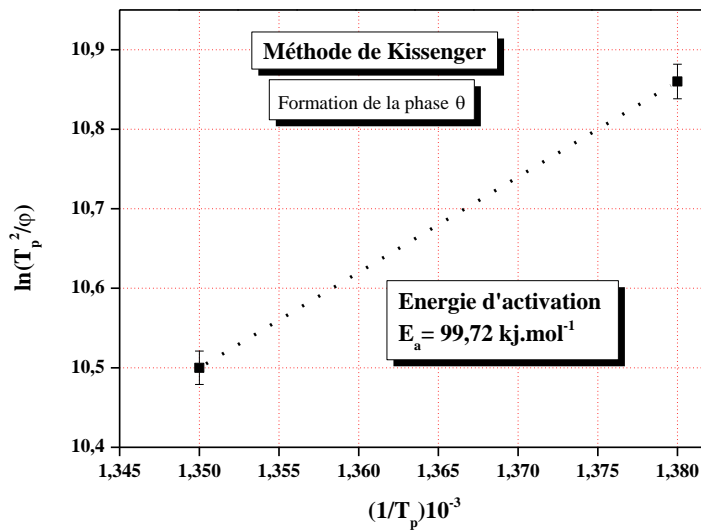
**Figure IV.13 :** La courbe  $\ln(T_p^2/\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta'$   
par la méthode de Kissinger.



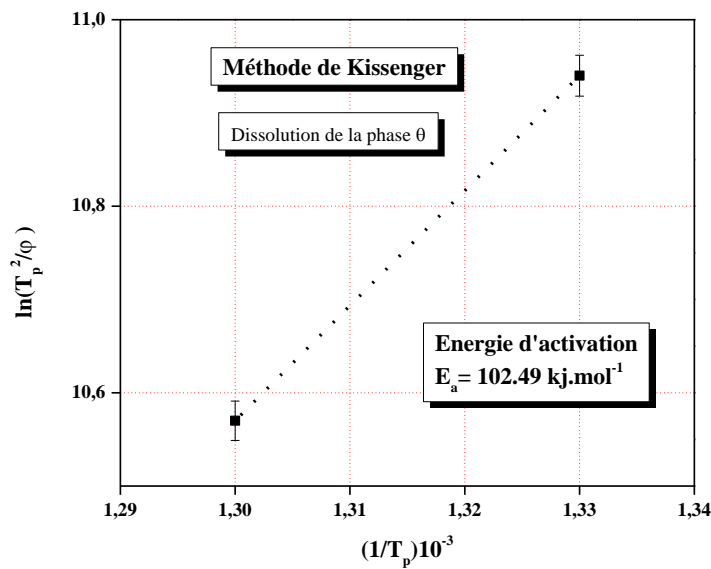
**Figure IV.14 :** La courbe  $\ln(T_p^2/\varphi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta'$   
par la méthode de Kissinger.



**Figure IV.15 :** La courbe  $\ln (T_p^2/\phi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta$   
par la méthode de Kissinger.



**Figure IV.16 :** La courbe  $\ln (T_p^2/\phi)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta$   
par la méthode de Kissinger.

**IV.2.1.3. Par la méthode de Boswell :**

Cette méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right) = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

La variation de  $\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$  en fonction de  $\frac{1}{T_p}$  est linéaire avec une pente de  $(-\frac{E_a}{R})$ .

Les valeurs de cette méthode de calcul sont rassemblées dans le *tableau (IV.5)* suivant :

**Tableau IV. 5 : Valeurs calculées par de la méthode de Boswell.**

Dissolution des zones G.P				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	503	0.0198	-3.91	1.99
15	515	0.0291	-3.53	1.94
Formation de la phase $\theta''$				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	528	0.0189	-3.96	1.89
15	545	0.0275	-3.59	1.83
Formation de la phase $\theta'$				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	613	0.0163	-4.11	1.63
15	628	0.0238	-3.73	1.59
Dissolution de la phase $\theta'$				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	683	0.0146	-4.22	1.46

15	695	0.0215	-3.83	1.44
<b>Formation de la phase <math>\theta</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
10	723	0.0138	-4.28	1.38
15	738	0.0203	-3.89	1.35
<b>Dissolution de la phase <math>\theta</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$\frac{\varphi}{T_p}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
10	753	0.0132	-4.32	1.33
15	768	0.0195	-3.93	1.30

Les figures (IV.17- 22) présentent les droites obtenues par la méthode de Boswell qui permet de déterminer les valeurs d'énergie d'activation des différents processus de précipitation.

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le tableau (IV.6).

**Tableau IV. 6 :** *Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Boswell.*

Phases	Energie d'activation (kJ/mol)
Dissolution des zones G.P	63.15
Formation de la phase $\theta''$	51.24
Formation de la phase $\theta'$	78.94
Dissolution de la phase $\theta'$	162.04
Formation de la phase $\theta$	108
Dissolution de la phase $\theta$	108.03

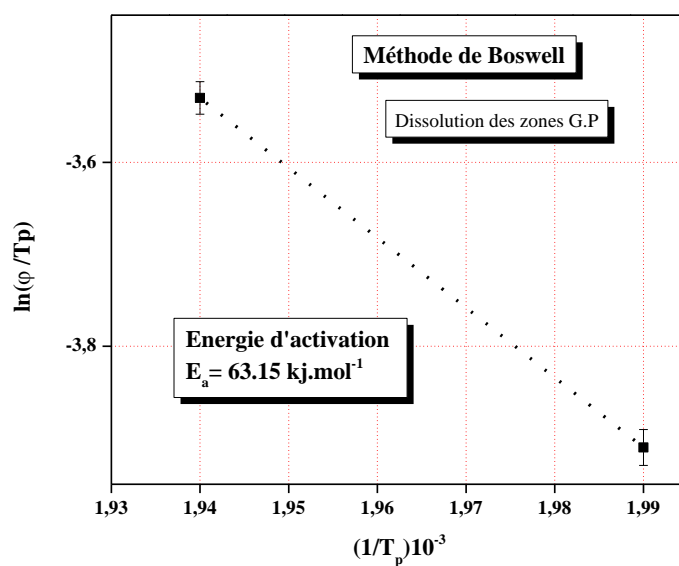


Figure IV.17 : La courbe  $\ln(\varphi/T_p)$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P.  
par la méthode de Boswell.

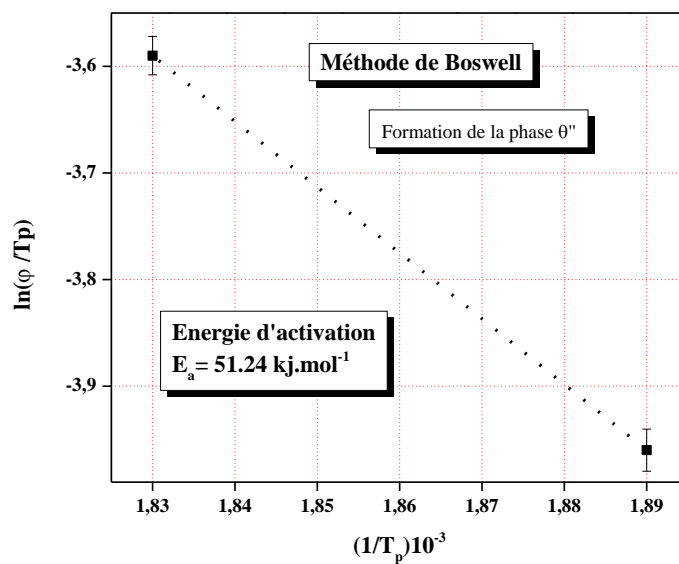
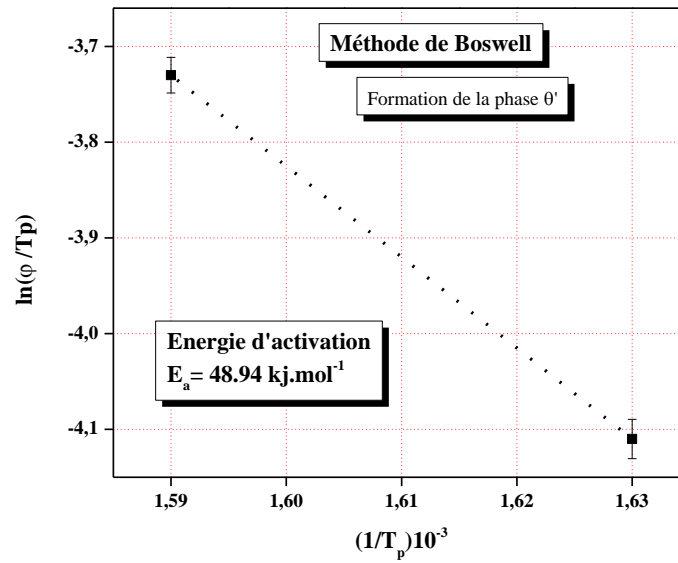


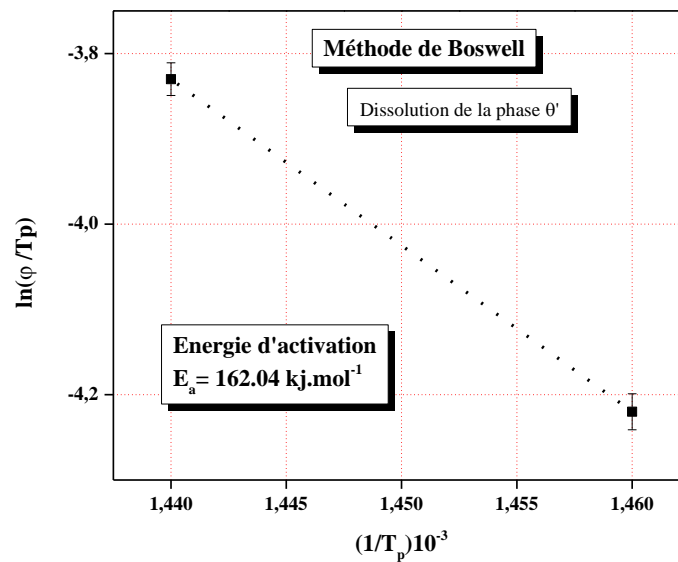
Figure IV.18 : La courbe  $\ln(\varphi/T_p)$  en fonction de  $1/T_p$

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta''$   
par la méthode de Boswell.



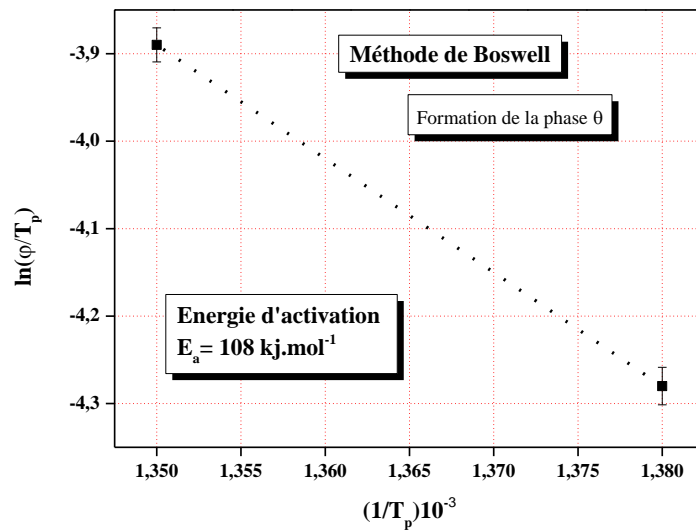
**Figure IV.19 :** La courbe  $\ln (\varphi/T_p)$  en fonction de  $1/T_p$

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta'$   
par la méthode de Boswell.



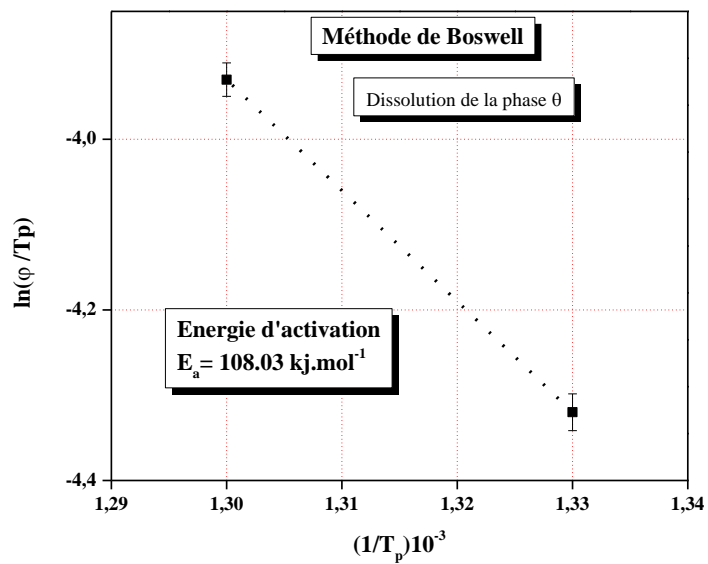
**Figure IV.20 :** La courbe  $\ln (\varphi/T_p)$  en fonction de  $1/T_p$

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta'$   
par la méthode de Boswell.



**Figure IV.21 :** La courbe  $\ln (\varphi/T_p)$  en fonction de  $1/T_p$

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta$   
par la méthode de Boswell.



**Figure IV.22 :** La courbe  $\ln (\varphi/T_p)$  en fonction de  $1/T_p$

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta$   
par la méthode de Boswell.



**IV.2.1.4. Par la méthode de Starink :**

La méthode de Starink est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right) = -1,0008 \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + c$$

La variation de  $\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right)$  en fonction de  $\frac{1}{T_p}$  est linéaire avec une pente de  $(-1,0008 \frac{E_a}{R})$ .

Nous avons récapitulées les valeurs de cette méthode dans le *tableau (IV.7)* suivant :

**Tableau IV. 7 : Valeurs calculées par de la méthode de Starink.**

Dissolution des zones G.P				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	503	153819.19	-9.64	1.99
15	515	160942.18	-9.28	1.94
Formation de la phase $\theta''$				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	528	168832.91	-9.73	1.89
15	545	179424.30	-9.38	1.83
Formation de la phase $\theta'$				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )
10	613	224866.16	-10.02	1.63
15	628	235549.67	-9.66	1.59
Dissolution de la phase $\theta'$				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln\left(\frac{\varphi}{T_p^{1,92}}\right)$	$\frac{1}{T_p}$ ( $10^{-3}$ )

10	683	276750.07	-10.22	1.46
15	695	286161.25	-9.85	1.44
<b>Formation de la phase <math>\theta</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p^{1,92}} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
10	723	308706.32	-10.33	1.38
15	738	321120.63	-9.97	1.35
<b>Dissolution de la phase <math>\theta</math></b>				
$\varphi$ (°C/min)	$T_p$ (K)	$T_p^{1,92}$	$\ln \left( \frac{\varphi}{T_p^{1,92}} \right)$	$\frac{1}{T_p} (10^{-3})$
10	753	333769.27	-10.41	1.33
15	768	346651.86	-10.04	1.30

Les droites obtenues par la méthode de Starink qui permet de calculer les valeurs d'énergie d'activation des différentes phases précipités sont présentées sur les *figures* (IV.23-28).

Les énergies d'activation des différents processus de transformation de l'alliage calculées par cette méthode sont présentées dans le *tableau* (IV.8).

**Tableau IV. 8 :** *Energie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage, calculée par la méthode de Starink.*

Phases	Energie d'activation (kJ/mol)
Dissolution des zones G.P	59.78
Formation de la phase $\theta''$	48.43
Formation de la phase $\theta$	74.73
Dissolution de la phase $\theta'$	153.61
Formation de la phase $\theta$	99.64
Dissolution de la phase $\theta$	102.4

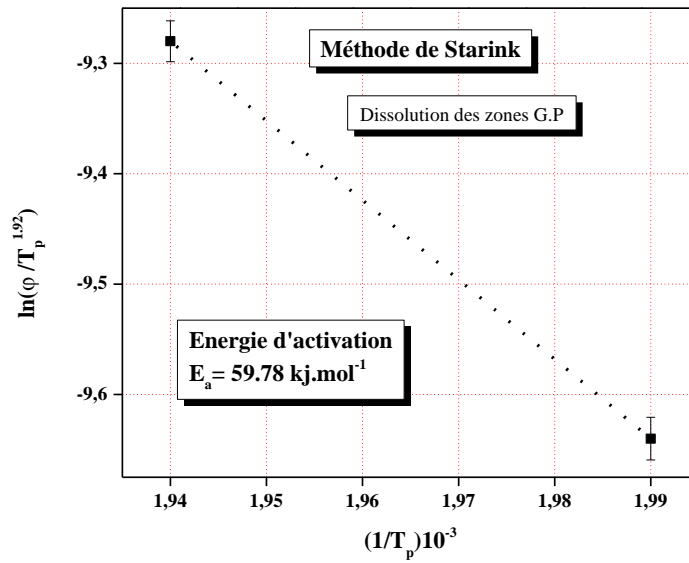


Figure IV.23 : La courbe  $\ln (\phi/T_p^{1.92})$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution des zones G.P  
par la méthode de Starink.

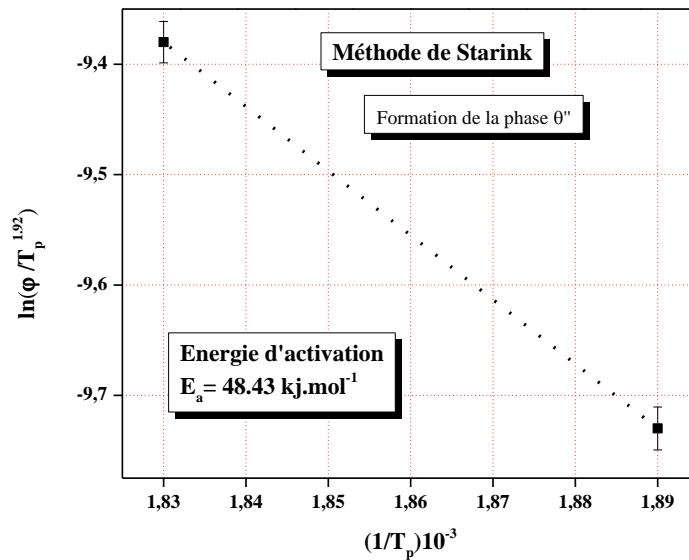


Figure IV.24 : La courbe  $\ln (\phi/T_p^{1.92})$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta''$   
par la méthode de Starink.

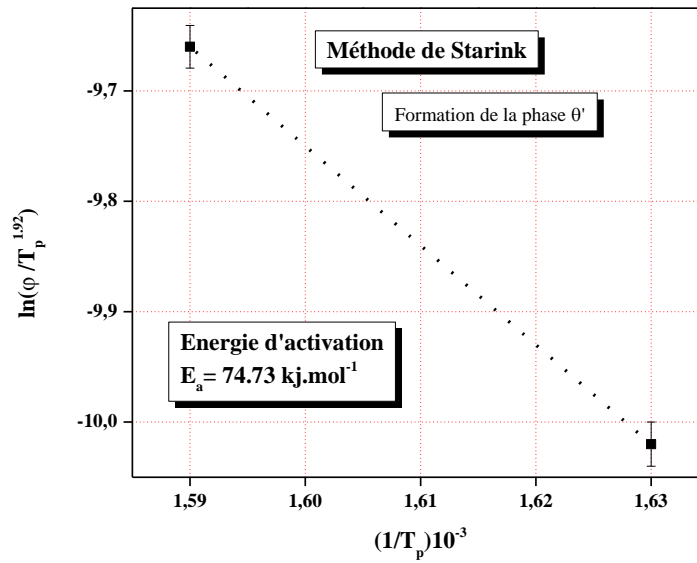


Figure IV.25 : La courbe  $\ln(\varphi/T_p^{1.92})$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta'$   
par la méthode de Starink.

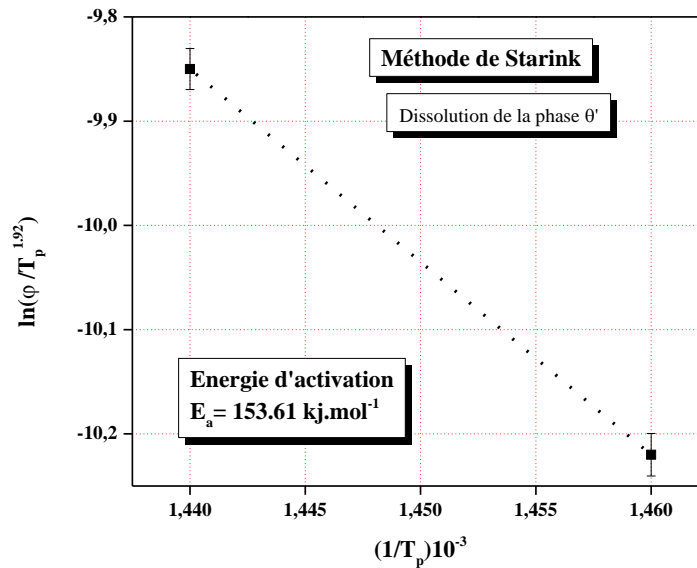
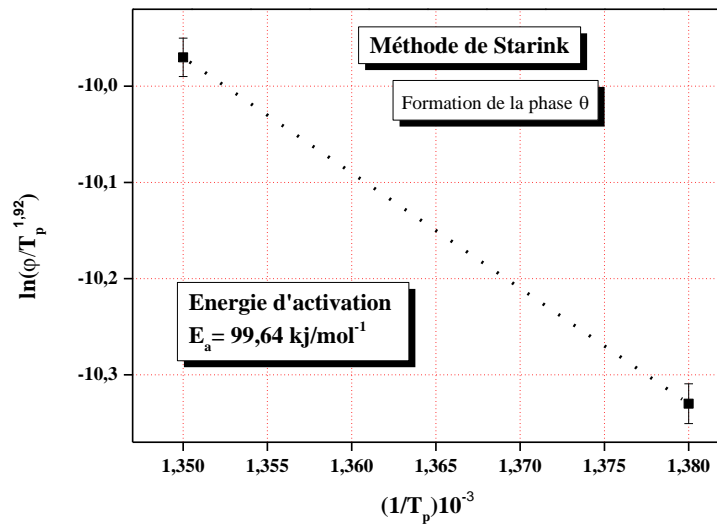
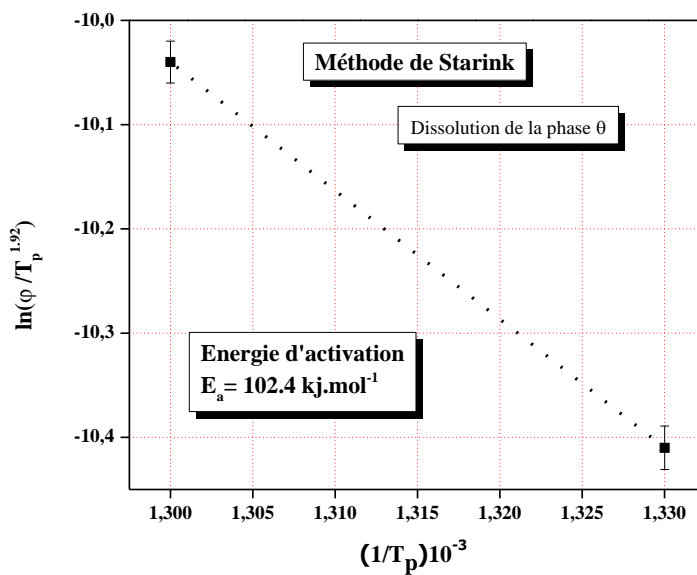


Figure IV.26 : La courbe  $\ln(\varphi/T_p^{1.92})$  en fonction de  $1/T_p$  :

Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta'$   
par la méthode de Starink.



**Figure IV.27 :** La courbe  $\ln(\varphi/T_p^{1.92})$  en fonction de  $1/T_p$  :  
Détermination de l'énergie d'activation de la formation de la phase  $\theta$   
par la méthode de Starink.



**Figure IV.28 :** La courbe  $\ln(\varphi/T_p^{1.92})$  en fonction de  $1/T_p$  :  
Détermination de l'énergie d'activation de la dissolution de la phase  $\theta$   
par la méthode de Starink.

La comparaison des résultats de l'énergie d'activation, de différents processus de transformation de l'alliage étudié obtenus par les quatre méthodes, est présentée dans le *tableau (IV.9)*.

**Tableau IV. 9 :** *Energies d'activation, des différents processus de transformation de l'alliage étudié, calculées par différentes méthodes.*

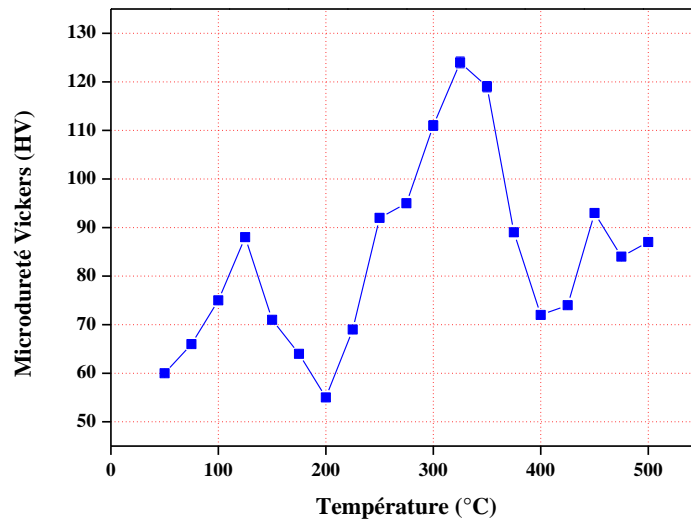
	<i>Energie d'activation (kJ/mol)</i>			
	<b>Ozawa</b>	<b>Kissinger</b>	<b>Boswell</b>	<b>Starink</b>
<i>Dissolution des zones G.P</i>	64.79	58.17	63.15	59.78
<i>Formation de la phase <math>\theta''</math></i>	53.99	47.09	51.24	48.43
<i>Formation de la phase <math>\theta'</math></i>	80.99	74.79	78.94	74.73
<i>Dissolution de la phase <math>\theta'</math></i>	161.99	157.89	162.04	153.61
<i>Formation de la phase <math>\theta</math></i>	108	99.72	108	99.64
<i>Dissolution de la phase <math>\theta</math></i>	107.99	102.49	108.03	102.4

On observe que les valeurs de l'énergie d'activation de chaque réaction exothermique et endothermique détectée par le DSC de l'alliage étudié calculées par les quatre méthodes indiquées ci- dessus, sont pratiquement quasiment proches.

La précipitation de la phase  $\theta$  nécessitait une forte énergie d'activation par rapport aux autres phases précipitées. La faible énergie d'activation est fournie par la précipitation de la phase  $\theta''$ .

### **IV.3. Etude des propriétés mécaniques par micro-dureté Vickers**

La variation de la micro-dureté Vickers (HV) en fonction de la température de vieillissement de l'alliage étudié est illustrée dans la *figure IV.29*. Nos échantillons ont subi un traitement d'homogénéisation à 550 °C pendant 10 min, trempés à l'eau suivi d'un traitement de vieillissement artificiel aux températures comprises entre l'ambiante et 500°C.



*Figure IV. 29 : Variation de la micro-dureté Vickers (HV) de l'alliage étudié en fonction de la température de vieillissement.*

On observe que la valeur maximale de la micro-dureté Vickers de l'alliage étudié est obtenue à la température d'environ 325 °C. Cependant, la valeur minimale de la micro-dureté Vickers est obtenue à la température 200°C.

La comparaison de ces résultats avec les résultats obtenus par le DSC, montre que les pics de la micro-dureté Vickers sont compatibles avec les pics obtenus dans les courbes de DSC. Ainsi, on peut déduire que le meilleur durcissement est obtenu suite à la précipitation de la phase  $\theta$ . Ces résultats sont en accord avec les résultats rapportés par plusieurs chercheurs qui travaillent sur le même type d'alliages [6,7].

**Références :**

- [1] L. N. Larikov, O. A. Shmatko, Cellular precipitation in supersaturated solid solutions, Nauk. Dumka, Kiev (1976).
- [2] B. Dubost, P. Sainfort, « Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium », Techniques de l'ingénieur, traité Matériaux métalliques, M240, 1991, p.2, sur <http://www.techniques-ingenieur.fr>.
- [3] A. Assia, Etude de l'évolution microstructurale des alliages où se forment les zones de Guinier-Preston, Université MENTOURI Constantine (2007).
- [4] J. Idrac, Comportement électrique d'alliages modèles binaires aluminium-cuivre, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse (2005).
- [5] M. Murayama, K. Hono, W. F. Miao, D. E. Laughlin, « The effect of Cu additions on the precipitation Kinetics in an Al-Mg-Si alloy with excess Si », Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 32A, February 2001, pp. 239-246.
- [6] J. P. Bailon et J. M. Dorlot, Des Matériaux, par presses internationales Polytechniques, réimpression, Canada, automne (2004) 227-242 et 512-520.
- [7] S. Tomovic-Petrovic, O. Jensrud, J. Mate. Processing Technologue, B 163 (2012) 2831-2851.



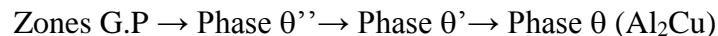
### Conclusion générale :

L'étude thermique, calorimétrique et mécanique d'un alliage aluminium-cuivre (Al-4%Cu) de la série 2xxx est l'objectif principal de notre travail.

Des traitements thermiques adaptés, notamment, d'homogénéisation, de vieillissement sont appliqués à nos échantillons d'alliage pour la caractérisation de ses propriétés.

Nous avons utilisé trois techniques expérimentales : la microscopie optique (MO), l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) et le micro-duromètre Vickers (HV), et nous avons tiré les principaux résultats suivants :

- Le traitement d'homogénéisation à 550 °C pendant 10 min favorise la libération des particules dans la matrice.
- La taille moyenne des grains de l'alliage est légèrement diminuée au cours de traitement de vieillissement artificiel 1 min à 350 °C.
- La séquence de précipitation obtenue par l'analyse calorimétrique différentielle DSC, dans notre type alliage Al-Cu, est :



- La montée de la vitesse de chauffage retarde la séquence de précipitation.
- La formation de la phase  $\theta''$  nécessite une énergie d'activation d'environ 50 KJ/mol.
- Une énergie d'activation d'environ 77 KJ/mol est fournie pour obtenir la formation de la phase  $\theta'$ .
- La formation de la phase  $\theta$  nécessite une énergie d'activation d'environ 104 KJ/mol.
- La phase  $\theta$  est la phase la plus durcissant dans l'alliage Al-4%Cu.
- Les pics de la micro-dureté de l'alliage étudié confirment les pics de DSC.