

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR  
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITÉ MENTOURI CONSTANTINE  
FACULTÉ DES SCIENCES EXACTES  
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE**

N° d'ordre : .....

Série : .....

**THÈSE**

Présentée pour obtenir le diplôme de Doctorat d'Etat  
En Physique

Spécialité : Science des Matériaux

**THÈME**

**ÉTUDE DE L'ÉVOLUTION STRUCTURALE ET CARACTERISATION  
THERMOMECHANIQUE DES ALLIAGES METALLIQUES SOLIDIFIES PAR  
TREMPE ULTRA-RAPIDE**

Par

**BOUMAIZA NOUREDDINE**

SOUTENU LE : .

Devant le jury :

Président :	HAMAMDA Smail	Prof.	Univ. Mentouri Constantine
Rapporteur :	SERRAR Cherif	M.C.	Univ. Mentouri Constantine
Examineurs :	BOUYOUCEF Ali	M.C.	Univ. Mentouri Constantine
	BENAISSA Ablazize	M.C.	Univ. Boumerdes
	BOUDEFNOUCHET Abdelatif	M.C.	Univ. Annaba
	GUEMINI Rebai	M.C.	C. U. Oum el bouaghi

# REMERCIEMENTS

Ces travaux de thèses ont été réalisés à l'Université de Constantine, au sein du Laboratoire des "Propriétés Thermodynamiques et Traitement de Surface des Matériaux" du Département de Physique de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri de Constantine.

Je remercie très sincèrement mon directeur de thèse, Monsieur Cherif Serrar, Maître de conférences à l'Université de Constantine, pour avoir assuré la direction de ce travail, et pour tout ce qu'il m'a apporté scientifiquement.

J'exprime ma gratitude à Monsieur Smail Hamamda, Professeur à l'Université de Constantine, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à messieurs Ali Bouyoucef, Maître de conférence à l'université de constantine, Ablazize Benaissa Maître de conférence à l'université de Boumerdes, Abdelatif Boutefnouchet Maître de conférence à l'Université d'Annaba et Rebai Guemini Maître de conférence au Centre Universitaire d'Oum el bouagui, qui ont accepté de participer à mon jury, malgré leurs nombreuses obligations.

Je suis très reconnaissant à Madame Prof. Armelle Vardelle responsable du département Matériaux à l'Ecole Nationale Supérieur d'Ingénieur de Limoges (France) pour m'avoir accueilli dans son laboratoire. Je remercie également monsieur Cristophe le Niniven et Alain Denoirjean pour leurs aide dans la caractérisation de mes échantillons.

Je remercie également Monsieur Boultif Ali pour son aide dans l'utilisation de son logiciel de calcul des paramètres de la maille du réseau cristallin.

Que toutes ces personnes que j'aurais malheureusement oubliées trouvent par ces quelques lignes mes plus sincères remerciements.

# TABLE DES MATIERES

<b>Introduction .....</b>	<b>6</b>
<b>Chapitre I : Généralités sur la germination et croissance .....</b>	<b>8</b>
I.1 Introduction	..9
I.2 Température de solidification	9
I.3 Chaleur latente	...10
I.4 Diagramme de phase	..11
I.5 La surfusion	...13
I.6 Energies libres et énergies interfaciales .....	14
I.7 Germination homogène	..16
I.8 Germination hétérogène	..19
I.9 Croissance des grains	..21
I.9.1 Structure de solidification	..22
I.9.2 Directions cristallographiques préférentielles	...23
<b>Chapitre II : Résultats bibliographiques classiques sur les alliages Al-Cu et techniques de solidification rapide .....</b>	<b>25</b>
II.1 Introduction	..26
II.2 Caractéristiques de l'aluminium	...26
II.3 Les alliages aluminium-cuivre	..26
II.4 Microstructure des alliages aluminium-cuivre	..27
II.5 Procédés de solidification rapide	..31
II.5.1 Atomisation	..31
II.5.1.1 Atomisation en atmosphère inerte	32
II.5.1.2 Atomisation par centrifugation	..32
II.5.2 Refusion par laser	..33
II.5.3 solidification rapide sur roue	...34
II.5.3.1 Rotating water spinning	..34

II.5.3.2 Melt extraction ...	...35
II.6 Solidification des rubans .....	36
II.6.1 Rubans étroits .....	36
II.6.2 Rubans larges .....	37
II.6.2.1 Méthode du jet confiné .....	37
II.6.2.2 Méthode du "melt-drag" .....	38
II.7 Modèle théorique de la formation d'un ruban .....	38

### **Chapitre III : Techniques d'élaboration des alliages et méthodes d'analyses .....41**

III.1 Choix de l'alliage .....	42
III.2 Elaboration des alliages .....	43
III.3 Appareillage pour solidification rapide .....	43
III.3.1 Le four électrique .....	45
III.3.2 La roue (substrat) .....	45
III.3.3 Le tube en quartz .....	45
III.3.4 Le moteur électrique .....	45
III.4 Elaboration des échantillons .....	46
III.5 Conditions techniques de réglage .....	47
III.6 Méthodes d'analyses et préparation des échantillons .....	48
III.6.1 Méthodes d'analyses... ..	48
III.6.2 Préparation des échantillons....	50

### **Chapitre IV : Etude de la précipitation des phases dans l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> en fonction de la vitesse de Solidification ..... 51**

IV.1 Introduction .....	52
IV.2 Analyse par diffraction des rayons X .....	52
IV.2.1 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> à l'état brut .....	52
IV.2.2 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 10 m/s .....	54
IV.2.3 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 18 m/s ..	56
IV.2.4 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 25 m/s ...	58

IV.2.5 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 32 m/s ..	.....60
IV.2.6 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 42 m/s ...	.....62
IV.3 Etude des paramètres du réseau cristallin	...64
IV.4 Analyse par calorimétrie différentielle de l'alliage SR	...67
IV.4.1 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 10 m/s .....	.....67
IV.4.2 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 25 m/s .....	.....68
IV.4.3 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 32 m/s .....	..69
IV.4.4 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 42 m/s .....	..70
IV.4.5 Conclusion	..71
IV.5 Etude de la dureté HV de l'alliage.	..71
IV.5.1 Recuits isochrones	..73
IV.5.2 Recuits isothermes	..74
IV.6 Observation par microscopie électronique à balayage MEB	..76
IV.7 Conclusion.....	80

## **Chapitre V : Etude de la phase $\theta$ dans l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié rapidement ..81**

V.1 Analyse par DRX	..82
V.1.1 Paramètre instrumentaux	..82
V.1.2 Indexation des diffractogrammes de RX	.....83
V.1.3 Décomposition des raies de diffraction X	....84
V.1.4 Profils des raies de diffraction	..87
V.1.5 Fonction instrumentale	.....88
V.1.6 Courbes de calibration	..90
V.1.7 Traitement statistique	...91
V.1.7.1 Fonction de distribution	...91
V.1.7.2 Contrôle de l'instrument	..91
V.2 Diffractogrammes des rayons X	..92
V.3 Analyse par diffraction des RX de la phase $\theta$	..95
V.3.1 Direction cristallographique 110	..95
V.3.2 Pprofils des pics 110	....96
V.3.3 Direction cristallographique 220	..97

V.4 Tailles des grains et microcontraintes internes	97
V.5 Tailles des grains selon Scherrer	..99
V.6 Profils des pics de diffraction de la phase $\theta$ pour $V = 32$ m/s .....	.....100
V.6.1 Pic 110F de l'échantillon 2032 .	..101
V.6.2 Pic 110L de l'échantillon 2032	...103
V.6.3 Pic 220 de l'échantillon 2032	.105
V.6.4 Doublet 220-112 de l'échantillon 2032	.....105
V.7 Profils des pics de diffraction de la phase $\theta$ pour $V = 42$ m/s	107
V.7.1 Pic 110F de l'échantillon 2042	..108
V.7.2 Pic 110L de l'échantillon 2042	..110
V.7.3 Pic 220 de l'échantillon 2042	....110
V.7.4 Doublet 220-112 de l'échantillon 2042	..113
V.8 Conclusion.....	114

**Chapitre VI : Etude des alliages Al-Cu et Al-Cu-Zn solidifiés à 42 m/s  
en fonction de la concentration de Cu et de Zn .....115**

VI.1 Introduction	116
VI.2 Etude des alliages binaires Al-Cu	..116
VI.2.1 Analyse par diffraction des rayons X	...116
VI.2.1.1 Analyse de l'alliage $Al_{97}Cu_3$	.117
VI.2.1.2 Analyse de l'alliage $Al_{95}Cu_5$	.120
VI.2.1.3 Analyse de l'alliage $Al_{90}Cu_{10}$	...122
VI.2.1.4 Analyse de l'alliage $Al_{80}Cu_{20}$	125
VI.2.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)	...127
VI.2.2.1 Analyse DSC l'échantillon 342	127
VI.2.2.2 Analyse DSC l'échantillon 542	....128
VI.2.2.3 Analyse DSC l'échantillon 1042	.....129
VI.2.2.4 Analyse DSC l'échantillon 2042	..130
VI.2.2.5 Discussion des résultats	131
VI.2.3 Etude de la dureté HV des alliages binaires Al-Cu	....132
VI.2.3.1 Microdureté HV après recuits isochrones	...133
VI.2.3.2 Microdureté HV après recuits isothermes	...134

VI.3 Etude des alliages ternaires Al-Cu-Zn	..136
VI.3.1 Analyse par diffraction des rayons X	...136
VI.3.1.1 Analyse de l'alliage Al <sub>79</sub> Cu <sub>20</sub> Zn <sub>1</sub>	.137
VI.3.1.2 Analyse de l'alliage Al <sub>77</sub> Cu <sub>19</sub> Zn <sub>4</sub>	....139
VI.3.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)	...142
VI.3.2.1 Alliage Al <sub>79</sub> Cu <sub>20</sub> Zn <sub>1</sub>	142
VI.3.2.2 Alliage Al <sub>77</sub> Cu <sub>19</sub> Zn <sub>4</sub>	143
VI.3.3 Etude de la dureté HV après recuit des échantillons	....143
VI.4 Conclusion.....	146
 <b>Conclusion générale</b>	 <b>.....148</b>
 <b>Références bibliographiques</b>	 <b>151</b>

# INTRODUCTION

Le développement de nouvelles techniques de solidification rapide a ouvert la voie à de nombreuses études concernant les effets de la solidification rapide sur la microstructure des métaux. Dans ce domaine, la stimulation initiale provient sans conteste des travaux de P. Duwez [1] montrant qu'un alliage biphasé à l'équilibre peut se transformer en solution solide sursaturée ou même en phase vitreuse, simplement par refroidissement rapide de l'alliage à partir du liquide.

Parmi les différentes microstructures de solidification d'un métal, la microstructure particulière des alliages hypoeutectiques offre d'intéressantes possibilités en tant que matériau composite. De ce point de vue, la solidification rapide de ces alliages est prometteuse car elle permet d'obtenir des structures biphasées de tailles très fines. Cet affinement de la microstructure a pour conséquence directe une amélioration des propriétés mécaniques.

De nombreux auteurs ont étudiés l'effet d'une vitesse de refroidissement élevée sur la microstructure de l'alliage Al-Al<sub>2</sub>Cu. Ce système binaire, qui forme la base des alliages à haute résistance, est largement employé comme système de référence car les constantes physiques et les paramètres thermodynamiques sont bien définis. En outre, la croissance de l'hypoeutectique est régulière et cellulaire.

Avec diverses techniques de refroidissement rapide, telles que le laser ou le splat quenching, toute une variété de morphologies de Al-Al<sub>2</sub>Cu a été observée. Pour des vitesses de refroidissement allant jusqu'à  $V = 10^4$  K/s, la taille de la structure décroît jusqu'à atteindre des espacements interlamellaires d'environ 30 nm [2-3-4]. En augmentant encore la vitesse de refroidissement, une morphologie dégénérée [2-3], une structure dendritique/cellulaire avec microségrégations [4-5], une structure en bandes [3-5-6], une solution solide sursaturée [2-3-4-7] et finalement même une phase Al-Cu amorphe [8], ont été observées.

Le mécanisme d'apparition de ces diverses microstructures en fonction de la vitesse de refroidissement n'est actuellement pas encore bien défini. La raison principale étant que la vitesse de refroidissement est un paramètre équivoque qui ne peut pas être directement corrélé

à la microstructure. De plus, avec les techniques de refroidissement rapide, les coefficients de transfert de chaleur et la température de germination restent difficiles à quantifier, ce qui rend parfois l'interprétation des microstructures observées sujette à caution [9-10].

La solidification rapide par meltspinning permet d'éviter tous les problèmes liés à la germination, car le métal liquide est en contact direct avec la roue et ainsi la germination n'est pas nécessaire pour la solidification. La vitesse locale de solidification, peut être déterminée de manière quantitative, ce qui permet la comparaison des résultats expérimentaux avec les modèles théoriques de croissance à haute vitesse de solidification.

Le but de ce travail est double : il s'agira, d'une part, d'effectuer une étude expérimentale quantitative de l'évolution de la morphologie et de la taille de la microstructure de l'hypoeutectique Al-Al<sub>2</sub>Cu, solidifié rapidement par meltspinnig, en fonction de la vitesse de croissance. Les vitesses de solidifications atteignables par ce procédé devraient permettre de vérifier l'existence d'une vitesse limite pour la croissance d'une troisième phase  $\sigma$ AlCu. D'autre part, les résultats ainsi obtenus seront interprétés sur la base du modèle de croissance de l'alliage Al-Cu valable à haute vitesse.

# CHAPITRE I

## GENERALITES SUR LA GERMINATION ET CROISSANCE

I.1 Introduction	.....9
I.2 Température de solidification	.....9
I.3 Chaleur latente	.....10
I.4 Diagramme de phase	.....11
I.5 La surfusion	.....13
I.6 Energies libres et énergies interfaciales	.....14
I.7 Germination homogène	.....16
I.8 Germination hétérogène	.....19
I.9 Croissance des grains	.....21
I.9.1 Structure de solidification	.....22
I.9.2 Directions cristallographiques préférentielles	.....23

## **I.1 Introduction**

La solidification est définie comme étant le passage de la phase liquide à la phase solide. Dans les alliages métalliques, ce changement de phase produit des modifications importantes sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques [13]. L'étude de ces transformations de phase dans les métaux se poursuit depuis plusieurs décennies afin d'améliorer la compréhension des principes de solidification [14].

L'étude de la germination est d'une importance capitale pour la compréhension du phénomène de la solidification, puisque la germination a une influence sur la structure finale du métal solidifié. En effet, chaque grain grossit à partir d'un germe unique et le nombre de germes qui se forment et grossissent détermine la taille finale des grains. Ce processus est tellement important que lors de la coulée de pièces d'aluminium en usine, des affineurs de grains sont ajoutés au métal pour mieux contrôler le phénomène de germination. L'affineur de grains le plus utilisé pour l'aluminium est le diborure de titane ( $\text{TiB}_2$ ). Chaque particule de  $\text{TiB}_2$  constitue le site privilégié de la formation d'un germe. Ainsi plus la concentration de particule de diborure de titane est grande, plus il y a formation de germes, et plus la taille finale des grains sera petite. Ce phénomène s'explique par le fait que les grains grossissent aussi longtemps qu'il existe du métal liquide à solidifier. Dès que deux grains entrent en contact, leur croissance dans la direction de contact cesse. Donc plus il existe de particules solides plus la probabilité qu'ils rejoignent en un court laps de temps est grande. Ceci limite leur taille et influence les propriétés de la pièce coulée.

La germination a donc une influence sur la microstructure finale de l'échantillon. Ainsi, la connaissance du comportement de la création et de la croissance des germes nous informe également sur les propriétés mécaniques du métal solidifié. L'augmentation du rapport entre le nombre d'atomes aux joints de grains et le nombre total d'atomes aura une influence sur plusieurs propriétés ; par exemple, les propriétés mécaniques (ductilité, résistance, etc.) du métal et le comportement du métal vis-à-vis de la corrosion. C'est pourquoi une bonne compréhension du processus de la germination est essentielle, car comme il a été déjà mentionné, elle exerce une grande influence sur plusieurs propriétés du métal après la solidification.

## **I.2 Température de solidification**

La transition de l'état liquide à l'état solide pour un métal pur est particulière car elle se produit toujours à la même température et celle-ci est unique pour une pression atmosphérique donnée. La preuve de cette affirmation se décrit à partir de la règle de Gibbs qui stipule que :

$$P + f = C + 2 \quad (1)$$

Où P est le nombre de phases en équilibre thermodynamique, f est le degré de liberté et C est le nombre de composantes. Ainsi, si un équilibre énergétique est établi entre la phase solide et la phase liquide et que la pression est fixée, le degré de liberté sera égal à zéro pour un système formé d'un seul constituant. Donc, la température de solidification d'un métal pur à pression constante est invariable. Cette température est une caractéristique importante pour un métal pur et on la nomme température de solidification. A la température de solidification, le liquide est plus désordonné que le solide et possède ainsi une entropie plus élevée que celle du solide ordonné. Il y a aussi un dégagement de chaleur lorsque le métal passe de la phase liquide à la phase solide. Ce dégagement de chaleur est appelé chaleur latente de fusion et est noté L [11].

A la température d'équilibre liquide–solide, on a :

$$\Delta G_t = \Delta H_t - T\Delta S_t = 0$$

Où t en indice pour transformation et T est la température en kelvin.

### **I.3 Chaleur latente**

On peut établir une relation entre la chaleur latente et la température de solidification à l'aide des principes thermodynamiques. La température de solidification est définie comme la température à laquelle les énergies libres des deux phases sont égales. Cela implique donc qu'à la température de solidification, le solide et le liquide ont la même énergie disponible pour effectuer un travail externe. L'équilibre entre les phases solide et liquide peut être exprimé de la façon suivante ;

$$G_L = G_S \quad (2)$$

$G_L$  étant l'énergie libre de Gibbs du liquide et  $G_S$  étant l'énergie libre de Gibbs du solide.

On sait que l'énergie libre de Gibbs se définit par :

$$G = H - TS \quad (3)$$

Où H est l'enthalpie, S l'entropie et T la température.

En substituant l'équation (3) dans (2), on obtient à la température d'équilibre

$$H_L - T_E S_L = H_S - T_E S_S \quad (4)$$

Où L en indice signifie sous forme liquide et S en indice signifie sous forme solide.  $T_E$  représente la température d'équilibre.

Par définition, à la température  $T_E$  la valeur de la chaleur latente est égale à

$$H_L - H_S = L \quad (5)$$

Alors,

$$L = T_E \Delta S \quad (6)$$

Ou, dans le cas d'aluminium pur :

$$\Delta S = \frac{L}{T_E} \quad (7)$$

Il est possible de calculer pour l'aluminium une valeur de  $\Delta S$  égale à 0,62 lors de la solidification de l'aluminium, puisque sa valeur de chaleur latente de fusion est 397 J/g et sa température de solidification est égale à 660 °C. Par conséquent, la valeur du changement d'entropie, lorsqu'un liquide se transforme en solide, peut être obtenue par le rapport de la chaleur latente sur la température de solidification [11-12-13-14-].

#### **I.4 Diagramme de phase**

Il est approprié de connaître le fonctionnement et la signification du diagramme de phase pour prévoir certaines caractéristiques d'un alliage métallique. Dans un système binaire, c'est-à-dire lorsque le système comprend deux types d'éléments, c'est la représentation des limites d'existence d'une structure particulière d'un diagramme dont un axe représente la température et l'autre la composition du système. Le diagramme de phase, ou quelquefois appelé le diagramme d'équilibre, est une carte qui donne la ou les phases en équilibre pour n'importe quelle combinaison de température et de composition. Pour obtenir les renseignements voulus, il suffit de suivre les courbes qui déterminent les limites des différentes phases [12-14].

Le diagramme de phase permet de voir comment l'équilibre entre deux phases est affecté par la température. Le diagramme de phase est construit à l'aide de la thermodynamique qui prédit quelle phase aura le plus de chance d'apparaître à une certaine température. La phase ayant la plus basse énergie libre existera [12]. En effet, pour un système eutectique simple, il est possible de dessiner un diagramme de phase en observant l'énergie libre de chacune des phases.

Dans tous les diagrammes binaires, les domaines à une phase, sauf en certains points où les deux phases en équilibre ont la même composition. Ces points ne peuvent correspondre qu'à des substances pures ou à des composés, à moins que les limites de phases, ne soient horizontales. La figure 1 représente le diagramme de phase du système aluminium-cuivre. Au point E, la phase liquide est en équilibre avec deux phases solides. Le point E se nomme point eutectique [12-14].

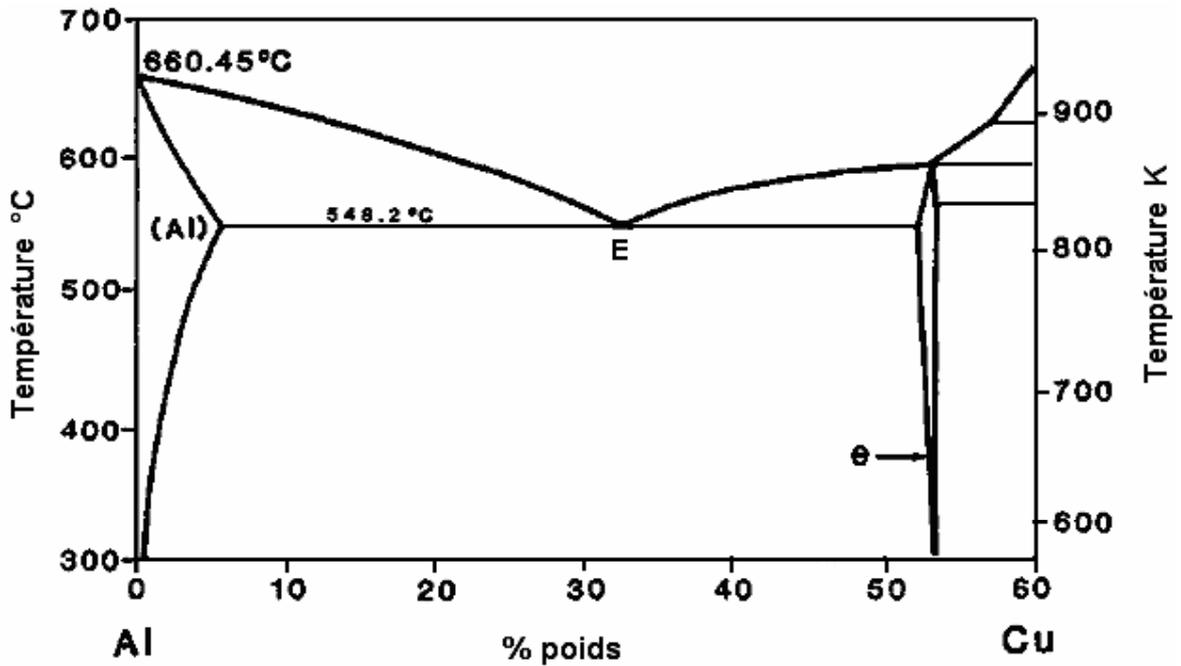


Figure I.1 : diagramme de phases du système binaire aluminium-cuivre

La courbe de refroidissement du diagramme de phase d'un métal pur prendra la forme de la figure 2. Pour un alliage il sera possible de déterminer la valeur de la température du liquide à partir de la courbe de refroidissement en déterminant la température de changement de pente et en déterminant également la température du solidus représentée par le second changement de pente [12-14].

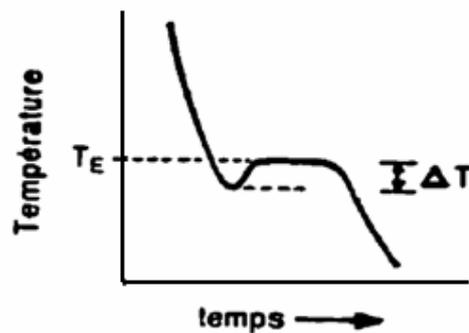


Figure I.2 : courbe de refroidissement de différents métaux présentant la surfusion

### I.5 La surfusion

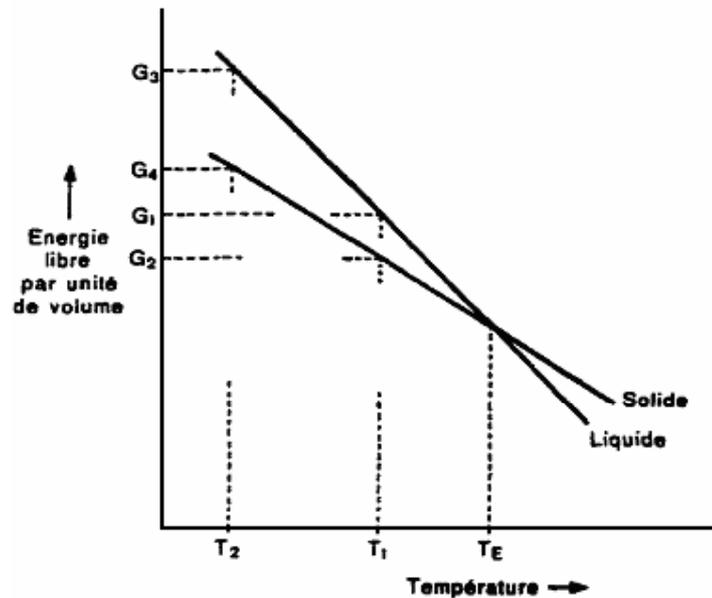
Il est important de décrire le phénomène de surfusion pour comprendre les mécanismes de germination. Lorsqu'un liquide est dit en surfusion, cela implique que la solidification débute à une température inférieure à celle admise comme température de solidification. Donc, pendant que la température du liquide est inférieure à la température d'équilibre, on dit du liquide qu'il est en surfusion. Lorsque la solidification débute, la température du liquide qui ne s'est pas transformé en solide augmente rapidement pour atteindre la température de solidification. Cette hausse de température est causée par la chaleur latente dégagée au cours de la transformation de phase d'un volume donné de liquide. La figure 2 illustre la solidification avec surfusion et élévation brusque de température jusqu'à ce que la température d'équilibre thermodynamique soit atteinte.

Il peut arriver quelquefois qu'il n'y ait pas de surfusion du tout lors de la solidification d'un métal. La présence ou l'absence du phénomène de surfusion est directement lié à celui de la germination.

## **I.6 Energies libres et énergies interfaciales**

La germination est définie comme étant la formation d'une phase distincte à l'intérieur d'un volume donné, séparée de ce qui l'entoure par une limite, ou une interface bien définie. Dans le cas de la solidification, la germination implique la formation d'une petite particule cristalline entourée de métal liquide. Pour comprendre quand et comment la germination se produit, il faut inclure l'effet de l'interface qui est créée dans l'équilibre thermodynamique des phases. Dépendant des surfaces considérées, il existe deux types de germination, la germination homogène et la germination hétérogène. En générale, il est beaucoup plus facile d'amorcer le phénomène de germination que de le faire progresser [14]. Pour cette raison, il y a une multitude de germes qui disparaîtront avant d'avoir eu le temps de croître [12].

La figure 3 représente la variation de l'énergie libre en fonction de la température pour un métal pur. Elle sera utilisée pour décrire le fonctionnement de la germination.



**Figure I.3** : diagramme de l'énergie libre en fonction de la température pour un métal pur

Avec l'aide de la thermodynamique, il est possible d'étudier la formation des grains, ou germination. Selon la règle des phases, basée sur la notion d'égalité des potentiels chimiques à l'équilibre, il existe dans le cas d'un métal pur un seul point d'équilibre, c'est-à-dire qu'il existe une température unique où le métal peut être à la fois sous la forme solide et sous la forme liquide dans un même système. Cela s'explique par le fait qu'à cette température, l'énergie libre est égale pour les deux phases, donc aucune des deux phases n'est favorisée. Le même phénomène se produit entre la phase liquide et la phase gazeuse, lorsque la température est beaucoup plus élevée [12].

Cette température particulière est appelée température d'équilibre ( $T_E$ ). Elle est également nommée température de solidification lors du passage de la phase liquide à la phase solide ou inversement, température de fusion lors du passage de la phase solide à la phase liquide. Ainsi, lorsque la température du système est inférieure à la température d'équilibre, comme le précise la figure 3, c'est la phase solide qui est la plus stable. Les atomes auront tendance à prendre l'état pour lequel l'énergie est la plus basse et se présenteront donc sous la forme solide. De même, lorsque la température du système est supérieure à  $T_E$  c'est la phase liquide qui est la plus stable. Théoriquement, lorsque la température est inférieure à la température de fusion, le métal devrait toujours être solide, car il y a une diminution de l'énergie libre associée à la transformation liquide  $\rightarrow$  solide. Ceci est dû au principe de thermodynamique de minimisation de l'énergie libre [12].

Lorsque la température devient inférieure à la température d'équilibre, la phase la plus stable est la phase solide. Cependant, le phénomène de fusion a été démontré expérimentalement. Donc, le changement de phase ne se produit pas instantanément lorsque la température descend sous le point d'équilibre. La raison en est que l'énergie libre s'applique au système tout entier, incluant toutes les surfaces présentes dans un volume donné. Alors, durant le rassemblement d'un groupe d'atomes pour former une petite particule solide (ou germe, ou encore noyau potentiel), la surface qui sépare le noyau solide du milieu environnant liquide contribue à l'augmentation de l'énergie libre totale associée au germe. Par contre, le germe restera et augmentera en volume seulement si l'énergie libre est plus faible que celle du liquide environnant [12].

## I.7 Germination homogène

La germination homogène apparaît de façon aléatoire dans un système. Pour ce type de germination, il est nécessaire que le métal soit isotrope à très petite échelle. En prenant, par exemple, un métal liquide en surfusion à la température  $T$  dans un récipient, il est possible de suivre son évolution. Lors de la formation d'un germe, il y aura diminution de l'énergie libre volumique, c'est-à-dire l'énergie libre par unité de volume. Il est plus simple d'expliquer cette affirmation à l'aide du diagramme de la figure 3 qui présente la différence d'énergie entre  $G_1$  et  $G_2$  qui est symbolisée par  $\Delta G_V$ , qui est égale :

$$\Delta G_V = (G_1 - G_2) \cdot \frac{4}{3} \pi R^3 \quad (8)$$

Soit la différence d'énergie libre entre la phase liquide  $G_1$  et la phase solide  $G_2$  multipliée par le volume d'un germe sphérique de rayon  $R$ . Si à ce stade, on néglige l'énergie libre interfaciale, on peut exprimer la différence d'énergie libre entre les deux phases à l'aide de l'équation (3) et l'équation (5) :

$$(G_1 - G_2) = (G_L - G_S) = (H_1 - H_S) - T(S_1 - S_S) = L - T\Delta S_{\text{fusion}} \quad (9)$$

En utilisant l'équation (8) et l'équation (9), il est possible d'obtenir :

$$\Delta G_V = (G_L - G_S) \frac{4}{3} \pi * R^3 = -\frac{L}{T_E} \Delta T \frac{4}{3} \pi * R^3 \quad (10)$$

Où  $\Delta T = T - T_E$  représente la surfusion et  $T_E$  est la température de solidification.

Lors de la formation d'une particule, il y a également formation d'une interface solide /liquide. Cette interface possède une énergie et fait varier l'énergie libre du système de la façon significative. Cette énergie est représentée par  $\Delta G_S$ , soit l'énergie libre interfaciale. Le calcul de l'énergie libre interfaciale créée par une sphère solide dans un milieu liquide pour une sphère de rayon  $R$  est égale  $4\pi * R^2 * \gamma$ , où  $\gamma$  désigne l'énergie libre interfaciale spécifique par unité de surface. Avant de continuer, il est intéressant de noter que puisque'il y a formation d'une particule, il est possible d'affirmer que la moitié des atomes de l'interface appartiennent au solide, et l'autre moitié au liquide. Ainsi, l'énergie interfaciale par atome devrait être approximativement la moitié de la chaleur latente de fusion. En réalité, cette hypothèse est une approximation correcte pour simuler la présence de l'interface, puisque les limites entre la phase solide et la phase liquide sont plus complexes et plus floues que celle utilisées pour les calculs [11-12-14].

Après avoir calculé la variation des énergies libres présente lors de la formation d'un particule solide, le calcul de la variation totale de l'énergie libre due à la création de cette particule devient simple. Il suffit simplement d'additionner l'énergie libre volumique et l'énergie libre interfaciale, de la façon suivante :

$$\Delta G = \Delta G_S + \Delta G_V = 4\pi * R^2 \gamma - L \frac{\Delta T}{T_E} \frac{4}{3} \pi * R^3 \quad (11)$$

Lorsque la particule est grosse, l'énergie libre de l'interface devient négligeable, comparativement à l'énergie libre volumique, puisqu'elle représente une faible fraction de l'énergie libre totale, mais ce n'est pas le cas lorsque la particule est très petite. De même, il serait surprenant que les atomes situés à la surface d'un très petit cristal aient une énergie supérieure à celle des atomes situés à la surface d'un gros cristal parce qu'une plus grande proportion d'entre eux occupe les arêtes et les sommets du cristal. L'énergie d'activation moyenne pour la capture des atomes par des petits cristaux est donc plus grande et la

transformation inverse, soit de la phase solide vers la phase liquide est plus petite, comparée à un cristal de forte taille. Ceci implique que la température d'équilibre, à laquelle le taux d'arrivée d'atomes à l'interface est égal aux taux de départ, est plus basse pour un petit cristal que pour un gros [12-14].

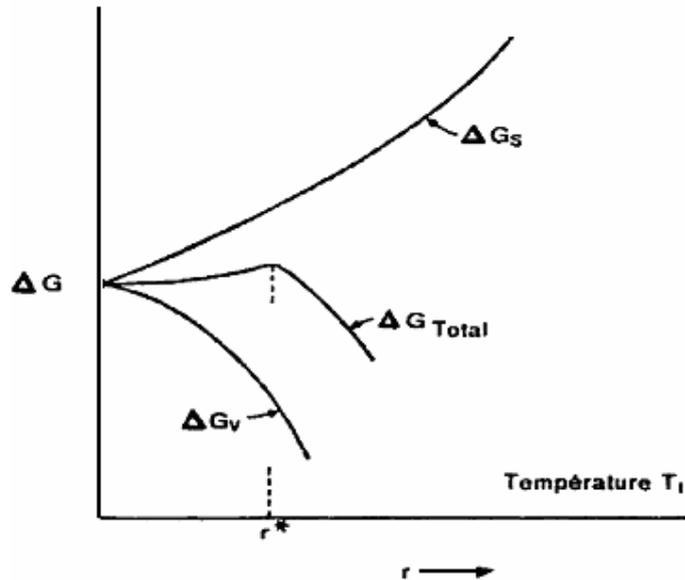
La figure 4 présente la courbe décrite par l'équation (11), en fonction du rayon de germe. On constate que  $\Delta G$  passe par un maximum. Cette valeur peut être calculée avec l'aide de la dérivée première que l'on égalise à zéro pour trouver le rayon R correspondant.

$$\Delta G_{MAX} = -L \frac{\Delta T}{T_E} \frac{4}{3} \pi r^{*3} + 4\pi r^{*2} \gamma \quad (12)$$

Où

$$r = 2\gamma \frac{T_E}{L\Delta T} \quad (13)$$

r étant le rayon critique de la particule. Par exemple, si la particule qui se forme est telle que son rayon R est plus grand que r, cela implique une diminution de  $\Delta G_{TOTAL}$  provoquée par toute augmentation du rayon R du germe. Par contre, si la nouvelle particule possède un rayon qui est inférieur à r, en obtient une augmentation du  $\Delta G_{TOTAL}$  avec le grossissement de la particule, ce qui implique que le germe est énergiquement instable. Donc, toutes les particules de taille supérieure à r survivront et croîtront, alors que les particules ayant un rayon inférieur au rayon critique auront tendance à diminuer et à disparaître, en raison de l'instabilité associée à leur énergie libre totale [11-12-13-14]



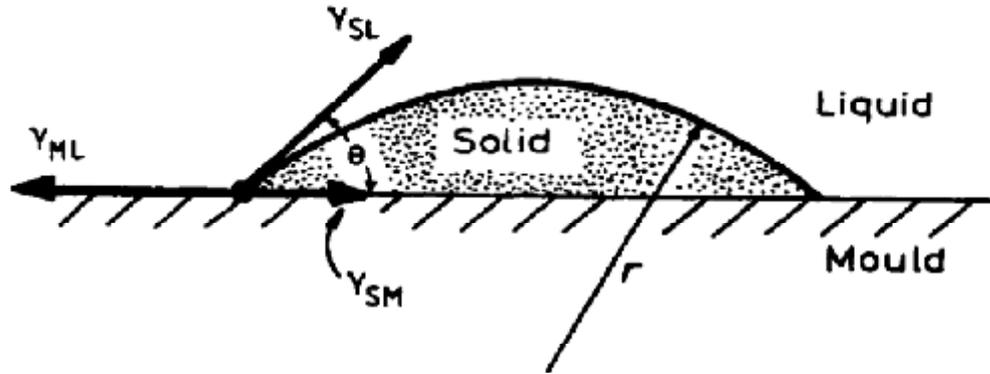
**Figure I.4** : variation de  $\Delta G$  en fonction du temps

La valeur du rayon critique théorique de l'aluminium peut être calculée à partir données théoriques. Puisque  $\gamma_{SL}$ , qui est l'énergie libre interfaciale entre la phase solide et la phase liquide, est à peu près égale à  $93 \cdot 10^{-3} \text{ j/m}^2$  [15], et que la chaleur latente de fusion est à peu près égale à  $1.07 \cdot 10^9 \text{ j/m}^3$  [16].

### **I.8 Germination hétérogène**

En pratique la germination homogène est rarement effective lors de la solidification d'un métal. La germination hétérogène existe lorsqu'il y a une imperfection dans le système. Ce défaut devient un site préférentiel pour la germination. La présence d'une imperfection crée une région de haute énergie, ce qui facilite la création d'un germe. Lorsque la germination se produit sur une substance solide, par exemple le moule ou des impuretés insolubles dans le métal, la germination est du type hétérogène. Il est indispensable que l'agent étranger soit mouillé par le métal liquide pour initier ce mécanisme de germination. Pour mesurer la facilité qu'à un métal à se prêter à la mouillabilité, la technique de l'angle de contact est utilisée afin de caractériser la tension superficielle du métal. De plus, il est important que l'angle de contact entre la matière étrangère et le métal soit petit, ce qui signifie que le liquide se solidifie rapidement au contact de la substance étrangère. Quand des surfaces étrangères ont l'effet de diminuer l'énergie libre totale d'un germe pour une taille donnée, comparé au

mécanisme homogène, la germination hétérogène sera énergiquement favorable. La condition nécessaire pour la prédominance du mécanisme hétérogène est que la tension superficielle entre le solide et le moule ( $\gamma_{SM}$ ) soit plus petite que la tension superficielle entre le solide et le liquide (voir figure 5) [11-14].



**Figure I.5 :** paramètre pour le calcul d'un angle de contact

L'équation d'équilibre pour la tension superficielle dans le cas d'un germe solide formant un angle de contact avec le bord du moule parfaitement lisse est représentée comme suit :

$$\gamma_{ML} = \gamma_{SM} + \gamma_{SL} \cos\theta \quad (14)$$

Ou encore,

$$\cos\theta = (\gamma_{ML} - \gamma_{SM}) / \gamma_{SL} \quad (15)$$

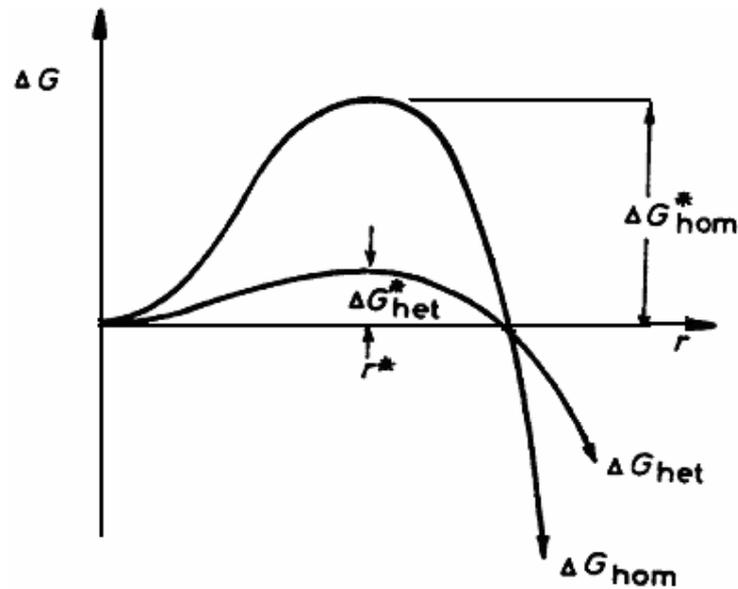
Où  $\gamma_{ML}$  est la tension superficielle entre le moule et le liquide,  $\gamma_{SM}$  la tension entre le solide et le moule et  $\gamma_{SL}$  la tension entre le solide et le liquide.

La formation d'un embryon sur une surface hétérogène sera associée à un excès d'énergie libre donnée par l'équation suivante :

$$\Delta G_{het} = -V_S \Delta G_V + A_{SL} \gamma_{SL} + A_{SM} \gamma_{SM} + A_{SM} \gamma_{ML} \quad (16)$$

Où  $V_s$  est le volume de la partie du métal solidifié sur la paroi,  $A_{SL}$  est l'aire de l'interface solide/liquide,  $A_{SM}$  est l'aire de l'interface solide/moule et  $\Delta G_V$  est l'énergie libre volumique associée au métal solide. Cette équation est composée avec la contribution des trois énergies interfaciales. Le deuxième et le troisième terme de l'équation sont dus à la création de l'interface lors de la germination. Le dernier terme est dû à la destruction de l'interface moule / liquide sur l'aire du métal solide qui vient de se former [11-14].

La comparaison entre la germination homogène et la germination hétérogène est illustrée à la Figure 6.



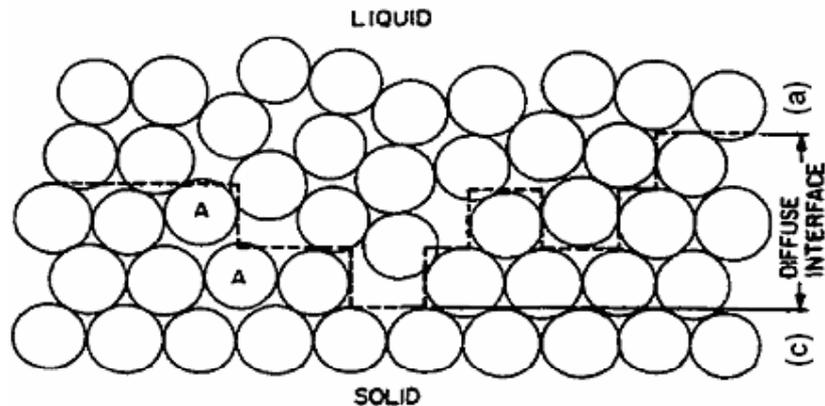
**Figure I.6 :** comparaison entre l'énergie libre de la germination homogène et la germination hétérogène

La différence entre l'énergie libre de la germination homogène et l'énergie libre de la germination hétérogène se trouve dans l'ajout du terme  $\theta$ , ce qui implique que la germination hétérogène a plus de chances de se produire que la germination homogène dans les mêmes conditions. Pour cette raison, la germination hétérogène est généralement le plus souvent observée, mais le rayon critique reste le même pour les deux types de germination.

## I.9 Croissance des grains

Le phénomène de croissance des grains s'explique par la migration des atomes de la phase liquide vers la phase solide. Le mode de croissance d'un grain est défini par le type

d'interface solide/liquide. Il existe deux différentes structures atomiques pour créer la surface entre la phase liquide et la phase solide. L'interface solide/liquide appelée douce ou plate met à contribution une seule couche d'atome faisant la démarcation entre les deux phases. L'interface solide/liquide appelée rugueuse ou à interface diffuse représente, quant à elle, une interface où la transition est composée de plusieurs couches d'atomes [1-17].



**Figure I.7 :** description schématique des deux types d'interface  
a) empilement atomique sur une interface diffuse  
b) interface diffuse  
c) interface lisse

Dû à la différence dans la structure atomique des deux types d'interfaces, la croissance du grain peut prendre deux voies différentes. L'interface diffuse impliquera un processus de croissance continue alors que l'interface plate provoquera un processus de croissance latérale [11-17-18].

Dû à la migration des atomes, la particularité du processus de croissance continue signifie que les atomes de la phase liquide peuvent être acceptés à tous les sites à la surface du grain solide. Dans ce cas, aucune direction de croissance en particulier n'est privilégiée. La croissance latérale, par contre, est créée par la présence de sites préférentiels pour les atomes se liant à la surface solide, ce qui formera une direction privilégiée pour la croissance du grain.

### **I.9.1 Structure de solidification**

Lorsqu'un métal ou un alliage est coulé dans un moule avec lequel il n'est pas susceptible de réagir et que sa température est de beaucoup inférieure à la température d'équilibre, ou de solidification, le métal en contact avec le moule est très rapidement refroidi au-dessous de la température du liquidus. Dans ce cas, la surfusion est insuffisante pour la germination d'un grand nombre de cristaux qui croissent ensuite dans le liquide environnant, sous forme de dendrites. Sur les parois du moule se crée un squelette dendritique qui se garnit d'une masse solide et continue de croître dans des directions privilégiées. Ces cristaux sont habituellement petits et orientés au hasard. Ils constituent ce que l'on appelle la zone de trempe de la structure.

Le remplissage des espaces interdendritiques par la croissance d'une masse polycristalline continue fait apparaître une surfusion structurale lorsque le liquide s'y prête. Alors, les cristaux continuent de croître sous forme de dendrites. Plus l'axe de croissance dendritique est proche de la perpendiculaire à la paroi du moule (donc, aux isothermes), plus la surfusion nécessaire à la croissance est faible. Dans le solide formé, les cristaux dont l'axe dendritique est perpendiculaire aux isothermes vont s'élargir aux dépens des autres. Plusieurs cristaux disparaissent peu à peu. Le nombre de cristaux diminue donc progressivement, leur taille augmente et la dispersion de leurs orientations est de plus en plus faible. L'explication du fait que les cristaux de la zone basaltique (columnar zone) ont leur axe de croissance dendritique perpendiculaire à la croissance du moule est donnée par le mécanisme de croissance sélective. L'évolution du phénomène est limitée par la germination de nouveau cristal dans le liquide restant. Cette germination se produit lorsque la surfusion structurale atteint une certaine valeur, variable suivant l'efficacité des catalyseurs de germination. Les nouveaux cristaux se développent d'abord en un squelette dendritique, et l'espace libre entre les cristaux se remplit ensuite par la progression d'une interface continue. Ces cristaux de forme équiaxe sont orientés au hasard : la zone se nomme zone équiaxe (ou central zone) et elle n'apparaît pas dans les métaux purs.

### **I.9.2 Direction cristallographiques préférentielle**

Lorsqu'une protubérance apparaît par hasard sur l'interface, cette partie aura tendance à croître plus vite dans le liquide si son extrémité est dans une région où la surfusion est importante. Ainsi la chaleur latente qui se dégage va diminuer l'importance de la surfusion au niveau de l'interface principale.

Les protubérances, lors de la croissance latérale, se développent sous forme de pointes puisque la croissance du grain se développe dans une direction privilégiée. Cette direction suit la direction du flux de chaleur. Il est possible de faire une analogie avec une branche (qui devient un tronc) sur laquelle se développent de nouvelles branches. Cette structure ramifiée s'appelle dendrite. L'une des caractéristiques de ces dendrites est qu'elles croissent selon des directions cristallographiques bien déterminées. Lors de la croissance des cristaux, le gradient de température a été inversé pour donner naissance à une croissance dendritique, et le liquide a été décanté pour faire apparaître les dendrites qui en résultent. En dépit du fait que l'écoulement de chaleur est identique dans les cristaux, les orientations sont différentes. Dans chaque cas, les dendrites sont orientées dans la direction de l'arête du cube pour le cristal correspondant. Pour l'aluminium, l'axe privilégié est [001] [11-12-13-14].

## CHAPITRE II

### **RESULTATS BIBLIOGRAPHIQUES CLASSIQUES SUR LES ALLIAGES Al-Cu ET TECHNIQUES DE SOLIDIFICATION RAPIDE**

II.1 Introduction	..26
II.2 Caractéristiques de l'aluminium	...26
II.3 Les alliages aluminium-cuivre	.26
II.4 Microstructure des alliages aluminium-cuivre	.27
II.5 Procédés de solidification rapide	..31
II.5.1 Atomisation	..31
II.5.1.1 Atomisation en atmosphère inerte	32
II.5.1.2 Atomisation par centrifugation	.32
II.5.2 Refusion par laser	.33
II.5.3 solidification rapide sur roue	....34
II.5.3.1 Rotating water spinning	.34
II.5.3.2 Melt extraction	..35
II.6 Solidification des rubans	.....36
II.6.1 Rubans étroits	...36
II.6.2 Rubans larges	.....37
II.6.2.1 Méthode du jet confiné	.37
II.6.2.2 Méthode du "melt-drag"	...38
II.7 Modèle théorique de la formation d'un ruban	.....38

## II.1 Introduction

Le but de ce chapitre est, en premier lieu, de donner une définition générale sur le matériau utilisé (Al-Cu), sa solidification dite rapide par rapport à la solidification " normale ". Puis, quelques procédés classiques permettant d'accéder à cette solidification rapide seront présentés, avec une description plus approfondie des possibilités offertes par la solidification rapide sur roue (meltspinning) des matériaux.

## II.2 Caractéristiques de l'aluminium

L'élément aluminium a été découvert en 1825. C'est l'élément métallique le plus présent à la surface de la terre. Sa production représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal (et ses alliages) arrive en seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit sa place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable. Les conductivités électrique (62 % de celle du cuivre) et thermique de ce matériau sont élevées. De plus, sa masse volumique de  $2,7 \text{ g.cm}^{-3}$  fait de lui un matériau léger et de ce fait très intéressant, notamment pour des applications dans le secteur de l'aéronautique. Néanmoins, l'utilisation de l'aluminium pur reste limitée en raison de ses propriétés mécaniques médiocres (par exemple, pour l'aluminium à 99,5 % :  $R_{P0.2} = 10-20 \text{ MPa}$ ,  $R_m = 70-80 \text{ MPa}$ ,  $A \% = 50-60$  et  $E = 65-70 \times 10^3 \text{ MPa}$ ).

Ainsi, il apparaît intéressant et nécessaire de développer des alliages d'aluminium ; le choix des éléments d'additions se fait dans le but d'obtenir une amélioration de certaines caractéristiques par rapport aux propriétés de l'aluminium pur. Il existe de nombreux domaines d'applications pour ces alliages et de nombreuses nuances ont donc été développées afin de satisfaire les caractéristiques requises. La modification de la composition chimique d'un alliage dans le but d'améliorer une performance donnée s'accompagne souvent d'une chute en ce qui concerne une autre propriété.

## II.3 Les alliages aluminium-cuivre

Il existe environ 310 alliages d'aluminium différents. Certains alliages possèdent des caractéristiques mécaniques qui répondent très bien aux besoins du domaine aéronautique, comme par exemple l'alliage 2024 utilisé dans les structures des avions et le revêtement de leur fuselage. L'aéronautique est donc un grand "consommateur" d'alliages d'aluminium.

Les différents alliages à base d'aluminium sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en 8 séries en fonction des éléments d'alliages principaux (Tableau I-1)

Série	Alliage correspondant
1000	Aluminium pur (>99 at %)
2000	Aluminium-Cuivre
3000	Aluminium-Manganèse
4000	Aluminium-Silicium
5000	Aluminium-Magnésium
6000	Aluminium- Magnésium-Silicium
7000	Aluminium-Zinc
8000	Autres alliages d'aluminium

**Tableau II.1.** dénomination des différents alliages d'aluminium

Parmi ces huit classes, une autre distinction peut être faite entre les alliages non trempant et les alliages trempant. Les alliages non trempant correspondent aux séries 1000, 3000 et 5000 (alliages sans durcissement structural) et les alliages trempant à durcissement structural, aux séries 2000, 6000 et 7000. Selon la classe d'alliages envisagée, différentes méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques peuvent être adoptées.

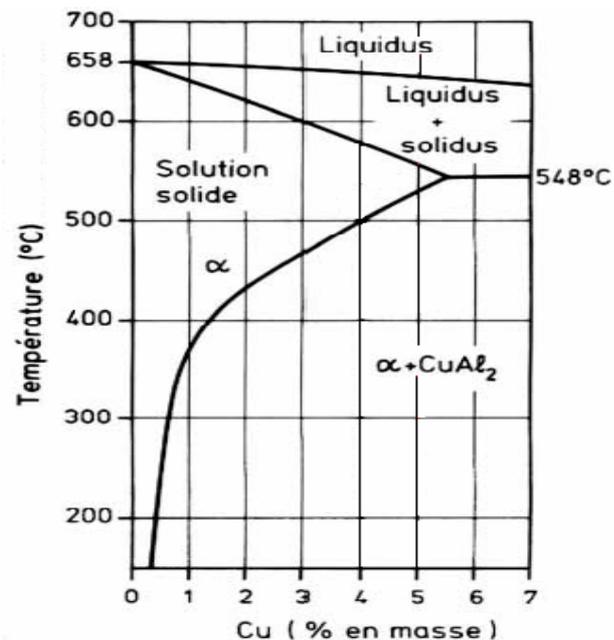
En effet, en ce qui concerne les alliages non trempant, trois méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques existent : le durcissement de solution solide, le durcissement par les précipités ou le durcissement par écrouissage.

Pour les alliages trempant, d'un point de vue général, la principale méthode de durcissement correspond à un traitement thermique, appelé traitement de durcissement structural. Un matériau peut aussi être durci par traitement mécanique : on parle alors de durcissement par écrouissage. Le processus de durcissement structural permet d'améliorer nettement les propriétés mécaniques des alliages en conduisant à la formation de précipités mécaniques durcissants. Cette modification de la microstructure du matériau s'accompagne souvent d'une chute à la corrosion.

#### **II.4. Microstructure des alliages aluminium-cuivre**

La plupart des alliages d'aluminium utilisés dans les structures aéronautiques sont des alliages à durcissement structural, comme ceux de la série 2000. Les caractéristiques mécaniques des alliages de la série 2000 sont accrues en raison de la fine précipitation d'une seconde phase. Ce type d'alliages est donc constitué d'une matrice, qui correspond à une solution solide de cuivre dans l'aluminium, et de précipités durcissants tels que la phase  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

Des observations en microscopie électronique en transmission des alliages de la série 2000 montrent que la présence de précipités intragranulaires voire intergranulaires [19]. En effet, le diagramme de phases du binaire Al-Cu (Figure I.1) montre que la solubilité du cuivre dans l'aluminium décroît de manière appréciable lorsque la température chute. Cette observation est à l'origine du traitement de durcissement structural.

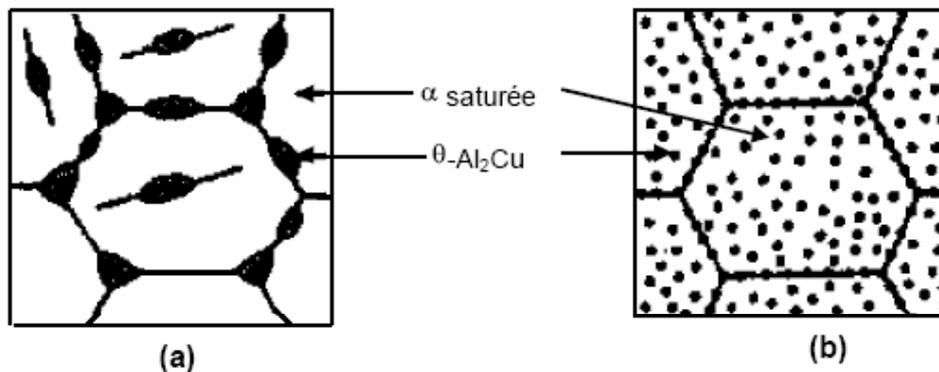


**Figure II.1** : diagramme de phase Al-Cu

Intéressons nous de nouveau plus particulièrement à l'alliage Al-Cu. Le diagramme de phases du binaire Al-Cu nous indique qu'entre 500 et 580 °C, l'alliage Al- 4 % masse Cu est monophasé : il s'agit d'une solution solide désordonnée d'aluminium dans laquelle le cuivre est en substitution (phase  $\alpha$ ). En dessous de 500°C, l'alliage devient biphasé et les deux phases,  $\alpha$  et  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  coexistent. Il y a donc précipitation de phase  $\theta$  dans la solution  $\alpha$ . Au fur

et à mesure que l'alliage est refroidi (on considère un refroidissement lent pour être le plus proche possible des conditions d'équilibre), la proportion de  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu augmente. A la température ambiante, les pourcentages massiques d'équilibre sont de 93 % de phase  $\alpha$  et de 7 % d'Al<sub>2</sub>Cu [20]. La solubilité de l'élément cuivre dans l'aluminium (phase  $\alpha$ ) est d'environ 0.02 % à la température ambiante.

La morphologie de la précipitation ainsi que les proportions respectives des différentes phases susceptibles d'être observées varient selon le mode de refroidissement de l'alliage. Dans le cas d'un refroidissement rapide, ils sont fins et très rapprochés [20]. Ainsi la microstructure obtenue à température ambiante dans un alliage Al - 4 % pds Cu par refroidissement lent à partir de 550 °C (a) ou par refroidissement rapide à partir de 550 °C (b) [20] varie de manière considérable comme le montre la Figure I.3.



**Figure II.2 :** microstructure d'un alliage Al- 4 % pds Cu obtenue soit par refroidissement lent (a), soit par refroidissement rapide (b) [20].

Dans le cas d'un refroidissement lent, l'enthalpie libre de précipitation et le taux de germination sont faibles. Pour assurer la proportion d'équilibre en  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, les rares germes doivent croître en de gros précipités très distants les uns des autres. Les dislocations n'ont pas de mal à contourner ces précipités et l'alliage ainsi obtenu a de faibles caractéristiques mécaniques. Si au contraire, on refroidit l'alliage rapidement, la structure obtenue est beaucoup plus fine. Comme l'énergie motrice est élevée, le nombre de germes l'est aussi. Les précipités, quoique petits, sont très rapprochés. Les dislocations mobiles ont du mal à les franchir et l'alliage est ainsi plus dur. Si on refroidit trop rapidement, on n'a pas de précipitation du tout. Cependant, il est possible d'augmenter considérablement la dureté de

l'alliage en lui faisant subir un vieillissement. Ce procédé, dit de durcissement structural, est donc basé sur un traitement thermique de l'alliage en trois étapes :

⇒ Première étape : mise en solution à 550°C de manière à dissoudre totalement l'élément cuivre dans l'aluminium.

⇒ Deuxième étape : trempe à l'eau ou à l'huile jusqu'à température ambiante. On obtient ainsi, à température ambiante, une solution solide fortement sursaturée.

⇒ Troisième étape : traitement de revenu à des températures comprises entre 100 et 190 °C pendant des durées variant classiquement de 1 à 100 jours.

Lors du revenu, il y a décomposition de la solution solide sursaturée  $\alpha$  ; la séquence de précipitation des alliages binaires Al-Cu suit généralement le schéma suivant :

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

A partir de la solution solide sursaturée  $\alpha$  dans laquelle les atomes de cuivre sont en substitution et répartis au hasard [20], des zones de Guinier- preston (GP) germent sous forme de disques. Les faces des disques (diamètre environ 10 nm) sont aussi cohérentes avec la matrice. Les côtés de ces disques (épaisseur environ 1nm) sont aussi cohérents mais présentent une forte déformation [20].

Une nouvelle étape est atteinte lorsque certaines zones GP croissent pour former les précipités  $\theta''$ . Parallèlement à cela, d'autres zones GP se dissolvent et le cuivre ainsi libéré est incorporé par diffusion aux précipités  $\theta''$  qui grossissent [20]. La phase  $\theta''$  se présente aussi sous forme de disques dont les faces sont cohérentes avec la matrice (diamètre environ 100 nm, épaisseur environ 10 nm). Les côtés des disques le sont aussi mais l'écart paramétrique entre la phase  $\theta''$  et la matrice est tel que cette évolution métallique génère des contraintes élastiques de cohérence.

Par la suite, des précipités  $\theta'$  germent sur les dislocations de la matrice. Les précipités  $\theta''$  se dissolvent alors et le cuivre libéré est incorporé à la phase  $\theta'$  qui grossit [20]. Les faces des disques sont cohérentes avec la matrice mais les côtés de ces disques ne le sont plus (diamètre environ 1 $\mu$ m). La phase d'équilibre correspond aux précipités  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu qui germent aux joints de grains et aux interfaces  $\theta'$ /matrice [20]. Les précipités  $\theta'$  se dissolvent et le cuivre est transféré vers la phase  $\theta$  qui précipite.

La phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu est complètement incohérente avec la matrice. Ces précipités ne croissent plus sous forme de disque, mais sous forme de globules.

Le durcissement des alliages de la série 2000 et l'amélioration de leurs propriétés mécaniques sont essentiellement dus à la précipitation des zones GP ou des phases  $\theta''$  et  $\theta'$ .

En effet, le durcissement de l'alliage dépend de la taille, de la morphologie et de la distribution des précipités, ces différents paramètres influençant l'interaction précipités / dislocation.

## **II.5 Procédés de solidification rapide**

En pratique, au moins trois conceptions différentes sont possibles pour obtenir de la solidification rapide :

- imposer une forte surfusion avant la solidification : ex. atomisation.
- Imposer une grande vitesse de déplacement de l'interface solide-liquide lors de la solidification : ex. refusion par laser.
- Imposer une grande vitesse de refroidissement lors de la solidification : ex. meltspinning.

Parmi de nombreux procédés technologiques associés à la solidification rapide, quelques techniques dominantes représentant des concepts ci-dessus seront présentées. Une description plus détaillée, concernant également d'autres techniques, est donnée.

### **II.5.1 Atomisation**

Le procédé d'atomisation fait partie des méthodes de pulvérisation qui consistent à fragmenter du métal liquide en gouttelettes par un jet de fluide (gaz, liquide ) ou par impact contre une plaque réfrigérante.

Le but recherché est d'obtenir des particules liquides en surfusion avant germination et d'assurer par la suite une bonne extraction de la chaleur latente lors de la solidification. Les vitesses typiques de refroidissement, qui dépendent fortement de la taille des gouttelettes, sont de l'ordre de  $10^4$  K/s.

Durant la solidification, le gradient thermique  $G$  à l'interface solide-liquide est négatif, ce qui conduit à une croissance équiaxe de la microstructure. La vitesse de croissance est maximum au début de la transformation et ralentit en cours de solidification en raison du rejet de la chaleur latente.

Les paramètres importants du processus sont la surfusion initiale, la taille des particules, les coefficients de transfert thermique et les relations cinétiques entre la surfusion et la vitesse

de croissance. A ce propos, Levi et Mehrabian [21] ont proposé différents modèles de solidification de particules sphériques en surfusion.

Quant aux applications industrielles de ces particules, elles sont diverses, allant du combustible pour les Space Shuttle [NASA, 1980] à la fabrication par frittage d'ailettes de turbines à gaz [Mayfield, 1981].

Notons l'apparition récente sur le marché du procédé « Osprey » qui consiste à projeter de manière continue, sur un substrat en mouvement, des particules liquides atomisées par un gaz. Ces particules sont compactées sur le substrat sous l'effet de leur impulsion et forment ainsi une billette qui sera par la suite extrudée, puis usinée.

Il existe de très nombreuses méthodes, et nous citerons que les principales :

### II.5.1.1 Atomisation en atmosphère inerte

Le métal est pulvérisé et refroidi directement par le gaz à la sortie du creuset (Figure II.3).

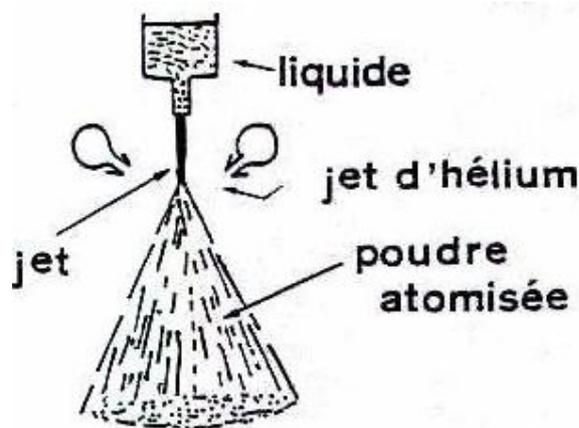


Figure II.3 : atomisation sous flux d'hélium

### II.5.1.2 Atomisation par centrifugation

Le métal liquide est pulvérisé par l'intermédiaire d'une coupelle en rotation avant d'être refroidi par le jet de gaz (Figure II.4).

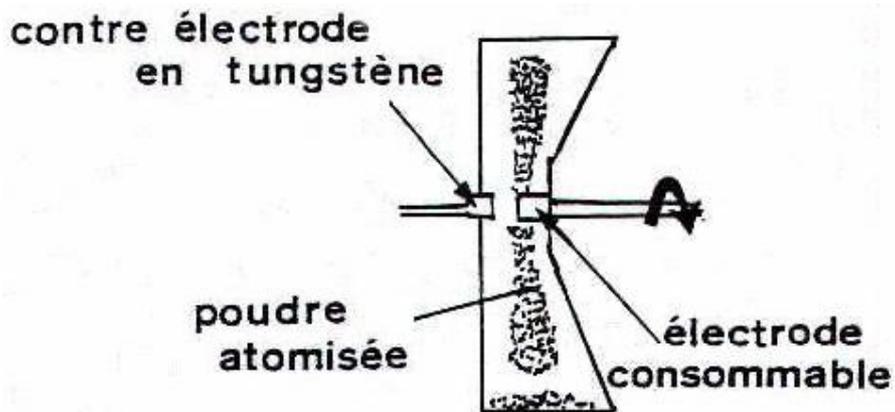


Figure II.4 : atomisation à électrode tournante

### II.5.2 Refusion par laser

Dans le domaine du traitement de surface des matériaux, le laser est un nouvel outil très promoteur. En combinant les divers paramètres que sont la puissance, l'intensité du faisceau et la vitesse de déplacement de la pièce sous le faisceau, un cycle thermique bien défini est imposé à l'endroit désiré. Suivant les températures atteintes localement, le matériau peut subir une transformation de phase liquide-solide (Figure II.5) (refusions de la surface suivie d'une solidification rapide).

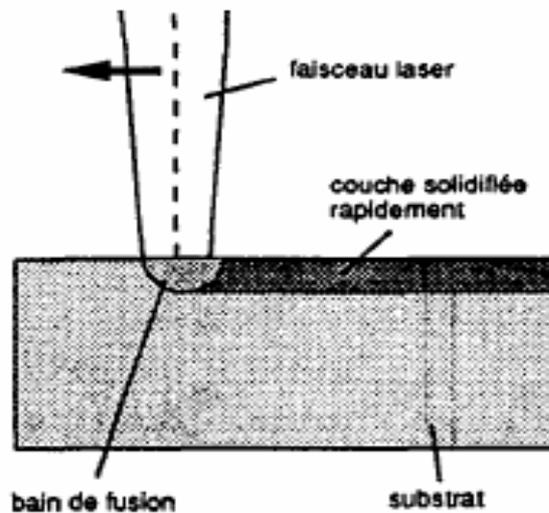


Figure II.5 : refusion par laser

Lors d'un traitement de refusion superficielle, le liquide se solidifie de manière épitaxiale à partir de son propre substrat. Il n'y a donc aucune barrière de germination à franchir et les microstructures sont liées uniquement à des phénomènes de croissance. De par ce contact parfait, l'extraction de la chaleur est déterminée par la conductibilité thermique du matériau et non plus par transfert thermique, ce qui permet une solidification rapide. Un avantage de la refusion laser est de pouvoir déterminer expérimentalement la vitesse de solidification et de la corréler localement avec la taille de la microstructure.

### **II.5.3 Solidification rapide sur roue (Meltspinning)**

Cette technique consiste à projeter un jet liquide contre une roue en rotation dans le but d'imposer une grande vitesse de refroidissement lors de la solidification. On obtient ainsi des rubans en continu pouvant atteindre plusieurs centimètres de longueur.

Au début du processus de solidification, des grains équiaxes avec différentes orientations cristallographiques germent sur la surface de la roue. Par une croissance compétitive, seuls les grains orientés préférentiellement par rapport au flux de chaleur subsistent, conduisant à la formation d'une structure colonnaire ( $G > 0$ ). Lorsque le ruban quitte la roue, les échanges thermiques avec l'air ambiant peuvent parfois inverser le signe du gradient, ce qui entraîne à nouveau l'apparition d'une microstructure équiaxe.

Les paramètres physiques importants du procédé sont le coefficient de transfert de la chaleur entre le métal liquide et le substrat et l'épaisseur du produit formé, qui dépend fortement de la vitesse de rotation de la roue. Avec ce procédé, les vitesses de refroidissement sont de l'ordre de  $10^6$  K/s.

D'un point de vue industriel, les applications directes de ce type de produit concernent principalement la fabrication d'éléments à propriétés magnétiques. Parfois ces rubans sont d'abord broyés en petites particules, puis frittés. L'avantage par rapport au procédé d'atomisation est que ces particules possèdent une structure initiale plus fine due aux vitesses de refroidissement plus élevées lors de la fabrication des rubans.

Nous citerons quelques procédés :

#### **II.5.3.1 Rotating water spinning**

Très proche de la trempe sur roue classique, ce procédé utilise la force centrifuge d'un tambour tournant à grande vitesse pour entraîner le liquide de trempe (Figure II.6). Ce procédé s'applique aussi bien à la production de matériaux microcristallins qu'amorphe.

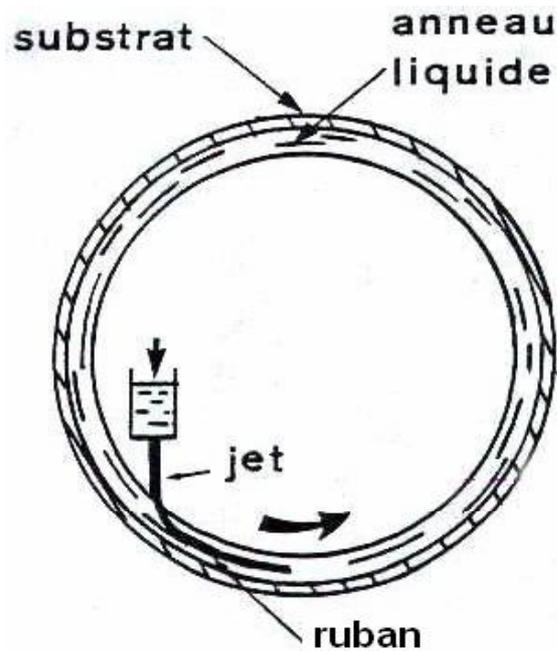
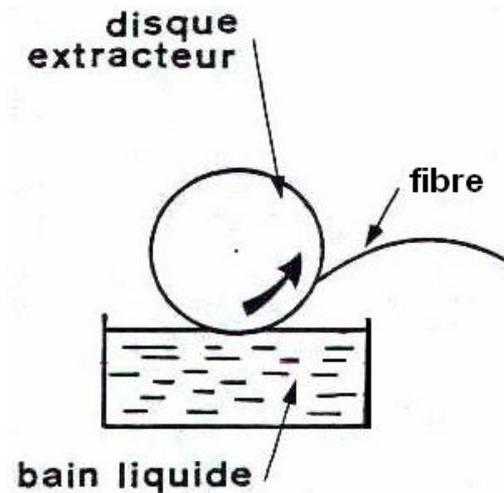


Figure II.6 : rotating liquid spinning

### II.5.3.2 Melt extraction

Le principe de ce procédé consiste à faire affleurer la jante d'un disque tournant à grande vitesse à la surface d'un bain métallique liquide pour en extraire par solidification une fibre (Figure II.7)



**Figure II.7** : crucible melt extraction

## **II.6 La solidification des rubans**

Le procédé d'élaboration des rubans par hypertrempe depuis l'état liquide est connu depuis longtemps, puisqu'on en trouve la trace dès 1908 [22].

Ce procédé a connu un développement important avec la découverte des matériaux amorphes qui, élaborés par trempe sous forme de rubans, sont actuellement produits à l'échelle industrielle.

Toutefois, indépendamment des amorphes métalliques, le développement des techniques de trempe depuis l'état liquide a également permis l'apparition d'une nouvelle classe de matériaux : les matériaux microcristallins.

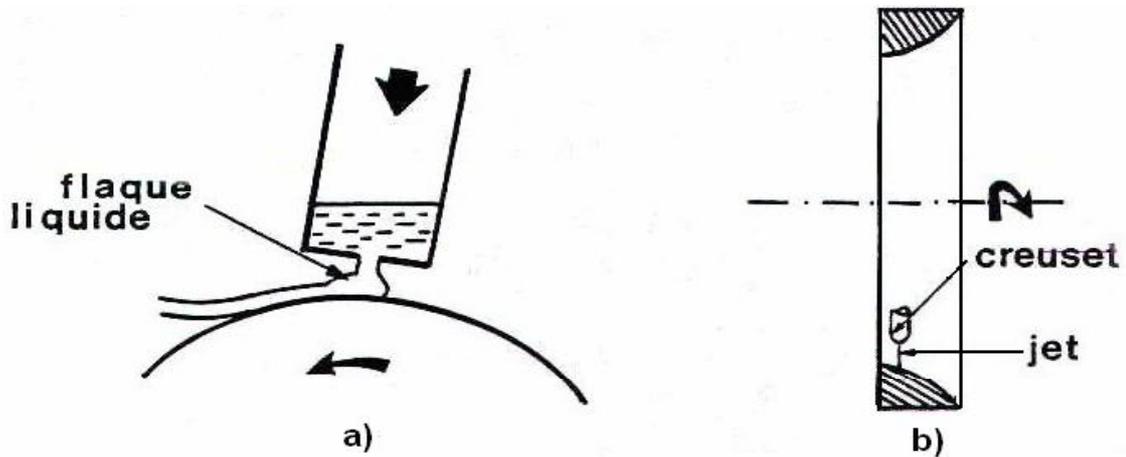
### **II.6.1 Rubans étroits**

Comme le procédé d'élaboration des rubans étroits est historiquement le plus ancien, il fait donc l'objet de nombreuses descriptions dont nous ne citerons que les plus récentes. Ce procédé utilise la force d'impact d'un jet de métal liquide pour imposer un contact thermique avec le substrat (Figure II.8a).

Le fort potentiel d'échange thermique du procédé permet l'amorphisation des alliages et de traiter les alliages à haut point de fusion tels que les superalliages.

Dans le cas le plus courant « outer melt spinning », le jet est projeté sur la surface externe d'un tambour (Figure II.8a).

Toutefois, pour accroître le temps de contact et ainsi augmenter la durée des échanges thermiques, une seconde version utilise la face interne du tambour « inner melt spinning », qui possède alors un profil approprié (Figure II.8b).



**Figure II.8** : schéma de principe de l'hypertrempe, sur rouleau a), centrifuge b).

Cette technique d'élaboration présente cependant l'inconvénient de limiter la largeur des rubans. On a tenté d'utiliser cette technique pour fabriquer des rubans larges. Le principe consiste alors à éjecter plusieurs jets parallèles sur le substrat, mais ce système est peut stable et difficile à régler.

## II.6.2 rubans larges

### II.6.2.1 Méthode du jet confiné

Pour produire des rubans larges, la veine de métal liquide doit avoir une section rectangulaire. Dans le procédé du jet confiné « planar flow casting », le métal est injecté sous pression entre la surface du tambour et le fond du creuset situé à proximité de celle-ci (Figure II.9). Cette technique relativement récente fut initialement développée pour la confection de rubans amorphes dont la largeur correspond à la longueur de la buse choisie.

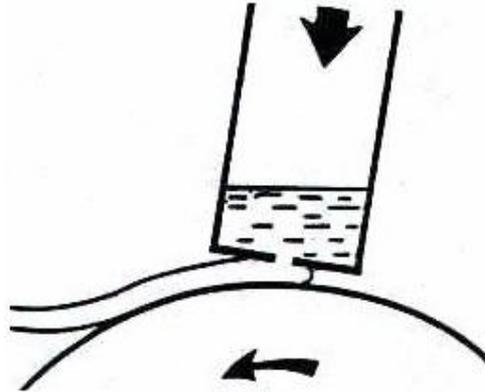


Figure II.9 : schéma de principe du jet confiné

### II.6.2.2 Méthode du " melt drag "

Le procédé de « melt drag » diffère du jet confiné par l'alimentation en métal liquide, qui se fait par l'entraînement d'un ménisque (Figure II.10). L'absence de pression limite le contact thermique et réserve plutôt ce procédé aux matériaux qui ne réclament pas une vitesse de trempe aussi rapide que les matériaux amorphes.

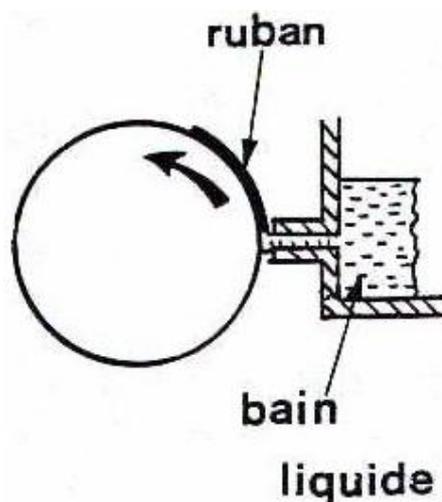
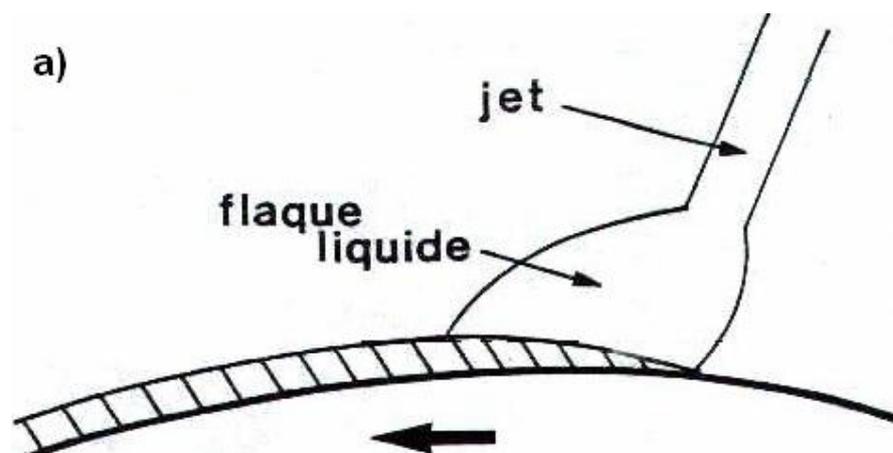


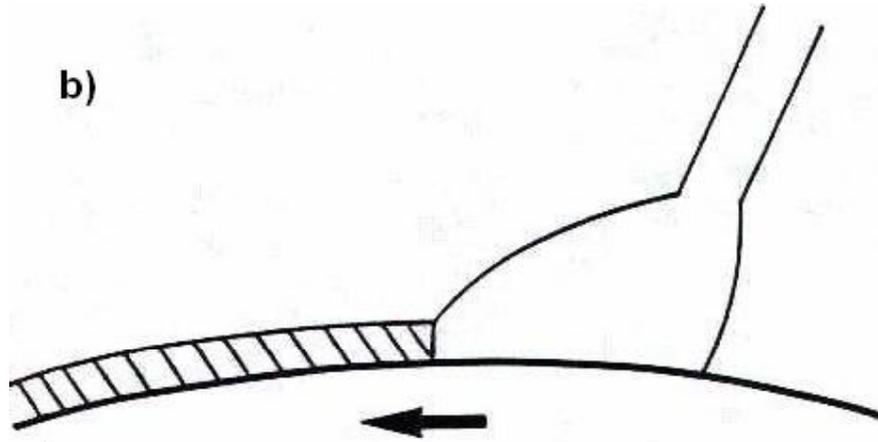
Figure II.10 : schéma de principe du « melt drag process »

## II.7 Modèle théorique de la formation d'un ruban

Comme le métal liquide est projeté sur une surface froide en rotation, il existe à l'intérieur de la flaque des transferts d'ordre thermique et hydrodynamique. En conséquence, on distingue deux limites pour décrire la formation d'un ruban. Le premier modèle considère que les échanges thermiques contrôlent la géométrie des rubans (Figure II.11a). Dans ce modèle, une couche limite thermique ( $\delta T$ ) se crée dans la flaque et conduit, lorsque la température du métal liquide devient inférieure au solidus, à la propagation du front de solidification. L'épaisseur finale du ruban est alors apparemment égale à l'épaisseur de la couche solidifiée pendant le temps de présence du métal dans la flaque liquide. Ce modèle a été étudié par Hillman et Hilzinger [23]. Le second modèle considère pour sa part que la formation du ruban est contrôlée par le transfert d'énergie cinétique (Figure II.11b). En effet, la surface de la roue entraîne le métal liquide et une couche limite hydrodynamique ( $\delta M$ ) se forme dans la flaque. Cette couche est entraînée hors de la flaque et se solidifie en aval. Ce concept a été étudié par Vincent et Davies [24].



a) modèle de la couche limite thermique



b) Modèle de la couche limite cinétique

**Figure II.11** : schéma de principe de la formation du ruban à partir de la flaque liquide

# **CHAPITRE III**

## **TECHNIQUES D'ÉLABORATION DES ALLIAGES ET METHODES D'ANALYSES**

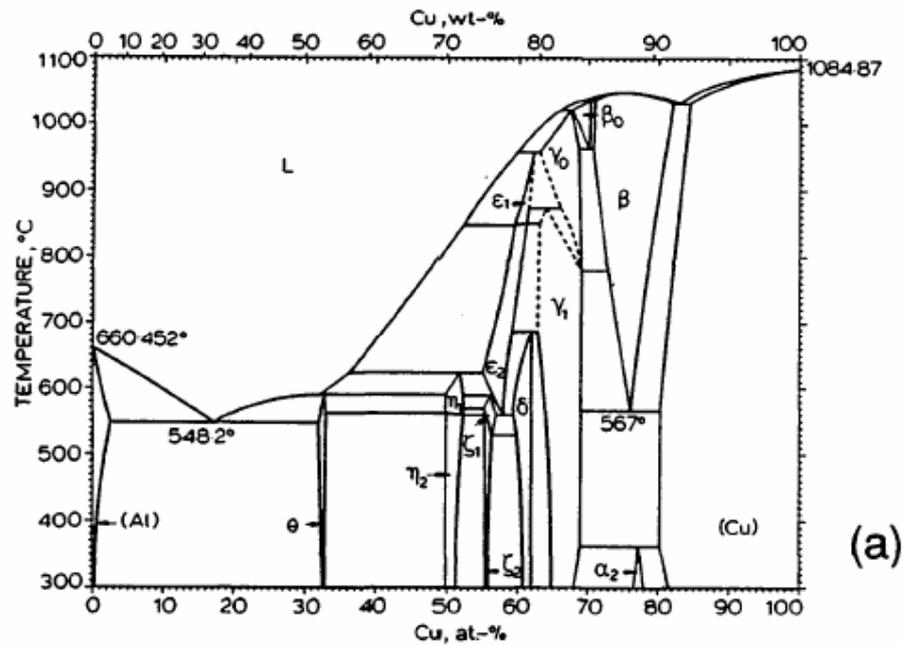
III.1 Choix de l'alliage	....42
III.2 Elaboration des alliages	.....43
III.3 Appareillage pour solidification rapide	.43
III.3.1 Le four électrique	....45
III.3.2 La roue (substrat)	....45
III.3.3 Le tube en quartz	....45
III.3.4 Le moteur électrique .....	45
III.4 Elaboration des échantillons .....	.46
III.5 Conditions techniques de réglage	.....47
III.6 Méthodes d'analyses et préparation des échantillons.....	48
III.6.1 Méthodes d'analyses	.....48
III.6.2 Préparation des échantillons	.....50

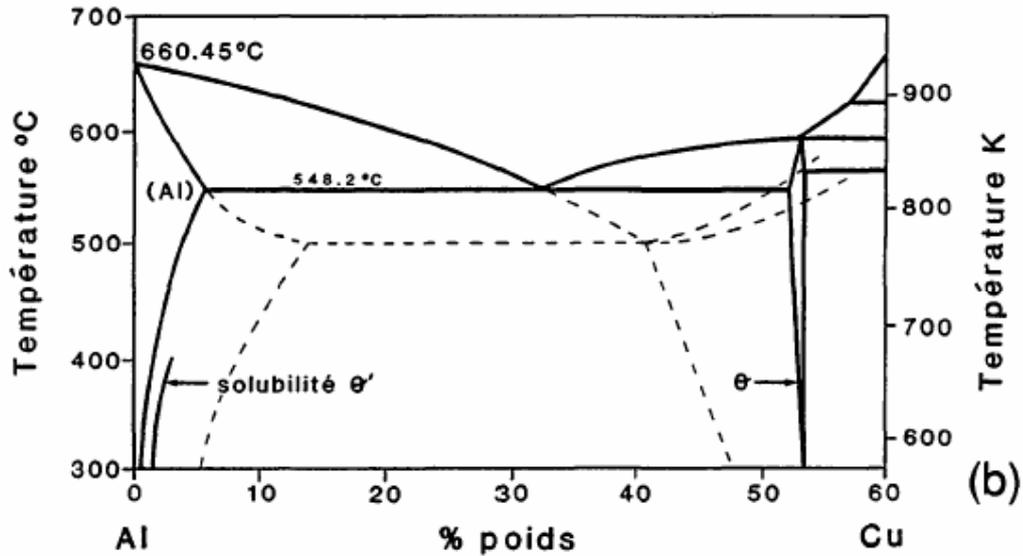
### III.1 Choix de l'alliage

Le choix des alliages pour cette étude s'est porté sur le système binaire Al-Cu et ternaire Al-Cu-Zn. Les raisons qui justifient ce choix sont les suivantes :

- C'est un système de référence pour les études théoriques sur la solidification rapide,
- La température de fusion n'est pas élevée,
- Les constantes thermodynamiques sont relativement bien connues,
- Le diagramme de phase stable (pour la partie riche en Al) a été déterminé très précisément, par des observations expérimentales et par des calculs thermodynamiques.

La figure III.1a, présente le diagramme de phases stable Al-Cu d'après Murray [1985]. La figure III.1b, montre la partie riche en aluminium avec l'hypoeutectique considéré ou les traitillés représentent le diagramme métastable entre les phases  $\alpha$ -Al (cfc), et Cu (cfc), comme calculé par Murray.





**Figure III.1 :** (a) diagramme de phase Al-Cu d'après Murray [1985]. (b) partie du diagramme riche en Al avec, en traitillé, le diagramme métastable entre les phases  $\alpha$ Al et Cu, comme proposé par Murray.

### III.2 Elaboration des alliages

Les différents alliages hypoeutectiques Al-Cu (3, 5, 10 et 20 % pds Cu) ont été produits à partir d'aluminium et de cuivre de pureté 99,98%. On a voulu utiliser une large gamme de concentration de cuivre. Les alliages ternaires Al-Cu-Zn ont été élaborés par rajout à l'alliage binaire  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  du zinc (1 et 4 % pds Zn). Les métaux sont découpés en petits morceaux de section carré, le côté  $\leq 5$  mm puis nettoyés aux ultrasons et rincés à l'alcool. Avant leurs fusion, ils sont pesés à l'aide d'une balance de "type Mettler/AE 163" avec une précision de 0.1 mg, puis mis dans un creuset en alumine et protégés contre l'oxydation lors de la fusion par KCl en poudre. Après fusion, ces alliages sont coulés en petit lingot de 10 g environ. Les alliages élaborés subissent, avant la solidification rapide, un traitement d'homogénéisation à une température de 500°C.

### III.3 Appareillage pour solidification rapide (meltspinning)

Les essais de solidification rapide ont été effectués avec une machine de solidification rapide sur roue (meltspinning) qui peut monter en vitesse de refroidissement jusqu'à 42 m/s. Une vue générale du montage est donnée sur la figure III.3 ainsi que le schéma cinématique de la machine sur la figure III.2.

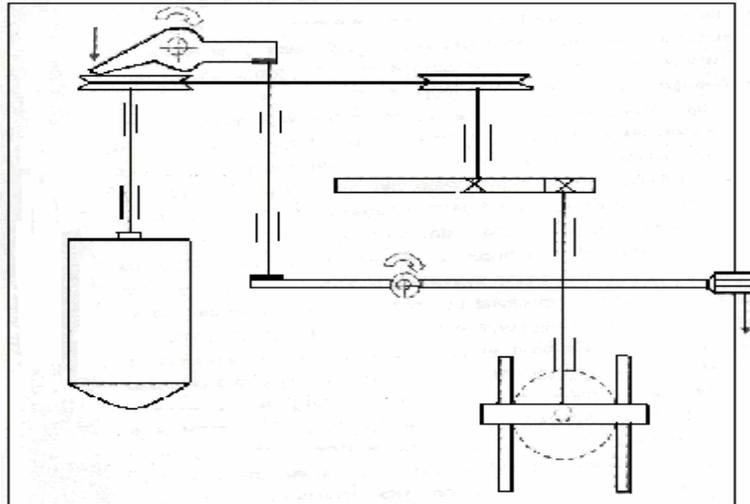


Figure III.2 : représentation schématique de la machine de trempe rapide montrant le variateur de vitesse



Figure III.3 : vue générale sur la machine de solidification rapide utilisée.

Les principaux éléments de cette machine sont :

### **III.3.1 Le four électrique**

C'est un four à résistance électrique de forme cylindrique (diamètre = 220 mm, hauteur = 250 mm). Il se compose d'une pièce maîtresse, une brique réfractaire à l'intérieur de laquelle passe un tube en quartz contenant l'alliage à fondre et autour de laquelle est entouré un fil résistant qui sert au chauffage. L'ensemble est enveloppé d'une couche d'amiante pour limiter d'avantage les pertes de chaleur et déposé dans une enceinte métallique en acier.

### **III.3.2 La roue (substrat)**

La roue de 200 mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur est en cuivre, bon conducteur thermique. En tournant à grande vitesse, elle est utilisée comme substrat sur laquelle est projeté le métal liquide à solidifier.

L'état de surface de la roue est très important tant pour l'aspect ruban que pour la qualité de transfert thermique entre le substrat et le ruban élaboré. Si l'état de surface de la roue n'est pas parfaitement lisse, on trouve sur la surface des rubans des cupules qui sont les traces des bulles de gaz emprisonnées au moment de la solidification. Quand l'épaisseur du ruban est faible, les cupules peuvent déboucher sur la face arrière des rubans et on obtient un ruban poreux. L'emprisonnement des bulles de gaz entre la roue et le ruban limite le coefficient du transfert thermique.

### **III.3.3 Le tube en quartz**

La fusion de nos alliages est faite dans un tube en quartz car il résiste aux hautes températures et ne réagit pas avec le métal fondu. Le tube a une longueur de 300 mm, et un diamètre de 16 mm. Il possède une ouverture en haut qui sert à mettre l'alliage à fondre à l'intérieur du tube et une buse de 1,5 mm de diamètre en bas qui sert à l'éjection de l'alliage liquide sur le substrat après fusion. L'ouverture du haut est reliée à une bouteille du gaz (Argon) qui sert à la circulation du gaz pour éjecter le métal liquide et éviter l'oxydation de l'alliage pendant la fusion.

### **III.3.4 Le moteur électrique**

Le moteur électrique qui sert à tourner la roue (substrat) possède une puissance 1,5 W et une vitesse de rotation de 1400 trs/mn qui est relativement insuffisante pour nos expériences. L'interposition d'un multiplicateur de vitesse et un variateur de vitesse nous a permis d'atteindre une vitesse de rotation maximum de 4500 trs/mn.

### **III.4 Elaboration des échantillons**

Chaque alliage (lingot) à l'état brut d'élaboration est coupé en petits morceaux, nettoyés à l'alcool et mis dans le tube en quartz ( $\phi = 16$  mm). Avant l'allumage du four, on fait circuler à l'intérieur du tube un gaz (argon) pour chasser les molécules d'oxygène et d'autres particules qui peuvent contaminer notre alliage. La fusion du métal se fait à la température de 800 °C avec un maintien de 15 mn pour homogénéiser l'alliage liquide. Moteur est mis en marche pour faire tourner la roue et le polissage et nettoyage de cette dernière est fait à l'alcool. Nous réglons la distance entre la buse du tube et la roue (~2 mm), puis nous réglons la vitesse de rotation voulue de la roue. Nous choisis cinq vitesses linéaires de la roue (10-18-25-32 et 42 m/s).

Les rubans sont élaborés en utilisant une pression d'éjection de l'alliage liquide de 0,5 à 0,7 bar ; le métal liquide est éjecté à l'aide du gaz par la buse. Selon la vitesse de refroidissement utilisée, l'épaisseur des rubans varie entre 30 à 60  $\mu\text{m}$  et leurs largeurs est d'environ 3 mm. Les échantillons (rubans) élaborés par cette technique (meltspinning) sont précisés et référenciés dans le tableau III.1 :

Echantillons	Compositions chimiques	Vitesse de la roue (m/s)
342	Al <sub>97</sub> Cu <sub>3</sub>	42
542	Al <sub>95</sub> Cu <sub>5</sub>	42
1042	Al <sub>90</sub> Cu <sub>10</sub>	42
2010	Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub>	10
2018	Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub>	18
2025	Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub>	25
2032	Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub>	32
2042	Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub>	42
142	Al <sub>79</sub> Cu <sub>20</sub> Zn <sub>1</sub>	42
144	Al <sub>77</sub> Cu <sub>19</sub> Zn <sub>4</sub>	42

**Tableau III.1** : composition et vitesse de la roue des échantillons élaborés par solidification rapide

### III.5 Conditions techniques de réglage

- 1- La surface de la roue est polie avec un papier abrasif le (800) et nettoyée à l'alcool après chaque expérience.
- 2- La distance entre la buse du tube et la surface de la roue doit être respecté (2 mm) : si elle est très rapprocher de la surface de la roue on aura un ruban confiné, si elle est très éloignée on aura un ruban épais.
- 3- Le diamètre de la buse est très important (1 à 2 mm) : très petit, il y a le problème d'éjection du liquide, très grand, le ruban est large et de mauvaise qualité (inhomogénéité en épaisseur).
- 4- La pression d'éjection du gaz doit être respecté entre (0,3 et 0,7 bars).
- 5- La vitesse de trempe est un paramètre très important dans cette technique, généralement comprise entre  $10^5$  et  $10^7$  K/s, pour des vitesses de rotation linéaires de la roue entre 30 et 42 m/s.
- 6- L'épaisseur du ruban dépend de la vitesse de trempe : plus la vitesse est grande, plus l'épaisseur du ruban est faible et inversement : elle se situe entre 20 et 60  $\mu\text{m}$ .

7- Le nettoyage des parois de la buse du tube est nécessaire après chaque opération de solidification.

### **III.6 Méthodes d'analyses et préparation des échantillons**

Pour la caractérisation de nos échantillons, nous avons utilisé les techniques expérimentales suivantes :

- analyse par diffraction des rayons X (DRX)
- analyse par calorimétrie différentielle (DSC)
- microscopie électronique à balayage (MEB)
- microdureté Vickers (HV)

#### **III.6.1 Méthode d'analyses**

Les changements de phase et la variation des paramètres du réseau après solidification rapide ont été suivis par diffraction des rayons X. Le diffractomètre utilisé est un diffractomètre à poudre automatisé (Siemens D8 Advance), muni d'une anticathode en cuivre ( $\lambda = 1,542$ ) avec un filtre de Ni, une fente de divergence de  $1^\circ$  et une fente de réception de 0,1 mm. Les rayons X diffractés sont détectés par un compteur proportionnel à gaz (Xe) et les impulsions électriques sont traitées par une chaîne électronique de comptage, ( $I = 20$  mA et  $V = 30$  kV).

Le fichier A.S.T.M nous a permis de comparer le spectre de chaque minéral avec celui enregistré.

Chaque échantillon est coupé en longueur de 10 mm, nettoyé à l'alcool et collé sur la surface du porte échantillon (10 mm<sup>2</sup>).

L'analyse calorimétrique nous a permis d'apprécier quantitativement les flux de chaleur mis en jeu lors de l'évolution des alliages dans les conditions de chauffage prédéfinie et sous atmosphère contrôlée. Nous avons utilisé un analyseur Mettler TA 400 équipé d'un processeur TAT C11, d'une cellule de mesure DSC 25 (20-750 °C) et d'un traceur Epson FX-850. La vitesse de chauffage a été choisie égale à 2 °C/min de la température ambiante à la température 500 °C.

Lors d'une réaction exothermique (formation d'une phase), le DSC enregistre un pic situé au-dessus de la ligne de base, et pour une réaction endothermique (dissolution d'une phase), il

enregistre un pic au dessous de la ligne de base. Le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme.

Cette méthode permet de suivre l'évolution structurale au cours d'un chauffage continu (traitement anisotherme).

Chaque échantillon est nettoyé à l'alcool, coupé en petit brin ou broyé en poudre, pesé en quantité de 4 à 5 mg et placé dans un creuset en alumine pour la caractérisation.

La microdureté Vickers est utilisée pour mesurer la dureté des échantillons de faible épaisseur. Elle consiste à faire une empreinte sur la surface de l'échantillon à l'aide d'une pyramide en diamant à base carrée, l'angle au sommet est de 136°, sous une charge  $P = 200\text{g}$  et un temps de 20 s.

La dureté Vickers HV est déterminée suivant la formule :

$$HV = \frac{2P \sin \frac{\alpha}{2}}{d^2} = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

Où  $P$  est la charge appliquée à la pyramide

$\alpha$ , l'angle entre les faces opposées de la pyramide ( $\alpha = 136^\circ$ )

$d$ , la moyenne arithmétique des deux diagonales de l'empreinte en mm mesurées après suppression de la charge.

Nos mesures de microdureté ont été effectuées par un microduremètre de type Durimex leitz à pénétration vickers.

La microscopie électronique à balayage a été effectuée grâce au MEB Leo-435-Vp. Les observations ont été réalisées dans des conditions standard. La surface des échantillons est balayée par un faisceau focalisé d'électrons monocinétiques accélérés à une tension de 15 KV. La pression dans l'enceinte était d'environ  $10^{-6}$  mbar.

Cet appareillage a été utilisé pour une observation plus fine des grains de chaque phase intergranulaire et intragranulaire. Il présente l'avantage de combiner observations et analyses chimiques grâce à l'analyseur couplé au microscope.

### **III.6.2 Préparation des échantillons**

Les rubans sont coupés en échantillons de longueur 10x3 mm. Compte tenu de la microstructure particulière de cet alliage, le polissage mécanique semble le plus adapté pour la préparation de la surface à observer. Ainsi, les échantillons ont été polis mécaniquement à l'aide de papier abrasif 1000, puis sur feutre à l'alumine de 12 h et 24 h. Les surfaces obtenues avaient un aspect miroir. Un dégraissage de chaque échantillon a ensuite été réalisé à l'alcool. Ces échantillons ne sont conservés que très peu de temps avant l'attaque chimique et leurs observations au MEB. Nous avons fait des observations sur la surface longitudinale et sur la section transversale des rubans.

La révélation des joints de grain et des phases de chaque échantillon est réalisée à l'aide du réactif de Keller. L'échantillon est attaqué pendant 10 s, nettoyé et séché à l'alcool.

Solution Keller :

0,5 ml acide fluorhydrique

1,5 ml acide chlorhydrique

2,5 ml acide nitrique

Eau complément à 100

Le domaine d'application de la solution de Keller est utile pour les structures micrographiques des alliages d'aluminium. Cette solution est toujours bien adaptée au cas des microstructures hypereffluées.

# CHAPITRE IV

## **ÉTUDE DE LA PRECIPITATION DES PHASES DANS L'ALLIAGE Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> EN FONCTION DE LA VITESSE DE SOLIDIFICATION**

IV.1 Introduction	.....52
IV.2 Analyse des alliages par diffraction des rayons X.	. 52
IV.2.1 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> à l'état brut	.....52
IV.2.2 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 10 m/s	.....54
IV.2.3 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 18 m/s ..	.....56
IV.2.4 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 25 m/s ...	.....58
IV.2.5 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 32 m/s ..	.....60
IV.2.6 Alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> solidifié à 42 m/s ...	.....62
IV.3 Etude des paramètres du réseau cristallin	...64
IV.4 Analyse par calorimétrie différentielle de l'alliage SR	...67
IV.4.1 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 10 m/s	.....67
IV.4.2 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 25 m/s .....	.....68
IV.4.3 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 32 m/s ...	..69
IV.4.4 Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> SR à 42 m/s .	.70
IV.4.5 Conclusion	..71
IV.5 Etude de la dureté HV de l'alliage	..71
IV.5.1 Recuits isochrones	..73
IV.5.2 Recuits isothermes	..74
IV.6 Observation par microscopie électronique à balayage MEB	..76
IV.7 Conclusion.....	80

## IV.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à la caractérisation microstructurales de l'alliage Al-20% pds Cu, solidifié rapidement à différentes vitesses de refroidissement. Le but de ce chapitre est d'essayer de déterminer l'effet de la vitesse de solidification rapide sur la morphologie des rubans élaborés et leurs microstructures par analyse de diffraction des rayons X, analyse par calorimétrie différentielle et microscopie électronique à balayage. Les propriétés mécaniques de ces rubans sont déterminées par microdureté HV.

Les échantillons utilisés sont cités dans le tableau IV.1 suivant :

Echantillons (Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub> )	Vitesses de solidification (m/s)
B20	0 (sans S.R)
2010	10
2018	18
2025	25
2032	32
2042	42

**Tableau IV.1** : notation des échantillons solidifiés rapidement à différentes vitesses

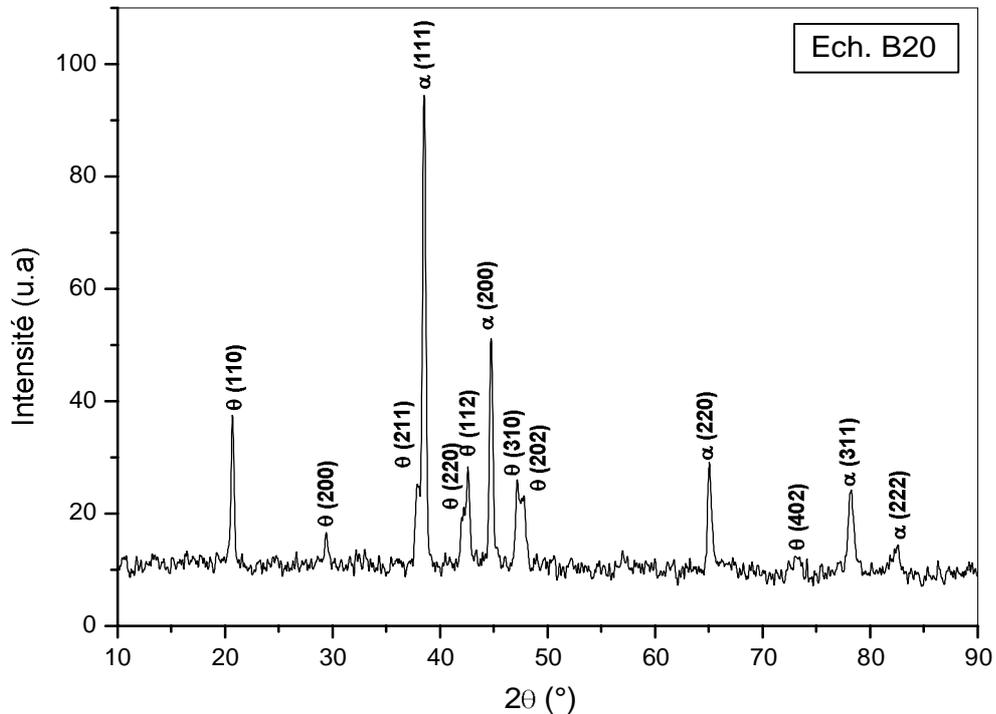
## IV.2 Analyse par diffraction des rayons X

Nous avons étudié le développement de la microstructure (changements de phases et paramètres de la maille) de chaque échantillon à partir de l'analyse des spectres de diffraction obtenus par un diffractomètre SIEMENS D8, l'anticathode est en cuivre (I = 20 mA et V = 30 kV).

### IV.2.1 Alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> à l'état brut

Le diffractogramme de l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> à l'état brut d'élaboration (B20) non solidifié rapidement est représenté sur la figure IV.1. A ce diffractogramme sont comparés les diffractogrammes du même alliage mais solidifiés rapidement à différentes vitesses de refroidissement. Les angles de diffractions des différents plans réticulaires de chaque phase

ainsi que les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  (Å) de l'échantillon B20 sont reportés dans le tableau IV.2 :



**Figure IV.1** : diffractogramme de l'échantillon B20

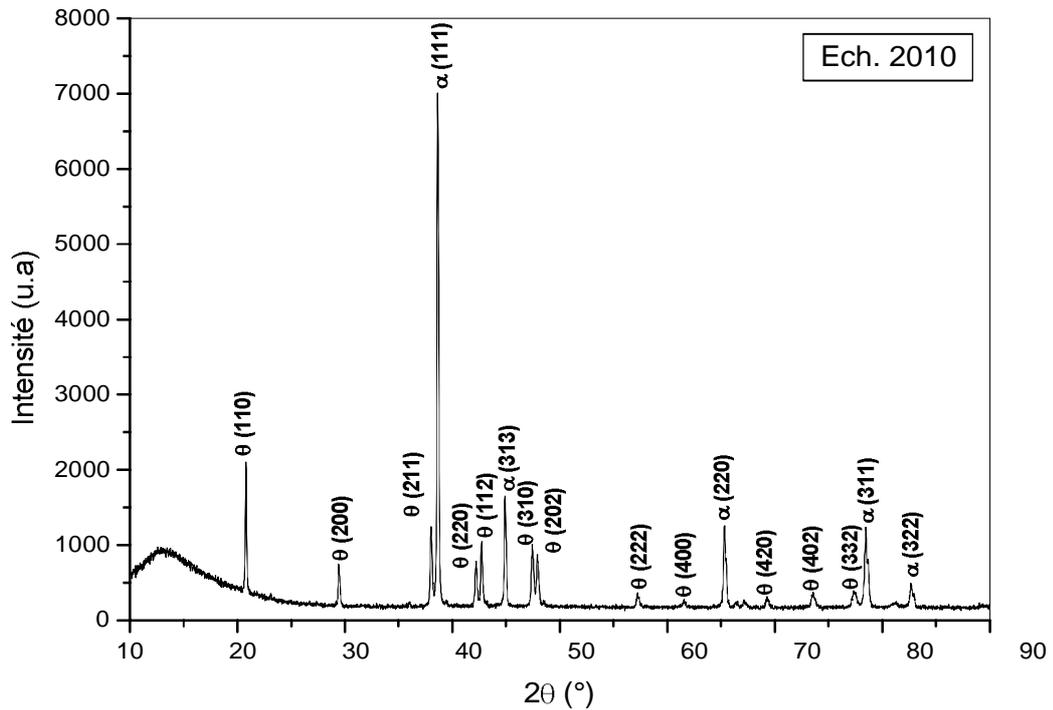
Le fichier ASTM nous permet de comparer le spectre de chaque phase du minéral Al-Cu avec celui enregistré. En fait nous sommes en présence de deux phases (tableaux IV.2) : la première phase est  $\alpha$ -Al où les atomes de Cu sont en solution solide désordonnée de substitution dans Al (cfc). La seconde phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu (tétraгонаle) est présente sous forme de précipités aux joints de grains de la matrice  $\alpha$ -Al.

Raies	$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)
1	20,650	4,296	110	$\theta$	40
2	29,417	3,032	200	$\theta$	17
3	37,900	2,371	211	$\theta$	26
4	38,490	2,336	111	$\alpha$	100
5	42,102	2,144	220	$\theta$	22
6	42,621	2,118	112	$\theta$	30
7	44,750	2,022	200	$\alpha$	54
8	47,300	1,919	310	$\theta$	27
9	47,839	1,899	202	$\theta$	24
10	65,166	1,429	220	$\alpha$	30
11	73,457	1,290	402	$\theta$	13
12	78,255	1,220	311	$\alpha$	24
13	82,460	1,167	222	$\alpha$	15

**Tableau IV.2** : dépouillement du diffractogramme des RX de l'échantillon B20.

#### IV.2.2 Alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 10 m/s

Le diffractogramme de l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> (2010) solidifié rapidement à la vitesse de 10 m/s est représenté sur la figure IV.2. Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que la distance interréticulaires  $d_{hkl}$  (Å) sont reportés dans le tableau IV.3.



**Figure IV.2** : diffractogramme de l'échantillon 2010

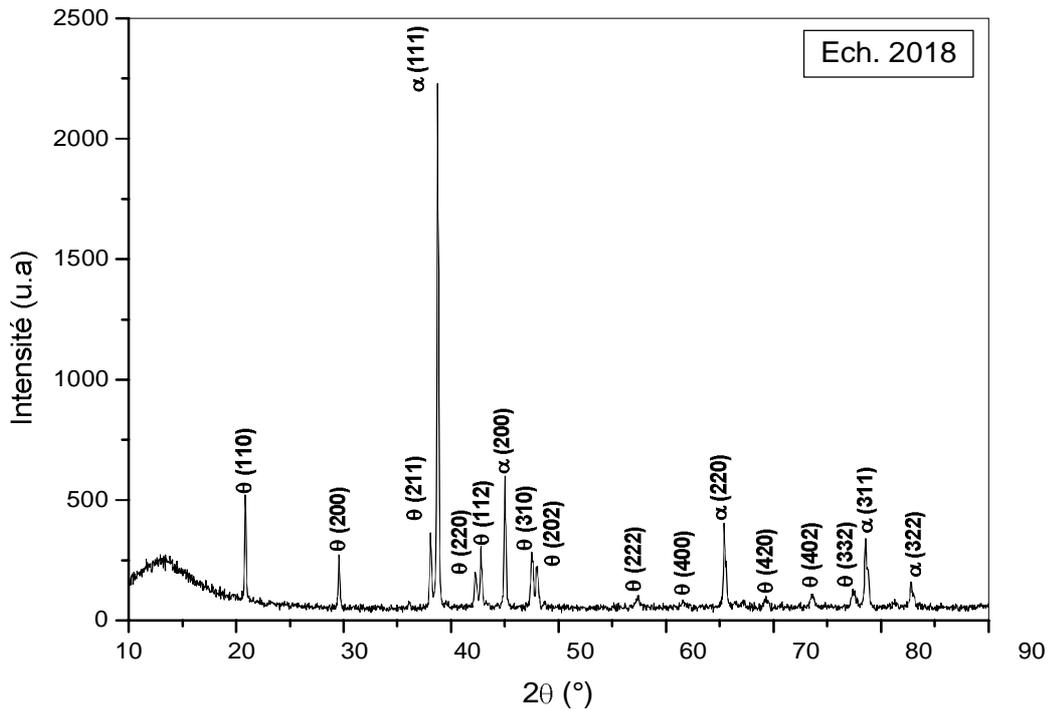
A la vitesse de solidification rapide de 10 m/s, nous remarquons dans le diffractogramme de l'échantillon 2010 que le nombre de raie de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu a augmenté par rapport au diffractogramme de l'échantillon brut B20. Ce qui explique une dispersion plus grande de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu dans l'alliage par solidification rapide. Il y a une précipitation du cuivre dans la matrice  $\alpha$ -Al pour former la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. La raie la plus intense est la quatrième raie de la phase  $\alpha$ -Al (111), ceci explique l'orientation privilégiée des grains suivant les plans de la famille (111). Nous constatons aussi les décalages des raies vers les grands angles de la phase  $\alpha$ -Al ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0.006 et 0.01) et de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,009 et 0.01) (tableau IV.3), ceci entraîne la variation des paramètres des mailles, de la phase  $\alpha$ -Al et de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Ces variations des paramètres de la maille sont dues à la formation des microcontraintes interne, probablement responsables de l'augmentation de la dureté de l'alliage (durcissement structurale).

Raies	$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,660	4,294	110	$\theta$	30	0,01
2	29,426	3,031	200	$\theta$	11	0,009
3	37,905	2,371	211	$\theta$	18	0,005
4	38,514	2,335	111	$\alpha$	100	0,024
5	42,111	2,143	220	$\theta$	11	0,009
6	42,633	2,118	112	$\theta$	15	0,012
7	44,780	2,021	200	$\alpha$	24	0,03
8	47,350	1,272	310	$\theta$	14	0,05
9	47,847	1,898	202	$\theta$	12	0,008
10	57,170	1,609	222	$\theta$	6	--
11	61,071	1,515	400	$\theta$	4	--
12	65,172	1,429	220	$\alpha$	18	0,006
13	69,214	1,355	420	$\theta$	4	--
14	73,501	1,287	402	$\theta$	5	0,04
15	77,291	1,233	332	$\theta$	6	--
16	78,268	1,22	311	$\alpha$	6	0.01
17	82,474	1,168	322	$\alpha$	18	0.01

**Tableau IV.3** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 2010

### IV.2.3 Alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 18 m/s

Après solidification rapide à la vitesse de 18 m/s, le diffractogramme de l'échantillon 2018 est représenté dans la figure IV.3. Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  (Å) sont reportés dans le tableau IV.4.



**Figure IV.3** : diffractogramme de l'échantillon 2018

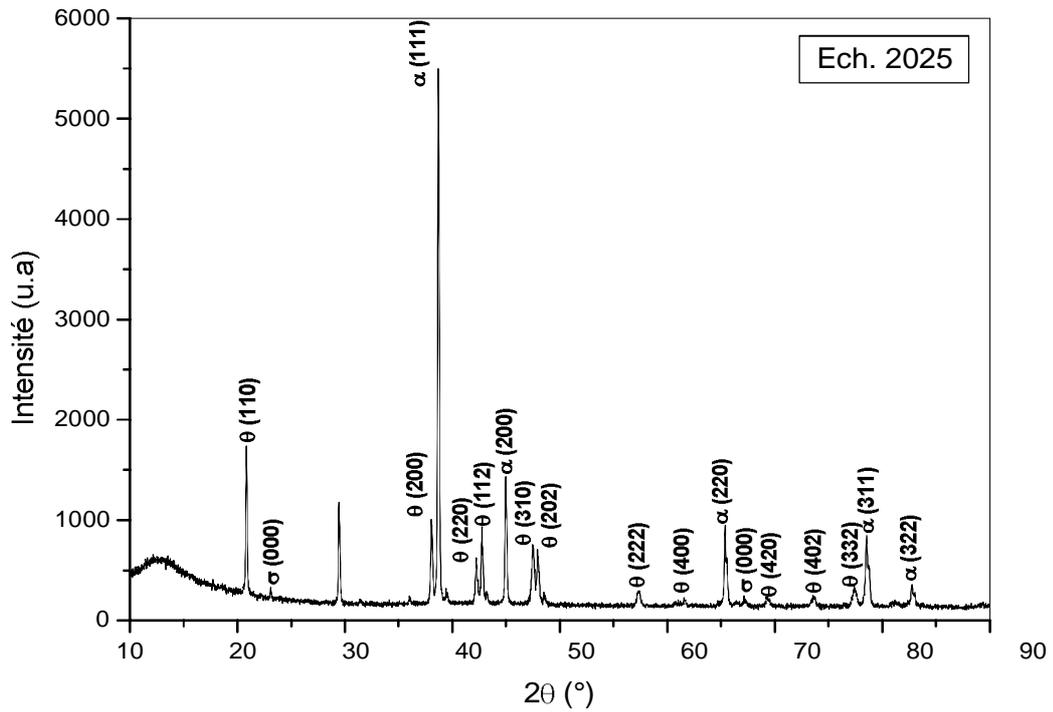
A la vitesse de 18 m/s, on note les mêmes phases que dans l'échantillon solidifié à la vitesse de 10 m/s et le nombre de raie n'a pas changé. Le décalage des raies  $\Delta 2\theta$  des deux phases vers les grands angles a augmenté par rapport aux raies de l'échantillon solidifié à la vitesse de 10 m/s : pour la phase  $\alpha$ -Al  $\Delta 2\theta$  varie de 0,016 à 0,050 et pour la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu  $\Delta 2\theta$  varie de 0,018 à 0,090. Ceci s'explique par la diminution d'avantage des paramètres de la maille des deux phases ( $\alpha$ -Al et  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu). Il y a augmentation relative des microcontraintes internes par rapport à l'échantillon brut et par rapport à l'échantillon solidifié à la vitesse de 10 m/s. On doit s'attendre à une augmentation plus grande de la dureté pour cet l'alliage.

Raies	$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,668	4,292	110	$\theta$	23	0,018
2	29,435	3,030	200	$\theta$	12	0,018
3	37,918	2,370	211	$\theta$	16	0,018
4	38,516	2,329	111	$\alpha$	100	0,026
5	42,121	2,142	220	$\theta$	9	0,019
6	42,642	2,117	112	$\theta$	14	0,021
7	44,787	2,021	200	$\alpha$	27	0,037
8	47,39	1,916	310	$\theta$	13	0,09
9	47,86	1,898	202	$\theta$	10	0,021
10	57,179	1,609	222	$\theta$	5	--
11	61,082	1,515	400	$\theta$	4	--
12	65,182	1,429	220	$\alpha$	18	0,016
13	69,210	1,355	420	$\theta$	5	--
14	73,512	1,286	402	$\theta$	5	0,050
15	77,300	1,232	332	$\theta$	6	--
16	78,280	1,219	311	$\alpha$	16	0,025
17	82,500	1,167	322	$\alpha$	8	0,040

**Tableau IV.4** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 2018

#### IV.2.4 Alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 25 m/s

Après solidification rapide à la vitesse de 25 m/s, le diffractogramme de l'échantillon 2025 est représenté sur la figure IV.4. Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  (Å) sont reportés dans le tableau IV.5.



**Figure IV.4** : diffractogramme de l'échantillon 2025

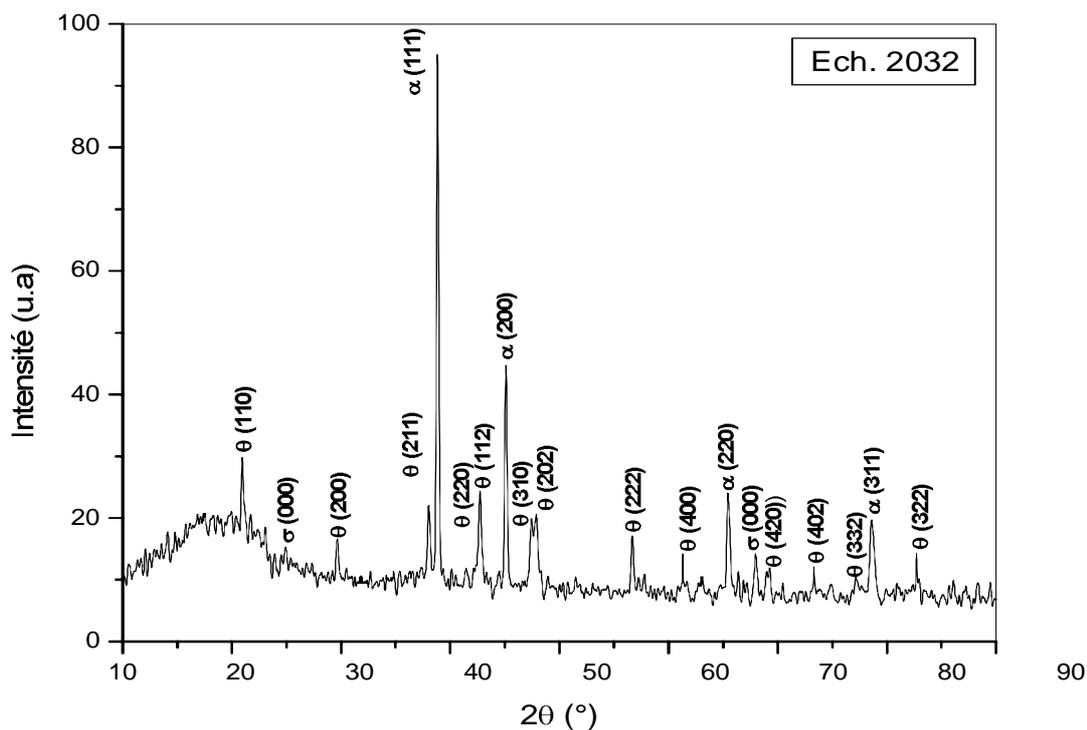
A la vitesse de solidification de 25 m/s, nous remarquons que le décalage des raies de la phase  $\alpha$ -Al vers les grands angles augmente davantage par rapport à la vitesse de solidification de 18 m/s, ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0.01 et 0.060). Mais pour la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, ce paramètre diminue légèrement ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,01 et 0,055). Par contre pour cette vitesse de solidification de 25 m/s, nous remarquons la formation d'une troisième phase  $\sigma$ -AlCu (Figure IV.4).

Raies	$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,670	4,292	110	$\theta$	32	0,02
2	23,170	3,834	$\bar{1}10$	$\sigma$	6	--
3	29,436	3,030	200	$\theta$	22	0,019
4	37,915	2,370	211	$\theta$	18	0,024
5	38,514	2,334	111	$\alpha$	100	0,02
6	42,122	2,142	220	$\theta$	11	0,02
7	42,641	2,117	112	$\theta$	17	0,041
8	44,791	2,021	200	$\alpha$	26	0,010
9	47,404	1,915	310	$\theta$	14	0,010
10	47,858	1,898	202	$\theta$	13	0,019
11	57,200	1,608	222	$\theta$	5	--
12	61,082	1,515	400	$\theta$	4	--
13	65,184	1,429	220	$\alpha$	17	0,018
14	67,585	1,384	$\bar{8}01$	$\sigma$	5	--
15	69,220	1,355	420	$\theta$	5	--
16	73,512	1,286	402	$\theta$	5	0,055
17	77,302	1,232	332	$\theta$	6	--
18	78,276	1,220	311	$\alpha$	16	0,020
19	82,519	1,167	322	$\alpha$	7	0,060

**Tableau IV.5** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 2025

#### IV.2.5 Alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 32 m/s

Après solidification rapide à la vitesse de 32 m/s, le diffractogramme de l'échantillon 2032 est représenté dans la figure IV.5. Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  (Å) sont reportés dans le tableau IV.6.



**Figure IV.5** : diffractogramme de l'échantillon 2032

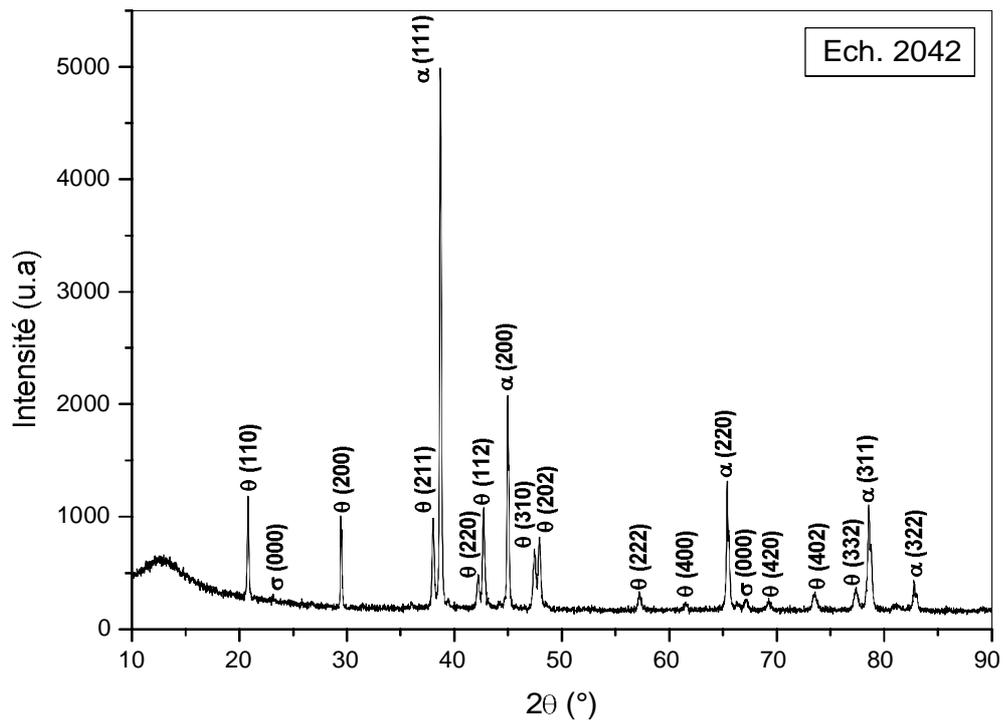
A cette vitesse de solidification (32 m/s), le décalage des raies vers les grands angles de la phase  $\alpha$ -Al diminue un peu par rapport aux raies de l'échantillon solidifié à la vitesse de 25 m/s. Mais le décalage des raies de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu augmente lui légèrement par rapport à la vitesse précédente. On remarque aussi que les raies de la phase  $\sigma$ -AlCu existent et sont décalées par rapport à celle obtenues à la vitesse de solidification de 25 m/s. Le décalage de  $\Delta 2\theta$  varie entre 0,003 à 0,11. La dureté dans ce cas serait probablement plus élevée pour cet alliage que ceux obtenues par les vitesses précédentes.

Raies	$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,690	4,288	110	$\theta$	30	0,04
2	23,280	3,706	$\bar{1}10$	$\sigma$	16	--
3	29,450	3,029	200	$\theta$	16	0,033
4	37,931	2,369	211	$\theta$	22	0,031
5	38,533	2,333	111	$\alpha$	100	0,043
6	42,135	2,142	220	$\theta$	18	0,033
7	42,670	2,121	112	$\theta$	26	0,05
8	44,800	2,020	200	$\alpha$	45	0,05
9	47,410	1,915	310	$\theta$	18	0,01
10	47,860	1,898	202	$\theta$	20	0,020
11	57,183	1,609	222	$\theta$	18	--
12	61,900	1,497	400	$\theta$	11	--
13	65,190	1,429	220	$\alpha$	26	0,024
14	67,588	1,384	$\bar{8}01$	$\sigma$	16	--
15	69,230	1,355	420	$\theta$	12	--
16	73,520	1,286	402	$\theta$	10	0,063
17	77,310	1,232	332	$\theta$	12	--
18	78,280	1,219	311	$\alpha$	19	0,025
19	82,492	1,168	322	$\alpha$	11	0,032

**Tableau IV.6** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 2032

#### IV.2.6 Alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 42 m/s

Après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s, le diffractogramme de l'échantillon 2042 est représenté dans la figure IV.6. Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que les distances interréticulaires  $d_{hkl}$  (Å) sont reportés dans le tableau IV.7.



**Figure IV.6** : diffractogramme de l'échantillon 2042

A plus grande vitesse de solidification rapide (42 m/s) le décalage des raies vers les grands angles augmente d'avantage par rapport aux raies des échantillons solidifiés aux vitesses précédentes. Les phases durcies augmentent aussi, ce qui explique l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage avec l'augmentation de la vitesse de solidification. Le décalage des raies va être expliqué par le calcul des paramètres de la maille dans le paragraphe suivant.

Raies	$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,707	4,284	110	$\theta$	24	0,057
2	23,171	3,834	$\bar{1}10$	$\sigma$	7	--
3	29,473	3,027	200	$\theta$	20	0,056
4	37,955	2,367	211	$\theta$	20	0,055
5	38,561	2,332	111	$\alpha$	100	0,071
6	42,160	2,140	220	$\theta$	10	0,058
7	42,675	2,116	112	$\theta$	22	0,054
8	44,828	2,019	200	$\alpha$	42	0,078
9	47,420	1,915	310	$\theta$	15	0,12
10	47,896	1,897	202	$\theta$	17	0,057
11	57,214	1,608	222	$\theta$	7	--
12	61,116	1,514	400	$\theta$	5	--
13	65,218	1,428	220	$\alpha$	27	0,052
14	67,602	1,384	$\bar{8}01$	$\sigma$	6	--
15	69,254	1,355	420	$\theta$	6	--
16	73,542	1,286	402	$\theta$	7	0,085
17	77,330	1,232	332	$\theta$	8	--
18	78,310	1,219	311	$\alpha$	22	0,055
19	82,519	1,167	322	$\alpha$	9	0,059

**Tableau IV.7** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 2042

### IV.3 Étude des paramètres du réseau cristallin

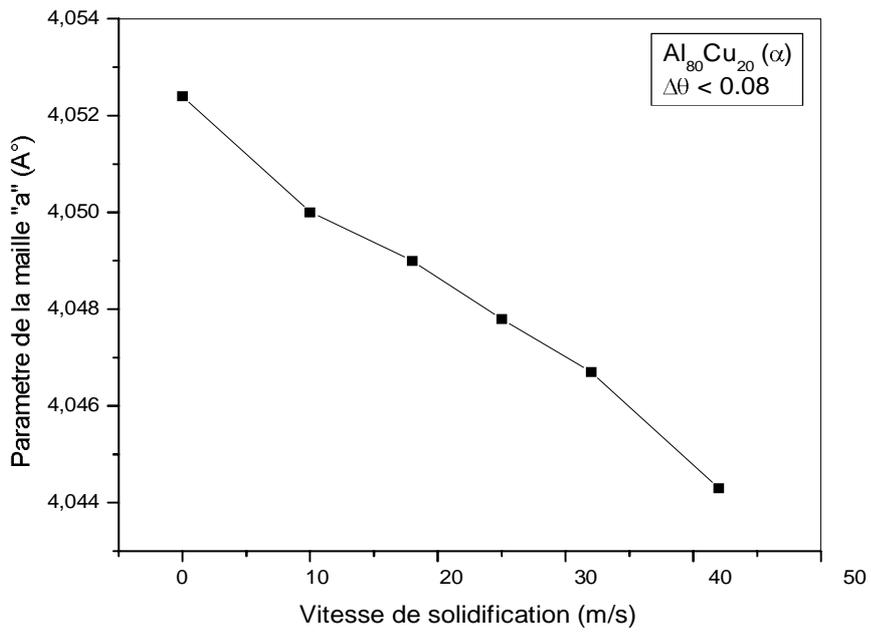
L'analyse par diffraction des rayons X nous a montré le déplacement des raies de la phase  $\alpha$ -Al et de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu vers les plus grands angles  $2\theta$  sur tous les échantillons solidifiés rapidement à différentes vitesses. Ce qui explique le changement des paramètres du réseau. Nous avons calculé les paramètres du réseau cristallin de tous les échantillons (Tableau IV.8), en utilisant le logiciel (DICVOL06) [26]. Par cette méthode, on fait entrer dans le programme tous les angles  $2\theta$  (°) des raies de chaque phase du même spectre, et le logiciel nous permet de

calculer avec précision le paramètre de la maille " a ", son volume " v " et nous précise le système de la maille.

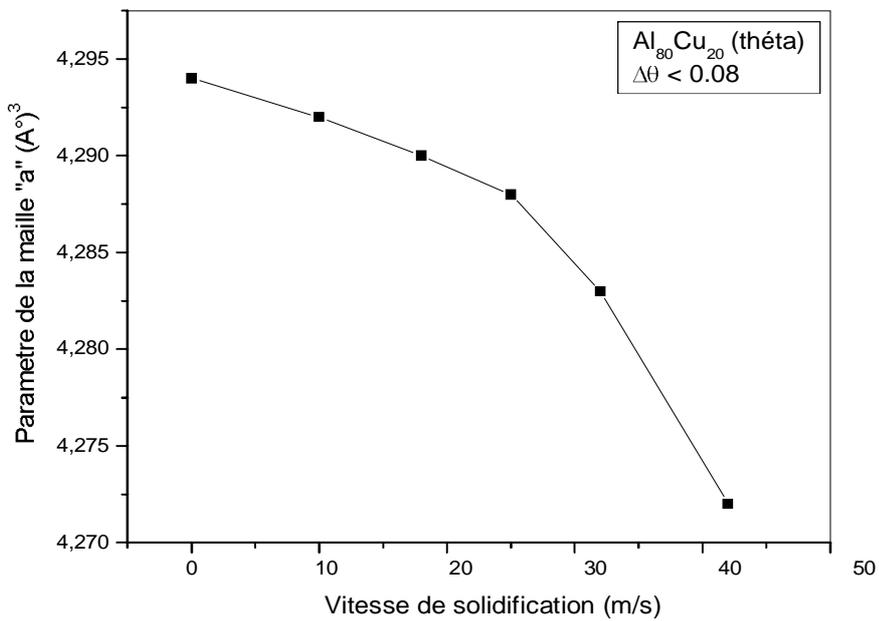
Echantillons $Al_{80}Cu_{20}$	Paramètre de la maille " a " de la phase $\alpha$ -Al	Paramètre de la maille " a " de la phase $\theta$ - $Al_2Cu$
20B	4,052	4,294
2010	4,050	4,292
2018	4,049	4,290
2025	4,047	4,288
2032	4,046	4,283
2042	4,044	4,272

**Tableau IV.8** : valeurs du paramètre cristallin des phases  $\alpha$  et  $\theta$  des échantillons SR.

Ces résultats montrent clairement la diminution du paramètre de la maille avec l'augmentation de la vitesse de solidification. Plus la vitesse de solidification est grande, plus le paramètre de la maille est petit (Figure IV.7) pour la phase  $\alpha$  et (Figure IV.8) pour la phase  $\theta$ . Cette diminution des paramètres de la maille confirment bien le déplacement des raies de la phase  $\alpha$ -Al et de la phase  $\theta$ - $Al_2Cu$  noté dans le paragraphe précédent qui traite l'analyse par diffraction des rayons X. D'après la figure IV.7 et IV.8, la diminution du paramètre "a" est linéaire, alors que pour la phase  $\theta$ , cette diminution du paramètre s'accroît d'avantage à partir de 25 m/s, ce qui semble générer la précipitation de la phase  $\sigma$ -AlCu. La solidification rapide induit une légère contraction du réseau cristallin ce qui conduit à la formation des microcontraintes internes, donc à l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage (augmentation de la dureté).



**Figure IV.7** : variation du paramètre de la maille " a " de la phase  $\alpha$  en fonction de la vitesse de solidification



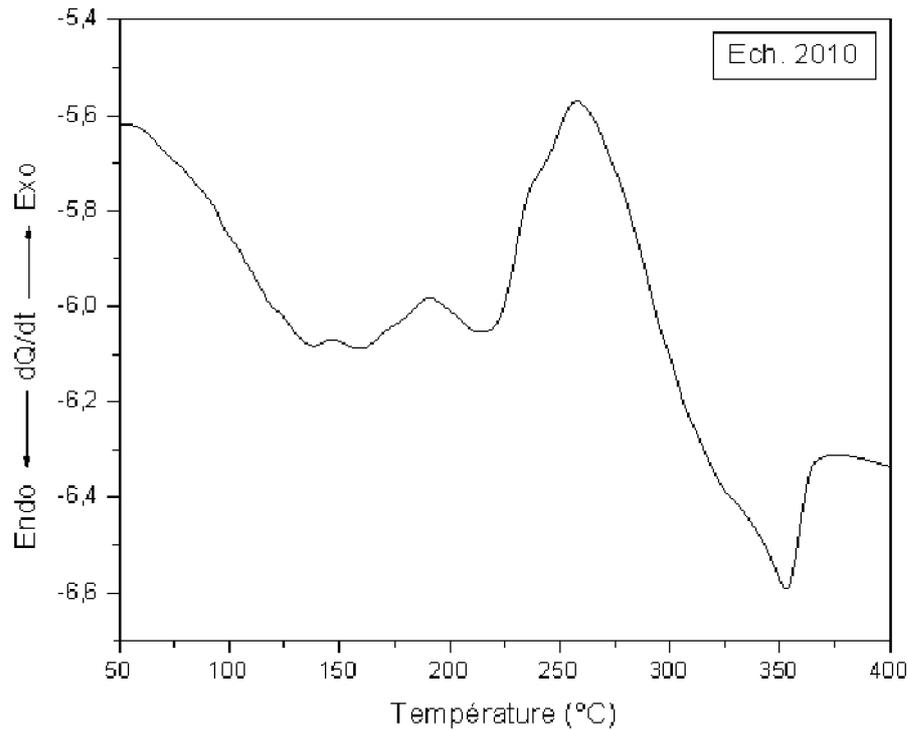
**Figure IV.8** : variation du paramètre de la maille " a " de la phase  $\theta$  en fonction de la vitesse de solidification

## **IV.4 Analyse par calorimétrie différentielle de l'alliage SR**

L'analyse par calorimétrie différentielle nous permet de suivre l'évolution structurale au cours d'un chauffage continu. Les courbes sont obtenues durant le chauffage de 50 à 500 °C, avec une vitesse de montée en température de 5 °C/min.

### **IV.4.1 Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> SR à 10 m/s**

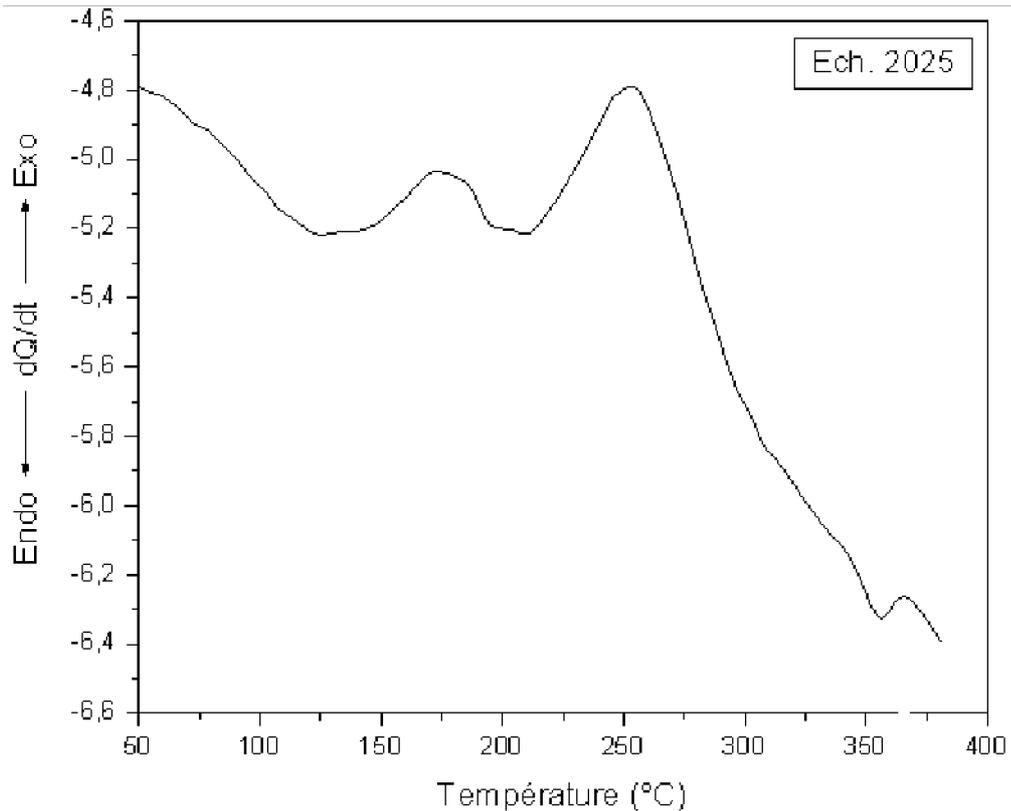
La courbe DSC de l'échantillon 2010 (Figure IV.9) révèle au cours du chauffage, un premier pic exothermique d'une grande amplitude dans l'intervalle de température [50-133°C] qui correspond à la formation de zone GP1 (zone de Guiner-Preston). Suivie d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [133-141°C] correspondant à la dissolution de cette zone GP1. Un second pic exothermique de petite amplitude dans l'intervalle de température [141-154°C] correspond à la formation de la zone GP2, suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [154-165] correspondant à la dissolution de la zone GP2. Un troisième pic exothermique dans l'intervalle de température [165-205] correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$ , suivie d'un pic endothermique [205-225°C] correspondant à la dissolution de la phase  $\theta'$ . Enfin un dernier pic exothermique de grande amplitude dans l'intervalle de température [225-326°C] correspond à la phase stable  $\theta$ , suivie d'un pic endothermique [326-366°C] correspondant à la dissolution de la phase  $\theta$ .



**Figure IV.9** : courbe DSC de l'échantillon 2010.

#### IV.4.2 Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> SR à 25 m/s

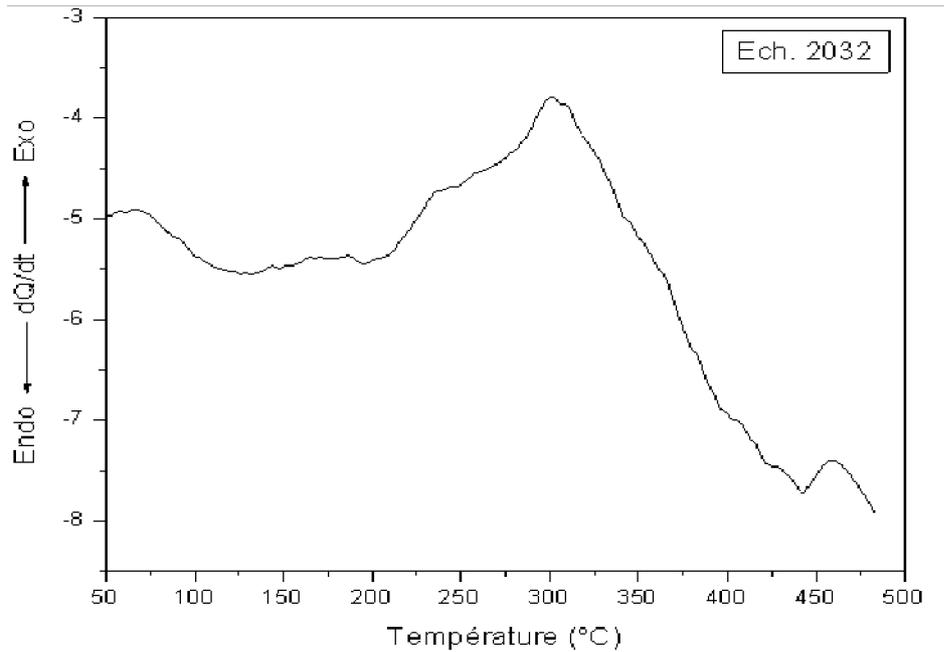
La courbe DSC de l'échantillon 2025 (Figure IV.10) révèle au cours du chauffage un premier pic exothermique d'une grande amplitude dans l'intervalle de température [50-112°C] qui correspond à la formation de zone GP1, suivie d'un pic endothermique [112-150°C] correspondant à la dissolution de cette zone GP1. Un deuxième pic exothermique dans l'intervalle de température [150-195°C] correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$ , suivie d'un pic endothermique [195-216°C] correspondant à sa dissolution. Un troisième pic exothermique de grande amplitude dans l'intervalle de température [216-341°C] correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ , suivie d'un pic endothermique [341-360°C] correspondant à sa dissolution. Un dernier pic exothermique de petite amplitude dans l'intervalle de température [360-380°C] correspond à la formation de la nouvelle phase  $\sigma$ -AlCu.



**Figure IV.10** : courbe DSC de l'échantillon 2025.

#### IV.4.3 Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> SR à 32 m/s

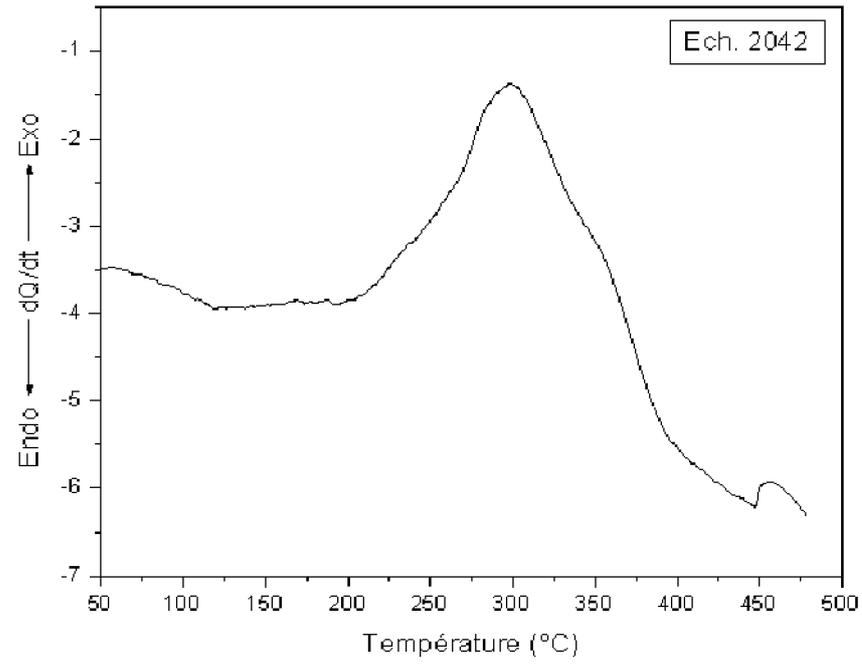
La courbe DSC de l'échantillon 2032 (Figure IV.11) révèle au cours du chauffage un premier pic exothermique de moyenne amplitude dans l'intervalle de température [50 - 105°C] qui correspond à la formation de la zone GP1, suivi d'un pic endothermique [105-143°C] correspondant à sa dissolution. Un deuxième pic exothermique de faible amplitude dans l'intervalle de [143-191°C] qui correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$ , suivi d'un pic endothermique [191-210°C] correspondant à sa dissolution. Un troisième pic d'une grande amplitude dans l'intervalle de température [210-430°C] qui correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ , suivi d'un pic endothermique [430-450°C] correspondant à sa dissolution. Un dernier pic exothermique dans l'intervalle de température [450-480°C] correspond à la formation de la phase  $\sigma$ -AlCu.



**Figure IV.11** : courbe DSC de l'échantillon 2032

#### **IV.4.4 Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> SR à 42 m/s**

La courbe DSC de l'échantillon 2042 (Figure IV.12) révèle au cours du chauffage un pic exothermique de faible amplitude dans l'intervalle de température [50-113°C] qui correspond à la formation de la zone GP1, suivi d'un pic endothermique [113-146°C] correspondant à sa dissolution. Un deuxième pic exothermique dans l'intervalle de température [146-190°C] qui correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$ , suivi d'un pic endothermique [190-204°C] correspondant à sa dissolution. Un troisième pic exothermique d'une grande amplitude dans l'intervalle de température [204-434°C] qui correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ , suivi d'un pic endothermique [434-452°C] correspondant à sa dissolution. Un dernier pic exothermique dans l'intervalle de température [452-476°C] correspondant à la formation de la phase  $\sigma$ -AlCu.



**Figure IV.12** : courbe DSC de l'échantillon 2042

#### IV.4.5 Conclusion

L'analyse par calorimétrie différentielle confirme bien la formation de la phase  $\sigma$ -AlCu à partir de la vitesse de solidification rapide de 25 m/s. Cette phase a été identifiée par l'analyse de diffraction des rayons X au chapitre précédent, où tous les diffractogrammes des échantillons solidifiés à la vitesse égale ou supérieure à 25 m/s, montrent la présence des raies de la phase  $\sigma$ -AlCu. On remarque aussi le décalage des pics exothermiques  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu vers les basses températures. La disparition des pics exothermiques des zones GP2, dans les graphes des échantillons solidifiés à partir de la vitesse de 25 m/s par rapport au diffractogramme de l'échantillon solidifié à la vitesse de 10 m/s est due probablement à la formation de la phase  $\sigma$ -AlCu. Nous allons essayer d'associer l'évolution de ces états thermodynamiques des phases en fonction de la vitesse de solidification, en étudiant leur comportement mécanique par microdureté HV.

#### IV.5 Étude de la dureté HV de l'alliage

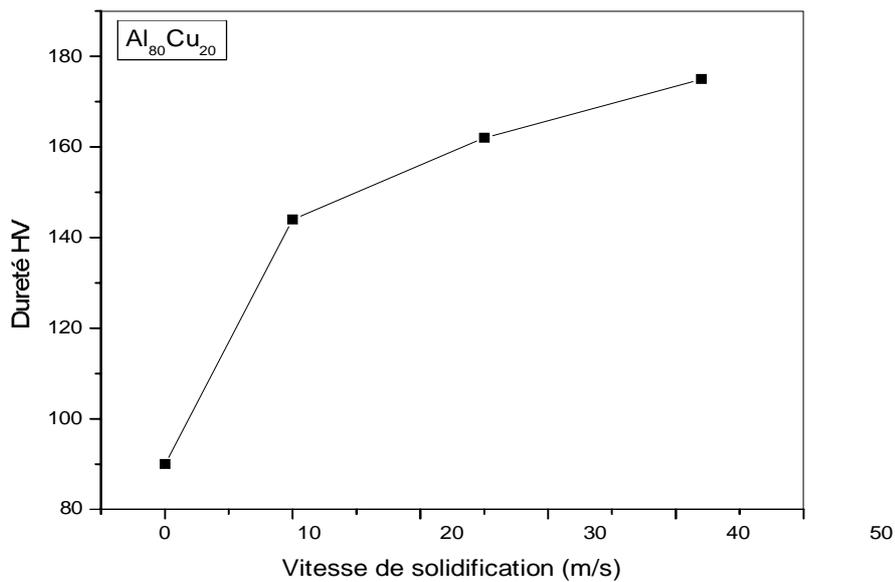
La microdureté des échantillons est mesurée à l'aide d'un microduremètre Vickers du type Zwick, relié à un microscope métallographique et un ordinateur permettant la mesure

automatique de la valeur moyenne des diagonales en  $\mu\text{m}$  et les valeurs correspondantes de la dureté HV. Nous avons mesuré la dureté de l'échantillon brut d'élaboration et celle des échantillons solidifiés rapidement à la vitesse de 10 m/s, 25 m/s et 42 m/s (Tableau IV.9).

Echantillons	Dureté HV
B20	90
2010	144
2025	162
2042	175

**Tableau IV.9** : dureté des échantillons en fonction de la vitesse de solidification

La courbe de la variation de la dureté HV en fonction de la vitesse de solidification des échantillons B20, 2010, 2025 et 2042 est représentée sur la figure IV.13 :



**Figure IV.13** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction de la vitesse

D'après ces résultats, on remarque que la dureté obtenue après solidification rapide est nettement supérieure à la dureté des échantillons bruts élaborés par solidification ordinaire. Cette augmentation de la dureté qui croît avec l'augmentation de la vitesse de solidification

confirme bien les résultats obtenus dans les paragraphes (§IV.1 et §IV.2). Ce sont surtout les précipités durcissants  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\sigma$ -AlCu et leurs interactions avec les dislocations qui contrôlent les caractéristiques mécaniques. Nous avons aussi étudié l'effet du vieillissement des échantillons, on choisissant des recuits à des température comprises entre 200 et 450°C et pendant 30 à 120 mn.

#### IV.5.1 Recuits isochrones

Les tableaux 10a, 10b et 10c représentent la variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement à des vitesses de 10, 25 et 42 m/s en fonction de la température de recuit. On remarque que la dureté des échantillons augmente légèrement à la température de recuit de 200°C par rapport à la dureté de l'échantillon sans recuit (Figure IV.13). Cette augmentation de la dureté s'explique par la coalescence de quelques précipités durcissants. Puis, la dureté diminue avec l'augmentation de la température de recuit ce qui s'attribue aux combinaisons intermétalliques qui se dissolvent. On remarque qu'à la température de recuit de 450 °C, la dureté des échantillons solidifiés rapidement retombe et atteint presque à la dureté des échantillons bruts sans recuit.

a)

Température (°C)	200	300	350	450
Dureté HV	150	115	95	88

b)

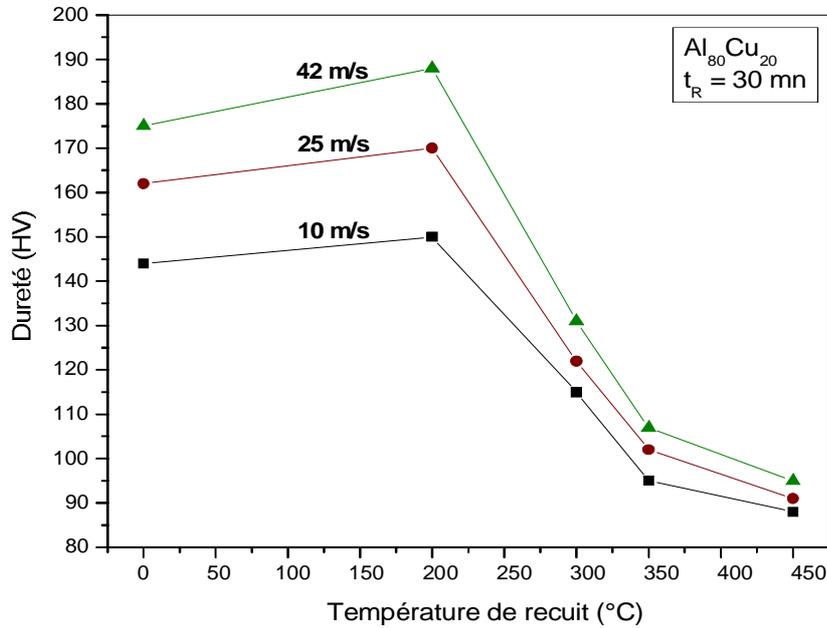
Température (°C)	200	300	350	450
Dureté HV	170	122	102	91

c)

Température (°C)	200	300	350	450
Dureté HV	188	131	107	95

**Tableau IV.10** : évolution de la dureté HV en fonction de la température de recuit, des échantillons : a) 2010, b) 2025 et c) 2042.

Sur la figure IV.14, nous avons représenté les trois courbes de dureté des échantillons 2010, 2025 et 2042 en fonction de la température de recuit.



**Figure IV.14** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction de la température de recuit.

#### IV.5.2 Recuits isothermes

Les tableaux 11a, 11b et 11c, représentent la variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement à des vitesses de 10, 25 et 42 m/s en fonction du temps de recuit. On remarque que la dureté diminue avec l'augmentation du temps de recuit. A la température de recuit (300 °C), la dureté des échantillons solidifiés à la vitesse de 25 m/s et de 42 m/s diminue lentement jusqu'au temps de recuit de 60 mn, mais pour l'échantillon solidifié à la vitesse de 10 m/s, la dureté diminue à partir du temps de recuit de 30 mn (Figure IV.15). Ceci peut être dû au temps nécessaire à la dissolution des précipités de durcissement  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et  $\sigma$ -AlCu.

a)

Temps (mn)	30	60	90	120
Dureté HV	115	85	63	59

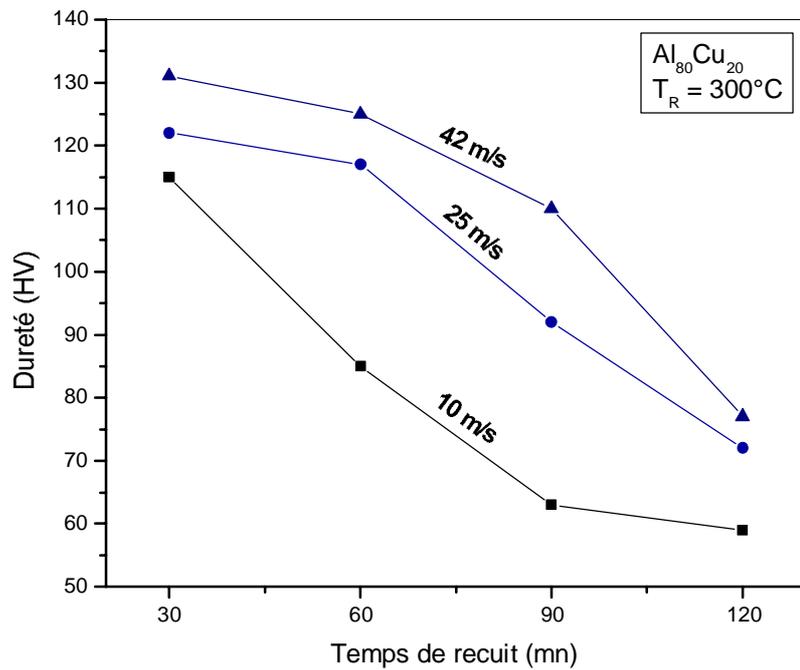
b)

Temps (mn)	30	60	90	120
Dureté HV	122	117	92	72

c)

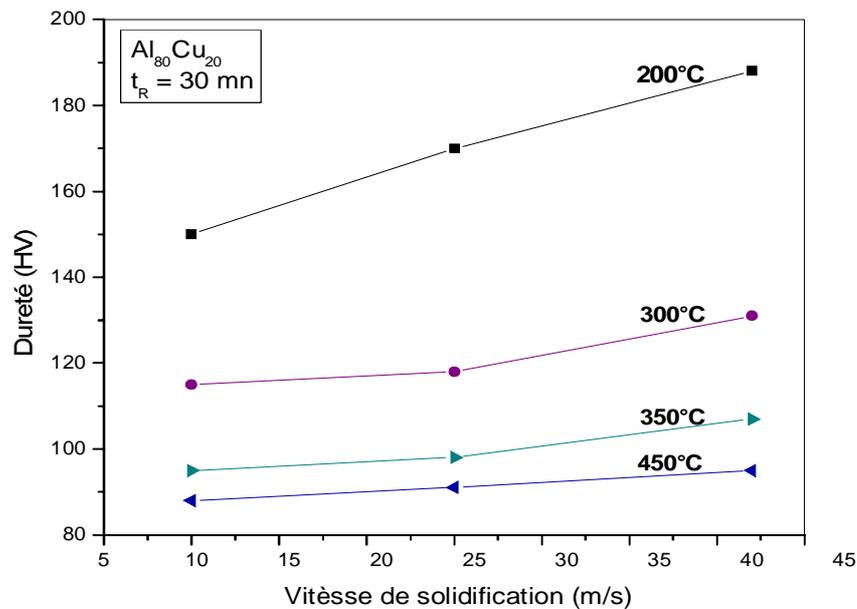
Temps (mn)	30	60	90	120
Dureté HV	131	125	110	77

**Tableau IV.11** : évolution de la dureté HV en fonction du temps de recuit, des échantillons : a) 2010, b) 2025 et c) 2042.



**Figure IV.15** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction du temps de recuit.

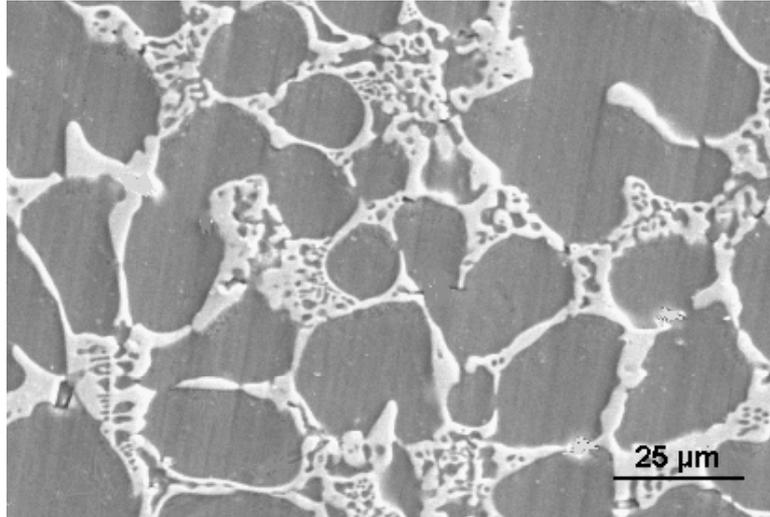
En résumé la variation de la dureté HV pendant le temps de recuit de 30 min, a montré son augmentation avec la variation de température, en fonction de la vitesse de solidification (Figure IV.16). Nous remarquons qu'un bon traitement thermique de recuit pour nos échantillons est obtenu pour un temps inférieur à 60 min et une température inférieure à 300 °C.



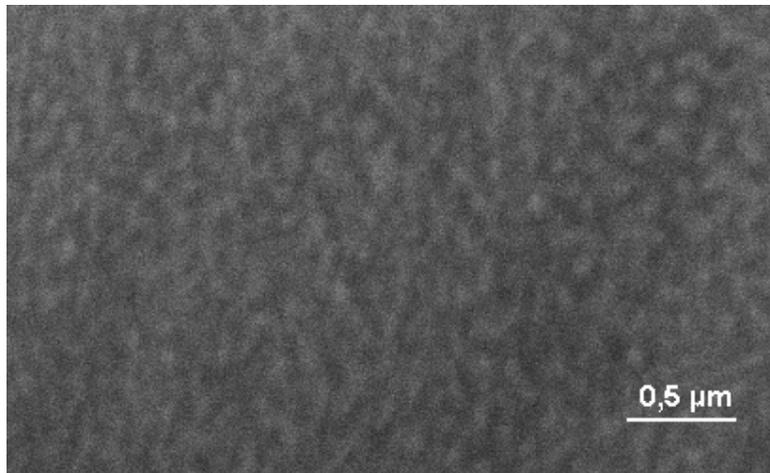
**Figure IV.16** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction de la vitesse.

#### IV.6 Observation par microscopie électronique à balayage MEB

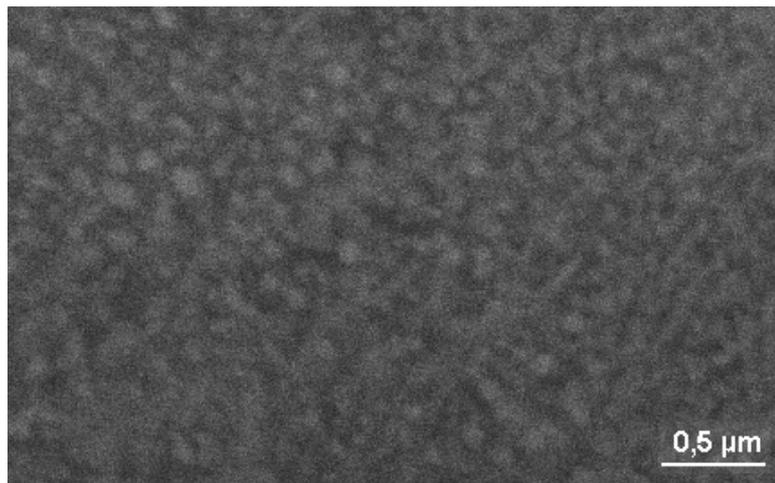
La détermination de la microstructure, de l'orientation correspondante des grains a été effectuée à l'aide d'un microscope électronique à balayage MEB Leo-435-Vp. Des photos ont été prises sur la surface longitudinale, côté roue et sur la section transversale du ruban. Les images des échantillons observés de l'alliage Al-Cu 20 % pds solidifié rapidement suivant plusieurs vitesses sont montrées sur les figures suivantes :



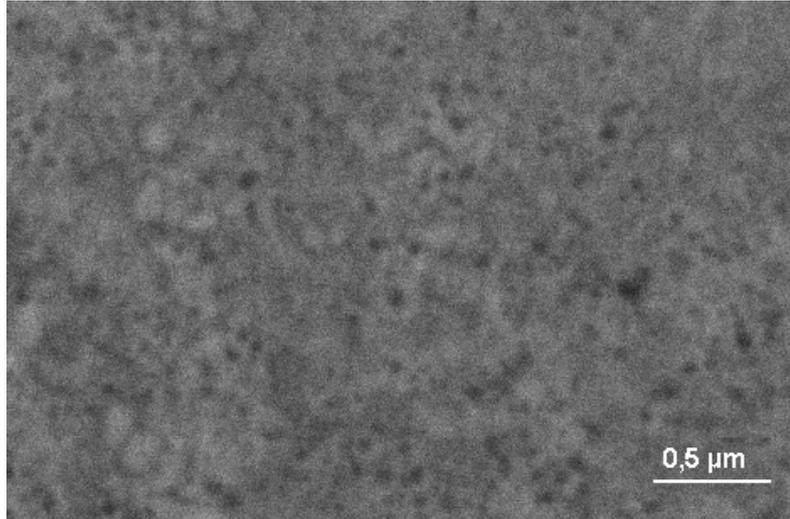
**Figure IV.17** : microstructure de l'échantillon B20



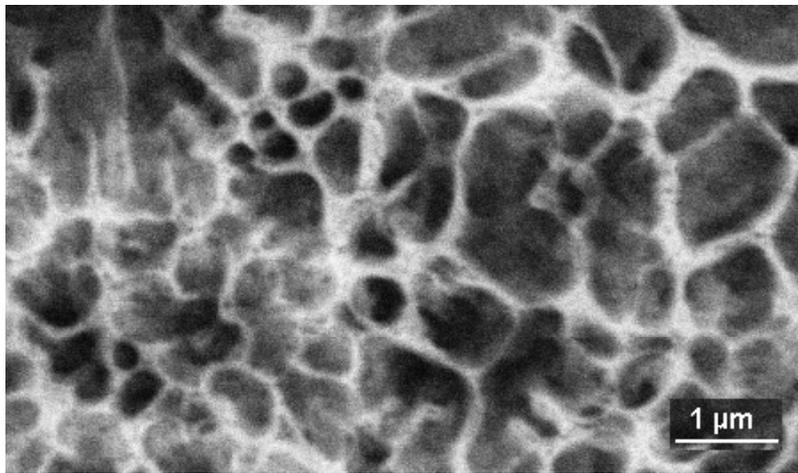
**Figure IV.18** : microstructure de l'échantillon 2010



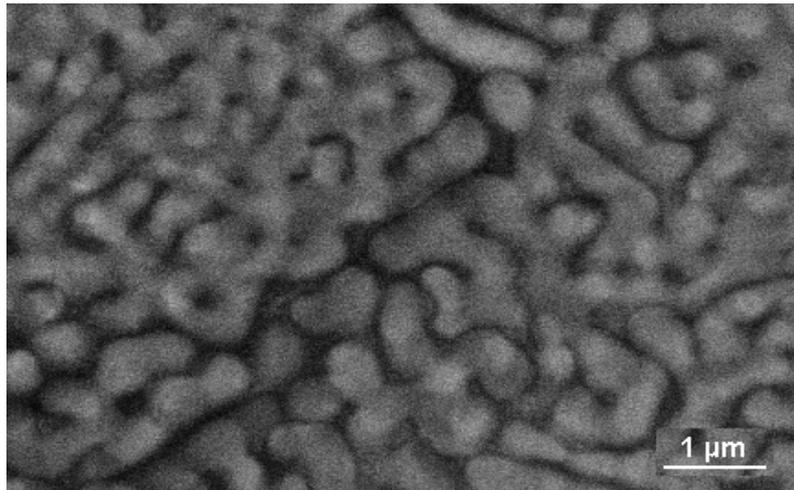
**Figure IV.19** : microstructure de l'échantillon 2018



**Figure IV.20** : microstructure de l'échantillon 2025



**Figure IV.21** : microstructure de l'échantillon 2032



**Figure IV.22** : microstructure de l'échantillon 2042

La principale caractéristique des microstructures est d'être hétérogène dans l'épaisseur des rubans. Très souvent, la taille du grain varie notablement d'un endroit à l'autre des rubans minces examinés.

Dans la Figure IV.17 de l'échantillon B20 à l'état brut d'élaboration, nous remarquons de gros grains cellulaires qui ont une taille 10 à 30  $\mu\text{m}$  et des petits grains équiaxes qui ont la taille de 5 à 10  $\mu\text{m}$ , de la matrice phase  $\alpha\text{-Al}$ . Les joints de ces grains, bien contrastés révèlent la ségrégation de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ .

Dans la figure IV.18 de l'échantillon 2010 solidifié à la vitesse de 10 m/s, on remarque que les grains de la phase  $\alpha\text{-Al}$  sont relativement plus fins, certains de forme cellulaires et d'autres de forme dendritiques. Leurs tailles varient de 0.25 à 0.5  $\mu\text{m}$ . Les précipités de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  apparaissent sous forme quasi continue dans l'espace intergranulaire. Par contre dans la figure IV.19 de l'échantillon 2018 solidifié à la vitesse de 18 m/s, les grains de la phase  $\alpha\text{-Al}$  de forme toujours cellulaire deviennent plus fin en majorité avec quelques grains de forme quasisphériques. Leurs tailles varient de 0.125 à 0.25  $\mu\text{m}$ . Les précipités  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  sont plus fins et précipitent aux joints des grains de la matrice.

On remarque dans la figure IV.20 de l'échantillon 2025, la présence de la troisième phase  $\sigma\text{-AlCu}$  bien contrastée et de couleur plus sombre (noire), formée de grain fin et très dispersés. La matrice  $\alpha\text{-Al}$  est de forme cellulaire et de taille inférieure à 0.25  $\mu\text{m}$ . La précipitation présente deux aspects : ou bien les précipités ( $\alpha$  et  $\sigma$ ) décorent les contours des cellules de la matrice d'un même grain  $\alpha$ , ou bien, ce qui est le cas le plus fréquent, les précipités sont finement dispersés au sein de grains : la précipitation est alors intragranulaire.

Les figures IV.21 et IV.22 des échantillons solidifiés à la vitesse de 32 et 42 m/s sont prises dans les sections transversales des échantillons. On constate dans la figure IV.21, des grains fins de formes irrégulières de la phase  $\alpha\text{-Al}$  ségrégés à leurs joints les grains de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  et  $\sigma\text{-AlCu}$ . Dans la figure IV.22, on constate une répartition dense des grains fins allongés jusqu'à 1,5  $\mu\text{m}$  de longueur et 0,1  $\mu\text{m}$  de diamètre. La taille de ces grains est inférieure d'un ordre de grandeur à celle de l'échantillon 2032. Une ségrégation de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  et  $\sigma\text{-AlCu}$  existe aux joints de ces grains comme dans l'échantillon 2032 mais semble plus intense et très dispersée.

## IV.7 Conclusion

A partir des différentes analyses (DRX et DSC) et de l'observation au MEB de l'alliage binaire  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$ , il apparaît que la vitesse de solidification rapide de 25 m/s était une véritable valeur "charnière" pour l'évolution microstructurale. L'évolution générale de la microstructure de cet alliage binaire semble être fortement influencée par la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ . Les diffractogrammes de l'alliage solidifié à des vitesses inférieures à 25 m/s montrent l'augmentation de la quantité des précipités très fins de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  qui améliorent les caractéristiques mécaniques de l'alliage. En plus de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ , les diffractogrammes des alliages solidifiés à la vitesse égale ou supérieure à 25 m/s, montrent la formation d'une nouvelle phase  $\sigma\text{-AlCu}$ . Les précipités  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  et  $\sigma\text{-AlCu}$  et la diminution des paramètres du réseau cristallin sont responsables du durcissement structural. Pour la vitesse de solidification de 32 m/s, les observations aux MEB ont révélées, la présence des gros grains dendritiques de la phase  $\alpha\text{-Al}$  qui ont des tailles comprises entre 1 et 3  $\mu\text{m}$ , et les petits grains quasi sphériques de diamètre 0,1 à 0,25  $\mu\text{m}$ . Par contre pour la vitesse de 42 m/s, les grains de la phase  $\alpha\text{-Al}$  sont denses et fins de forme dendritique ou allongée avec un diamètre inférieur à 0,25  $\mu\text{m}$ .

# CHAPITRE V

## **ÉTUDE DE LA PHASE $\theta$ DANS L'ALLIAGE $Al_{80}Cu_{20}$ SOLIDIFIÉ RAPIDEMENT**

V.1 Analyse par DRX	.82
V.1.1 Paramètre instrumentaux	..82
V.1.2 Indexation des diffractogrammes de RX	.....83
V.1.3 Décomposition des raies de diffraction X	....84
V.1.4 Profils des raies de diffraction	..87
V.1.5 Fonction instrumentale	....88
V.1.6 Courbes de calibration	..90
V.1.7 Traitement statistique	...91
V.1.7.1 Fonction de distribution	...91
V.1.7.2 Contrôle de l'instrument	..91
V.2 Diffractogrammes des rayons X	..92
V.3 Analyse par diffraction des RX de la phase $\theta$	..95
V.3.1 Direction cristallographique 110	..95
V.3.2 Pprofils des pics 110	....96
V.3.3 Direction cristallographique 220	..97
V.4 Tailles des grains et microcontraintes internes	97
V.5 Tailles des grains selon Scherrer	..99
V.6 Profils des pics de diffraction de la phase $\theta$ pour $V = 32$ m/s .....	.....100
V.6.1 Pic 110F de l'échantillon 2032 .	..101
V.6.2 Pic 110L de l'échantillon 2032	...103
V.6.3 Pic 220 de l'échantillon 2032	.105
V.6.4 Doublet 220-112 de l'échantillon 2032	.....105
V.7 Profils des pics de diffraction de la phase $\theta$ pour $V = 42$ m/s	107
V.7.1 Pic 110F de l'échantillon 2042	..108
V.7.2 Pic 110L de l'échantillon 2042	..110
V.7.3 Pic 220 de l'échantillon 2042	.....110
V.7.4 Doublet 220-112 de l'échantillon 2042	..113
V.8 Conclusion.....	114

## V.1 Analyse par DRX

### V.1.1 Paramètres instrumentaux

L'analyse par diffraction des RX est réalisée à l'aide d'un diffractomètre à focalisation Bragg-Brentano, muni d'une anticathode de Cu ( $\lambda=1.542 \text{ \AA}$ ) avec un filtre de nickel, une fente de divergence de  $1^\circ$  et une fente de réception de 0.1 mm. Les rayons X diffractés par l'échantillon sont détectés par un compteur proportionnel, à gaz Xe scellé et les impulsions électriques qu'il délivre sont traitées par une chaîne électronique de comptage.

Les rayons X émis par l'anticathode, rendus parallèles par un jeu de fentes (fente de serrer, fente de divergence) arrivant sous l'angle  $\theta$  et sur l'échantillon polycristallin, sont diffusés par les atomes d'un même plan réticulaire dans toutes les directions de l'espace. Le détecteur des photons X faisant un angle de  $\theta$  avec le plan de l'échantillon, seuls les photons diffractés dans la direction  $2\theta$  par rapport au faisceau incident seront détectés et comptés. Mais les photons X provenant de tous les atomes des différents plans réticulaires arrivant au même instant au niveau du détecteur, seules les ondes en concordance de phase seront détectées, cette condition n'est vérifiée que pour les atomes situés sur les plans réticulaires dans les distances satisfaisant à la relation Bragg :  $2 d \sin\theta = n\lambda$  ( $d$  est la distance entre les plans réticulaires,  $\lambda$  la longueur d'onde émise par l'anticathode et  $n$  l'ordre de la diffraction).

Dans un diffractomètre de poudre, les photons X diffractés arrivant en concordance de phase dans le détecteur sont transformés en impulsions de tension électriques (quelques mV de hauteur), mise en forme par un préamplificateur, (quelques volts de hauteur), puis sélectionnés par un filtre passe bande discriminateur (avec une bande passante variable de quelques volts).

Ces impulsions sont additionnées par un intégrateur, comptés par unités de temps par une horloge et enregistrés sous forme d'un spectre de raies par l'enregistreur. L'ensemble de ces éléments de traitement des impulsions électriques délivrées par le détecteur constitue la chaîne de comptage électronique.

Un certain nombre de facteurs, certains dépendants de l'échantillon lui-même, d'autres dépendant de l'instrument de mesure, influencent la fonction de distribution des impulsions en fonction de l'angle de diffraction  $I(2\theta)$ . Pour un angle  $2\theta$  donné, l'intensité des photons X subissant des fluctuations statistiques, sa mesure ou comptage, devra subir un traitement statistique.

### V.1.2 Indexation des diffractogrammes de RX

Les spectres de diffraction des RX sont indexés par des méthodes conventionnelles de recherche des distances interreticulaires des plans diffractants correspondants à chaque raie de diffraction des RX, puis comparés avec les fichiers ASTM (*american society for testing Materials*), compilant l'ensemble des informations obtenues par diffraction des RX sur les phases cristallines.

La position d'une raie peut être en première analyse caractérisée par le maximum de son intensité. En réalité une raie de diffraction étant une distribution statistique des impulsions en fonction de l'angle de diffraction, la valeur de l'angle  $\theta$ , ou centroïde, correspondant à la moitié de l'intensité intégrale :

$$\frac{\int_{2\theta_{\min}}^{2\theta_{\max}} I(2\theta) d\theta}{2}$$

est plus appropriée pour indiquer rigoureusement la position de la raie. Si la fonction de distribution  $I(2\theta)$  est une fonction de Gauss alors le maximum de l'intensité et la valeur statistique moyenne peuvent coïncider.

Selon le théorème de Fortet, le comptage des rayons X obéit à la lois de poisson et donc la fonction de distribution, dans les conditions normales, peut être représentée par une fonction de Gauss, pour des intensités suffisamment élevées.

La position de la raie, représentée par le maximum d'intensité ou par le centroïde, peut varier légèrement par rapport aux valeurs standard (celles du fichier A.S.T.M par exemple, ou des mesures antérieures). Les causes de ces écarts doivent être analysés avec soin, en effet aux causes soit instrumentales (aberrations de l'instrument, défaut d'alignement, du goniomètre, mauvais choix des fentes), soit dus à la planéité de l'échantillon et sa granulométrie, peuvent se superposer des causes physiques dus à la macrostructure et à la microstructure de l'échantillon, à la présence de champs de contraintes internes ou externes, ou dus à la superposition de plusieurs raies, ce qui déplace le maximum commun.

Le traitement efficace d'un spectre de diffraction des RX obéit souvent à une analyse complexe qui nécessite une bonne connaissance des capacités de l'instrument de mesure (alignement, précision, aberration ), mais surtout un traitement élaborés de l'ensemble des

informations délivrés par le spectre (position du maximum de l'intensité et du centroïde, profil, assymétrie et largeur du pic de diffraction, hauteur du bruit de fond ).

### **V.1.3 Décomposition des raies de diffraction X**

Il arrive que certaines raies de diffraction des rayons X constituant un diffractogramme n'aient pas des formes régulières et présentent par exemple des points d'inflexion pour lesquels la dérivée seconde de la fonction  $I(2\theta)$  s'annule.

La fonction de distribution des impulsions  $I(2\theta)$  est représentative de la population de grains diffractant les photons X. Elle donne une représentation statistique d'un phénomène microstructurale. Cette fonction de distribution peut donc refléter certains "anomalies" constituant la population des grains réflecteurs. L'apparition d'un pic de diffraction au dessus d'un bruit de fond, qui constitue un diffractogramme n'est rien d'autre que la mise en évidence d'une "anomalie" microstructurale caractérisé par l'existence de grains cristallisés selon un ordre à grande distance par rapport à une matrice non cristalline. L'apparition de cette "anomalie" se manifeste par un point d'inflexion dans la courbe de distribution.

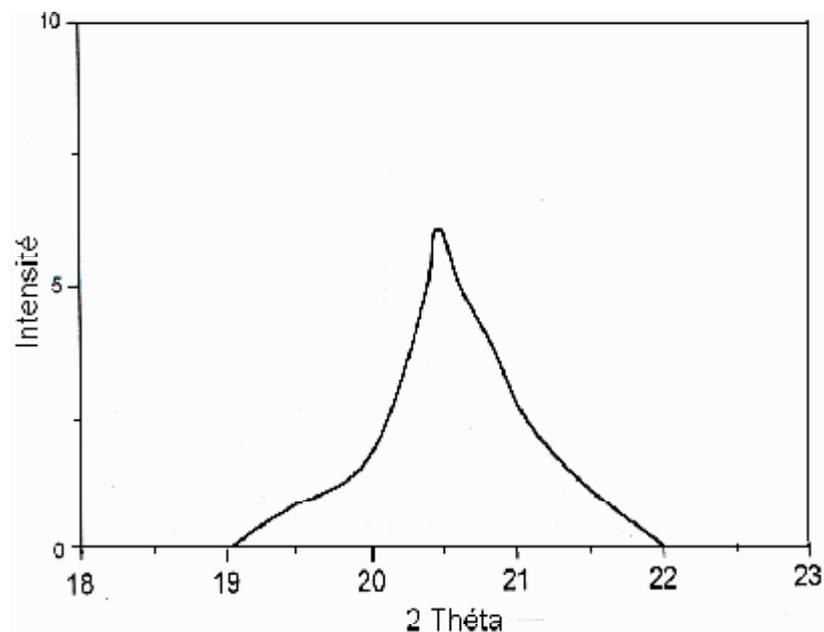
La décomposition des raies de diffraction X basée sur le même principe que la séparation du pic de bruit de fond. Un des phénomènes microstructuraux qui influence le plus la forme d'un pic de diffraction X est la taille des grains cristallins diffractants.

En effet, il est possible de séparer à l'intérieur même d'une population de grains cristallins des sous ensemble de population de grains cristallins, par exemple séparer les "gros grains" des "petits grains", lorsque le pic représentatif présenterait un ou plusieurs points d'inflexion. Nous pouvons pour l'exemple par une simulation, faire l'opération inverse, c'est-à-dire recomposer un pic par addition de ses différentes parties.

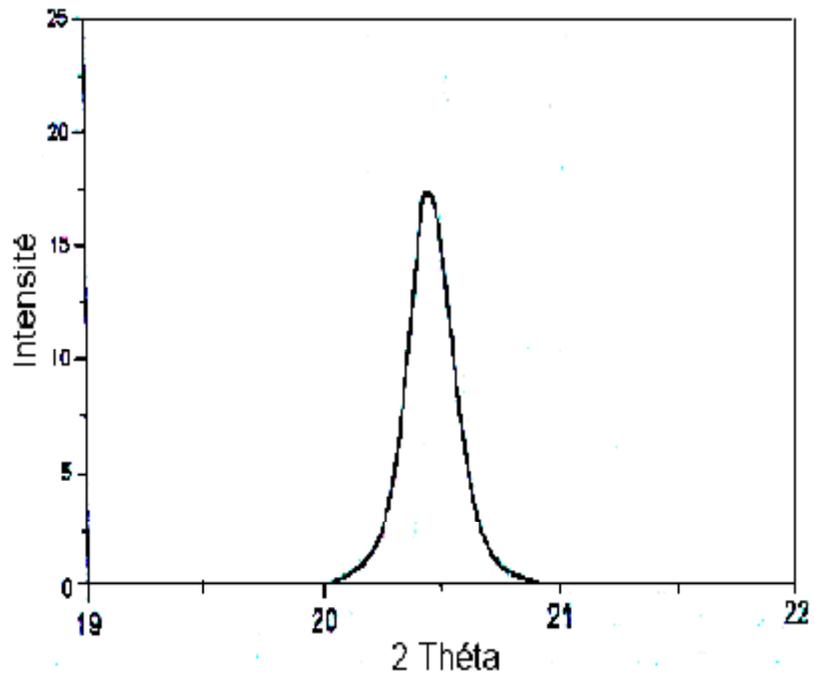
Nous nous limiterons cependant à trois parties pour un pic donnés qui correspondront à trois types de taille de grain, les grains de petite taille (petits grains), les grains de taille moyenne "grains moyens" et les grains de grosse taille "gros grains". Cette nomenclature des tailles de grains est bien entendu relative, nous qualifierons de gros grains les grains qui donnent un pic de diffraction X très fin (selon Dirac) ( $\geq 1000 \text{ \AA}^\circ$ ), alors que les petits grains seront les grains de tailles nanométriques ( $< 100 \text{ \AA}^\circ$ ), enfin les grains de taille moyenne seront compris entre ces deux catégories de tailles de grains avec une limitation cependant de la taille supérieure (entre  $100 \text{ \AA}^\circ$  et  $500 \text{ \AA}^\circ$ ).

Considérons donc les pics des figures V.1, V.2 et V.3, représentatives respectivement des petits grains, des grains moyens, et des gros grains. Si nous additionnons ces pics nous obtenons le pic résultant, figure V.4, sur lequel il est possible de délimiter les trois zones de taille de grain (zone des petits grains, zone des grains moyens et zone des gros grains) par une délimitation des différents domaines de l'angle  $2\theta$  ainsi que par une recherche des points d'inflexion de la fonction  $I(2\theta)$ . Il est permis dans certains cas de décomposer le pic en ces trois domaines lorsque ceux-ci existent, avec une précision relative. Cette décomposition peut néanmoins nous donner des renseignements précieux sur la microstructure des grains sur le plan qualitatif.

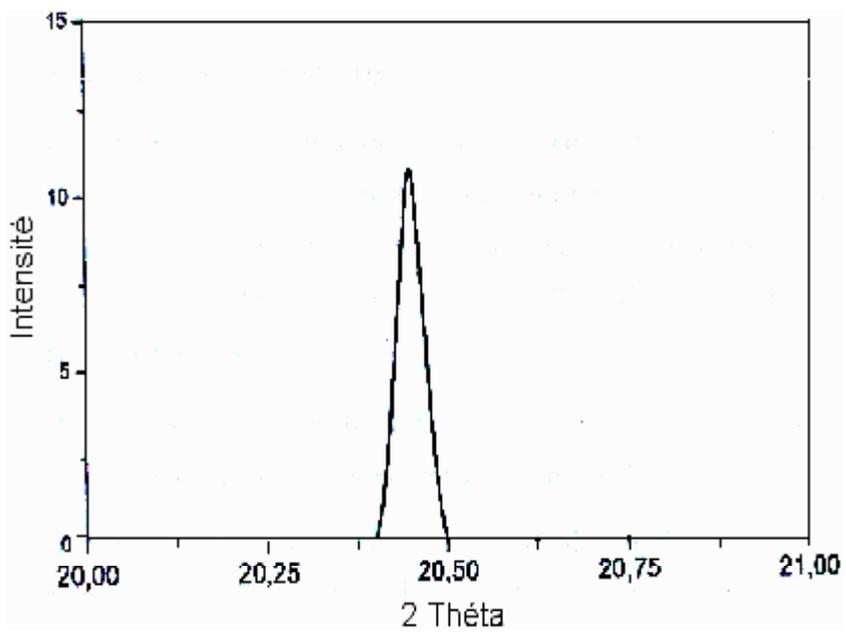
La méthode de Rachinger [27, 28] est une méthode de décomposition de deux pics dont l'opérateur de convolution est l'addition, elle s'applique particulièrement pour décomposer les pics  $K_{\alpha 1}$  et  $K_{\alpha 2}$ , dont les rapports des intensités  $\frac{I(K_{\alpha 1})}{I(K_{\alpha 2})} = 2$  sont connus de manière rigoureuse [29, 30]. Enfin le profil des pics, en particulier leurs symétries, sont identiques, car la présence de ces deux pics est due à une cause instrumentale (dédoublage de la raie  $K_{\alpha}$ ). La décomposition des pics de diffraction X, faite précédemment, donnera elle des pics de diffractions X, dont la cause principale est de type microstructurale due à l'anisotropie des tailles des grains par exemple.



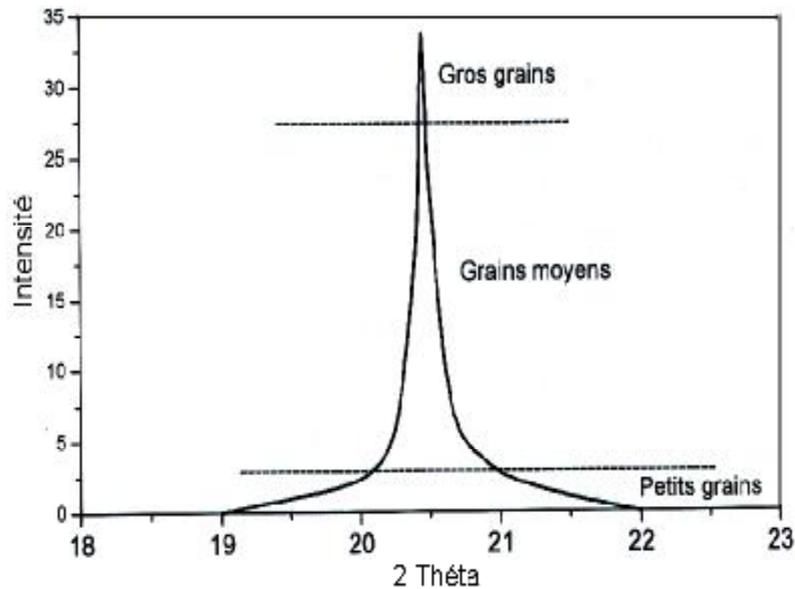
**Figure V.1** : diffractogramme des RX (petits grains)



**Figure V.2** : diffractogramme des RX (grains moyens)



**Figure V.3** : diffractogramme des RX (gros grains)



**Figure V.4** : diffractogramme des RX (pic résultant)

### V.1.4 Profils des raies de diffraction

Des phénomènes physiques importants sont à prendre en considération dans l'analyse des spectres de diffraction, en effet un phénomène d'élargissement des raies de diffractions des rayons X peut se produire, avec une intensité variable, pour les différentes raies de spectres de diffraction obtenus, en fonction de la microstructure de l'échantillon. Il en résulte une distribution particulière de la fonction  $I(2\theta)$ .

La forme de cette distribution ou profil du pic de diffraction peut être représentative de plusieurs facteurs physiques caractérisant la microstructure mais aussi des aberrations de l'instrument.

Parmi les facteurs physiques qui influencent le profil d'une raie de diffraction X la microstructure du matériau (tailles de cristallites, forme de cristallites, contraintes externes et contraintes internes dans les cristaux) joue un grand rôle. Comme facteurs instrumentaux nous pouvons citer, les différentes aberrations de l'appareillage, polarisation.

Une raie de diffraction X est une fonction de l'intensité des impulsions en fonction de l'angle de diffraction  $I(2\theta)$ . La fonction primitive récolté sur le spectre de diffraction X, appelée aussi fonction observée, n'est pas rigoureusement représentative de la phase cristalline qui a diffracté les rayons X selon les différents angles  $2\theta$ , liés aux distances interréticulaires des plans du cristal par la relation de Bragg. Il faut corriger cette fonction observée par la

fonction instrumentale causée par les différentes aberrations de l'instrument (qui élargissent et déforme le pic de diffraction). Une approche mathématique pour décrire les profils des raies de diffraction X a connue un développement spectaculaire ces dernières années grâce en particulier à l'outil informatique. Beaucoup d'études, ont été développés ces dernières années, en particulier par les écoles de Cambridge et de Rennes, sur l'analyse des profils de raies de diffraction X. Un des objectifs a consisté à approcher le profil de la raie par une fonction mathématique connue. Cette opération est appelée en anglais fitting (ou ajustement). La

première fonction proposée a été la fonction de Gauss  $y(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}}$

Mais l'ajustement n'étant pas toujours correct, une autre fonction a été proposé la fonction de Lorenz-Cauchy. Cette fonction ne représentait pas non plus tous les profils rencontrés.

Une convolution des deux fonctions, appelée fonction de Voigt, avec un facteur de forme mesurant son caractère gaussien ou lorentzien, a donné des résultats très satisfaisants. D'autres fonctions sont actuellement utilisées comme la fonction de Pearson. Des méthodes rigoureuses de déconvolution des raies, pour obtenir la fonction vraie du pic de diffraction ont été proposées : nous citerons la méthode de Stockes [31, 32] appliquant la transformation de Fourier au pic observé et la méthode de LWL (du nom des auteurs : Louër, Wagner et Louboutin) [33].

Des méthodes rapides ont également été proposées, en particulier par Langford, telles que la méthode des largeurs intégrales et la méthode de la variance [34, 35].

La microstructure de l'échantillon diffractant a une influence considérable sur le profil d'une raie de diffraction, il est possible par l'étude de différentes caractéristiques du pic de diffraction (le facteur de forme, la largeur totale à mi-hauteur " LTMH ", l'intensité intégrale ) de caractériser la microstructure de la phase cristalline, par exemple la taille des grains et les contraintes.

### **V.1.5 Fonction instrumentale**

Le profil de la raie de diffraction X, ou profil observé, est le produit de la convolution d'une fonction réelle représentant les facteurs physiques de l'échantillon et d'une fonction instrumentale représentant l'ensemble des aberrations dues à l'appareillage.

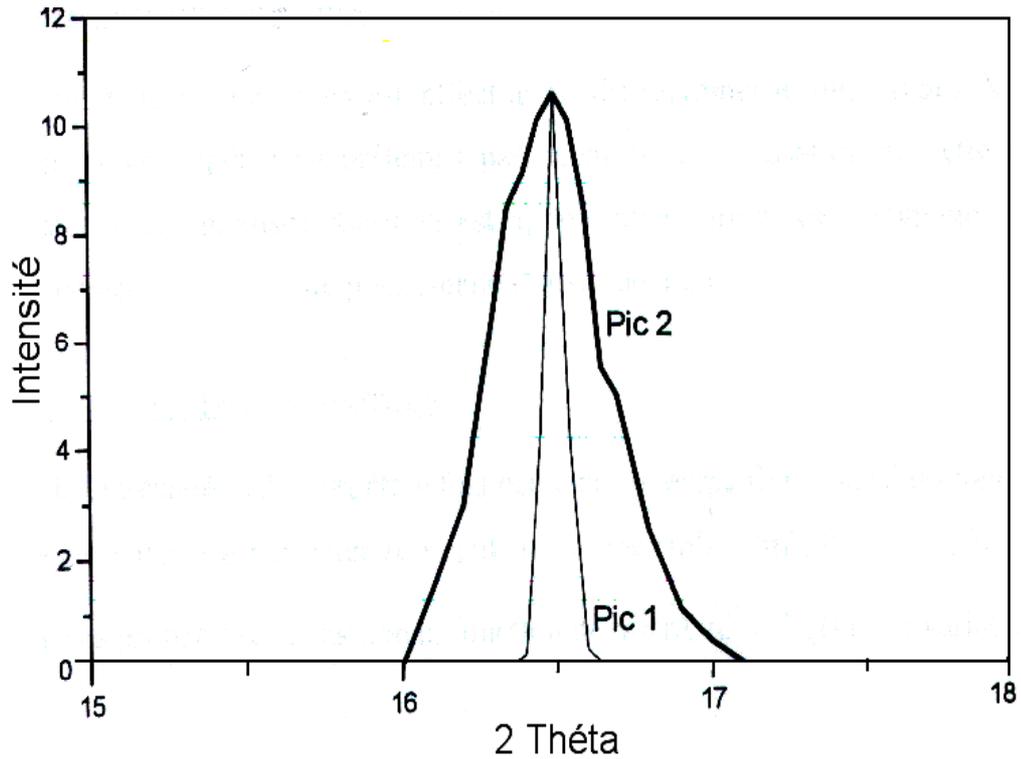
Le nombre des aberrations instrumentales étant élevé, une bonne solution pour décrire cette fonction est de l'établir expérimentalement. Pour cela on choisi un échantillon, de préférence

du même type que le matériau analysé, dont les différents facteurs physiques (taille des grains, contraintes ) influençant le profil de la raie ont été minimisés voir annulés par un choix appropriés des caractéristiques du matériau (avec des grains d'une taille suffisante) et ayant subit des traitements thermiques appropriés pour annuler ou réduire l'ensemble des contraintes. En première approximation, la raie obtenue pourrait représenter la fonction instrumentale pour un angle  $2\theta$  donné. Les valeurs obtenues seront ensuite normalisées à l'échelle utilisée.

Pour établir cette fonction instrumentale nous utilisons un échantillon de feldspath orthose polycristallin avec des tailles de grains supérieures à  $10\ \mu\text{m}$  et sans contraintes externes et internes.

Pour obtenir la fonction vrai du pic de diffraction X à partir de la fonction observée, il faut corriger celle-ci par la fonction instrumentale. La méthode consiste à rechercher les pics de diffractions X d'un échantillon témoin : celui-ci devrait être exempt des contraintes et les tailles de grains doivent avoir des tailles suffisamment grandes pour ne provoquer aucun élargissement du pic de diffraction : généralement des tailles de grains supérieures à  $1500\ \text{\AA}$  ne provoquent plus d'élargissement. Mais de préférence, il suffit que la taille des grains soit supérieure au micromètre. Comme échantillon standard, nous utiliserons le feldspath orthose, la mullite traitée thermiquement et le quartz naturel sans orientations préférentielles.

La figure 5 montre le pic d'un échantillon standard (pic 1 représentatif de la phase AlCu à l'état brut d'élaboration gros grains et sans contraintes internes) et le pic de l'échantillon analysé (pic 2 représentatif de la de phase AlCu solidifiée rapidement à la vitesse de  $42\ \text{m/s}$ ).



**Figure V.5** : pic standard (1) et pic de l'échantillon (2)

Nous remarquons, entre autre, l'élargissement du second pic par rapport au premier. Cet élargissement supplémentaire du second pic par rapport au premier est donc du essentiellement aux effet intrinsèques à l'échantillon analysé, l'effet de taille de grains et éventuellement si elles existent l'effet des contraintes internes. Il y a lieu de remarquer aussi le profil irrégulier du pic 2, reflétant les différentes populations de grains ou des effets de contrainte qui donnent une distribution des impulsions particulières.

### **V.1.6 Courbes de calibration**

Pour calculer les concentrations absolues des phases cristallines, nous mesurons les intensités intégrales diffractées et nous comparons ces valeurs avec les valeurs calibrées obtenues à partir des courbes de calibrations. Celles-ci permettent d'avoir la relation entre l'intensité des rayons X diffractés et la concentration de la phase cristalline étudiée. Pour éviter les calculs de correction dus à l'absorption sélective des rayons X par chaque phase cristalline et par la matrice [36, 37], il est préférable d'utiliser la courbe de calibration d'une

phase cristalline présente dans l'échantillon. Nous utiliserons les courbes de calibration de AlCu données par Johnson et al. [38].

## V.1.7 Traitement statistique

Lorsque un comptage d'impulsions est effectué en diffractométrie des rayons X, il apparaît, lorsque la mesure est répétée en prétemps par exemple, une variation de cette intensité. Le nombre de valeurs de l'intensité mesurée est appelé distribution. Le comptage des intensités diffractées est considéré comme un phénomène statistique qui obéit aux lois des probabilités.

### V.1.7.1 Fonction de distribution

Le comptage de l'intensité  $I(2\theta)$ , répété  $n$  fois pendant un temps fixe, fournit les valeurs  $I_1, I_2, \dots, I_n$ ; chacune de ses valeurs est affectée respectivement des probabilités  $P_1, P_2, \dots, P_n$ . L'ensemble de ces probabilités constitue la fonction de distribution  $P(I)$  de la variable  $I$ :

$$\sum_i P_i(I) = 1$$

Il a été démontré que le comptage des rayons X obéit à la loi de Poisson [39], qui s'exprime pour une distribution de valeurs continue par la fonction :

$$P(I) = (\mu^I \cdot e^{-\mu}) / I! \quad \text{avec } \mu = \langle I \rangle, \text{ l'écart type } \sqrt{\mu} \text{ représente la dispersion de la distribution.}$$

Si l'intensité du comptage est suffisamment élevée, ce qui peut être obtenu en choisissant soit des conditions instrumentales appropriées, par exemple en agissant sur l'intensité de l'émission des rayons X, soit un prétemps adéquat, alors la fonction de distribution peut être représentée par une fonction normale ou de Gauss :

$$P(I) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{1}{2} \frac{(I - \mu)^2}{\sigma^2}\right)$$

On définit la moyenne par  $\mu = \langle I \rangle = \sum_i P_i I_i$  et la dispersion de la distribution par l'écart quadratique moyen  $\sigma^2 = \sum_i P_i (I_i - \mu)^2 = \langle I^2 \rangle - \langle I \rangle^2$ . La variance est caractérisée par  $\sigma$ .

Le couple  $\mu$  et  $\sigma^2$  sont respectivement les moments d'ordre 1 et d'ordre 2 (centré) de la distribution. Il y a lieu cependant de noter que lorsque  $n$ , le nombre de mesure est fini, ce qui est le cas lors des comptages, la moyenne,  $m$ , et la variance,  $s$ , de l'échantillon seront des estimations des valeurs correspondantes ( $\mu, \sigma$ ) de la distribution.

### V.1.7.2 Contrôle de l'instrument

Nous contrôlons l'instrument, en mesurant la distribution des valeurs et en la comparant avec des distributions de type distribution de poisson.

Nous déterminons pour cela le facteur  $\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} (x_i - \langle x \rangle)^2}{\langle x \rangle}$

Avec  $i = 1$  à  $n$ ;  $x_i$  = valeur de la mesure  $i$ ;  $\langle x \rangle$  = valeur moyenne =  $\frac{\sum_i x_i}{n}$

## V.2 Diffractogrammes des rayons X

Les échantillons de l'alliage binaire  $Al_{80}Cu_{20}$  solidifiés rapidement avec les vitesses de 32 m/s et 42 m/s [40], sont analysés par diffraction des rayons X (figures 1 et 2), à l'aide d'un diffractomètre à goniomètre verticale muni d'une anticathode de cuivre ( $\lambda = 1.542 \text{ \AA}$ ) avec un filtre de nickel, une fentes de divergences de  $1^\circ$ , une fente de réception de 0,1 mm et d'une fente diffusion de  $1^\circ$ .

Les rayons X diffractés sont détectés par un compteur proportionnel à gaz (Xe) et les impulsions électriques délivrées sont traitées par une chaîne électronique de comptage. Les figures V.6, V.7 et V.8 représentent respectivement les diffractogrammes des rayons X de l'échantillon brut d'élaboration avant solidification rapide et après solidification rapide à la vitesse de 32 m/s (échantillon 2032) et à la vitesse de 42 m/s (échantillon 2042).

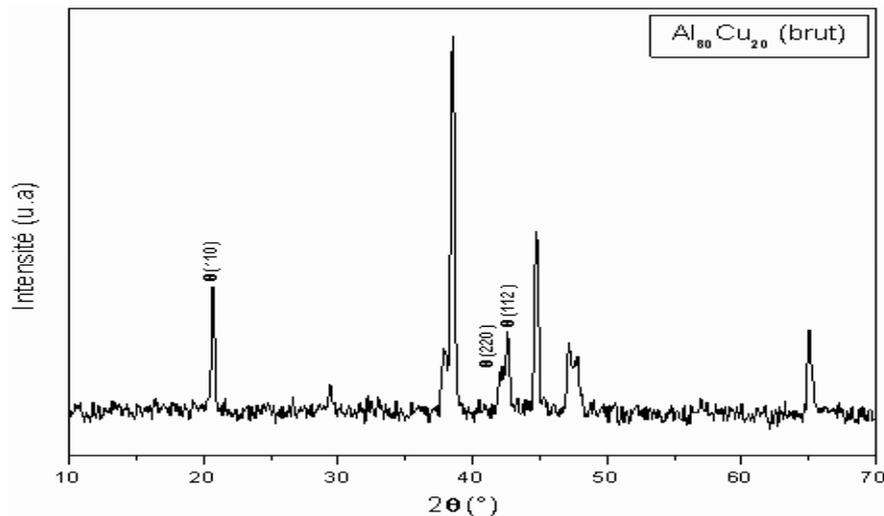
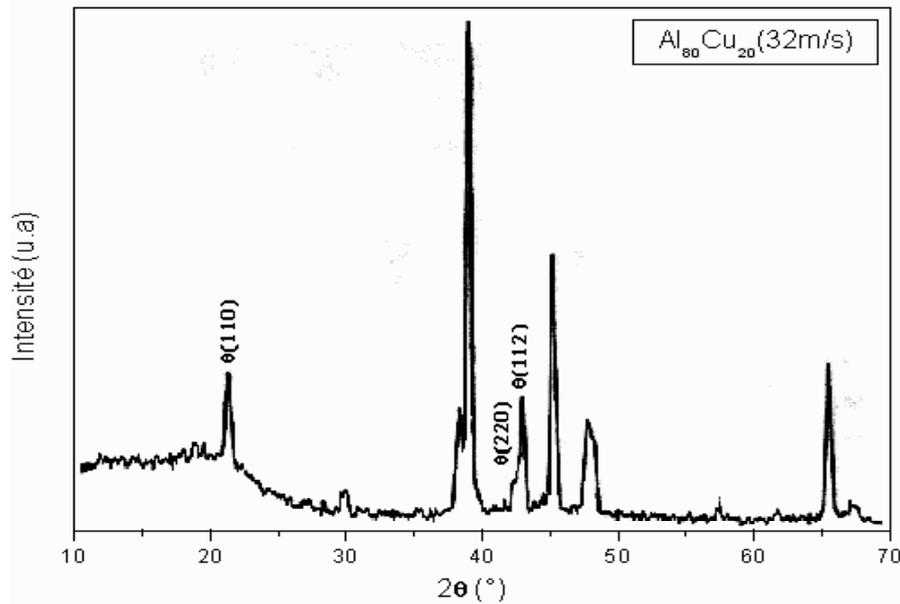
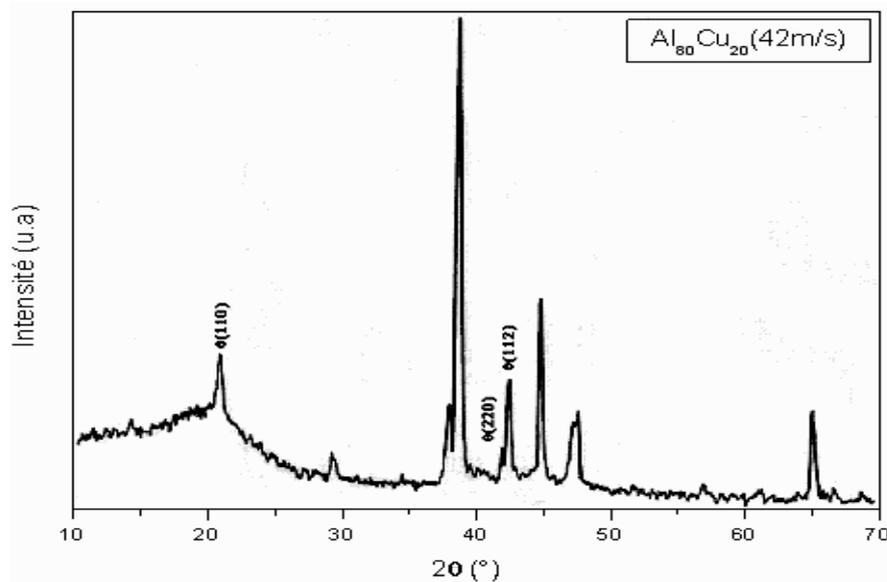


Figure V.6 : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B20



**Figure V.7** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 2032



**Figure V.8** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 2042

Les quatorze premiers pics de diffraction des rayons X des phases appartenant aux échantillons 2032 (tableau V.1) et 2042 (tableau V.2), de largeurs et d'intensités variables, apparaissent en fonction de la vitesse de solidification.

$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	I/I <sub>0</sub> (%)	Phases
20,69	4,29	110	30	$\theta$
29,45	3,03	200	16	$\theta$
37,93	2,37	211	22	$\theta$
38,53	2,33	111	100	$\alpha$
42,13	2,14	220	18	$\theta$
42,57	2,12	112	26	$\theta$
44,80	2,02	$\bar{3}13$	45	$\sigma$
47,41	1,91	310	18	$\theta$
47,86	1,89	202	20	$\theta$
57,18	1,61	222	18	$\theta$
61,9	1,49	400	11	$\theta$
65,19	1,43	220	26	$\alpha$
67,59	1,38	$\bar{8}01$	16	$\sigma$
69,23	1,35	420	12	$\theta$

**Tableau V.1** : pics de diffraction des rayons X pour la vitesse de solidification 32 m/s de l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub>

$2\theta$ (°)	$d_{hkl}$ (Å)	hkl	I/I <sub>0</sub> (%)	Phases
20,70	4,28	110	24	$\theta$
29,47	3,02	200	20	$\theta$
37,95	2,37	211	20	$\theta$
38,56	2,33	111	100	$\alpha$
42,16	2,14	220	10	$\theta$
42,67	2,11	112	22	$\theta$
45,18	2,00	$\bar{3}$ 13	42	$\sigma$
47,42	1,91	310	15	$\theta$
47,89	1,89	202	17	$\theta$
57,21	1,61	222	7	$\theta$
61,11	1,51	400	5	$\theta$
65,21	1,42	220	27	$\alpha$
67,60	1,38	$\bar{8}$ 01	6	$\sigma$
69,25	1,35	420	6	$\theta$

**Tableau V.2** : pics de diffraction des rayons X pour la vitesse de solidification 42 m/s de l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub>

### V.3 Analyse par diffraction des RX de la phase $\theta$

L'étude des profils des pics de diffraction et en particulier leurs élargissements rend possible la caractérisation de la microstructure des phases, notamment par la mesure des tailles apparentes des cristallites dans une direction cristallographique déterminée et des microcontraintes internes. Plusieurs méthodes d'analyses des profils des pics de diffraction (Stockes, LWL, largeurs intégrale, variance) peuvent être appliquées [35-41].

#### V.3.1 Direction cristallographique 110

Les pics ( $2\theta \sim 20,70$ ) représentant la direction cristallographique 110, présentant des dichotomies de forme très remarquables dans les échantillons 2032 et 2042 (Figure V.7 – V.8)

alors que cela n'est pas le cas dans l'échantillon brut d'élaboration avant solidification rapide (Figure V.6).

En effet, chaque pic 110 se compose de deux parties, une partie large et une partie fine. Nous séparons par des méthodes graphiques pas à pas et corrigeons par ajustement successif, pour chaque pic, les deux parties que nous appellerons 110F pour la partie fine (figure V.11 et V.15) et 110L pour la partie large (Figure V.12 et V.16), pour les deux échantillons 2032 et 2042.

Les pics des échantillons 2032 et 2042, ne sont pas symétriques : la partie des pics situés du côté des faibles angles est perturbée par le bruit de fond local de l'anticathode, intense aux faibles angles. Nous reconstituons en totalité les pics 110L par symétrie en considérant uniquement les parties avales des pics.

### V.3.2 Profils des pics 110

Les profils des pics 110 pour les échantillons 2032 et 2042 peuvent être dus à une dichotomie des tailles des grains dans la direction cristallographique 110 mais aussi à l'existence de microcontraintes internes.

Pour calculer l'influence de ces deux facteurs, tailles des grains et microcontraintes internes, nous utiliserons la méthode simplifiée de Langford dite des largeurs intégrales [42]. Nous désignons par  $\beta_h$  = la largeur intégrale observée,  $\beta_g$  = la largeur intégrale instrumentale et  $\beta_f$  = la largeur intégrale réelle.

Pour calculer la largeur intégrale instrumentale  $\beta_g$  nous considérons le profil instrumental  $g(x)$  obtenu à l'aide d'une phase standard (feldspath orthose polycristallin), sans contraintes interne et avec des tailles de grains supérieur à 10  $\mu\text{m}$  : ce profil est de type Voigt  $\beta_g = 0,20$  ( $^\circ 2\theta$ ) pour  $2\theta$  comprise entre  $20^\circ$  et  $45^\circ$  et le facteur de forme  $\Phi = 0,88$ .  $\beta_f$  ( $^\circ 2\theta$ ) est calculée par la relation (1), et les valeurs, pour les pics 110F, sont données dans le tableau V.3.

$$\beta_f^2 = \frac{(\beta_h^2 - \beta_g^2)}{\beta_h} \quad (1)$$

Echantillons	Pics	$\beta_h$ (°)	$\Phi$	$\beta_f$ (°)
2032	110F	0.49	0.97	0.42
2042	110F	0.44	0.91	0.35

**Tableau V.3** : caractéristiques des profils des pics 110F pour les échantillons 2032 et 2042

### V.3.3 Direction cristallographique 220

Le pic 220 est le premier harmonique du pic 110. Cependant, étant très proche du pic 112 (côté amont), il en subit des perturbations. Dans l'échantillon 2042 (Figure V.18), il n'est résolu que par son sommet, alors que dans l'échantillon 2032 (Figure V.14), il se manifeste par un point d'inflexion très net sur le pic 112.

Nous considérons les parties aval des pics 112 et nous reconstituons leurs parties amont par symétrie. Puis nous en déduisons les pics 220 (Figures V.13 – V.17) dont les caractéristiques des profils sont données dans le tableau V.4.

Echantillons	Pics	$\beta_h$ (°)	$\Phi$	$\beta_f$ (°)
2032	220	0,36	0.81	0.56
2042	220	0,57	0.89	0.35

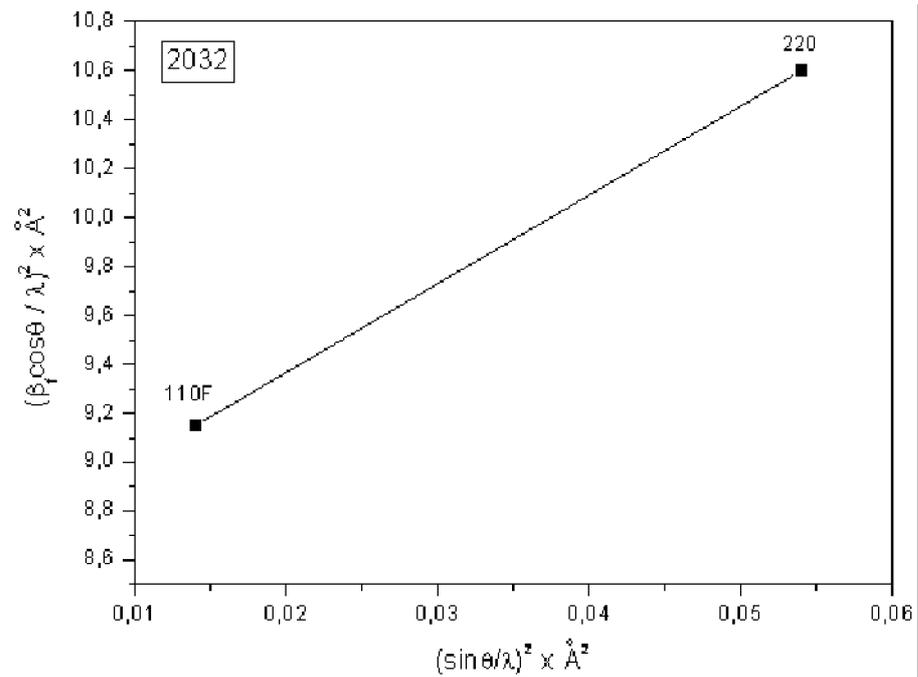
**Tableau V.4** : caractéristiques des profils des pics 220 pour les échantillons 2032 et 2042

### V.4 Tailles des grains et microcontraintes internes

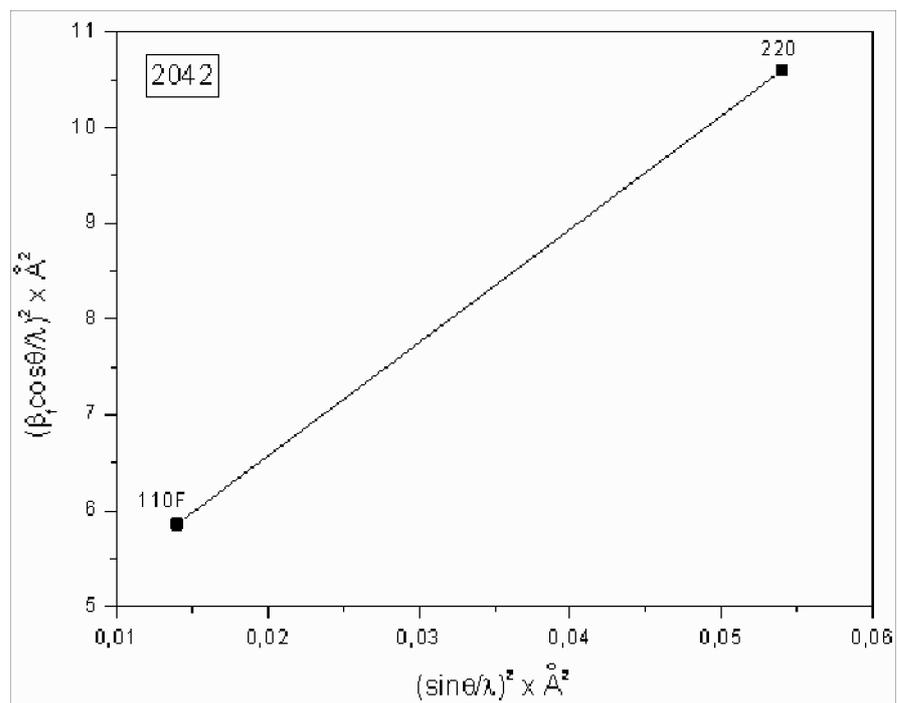
Pour résoudre les deux contributions, tailles des grains et microcontraintes internes, à l'élargissement des pics dans la direction cristallographique 110, nous appliquons la méthode des largeurs intégrales aux réflexions 110F et 220 [42]. Dans l'hypothèse où les fonctions de distributions des deux effets sont des fonctions de Gauss, les tailles moyennes  $\langle L \rangle$  et les déformations  $\varepsilon$  sont données par la relation (2).

$$\left(\frac{\beta_f \cos \theta}{\lambda}\right)^2 = \left(\frac{1}{\langle L \rangle}\right)^2 + \left(\frac{4\varepsilon \sin \theta}{\lambda}\right)^2 \quad (2)$$

Les droites représentatives de ces fonctions (Figures V.9 – V.10) permettent de calculer les valeurs de  $\langle L \rangle$  et de  $\varepsilon$ , ordonnées à l'origine et pentes de ces droites tableau V.5.



**Figure V.9** : droite représentative de la fonction (2) de l'échantillon 2032



**Figure V.10** : droite représentative de la fonction (2) de l'échantillon 2042

Echantillons	$\langle L \rangle$ (Å)	$\varepsilon$
2032	105	$5 \cdot 10^{-3}$
2042	138	$8,6 \cdot 10^{-3}$

**Tableau V.5** : tailles moyennes  $\langle L \rangle$  des grains et déformations  $\varepsilon$  (à partir des pics 110F et 220)

### V.5 Tailles des grains selon Scherrer

Les pics 110L présentent une largeur importante. Dans ce cas la taille des grains est le phénomène prépondérant. Nous utiliserons la relation de Scherrer (3) pour calculer les tailles moyennes des grains [42].

$$\langle L \rangle = \frac{\lambda}{\beta_{fl} \cos \theta} \quad (3)$$

Avec  $\beta_{fl} = \beta_{hl} - \beta_{gl}$  calculé à partir des relations suivantes [43] :

$$\begin{aligned} \beta_{hl} &= \beta_h (2,0207 - 0,4803 \Phi - 1,7756 \Phi^2) \\ \beta_{gl} &= \beta_g (2,0207 - 0,4803 \Phi - 1,7756 \Phi^2) \end{aligned} \quad (4)$$

Le tableau V.6 donne les tailles apparentes des grains calculées à partir des relations (3) et (4) des pics 110L :

Echantillons	Pics	$\beta_h$	$\Phi$	$\beta_{fl}$	L (Å)
2032	110L	6,04	0,83	2,36	~ 19
2042	110L	7,40	0,95	0,95	~47

**Tableau V.6** : tailles apparentes des grains calculées à partir des relations (3) et (4) des pics 110L :

Il est intéressant de comparer les concentrations relatives des deux catégories de tailles des grains " grains fins " et " grains moyens " pour les deux types d'échantillons 2032 et 2042. Les spectres de diffraction des deux échantillons sont obtenus dans des conditions expérimentales comparables avec un instrument calibré par un standard externe ; nous pouvons mesurer les concentrations relatives entre ces deux échantillons 2032 et 2042 en

mesurant l'intensité intégrale des impulsions électriques récoltées par le compteur. La concentration des "grains fins" dans l'échantillon 2042 représente 160 % de celle dans l'échantillon 2032, alors que la concentration des "grains moyens" dans l'échantillon 2042 représente 60% de celle dans l'échantillon 2032. Il y a donc une augmentation de la concentration des "grains fins" dans l'échantillon solidifié plus rapidement (42 m/s) et une diminution de la concentration des "grains moyens" par rapport à l'échantillon solidifié à la vitesse de (32 m/s). Il y a également une augmentation importante (172%) des microcontraintes internes dans l'échantillon solidifié plus rapidement 2042 par rapport à l'échantillon 2032.

### V.6 Profils des pics de diffraction de la phase $\theta$ pour $V = 32$ m/s

Nous étudions les profils des pics de diffraction des rayons X, obtenus à température ambiante, et qui correspondent à la cristallisation de la phase  $\theta$ , lorsque le matériau a subi la solidification rapide avec la vitesse de 32 m/s, tableau V.7.

Pic	$2\theta_M$	a	b	$2\omega$ (°)	$I_i$	$H_M$	$\beta$ (°)	$\Phi$
110F	20,82	20,00	21,68	0,48	6,97	14,00	0,49	0,97
110L	19,90	14,00	26,00	5,00	133,00	22,00	6,04	0,83
220	42,20	41,71	42,65	0,605	4,19	7,50	0,56	0,81
220-112	42,67	41,71	43,20	0,70	12,02	17,00	0,71	0,99

**Tableau V.7** : paramètres des profils des pics de diffraction des rayons X de l'échantillon 2032

Les caractéristiques suivantes de chaque pic sont :

Position du maximum d'intensité :  $2\theta_M$  (°  $2\theta$ ).

Largeur totale à mi-hauteur :  $LTMH = 2\omega$  (en ° $2\theta$ ).

Intensité totale :  $I_t = \int_a^b I(2\theta)d\theta$  avec  $a = 2\theta_{MIN}$  et  $b = 2\theta_{MAX}$  c'est-à-dire les abscisses

minimales et maximales du pic

$H_M$  = hauteur maximale du pic (pour la position  $2\theta_M$ )

L'unité de comptage de l'intensité absolue est généralement le nombre d'impulsions par seconde (c/s). Mais les intensités sont exprimées par rapport à une intensité de référence égale à 100 pour la totalité de l'échelle (Range).

$$\text{Intensité intégrale mesurée : } I_i = I_t - \frac{I_{BFG} - I_{BFD}}{2}$$

$$I_t = \text{Intensité totale (aire du pic)} = \int_a^b I(2\theta) d\theta$$

$$\frac{I_{BFG} - I_{BFD}}{2} = \frac{1}{2} \cdot \left( \int_{a-c}^a I(2\theta) d\theta + \int_b^{b+c} I(2\theta) d\theta \right) = \frac{1}{2} \text{ Intensité intégrale du bruit de fond à}$$

gauche et à droite du pic sur une largeur égale à  $c = \Delta(2\theta) = 2\theta_{MAX} - 2\theta_{MIN}$ .

$$\text{Largeur intégrale du pic : } \beta = \frac{I_i}{H_M}$$

$$\text{Facteur de forme : } \phi = \frac{2\omega}{\beta}$$

### V.6.1 Pic 110F de l'échantillon 2032

Le profil du pic (figure V.11) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorenz dont les caractéristiques sont :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	20,85	7.176	13.952	0.41	0.514	0.797
Lorenz	20.852	14.802	17.058	0.552	0.867	0.636

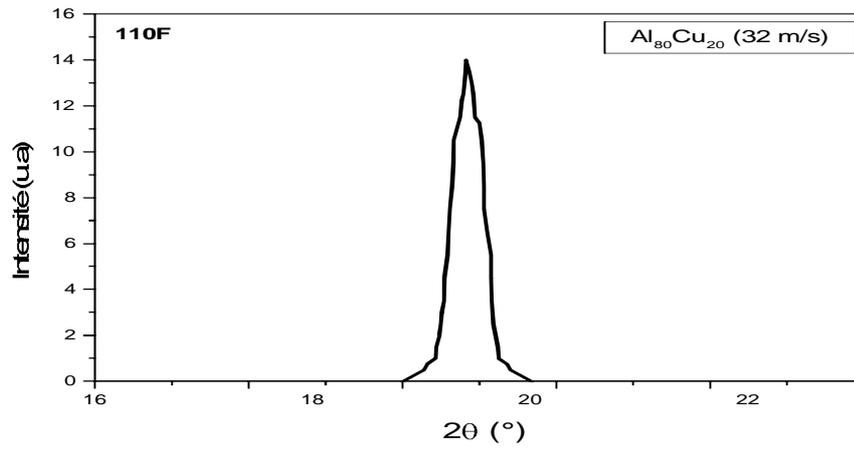
**Tableau V.8** : paramètre du pic 110F

Le profil Gaussien est plus proche du profil observé ( $\Phi = 0.97$ ).

La largeur du sommet du pic est de 0.070 (°  $\theta$ )

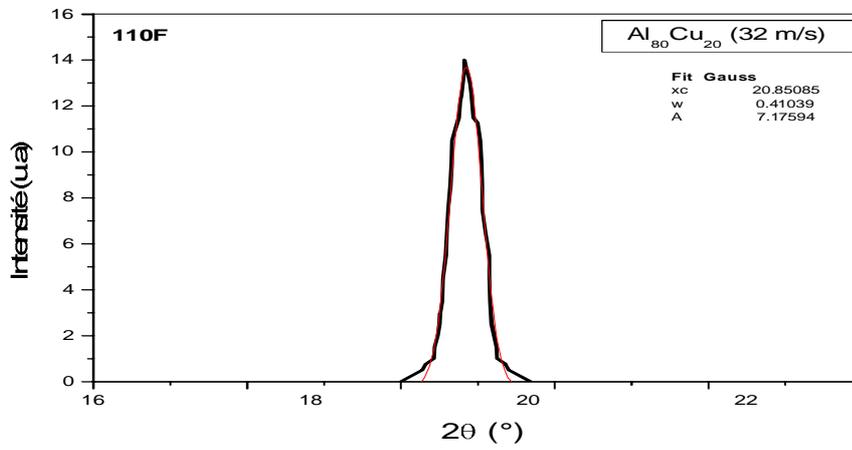
L'allure du pic est régulière et très proche d'une gaussienne.

Enfin la base du pic subit un léger élargissement.



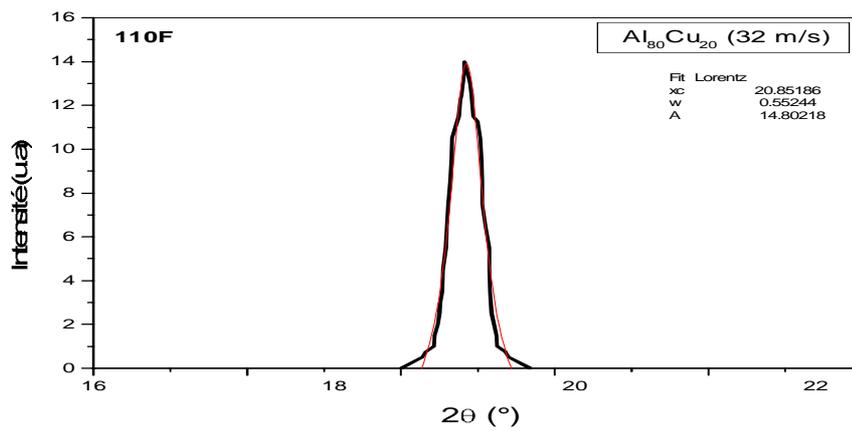
24

26



24

26



24

Figure V.11 : pic 110 F de l'échantillon 2032

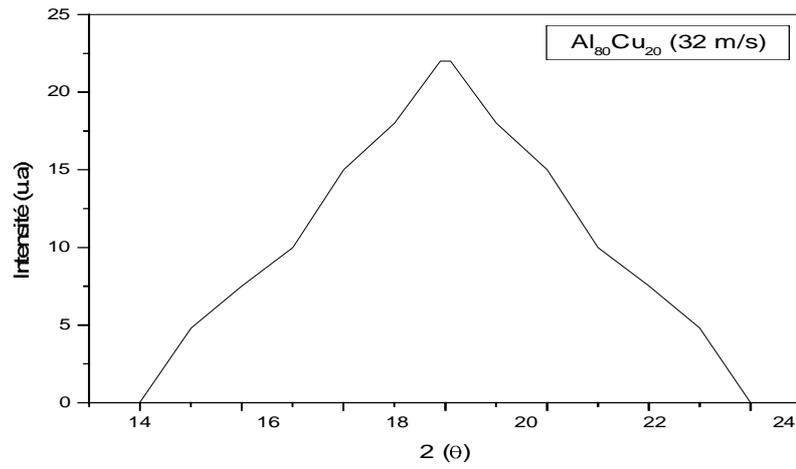
## V.6.2 Pic 110L de l'échantillon 2032

Le profil du pic (Figure V.12) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorenz dont les caractéristiques sont :

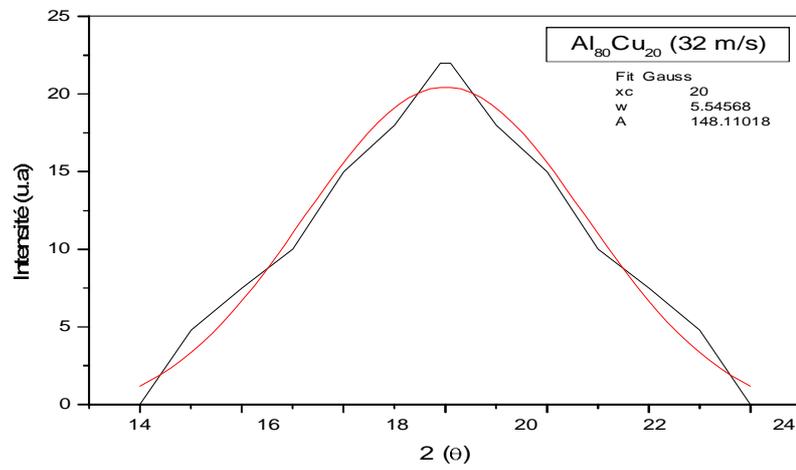
	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	20.00	148,11	21,31	5,54	6,95	0,79
Lorenz	20.00	359,88	28,48	8,04	12,63	0,63

**Tableau V. 9** : paramètres du pic 110L

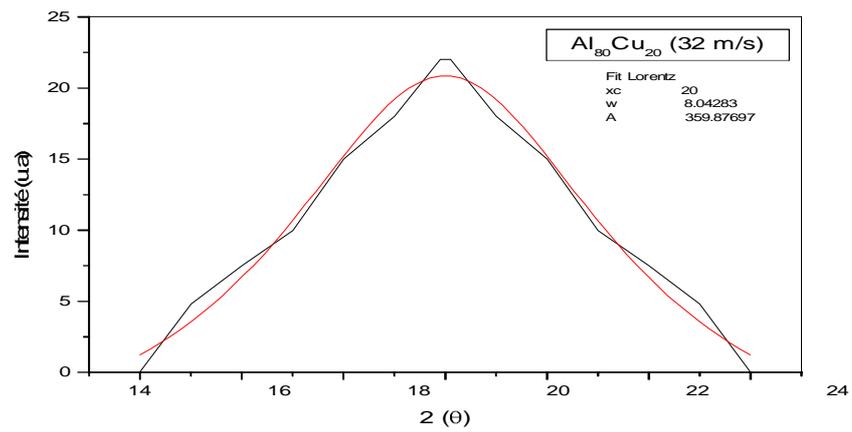
Nous remarquons que les caractéristiques données par la fonction de Gauss sont plus proche des caractéristiques du pic observé ( $\Phi = 0.83$ ) que celles données par la fonction de Lorenz. Nous constatons également la présence d'une anomalie dans la forme du pic observé : autour de  $2\theta = 23.03$  ( $^{\circ}2\theta$ ), un point d'inflexion de la courbe apparaît. Il y a un léger changement de pente de la courbe. Pour expliquer cette anomalie et sans rejeter totalement l'hypothèse d'une cause instrumentale, ce pic pourrait être la conséquence de la convolution de deux pics dus à une anisotropie de taille des grains ou la présence de champs de contraintes pouvant déformer le réseau cristallin. Ces deux pics ont des facteurs de formes comparables à ceux donnés par des fonctions de Gauss. Le décalage entre les deux pics  $0,07$  ( $^{\circ}2\theta$ ) est supérieur à l'erreur instrumentale qui peut être estimée à  $0,02$  ( $^{\circ}2\theta$ ) pour les angles  $\leq 20$  ( $^{\circ}2\theta$ ). Une légère anisotropie des tailles des grains est une hypothèse crédible pour expliquer cet écart, mais la présence de défauts n'est pas théoriquement à exclure.



26



26



26

Figure V.12 : pic 110L de l'échantillon 2032

### V.6.3 Pic 220 de l'échantillon 2032

Ce pic est l'harmonique du pic 110, son ordre de diffraction est  $n = 2$ .

Le profil du pic (Figure V.13) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorentz dont les caractéristiques sont :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	42.203	13.463	14.287	0.751	0.942	0.797
Lorentz	42.203	44.456	22.093	1.281	2.012	0.636

**Tableau V.10** : paramètres du pic 220

Le profil gaussien est plus proche du profil observé ( $\Phi = 0.81$ ).

La largeur du sommet du pic est impotente :  $0.14$  ( $^{\circ}2\theta$ ).

L'allure du pic est très régulière et très proche d'une Gaussienne.

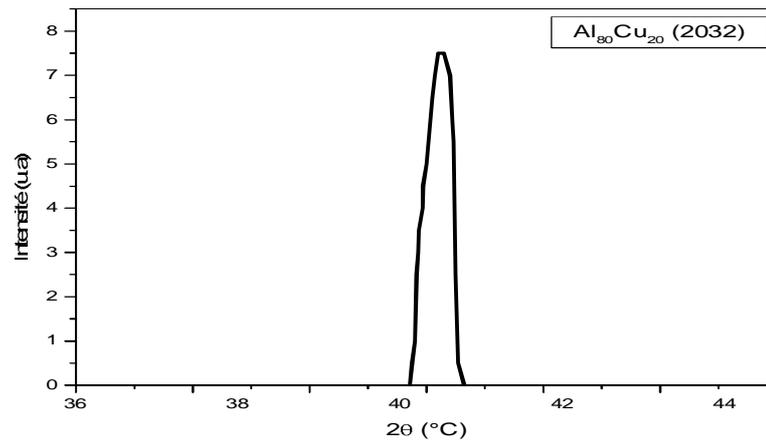
### V.6.4 Doublet 220-112 de l'échantillon 2032

Le doublet 220-112 n'est pas séparé (Figure V.14) pour cette vitesse de solidification. Les caractéristiques données sont donc celles relatives à un seul pic, sans ajustement :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	42.578	9.402	14.107	0.631	0.666	0.797
Lorentz	42.584	19.765	17.818	0.706	1.109	0.636

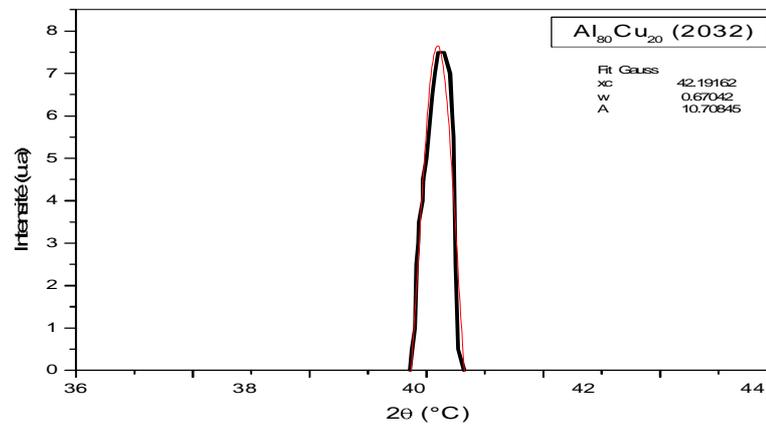
**Tableau V.11** : paramètres du doublet 220-112

Le centroïde est décalé, il est inférieur à  $2\theta_M = 42,67$  ( $^{\circ}2\theta$ ), qui est la position du maximum du pic et il apparaît une nette dissymétrie entre la partie gauche (angle supérieur à  $2\theta_M$ ) et la partie droite (angle inférieur à  $2\theta_M$ ) du pic. C'est donc la combinaison non résolue des deux pics 220 et 112 qui provoque ce décalage du maximum et de la dissymétrie. Il est possible de séparer les deux pics. Un point d'inflexion à  $42.34$  ( $^{\circ}2\theta$ ) est perceptible. La largeur du sommet du pic est de  $0,7$  ( $^{\circ}2\theta$ ).



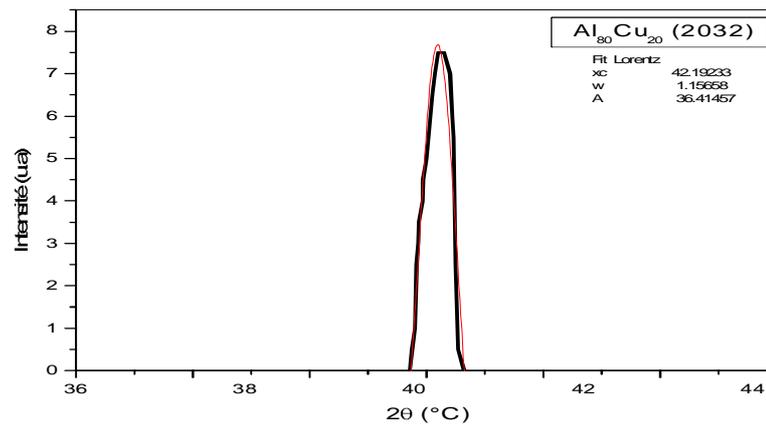
46

48



46

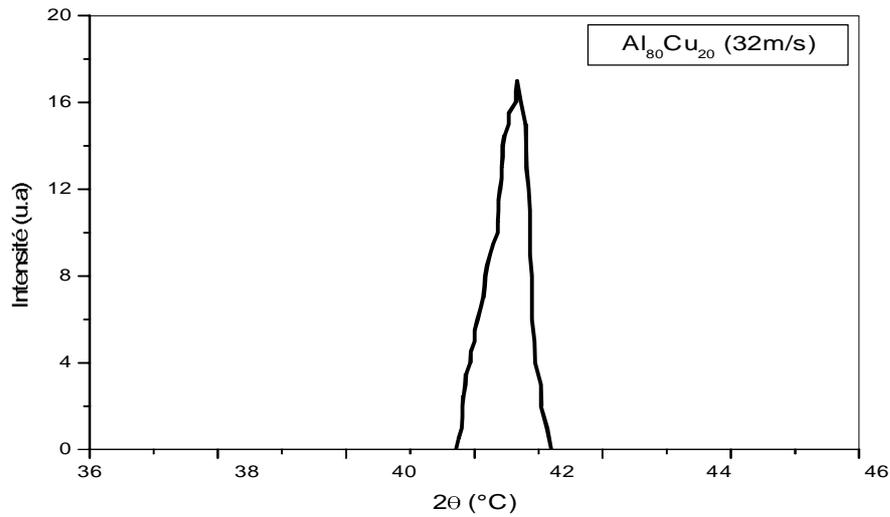
48



46

48

Figure V.13 : pic 220 de l'échantillon 2032



48

**Figure V.14** : doublet 220-112 de l'échantillon 2032

### V.7 Profils des pics de diffraction de la phase $\theta$ pour $V = 42$ m/s

Nous étudions les profils des pics de diffraction des rayons X, obtenus à température ambiante, et qui correspondent à la cristallisation de la phase  $\theta$ , lorsque le matériau a subi la solidification rapide avec la vitesse périphérique de la roue de 42 m/s, tableau V.12.

Pic	$2\theta_M$	a	b	$2\omega$ (°)	$I_i$	$H_M$	$\beta$ (°)	$\Phi$
110F	20,68	20,00	21,22	0,40	4,42	10,00	0,44	0,91
110L	20,10	13,00	27,00	7,00	229,00	31,00	7,40	0,95
220	42,00	41,71	42,29	0,31	1,49	4,2	0,35	0,89
220-112	42,52	41,71	43,12	0,47	9,74	17,50	0,56	0,84

**Tableau V.12** : paramètres des profils des pics de diffraction des rayons X (42 m/s)

### V.7.1 Pic 110F de l'échantillon 2042

Le profil du pic (Figure V.15) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorentz dont les caractéristiques sont :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	20.651	4.4036	9.592	0.366	0.459	0.797
Lorentz	20.651	9.91	12.264	0.514	0.808	0.636

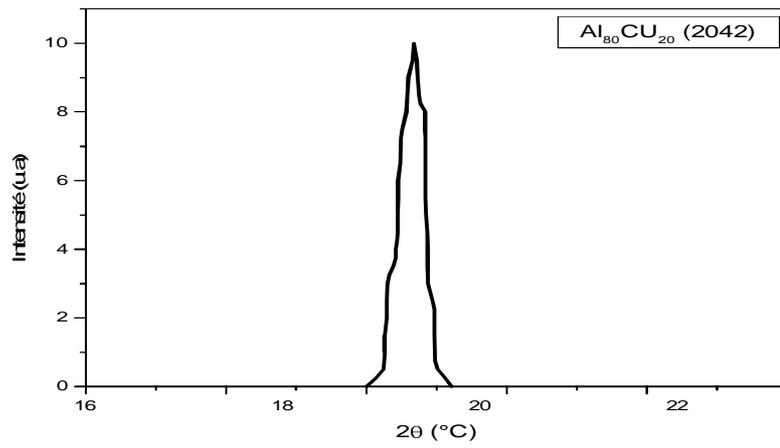
**Tableau V.13** : paramètres du pic 110F

Le profil Gaussien est plus proche du profil observé ( $\Phi = 0,91$ ).

La largeur du sommet du pic est de 0.03 ( $^{\circ}2\theta$ ).

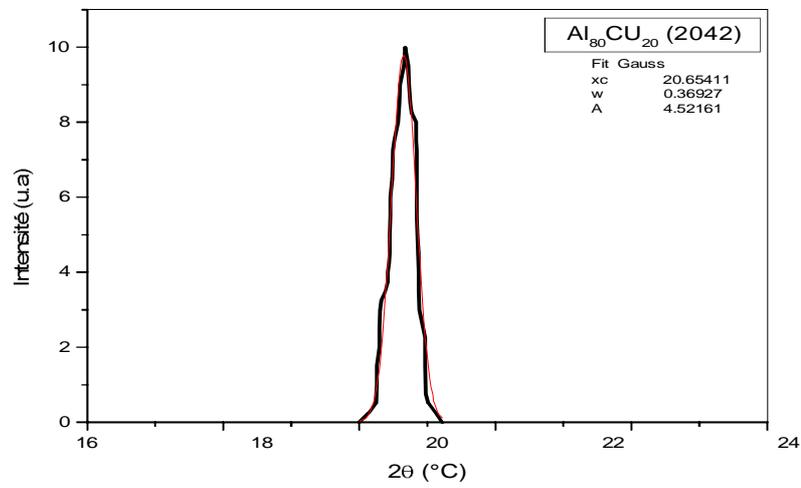
Un léger point d'inflexion à 20.29 ( $^{\circ}2\theta$ ) est perceptible.

Enfin la base du pic subit un léger élargissement.

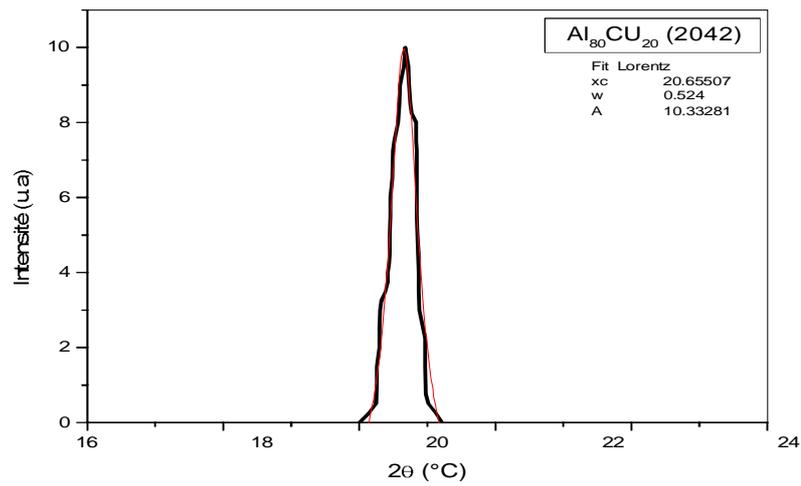


24

26



26



26

Figure V.15 : pic 110F de l'échantillon 2042

### V.7.2 Pic 110L de l'échantillon 2042

Le profil du pic (Figure V.16) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorentz dont les caractéristiques sont :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	20.00	205.39	29.37	5.583	6.993	0.798
Lorentz	20.00	466.39	38.107	7.79	12.239	0.636

**Tableau V.14** : paramètres du pic 110L

Le profil Gaussien est plus proche du profil observé ( $\Phi = 0.91$ ).

Ce pic est relativement large et la largeur du sommet du pic est de  $0,40$  ( $^\circ 2\theta$ ).

La largeur à la base du pic a augmenté :  $2\theta_{MAX} - 2\theta_{MIN} = b - a = 14$  ( $^\circ 2\theta$ ). Nous considérons que le bas du pic est généralement représentatif des grains dont la taille est plus petite.

### V.7.3 Pic 220 de l'échantillon 2042

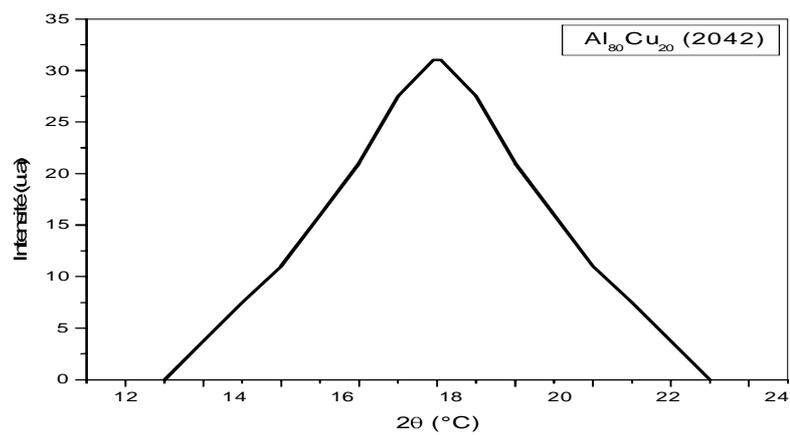
Ce pic est un harmonique du pic 110, son ordre de diffraction est  $n = 2$ . Le profil du pic (Figure V.17) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorentz dont les caractéristiques sont :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	42	3,81	7,15	0,42	0,533	0,79
Lorentz	42	14,27	11,89	0,76	1,2	0,63

**Tableau V.15** : paramètres du doublet 220-112

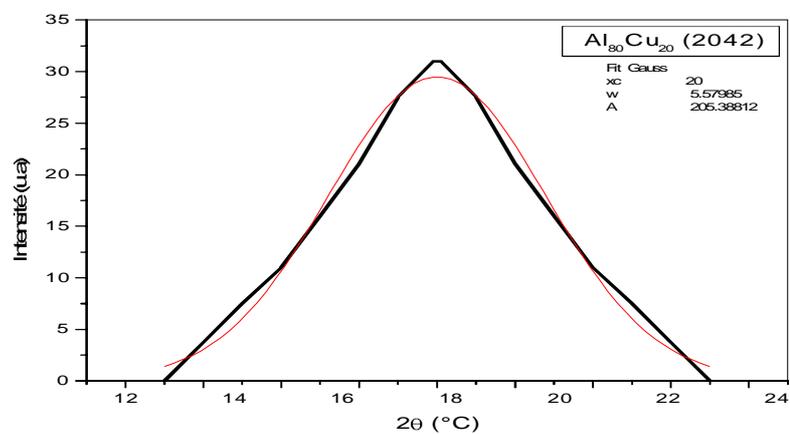
Le profil Gaussien est plus proche du profil observé ( $\Phi = 0,89$ ).

La largeur du sommet du pic est importante :  $0,11$  ( $^\circ 2\theta$ ).



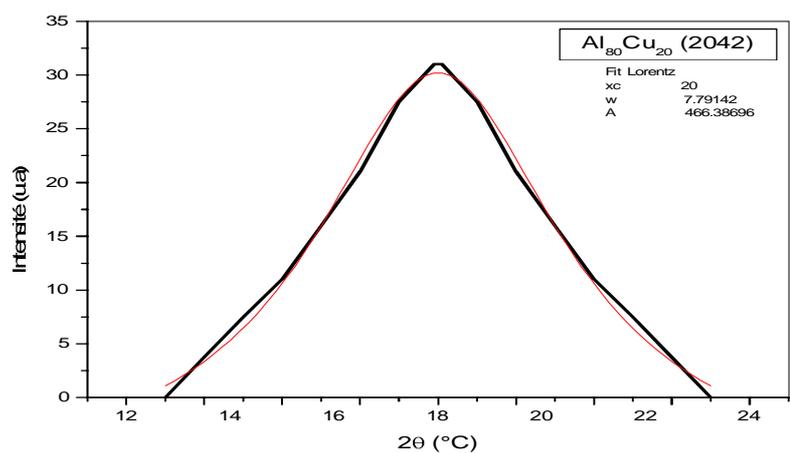
26

28



26

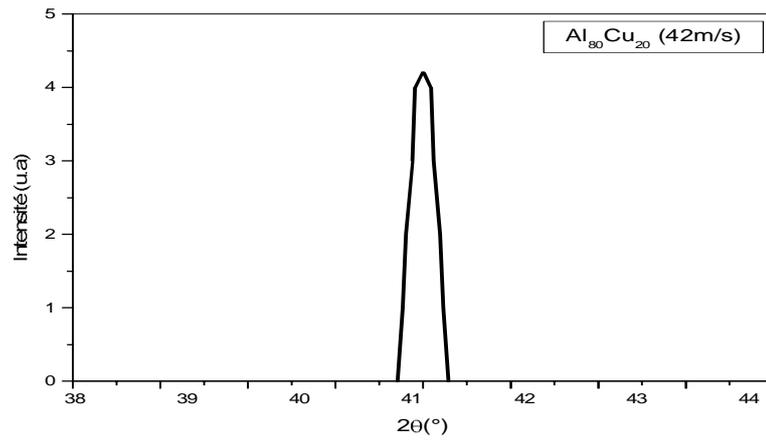
28



26

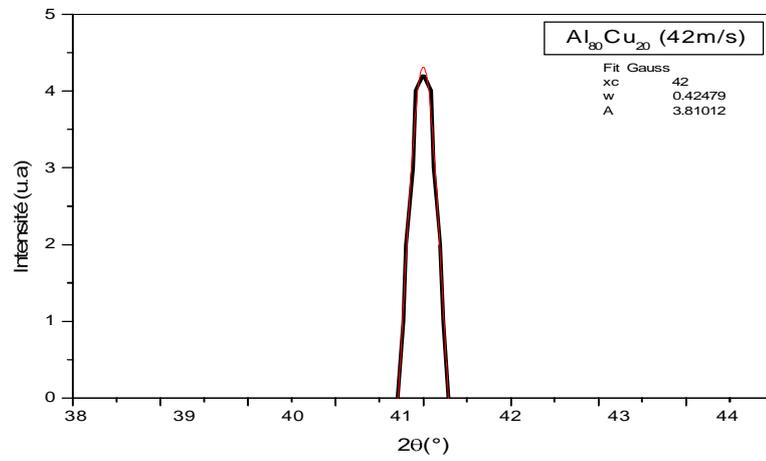
28

Figure V.16 : pic 110L de l'échantillon 2042



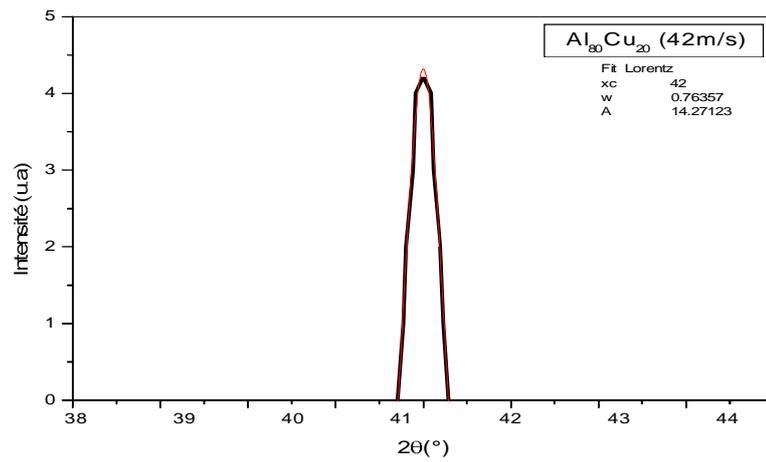
45

46



45

46



45

46

Figure V.17 : pic 220 de l'échantillon 2042

### V.7.4 Doublet 220-112 de l'échantillon 2042

Le profil du pic (Figure V.18) est ajusté par une fonction de Gauss et une fonction de Lorentz dont les caractéristiques sont :

	$2\theta_M$	$I_i$	$H_M$	$2\omega$ (°)	$\beta$ (°)	$\Phi$
Gauss	42.519	6.057	13.802	0.350	0.438	0.799
Lorentz	42.515	11.493	16.670	0.439	0.689	0.637

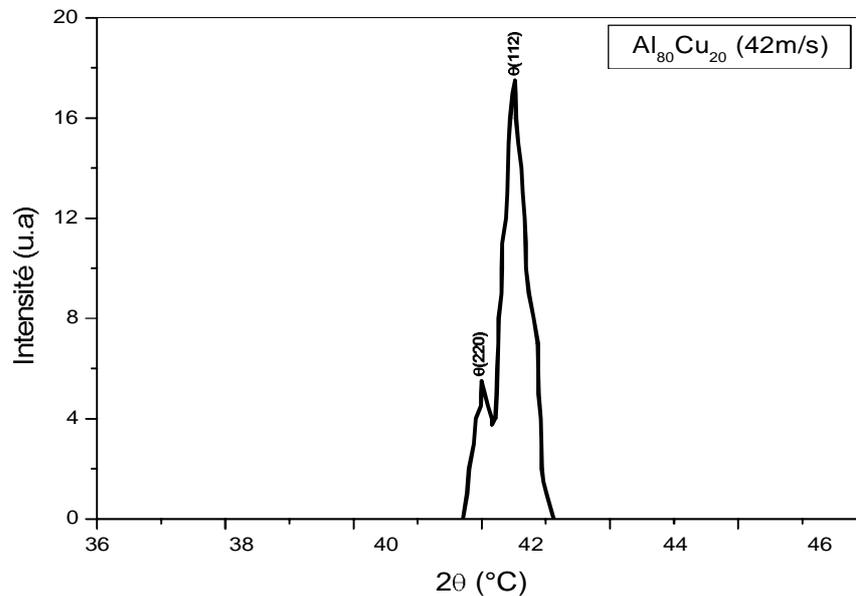
**Tableau V.16** : paramètres du doublet 220-112

Le profil Gaussien est proche du du profil observé ( $\Phi = 0,84$ ).

Le doublet 220-112 est nettement séparé avec un premier maximum correspondant au pic 220 :

$2\theta_{M1} = 42$  (°2 $\theta$ ) et un deuxième maximum correspondant au pic 112 :  $2\theta_{M2} = 42,5$  (°2 $\theta$ ).

L'écart entre les maximums des deux pics est de 0.5 (°2 $\theta$ ).



**Figure V.18** : doublet 220-112 de l'échantillon 2042

A la vitesse de solidification de 42 m/s, le doublet a deux sommets nettement séparés (Figure V.18), cependant le reste du pic n'est pas séparé. Alors que pour la vitesse de solidification de 32 m/s les sommets des pics ne sont pas séparés.

## V.8 Conclusion

La diffraction des rayons X et l'étude des profils des pics 110 et 220 de l'alliage  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  solidifié aux grandes vitesses de 32 et 42 m/s ont permis de calculer la taille et la concentration des grains de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  dans la direction cristallographique 110. La taille des grains et les microcontraintes internes ont été calculées par la méthode de Langford dite des largeurs intégrales. La taille moyenne des grains a été calculée aussi selon la relation de Scherrer.

La concentration des "grains fins" dans l'échantillon 2042 représente 160 % de celle dans l'échantillon 2032, alors que la concentration des "grains moyens" dans l'échantillon 2042 représente 60 % de celle dans l'échantillon 2032.

Il y a donc une augmentation de la concentration des "grains fins" dans l'échantillon solidifié plus rapidement (42 m/s) et diminution de la concentration des "grains moyens" par rapport à l'échantillon solidifié à 32 m/s.

Il y a également une augmentation importante (172 %) des microcontraintes internes dans l'échantillon solidifié plus rapidement 2042 par rapport à l'échantillon 2032.

Les grains fins de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  dans l'échantillon 2032 sont en concentration plus faible que les grains fins dans l'échantillon 2042, à l'inverse des concentrations des grains moyens.

L'effet de la vitesse de trempe a une influence certaine sur l'affinement des grains, elle augmente la concentration des grains fins ainsi que les microcontraintes internes dans des proportions appréciables. Les résultats attendus de cet affinement des grains des phases  $\alpha$  et  $\theta$ , devraient être une amélioration des caractéristiques mécaniques de ces alliages.

# CHAPITRE VI

## **ETUDE DES ALLIAGES Al-Cu et Al-Cu-Zn SOLIDIFIES À 42 m/s EN FONCTION DE LA CONCENTRATION DE CU ET DE Zn**

VI.1 Introduction	116
VI.2 Etude des alliages binaire Al-Cu	.....116
VI.2.1 Analyse par diffraction des rayons X	...116
VI.2.1.1 Analyse de l'alliage Al <sub>97</sub> Cu <sub>3</sub>	.117
VI.2.1.2 Analyse de l'alliage Al <sub>95</sub> Cu <sub>5</sub>	.120
VI.2.1.3 Analyse de l'alliage Al <sub>90</sub> Cu <sub>10</sub>	...122
VI.2.1.4 Analyse de l'alliage Al <sub>80</sub> Cu <sub>20</sub>	125
VI.2.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)	...127
VI.2.2.1 Analyse DSC de l'échantillon 342	.....127
VI.2.2.2 Analyse DSC de l'échantillon 542	.....128
VI.2.2.3 Analyse DSC de l'échantillon 1042	.....129
VI.2.2.4 Analyse DSC de l'échantillon 2042	.....130
VI.2.2.5 Discussion des résultats	...131
VI.2.3 Etude de la dureté HV des alliages binaires Al-Cu	.....132
VI.2.3.1 Microdureté HV après recuits isochrones	.....133
VI.2.3.2 Microdureté HV après recuits isothermes	...134
VI.3 Etude des alliages ternaires Al-Cu-Zn	.....136
VI.3.1 Analyse par diffraction des rayons X	...136
VI.3.1.1 Analyse de l'alliage Al <sub>79</sub> Cu <sub>20</sub> Zn <sub>1</sub>	.137
VI.3.1.2 Analyse de l'alliage Al <sub>77</sub> Cu <sub>19</sub> Zn <sub>4</sub>	...139
VI.3.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)	...142
VI.3.2.1 Alliage Al <sub>79</sub> Cu <sub>20</sub> Zn <sub>1</sub>	...142
VI.3.2.2 Alliage Al <sub>77</sub> Cu <sub>19</sub> Zn <sub>4</sub>	...143
VI.3.3 Etude de la dureté HV après recuit des échantillons	...143
VI.4 Conclusion.....	146

## VI.1 Introduction

Ce chapitre est consacré à l'influence de la vitesse de solidification rapide obtenue à 42 m/s sur la microstructure :

- de l'alliage binaire Al-Cu en fonction de la concentration du cuivre
- de l'alliage ternaire Al-Cu-Zn en fonction de la concentration du zinc

Nous avons utilisé quatre alliages binaires hypoeutectiques de différentes concentrations du cuivre. Les deux premiers alliages sont proches du domaine de la phase  $\alpha$ -Al, un troisième alliage proche du milieu du domaine hypoeutectique et le quatrième alliage proche de l'eutectique.

Nous avons utilisé aussi deux autres alliages ternaires de faible concentration en zinc. Ces derniers sont élaborés par addition de 1% et 4% pds de zinc à l'alliage binaire  $Al_{80}Cu_{20}$ .

Tous ces alliages solidifiés rapidement ont été caractérisés par diffraction des rayons X, par calorimétrie différentielle DSC et par microdureté HV.

Les différents alliages utilisés dans ce chapitre sont donnés dans le tableau VI.1.

Echantillons bruts d'élaboration	Repère des échantillons solidifiés à la vitesse de 42 m/s	Composition chimique des alliages	Teneur en cuivre (% pds)	Teneur en zinc (% pds)
B 3	342	$Al_{97}Cu_3$	3	--
B 5	542	$Al_{95}Cu_5$	5	--
B 10	1042	$Al_{90}Cu_{10}$	10	--
B 20	2042	$Al_{80}Cu_{20}$	20	--
B 1	142	$Al_{79}Cu_{20}Zn_1$	20	1
B 4	442	$Al_{77}Cu_{19}Zn_4$	19	4

**Tableau VI.1** : repères et compositions chimiques des alliages élaborés

## VI.2 Etude des alliages binaires Al-Cu

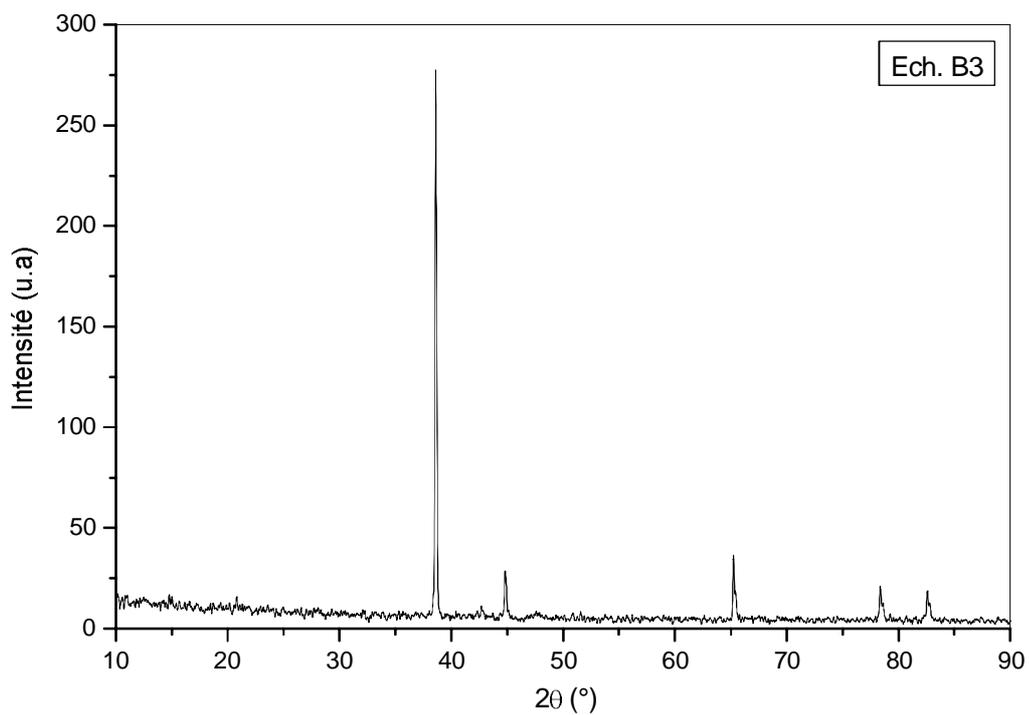
### VI.2.1 Analyse par diffraction des rayons X

Pour déterminer l'influence de la vitesse de solidification rapide sur les alliages binaires Al-Cu, en fonction de la concentration du cuivre, nous avons étudié la microstructure en analysant les diffractogrammes des quatre échantillons de concentration en cuivre 3%, 5%, 10% et 20% pds Cu. Le diffractogramme de chaque échantillon solidifié à la vitesse de 42 m/s a été comparé à celui du même alliage non solidifié rapidement (brut). Les diffractogrammes sont obtenus en utilisant le diffractomètre Siemens D8, l'anticathode est en cuivre ( $\lambda = 1,542$ ) avec un filtre de Ni, une fente de divergence de  $1^\circ$  et une fente de réception de 0.1 mm.

### VI.2.1.1 Analyse de l'alliage $Al_{17}Cu_3$

Les diffractogrammes de l'alliage  $Al_{17}Cu_3$  représentatif des deux phases sont montrés sur la figure VI.1 avant solidification rapide (éch. B3) et sur la figure VI.2 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s (éch. 342). Les angles de diffraction  $2\theta$  ( $^\circ$ ) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que le décalage  $\Delta 2\theta$  ( $^\circ$ ) entre les raies des échantillons avant et après solidification rapide, sont reportés dans le tableau VI.1 pour l'alliage à l'état brut d'élaboration (avant SR) et le Tableau VI.2 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s.

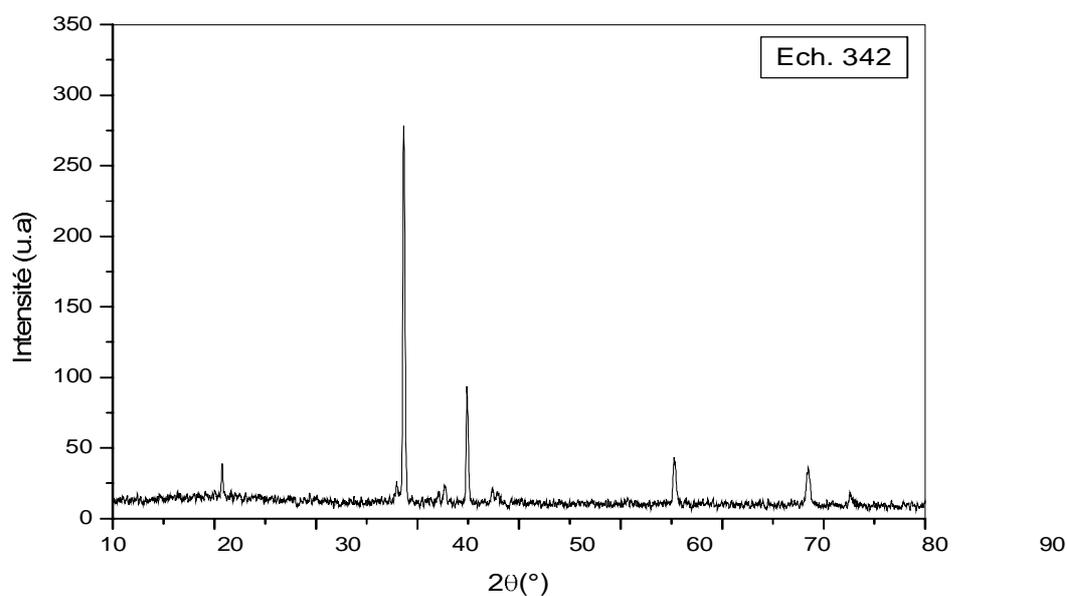
En comparant le diffractogramme de l'alliage 3% pds Cu solidifié rapidement avec le diffractogramme du même alliage à l'état brut d'élaboration, on remarque une augmentation du nombre de raies de la phase  $\theta-Al_2Cu$ . Les raies de la phase  $\alpha-Al$  sont décalées vers les grands angles ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0.07 et 0.22) et le décalage des raies de la phase  $\theta-Al_2Cu$ ,  $\Delta 2\theta$  varie entre 0.04 et 0.44. Ce décalage de toutes les raies vers les grands angles explique la diminution des paramètres de la maille du réseau et la formation des microcontraintes internes. Ce qui favorise l'amélioration des caractéristiques mécaniques et structurales de l'alliage.



**Figure VI.1** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B3 (avant SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	$I/I_0$ (%)
1	20,70	$\theta$	110	6
2	38,59	$\alpha$	111	100
3	44,72	$\alpha$	200	11
4	47,51	$\theta$	310	3
5	65,22	$\alpha$	220	13
6	78,32	$\alpha$	311	8
7	82,48	$\alpha$	222	7

**Tableau VI.2** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon B3 (avant SR)



**Figure VI.2** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 342 (après SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	$I/I_0$ (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,74	110	$\theta$	14	0,04
2	37,86	211	$\theta$	9	--
3	38,64	111	$\alpha$	100	0,05
4	42,20	220	$\theta$	7	--
5	42,72	112	$\theta$	9	--
6	44,94	200	$\alpha$	34	0,22
7	47,35	310	$\theta$	9	--
8	47,95	202	$\theta$	7	0,44
9	65,26	220	$\alpha$	16	0,04
10	78,52	311	$\alpha$	13	0,2
11	82,55	222	$\alpha$	7	0,07

**Tableau VI.3** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 342 (après SR)

### VI.2.1.2 Analyse de l'alliage Al<sub>95</sub>Cu<sub>5</sub>

Les diffractogrammes de l'alliage Al<sub>95</sub>Cu<sub>5</sub> sont montrés sur la figure VI.3 avant solidification rapide (B5) et sur la figure VI.4 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s (542). Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que le décalage  $\Delta 2\theta$  (°) entre les raies des échantillons avant et après solidification rapide, sont reportés dans le tableau VI.4 pour l'état brut d'élaboration (avant SR) et dans le tableau VI.5 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s.

On comparant le diffractogramme de l'alliage 5% pds Cu solidifié rapidement avec le diffractogramme du même alliage à l'état brut d'élaboration, on remarque, en plus des raies de la phase durcissante  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, la présence des raies appartenant à la troisième phase  $\sigma$ -AlCu. Les raies de la phase  $\alpha$ -AlCu sont décalées vers les grands angles ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,08 et 0,10) et les raies de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu sont décalées vers les grands angles ( $\Delta 2\theta \sim 0,30$ ). Ce décalage des raies vers les grands angles et la formation de la troisième phase sont responsables de l'amélioration des caractéristiques mécaniques de cet alliage par rapport à l'alliage brut et par rapport à l'alliage contenant moins de cuivre.

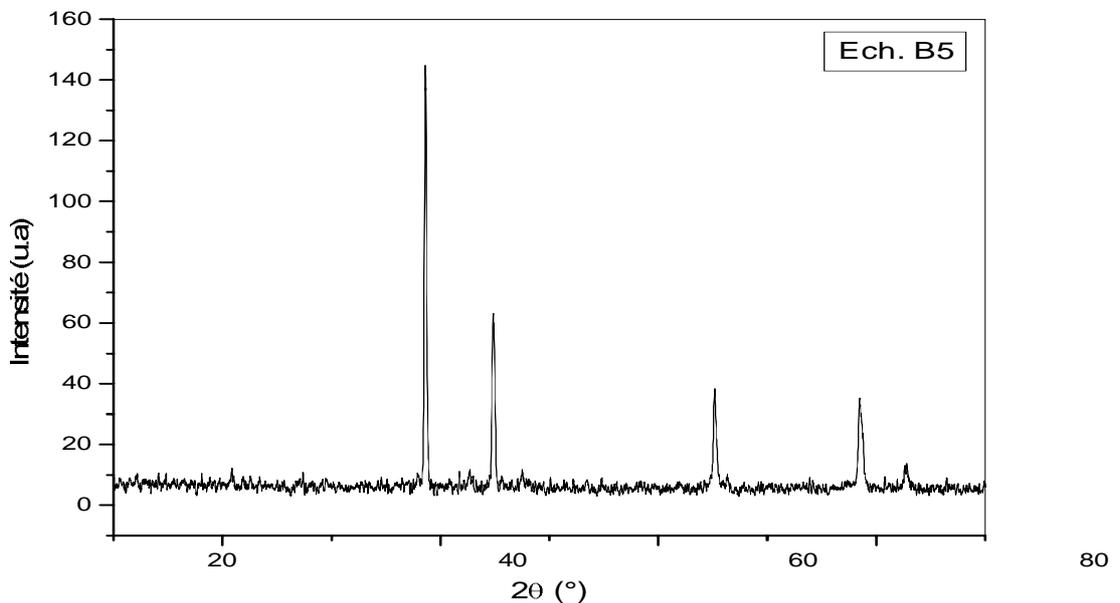
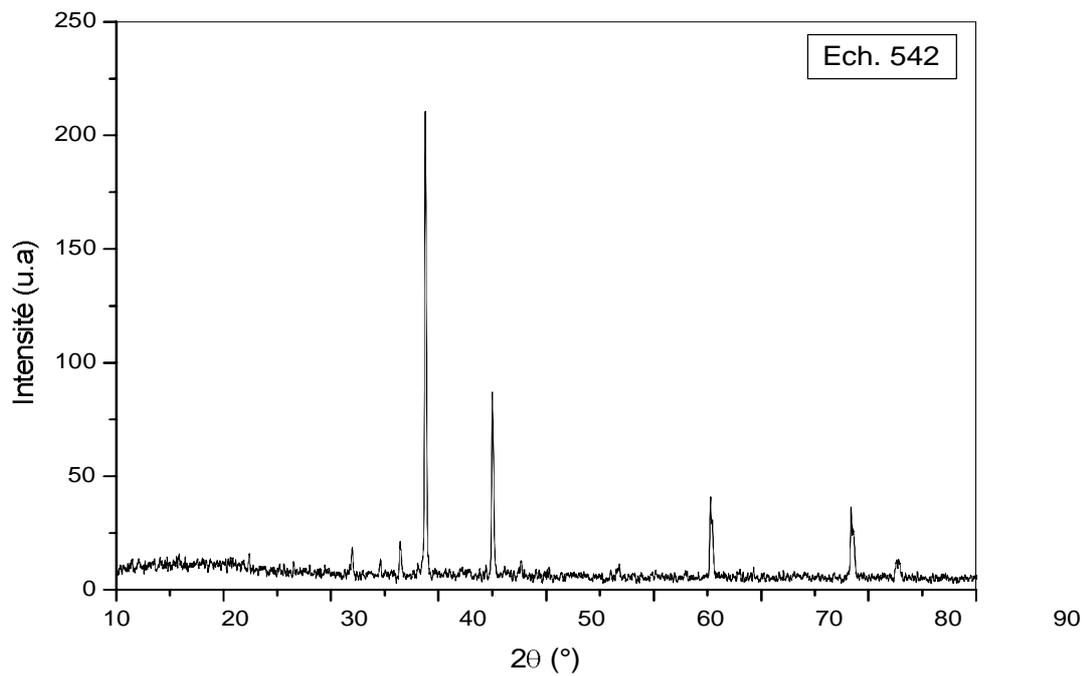


Figure VI.3 : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B5 (avant SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	$I/I_0$ (%)
1	20,80	110	$\theta$	9
2	38,71	111	$\alpha$	100
3	41,63	220	$\theta$	8
4	42,73	112	$\theta$	9
5	44,76	200	$\alpha$	44
6	47,45	310	$\theta$	9
7	65,12	220	$\alpha$	27
8	78,45	311	$\alpha$	25
9	82,74	222	$\alpha$	10

**Tableau VI.4** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon B5 (avant SR)



**Figure VI.4** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 542 (après SR)

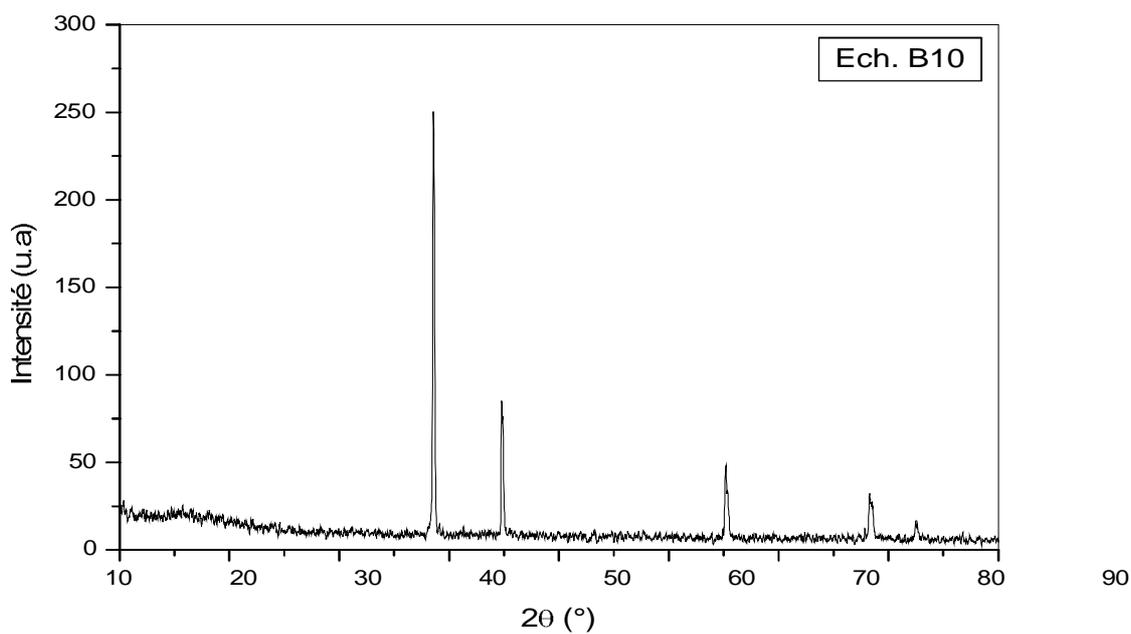
Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	31,90	$\bar{4}02$	$\sigma$	14	--
2	34,63	$\bar{3}12$	$\sigma$	7	--
3	36,41	211	$\theta$	10	--
4	38,75	111	$\alpha$	100	0,04
5	44,86	200	$\alpha$	41	0,1
6	47,74	202	$\theta$	6	0,29
7	56,97	222	$\theta$	6	--
8	65,36	220	$\alpha$	20	0,24
9	78,43	311	$\alpha$	17	0,12
10	82,74	222	$\alpha$	7	0,08

**Tableau VI.5** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 542 (après SR)

### VI.2.1.3 Analyse de l'alliage Al<sub>90</sub>Cu<sub>10</sub>

Les diffractogrammes de l'alliage Al<sub>90</sub>Cu<sub>10</sub> sont montrés sur la figure VI.5 avant solidification rapide (B10) et sur la figure VI.6 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s (1042). Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que le décalage  $\Delta 2\theta$  (°) entre les raies des échantillons avant et après solidification rapide, sont reportés dans le tableau VI.6 pour l'alliage à l'état brut (avant SR) et le tableau VI.7 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s.

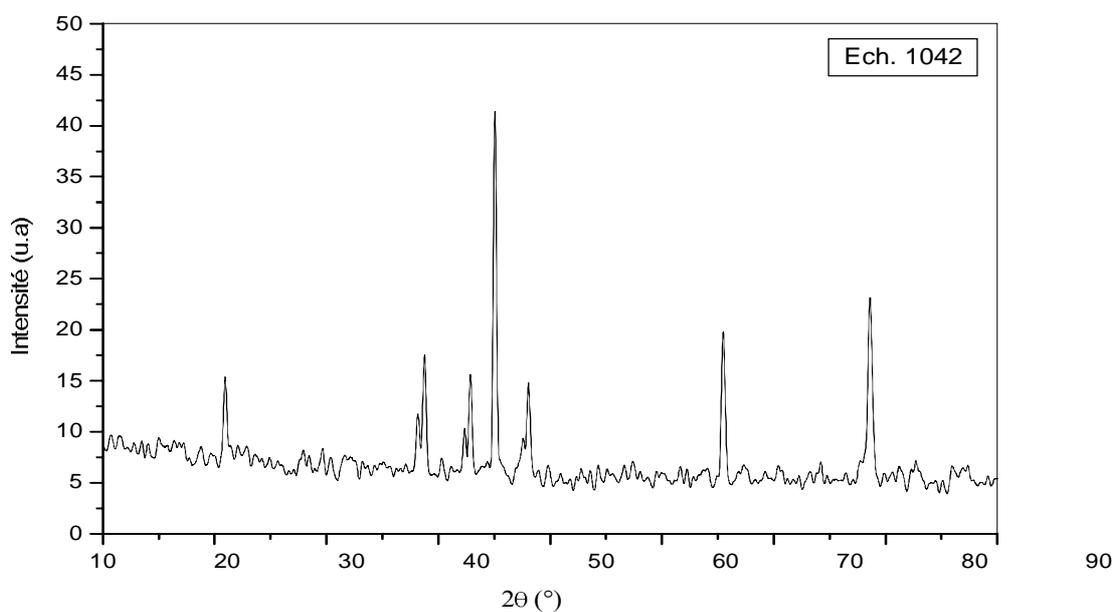
On remarque l'augmentation du nombre de raies de la phase durcissante  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu par rapport au diffractogramme de l'alliage à l'état brut et par rapport aux alliages à 3% et 5% pds Cu. Les raies de la troisième phase  $\sigma$ -AlCu existent aussi. Les raies de la phase  $\alpha$ -Al sont décalées vers les grands angles ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,1 et 0,44) et les raies de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ( $\Delta 2\theta \sim 0,1$ ). Plus on ajoute du cuivre plus les propriétés mécaniques de l'alliage sont améliorés.



**Figure VI.5** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B10 (avant SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	$I/I_0$ (%)
1	38,67	111	$\alpha$	100
2	42,41	220	$\theta$	4
3	44,75	200	$\alpha$	40
4	65,24	220	$\alpha$	20
5	78,22	311	$\alpha$	13
6	82,38	222	$\alpha$	9

**Tableau VI.6** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon B10 (avant SR)



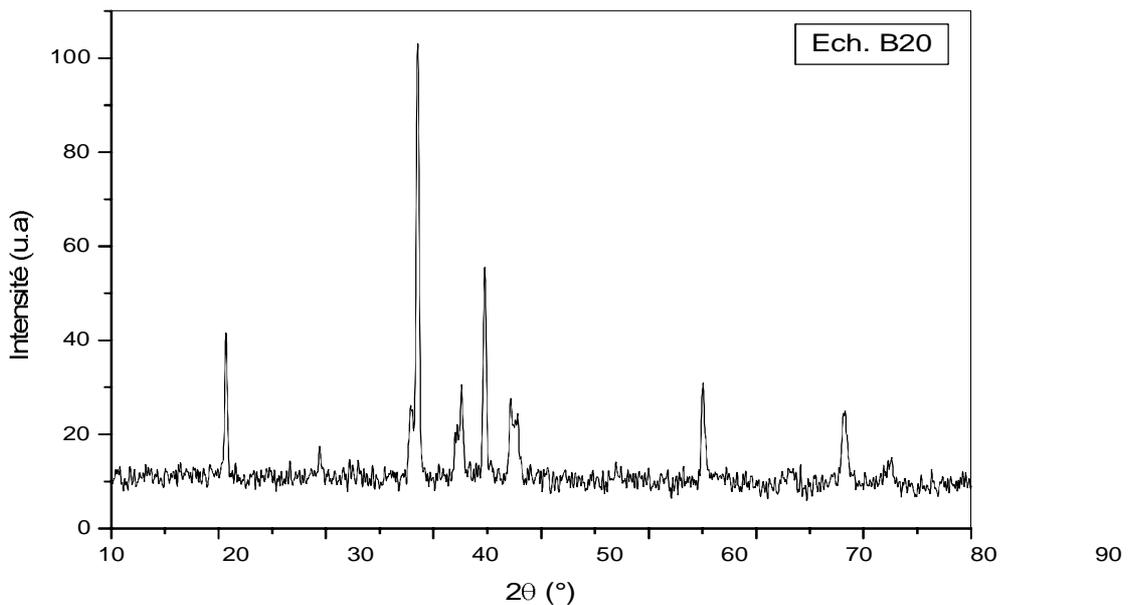
**Figure VI.6** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 1042 (après SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,80	110	$\theta$	36	--
2	38,05	211	$\theta$	29	--
3	38,77	111	$\alpha$	43	0,1
4	42,31	220	$\theta$	25	0.1
5	42,87	112	$\theta$	38	--
6	44,85	$\bar{3}13$	$\sigma$	100	0,1
7	47,51	310	$\theta$	23	--
8	48,00	$\bar{2}20$	$\sigma$	36	--
9	65,51	220	$\alpha$	48	0,27
10	78,66	311	$\alpha$	56	0,44
11	82,58	222	$\alpha$	18	0,2

**Tableau VI.7** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 1042 (après SR)

#### VI.2.1.4 Analyse de l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub>

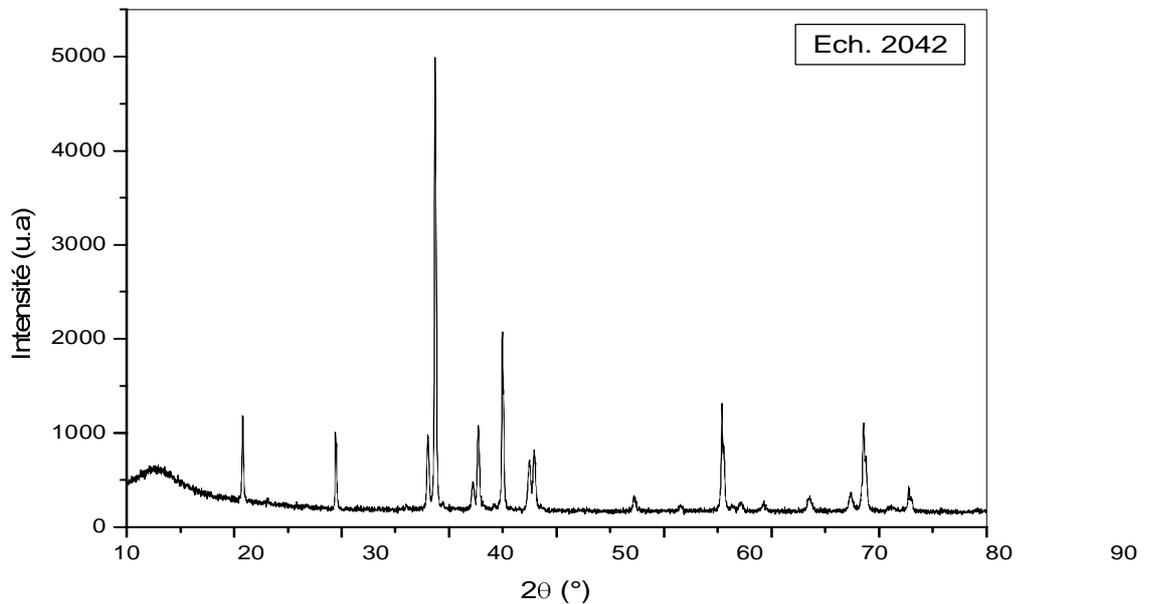
Les diffractogrammes de l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> sont montrés sur la figure VI.7 pour les échantillons avant solidification rapide (B20) et sur la figure VI.8 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s (2042). Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que le décalage  $\Delta 2\theta$  (°) entre les raies des échantillons avant et après solidification rapide, sont reportés dans le tableau VI.8 pour l'alliage à l'état brut d'élaboration (avant SR) et dans le tableau VI.9 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s. On remarque pour l'alliage contenant 20% pds Cu, la présence des trois phases avec l'augmentation en quantité de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Le décalage des raies est vers les grands angles pour la phase  $\alpha$ -Al ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,052 et 0,071) et pour la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,054 et 0,12).



**Figure VI.7** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B20 (avant SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)
1	20,650	110	$\theta$	40
2	29,417	200	$\theta$	17
3	37,900	211	$\theta$	26
4	38,490	111	$\alpha$	100
5	42,102	220	$\theta$	22
6	42,621	112	$\theta$	30
7	44,750	200	$\alpha$	54
8	47,300	310	$\theta$	27
9	47,839	202	$\theta$	24
10	65,166	220	$\alpha$	30
11	73,457	402	$\theta$	13
12	78,255	311	$\alpha$	24
13	82,460	222	$\alpha$	15

**Tableau VI.8** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon B20 (avant SR)



**Figure VI.8** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 2042 (après SR)

Raies	2 $\theta$ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,707	110	$\theta$	24	0,057
2	23,171	$\bar{1}10$	$\sigma$	7	--
3	29,473	200	$\theta$	20	0,056
4	37,955	211	$\theta$	20	0,055
5	38,561	111	$\alpha$	100	0,071
6	42,160	220	$\theta$	10	0,058
7	42,675	112	$\theta$	22	0,054
8	44,828	200	$\alpha$	42	0,078
9	47,420	310	$\theta$	15	0,12
10	47,896	202	$\theta$	17	0,057
11	57,214	222	$\theta$	7	--
12	61,116	400	$\theta$	5	--
13	65,218	220	$\alpha$	27	0,052
14	67,602	$\bar{8}01$	$\sigma$	6	--
15	69,254	420	$\theta$	6	--
16	73,542	402	$\theta$	7	0,085
17	77,330	332	$\theta$	8	--
18	78,310	311	$\alpha$	22	0,055
19	82,519	322	$\alpha$	9	0,059

**Tableau VI.9** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 2042 (après SR)

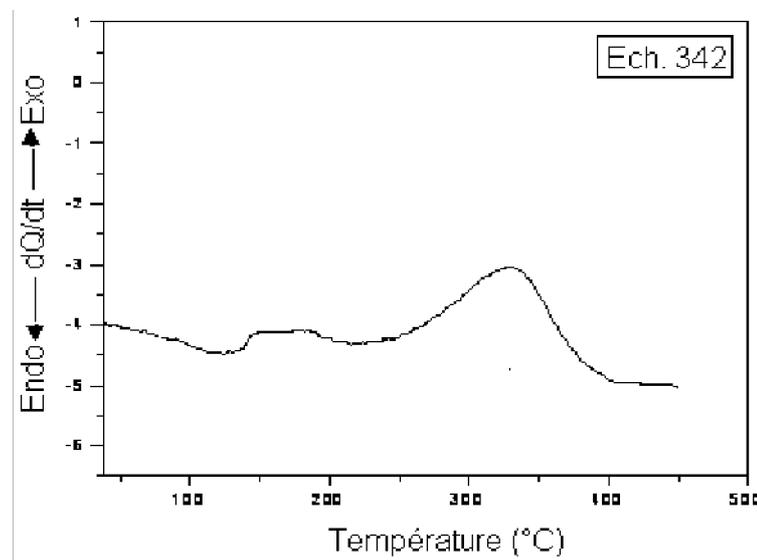
## VI.2.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)

L'analyse par calorimétrie différentielle nous permet de suivre l'évolution structurale au cours d'un chauffage continu (traitement anisotherme). Les essais de chauffages se font à partir de la température ambiante jusqu'à 500 °C.

### VI.2.2.1 Analyse DSC de l'échantillon 342

La courbe DSC de l'alliage  $Al_{97}Cu_3$  (342) solidifié à la vitesse de 42 m/s (Figure VI.9) révèle au cours du chauffage, trois pics exothermiques : un premier pic exothermique dans l'intervalle de température situé entre [45-145°C], un second pic exothermique entre [145-245°C] et un troisième pic exothermique d'amplitude importante situé dans l'intervalle de température [245-400°C].

L'identification de ces pics exothermiques montre que le premier correspond à la formation de zones GP (zones de Guinier-Preston), le deuxième pic exothermique correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$  et le troisième pic exothermique correspond à la phase stable  $\theta$ .

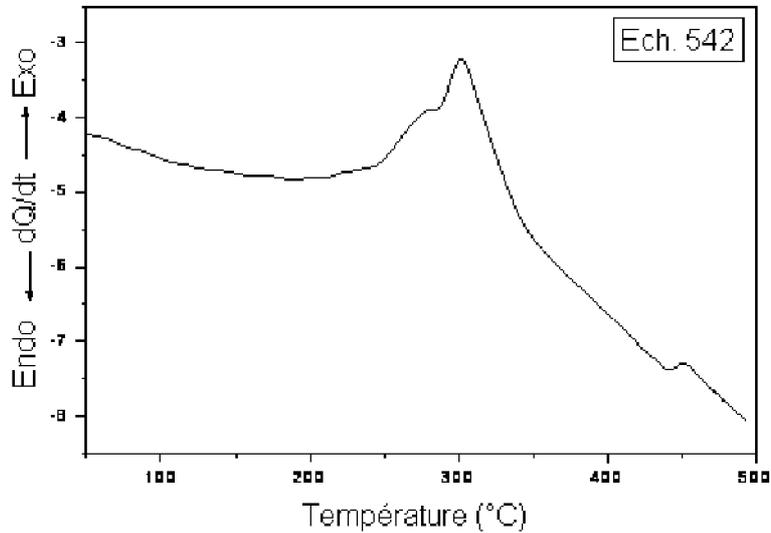


**Figure VI.9** : courbe DSC de l'alliage  $Al_{97}Cu_3$  solidifié à la vitesse de 42 m/s

### VI.2.2.2 Analyse DSC de l'échantillon 542

La courbe DSC (Figure VI.10) du deuxième alliage  $Al_{95}Cu_5$  (542) montre l'absence du pic exothermique de la phase instable  $\theta'$ . Nous remarquons un pic exothermique de grande amplitude dans l'intervalle de température [50-150°C] qui correspond à la formation des zones GP suivis d'un pic endothermique entre [150-250°C] qui correspond à la dissolution des zones GP. Un deuxième pic exothermique dans l'intervalle de température [250-445°C] qui correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ , suivi d'un petit pic exothermique dans l'intervalle de température [445-475°C] qui correspond probablement à la phase  $\sigma-AlCu$ .

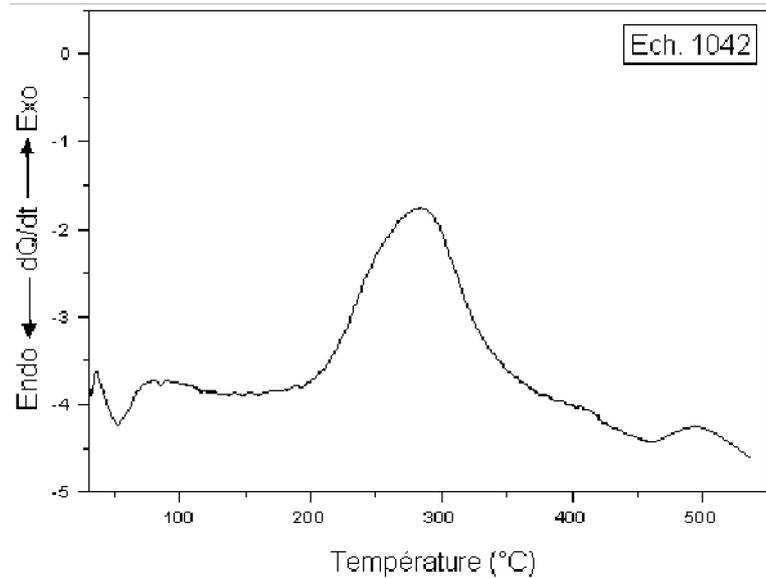
Il est donc clair qu'à la vitesse de 42 m/s et pour une concentration au moins égale à 5 %pds Cu, il y a formation de de la phase  $\sigma$ -AlCu.



**Figure VI.10** : courbe DSC de l'alliage  $AL_{95}Cu_5$  solidifié à la vitesse de 42 m/s

### VI.2.2.3 Analyse DSC l'échantillon 1042

La courbe de l'alliage  $Al_{90}Cu_{10}$  (1042), qui contient plus de cuivre que les alliages précédents (Figure VI.11), révèle un premier pic exothermique dans l'intervalle de température [25-50°C] qui correspond à la formation de la zone GP1, suivie d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [50-75°C] correspondant à la dissolution de cette zone GP1. Un deuxième pic exothermique dans l'intervalle de température [75-150°C] qui correspond à la formation de la zone GP2. Le troisième pic exothermique de grande amplitude, dans l'intervalle de température [150-420°C], correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ . Ce dernier est suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [420-475°C] qui correspond à la dissolution de la phase  $\theta$ . Un dernier pic exothermique dans l'intervalle de température [475-525°C] qui correspond probablement à la formation de la phase stable  $\sigma$ -AlCu.



**Figure VI.11** : courbe DSC de l'alliage  $Al_{90}Cu_{10}$  solidifié à la vitesse de 42 m/s

#### VI.2.2.4 Analyse DSC de l'échantillon 2042

La Figure VI.12 de l'alliage  $Al_{80}Cu_{20}$  révèle, au cours du chauffage, un pic exothermique dans l'intervalle de température [50-150°C] qui correspond à la formation de la zone GP1. Un deuxième pic exothermique dans l'intervalle de température [150-190°C] qui correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$ . Un troisième pic exothermique d'une grande amplitude dans l'intervalle de température [190-434°C] qui correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ , suivi d'un pic endothermique [434-452°C] correspondant à la dissolution de la phase  $\theta$ . Enfin un dernier pic exothermique dans l'intervalle de température [452-476°C] correspondant probablement à la formation de la phase  $\sigma-AlCu$ .

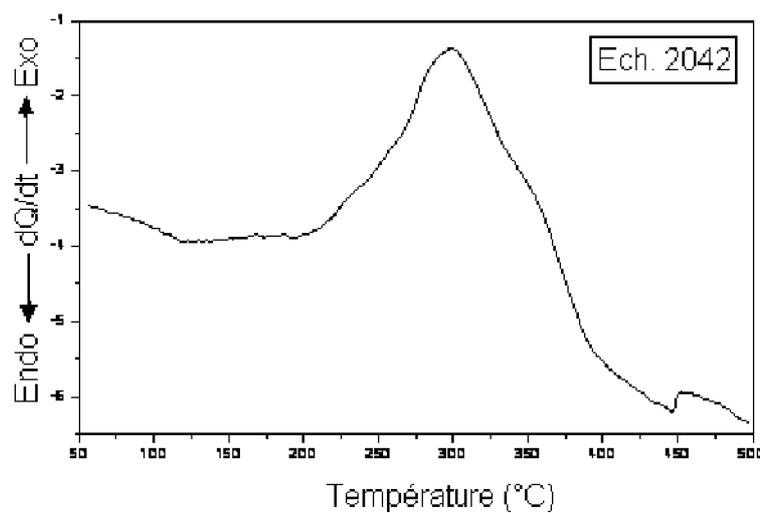


Figure VI.12 : courbe DSC de l'alliage  $Al_{80}Cu_{20}$  solidifié à la vitesse de 42 m/s

### VI.2.2.5 Discussion des résultats

On remarque de l'analyse calorimétrique différentielle DSC des alliages 3, 5, 10 et 20 % Cu pds, solidifiés à la vitesse de 42 m/s, que les premiers pics correspondent à la formation des zones de Guinier-Preston (GP) comme prévu par la littérature [44], car en dessous de 150 °C on ne doit avoir que la phase mère  $\alpha$ -Al et les zones GP. La formation de ces zones aux basses températures ne peut s'expliquer que par la diffusion plus élevée des atomes de soluté (Cu), facilitée par les lacunes de densité élevée, favorisant ainsi la diffusion relativement plus rapide des atomes de cuivre et la formation des zones GP. Une concentration relativement importante en atomes de soluté est aussi un facteur essentiel. La déformation plastique pendant la découpe des rubans en des très petits morceaux pour l'analyse DSC, peut jouer un rôle important sur la précipitation dans un solide sursaturé et contenant déjà un excès de défauts (ponctuels, dislocations) par l'effet de la trempe rapide.

Les précipitations de  $\theta'$  et de la phase stable  $\theta$  sont détectées dans les analyses DSC des échantillons étudiés, et sont situées dans les intervalles de températures proches de celles prévues par le diagramme de phase Al-Cu. On remarque parmi ces deux phases que l'intervalle correspondant à la phase  $\theta$  est le plus large puisque sa formation nécessite beaucoup plus d'énergie, et plus de défauts linéaires tels que les dislocations générées par la solidification rapide qui sont d'autant plus denses, sont aussi des sites préférentiels pour la

germination de cette phase. La phase  $\theta$  plus stable se forme à haute température [44], au détriment de la phase  $\theta'$ .

Le pic exothermique de la phase métastable  $\sigma$ -AlCu n'apparaît pas pour l'alliage Al<sub>97</sub>Cu<sub>3</sub>, solidifié rapidement à la vitesse de 42 m/s, probablement à cause de la faible teneur en cuivre (3 % Cu). La phase  $\sigma$  n'apparaît que pour des échantillons solidifiés rapidement et précède juste le pic exothermique  $\theta$  dont la température de formation semble être constamment successive à la phase stable  $\theta$ .

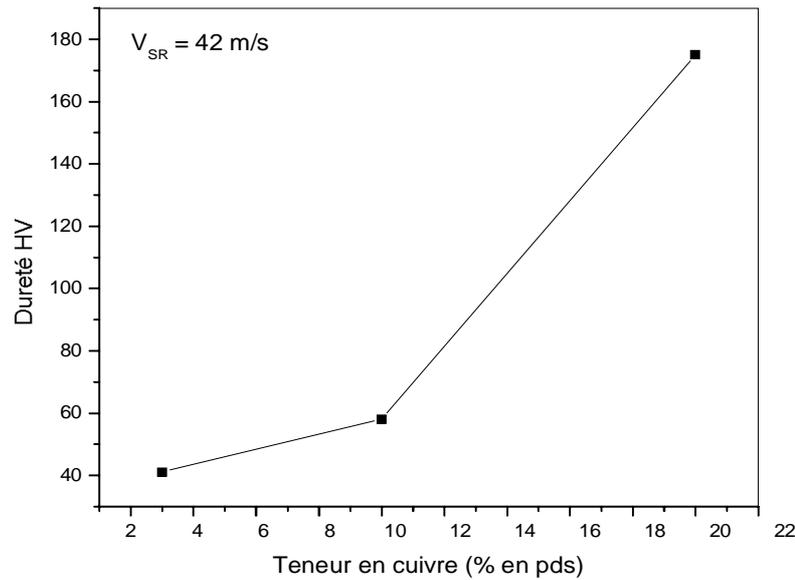
### VI.2.3 Etude de la dureté HV des l'alliages binaires Al-Cu

La dureté des alliages binaires Al-Cu de différentes concentrations en cuivre (Tableau VI.10) est mesurée à l'aide du microduremètre Vickers du type Zwick. Ce microduremètre relié à un microscope métallographique et un ordinateur, nous permet de mesurer la valeur moyenne des deux diagonales en  $\mu\text{m}$  et nous donne la valeur correspondante de la dureté HV.

Echantillons SR	Dureté HV
342	41
1042	58
2042	175

**Tableau VI.10:** dureté des échantillons en fonction de la concentration en cuivre

La courbe représentant la variation de la dureté HV en fonction de la concentration en cuivre de l'alliage Al-Cu des échantillons 342, 1042 et 2042 représentées sur la figure VI.13.



**Figure VI.13** : variation de la dureté HV en fonction de la concentration du cuivre

Nous remarquons que la dureté de ces alliages solidifiés rapidement à la même vitesse de refroidissement (42 m/s) augmente légèrement jusqu'à 10 % en pds Cu puis pour les alliages dont la concentration en cuivre est élevée. Comme on a vu dans le chapitre précédent cette augmentation est attribuée à la formation de nouveau précipité ( $\sigma$ -AlCu).

Nous allons aussi étudier l'effet du traitement thermique (recuit) sur la dureté HV de ces échantillons. Les températures de recuit choisies varient entre 200°C et 450 °C pour des temps de recuit allant de 30 min à 120 min.

### VI.2.3.1 Microdureté en fonction des recuits isochrones

Les tableaux VI.11a, VI.11b et VI.11c représentent les valeurs de la dureté HV des alliages respectifs dont la teneur en cuivre est de 3%, 10% et 20% en pds, tous solidifiés à la même vitesse de 42 m/s, en fonction de la température de recuit. On constate que la dureté augmente légèrement à la température de recuit de 200°C et diminue ensuite jusqu' à la valeur de la dureté de l'alliage à l'état brut d'élaboration (avant SR) (Figure VI.14). Cette augmentation relative est probablement due à la coalition des précipités durcissants de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu. Aux températures élevées de recuit, il y a dissolution des précipités  $\theta$  et  $\sigma$  ce qui explique la diminution de la dureté.

a)

Température (°C)	200	300	350	450
Dureté HV	46	38	36	30

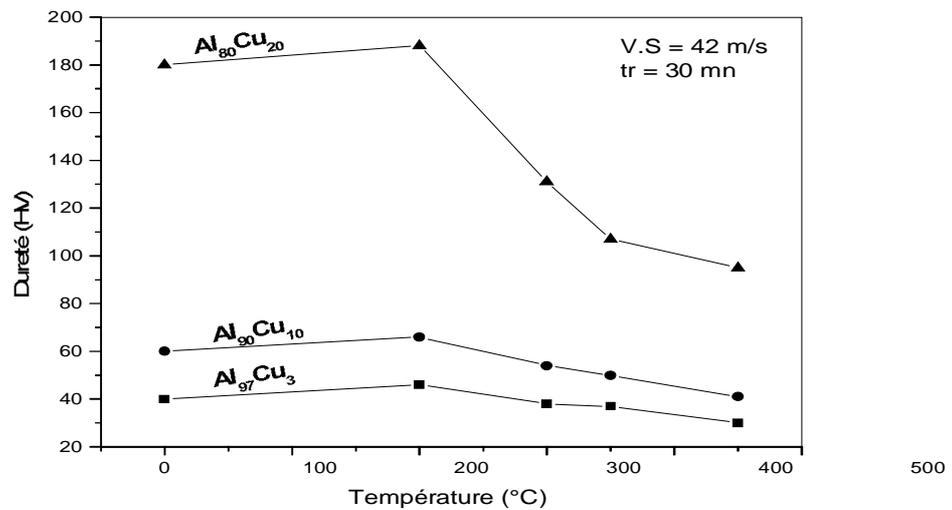
b)

Température (°C)	200	300	350	450
Dureté HV	66	54	50	41

c)

Température (°C)	200	300	350	450
Dureté HV	188	131	107	95

**Tableau VI.11** : évolution de la dureté HV en fonction de la température de recuit, des échantillons : a) 342, b) 1042 et c) 2042.



**Figure VI.14** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction de la température de recuit.

### VI.2.3.2 microdureté HV en fonction des recuits isothermes

Les tableaux VI.12a, VI.12b et VI.12c représentent l'évolution de la dureté HV des alliages à teneur en cuivre de 3%, 10% et 20% pds Cu, solidifiés à la vitesse de 42 m/s en fonction du

temps de recuit. On remarque que la dureté des trois échantillons est élevée pour un faible temps de recuit (30 mn). Elle diminue ensuite avec l'augmentation de ce temps de recuit (Figure VI.15). Ceci s'explique par le fait que les phases durcissantes se dissolvent avec l'augmentation du temps.

a)

Temps (min)	30	60	90	120
HV	38	33	32	28

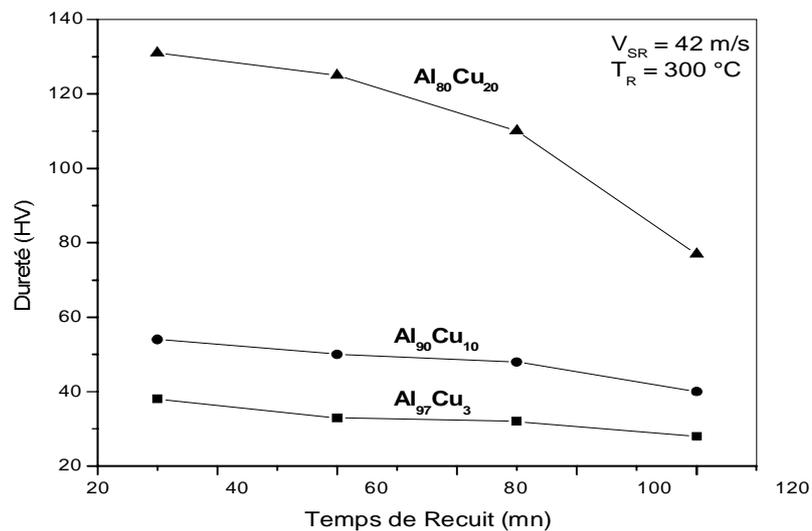
b)

Temps (min)	30	60	90	120
HV	54	50	48	40

c)

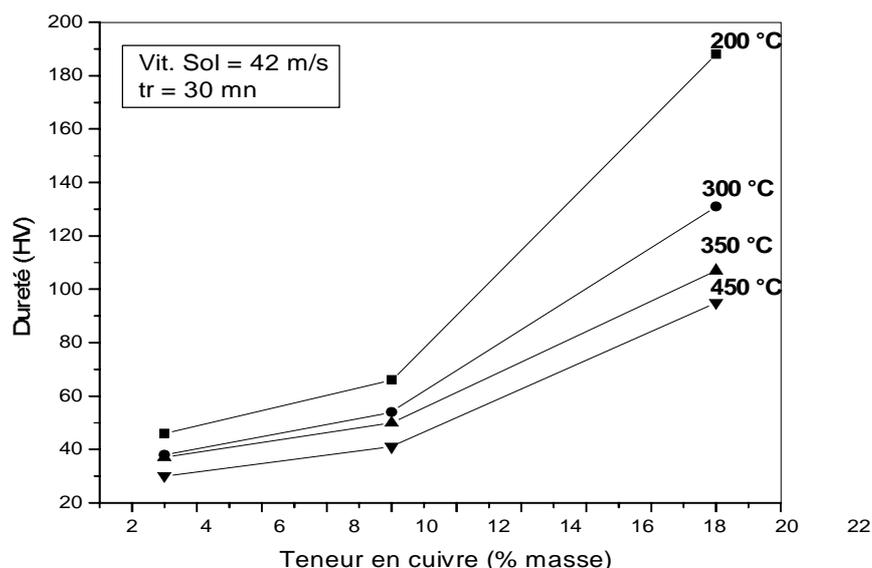
Temps (min)	30	60	90	120
HV	131	125	110	77

**Tableau VI.12** : évolution de la dureté HV en fonction du temps de recuit, des échantillons : a) 342, b) 1042 et c) 2042.



**Figure VI.15** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction du temps de recuit

La variation de la dureté HV pendant le temps de recuit de 30 min a été étudiée et nous avons constaté qu'elle augmente avec la température et ceci en fonction de la vitesse de solidification (Figure VI.16). Nous concluons qu'un bon traitement thermique de recuit pour nos échantillons correspond à un temps de recuit de 30 min et une température de recuit qui doit être inférieure à 200 °C.



**Figure VI.16** : variation de la dureté HV des échantillons solidifiés rapidement en fonction de la teneur en cuivre

### VI.3 Etude des alliages ternaires Al-Cu-Zn

#### VI.3.1 Analyse par diffraction des rayons X

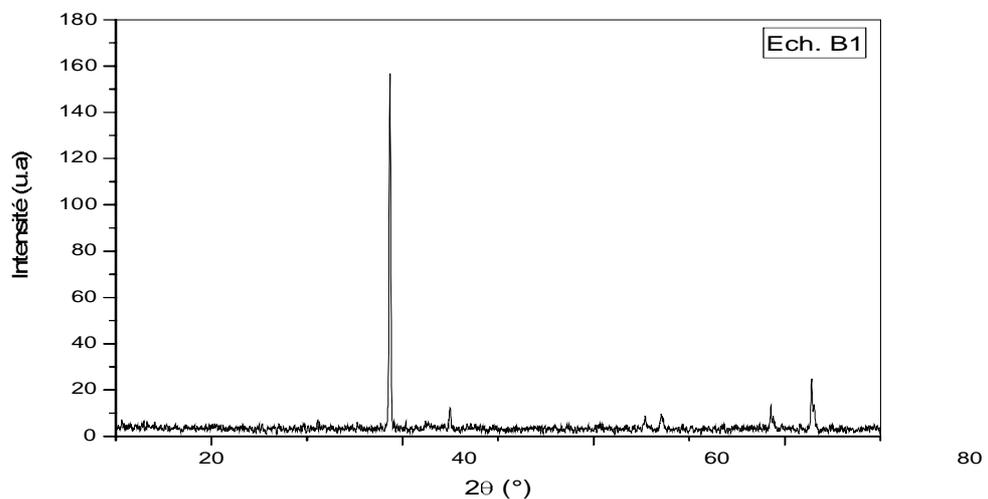
L'influence de la vitesse de solidification rapide sur les alliages ternaires Al-Cu-Zn, en fonction de la variation de la concentration du Zinc a été étudiée. Nous avons ensuite étudié la microstructure par analyse des diffractogrammes de deux échantillons de concentration en zinc 1% et 4% pds Zn. Le diffratogramme de chaque échantillon solidifié à la vitesse de 42 m/s a été comparé au diffractogramme du même alliage non solidifié rapidement. Rappelons que les diffractogrammes sont obtenus en utilisant le diffractomètre Siemens D8, l'anticathode

est en cuivre ( $\lambda = 1,542$ ) avec un filtre de Ni, une fente de divergence de  $1^\circ$  et une fonte de réception de 0.1 mm.

### VI.3.1.1 Analyse de l'alliage $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{20}\text{Zn}_1$

Les diffractogrammes de l'alliage  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{20}\text{Zn}_1$  sont montrés sur la figure VI.17 avant solidification rapide (éch. B1) et sur la figure VI.18 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s (éch. 142). Les angles de diffraction  $2\theta$  ( $^\circ$ ) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que le décalage  $\Delta 2\theta$  ( $^\circ$ ) entre les raies des échantillons avant et après solidification rapide, sont reportés dans le tableau VI.13 pour l'alliage à l'état brut d'élaboration (avant SR) et dans le tableau VI.14 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s.

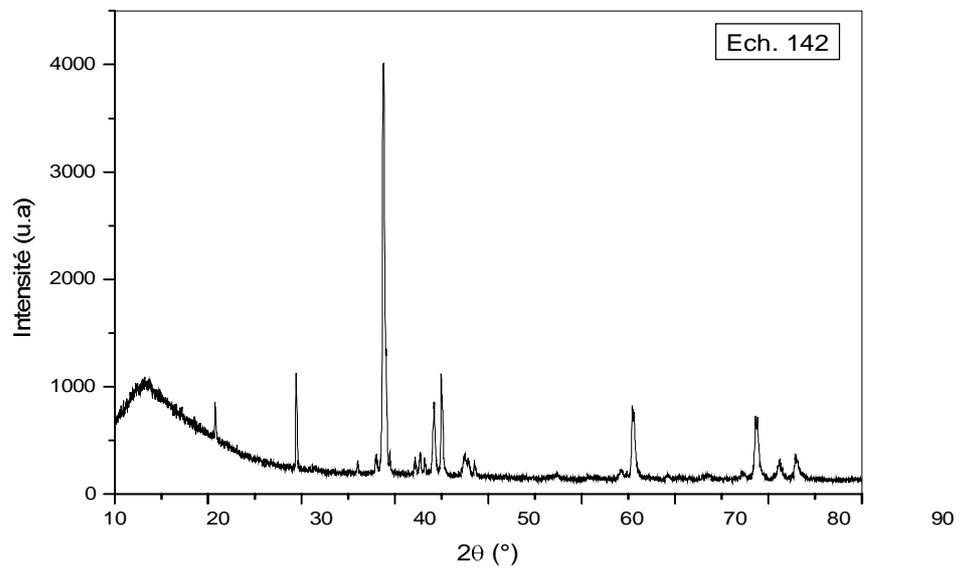
Après identification des raies des deux diffractogrammes (avant et après SR) de l'alliage  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{20}\text{Zn}_1$ , nous remarquons que le Zn a été neutre. Il est probablement en substitution dans la matrice  $\alpha\text{-Al}$ . Après solidification rapide nous constatons l'augmentation de la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  et la formation de la phase  $\sigma\text{-AlCu}$  sous forme de précipités durcissants. Nous remarquons aussi le décalage des raies de la phase  $\alpha\text{-Al}$  vers les grands angles ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,03 et 0,14).



**Figure VI.17** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B1 (avant SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)
1	38,72	111	$\alpha$	100
2	44,91	200	$\alpha$	8
3	65,36	220	$\alpha$	6
4	67,04	213	$\theta$	7
5	78,5	311	$\alpha$	8
6	82,80	222	$\alpha$	16

**Tableau VI.13** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon B1 (avant SR)



**Figure VI.18** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 142 (après SR)

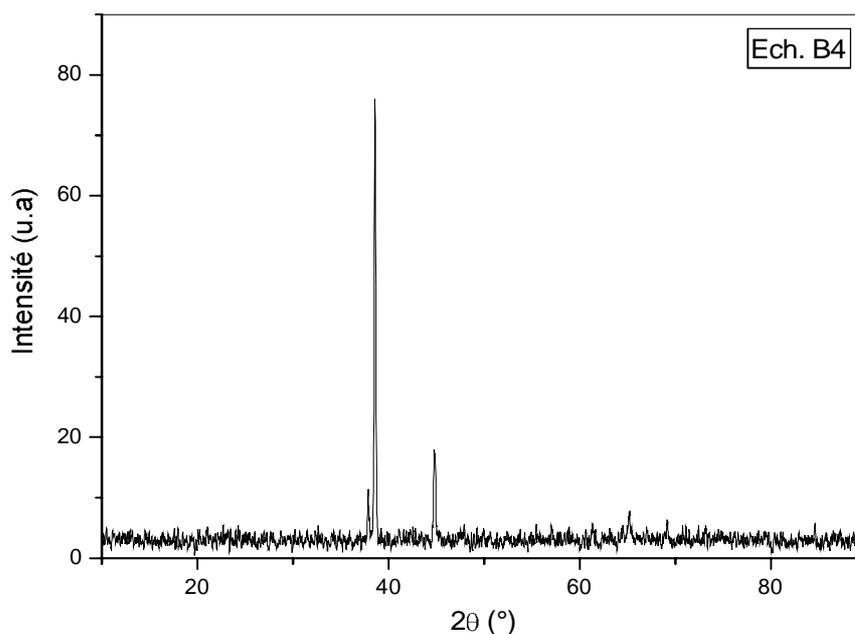
Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,73	110	$\theta$	21	--
2	29,42	200	$\theta$	28	--
3	36,04	$\bar{3}12$	$\sigma$	8	--
4	37,94	211	$\sigma$	9	--
5	38,85	111	$\alpha$	100	0,13
6	42,26	220	$\theta$	9	--
7	42,62	112	$\theta$	10	--
8	43,20	$\bar{5}12$	$\sigma$	8	--
9	44,13	020	$\sigma$	21	--
10	44,90	200	$\alpha$	28	0,03
11	47,54	310	$\theta$	9	--
12	48,68	$\bar{2}20$	$\sigma$	8	--
13	64,16	$\bar{6}22$	$\sigma$	6	--
14	65,50	220	$\alpha$	20	0,14
15	78,70	311	$\alpha$	18	0,2
16	81,17	422	$\theta$	9	--
17	82,87	222	$\alpha$	10	0,07

**Tableau VI.14** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 142 (après SR)

### VI.3.1.2 Analyse de l'alliage Al<sub>77</sub>Cu<sub>19</sub>Zn<sub>4</sub>

Les diffractogrammes de l'alliage Al<sub>77</sub>Cu<sub>19</sub>Zn<sub>4</sub> sont montrés sur la figure VI.19 avant solidification rapide (éch. B4) et sur la figure VI.20 après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s (éch. 442). Les angles de diffraction  $2\theta$  (°) des différents plans réticulaires de chaque phase ainsi que le décalage  $\Delta 2\theta$  (°) entre les raies des échantillons avant et après solidification rapide, sont reportés dans les tableaux VI.15 et VI.16 pour respectivement l'alliage à l'état brut d'élaboration (avant SR) et après solidification rapide à la vitesse de 42 m/s.

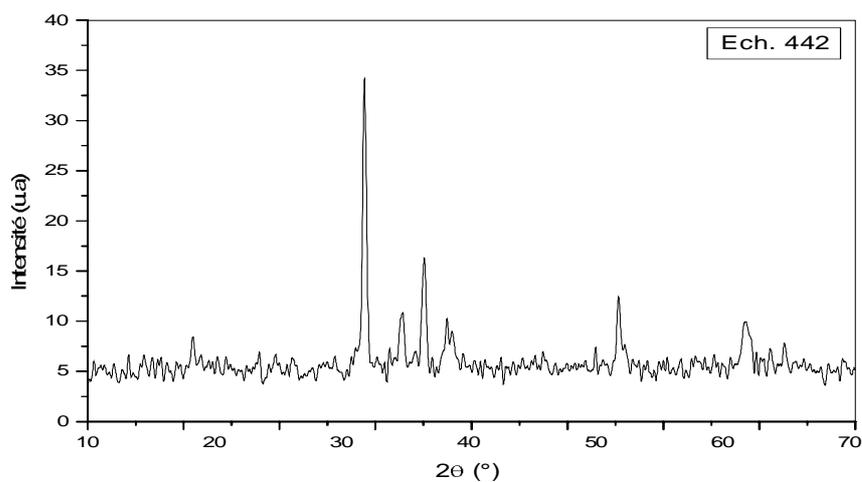
Pour cet alliage solidifié à la vitesse de 42 m/s, ayant une concentration du zinc plus grande, on constate qu'il y'a augmentation de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu, formation de la troisième phase  $\sigma$ -Al et aussi d'une nouvelle phase CuZn selon les données des fiches ASTM. De plus il y a décalage des raies de la phase  $\alpha$ -Al vers les grands angles ( $\Delta 2\theta$  varie entre 0,09 et 0,3). On doit donc s'attendre à ce que la dureté de l'alliage augmente.



**Figure VI.19** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon B4 (avant SR)

Raies	2θ (°)	hkl	Phases	I/I <sub>0</sub> (%)
1	37,81	211	$\theta$	15
2	38,55	111	$\alpha$	100
3	44,75	200	$\alpha$	23
4	61,44	400	$\theta$	8
5	65,20	220	$\alpha$	10
6	69,09	420	$\theta$	8
7	84,50	204	$\theta$	8

**Tableau VI.15** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon B4 (avant SR)



**Figure VI.20** : diffractogramme des rayons X de l'échantillon 442 (après SR)

Raies	$2\theta$ (°)	hkl	Phases	$I/I_0$ (%)	$\Delta 2\theta$ (°)
1	20,93	110	$\theta$	25	--
2	27,91	003	CuZn	20	--
3	29,62	200	$\theta$	20	--
4	31,29	$\bar{3}11$	$\sigma$	19	--
5	35,65	$\bar{3}12$	$\sigma$	19	--
6	38,85	111	$\alpha$	100	0,3
7	41,49	110	CuZn	21	--
8	42,82	112	$\theta$	32	--
9	44,84	200	$\alpha$	48	0,09
10	47,37	202	$\theta$	30	--
11	48,11	$\bar{2}20$	$\sigma$	26	--
12	62,91	024	CuZn	22	--
13	65,29	220	$\alpha$	37	0,09
14	78,53	311	$\alpha$	29	--
15	81,17	422	$\theta$	21	--
16	82,68	222	$\alpha$	23	--

**Tableau VI.16** : dépouillement du diffractogramme de l'échantillon 442 (après SR)

### VI.3.2 Analyse par calorimétrie différentielle (DSC)

Nous avons étudié l'évolution structurale de deux alliages ternaires  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{20}\text{Zn}_1$  et  $\text{Al}_{77}\text{Cu}_{19}\text{Zn}_4$  par la méthode d'analyse calorimétrique différentielle. Rappelons que les essais de chauffage se font à partir de la température ambiante jusqu'à 500 °C et la vitesse de montée en température est de 5 °C/min, pour les deux alliages.

#### VI.3.2.1 Alliage $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{20}\text{Zn}_1$

La courbe de l'échantillon 142 (Figure VI.21) révèle au cours du chauffage, un premier pic exothermique dans l'intervalle de température [45-100 °C] qui correspond à la formation de la zone GP1. Suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [100-132 °C] qui correspond à la dissolution de cette zone GP1. Un deuxième pic exothermique dans l'intervalle de température [132- 242 °C] qui correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$ . Suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [242- 258 °C] correspondant à la dissolution de cette phase  $\theta'$ . Un troisième pic exothermique dans l'intervalle de température [258-323 °C] correspondant à la formation de la phase stable  $\theta$ . Suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [323-354 °C] correspondant à sa dissolution de la phase  $\theta$ . Un quatrième pic de grande amplitude dans l'intervalle de température [354-445 °C] correspondant probablement à la formation de la phase  $\sigma$ .

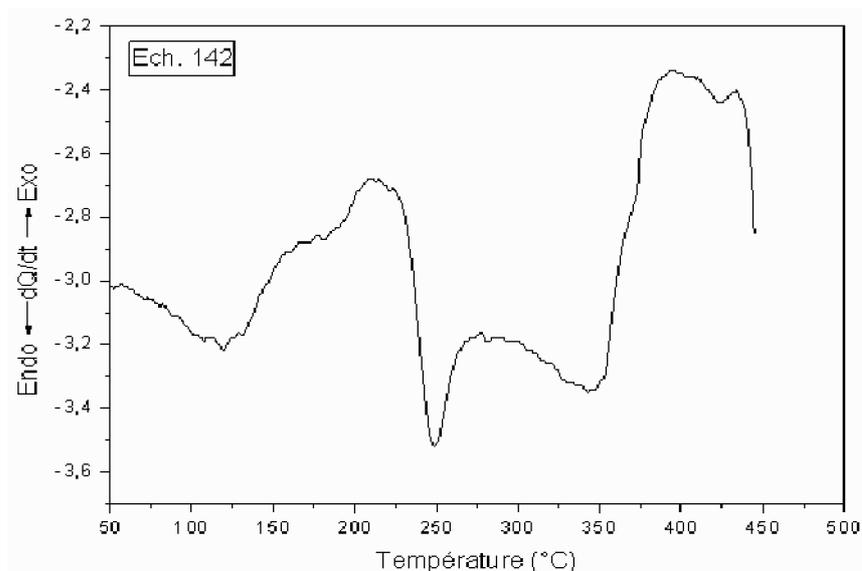


Figure VI.21 : courbe DSC de l'alliage  $\text{Al}_{79}\text{Cu}_{20}\text{Zn}_1$  solidifié à la vitesse de 42 m/s

### VI.3.2.2 L'alliage $\text{Al}_{77}\text{Cu}_{19}\text{Zn}_4$

La courbe de l'échantillon 442 (Figure VI.22), révèle au cours du chauffage, un premier pic exothermique dans l'intervalle de température [45-105 °C] qui correspond à la formation de la zone GP1. Il est suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [105-126 °C] correspondant à sa dissolution. Un second pic exothermique dans l'intervalle de température [126-260 °C] qui correspond à la formation de la phase instable  $\theta'$  qui est suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [260-280 °C] correspondant à sa dissolution. Un troisième pic exothermique dans l'intervalle de température [280-344 °C] qui correspond à la formation de la phase stable  $\theta$ , suivi d'un pic endothermique dans l'intervalle de température [344-364] correspondant à sa dissolution. Un quatrième pic exothermique dans l'intervalle [364-442 °C] qui correspond à la formation de la phase stable  $\sigma\text{-AlCu}$ . Enfin, un dernier pic exothermique dans l'intervalle de température [442-475 °C] correspondant probablement à la formation de la phase  $\text{CuZn}$ .

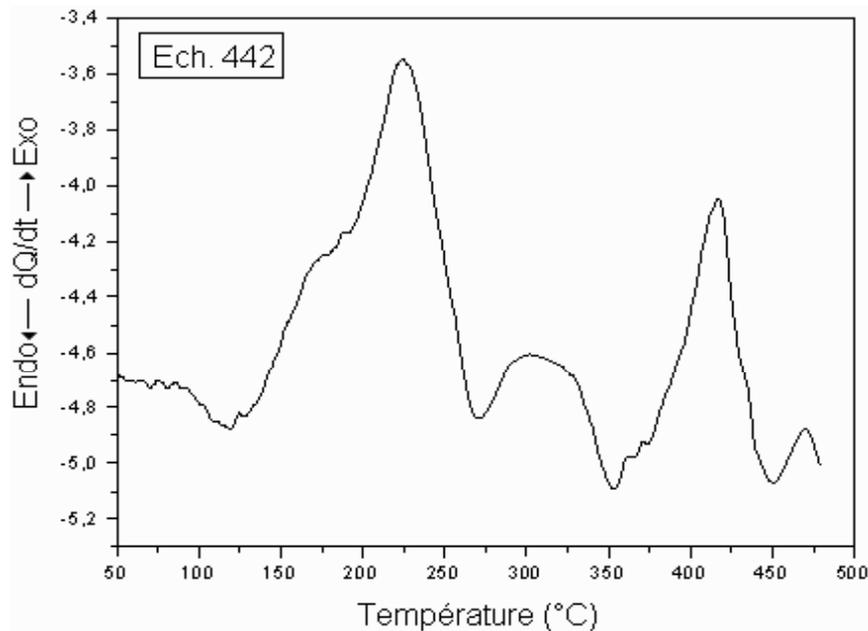


Figure VI.22 : courbe DSC de l'alliage  $\text{Al}_{77}\text{Cu}_{19}\text{Zn}_4$  solidifié à la vitesse de 42 m/s

### VI.3.3 Etude de la dureté HV après recuit des échantillons

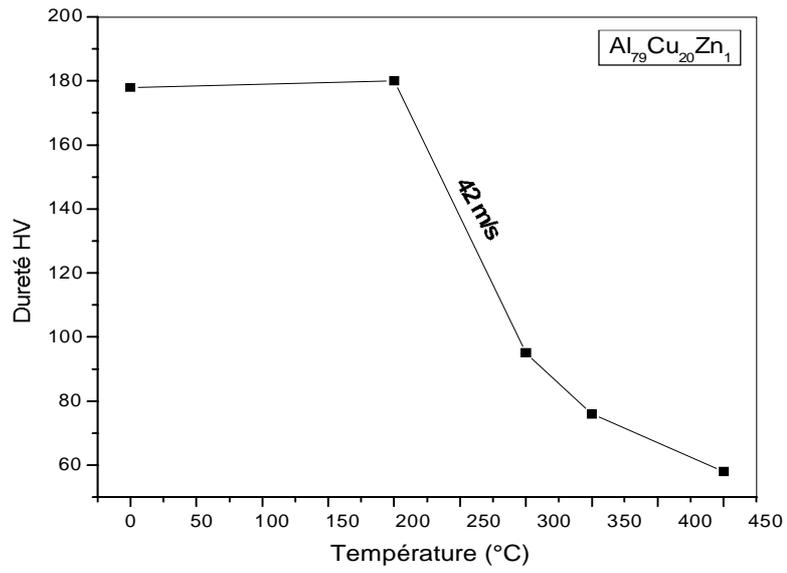
La dureté des alliages ternaires  $Al_{79}Cu_{20}Zn_1$  et  $Al_{77}Cu_{19}Zn_4$  (Tableau VI.17) est mesurée à l'aide du microduremètre Vickers du type Zwick. Rappelons que ce microduremètre, nous permet de mesurer la valeur moyenne des deux diagonales en  $\mu m$  et nous donne la valeur correspondante de la dureté HV. Pour que la mesure de la dureté soit représentative, nous l'avons mesuré à plusieurs endroits de la surface de l'échantillon de manière régulière afin d'obtenir une valeur bien représentative des échantillons.

Echantillons	Dureté HV
142	178
442	197

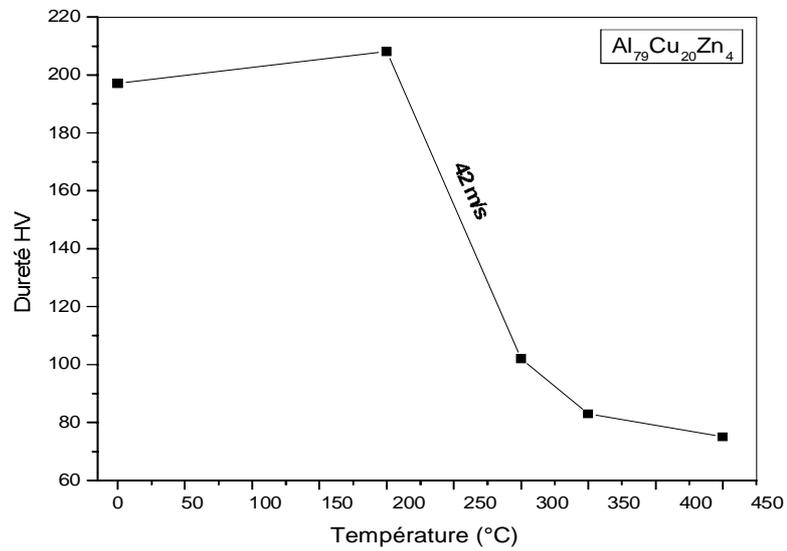
**Tableau VI.17:** Dureté des échantillons  $Al_{79}Cu_{20}Zn_1$  et  $Al_{77}Cu_{19}Zn_4$ .

Pour ces deux alliages, nous remarquons que leur dureté HV augmente avec la concentration du troisième élément ajouté (zinc). Ceci s'explique probablement par la formation de la phase CuZn.

Nous avons étudié aussi l'effet du traitement thermique de recuit sur la dureté HV de ces deux alliages ternaires  $Al_{79}Cu_{20}Zn_1$  et  $Al_{77}Cu_{19}Zn_4$ . Les températures de recuit choisies varient de  $200^{\circ}C$  à  $450^{\circ}C$  pour un temps de recuit de 30 min. Les figures VI.23 et VI.24 montrent la variation de la dureté HV de ces alliages  $Al_{79}Cu_{20}Zn_1$  et  $Al_{77}Cu_{19}Zn_4$  en fonction de la température de recuit.



**Figure VI.23** : variation de la dureté HV de l'alliage  $Al_{79}Cu_{20}Zn_1$ , en fonction de la température de recuit.

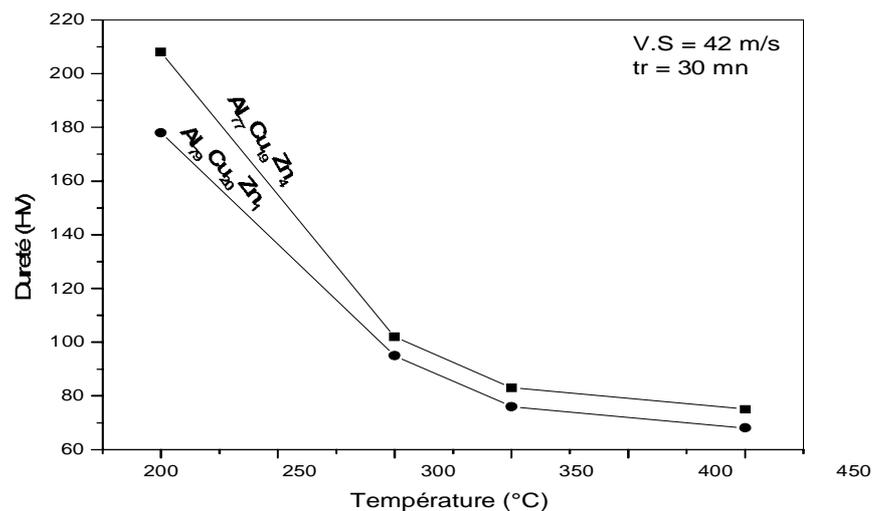


**Figure VI.24** : variation de la dureté HV de l'alliage  $Al_{77}Cu_{19}Zn_4$ , en fonction de la température de recuit.

On remarque que la dureté de l'alliage  $Al_{79}Cu_{20}Zn_1$  (Figure VI.23), reste constante jusqu'à la température de recuit de 200 °C. Elle est presque identique à celle de l'alliage avant recuit. A 300°, la dureté diminue brusquement jusqu'à presque la dureté obtenue pour l'alliage avant solidification rapide. Ceci s'explique par le phénomène de restauration de l'alliage qui revient à son état initial d'avant SR (disparition des défauts).

Pour l'alliage  $Al_{77}Cu_{19}Zn_4$  (Figure VI.24), la dureté n'augmente que légèrement jusqu'à 200 °C, ce qui s'explique probablement par la coalition des précipités durcissants. La dureté diminue ensuite de manière régulière jusqu'à atteindre la valeur de 70 qui est environ la valeur obtenue par l'état brut d'élaboration.

Dans la figure VI.25, nous avons représenté la variation de la dureté des deux alliages (1% et 4% pds Zn) en fonction de la température de recuit. On remarque que le vieillissement des alliages à des températures inférieure à 200 °C et l'addition d'un troisième élément améliorent les caractéristiques mécaniques des alliages.



**Figure VI.25** : variation de la dureté HV des l'alliages ternaires, en fonction de la température de recuit.

## VI.4 Conclusion

L'analyse par diffraction des rayons X et par calorimétrie différentielle des alliages binaires Al-Cu (3, 5, 10 et 20 % Cu en pds) solidifié à la vitesse de 42 m/s, montrent que

l'alliage contenant 3 % Cu est biphasé ( $\alpha$  et  $\theta$ ), par contre les alliages contenant 5, 10, et 20 % Cu en pds sont triphasés ( $\alpha$ ,  $\theta$  et  $\sigma$ ).

Pour l'alliage ternaire Al-Cu-Zn solidifié à la vitesse de 42 m/s, nous remarquons que l'addition de 1 % de Zn à l'alliage binaire  $Al_{80}Cu_{20}$  ne forme pas de nouvelle phase, le Zn est probablement en substitution dans la solution solide  $\alpha$ , par contre l'addition de 4 % Zn à cet alliage nous constatons la formation d'une nouvelle phase CuZn.

Du point de vue microdureté, la dureté des alliages solidifiés rapidement est plus importante (HV 175) pour l'alliage dont la teneur en cuivre est plus élevée que pour les alliages contenant moins de Cu. L'addition d'un troisième élément (4 % de Zn) augmente d'avantage la dureté de l'alliage (HV 197). Le recuit à des faibles températures fait augmenter plus la dureté des rubans solidifiés rapidement. Ceci est du à la coalition des grains fin et la formation des zones GP et la phase  $\theta'$ . A température de recuit élevée on observe une diminution de la dureté qui attribuée à un grossissement plus important des grains de la matrice  $\alpha$ -Al.

## **CONCLUSION GENERALE**

Nous avons étudié la microstructure de l'alliage binaire  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  solidifié rapidement sur substrat rotatif (meltspinning) à des vitesses de 10, 18, 25, 32 et 42 m/s. Nous avons aussi étudié la microstructure des alliages binaires Al-Cu de différentes concentrations de cuivre dans l'aluminium 3, 5, 10 et 20 % Cu en pds et celle des alliages ternaires Al-Cu-Zn avec deux concentrations de zinc 1 et 4 % Zn en pds, solidifiés rapidement sur roue à la vitesse de 42 m/s.

Morphologiquement, les rubans obtenus ont une face brillante côté roue et une face mate côté libre. La face brillante est très lisse, formée au contact de la roue, l'autre face mate est rugueuse. Les rubans ont une épaisseur qui varie entre 30 et 50  $\mu\text{m}$ , une largeur variant entre 2 et 5 mm et une longueur continue allant jusqu'à 0,6 m.

La microstructure des rubans est hétérogène dans l'épaisseur et fait apparaître principalement deux zones : une zone hypereutectique formée au contact de la roue et une zone colonnaire ou dendritique microségréguée qui s'étend sur le reste de l'épaisseur des rubans. Sur la surface du rubans, deux différentes morphologies ont été observées en fonction de la vitesse de solidification dans les alliages Al-Cu hypoeutectiques :

pour des vitesses de solidifications inférieures à 25 m/s, la microstructure hypoeutectique, qui est formée des phases  $\alpha\text{-Al}$  et  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ , est cellulaire et régulière. Les dimensions des grains décroissent lorsque la vitesse de solidification augmente. La taille du plus petit grain observée par MEB est de 0,25  $\mu\text{m}$ .

Pour des vitesses de solidifications supérieures à 25 m/s, la structure hypoeutectique cellulaire s'est transformée en une structure presque lamellaire, avec des grains plus fins de dimension allant jusqu'à 0,1  $\mu\text{m}$ . Les phases en présence sont toujours celles stables  $\alpha\text{-Al}$  et  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ , comme obtenues pour les vitesses de solidifications inférieure à 25 m/s, mais en plus une formation de nouvelle phase  $\sigma\text{-AlCu}$ . Cette phase apparaît sous forme de grains très fins précipitant de manière inter et intragranulaire, et qui prédomine graduellement sur la phase  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ .

Des analyses approfondies par diffraction des rayons X nous ont permis de confirmer la nature des phases métalliques présentes dans les alliages solidifiés rapidement et de vérifier ainsi qu'il y avait une cohérence entre les phases métalliques détectées dans les alliages SR et le diagramme de phase Al-Cu. Ces analyses nous ont ainsi identifier la présence de la phase stable  $\sigma\text{-AlCu}$  dans l'alliage Al-Cu solidifié rapidement à partir de la vitesse de 25 m/s. Le décalage des raies vers les grands angles ( $2\theta$ ) qui apparaît dans les diffractogrammes des

alliages SR par rapport au diffractogramme de alliage à l'état brut, permet de prévoir une diminution des paramètres du réseau cristallin. Cette diminution est confirmée par le calcul des paramètres de la maille. En augmentant la vitesse de solidification de l'alliage Al-Cu, le paramètre "a" diminue ce qui explique la formation de microcontraintes internes qui permettent d'améliorer les propriétés mécaniques (augmentation de la dureté) de l'alliage.

Les grains ont une taille variable probablement due à l'inhomogénéité du refroidissement au contact de la roue. Nous avons calculé la taille des gros grains par la méthode simplifiée de Langford dites des largeurs intégrales et la taille des grains fins selon Scherrer, des échantillons solidifiés aux grandes vitesses 32 et 42 m/s. A 32 m/s, les gros grains dendritiques ont une taille comprise entre 1 et 3  $\mu\text{m}$ , et les petits grains quasi sphériques ont un diamètre 0,1 à 0,25  $\mu\text{m}$  (phase  $\alpha$ -Al). Par contre pour la vitesse de 42 m/s, les grains de la phase  $\alpha$ -Al sont plus denses et fins de formes dendritiques ou allongées ayant un diamètre inférieur à 0,25  $\mu\text{m}$ .

Les grains de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu sont moins révélés au microscope électronique (MEB). La diffraction des rayons X et l'étude des profils des pics 110 et son harmonique 220 montrent que les "grains fins" (19 Å) de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu dans Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 32 m/s (2032) sont en concentration plus faible que les "grains fins" (47 Å) dans Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> solidifié à 42 m/s (2042), à l'inverse des concentrations des "grains moyens" (105 Å pour 2032) et (138 Å pour 2042).

Le durcissement structural par solidification rapide permet d'augmenter la dureté des matériaux. La mesure de la dureté Vickers réalisée avec une charge de 200 g sur l'alliage Al<sub>80</sub>Cu<sub>20</sub> à l'état brut d'élaboration est de 90 et solidifié à la vitesses de 42 m/s est de 175, passe approximativement du simple au double. Elle augmente donc avec la vitesse de solidification.

L'augmentation de la concentration du cuivre ou le rajout d'un troisième élément (zinc) conduit à l'augmentation de la phase  $\theta$ -Al<sub>2</sub>Cu et à la formation de nouveaux précipités durcissante dans l'alliage ce qui améliore ces propriétés mécaniques.

Il est clair que l'effet de la vitesse de trempe a une influence certaine sur l'affinement des grains : elle augmente la concentration des grains fins nanométriques ainsi que les microcontraintes internes dans des proportions appréciables. Les résultats attendus de cet affinement des grains des phases  $\alpha$  et  $\theta$ , devraient être une amélioration des caractéristiques mécaniques de ces alliages.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] P. Duwez, R.H. Willens, W. Clement, *J. Appl. Phys.*, 31 (1960) 1136 et 1500
- [2] P. Ramachandrarao, M. Laridjani, R.W. Cahn, *Z. Metallkde*, 63 (1972) 43
- [3] D.B. Williams, J.W. Edington, *J. Mater. Sci.*, 12 (1977) 126
- [4] R.K. Singh, K. Chattopadhyay, S. Lele, T.R. Anantharaman, *J. Mater. Sci.* 17 (1982) 1617
- [5] T. Sato, T.T. Long, H. Tesuka, A.Kamio, T. Takahashi, *J. Jap. Inst. Met*, 48 (1984) 748
- [6] K. Chattopadhyay, V.T. Swamy, S.L. Agarwala, *Acta Metall. Mater*, 38 (1990) 521
- [7] M.G. Scott, J.A. Leake, *Acta Metall.*, 23 (1975) 503
- [8] H.A. Davies, J.B. Hull, *J. Mater. Sci.* 9 (1974) 707
- [9] M.G. Scott, M. Kijek, H. Matyja, *J. Mater. Sci.* 13 (1978) 1354
- [10] D.B. Williams, J.W. Edington, *J. Mater. Sci.* 13 (1978) 1356
- [11] W. R Smythe, *the physics by fluides*. Volume 4, (1961) 6
- [12] B. Chalmer, *Métallurgie physique*, Dunod, (1963) 430.
- [13] Laemann, Herden, Mayer, *Chem. Eng. Technology* 22 (1999) 279-289.
- [14] J.C. Maxwell, *dover publication*, (1954) 493.
- [15] Murray, Mc alister, *Bultin of alloys phase diagramms*, volume 5 (1) ASM international, materials park, ohio.
- [16] American society for metal, *Aluminium, properties, physical metallurgy and phase diagrams*, édité par R. Kent, Von Horn 425.
- [17] Gruzleki, Closset, *the american fondrymen's society inc.* (1990) 248.
- [18] Mondolfo, *Aluminium alloys, structure and properties*, butter worth, 971.
- [19] C. Blanc, G. Mankowski, *Corros. Sci.* 39 (1997) 949.
- [20] MF. Ashbi, DRH. Jones, *Matériaux*, 2 *Microstructure et mise en œuvre*, DUNOD, (1991) 94-96.
- [21] M. Cohen, BH. Kear, R. Mehrabian, *Second international conférence on rapid*

- Solidification processing R. Virginia USA, (1980) 7-10.
- [22] T.R. Antony, H.E. Cline. *J. Appl. Phys.* 49 (1978) 829
- [23] H. Hilman, H.R. Hilzinger, *Proceeding of rapidly quenched metals*, Vol. III. Metals Society ; (1978) 22
- [24] J.A. Davies, B. Domeij, J.P.S. Pringle and F. brown, *J. Electrochem. Soc.* 112 (1965) 675
- [25] Murray. Mc alister, *Bultin of alloys phase diagramms*, volume 5 (1) ASM international, materials park, ohio.
- [26] A. Boultif, D. Louer, *Jour. Appl. Cryst.* 37, (2004) 724-731.
- [27] S. Ergun, *J. Apl. Crist.* 1 (1968) 19-23
- [28] W. A. Rachinger, *J. Sci. Instrum.* 25 (1948) 254-255
- [29] J. Mignot, R. Berthet, D. Rondot, *C. R. Acad. Sci. Paris*, B275 (1972) 33-35.
- [30] A. Gangulee, *J. Appl. Cryst.*, 3 ((1970) 272-277
- [31] A. R. Stokes, *Proc. Phys. Soc. London*, 61 (1948) 382-391
- [32] R. P. I. Adler, H. M. Otte, C. N. J. Wagner, *Met. Trans.*, 1 (1970) 2375-2382
- [33] D. Louër, D. Weigel, R. Leboutin, *Acta Cryst.*, A25 (1969) 335-338
- [34] J. I. Langford, *J. Appl. Cryst.*, 11 (1978) 10-14
- [35] J. I. Langford, D. Louër. *Rep. Prog. Phys. (UK)*, 59 (1996) 131-234
- [36] G. W. Brindley, *Phil. Mag.*, 36 (1945) 347-369
- [37] L. Alexandre, H. P. Klug, *Ceram. Abst*, (1949) 91
- [38] W. Johnson, K. W. Andrews, *Trans. Fr. Ceram. Soc*, 61. 113 (1962) 724-752
- [39] R. Fortet, *Calcul des Probabilités*, CNRS, Paris (1950) 329
- [40] N. Boumaiza, C. Serrar, A. Bouyoucef. *An. Ch. Sc. des Mat.* (à paraître)

- [41] A. Boultif, Applications de la Cristallographie des poudres. Thèse de doctorat, Université de Rennes. (1993).
- [42] J. I. Langford, A. J. C. Wilson, J. Appl. Crist. 11 (1978) 102-113
- [43] Th. H. De Keijser., J. I. Langford, E. J. Mittemeijer, A. B. P. Vogels, J. Appl. Crist. 15 (1982) 308.
- [44] A. T.Dutra, S. Milencovic, C. S. Kiminami, Journal of alloys and Compound 381 (2004) 72-76

## Abstract

The hypoeutectic binary Al-Cu and ternary Al-Cu-Zn alloys were rapidly solidified by the meltspinning process in the range of 10 to 42 m/s. The microstructure of the elaborated ribbons is heterogeneous in thickness (30  $\mu\text{m}$ ), and generally corresponds to a microcrystalline hyperquenched zone with a thickness of  $\sim 3 \mu\text{m}$ , followed by a zone having microsegregated dendritic grains which extend over the rest of the ribbon thickness.

The microstructure of the  $\alpha$ -Al phase, in the solidified  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  alloys at speeds less than 25 m/s is in the cellular form which is surrounded by segregated  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  phase. The solidified alloys at speeds up to 25 m/s, have a dendritic and cellular microstructure which are finely dispersed around and within the  $\alpha$ -Al matrix grains. Grains are finer when the solidification rate is higher. For the solidified ribbons obtained at 32 and 42 m/s, grain size and concentration of the  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  phase have been calculated and we observed that the size of "fine grains" varied between 19 and 47  $\text{\AA}$  and that of "mean grains" varied between 105 and 138  $\text{\AA}$ . The "fine grains" concentrations vary between 90 and 96 %. The "fine grains" concentration in the solidified sample at 42 m/s represents 160 % of that in the solidified sample at 32 m/s.

There is also an important increase (172 %) of internal microstresses in the solidified sample at 42 m/s but faster rapidly solidified in comparison with the solidified sample at 32 m/s. This microstress increase is confirmed by HV microhardness measurements. The HV microhardness of  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  alloy in the raw state is 90 and that of rapidly solidified samples at 42 m/s, reached 175 and then which is clearly larger.

We noted at last, that an increase of Cu in the  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  alloys and an addition of a third element such as Zn involve the formation of new phases like  $\sigma$ -AlCu and CuZn, for the relatively high solidification rate, and then to improve the mechanical features of the alloy.

---

**Keywords :** Rapid solidification, hypertrempe, Al-Cu, phase transformation, meltspinning.

## ملخص

لقد تم انجاز عملية التصلب السريع فوق عجلة لبعض السبائك الثنائية المبلورة في ما تحت الأكتيك Al-Cu و لسبائك الثلاثية Al-Cu-Zn و ذلك باستعمال سرعات التصلب تتراوح بين 10 و 42 m/s البنية المجهرية للشرائط المتحصل عليها كانت غير متجانسة ضمن سمك (30  $\mu\text{m}$ ) وهذه البنية تقابل عموما منطقة مبرد فوق السريع و متبلورة ضمن سمك 3  $\mu\text{m}$  متبوعة بمنطقة تحتوى على حبيبات متفرعة و متجمعة مجهريا و ممتدة على باقي سمك الشريط.

السبائك  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  المتصلبة عند السرعات أقل من 25 m/s لها بنية خلوية لطور  $\alpha\text{-Al}$  أما حول جدران الخلاصة فقد لحظ تجمع لترسبات الطور  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$ . السبائك المتصلبة عند السرعات أكبر من  $\mu\text{m}$  25 فلها بنية مجهرية تفرعية أو على شكل أقراص مع وجود ترسبات للطور  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  و طور جديد  $\sigma\text{-AlCu}$  موزع بشكل رقيق حول و داخل حبيبات المصفوفة  $\alpha\text{-Al}$ . و قد لحظ كذلك أن سرعة التصلب تؤثر على الحبيبات بحيث تصبح صغيرة الحجم.

لقد قمنا بحساب حجم و تركيز حبيبات الطور  $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$  للأشرطة المتصلبة عند سرعات عالية (32 و 42 m/s). لاحظنا أن حجم الحبيبات الرقيقة يتراوح بين 17 و 47 Å و تلك الحبيبات المتوسطة يتراوح بين 105 و 138 Å. أما تركيز الحبيبات الرقيقة فيتراوح بين 90 و 96%. وقد لحظ أن تركيز الحبيبات الرقيقة في العينة المتصلبة بسرعة 42 m/s تمثل 160 % من تلك العينة المتصلبة بسرعة 32 m/s. و قد وجد كذلك ازدياد معتبر (172 %) للأجهادات المجهرية الداخلية في العينة المتصلبة بسرعة (42 m/s) أكبر نسبة للعينة المتصلبة بسرعة (32 m/s). هذا لازدياد في الأجهادات المجهرية تم تأكيده عن طريق حساب الصلادة المجهرية HV. ولقد لوحظ أن الصلادة المجهرية HV تتضاعف تقريبا من السبيكة  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  الخام إلى السبيكة المتصلبة عند السرعة 42 m/s بحيث ترتفع من 90 إلى 175. وقد لاحظنا كذلك أنه عندما نرفع تركيز النحاس في السبيكة Al-Cu أو نضيف إليها عنصر ثالث (الزنك) يصدر تكوين أطوار جديدة مثل AlCu و CuZn التي تحسن أكثر الخصائص الميكانيكية للسبيكة.

---

كلمات دليلة : التصلب السريع - منطقة مبرد فوق السريع - Al-Cu - تحويل الطور - التصلب على عجلة.

## Résumé

La solidification rapide sur substrat rotatif a été effectuée sur des alliages binaires de composition hypoeutectique Al-Cu et des alliages ternaires Al-Cu-Zn, à des vitesses de solidification comprises entre 10 et 42 m/s. La microstructure des rubans obtenues est hétérogène dans l'épaisseur (30  $\mu\text{m}$ ), et correspond généralement à une zone hypertrempée microcristalline d'épaisseur  $\sim 3$   $\mu\text{m}$  suivie d'une zone à grains dendritiques microségrégées, s'étendant sur le reste de l'épaisseur des rubans.

Les alliages  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  solidifiés à des vitesses inférieures à 25 m/s, ont une microstructure cellulaire de la phase  $\alpha$ -Al et autour des parois des cellules une ségrégation des précipités de la phase  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ . Les alliages solidifiés à des vitesses supérieures à 25 m/s, ont une microstructure dendritique ou lamellaire avec des précipités de la phase  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$  et d'une nouvelle phase  $\sigma$ -AlCu finement dispersée autour et dans les grains de la matrice  $\alpha$ -Al. Il y a un affinement des grains avec l'augmentation de la vitesse de solidification

Nous avons calculés la taille et la concentration des grains de la phase  $\theta$ - $\text{Al}_2\text{Cu}$ , des rubans solidifiés à grandes vitesses (32 et 42 m/s) et Nous remarquons que pour la taille des "grains fins" elle varie entre 19 et 47  $\text{\AA}$  et celle des "grains moyens" elle varie entre 105 et 138  $\text{\AA}$ . La concentration des "grains fins" varie entre 90 et 96 %. La concentration des "grains fins" dans l'échantillon 2042 représente 160 % de celle dans l'échantillon 2032.

Il y a également une augmentation importante (172%) des microcontraintes internes dans les échantillons solidifiés à la vitesse de 42 m/s par rapport aux échantillons solidifié à la vitesse de 32 m/s. Cette augmentation des microcontraintes est confirmée par la mesure de la microdureté HV. La microdureté HV de l'alliage  $\text{Al}_{80}\text{Cu}_{20}$  à l'état brut d'élaboration est égale à 90 et celle des échantillons solidifiés rapidement à la vitesse de 42 m/s atteint 175 qui est nettement plus grande.

Notons enfin que l'augmentation de Cu dans Al-Cu et l'addition d'un troisième élément tel que le Zinc entraîne la formation de nouvelles phases tels que  $\sigma$ -AlCu et CuZn, pour les vitesses de solidification relativement élevées, ce qui améliore davantage les caractéristiques mécaniques de l'alliage.

---

**Mots-clés** : Solidification rapide, hypertrempé, Al-Cu, transformation de phase, solidification sur roue.