

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE

FACULTE DES SCIENCES EXACTES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre :

Série :

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le diplôme de Magister en Physique

Spécialité : Sciences des Matériaux

Option : Métallurgie

THEME

Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés de l'alliage Al-Zn-Mg (Cu)

Par

ZERGANE Nabil

Soutenu le : / / 2007

Devant le jury :

Président :	Z. OUILI	M. C	Université Mentouri-Constantine
Rapporteur :	M. BENABDOUN	M. C	Université Mentouri-Constantine
Examineurs :	R. BENSABA	PR	Université Mentouri-Constantine
	A. BOUBERTHAKH	M. C	Université Mentouri-Constantine
	N. BELLEL	M. C	Université Mentouri-Constantine

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au laboratoire des propriétés thermodynamiques et des traitements de surface à l'université Mentouri de Constantine.

Mes premiers remerciements s'adressent à mon encadreur : Le Dr. Benabdoun Mustapha qui a assuré la direction de mes travaux de recherche jusqu'à l'achèvement de mon mémoire.

Je remercie le docteur Z. Ouli d'avoir accepté de présider le jury, ainsi que les docteurs A. Boubertakh, et N. Bellel , et PR. R.Bensaha de m'avoir fait l'honneur d'accepter d'être membre du jury de ce mémoire.

Aussi je remercie tout ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail surtout le personnel du laboratoire de physique de l'université de Biskra.

Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés de l'alliage Al-Zn-Mg-Cu

Résumé

Les techniques d'analyse thermique et de calorimétrie sont des méthodes d'essai largement utilisées dans les laboratoires d'analyse physico-chimique, pour des finalités de recherche et de contrôle qualité. En permettant la caractérisation du comportement thermique des matériaux, la détermination des principaux paramètres thermodynamiques de la transformation ou de la réaction, ces techniques ont à présent leur place à part entière dans les laboratoires universitaires.

Les effets des traitements thermomécaniques sur les deux grandeurs à savoir le coefficient de dilatation thermique et la capacité calorifique, peut nous donner des informations complémentaires pour une meilleure compréhension des phénomènes responsables du comportement thermodynamique de ces deux alliages et du rôle du cuivre.

- Il existe une très grande similitude entre les deux grandeurs thermodynamiques: le coefficient linéaire de dilatation thermique et la capacité calorifique des deux alliages utilisés.
- L'effet de la déformation plastique (laminage à froid) laisse apparaître beaucoup de changements sur l'allure des courbes par rapport à l'état brut.
- La cinétique des phénomènes liés à la précipitation de la phases η' dans les deux alliages est accélérée dans le cas des échantillons homogénéisé et homogénéisé + déformé, et le domaine de température correspondant à cette transformation de phase est décalé vers des températures plus basses que celles enregistrées dans le cas du matériau à l'état brut.
- Le cuivre stabilise les zones de Guinier et Preston à des températures plus hautes.

Mots clés: alliages d'aluminium, traitements thermomécaniques, coefficient linéaire de dilatation thermique, capacité calorifique

**The effect of thermomechanical treatments on the properties of the alloy
Al-Zn-Mg-Cu**

Abstract:

The techniques of thermal analysis and calorimetry are testing methods largely used in the physicochemical analysis laboratories, for finalities of research and quality control. By allowing the characterization of the thermal behavior of materials, the determination of the principal thermodynamic parameters of the transformation or the reaction, these techniques have now their special place whole in the university laboratories.

The effects of the thermomechanical treatments on the two sizes with knowing the coefficient of thermal expansion and the heat-storage capacity, can give us additional information for a better comprehension of the phenomena responsible for the thermodynamic behaviour of these two alloys and role of copper.

- There is a very great similarity between the two thermodynamic sizes: the linear coefficient of thermal expansion and heat-storage capacity of two alloys used.
- The effect of the plastic deformation (cold rolling) lets appear much changes on the shape of the curves compared to the rough state.
- The kinetics of the phenomena related to the precipitation of the phases η' in two alloys is accelerated in the case of the samples homogenized and homogenized + deformed, and the temperature range corresponding to this transformation of phase is shifted towards temperatures lower than those recorded in the case of material in a rough state.
- Copper stabilizes the zones of Guinier and Preston at higher temperatures.

Key words: alloys of aluminium, treatments thermomechanical, linear coefficient of thermal dilation, heat-storage capacity

تأثير المعالجات الترموميكانية على خواص السبيكة Al-Zn-Mg-Cu

ملخص

- تعد تقنيات التحليل الحراري والقياسات الحرارية من بين الطرق التجريبية الأكثر استعمالاً في مخابر التحليل الفيزيوكيميائي لغرض البحث ومراقبة الجودة.
- حيث تسمح بتحديد كل من السلوك الحراري للمعادن والعوامل الأساسية الترموديناميكية الخاصة بالتحول أو التفاعل , هذه التقنيات أصبحت تحتل مكانة كبيرة في المخابر الجامعية.
- ان تأثير المعالجة الترموميكانية على القيمتين:معامل التمدد الحراري و السعة الحرارية تعطي لنا معلومات اضافية قد تساعد على فهم احسن للظواهر المسؤولة على السلوك الترموديناميكي للسبيكتين وكذا دور النحاس .
- يوجد توافق كبير بين القيمتين الترمودينامكيتين معامل التمدد الحراري السعة الحرارية للسبيكتين المستعملتين .
- ان مفعول النشوه اللدن (التصفيح في غياب الحرارة) يؤدي الى ظهور تغيير كبير في المنحنيات مقارنة بالحالة الخاملة.
- حركية الظواهر المرتبطة بترسب الاطوار η للسبيكتين تزداد في حالة العينتين المتجانسة و المتجانسة + المشوهة حيث ينزاح مجال درجة الحرارة الموافق لهذا الطور نحو درجات الحرارة المنخفضة بالمقارنة مع المسجلة في الحالة الخاملة للمعدن.
- يؤدي النحاس الى تثبيت مناطق Guinier و Preston في درجات الحرارة العالية.

الكلمات الدالة : سبائك الالمينيوم , المعالجة الترموديناميكية , معامل التمدد الحراري الخطي , السعة الحرارية .

Sommaire

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

Chapitre I : Généralités

<i>I.1. Mécanismes de la précipitation.....</i>	<i>3</i>
I.1.a.Introduction	3
I.1.b.Influence sur les propriétés mécaniques	3
I.1.c. Précipités cohérents et zones G.P.	4
I.1.d. Précipités incohérents	4
I.1.e. Théorie classique de la germination	7
I.1.f. Théorie de la décomposition spinodale	9
I.1.g. Germination hétérogène	11
<i>I.2. Précipitation continue</i>	<i>13</i>
I.2.a. Définition	13
I.2.b. Rôle des lacunes hors d'équilibre	16
I.2.c. Rôle des joints de grains	17
I.2.d. Rôle des dislocations	18
<i>I.3. Migration des joints de grains</i>	<i>18</i>
I.3.a. Force motrice pour la migration d'un joint	18
I.3.b. Cinétique de la migration d'un joint	20
I.3.c. Recristallisation et croissance des grains	21
I.3.d. Influence réciproque des processus de précipitation et de recristallisation	25

Chapitre II : L'aluminium et ses alliages

<i>II.1. les principales caractéristiques de l'aluminium</i>	<i>28</i>
II.1.a. Introduction	28
II.1.b. Propriétés de l'aluminium	28
II.1.c. Etats métallurgiques	31
<i>II.2. Influences des éléments alliés</i>	<i>31</i>
II.2.a. Les additions principales	31
II.2.b. Les additions particulières	31
<i>II.3. Désignation des différents alliages d'aluminium</i>	<i>33</i>

<i>II.4. Caractéristiques principales des alliages d'aluminium</i>	35
III.4.a. Traitement thermique	35
III.4.b. Durcissement par addition	36
III.4.c. Durcissement par écrouissage	37
III.4.d. Durcissement structural.....	38
III.4.e. Traitement d'adoucissement.....	39
<i>III.5. Domaines d'application des alliages d'aluminium</i>	40
<i>III.6. Les alliages étudiés Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu</i>	40
III.6.a. Caractéristiques de la microstructure des alliages Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu	40
III.6.b. propriétés des alliages Al-Zn-Mg	46

Chapitre III : Techniques expérimentales

<i>III.1. Alliages Al-5.8%Zn-2.7%Mg et Al-6.2%Zn-2.5%Mg- 1.7%Cu</i>	48
<i>III.2. Traitements thermiques et thermomécaniques</i>	49
III.2.a. Traitements thermiques	49
III.2.b. Traitements thermomécaniques	50
<i>III.3. Méthodes d'études</i>	51
III.3.a. La microscopie optique	51
III.3.b. La dilatométrie	51
III.3.c. La calorimétrie	52

Chapitre IV : Résultats et Discussion

<i>IV.1. Alliage Al-5.8%2.7%Mg</i>	54
IV .1.a. Etude dilatométrique de l'échantillon à l'état brut.....	54
IV.1.b. Etude calorimétrique de l'échantillon à l'état brut	55
IV.1.c. Influence des traitements thermomécaniques sur le coefficient de dilatation Thermique.....	56
IV.1.d. Influence des traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC	65
<i>IV.2. Alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu</i>	72
IV.2.a. Etude dilatométrique de l'échantillon à l'état brut	72
IV.2.b. Etude calorimétrique de l'échantillon à l'état brut.....	73

IV.2.c. Influence des traitements thermomécaniques sur le coefficient dilatation thermique	74
IV.2.d. Influence des traitements thermomécaniques sur les courbes de DSC.....	80
IV.2.e. Influence de cuivre sur les différentes transformations de phase.....	86
Conclusion	92
Références	94

Introduction

Introduction

L'évolution continue des techniques modernes, la complication et l'extension des prescriptions que doivent satisfaire les alliages métalliques, quant à leurs propriétés et qualités, font que de nos jours encore l'étude de traitements thermomécaniques connaît un essor croissant.

De nouveaux modes de traitements thermiques, thermomécaniques et thermochimiques des alliages doivent être conçus pour répondre aux exigences de l'industrie moderne.

La plasticité des solides à haute température constitue une partie de la science des matériaux dont l'importance est considérable. D'une part, en effet, le travail des matériaux et leur mise en forme sont beaucoup plus faciles à haute température et d'autre part il importe de connaître les lois de la déformation des matériaux exposés à de hautes températures afin de pouvoir tenir compte de cette déformation.

En utilisant différents types de traitements thermiques et thermomécaniques, on peut obtenir un large spectre de propriétés mécaniques. Pour des conditions d'emploi données, le traitement thermomécanique des alliages nécessite une connaissance parfaite des variations des propriétés thermodynamiques qu'il entraîne.

Les alliages d'aluminium continuent à être le centre d'intérêts de plusieurs travaux de recherche en sciences des matériaux. Leur grande utilisation dans l'industrie automobile et aéronautique dépend largement de leurs caractéristiques mécaniques et thermiques.

Grâce aux possibilités offertes par des techniques d'investigation physiques et structurales de plus en plus performantes, le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation est à présent bien caractérisé du point de vue de la connaissance qualitative des séquences de précipitation et de son influence sur leurs propriétés mécaniques.

Malgré l'amélioration de leurs propriétés mécaniques suite à l'introduction d'éléments d'addition, leur coefficient de dilatation thermique reste toujours élevé. En plus de l'affinement des grains obtenu par hypertrempe, l'addition d'éléments de transition tels que le manganèse, le chrome, le zirconium, etc.... permet d'obtenir des dispersoïdes de petites tailles ayant une fraction volumique élevée et qui sont stables à hautes températures à cause de leur faible solubilité et diffusité dans l'aluminium.

D'autre part, l'étude thermodynamique des alliages d'aluminium reste sommaire. L'une des grandeurs physiques pouvant nous renseigner sur le comportement de ces alliages est le coefficient de dilatation thermique, puisqu'il est sensible à l'introduction des impuretés dans la matrice. De même, il est aussi sensible aux différentes transformations de phases présentées et aux variations des forces interatomiques.

Notre étude contribue à la réalisation un travail expérimental apte à donner plus de détails sur les variations des longueurs en fonction de la température de cette classe de matériaux et d'essayer de définir le rôle du cuivre sur ces variations.

Dans ce travail, on propose d'étudier le comportement dilatométrique et calorimétrique de deux alliages préparés par le même procédé d'élaboration ; d'étudier le rôle du cuivre sur le coefficient de dilatation, et d'essayer de mieux comprendre l'influence des différents traitements thermomécaniques sur le coefficient linéaire de dilatation thermique et sur la capacité calorifique.

**chapitre **

Généralités

I. GENERALITES

I. 1. Mécanismes de la précipitation

I. 1.a Introduction :

Dans la plupart des solutions solides sursaturées, la limite de solubilité diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage, dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée, peut devenir diphasé à des températures plus basses. Ce processus qui correspond à une transformation dans l'état solide avec une augmentation de nombres de phases est habituellement désigné par le terme précipitation.

Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une importance pratique considérable, car ils modifient profondément les propriétés parfois dans un sens favorable. L'état de solution solide sursaturée est d'habitude atteint après refroidissement rapide (trempe) de l'alliage formant une solution solide monophasée.

I. 1.b Influence sur les propriétés mécaniques :

L'intérêt qui s'attache à l'étude des réactions de précipitation est dû principalement aux modifications des propriétés mécaniques des solutions solides au sein desquelles se produisent ses réactions. Ces modifications consistent le plus souvent dans une élévation de la limite élastique, de la charge de rupture et de la dureté, avec une diminution de l'allongement. L'évolution de ces grandeurs au cours d'un traitement thermique de revenu isotherme dépend dans une large mesure de la température de revenu et répond généralement aux caractéristiques suivantes [1] :

- aux températures de revenu relativement élevées, c'est-à-dire au voisinage du nez de la courbe T.T.T., l'accroissement de la charge de rupture est passager et peu important. Dans ces conditions la précipitation est rapide.
- Aux températures inférieures aux précédentes, la charge de rupture subit un accroissement qui peut être considérable, mais après un certain temps, celle-ci décroît et peut atteindre après un revenu prolongé une valeur proche de sa valeur initiale (figure I.1. Courbe 1).
- Aux températures encore plus basses, l'accroissement de la charge de rupture conduit à un palier dont l'altitude est fonction de la température (figure I.1. Courbe 2).

L'évolution des autres propriétés mécaniques est similaire, compte tenu du fait que la limite élastique et la dureté varient dans le même sens que la charge de rupture, tandis que l'allongement varie en sens inverse.

Le durcissement passe par un maximum pour un traitement de précipitation à une température donnée, puis décroît. Ce dernier stade est lié à la coalescence des précipités (figure I.2).

Ces phénomènes dépendent de la nature des précipités ; on distingue (figure I. 3) :

- les zones de Guinier Preston (zones G.P.) et les précipités cohérents
- les précipités incohérents.

I. 1. c. Précipités cohérents et zones G.P :

Ce sont Guinier et Preston [2] qui, les premiers, montrèrent que le premier changement détectable dans la décomposition des solutions solides sursaturées lors du revenu, était la formation des zones G.P. Par leur effet de taille, ces précipités sont le centre d'un champ de déformation (figure I.3). La dislocation est donc attirée ou repoussée par les particules. La dislocation se courbe donc entre les particules et une contrainte suffisante doit être appliquée pour vaincre les interactions élastiques et permettre le glissement. Mais, ce faisant la dislocation cisaille le précipité : lorsqu'elle pénètre ou sort d'une particule, elle crée une petite interface de largeur b (figure I.4.a), ce qui nécessite un travail égal au changement des forces de cohésion. La scission nécessaire est très élevée et peut même croître avec le diamètre des particules jusqu'à une valeur critique de celui ci, où joue le mécanisme d'Orowan qui s'applique chaque fois que le contournement de la particule devient plus facile que sa traversée.

I. 1. d. Précipités incohérents :

Les précipités ne peuvent pas être traversés par les dislocations s'il n'y a pas de continuité du plan de glissement. De plus, si le précipité est dur, c'est-à-dire qu'il a un module d'élasticité supérieur à la matrice, il repousse les dislocations. Une dislocation, sous l'action d'une contrainte appliquée dans son plan de glissement, forme des boucles entre les précipités. La figure I.4.b représente la succession d'événements ; les parties de la dislocation de part et d'autre du précipité peuvent s'attirer, d'où le passage de la dislocation qui laisse une boucle autour de la particule ; c'est le mécanisme d'Orowan.

Il est facile, comme dans le cas du moulin de Frank Read, de calculer la contrainte critique de contournement du précipité par la dislocation.

On trouve :

$$\sigma_c = \mu \times \frac{b}{L}$$

Où L est la distance moyenne entre les particules

b est le vecteur de Burgers

μ est le coefficient spécifique pour chaque alliage

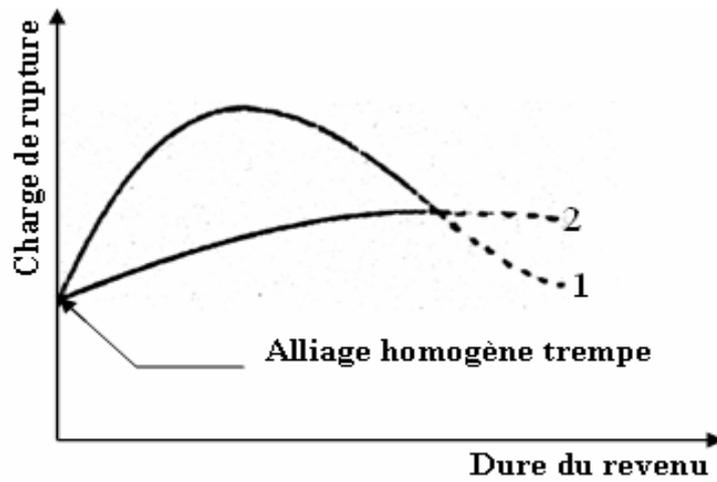


Figure I.1 : Variation de la charge de rupture au cours du revenu d'une solution solide sursaturée.

Courbe 1. Revenu à température moyenne

Courbe 2. Revenu à température plus basse

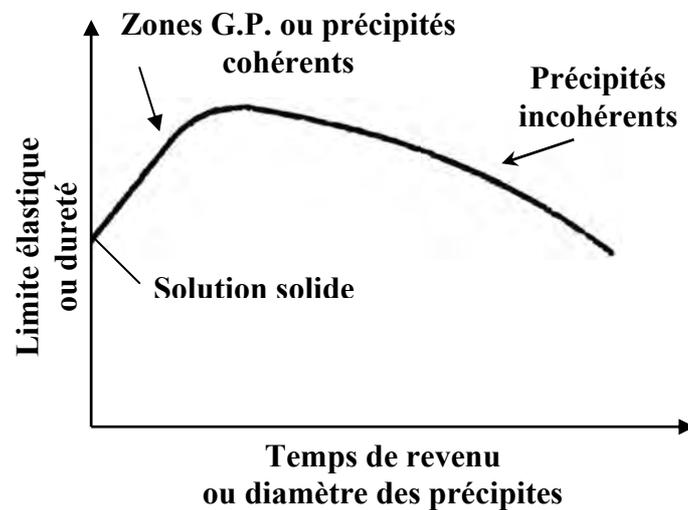


Figure I.2 : Variation de la limite élastique ou de la dureté avec le temps de revenu ou la taille des précipités.

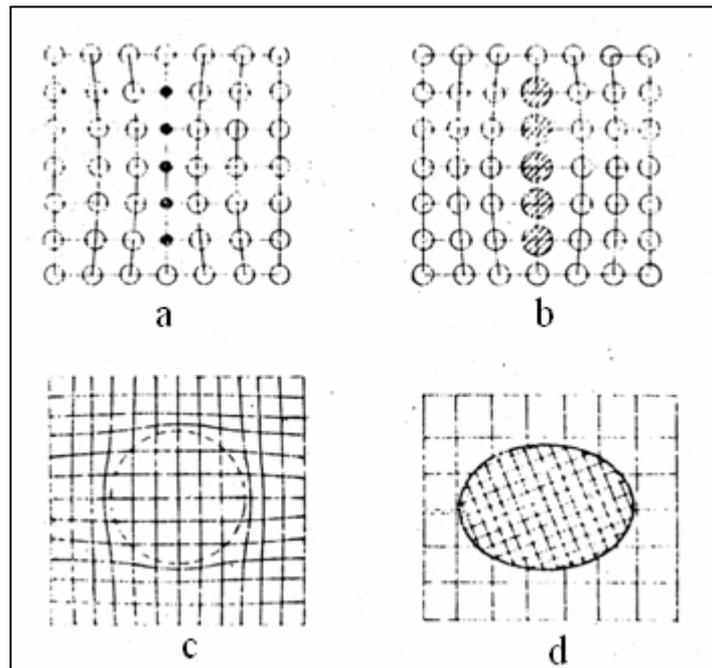


Figure I.3 : Nature des précipités
 a/ Zone G.P., effet de taille négatif
 b/ Zone G.P., effet de taille positif
 c/ Précipité cohérent
 d/ précipité incohérent

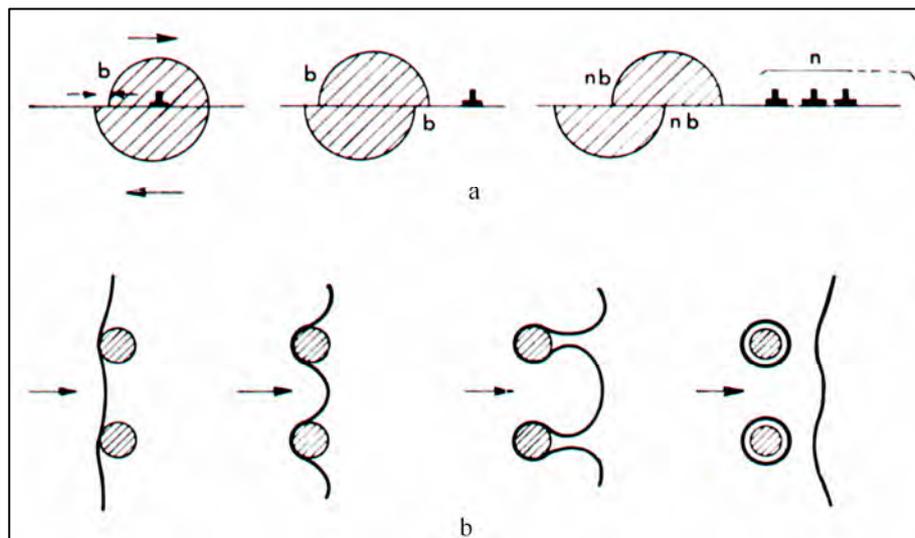


Figure I.4 : a/ Cisaillement d'un précipité cohérent
 b/ Cisaillement de précipités (Mécanisme d'Orowan)

I. 1. e. Théorie classique de la germination :

Parmi toutes les transformations qui peuvent se produire dans les métaux ou les alliages à l'état solide, une catégorie très importante est représentée par celles à la faveur desquelles une nouvelle phase prend naissance au sein d'un milieu initialement monophasé et homogène.

Du point de vue purement chimique, cette situation peut résulter de différents types de réactions et en particulier de la :

- précipitation d'un composé intermétallique dans une solution solide sursaturée obtenue après trempe rapide. Un bon exemple d'une telle réaction est donné par la précipitation du composé Al_3Mg_2 au cours du revenu de l'alliage Al-Mg.
- Transformation eutectoïde dans le cas où la solution solide donne cette fois-ci naissance, non pas à une, mais à deux phases nouvelles. L'exemple de la formation de l'eutectoïde $\text{Fe } \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$, au sein de la solution solide homogène à 0.8% de carbone dans le fer γ , au dessous de 720°C , est bien connue :



Si l'on compare du point de vue morphologies ces différentes transformations, on constate qu'elles procèdent d'une manière identique à leur début. Dans l'alliage, initialement homogénéisé puis trempé (d'où l'obtention d'une solution solide instable), on s'aperçoit lors d'un revenu à l'apparition d'une ou de plusieurs phases. Celles-ci cessent de croître lorsque la phase mère a atteint son nouvel état d'équilibre. Il est d'usage de distinguer dans ce processus deux stades successifs ; la germination et la croissance.

Cette théorie repose sur l'évaluation de la stabilité et des possibilités de croissance d'un germe de la nouvelle phase en fonction de la dimension de ce germe. Lorsqu'une phase A, supposée initialement homogène, est portée à une température où elle devient instable et tend à donner naissance à une nouvelle phase B, cette dernière ne devient effectivement stable que lorsqu'elle a atteint un certain volume critique que l'on peut évaluer de la façon suivante :

L'enthalpie libre de formation du germe initial doit être négative pour que ce germe soit stable. Celle-ci comporte deux composantes : l'une négative représentant la variation d'enthalpie volumique ΔG_V associée à la formation de la phase B à partir de A, l'autre positive représentant la variation de l'enthalpie libre superficielle ΔG_S associée à la création de l'interface entre les deux phases.

On suppose que le germe est sphérique et de rayon r , on a

$$\Delta G_V = 4/3 \pi r^3 (G_B - G_A)$$

$$\Delta G_S = 4\pi r^2 \sigma$$

G_b et G_A sont les enthalpies libres spécifiques volumiques de B et A

σ est l'enthalpie libre superficielle de l'interface A/B

La variation globale de l'enthalpie libre liée à la formation du germe peut donc s'écrire :

$$\Delta G = \frac{4}{3} \pi r^3 (G_B - G_A) + 4\pi r^2 \sigma$$

La courbe de variation de ΔG en fonction de r , est représentée sur la figure I.5.

Elle présente un maximum $dG/dr = 0$ pour une valeur r_0 de r donnée par la relation suivante :

Ce qui donne

$$r_0 = -2 \sigma / (G_B - G_A)$$

La valeur particulière r_0 dépend de la température à cause du terme ΔG ($A \rightarrow B$), elle représente le rayon critique prévu par la théorie.

En effet si $r < r_0$, on a :

$\Delta G/dr > 0$, ce qui signifie que pour tout germe dont le rayon est inférieur au rayon critique, une augmentation de rayon doit entraîner un accroissement de l'enthalpie libre du système, ce qui est un événement hautement improbable. Au contraire pour $r > r_0$, on a :

$\Delta G/dr < 0$, ce qui signifie que tout accroissement de volume du germe de rayon supérieur à r_0 entraîne une diminution de l'enthalpie libre du système, c'est-à-dire à une augmentation de la stabilité.

En général, à une température donnée, si on considère une population de germes de rayons quelconques, on peut dire que ceux dont le rayon est inférieur à r_0 tendront à disparaître, tandis que ceux dont les rayons sont supérieurs à r_0 se développeront.

L'influence de la température sur le processus de germination peut être introduit dans cette théorie de la façon suivante :

Si la transformation est faite à une température T , on a :

$$\Delta G (A \rightarrow B) = (H_B - H_A) - T (S_B - S_A)$$

En tenant compte du fait qu'à la température d'équilibre T_E , on a :

$$\Delta G (A \rightarrow B) = 0$$

$$(S_B - S_A) = (H_B - H_A) / T_E$$

En supposant ΔS et ΔH indépendants de la température, ce qui est acceptable tant que T reste proche de T_E , on aboutit à la relation :

$$\Delta G (A \rightarrow B) = \Delta H - T \Delta H / T_E = \Delta H * \Delta T / T_E$$

d'où

$$r_0 = -2\sigma / \Delta G (A \rightarrow B) = -2\sigma T_E / \Delta H * \Delta T$$

Il est facile de conclure de ce qui précède que la probabilité de formation de germes stables s'accroît avec la différence ΔT qui caractérise l'importance de la sursaturation.

I. 1. f. Théorie de la décomposition spinodale :

Généralement on considère une solution solide homogène à la température T susceptible de donner, dans un certain domaine de composition, à une dismutation conduisant à deux alliages limites. La courbe de l'enthalpie libre de la phase homogène est donnée dans la figure I.6.

- Pour un alliage de composition C_1 , le seul état réellement stable est celui représenté par le point A. Le passage de n'importe quel état de composition C_1 à l'état final A entraîne toujours une diminution de l'enthalpie libre globale du système, en négligeant l'énergie de création de l'interface.

- Pour un alliage de composition C_2 , le passage de l'état homogène instable à l'état le plus stable nécessite que la solution solide initiale subisse certaines variations importantes de concentration. Celles-ci ne peuvent se faire comme pour l'alliage de composition C_1 , car dans ce cas le système serait contraint de passer dans ces conditions par des états intermédiaires biphasés. Ceci résulte dans la retardation de la formation des nouvelles phases.

Les limites entre les alliages correspondant aux deux types précédents correspondent aux deux points d'inflexion O' et O'' de la courbe d'enthalpie libre, c'est-à-dire aux concentrations particulières $C_{O'}$ et $C_{O''}$ pour lesquelles

$$\partial^2 G / \partial C^2 = 0$$

Ces concentrations particulières dépendantes de T , portées sur le diagramme d'équilibre, donnent la courbe spinodale (Figure I.7).

Contrairement à la théorie de la germination qui attribuait le retard de la germination à l'existence d'une énergie positive d'interface, on peut conclure que pour les alliages dont les concentrations sont situées à l'intérieur des courbes spinodales peuvent passer de l'état monophasé à l'état diphasé sans l'intervention d'une énergie supplémentaire : la transformation est spontanée.

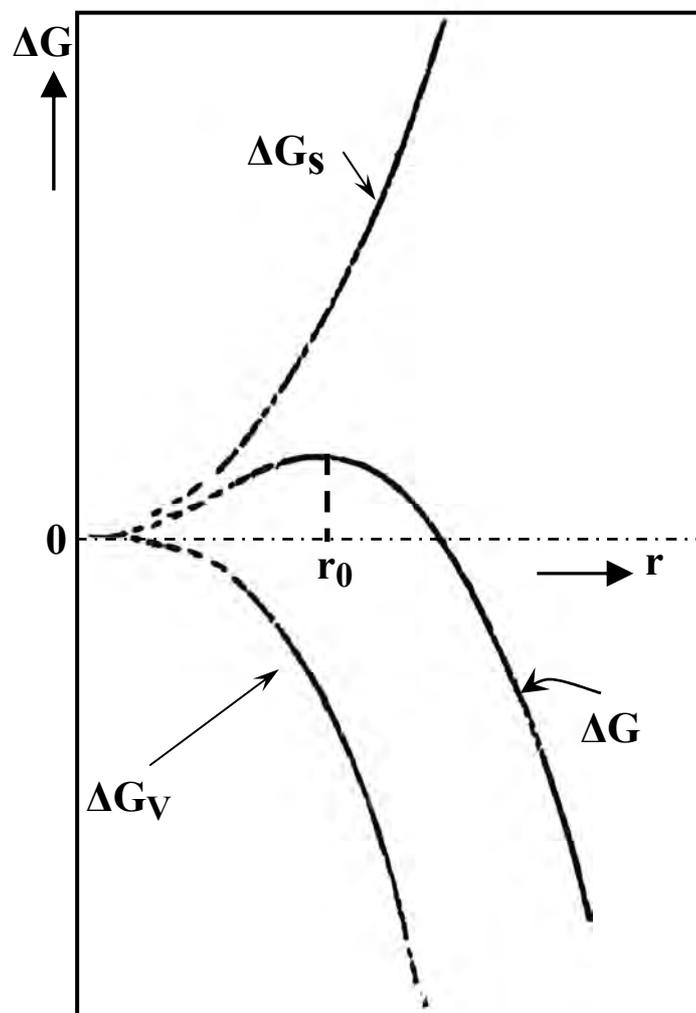


Figure I.5 : Variation de l'enthalpie libre de formation fonction du rayon du germe

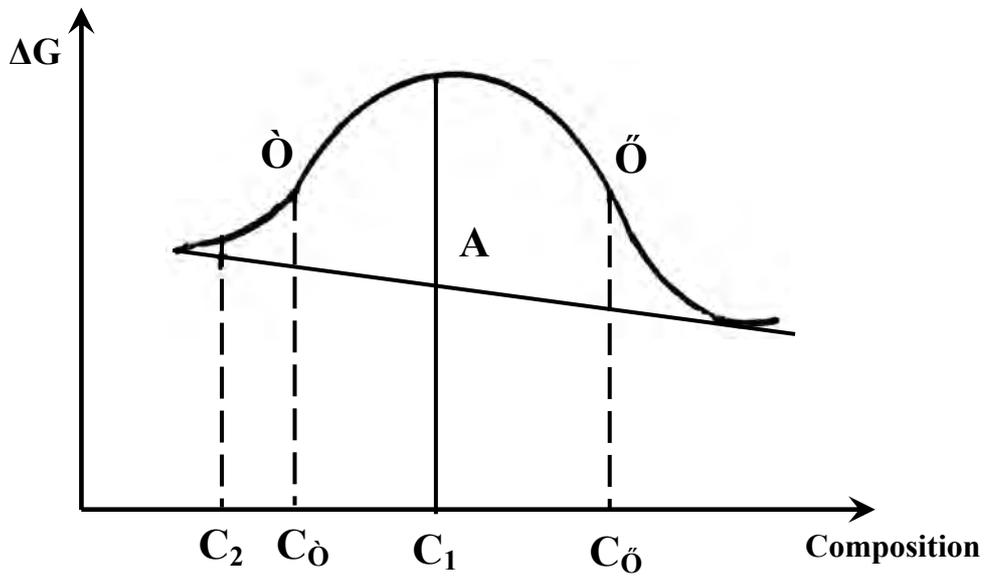


Figure I.6 : Variation de l'enthalpie libre d'une solution solide en fonction de la composition

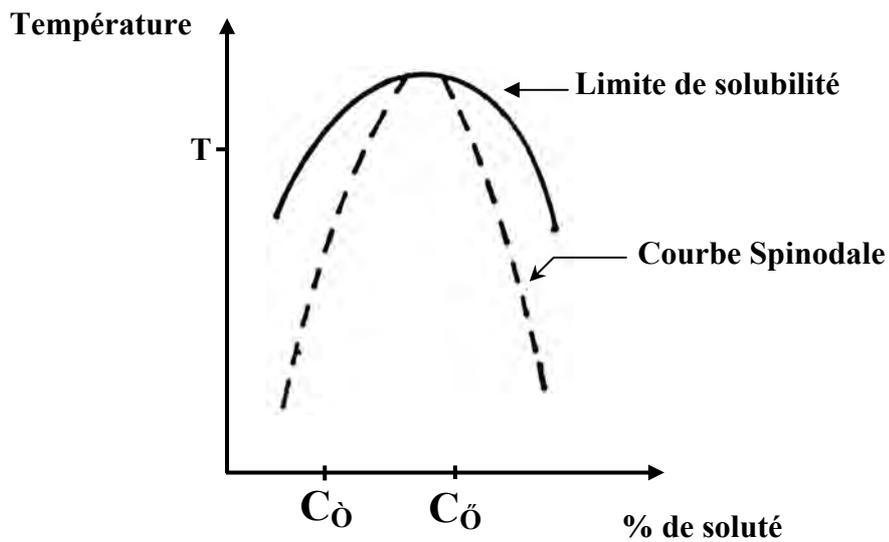


Figure I.7 : Courbe spinodale

I. 1.g. Germination hétérogène :

Dans toutes les considérations faites dans les deux dernières sections, la localisation des germes n'est pas prédéterminée et leur distribution est aléatoire. Ceci caractérise la germination homogène, Néanmoins cette situation ne se présente pas réellement et la germination tend à s'opérer de préférence, et en premier lieu, là où se trouvent des imperfections ; joints de grains, dislocations, défauts d'empilement.

On est alors en présence d'un processus de germination hétérogène. Il est établi que la présence des défauts de réseau favorise la germination du précipité dans des conditions où celle-ci aurait peu de chance de se produire en l'absence de ces défauts.

Les cristallites de précipités formés sur les défauts apparaissent fréquemment pour cette raison avant les cristallites résultant de la précipitation homogène. Quand les deux processus coexistent, comme c'est généralement le cas, les premiers se distinguent par leurs dimensions plus grandes.

Cette ségrégation sélective sur les dislocations peut être due à plusieurs causes possibles :

L'interaction élastique de l'atome de soluté avec les dislocations (interaction de Cottrell), l'habilité des dislocations d'agir comme des sources de lacunes, ou peut être parce que les lacunes et les atomes de soluté diffusent plus rapidement le long des dislocations. Ces dernières agissent comme des canaux pour une diffusion facile [3]. Cette ségrégation sélective des atomes de soluté sur les dislocations a été mise en évidence grâce au microscope optique, sur les cristaux ioniques transparents, en 1953 par Amelinckx [4]. Dans les cristaux ioniques, la ségrégation préférentielle des impuretés sur les dislocations a été directement observée du fait de la décoration de ces lignes avec les particules de précipité. Cette décoration des dislocations était une observation très significative car elle aida à l'avancement des travaux sur les dislocations et présentait un argument valable pour leur réelle existence.

Avec le microscope électronique à transmission, Thomas et Nutting [5] sur les alliages d'aluminium, Maklean [6] sur le fer, et Berghezan [7] sur le niobium, ont mis simultanément en évidence en 1959 que les dislocations et les boucles de dislocation étaient décorées par les atomes de soluté. Dans le premier cas, la décoration était due aux atomes de substitution pendant que dans les deux autres cas la décoration était produite par la diffusion préférentielle des atomes interstitiels (C, N, O) aux lignes de dislocations sur lesquelles les petites particules de carbures, nitrures et d'oxydes semblent croître préférentiellement.

On a même mis en évidence dans certains cas particuliers, des précipitations anticipées localisées sur les défauts d'empilement dont les énergies spécifiques sont cependant inférieures à celles des dislocations [1].

Ces processus de précipitation des solutions solides sursaturées, qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont également classés en deux catégories principales : la précipitation continue et la précipitation discontinue.

I. 2. Précipitation continue

I. 2. a. Définition :

La précipitation continue (homogène) résulte de mécanismes mettant en jeu simultanément tout au long de la transformation, l'ensemble des atomes concernés. Une des caractéristiques de la transformation homogène est la variation continue du paramètre du réseau de la phase mère durant le vieillissement, du fait de la diminution de la concentration en soluté jusqu'à sa valeur d'équilibre. Les conditions à remplir pour obtenir la précipitation d'une deuxième phase dans une solution solide AB sont bien connues (Figure I.8).

1°/ Solubilité de B dans A croissante avec la température.

2°/ Recuit en phase α possible.

3°/ Trempe de M en N pour obtenir une solution solide sursaturée (S.S.S.) en l'élément B.

Après la trempe on fait subir à l'alliage un traitement de revenu à une température adéquate, et on s'aperçoit qu'après un certain temps le produit de la nouvelle phase commence à apparaître. La décomposition de la solution solide sursaturée peut généralement se schématiser par la relation :



β' étant une phase intermédiaire dont l'évolution conduit au précipité d'équilibre β .

La précipitation continue donne au moins dans un premier temps, à l'obtention d'un certain nombre de précipités isolés qui grossissent par le drainage des atomes de soluté. Cependant ces précipités n'ont pas tous, dans des conditions thermiques données, la même probabilité d'apparition. En effet les relations cristallographiques entre la phase mère et le produit déterminent les énergies associées à l'interface et l'énergie élastique emmagasinée dans la matrice et dans l'embryon.

On peut, suivant une classification due à Horbogen [8], envisager trois types de produits ;

1°/ Les précipités cohérents possédant soit la même structure cristalline que la matrice, soit une structure cristalline différente qui peut être obtenue par cisaillement à partir de la phase mère.

2°/ Les précipités sont cohérents pour lesquels l'interface précipité - matrice contient un certain nombre de défauts linéaires.

3°/ Les précipités dont la structure est si différente de celle de la matrice qu'il ne peut exister aucune interface cohérente.

Les précipités des deux premiers types appartiennent généralement à la catégorie des phases intermédiaires β' alors que les précipités incohérents sont du type β . Il semble en effet que dans les

premiers stades, il existe presque toujours un certain degré de cohérence. On assiste alors à une séquence de précipitation où la cohérence précipité – matrice diminue avec l'avancement de la réaction et dont les premiers stades sont si cohérents avec la matrice qu'on ne parle plus de précipitation mais de pré – précipitation.

De très nombreuses études ont été consacrées à ce domaine. Dans le passé, on a souvent opposé le mécanisme de germination et croissance à celui de la formation des zones G.P. Ce n'est que depuis quelques années qu'un grand pas a été accompli dans la compréhension du phénomène de pré – précipitation [9].

Les amas ainsi formés, qui sont toujours de petite taille (environ 500 Å) sont appelés zones de Guinier et Preston. Ces zones ont des formes très variées suivant l'effet de taille et la structure électronique du solvant et du soluté ; par exemple, ce sont des sphères dans l'alliage Al - Ag, des ellipsoïdes dans Al- Zn, et des disques plans dans Al – Cu. La vitesse globale de la réaction de précipitation dépend avant tout de la vitesse de diffusion dans la matrice, si l'on néglige l'influence de la germination du précipité. Chaque cristal de précipité se développe au dépens du milieu ambiant grâce à un flux de diffusion centripète, qui tend à provoquer un appauvrissement du milieu ambiant en l'élément d'addition à proximité du cristal.

On peut représenter schématiquement les étapes successives de ce développement comme il est indiqué sur la figure I.9. A l'origine (figure I.9.a), la solution trempée à une composition uniforme C_1 . Dès l'apparition d'un cristal de précipité de composition C_2 , une auréole appauvrie apparaît dans la matrice environnante (figure I.9.b). Cette auréole se développe au cours de la croissance du précipité (figure I.9.c), mais dès que la précipitation est achevée, la solution solide restante tend à s'homogénéiser (figure I.9.d) à une concentration C_3 inférieure à la concentration initiale C_1 .

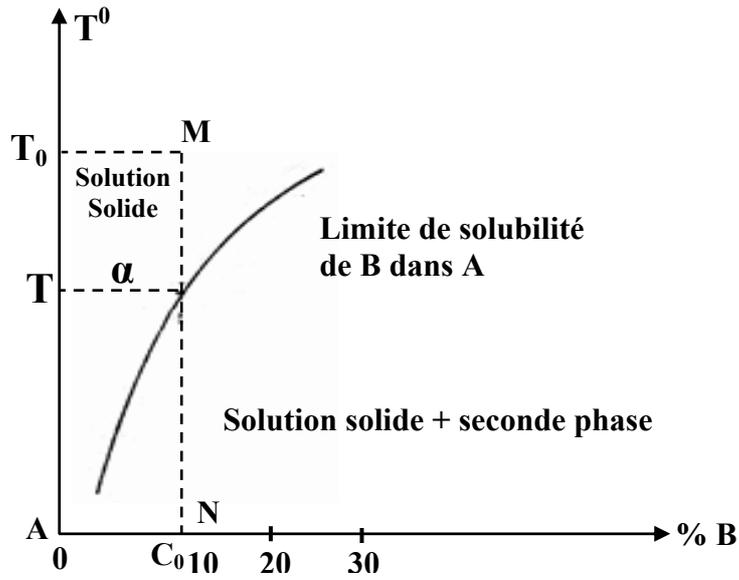


Figure I.8 : Schéma d'un alliage binaire présentant une Précipitation continue

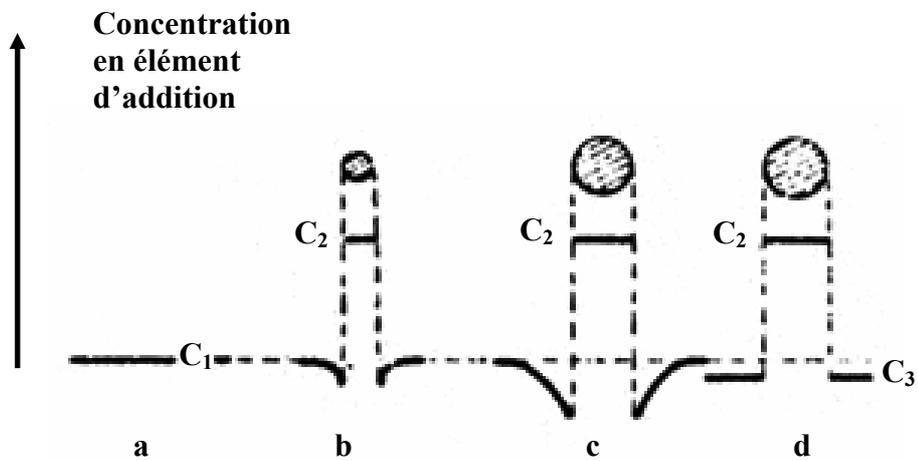


Figure I.9 : Schéma de la migration centripète d'un élément d'addition lors de la précipitation d'un composé à partir d'une solution solide sursaturée.

I. 2. b. Rôle des lacunes hors d'équilibre :

Il est évident qu'après trempe à partir de températures élevées, le réseau cristallin des métaux et des alliages est sursaturé en lacunes. Dans leurs travaux plusieurs auteurs [10] montrent que l'excès de lacunes dans une solution solide sursaturée influe beaucoup sur la vitesse de précipitation.

Ainsi, par exemple dans un alliage Al - 4%Cu, la vitesse de décomposition dépasse de plusieurs ordres de grandeur la valeur déterminée, en se basant sur les données de la mobilité thermique des atomes dans le volume [11]

Comme dans la majorité des alliages du type solution solide de substitution, la diffusion s'effectue par le mécanisme lacunaire ; l'accroissement de la vitesse de diffusion est donc proportionnel à l'élévation de la concentration des lacunes dans le réseau cristallin.

Il convient de remarquer que dans les alliages étudiés dans les travaux cités plus haut, on a observé une précipitation homogène des solutions solides sursaturées dont la vitesse est contrôlée par la diffusion en volume. Dans le cas des alliages qui précipitent par le mécanisme cellulaire, la vitesse de précipitation est limitée par la diffusion intergranulaire [12]. Après avoir longtemps considéré que les lacunes hors d'équilibre n'influaient pas sur la vitesse de diffusion dans les joints de grains [10], on a remarqué que le processus de formation des cellules est accéléré grâce à l'augmentation du nombre de lacunes qui sont en fait un potentiel chimique à prendre en considération dans la réaction de précipitation [13]

L'influence des lacunes hors d'équilibre sur le processus de vieillissement peut se résumer en deux points [11] :

- Elles accélèrent la diffusion des atomes de soluté durant la pré-précipitation.
- Elles accélèrent le processus de germination des précipités.

Dans la plupart des alliages d'aluminium, les zones G.P. sont formées à une température assez basse (inférieure à la moitié de la température de fusion), où la diffusion normale des atomes de soluté grâce aux lacunes d'équilibre est très lente.

Une concentration de lacunes de $10^{-5} - 10^{-4}$ peut être piégée lors d'une trempe, alors que la concentration d'équilibre est d'environ 10^{-10} . Kumura et al [11] remarquent que même pour les alliages qui ne forment pas de zones durant le pré-revenu à basses températures, comme dans le cas de Al- Si, les lacunes hors d'équilibre jouent un rôle important dans le processus de germination. La germination d'amas de lacunes se passe au cours

du pré-revenu, et ils croissent juste au début du revenu à des températures élevées, agissant ainsi comme des sites préférés pour la germination d'atomes de soluté.

I. 2. c. Rôle des joints de grains :

Le travail nécessaire à la germination sur un joint de grain est plus faible que sur la matrice du fait que l'énergie de surface ou l'énergie élastique diminue. C'est pour cette raison que la précipitation sur les joints de grains est plus favorisée et peut même se produire avant la formation des zones G.P ou des phases intermédiaires à l'intérieur du grain [14].

La fréquence de précipitation sur les joints de grains diminue avec une augmentation de leur degré de désorientation. Ceci s'explique par le fait que la vitesse de germination sur les joints dépend du nombre de centres et de l'énergie d'activation de cette germination ; quand la désorientation est grande, le nombre de centres de germination augmente mais la densité élevée de dislocation et le recouvrement des champs de contraintes diminuent en fin de compte l'énergie d'activation.

Dans la majorité des alliages qui précipitent par le mécanisme de décomposition cellulaire, la formation des cellules s'effectue sur les joints de grains .Glemm et Fisher [15] ; dans le cadre de la théorie classique de la germination, ont calculé le travail nécessaire à la germination dans différentes parties du joint. Ils ont montré que sa valeur est plus petite aux sommets (intersection de quatre joints) et croit lors du passage vers les joints (intersection de trois joints avec l'interphase entre deux grains).

La précipitation sur les joints de grains peut avoir une influence sur les propriétés mécaniques ; elle peut fortement diminuer la plasticité dans le cas de formation d'une couche fragile continue sur les joints ou d'une zone molle et appauvrie près des joints.

On a montré [16] qu'après un long recuit de vieillissement d'un alliage complexe à base de nickel et de chrome, il se forme près des joints de grains une zone appauvrie en phase intermédiaire γ' . Une étude à la microsonde a montré que cette zone était riche en titane et pauvre en chrome. L'apparition de cette zone appauvrie est liée au fait que le joint de grain est un piège pour les lacunes.

L'introduction de quelques impuretés en faible quantité dans la solution solide peut stabiliser la concentration de lacunes près du joint et éviter ainsi la formation d'une zone appauvrie. Par contre si le joint de grains est au contraire une source de lacunes, la précipitation se produit sur lui ou à son voisinage immédiat.

I. 2.d. Rôle des dislocations :

Les dislocations jouent un rôle très important dans le processus de précipitation. La vitesse de diffusion dépend du type de dislocations ; elle est plus grande le long des dislocations du type coin que dans les dislocations vis. L'efficacité des dislocations comme puits pour les atomes de soluté est beaucoup plus grande que pour les lacunes à cause de la possibilité de formation d'atmosphères de Cottrell. Les dislocations peuvent augmenter les coefficients effectifs de diffusion plus fortement dans le processus d'hétérodifusion que dans celui de l'auto diffusion. Ceci s'explique par le fait que le temps de séjour des atomes. Ceci s'explique par le fait que le temps de séjour des atomes de soluté dans les tubes de dislocation peut apparemment dépasser celui qui est nécessaire à l'occupation des position atomiques qui s'y trouvent, à cause de l'interaction des dislocations avec les atomes de soluté [14] .

I.3. Migration des joints de grains

L'étude de la migration des joints de grains présente un double intérêt [17] :

- **un intérêt pratique** : De nombreuses propriétés mécaniques dépendent en effet de la taille des grains. Il est en outre important de savoir si la taille de grain obtenue sera stable en service.
- **Un intérêt théorique** : Une contribution importante à la connaissance de la structure et des propriétés physiques du grain est apportée par l'étude de la cinétique de migration de grains dans des conditions expérimentales bien définies.

I. 3. a. Force motrice pour la migration d'un joint :

En général, la force motrice pour la migration d'un joint de grain est donnée par Poirier [17], qui pour simplifier le problème, considère un système composé de deux grains 1 et 2 séparés par un joint j.

L'enthalpie libre du système est égale à :

$$G = V_1(\mathbf{X}) g_1 + V_2(\mathbf{X}) g_2 + S_j(\mathbf{X}) g_j$$

Où V_1 et V_2 sont les volumes respectifs des grains 1 et 2

g_1 et g_2 sont les densités d'enthalpie des grains 1 et 2

S_j et g_j sont respectivement l'aire et l'enthalpie libre par unité d'aire du joint

X est un paramètre définissant la position du joint

Lorsque le joint se déplace de dx , à T et P constantes, l'enthalpie libre du système varie de :

$$dG = (g_1 dV_1/dx + g_2 dV_2/dx + g_j dS_j / dx) dx$$

Si le volume total du système est constant, on a :

$$dV_2/dx = - dV_1/dx$$

En prenant comme définition de la force motrice:

$$F = - dG / dx$$

On a:

$$F = (g_2 - g_1) dV_1/dx - g_j dS_j / dx$$

De cette équation, on remarque que la force motrice peut se décomposer en deux parties ayant une signification physique différente.

$$F_v = (g_2 - g_1) dV_1/dx$$

$$F_s = - g_j dS_j / dx$$

Plusieurs cas peuvent se poser:

- 1- Si l'aire du joint reste constante au cours du déplacement, $F_s = 0$ et F_v est positive lorsque $g_2 > g_1$. Dans les cas considérés, la différence d'enthalpie libre entre les deux grains provient uniquement de la différence d'énergie interne, c'est-à-dire essentiellement de la différence d'énergie emmagasinée par les dislocations. Le système tend à diminuer cette énergie par la croissance du grain le moins écroui aux dépens de grain le plus écroui.
- 2- Si l'énergie emmagasinée par unité de volume est égale dans les deux grains, $F_v = 0$, donc F_s est positive ; lorsque l'aire du joint diminue, le système tend à diminuer son enthalpie libre en diminuant l'aire du joint.
- 3- Il est évident qu'en général, les deux forces motrices F_v et F_s agissent simultanément dans des sens qui ne sont pas forcement identiques. Cependant si l'une des forces est nettement supérieure à l'autre, on peut lui attribuer la quasi-totalité de l'effet observé.

C'est ainsi qu'au cours de la recristallisation d'un métal écroui, on peut observer séparément chacune des forces motrices à l'œuvre dans les stades successifs du processus suivant :

a/ La recristallisation débute par la germination de grains de très faibles densités de dislocations dans une zone très écrouie. Dans un premier stade, ces germes vont croître en absorbant les grains voisins très déformés, F_v étant considérablement supérieur à F_s . Le cristal trouve énergétiquement favorable de consommer les grains écrouis même au prix d'une augmentation éventuelle de l'aire

des joints. Comme dans un agrégat polycristallin le déplacement des joints est limité par leur ancrage aux points triples, les joints se déplacent en général vers leur convexité (figure I.10.a).

Le processus se poursuit jusqu'à ce que les grains écrouis aient été consommés. C'est la recristallisation primaire.

b/ Dans le deuxième stade F_v est alors faible et le polycristal pourra encore diminuer son énergie en diminuant l'aire totale du joint. Les joints de grains recristallisés vont alors se déplacer en général vers leur concavité (figure I.10.b) jusqu'à ce qu'ils atteignent des positions d'équilibre d'énergie minimum. C'est le stade de grossissement du grain.

c/ Enfin si le grossissement du grain est inhibé en général, sauf pour certains grains ou bien si des joints possédant certaines orientations peuvent migrer plus facilement que les autres, quelques grains vont grossir beaucoup plus vite que leur voisins. C'est la recristallisation secondaire ou grossissement exagéré du grain.

II.3.b Cinétique de la migration d'un joint :

Il est en général d'usage de relier la vitesse à la force motrice qui est la cause du déplacement.

Si la dépendance est linéaire, on aura :

$$V = M * F$$

Où M est la mobilité du joint. Si la dépendance n'est pas linéaire, on tentera le plus souvent de l'ajuster à une loi puissance :

$$V = M * F^n$$

Avec n constant.

Lorsque l'on peut admettre que la force motrice reste constante, la dépendance de la vitesse des divers paramètres est alors reportée sur la mobilité M . quelque soit le mécanisme physique détaillé de la migration du joint, celle-ci implique nécessairement un transfert d'atomes d'un grain à l'autre. On s'attend donc, et ceci est confirmé par l'expérience, à ce que le processus de migration du joint soit thermiquement activé [17].

La mobilité peut alors s'écrire :

$$M = M_0 \exp (-Q/RT)$$

L'énergie d'activation Q est le terme pré exponentiel M_0 restent en général dépendants de la pureté du matériau et des paramètres structuraux tels que la désorientation du joint, sa structure.

Les expériences sur la migration des joints ont donc essentiellement pour but de déterminer :

- La forme de la dépendance en F de V.
- L'énergie d'activation Q.
- La variation de Mo et Q en fonction des paramètres structuraux et de la pureté.

Les expériences ne sont évidemment claires et facilement interprétables si la force motrice est bien connue. Or, il est difficile de mesurer correctement la grandeur et les variations de l'énergie emmagasinée par écrouissage des grains, il est donc naturel que la majorité des expériences exploitables aient été effectuées en utilisant comme force motrice la diminution d'aire des joints.

On peut diviser ces expériences en deux classes :

Les unes, mieux interprétables théoriquement, consistent à mesurer directement le déplacement du joint d'un bicristal après des recuits à une température T pendant un temps t. On en tire, en général une expression de la vitesse moyenne :

$$V = f(T, F, \text{pureté}, \text{structure}, \dots)$$

Les autres, plus globales, mais souvent plus utiles en pratique, consistent à mesurer la taille moyenne D des grains d'un polycristal recristallisé après des recuits à une température T pendant un temps t.

Cette approche ne permet évidemment pas d'étudier l'effet de l'orientation du joint. La cinétique est couramment représentée par des expressions du type :

$$D = K (T) t^n$$

I. 3. c. Recristallisation et croissance des grains :

Un métal ayant subi une déformation plastique est écroui et ses propriétés physiques et mécaniques sont modifiées, dans des proportions parfois considérables. La plus grande partie du travail absorbé par la déformation d'un métal (jusqu'à 95%) se transforme en chaleur, alors que la partie restante s'accumule sous forme d'énergie potentielle des atomes chassés de leur état d'équilibre. Cette accumulation d'énergie est traduite par une augmentation de la quantité de défauts d'arrangement cristallin (surfaces de séparation, lacunes, dislocation, etc...). Le chauffage d'un tel métal provoque des processus de restauration et de recristallisation qui rétablissent toutes les propriétés qu'avait le métal avant la déformation.

Ainsi, la restauration d'un métal écroui s'effectue selon les quatre processus suivants qui sont tous thermiquement activés, donc favorisés par une élévation de température :

- Diminution du taux de lacunes et d'interstitiels, par annihilation mutuelle, et surtout élimination dans les puits (surface extérieure, joints de grains, dislocations) et par migration.
- Annihilation des dislocations de signes contraires et réarrangement des dislocations en réseaux plus stables.
- Élimination des dislocations par les joints des grains au cours de leur migration.
- Diminution de l'aire totale des joints.

Il en résulte alors diverses étapes correspondant à ces processus :

1°/ La restauration qui ne fait intervenir que le mouvement des défauts, et qui correspond à un commencement d'évolution des propriétés du métal.

2°/ La recristallisation proprement dite, où il y a en outre un déplacement des joints de grains, et qui comprend deux étapes :

a) la recristallisation primaire où il y a germination et croissance des grains jusqu'à ce qu'il ne reste plus de métal écroui et où les propriétés du métal varient beaucoup et atteignent leur niveau d'équilibre (figure I.11).C'est la seule véritable transformation que subit le métal.

b) la recristallisation secondaire où il y a croissance exagérée de certains grains au cours de la croissance ultérieure des grains déjà recristallisés et où les propriétés du métal ne varient pratiquement plus.

La restauration correspond au premier stade de retour du métal déformé vers l'équilibre. Il y a essentiellement migration et réarrangement des défauts en réseau plus stable avec une annihilation partielle des défauts, mais sans aucun déplacement des joints de grains.

L'étude de l'évolution des propriétés du métal, au cours de la restauration permet justement de mesurer et de contrôler le taux des défauts du métal. Mais ces études expérimentales sont souvent très délicates car il y a toujours plusieurs types de défauts qui interviennent et qui interagissent les uns sur les autres, chaque défaut intervenant avec sa propre énergie d'activation. Il en résulte qu'en ce domaine les études sont très nombreuses et les résultats très diversifiés ; même dans les cas les plus simples [18]. Après un écrouissage suffisamment élevé, et à partir d'une certaine température de recuit, il se produit, généralement à la suite de la polygonisation, une réorganisation complète du métal.

Les atomes se réorganisent en effet en d'autres cristaux d'orientations complètement différentes de celles des cristaux écrouis de départ. Cette nouvelle cristallisation du métal se produit au sein de la phase écrouie, par développement de germes aux dépens de la matrice écrouie. On peut donc parler de véritable transformation, la recristallisation étant tout à fait analogue à un changement de phase c'est la recristallisation primaire.

La nouvelle phase formée contient beaucoup moins de dislocations que le métal écroui ; son taux de dislocation étant curieusement le même que celui d'un métal obtenu par solidification , ce qui n'a pas encore été compris, mais qui laisserait penser que les nouveaux cristaux se sont développés d'une façon semblable [19].

La vitesse de recristallisation dépend de nombreux facteurs : elle est d'autant plus grande que la température, la déformation initiale et la pureté du métal sont plus importantes. Si la déformation préalable est insuffisante, le métal ne recristallise jamais quelle que soit la température de recuit. En outre, plus la déformation initiale a été importante ou plus la température de recuit est faible, plus le grain du métal recristallisé est fin (figure I.12.). Parfois, quand le métal recristallisé a atteint un état qui semble stable, on constate qu'il se produit une croissance exagérée d'un nombre très limité de grains .C'est la recristallisation secondaire.

La taille des grains obtenue est alors d'autant plus grande que la température de recuit est élevée. La force motrice de cette recristallisation secondaire n'est pas bien définie. Elle peut résulter de la présence des contraintes résiduelles dans certains grains, d'une force motrice résultante de l'énergie superficielle plus grande , d'une plus grande vitesse de croissance de certains grains d'orientation particulière,ou d'une force motrice plus grande causée par une faible énergie interfaciale de certains grains.

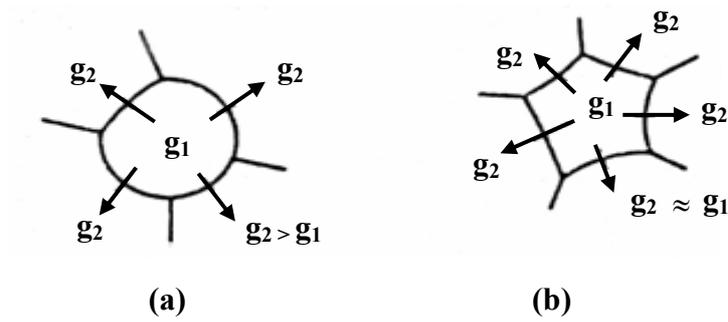


Figure I.10 : Mouvement des joints de grains lors de
 a) Recristallisation primaire
 b) Grossissement du grain

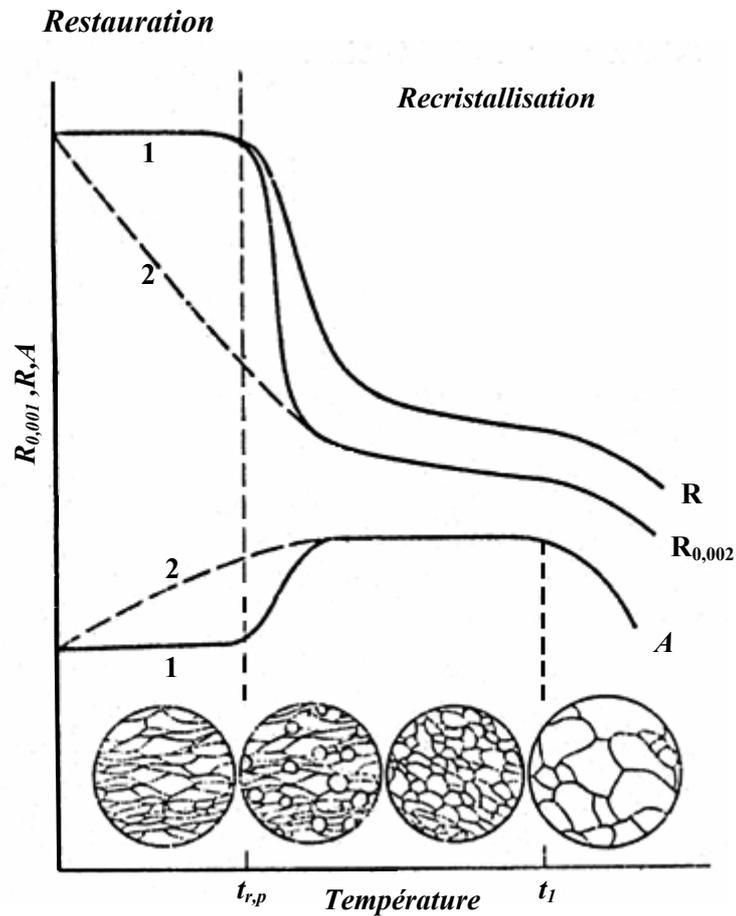


Figure I.11 : Influence du chauffage sur les propriétés mécaniques et la structure d'un métal durci par déformation.

I.3.d. Influence réciproque des processus de précipitation et de recristallisation :

Les processus de recristallisation et de précipitation peuvent avoir une influence réciproque l'une sur l'autre ; c'est le cas d'un matériau qui était avant la déformation une solution solide monophasée et sursaturée, et quand les précipités de la deuxième phase se forment au cours du processus de recristallisation. En effet, les précipités finement dispersés freinent la formation et la migration des fronts de recristallisation, et les défauts cristallographiques du matériau favorisent la germination de ces précipités.

Ainsi ces dernières années, une attention particulière fut accordée à cet aspect du problème de recristallisation dans les alliages [20,21]

L'influence de la température sur les processus de recristallisation et de précipitation peut être estimée en considérant le temps t , qui s'écoule avant le début de la recristallisation.

En supposant que les germes des centres de recristallisation ont la même dimension, on a :

$$t = K e^{(Q/KT)}$$

Où K est un coefficient qui tient compte de la force motrice du processus, du terme d'entropie et des facteurs géométriques.

Q est l'énergie d'activation du processus de formation du front de recristallisation

Le temps t' qui s'écoule avant le début de la formation des précipités de la nouvelle phase stable est :

$$T' = K' e^{[(Q'+Q'')/KT]}$$

Où K' est un coefficient qui tient compte de la force motrice du processus, du terme d'entropie et des facteurs géométriques.

Q' est l'énergie d'activation du processus de germination de la deuxième phase

Q'' est l'énergie d'activation de la diffusion

Ainsi, dans le cas de sous refroidissements forts (fortes sursaturations de la solution solide), quand $Q'' \gg Q'$, le temps qui s'écoule avant le début de la précipitation est déterminé seulement par l'énergie d'activation de la diffusion.

Par conséquent la fonction $1/T = f(\ln t)$ représentée par la courbe en forme de C dans la figure .I.3. permet de déterminer la température T_2 pour laquelle $t = t'$.

Il faut supposer que les dislocations n'ont pratiquement pas d'influence sur le début de précipitation. Dans ce cas, pour une densité de dislocations ρ_1 , la recristallisation s'achève toujours avant l'apparition des précipités.

Pour une densité de dislocations $\rho_2 < \rho_1$, on a

- si $T > T_1$, l'alliage reste monophasé
- si $T_1 > T > T_2$, la recristallisation se termine avant le début de la précipitation
- si $T_2 > T > T_3$, la recristallisation se déroule par étapes et elle est freinée à la suite de l'ancrage des joints de grains par les précipités de la deuxième phase
- si $T < T_3$, seule la recristallisation continue se produit.

Ce diagramme schématique est construit sur la base des données obtenues sur l'alliage Cu-Co [22].

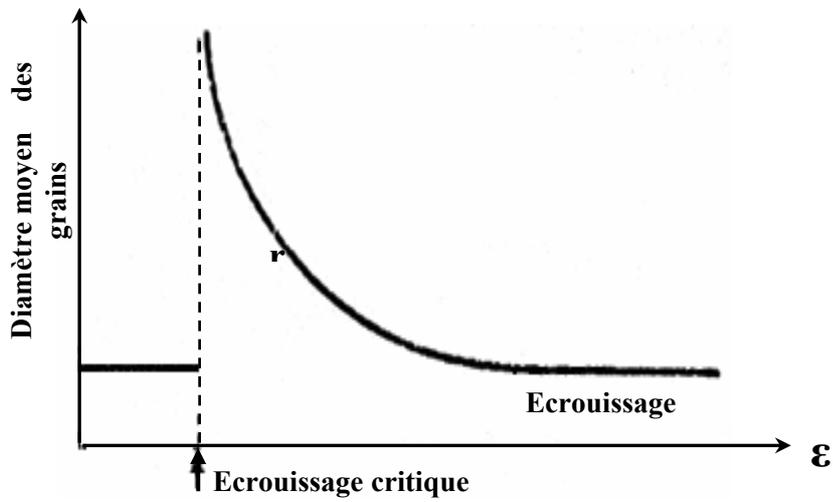


Figure I.12 : Variation du diamètre moyen des grains en fonction du taux d'écroissage

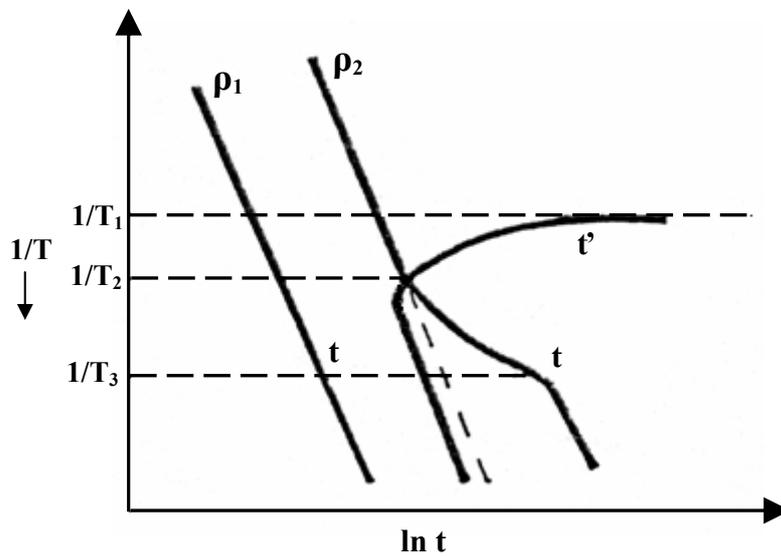


Figure I.13 : Dépendance en température de la période d'incubation de la précipitation t' et de la recristallisation t pour différentes densités de dislocations

chapitre II

L'aluminium et ses alliages

II. L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES

II.1. Les principales caractéristiques de l'aluminium

II. 1. a. Introduction :

L'aluminium est un matériau qui a connu beaucoup de changements ces dernières années; en effet, l'essor et le développement de la recherche a fait apparaître de nouveaux alliages d'aluminium adaptés à de très nombreuses applications spéciales. C'est la raison pour laquelle ce métal léger trouve son application dans des domaines où il semblait encore inadapté il y a quelques années. L'aluminium et ses alliages sont présents sous les formes les plus variées, pratiquement sur tous les marchés ou domaines d'application.

L'aluminium non allié (pur) possède des propriétés mécaniques très réduites, et insuffisantes pour son utilisation dans bon nombre d'applications structurales.

Depuis longtemps, les métallurgistes ont montré qu'en ajoutant certains métaux à l'aluminium, les propriétés changent, et que certaines additions ont l'intérêt d'augmenter, par différents processus, leurs propriétés mécaniques, électriques, et thermodynamiques.

On peut considérer qu'aujourd'hui, les chercheurs disposent d'éléments suffisants pour obtenir une microstructure optimale répondant à des exigences précises ; cela dépend essentiellement de la nature, de la quantité, et surtout de la distribution et répartition des éléments d'addition dans la matrice d'aluminium.

II. 1. b. propriétés de l'aluminium :

Propriétés physiques :

- Numéro atomique $Z=13$, masse atomique $M=26,97$.
- La température de fusion : environ 660°C .
- Structure cristalline : CFC (rayon atomique $a=0,404\text{ nm}$).
- Masse volumique : $\rho=2700\text{Kg}\cdot\text{m}^{-3}$.
- coefficient de dilatation : $\alpha=23,8\cdot 10^{-6}\text{ K}^{-1}$ (de 20°C à 100°C).
- Capacité thermique massique à 20°C : $c=950\text{ j}\cdot\text{Kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.
- Conductibilité thermique à 20°C : $\lambda=217,6\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$.

- Résistance à la corrosion :

Grâce à la couche d'oxyde qui se forme en surface, les alliages d'aluminium résistent à la corrosion. On peut rendre cette couche protectrice d'oxyde plus épaisse par anodisation. L'aluminium et ses alliages peuvent alors être utilisés sans protection supplémentaire comme revêtement extérieurs de bâtiments. Par contre, dans les milieux corrosifs, les alliages d'aluminium peuvent subir les effets de la corrosion. Des piqûres, de la corrosion sous contrainte, de la fatigue corrosion, voire de la corrosion généralisée peuvent se développer. Pour des conditions données, la sévérité de l'attaque dépend de l'alliage utilisé et de son état [23].

Propriétés mécaniques :

L'aluminium commercialement pur possède, à l'état recuit, des propriétés mécaniques très faibles. Ainsi pour l'aluminium à 99,5% :

$$\begin{aligned} R_m &= 70-80 \text{ Mpa} & A\% &= 50-60 \\ R_{p0,2} &= 10-20 \text{ Mpa} & E &= 65000-70000 \text{ Mpa} \\ & & \nu &= 0,36. \end{aligned}$$

La limite élastique de l'aluminium très pur (99,996%) est quasi nulle.

Propriétés de mise en forme :

L'aluminium a une température de fusion relativement basse d'environ 660°C.

Il en résulte une facilité de fusion qui présente un avantage certain pour les opérations de fonderie. L'aluminium est très ductile, on peut aisément le mettre en forme à l'état solide, par déformation plastique.

Les alliages peuvent être mise en forme selon deux techniques :

- Mise en forme fonderie.
- Mise en forme corroyage.

Pour ce qui est de la première mise en forme fonderie, elle concerne les demi-produits et les produits finis. On travaille par déformation à chaud des lingots, des billettes ou des brames de coulée continue.

Pour les alliages corroyés, une distinction est faite entre les alliages non trempant et les alliages trempant (tableau 1).

La principale méthode de durcissement par traitement thermique est donc le durcissement structural. La méthode par traitement mécanique est l'écroutissage.

Catégorie d'alliages	Méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques
Non trempant	- addition d'éléments en solution solide - présence de secondes phases dispersées - écrouissage
trempant	- Durcissement structural

Tableau 1 : Méthodes d'amélioration des propriétés mécaniques.

Symbole	Etat de base
F	Brut de fabrication
O	Recuit
H	Ecroui
T	Traité thermiquement
W	Trempé et non stabilisé

Tableau 2 : Normalisation des états métallurgiques

II.1.c. États métallurgiques :

On peut obtenir des alliages d'aluminium en divers états: recuits, écrouis ou trempés et vieillis. On désigne le plus souvent ces différents états par des symboles, Ces désignations s'appliquent aussi bien aux alliages corroyés qu'aux alliages de fonderie (tableau 2).

II.2. Influence des éléments alliés

II.2.a. Les additions principales :

Ces métaux d'addition sont peu nombreux ; d'une façon limitative, il s'agit du cuivre, du magnésium, du zinc, du silicium, et du lithium. Ces derniers ont plus ou moins une influence sur les caractéristiques du métal, mais ils ont en même temps une influence bénéfique ou maléfique sur les autres propriétés physiques, chimiques, et technologiques de l'aluminium pur.

Le tableau 3 [24] représente les aptitudes technologiques et d'usinage de l'aluminium et de certains de ses alliages ; chaque propriété est notée de 0 (mauvais, impropre) à 4 (excellent).

II.2.b. Les additions particulières :

Un certain nombre de matériaux d'addition est rajouté dans certains alliages pour leur donner une propriété particulière [25].

Le fer :

C'est une impureté que l'on évite au maximum si l'on recherche une meilleure résistance chimique, une meilleure aptitude à l'anodisation, ou une bonne conductibilité électrique.

Par contre, une certaine teneur en fer augmente les caractéristiques mécaniques, surtout à chaud, et la résistance au fluage.

Le chrome :

Il augmente la température de recristallisation et donc contrôle le grossissement du grain. Une teneur de 0,1 à 0,2% associé à la présence de manganèse dans les alliages Al-Mg, diminue la criquabilité à chaud et rend cette famille excellente pour tous les procédés de soudage. Toujours associé au manganèse, il diminue la fragilité des alliages Al-Mg-Si.

Comme la présence du chrome est toujours bénéfique, sauf pour la conductibilité électrique, il est ajouté volontairement dans un bon nombre d'alliages.

Le plomb :

Le plomb, jusqu'à une teneur de 2%, n'a aucune influence sensible sauf sur l'usinabilité. En effet, cet élément finement dispersé dans la matrice d'aluminium, favorise grandement la fragmentation des copeaux d'où son utilisation dans tous les alliages pour le décolletage.

Le bismuth :

Il a une influence sensiblement analogue à celle du plomb sur l'usinabilité ; certains alliages de décolletage contiennent moitié plomb moitié bismuth.

Le nickel :

Cet élément améliore beaucoup les caractéristiques mécaniques à chaud et en particulier le fluage. Il est systématiquement présent dans les alliages utilisés dans la fabrication des pistons et dans les pièces aéronautiques travaillant à chaud. Il a toutefois tendance à diminuer la résistance à la corrosion par piqûres des alliages Al-Cu.

L'étain :

L'étain n'est pas soluble dans l'aluminium et on peut l'obtenir à l'état finement divisé par une mise en œuvre spéciale.

Il augmente alors la résistance au grippage et donne à certains alliages d'aluminium les propriétés d'un véritable métal anti friction ; l'alliage Al-Cu-Ni avec 20% d'étain est employé comme coussinet de palier lisse dans les moteurs automobiles.

Le titane :

Le titane est un élément pour la solidification ; il affine donc le grain du métal de fonderie et de ce fait en améliore les caractéristiques mécaniques. Toutefois au dessus de 0,3% il risque d'abaisser la limite de fatigue et la résistance aux chocs. Comme il diminue fortement la conductibilité électrique, les alliages utilisés pour cet emploi ne seront pas au titane. Il est aussi bénéfique pour la soudabilité.

Le zirconium :

Il affine les structure de fonderie et de corroyage et élève le seuil de recristallisation d'où une diminution du risque de grossissement du grain.

Il a tendance à augmenter les caractéristiques mécaniques et à favoriser la soudabilité

Le béryllium :

C'est un inhibiteur vis à vis de l'oxydation à chaud. Il est utilisé à une très faible teneur dans les alliages chargés en magnésium.

Le cadmium :

Cet élément arrête la maturation des alliages Al-Zn-Mg et ralentit celles des alliages Al-Cu.

Le bore :

Le bore affine les structures de façon analogue au titane. Il est surtout utilisé pour l'affinage du métal utilisé pour les conducteurs électriques. Ayant une forte section d'absorption des neutrons, le bore sera dans certains applications nucléaires soit exclu comme dans les gaines, soit présent à relativement haute teneur comme dans les conteneurs de déchets radioactifs.

Le sodium :

Le sodium affine le grain des alliages de fonderie au silicium, ce qui améliore les caractéristiques mécaniques de ses alliages. Malheureusement, l'influence du sodium sur l'affinage n'est pas permanente et aujourd'hui on lui préfère l'affinage de l'antimoine (complètement permanent) ou au strontium (semi permanent).

II .3. Désignation des différents alliages d'aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence et les chiffres subséquents indiquent la composition (tableau 4) [26] .

Nous désignerons les alliages d'aluminium corroyés suivant les normes de l'Aluminium Association. Ces normes affectent à chaque type d'alliage un nombre de quatre chiffres qui permet de les classer en séries.

De tous les alliages d'aluminium, ceux de la série 7000 présentent, après traitements thermiques, les propriétés mécaniques les meilleures. Leur teneur en zinc varie de 4 à 8 % et celle en magnésium de 1 à 3 %. Leur durcissement structural est dû principalement à la précipitation de formes transitoires (zones GP) du composé $MgZn_2$.

L'addition de cuivre, jusqu'à des teneurs de 2 %, durcit ces alliages par solution solide et par précipitation. Par ailleurs, la présence de cuivre dans les zones GP augmente leur stabilité à chaud. Le cuivre diminue toutefois la trempabilité, la soudabilité et la ténacité des alliages Al-Zn-Mg. Le chrome (< 0,3 %) améliore leur résistance à la corrosion sous tension.

Outre leurs propriétés mécaniques remarquables, les alliages de la série 7000 se prêtent facilement aux traitements thermiques. Cette qualité est due à leur grand intervalle de température de mise en solution et leur bonne trempabilité.

Alliage	Résistance mécanique	usinabilité	soudabilité	malléabilité A chaud	Résistance Corrosion
Al	1	1	4	4	4
Al-Cu	4	4	0	3	1
Al-Si	2	1	3	2	4
Al-Mg	2	2	4	1	4
Al-Mn	2	2	4	3	4
Al-Mg-Si	3	3	3	4	4
Al-Zn-Mg	3	3	3	3	3
Al-Zn-Mg-Cu	4	4	0	2	1

Tableau 3 : Aptitude technologiques d'usinage des alliages d'aluminium

Aluminium et ses alliages	Numéro de série
Aluminium, 99,00% minimum	1xxx
Alliages Al-Cu	2xxx
Alliages Al-Mn	3xxx
Alliages Al-Si	4xxx
Alliages Al-Mg	5xxx
Alliages Al-Mg-Si	6xxx
Alliages Al-Zn-Mg (Cu)	7xxx
Alliages Al-Li, Al-Zr,	8xxx

Tableau 4 : Désignation de l'aluminium et ses alliages selon la norme ANSI H35.

Leurs températures de vieillissement sont relativement basses de la température ambiante à 160°C. Grâce à cet ensemble de propriétés, les caractéristiques des joints soudés peuvent rester voisines de celles du métal de base. La soudabilité de ces alliages, favorisée par la présence de zirconium, reste moyenne.

Le principal inconvénient des alliages de cette série est leur faible résistance à chaud, dès que la température de service dépasse 120°C.

II.4. Caractéristiques principales des alliages d'aluminium

L'aluminium commercial pur possède, à l'état recuit, des propriétés mécaniques faibles qui peuvent toutefois être améliorées considérablement par écrouissage, par addition d'élément d'alliage, ou par traitement thermique, selon le cas.

Dans les alliages corroyés, on distingue les alliages non trempant (ne pouvant subir le durcissement structural), et les alliages trempant (durcissement structural). On obtient principalement ce durcissement par traitement thermique ; mise en solution, trempe et revenu .Il donc possible d'obtenir des alliages d'aluminium dans de divers états ; trempé soit recuit, écroui ou trempé et vieilli [27 ,28] .

II.4.a. Traitement thermique :

Lorsque la température diminue, la limite de solubilité des éléments diminue ; cette diminution de concentration en solution solide en fonction de la température est une des caractéristiques fondamentales de la métallurgie des alliages d'aluminium. Une amélioration importante de la résistance de ces alliages peut être obtenue par des traitements thermiques comportant la mise en solution, une trempe pour figer la solution solide sursaturée, et par une maturation ou un revenu [29] .

Ces éléments d'adition peuvent également être sous forme de phases intermétalliques. La composition de ces phases, leur distribution, leur finesse, leur cohérence avec la matrice, et leur stabilité thermique sont également déterminantes pour les propriétés des alliages d'aluminium. D'une façon générale, les propriétés des alliages d'aluminium peuvent être considérés comme relativement isotropes [30] .

Les alliages de la série 7000, sont pratiquement insensibles à la vitesse de trempe ; ce qui suppose que les propriétés mécaniques au cœur de ces matériaux sont les mêmes qu'à la surface. Le maintien à une température supérieure à l'ambiante modifie essentiellement :

- la température et la durée du maintien à chaud
- la nature et l'état morphologique de l'alliage

- À l'état écroui, le chauffage peut entraîner des phénomènes de recristallisation se traduisant par une diminution de la résistance mécanique et une amélioration de la plasticité.
- À l'état trempé mûri, le maintien à chaud peut augmenter la résistance mécanique
- À l'état trempé revenu, les conditions de température et de maintien sont prépondérantes.

Comme la plupart des métaux, l'aluminium et ses alliages cristallisent avec le phénomène de ségrégation mineure. Il résulte de ce phénomène que le centre du grain est plus pur que sa périphérie, et que la teneur en élément d'addition augmente depuis le centre et devient maximale aux joints de grains. Une analyse chimique à la microsonde électronique révèle parfaitement ce phénomène. Celui-ci est gênant dans de nombreux cas, puisque c'est une source d'anisotropie de composition chimique dans le métal. Il faut noter qu'il est d'autant plus important que la solidification est plus lente [31]. On peut y remédier par un traitement d'homogénéisation.

En chauffant le métal à une certaine température, les atomes, par agitation thermique, prennent une certaine mobilité et de ce fait peuvent changer de site dans l'arrangement atomique, en profitant des lacunes du réseau.

En les laissant un certain temps à haute température, les atomes étrangers diffusent dans la matrice en se répartissant de façon aléatoire mais régulière, et à la limite rendant au métal une bonne isotropie de composition.

Après ce traitement, la teneur maximale d'addition aux joints de grains est réduite à un niveau égal à la teneur au centre du grain. L'homogénéisation améliore entre autres, les caractéristiques mécaniques, l'aptitude à la déformation, l'aptitude à l'anodisation. Elle est pratiquée industriellement à des températures de 500 °C et plus pendant des durées variant de 6 à 48 heures.

II.4.b. Durcissement par addition :

Les atomes étrangers, ou éléments d'addition peuvent être en solution solide de substitution et prennent la place d'un atome d'aluminium dans le réseau ; comme cet atome étrangers est plus petit (cas de l'atome du cuivre) ou plus gros (magnésium) que l'atome d'aluminium, il perturbe le réseau qui devient ainsi plus difficile à déformer.

Si l'élément étranger n'est pas en solution solide, il forme aussi des perturbations dans le réseau comme les précipités qui ont le même effet de difficulté de déformation ; cette dernière est plus importante en cas de précipités incohérents. La résistance mécanique du métal sera d'autant plus grande que le nombre et l'importance de ces perturbations seront plus grands. Cependant il faut noter que la teneur en élément d'addition est le plus souvent limitée par d'autres considérations que la résistance mécanique : difficultés de transformations (alliage à plus de 5% de magnésium), mauvaise résistance à la corrosion (alliage à haute teneur en zinc – cuivre).

II.4.c. Durcissement par écrouissage :

La résistance de l'aluminium et de ses alliages peut être améliorée par le travail à froid ou à chaud. Il s'agit d'un durcissement par déformation, le matériau ductile initialement devient plus dur quand il est déformé plastiquement.

L'écrouissage est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage. Il résulte d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée à température ordinaire, parfois tiède.

Les traitements à chaud engendrent une restauration voire une recristallisation qui adoucit la structure. Du côté de la structure atomique, l'écrouissage s'explique par le blocage des plans de glissement dû à la multiplication des dislocations engendrée par la déformation.

Au niveau macroscopique, les grains de fonderie sont relativement gros et presque non orientés. Par laminage ou tréfilage à froid, ces grains sont disloqués ou brisés en cristaux plus petits, avec une augmentation de la charge de rupture et surtout de la limite de proportionnalité, diminution de l'allongement, et un léger accroissement de la résistance électrique [32].

Les effets d'un durcissement par déformation peuvent être adoucis par un traitement thermique de recuit. Dans ce traitement, les propriétés et les structures peuvent revenir aux états précédant le travail à froid. Le matériau subit trois (03) processus distincts à ces températures élevées de recuit : restauration, recristallisation, et grossissement du grain.

Dans le processus de restauration, l'énergie de déformation stockée dans les grains, résultat de la déformation plastique, est évacuée. Les grains ne sont pas complètement libres de déformation tant que la recristallisation n'a pas eu lieu. La recristallisation est définie comme la formation d'un nouvel ensemble de grains équiaxes libres de toute déformation. Ces grains ont une faible densité de dislocations. La force motrice de recristallisation est la différence de l'énergie interne stockée entre les grains déformés et non déformés. Il s'agit d'un phénomène, qui est dépendant du temps, de la température, et de la quantité précédente de travail à froid. Si le matériau est maintenu à des températures élevées après la recristallisation, alors une croissance du grain aura lieu, Si la déformation a lieu à une température suffisamment élevée, les processus de restauration opèrent simultanément à la déformation. Ils sont appelés restauration dynamique et recristallisation dynamique. Dans le cas des alliages d'aluminium, la restauration dynamique peut commencer à la température ambiante. Cependant, la recristallisation dynamique est peu fréquente, même à des températures proches de la température de fusion.

L'écrouissage est donc une modification de l'état du matériau. Celui-ci est plus dur. Il est obtenu essentiellement par déformation à froid. Un durcissement par déformation à chaud est possible mais largement réduit par la restauration et la recristallisation.

II.4.d. Durcissement structural :

Le durcissement par précipitation ou durcissement structural a été découvert par Wilmen 1906 dans un alliage Al-Cu-Mg-Mn, qu'il appela « Duralumin ». La première caractérisation par diffraction RX des regroupements nanoscopiques d'atomes de soluté a été réalisée par Guinier en France et Preston aux Etats-Unis en 1937-39. Guinier a ensuite mis en évidence toute la séquence de précipitation au Conservatoire des Arts et Métiers durant et après la Guerre [33].

Un diagramme de phases peut avoir une solubilité des éléments d'addition qui décroît appréciablement quand la température chute. Il est susceptible alors de durcissement par précipitation en vieillissement.

L'exemple classique est la série 2000 (Al-Cu) des alliages d'aluminium ou duralumins qui contiennent environ 4% de cuivre [34].

Certains éléments d'addition donnent, dans certains cas, entre eux des composés bien définis ; ceux ci sont très nombreux et dépendent largement de la composition de l'alliage tel que Al_2Cu , Mg_2Si , et $MgZn_2$. Le durcissement structural est basé sur la différence de solubilité à l'état solide de l'élément d'addition dans l'aluminium entre la température ambiante et celle de la mise en solution. L'obtention d'une solution solide sursaturée est obtenue en refroidissant rapidement l'alliage depuis cette dernière température ; cet état anormal ne va guère se prolonger et l'on va revenir progressivement à l'état d'équilibre. Pendant cette évolution qui se produit à température ambiante dans le cas d'une maturation. Ou lors d'un léger chauffage (revenu) à une température ne dépassant pas les $200^{\circ}C$, les atomes de soluté sont peu mobiles. Ils vont sortir de la solution solide en donnant ces composés cités plus haut, mais en restant quasiment sur place ; on obtient ainsi une formation de très nombreux précipités soit cohérents ou cohérents partiellement, soit incohérents. Ces zones de décomposition sont très petites, mais vu leur grand nombre, elles forment un ensemble dense d'obstacles gênant le déplacement des dislocations, d'où une augmentation sensible de la limite de proportionnalité. Lorsque l'évolution ultérieure est obtenue par revenu, c'est à dire chauffage à une température pendant un certain temps, le phénomène aboutit également à des précipitations submicroscopiques mais qui peuvent se produire successivement pour aboutir à des phases plus complexes.

La première approche du mécanisme de vieillissement des alliages trempés a été proposée en 1919 par Merica [35] ; En 1938, Guiner [36] et Preston [37], sur la base de travaux menés indépendamment par diffraction des rayons X, ont présenté le premier modèle structural expliquant les premiers stades de la décomposition de la solution solide, dans des alliages Al-Cu et Al-Ag trempés, par la formation d'amas d'atomes de même nature, désormais appelés zones de Guiner-Preston, ou zones G.P.. Mott et Nabarro [38], en 1940, puis Orowan [39], en 1948, ont proposé

Les premières approches mécaniques du durcissement structural en tenant compte des dislocations dont le concept avait été proposé en 1934 [40-42]. En 1958, un progrès important dans la compréhension des aspects cinétiques de la précipitation et les effets des paramètres des traitements thermique a résulté de la prise en compte par Federighi [43] et De Sorbo et all. [44] de la sursaturation en lacunes obtenue par les opérations de mise en solution et trempe.

A partir de la fin des années 50, de très nombreux travaux ont alors porté sur la modélisation du durcissement par l'étude des interactions entre les dislocations et les précipités, ainsi que les mécanismes de précipitation par germination et croissance. Parmi les publications essentielles depuis cette période, on peut retenir les synthèses de Kelly et Nicholson [45] en 1963, de Brown et Ham [46] en 1971, et celles plus récentes de Mondolfo [47], Lorimer [48], et Ardell [49].

Enfin, les possibilités nouvelles apportées par le calcul scientifique sur ordinateur depuis 1970 ont ouvert la voie aux recherches axées sur la simulation des microstructures des phases présentes dans les alliages durcis par précipitation, sur la prévision quantitative de leurs propriétés mécanique et, plus récemment, sur le calcul des diagrammes de phases métastables dans certains systèmes binaires, voir ternaires.

En réalité, le phénomène de durcissement structural, simple dans principe élémentaire, se complique dans la réalité des choses par la superposition de plusieurs éléments d'addition, l'historique du métal avant traitement et surtout par les conditions pratique de traitement [50].

II.4.e. Traitements d'adoucissement :

Si l'on chauffe un métal écroui dont la structure macrographique est à grains fins et orientés, avec tensions internes dues à la déformation à froid, l'agitation atomique due à la température va permettre le réarrangement de ses grains. A une certaine température dite de recristallisation, on voit apparaître en certains endroits un nouvel arrangement cristallin ; les atomes se regroupent suivant de nouvelles directions pour former un petit cristal d'orientation quelconque. Avec le temps de nouveaux atomes viennent s'agglutiner autour du petit cristal et ceci jusqu'à ce que les nouveaux grains se rejoignent pour donner la structure macrographique de recristallisation primaire. Si l'on augmente la température ou la durée de maintien, on obtient des structures de recristallisation secondaire à très gros grains. Au contraire, si l'on stoppe ce traitement de recuit par un temps trop court, on obtient des états partiellement recristallisés.

Dans le cas où le chauffage n'atteint pas la température de recristallisation, la structure ne se modifie pas, il n'y a pas de nouveaux cristaux et pourtant les caractéristiques mécaniques évoluent d'autant plus que la température est plus élevée et le temps de maintien est plus long : c'est le traitement de restauration. Au niveau atomique il n'y a qu'une réorganisation des dislocations

engendrées par l'écrouissage : certains s'annihilent, d'autres se réarrangent aux joints et sous joints de grains d'où la malléabilité de l'alliage.

II.5. Domaines d'application des alliages d'aluminium

Métal essentiellement stratégique par ses emplois qui conditionnent l'existence même de l'industrie aéronautique, de l'industrie automobile et de l'industrie d'armement, l'aluminium et ses alliages légers ont pesé d'une façon particulière sur le développement des pays industrialisés. Il est certain que la construction aéronautique a été le moteur du progrès de l'industrie de l'aluminium, mais inversement, les avions d'aujourd'hui ne peuvent être construits que grâce aux performances métallurgiques des alliages modernes et aux possibilités dimensionnelles de l'industrie de l'aluminium. Les premiers emplois du duralumin, en 1914, ont été les gigantesques carcasses en profilé des dirigeables rigides du type zeppelin. De nos jours, ce sont surtout les alliages de la série 7000 qui sont utilisés par Boeing et Airbus.

Dans l'industrie automobile, les alliages d'aluminium sont présents partout : de la tôle jusqu'aux différentes pièces du moteur ; on les retrouve dans les pistons, les carters, les boîtes de vitesse, les culasses [50].

L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines de l'industrie et de la vie quotidienne : constructions, aéronautique, automobile, ferroviaire et navale ; dans le bâtiment (toitures, baies, façades, aménagement intérieur) ; dans l'industrie électriques (câbles et appareillages) ; pour la fabrication d'ustensiles ménagers, l'emballage et décoration.

II.6. Les alliages étudiés Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu

Les alliages de la famille Al-Zn-Mg-(Cu) sont d'un développement industriel plus récent que celui des alliages binaires Al-Cu ou Al-Mg. Leurs applications sont toutefois déjà relativement nombreuses et importantes et iront, sans cesse en croissant du fait, d'une part, des grandes possibilités métallurgiques de cette classe d'alliage, et d'autre part, de nombreux travaux de recherche les concernant effectués dans différents laboratoires à travers le monde. Le durcissement de ces alliages est obtenu grâce à la précipitation des formes transitoires de la phase $MgZn_2$.

II.5.a. Caractéristiques de la microstructure des alliages Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu :

La grande diversité des phases présentes dans les alliages Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu (figure II.1) rend ce système très complexe ; elles peuvent être stables ou métastable. Elles sont susceptibles d'améliorer les propriétés mécaniques et thermodynamiques par durcissement structural ou au contraire les altérer considérablement.

On peut classer les phases présentes dans les alliages Al-Zn-Mg-(Cu) en quatre catégories [51] :

- Les précipités durcissants : ce sont les précipités qui confèrent les propriétés mécaniques à l'alliage, ils sont formés avec les éléments d'alliage principaux. Ces propriétés se forment à assez basse température et peuvent être totalement dissous par un traitement de mise en solution.
- Les dispersoïdes : stable à haute température, ils sont formés lors de la coulée et suivent tels quels l'ensemble de l'histoire du matériau. Les éléments d'alliage permettant leur formation (Zr, Cr ou Mn) sont introduits intentionnellement du fait que ces précipités jouent un rôle antirecristallisant.
- Les phases constituants : elles ont les mêmes caractéristiques que les dispersoïdes, i.e. elles sont stables à assez haute voire très haute température, et ne se modifient pas lors des traitements thermomécaniques. Elles sont formées d'une part des impuretés présentes dans l'alliage (Fe, Si), et d'autre part de certains éléments d'addition principaux (Mg, Cu). Elles sont généralement indésirables car elles diminuent fortement la tenue en fatigue et la ténacité de ces alliages.
- Les particules d'oxydes : ces particules se forment dans le bain de métal liquide et sont également très néfastes pour les propriétés de l'alliage. Elles sont néanmoins en grande majorité filtrées lors de coulée.

Mais Les différentes phases susceptibles d'apparaître dans les alliages de la série 7000 peuvent être réparties en deux catégories :

- Les précipités durcissants qui contrôlent les propriétés mécaniques et plastiques du matériau
- Les dispersoïdes qui permettent de maîtriser les phénomènes de recristallisation

Les précipités durcissants :

La séquence de précipitation dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu dépend de la composition de l'alliage et dans les alliages Al-Zn-Mg dépend fortement de l'historique du matériau, des conditions de trempe, des conditions de maturation à la température ambiante, et des différents traitements thermomécaniques les travaux de Löffler[52], et Lendvai[53] constituent un très bon récapitulatif des processus de décomposition dans les alliages Al-Zn-Mg.

Deux séquences sont généralement proposées :

1. Solution solide sursaturée \rightarrow zone de Guiner-preston (GP) $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$
2. solution solide sursaturée $\rightarrow T' \rightarrow T$

La séquence 2 est favorisée à l'équilibre thermodynamique dans les alliages riches en Mg [51] Cependant, lors de traitements à basse température, on observe souvent la première séquence même dans des alliages du domaine [solution solide+T] car la germination des phases de type T fait appel à une énergie d'activation plus importante.

Mais ils est généralement admis [52, 53 ,54 , 55].

Solution solide sursaturée \rightarrow zone de Guiner-Preston (GP) $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$ (MgZn₂)

- Les zones G.P.(Guinier et Preston) :

A basses températures, après trempe et pendant la maturation à la température ambiante, la solution solide sursaturée se décompose pour former des zones G.P. Leur solvus est estimé aux environs de 120°C [56]. Cette précipitation est favorisée par les lacunes, issues de la trempe rapide, qui accélèrent les phénomènes de diffusion et servent de sites préférentiels de germination.

Les zones G.P., formées à la température ambiante, peuvent agir comme des sites de germination pour d'autres précipités plus stables [57].

Les zones G.P. des alliages Al-Zn-Mg se présentent sous la forme de petits amas sphériques de soluté.

Elles s'ordonnent très rapidement pour constituer des plans alternativement riches en zinc et en magnésium, parallèles aux plans (100) de la matrice d'aluminium [58-61].

Le tableau 5 reporte les différentes compositions des zones G.P. des alliages Al-Zn-Mg proposées dans la littérature.

- La phase métastable η' :

La précipitation de la phase métastable η' constitue l'étape essentielle dans le mécanisme du durcissement structural car sa finesse contrôle les caractéristiques mécaniques maximales que le matériau pourra acquérir [53].

La germination de cette phase peut avoir lieu dans différents endroits :

- dans le volume, pour des matériaux avec une faible sursaturation en lacunes (trempe lente) et sans zones G.P. (pas de maturation à la température ambiante).La précipitation est très difficile et le durcissement qui en découle est très bas [62].
- sur les lacunes, en l'absence de zones, entre 120 et 150°C [55].
- sur les zones G.P. des 60°C [56].

D'innombrables travaux ont été fait sur l'étude de cette phase métastable, mais avec beaucoup de résultats contradictoires sur sa structure cristallographique, son orientation et sa composition.

Suivant les auteurs [63, 64, 65, 66, 67], les résultats divergent énormément, et en particulier sur sa teneur en aluminium (tableau 6).

Les précipités de la phase η' se présentent sous la forme de fines plaquettes de 2 nm parallèles aux plans (111) de la matrice d'aluminium [68]. Généralement on admet malgré tout, que cette phase a une structure hexagonale suivant la relation d'orientation $(0001)_{\eta'} // (111)_{al}$ et $(1010)_{\eta'} // (110)_{al}$. La valeur du paramètre de maille a , avec l'hypothèse précédente, est souvent prise égale à 0,496 nm [69]. Les résultats sur le paramètre $C_{\eta'}$, par contre, ont été longtemps l'objet d'une controverse avec une différence d'un facteur de trois, suivant les différentes publications. Les derniers travaux de Li et al [70] tendent toutefois à confirmer la valeur de 1,402 nm, déjà avancée par Graf [71], Auger et al [72], et Ryum [73].

- La phase stable η ($MgZn_2$) :

La phase thermodynamiquement stable η est semi cohérente lorsqu'elle est de petite taille, et incohérente sinon ; elle a la composition théorique $MgZn_2$.

Il est bien admis qu'elle présente une structure hexagonale avec pour paramètre de maille a compris entre 0,515 nm et 0,526 nm, et c entre 0,848 nm et 0,862 nm. Un bon nombre de relations d'orientation entre cette phase et la matrice d'aluminium ont été observés expérimentalement ; l'article de Deghiser et al. [67] en propose un excellent récapitulatif avec un large éventail de onze variantes (tableau 7).

Les dispersoïdes :

Certains éléments sont ajoutés afin de contrôler la taille des grains et la fraction recristallisée, par des phénomènes d'ancrage aux joints de grains. Le chrome et le manganèse ont longtemps été utilisés dans ce but. Depuis quelques années, les industriels se sont tournés vers le zirconium ; ce dernier précipite avec l'aluminium à haute température pour former des précipités du type $AlZr_3$.

Par ailleurs, la diffusion du zirconium dans la matrice d'aluminium étant faible, on considère alors généralement que cette précipitation évolue peu pendant les traitements thermiques ultérieurs [74].

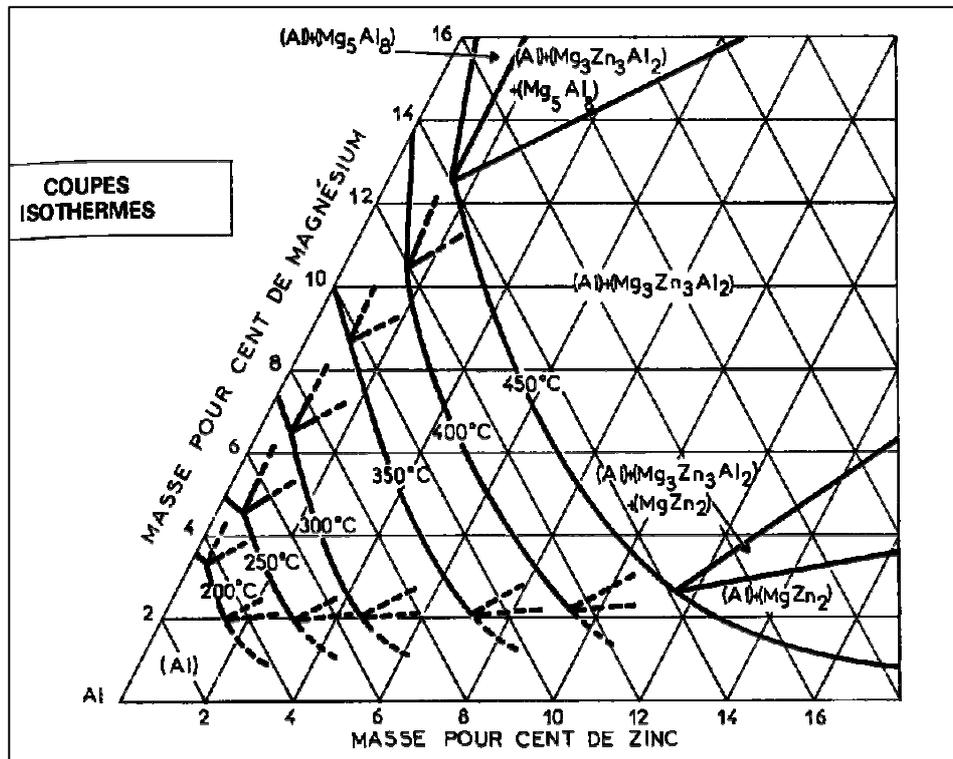


Figure II.1 : Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Zn-Mg

Auteurs	Alliages étudiés	Composition des Zones G.P.
Bigot [54]	Al -7.3%Zn -2.6%Mg	Al ₆ ZnMg
Hono [58]	Al -2%Zn -2%Mg- 0.5%Cu	20-25%Zn,15-20%Mg,1-3%Cu,52-64%Mg
Stiller [66]	Al -2.3%Zn -1.4%Mg	Al -9%Zn -7.5%Mg

Tableau 5 : Composition des zones G.P dans les alliages Al-Zn-Mg

Auteurs	Alliages étudiés	Composition de la phase η
Brenner [63]	Al- 6.4%Zn- 2.4%Mg- 2.2%Cu	Mg (Zn,Cu,Al) ₂
Warren [64]	Alliage 7150	68%Al- 13%Zn-19%Mg
Li [70]	Al- 5.4%Zn- 1.2%Mg	Mg ₂ Zn ₅ Al ₂
Deschamps [65]	Al- 6%Zn- 2.3%Mg	Al-28%Zn-19%Mg
Stiller [66]	Al- 2.3%Zn- 1.4%Mg	55-65%Al

Tableau 6 : Composition de la phase métastable η '

Types de phase	Relations d'orientation
η_1	(0001) _{η} // (110) _{al} et (1010) _{η} // (001) _{al}
η_2	(0001) _{η} // (111) _{al} et (1010) _{η} // (110) _{al}
η_3	(0001) _{η} // (111) _{al} et (1120) _{η} // (110) _{al}
η_4	(0001) _{η} // (110) _{al} et (1210) _{η} // (111) _{al}
η_5	(3032) _{η} // (110) _{al} et (1210) _{η} // (111) _{al}
η_6	(2021) _{η} // (112) _{al} et (1210) _{η} // (111) _{al}
η_7	(1014) _{η} // (110) _{al} et (1210) _{η} // (111) _{al}
η_8	(0001) _{η} // (311) _{al} et (1210) _{η} // (112) _{al}
η_9	(0001) _{η} // (110) _{al} et (1210) _{η} // (001) _{al}
η_{10}	(0001) _{η} // (111) _{al} et (1120) _{η} // (134) _{al}
η_{11}	(0001) _{η} // (110) _{al} et (1010) _{η} // (111) _{al}

Tableau 7 : Relations d'orientation de la phase η reportées par Deghiser [67]

II.5.b. Propriétés des alliages Al-Zn-Mg :

Ces alliages se subdivisent en deux sous familles importantes qui présentent des propriétés très différentes et se différencient sur le plan de la composition par la présence ou non du cuivre.

La composition générale des alliages ternaires Al-Zn-Mg est la suivante :

- Zn : 2,75 à 6,5% poids
- Mg : 0,3 à 3,5% poids

D'autres éléments tels que le chrome, le manganèse, le zirconium, et le titane peuvent être présents pour différentes raisons, en plus des impuretés habituelles comme le fer et le silicium.

Ces alliages présentent actuellement un intérêt grandissant du fait de certaines de leurs propriétés qui restent inégalées par les autres alliages d'aluminium.

Ces propriétés, propres aux alliages Al-Zn-Mg, sont les suivantes :

- Ils ont une faible sensibilité à la vitesse de trempe ; dans bon nombre de cas, cette trempe peut être effectuée à l'air.
- Ils ont un durcissement important qui peut être obtenu par une simple maturation à la température ambiante et qui peut être complété par un revenu à basse température (100 à 160°C).
- Ils ont une soudabilité opératoire satisfaisante (favorisée par la présence du zirconium et l'absence du cuivre).

En contrepartie, les alliages Al-Zn-Mg présentent les deux inconvénients suivants :

- Dans le cas des assemblages soudés et non traités thermiquement après soudage, il y a la présence, de part et d'autre du cordon de la soudure, d'une zone très sensible à la corrosion.
 - La résistance à chaud est relativement faible dès que la température dépasse 120- 130°C, et ceci d'autant plus que la température est plus élevée et que la durée de maintien à chaud est plus longue.
- Ce type d'alliage est surtout utilisé dans l'industrie automobile comme profilés de renforcement, dans le transport, et en aéronautique. Il est aussi utilisé comme alliage pour bouteilles de gaz sous pression, et pour le blindage des chars.

chapitre III

Techniques expérimentales

III. TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1. Alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg et Alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu

L'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg a été élaboré par la méthode conventionnelle de coulée en lingots par fusion dans un four à induction du type Leybold d'une capacité de fusion et coulé en lingotière refroidie de 0,5kg. La fusion est réalisée dans des creusets réfractaires (Al_2O_3). Sa composition chimique est la suivante :

Eléments	Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Fe	Si
% en poids	91.45	5.8	2.7	0.01	0.01	0.01	0.01

Il nous a été fourni par le département de métallurgie de l'université de Manchester (Angleterre).

La micrographie de la figure III. 1 nous illustre cet état structural.

L'addition du cuivre au système Al-Zn-Mg permet d'augmenter considérablement les caractéristiques mécaniques, mais cette amélioration est obtenue au détriment de :

- la trempabilité
- la soudabilité opératoire et métallurgique
- la ténacité
- Cette famille d'alliage Al-Zn-Mg-Cu peut sans doute être considéré comme celle présentant le plus de possibilité du point de vue résistance mécanique. C'est pour cette raison majeur que L'Al-Zn-Mg-Cu est utilisé surtout en aéronautique et dans l'armement.

L'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu nous a été fourni lui aussi par le département de métallurgie de l'université de Manchester. Sa composition chimique est donnée dans le tableau suivant :

Eléments	Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Fe	Si
% en poids	89.28	6.2	2.5	1.7	0.14	0.11	0.07

La micrographie de la figure III .2 nous illustre cet état structural.

III.2. Traitements thermiques et thermomécaniques

Avant d'entamer les traitements thermiques, la première opération fut le découpage de ces matériaux en échantillons plus petits d'environ 13mm de longueur. Ce si a été fait à l'aide d'une tronçonneuse à fil. Ensuite, on a procédé à un polissage mécanique ; les échantillons sont passés successivement sur différents papiers abrasifs dont les grains ont une finesse décroissante. La dernière étape du polissage s'est faite sur des disques à feutre avec de la pâte diamantée. Il est indispensable de bien les nettoyer soit avec de l'eau courante, soit par ultrasons de façons à éliminer toutes les particules solides retenues par le métal, surtout lorsqu'il présente des propriétés des porosités ou des fissures.

III.2.a. Traitements thermiques :

L'aluminium est capable de former des solides avec la plupart des métaux qui lui sont associés comme constituants d'alliages. La possibilité de traiter thermiquement un alliage est du à l'augmentation, avec la température, de la solubilité à l'état solide des éléments d'adition. Autrement dit, pour qu'un alliage soit traité thermiquement, il y a lieu que l'un au moins de ces constituants donne avec l'aluminium un diagramme binaire. Dans notre travail, nous avons procédé, pour les deux alliages Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu à un traitement thermique menant à la décomposition de la solution solide sursaturée.

Ce type de traitement comporte

- un traitement d'homogénéisation à des températures élevées [450-480⁰C]. Les effets de ce recuit peuvent êtres plus ou moins complexes suivant l'alliage auquel ils s'appliquent et également suivant les conditions de coulée du matériau. D'une façon générale, plusieurs genres d'évolution aisément observables dans les alliages d'aluminium peuvent être retenues, en particulier soit une dissolution des phases intermétalliques en excès, soit un nivellement des concentrations dans les solutions solides.

- une trempe rapide à la température ambiante permet d'obtenir une solution solide sursaturée un revenu pendant lequel se produit la décomposition de la solution solide sursaturée qui se produit en deux étapes : une pré-précipitation caractérisée par la formation des zones G.P. et une

précipitation des phases intermétalliques. Les températures et les durées de ces traitements thermiques sont rassemblées dans le tableau ci-dessous.

Alliage	Type de traitement	Température (°C)	Temps de maintien (h)
Al-5.8%Zn- 2.7%Mg	Homogénéisation	465	20
	Trempe	20	
	Revenu	[25-425 ⁰ C]	Variable
Al-6.2%Zn- 2.5%Mg- 1.7%Cu	Homogénéisation	465	20
	Trempe	20	
	Revenu	[25-425 ⁰ C]	Variable

Il y a lieu de remarquer que tous les traitements thermiques ont été effectués dans un four du type Adamel ou le gradient de température entre les deux extrémités ne dépasse pas $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

III.2.b. Traitement thermomécaniques :

Dans ce travail, nous nous proposons aussi d'étudier l'influence de la déformation plastique sur le comportement dilatométriques de ces deux différents alliages ; celle-ci a été introduite par laminage. Ces déformations à froid ont été effectuées à l'aide d'un laminoir. Cette opération de laminage consiste à déformer le métal en le faisant passer entre deux cylindres dont l'écartement est inférieur à l'épaisseur initiale de l'échantillon. La réduction d'épaisseur s'obtient de façon discontinue par des passes successives dans le laminoir dont l'écartement entre les cylindres diminue progressivement.

Ceci nous a amené à préparer et à découper trois (03) échantillons de mêmes dimensions et de procéder pour chaque échantillon.

- le premier échantillon est resté à l'état brut de coulé [**B**]
- le deuxième a subi un traitement thermique d'homogénéisation [**H**] consistant en un maintien pendant 20 heures à une température de 465⁰C, puis trempe dans l'eau (20⁰C).
- le troisième échantillon, en plus du traitement d'homogénéisation, l'alliage a été laminé à froid ($\epsilon=20\%$) [**H +D**].

Il est, par ailleurs, important de noter que l'opération de laminage a été effectuée avant le découpage des échantillons. Ainsi, on a pu à suivre à étudier le comportement du coefficient de dilatation α de ces trois (03) variantes en fonction de la température.

III.3. Méthodes d'étude

III.3.a. La microscopie optique :

Nous avons utilisé un microscope métallographique à grand champ LEITZ du type MM6 afin de caractériser la structure granulaire des alliages étudiés : taille et forme des grains, fraction recristallisée. Le réactif de Keller (réactif au trois acides) a été utilisé pour la révélation des joints et des sous joints de l'alliage Al-Zn-Mg.

Sa composition chimique est la suivante :

Acide fluorhydrique (HF).....5 ml

Acide chlorhydrique (HCL).....9 ml

Acide nitrique (HNO₃).....25 ml

Eau distillée (H₂O).....87 ml

Concernant l'alliage Al-Zn-Mg-Cu, nous avons utilisé le même bain mais avec des concentrations différentes ;

Acide fluorhydrique (HF).....2 ml

Acide chlorhydrique (HCL).....3 ml

Acide nitrique (HNO₃).....5 ml

Eau distillée (H₂O).....190 ml

L attaque se fait à température ambiante pendant une durée variant de quelques secondes à quelques minutes.

III.3.b. La dilatométrie :

Cette méthode physique est largement utilisée pour caractériser le comportement thermique des matériaux, non seulement sur le plan de leur dilatabilité, mais aussi en ce qui concerne les diverses évolutions structurales dont ils peuvent être le siège. Le dilatomètre du type DL124 est commandé à partir d'un logiciel appelé LOGIDIL.

A l'exception du réglage de la précharge et du zéro mécanique, ce logiciel sert à la programmation et au contrôle du dilatomètre. Il permet, entre autres, aussi de stocker les mesures faites, de tracer les différentes courbes, et de calculer automatiquement les coefficients de dilatation thermique. La vitesse de chauffage a été choisie égale à 5⁰C/min.

III.3.c. La calorimétrie :

La DSC peut être utilisée très efficacement pour étudier le stade de précipitation et pour indiquer sa réponse subséquente aux différents traitements thermomécaniques subis préalablement

par le matériau. Cette technique permet de mesurer la quantité de la chaleur mise en jeu pendant les évolutions du matériau. Toutes les réactions exothermiques (formation de phases) et endothermiques (dissolution de phases) sont enregistrées.

Cette méthode nous permet également de complémentarité dans notre étude sur le coefficient de dilatation thermique. Nous avons utilisé un analyseur du type SETARAM 111 avec une vitesse de chauffage égale à 5⁰C/min.

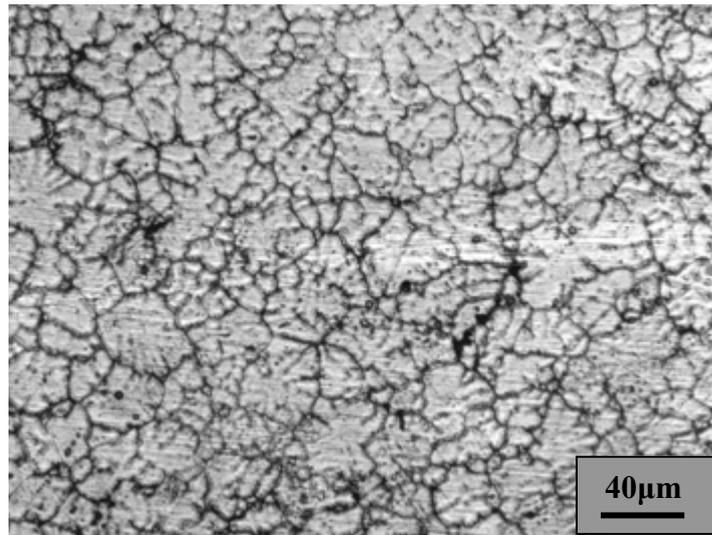
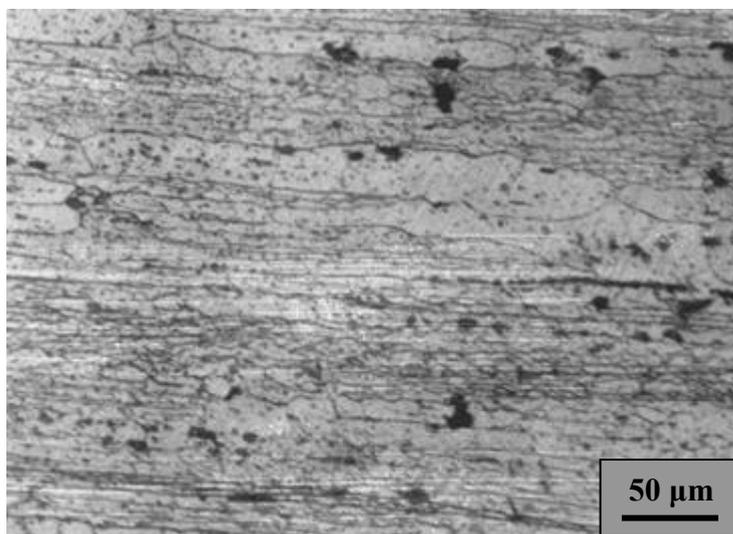


Figure III.1 : Microstructure de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg
Etat Brut (B)



FigureIII.2 : Microstructure de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7 % Cu
Etat Brut (B)

chapitre IV

Résultats et Discussion

IV. RESULTATS ET DISCUSSION

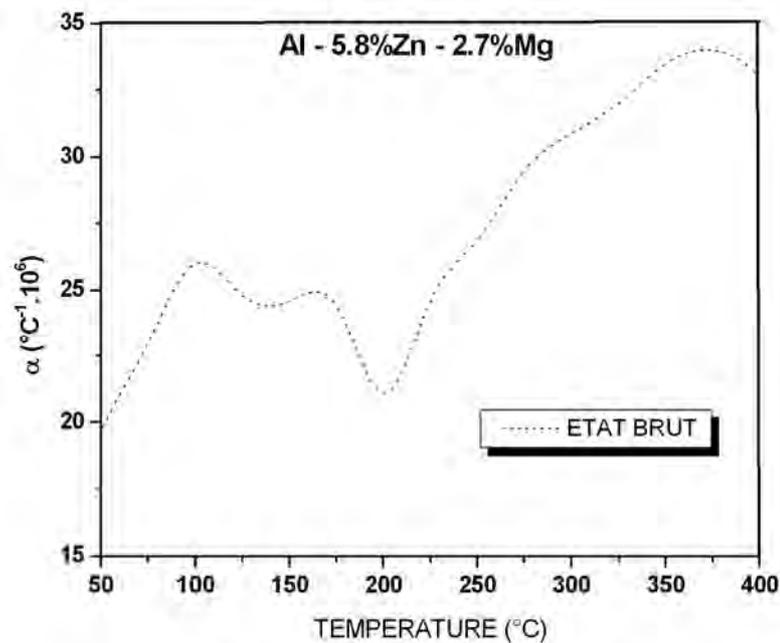
IV.1. Alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg

IV.1.a. Etude dilatométrique de l'échantillon à l'état brut :

La figure IV.1 montre la variation du coefficient linéaire de dilatation thermique α de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg à l'état brut en fonction de la température dans l'intervalle [50°C – 400°C].

On constate qu'il se produit quatre (04) transformations correspondantes à une:

Transformation	Domaine de température °C
Expansion	90 - 125
Contraction	175 - 225
Expansion	270 - 300
Expansion	350 - 400



FigureIV.1 : Variation du coefficient linéaire de dilatation thermique α en fonction de la température pour l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg ETAT BRUT (B)

IV.1.b. Etude calorimétrique de l'échantillon à l'état brut :

La figure IV.2 montre la variation de la courbe de la DSC de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg à l'état brut en fonction de la température dans l'intervalle [50°C – 400°C].

On constate qu'il se produit trois (03) transformations correspondantes à des pics:

Pics	Domaine de température °C
Endothermique	100 - 140
Exothermique	200 - 240
Exothermique	260 - 280

On peut penser en première approche que pour les trois premières transformations, il existe une similitude des résultats trouvés par les deux techniques expérimentales. Il existe un décalage d'une vingtaine de degrés °C pour qu'il y ait un chevauchement parfait des résultats trouvés par les techniques de dilatométrie et de calorimétrie. Les travaux de Deschamps et al [74] et de Benabdoun [75] nous font penser que ce décalage est certainement dû au mauvais calibrage de la DSC .

Par contre pour la quatrième transformation correspondant à la troisième expansion , observée dans le domaine de température 350 – 400 °C , on ne trouve pas de confirmation par un pic endothermique dans cet intervalle de température.

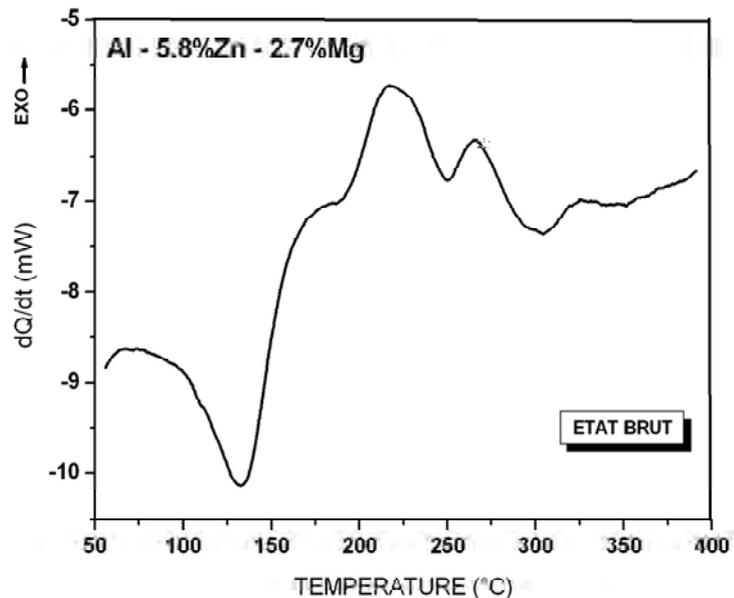


Figure IV.2 : Variation de la quantité de chaleur dégagée en fonction de la température pour l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg ETAT BRUT (B)

IV.1.c. Influence des traitements thermomécaniques sur le coefficient de dilatation thermique :

Les figures IV.3 à IV.7 montrent la variation du coefficient linéaire de dilatation thermique α de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg en fonction de la température dans l'intervalle [50°C – 400°C] pour les trois états structuraux étudiés (Brut, Homogénéisé et Homogénéisé + Déformé) .

On constate qu'il se produit des changements notables dans l'allure de ces courbes et ce quelque soit le traitement thermomécanique subi par l'échantillon avant le revenu.

Les différents états structuraux de cet alliage sont représentés sur la figure IV.8.

Même si l'allure des courbes reste semblable, on remarque cependant que ces variations dépendent de l'état du matériau avant le revenu. Ces pics, observés dans les trois courbes, sont probablement dûs aux transformations de phase (précipitation ou dissolution) et/ou aux phénomènes de recristallisation qui se sont produits pendant le chauffage des échantillons déformés et homogénéisés.

La figure IV.9 montre effectivement le processus de recristallisation qui se produit pour l'échantillon (H+D) à une température avoisinante les 200°C.

On constate également qu'il existe un léger décalage dans les domaines de température correspondant à ces transformations de phase. Ces dernières dépendent de l'historique du matériau avant revenu et ceci confirme les travaux de Deschamps [76] et de Benabdoun [77].

L'analyse de ces courbes nous permet de penser qu'il s'agit de quatre (04) transformations de phase correspondantes à une :

-Une expansion

Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	90 - 125
Homogénéisé (H)	90 - 125
Homogénéisé + Déformé (H + D)	90 - 125

-Une contraction

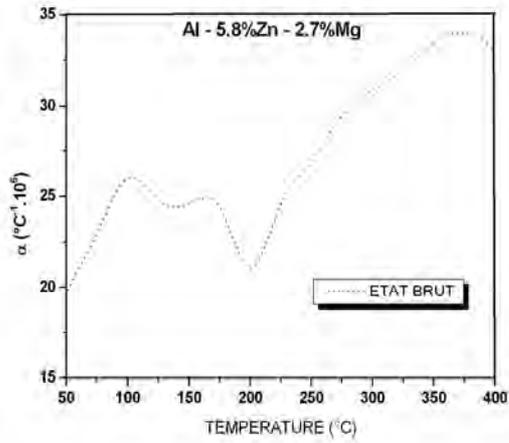
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	175 - 225
Homogénéisé (H)	160 - 225
Homogénéisé + Déformé (H + D)	160 - 200

-Une expansion

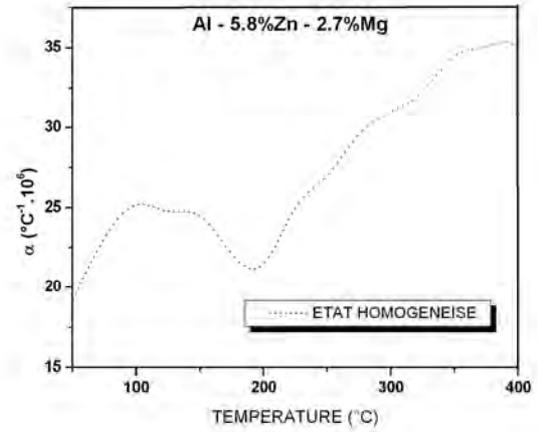
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	270 - 300
Homogénéisé (H)	270 - 300
Homogénéisé + Déformé (H + D)	270 - 300

-Une expansion

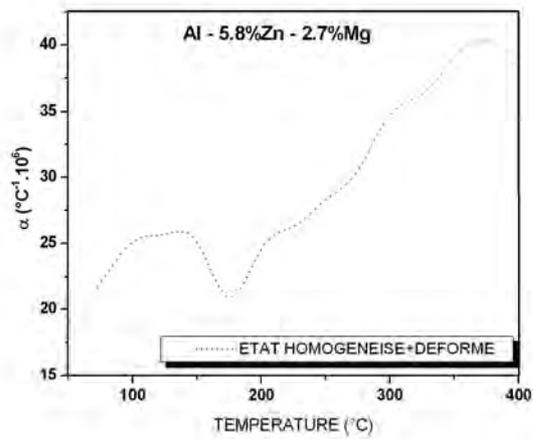
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	350 - 400
Homogénéisé (H)	350 - 400
Homogénéisé + Déformé (H + D)	350 - 400



(a)



(b)



(c)

Figure V. 3 : Courbes de variation du coefficient α en fonction de la température

- a- Etat Brut (B)
- b- Etat Homogénéisé (H)
- c- Etat Homogénéisé+Déformé (H+D)

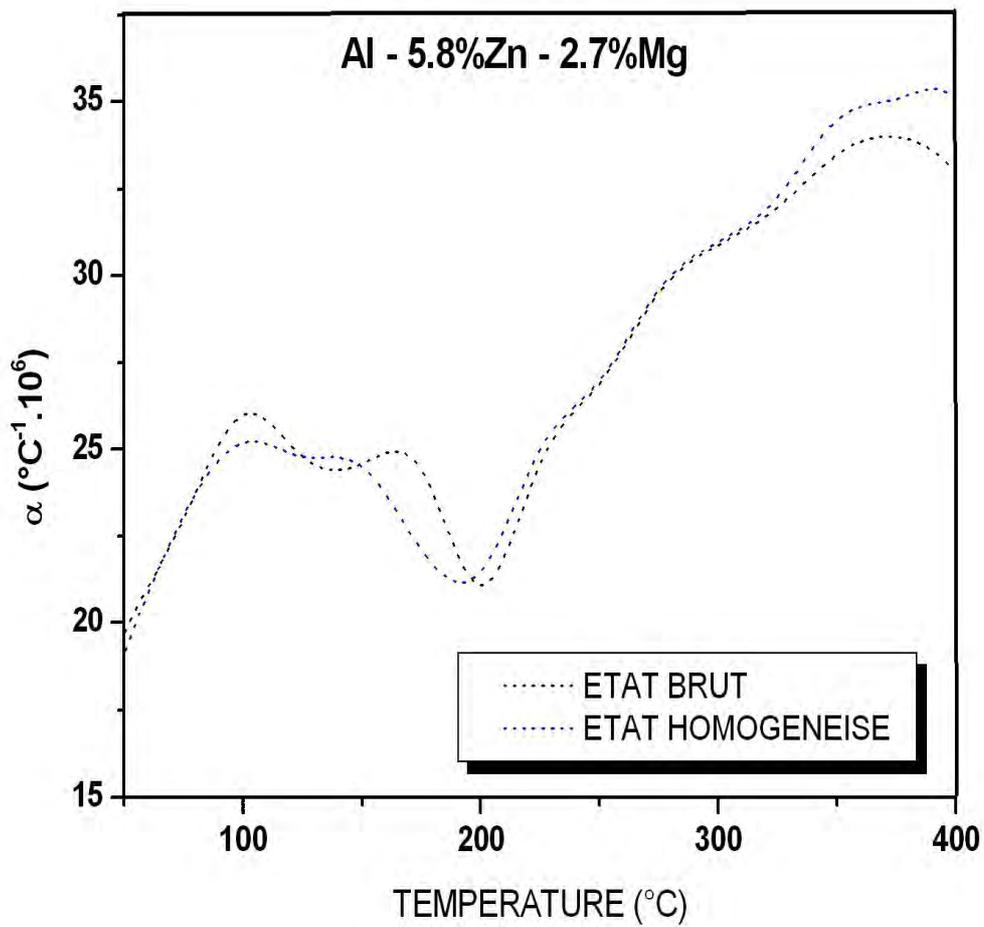


Figure IV.4 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg (échantillon brut , échantillon homogénéisé)

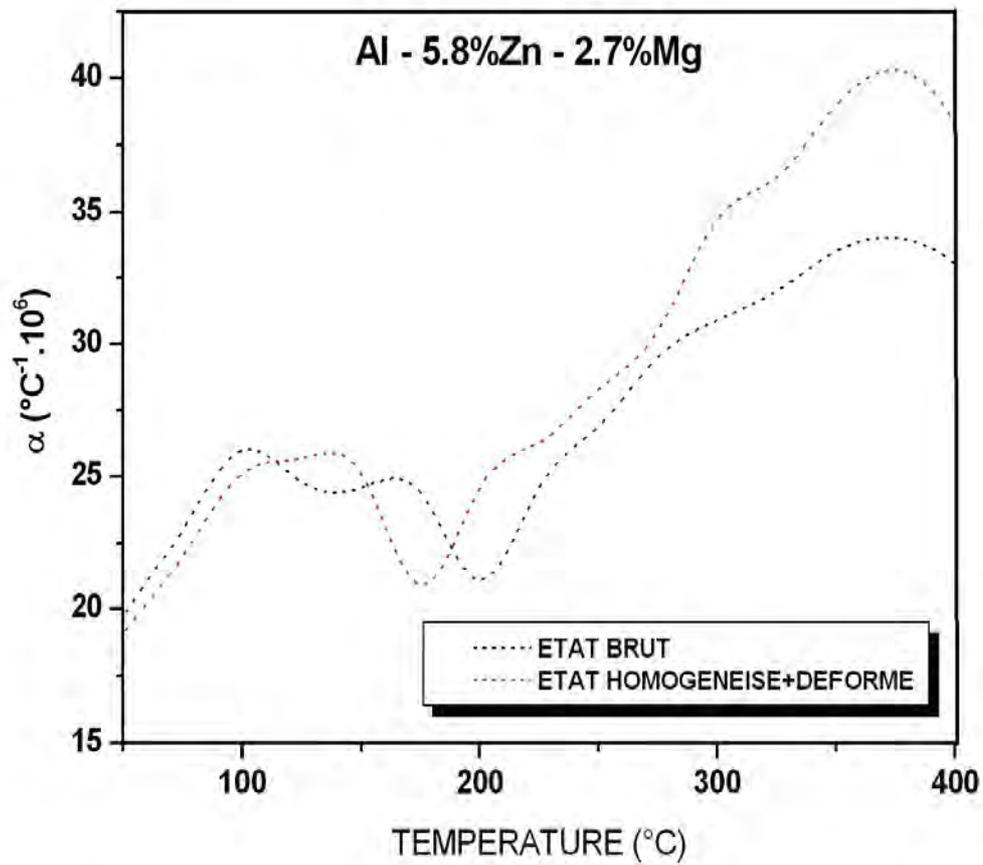


Figure IV.5 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg (échantillon brut , échantillon homogénéisé + Déformé)

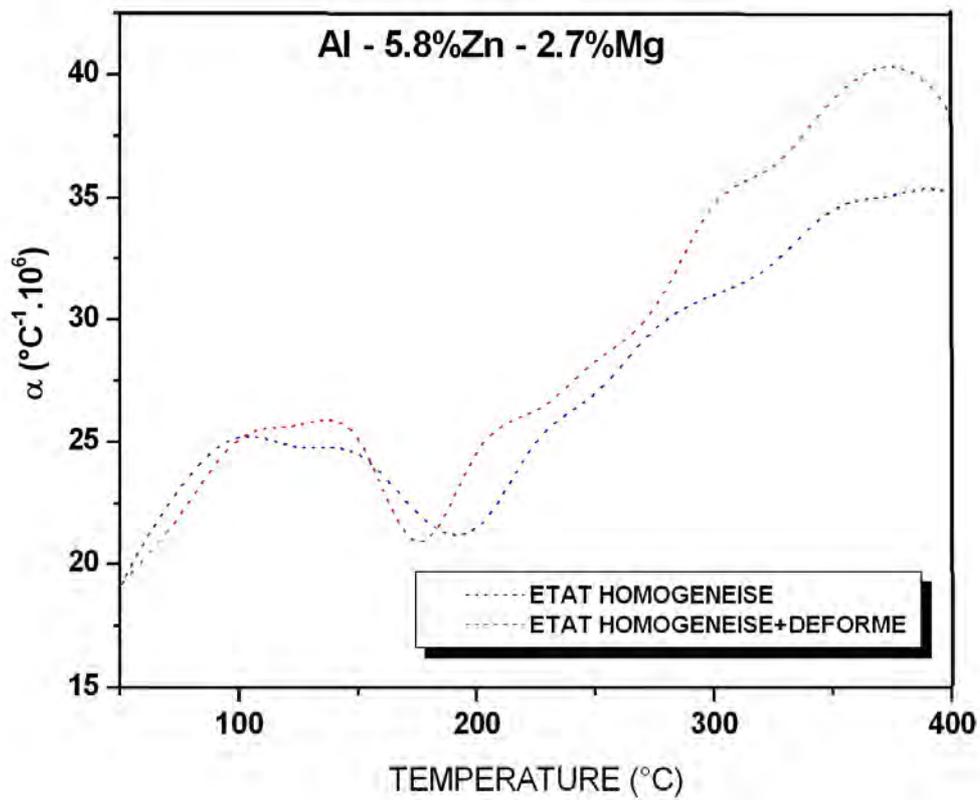


Figure IV.6 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg (échantillon homogénéisé , échantillon homogénéisé + Déformé)

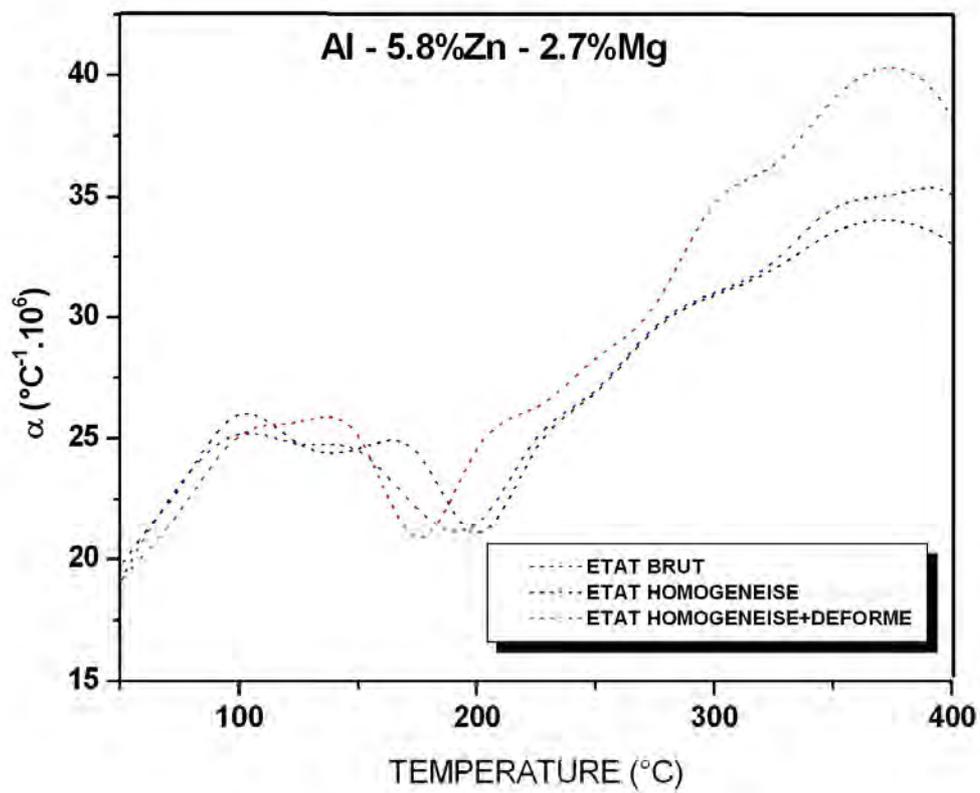
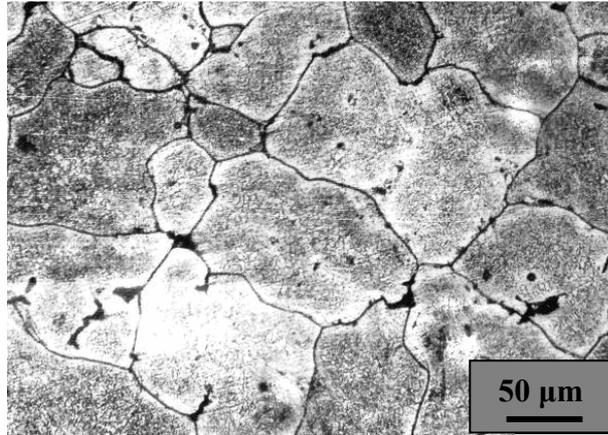
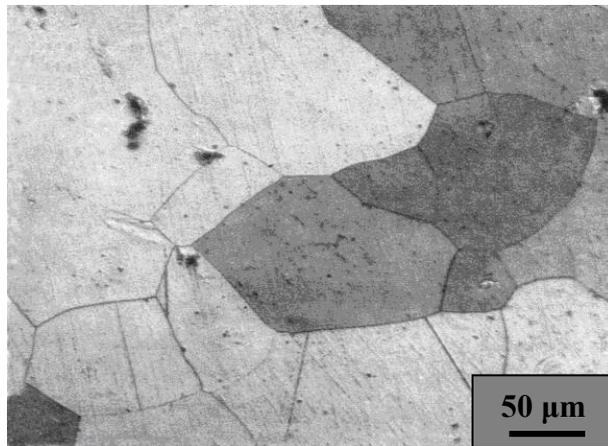


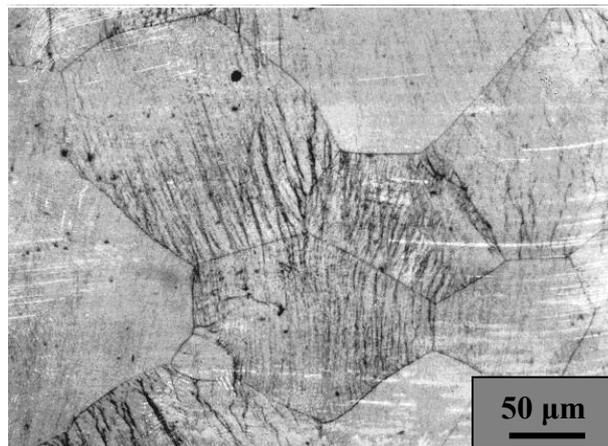
Figure IV.7 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg



(a)



(b)



(c)

Figure IV.8 : Microstructure de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg à 300°C

a - Etat brut (B)

b- Etat Homogénéisé (H)

c- Etat Homogénéisé+Déformé (H+D)

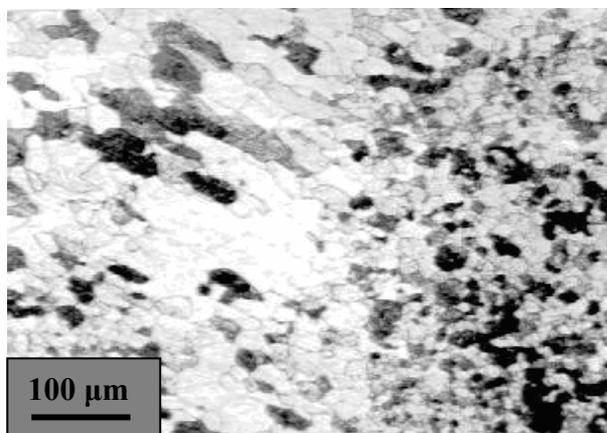


Figure IV.9 : Front de recristallisation

IV.1.d. Influence des traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC :

L'examen des thermogrammes de la D.S.C. (figures IV.10 à IV.14) nous confirme, assez clairement, l'existence d'au moins trois (03) de ces transformations survenues lors du revenu, par l'apparition de trois différents pics, tout en nous donnant des renseignements complémentaires sur leur intensité et leur nature précipitation ou dissolution .

Le premier pic, endothermique, correspond à la première expansion observée sur les courbes dilatométriques et peut être attribué à la dissolution des zones Guinier et Preston. Cette constatation confirme les résultats obtenus dans différents travaux [78 - 82] sur des alliages Al-Zn-Mg-(Cu) de compositions très différentes. Cette littérature nous indique, par ailleurs, que cette réversion des zones peut se produire dans un domaine de température assez large [50-130°C] et dépend principalement de plusieurs facteurs tels que la composition du matériau, des traitements thermomécaniques avant revenu, de la vitesse de chauffage etc...

Le domaine de température correspondant à ce pic endothermique est

Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	100 – 140
Homogénéisé (H)	100 – 140
Homogénéisé + Déformé (H + D)	100 – 140

Ceci confirme nos observations faites précédemment à partir des mesures dilatométriques.

On voit nettement que les domaines de température correspondant à la première expansion (observée par dilatométrie) et à la dissolution des zones G.P.(observée par calorimétrie) se chevauchent, et sont même confondus tel est le cas du matériau à l'état brut.

Le deuxième pic, exothermique, correspondant à la seule contraction enregistrée lors du chauffage du matériau dans le domaine 50- 400°C, est probablement du à l'apparition de la phase métastable η' Mondolfo et al [83] . Ont confirmé l'existence de cette phase à 200°C dans l'alliage Al-6,2%Zn-2,1%Mg.

Le domaine de température correspondant à ce pic exothermique est

Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	200 - 240
Homogénéisé (H)	200 - 240
Homogénéisé + Déformé (H + D)	175 - 210

On voit très bien dans ce cas qu'il y a une liaison directe entre la contraction du matériau et la précipitation de la phase η' .

Le troisième pic exothermique, enregistré sur la courbe de la D.S.C pendant le chauffage de l'alliage, correspond parfaitement à la deuxième expansion observée par dilatométrie. Ceci est certainement lié à la formation de la phase stable η ($MgZn_2$). L'existence de cette phase dans ce domaine de température est citée dans plusieurs travaux [84 -86].

Les domaines de température correspondant à la précipitation de cette phase, observés par la D.S.C sont

Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	260 - 280
Homogénéisé (H)	260 - 280
Homogénéisé + Déformé (H + D)	260 - 280

On constate que ces traitements n'ont pas d'effets notables sur la dissolution des zones G.P (pic endothermique correspondant à la première expansion) et sur la précipitation de la phase d'équilibre η ($MgZn_2$) correspondante au deuxième pic exothermique correspondant à la deuxième expansion enregistrée sur les courbes dilatométriques.

Par contre, les effets du traitement thermique d'homogénéisation et surtout de ce dernier traitement associé à la déformation plastique se font ressentir par un décalage vers des températures plus basses de la précipitation de la phase métastable η' .

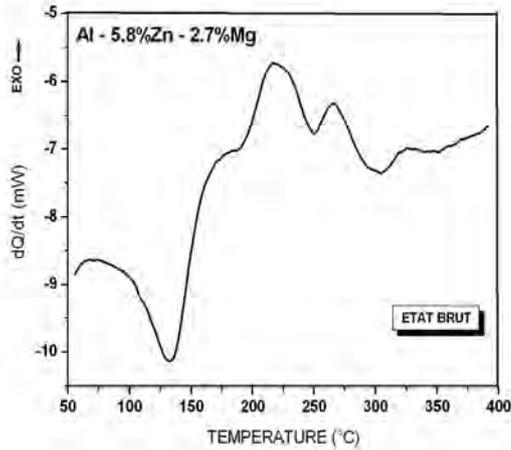
Ceci est du principalement aux défauts introduits lors de la déformation plastique qui favorisent considérablement le processus de décomposition de la solution solide sursaturée. L'augmentation du nombre de lacunes facilite la diffusion des atomes de magnésium et de zinc, et la densité élevée de dislocations stimule la diffusion le long des canaux de dislocations.

Donc l'énergie d'activation de la réaction de précipitation des échantillons de formés est beaucoup plus faible que celle des échantillons peu ou non déformés.

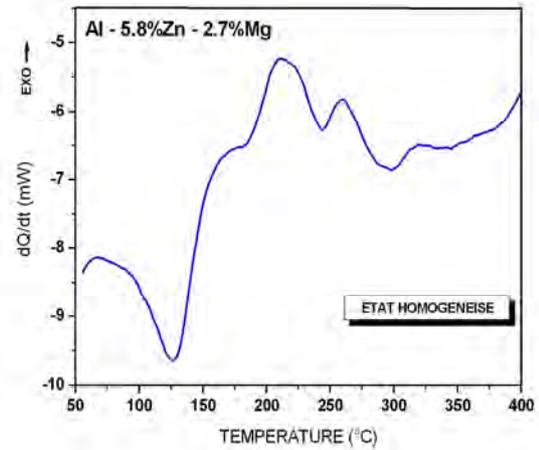
Par conséquent les processus de germination et de croissance de nouvelles phases sont plus favorisées.

De l'autre côté, la déformation plastique introduite à une solution solide sursaturée contenant déjà un excès de défauts suite à la trempe rapide, augmente encore davantage leur densité, et par conséquent favorise à un degré plus supérieur les différentes transformations de phase susceptibles de se produire au cours du chauffage du matériau. Cela explique les raisons pour lesquelles les

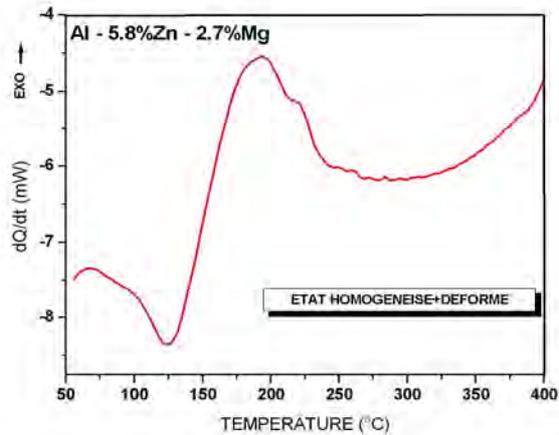
phénomènes liés à la dissolution des zones, et à la précipitation des deux phases η' et η se produisent plus tôt, à des températures plus basses, que pour le cas du matériau à l'état brut et / ou de celui homogénéisé observés généralement dans différents alliages d'aluminium de la série 7000.



(a)



(b)



(c)

Figure IV.10 : Courbes de D.S.C. enregistrées durant le chauffage de l'alliage

a.- Etat Brut (B)

b - Etat Homogénéisé (H)

c - Etat Homogénéisé+Déformé (H+D)

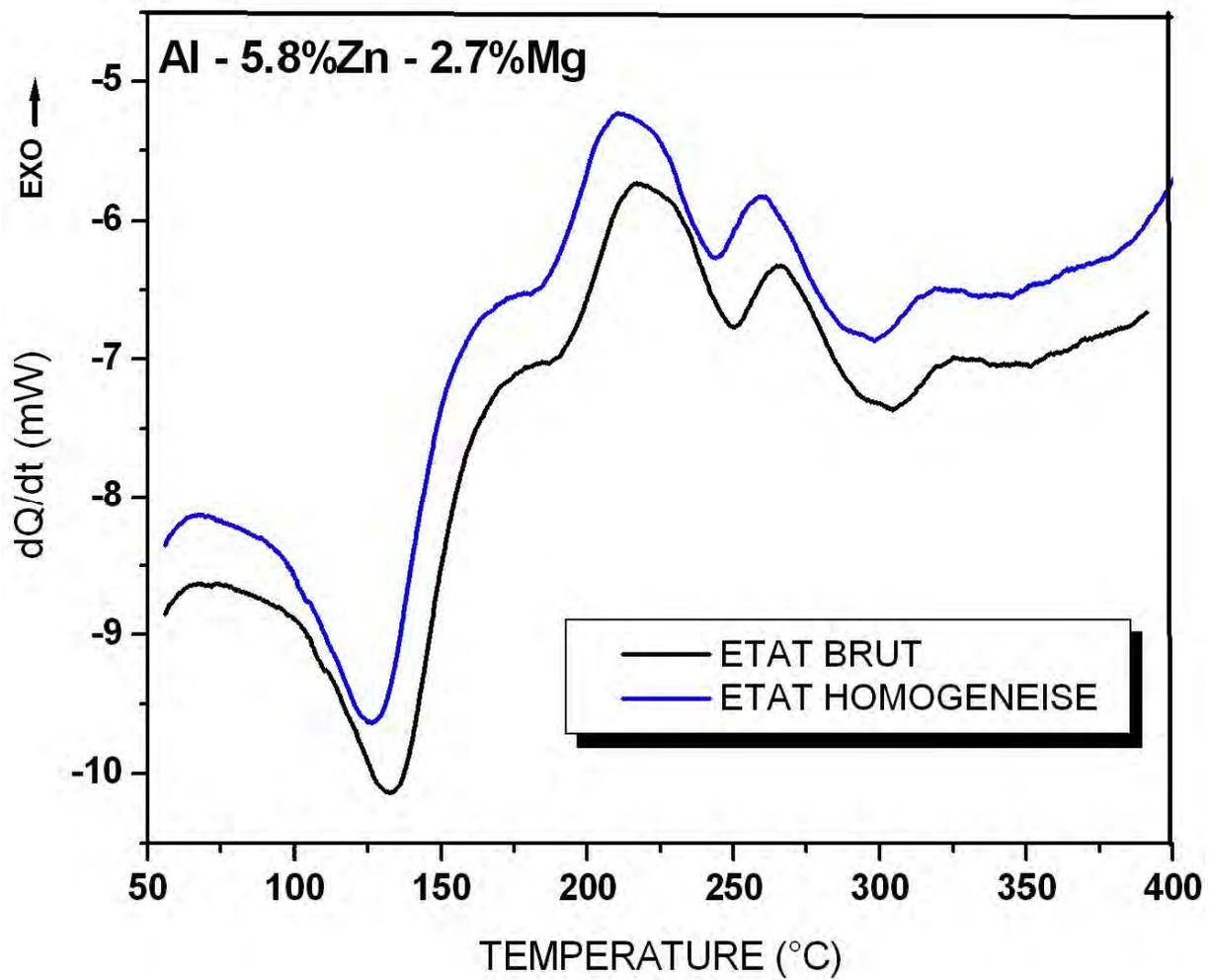


Figure IV.11 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la D.S.C de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg (échantillon brut , échantillon homogénéisé)

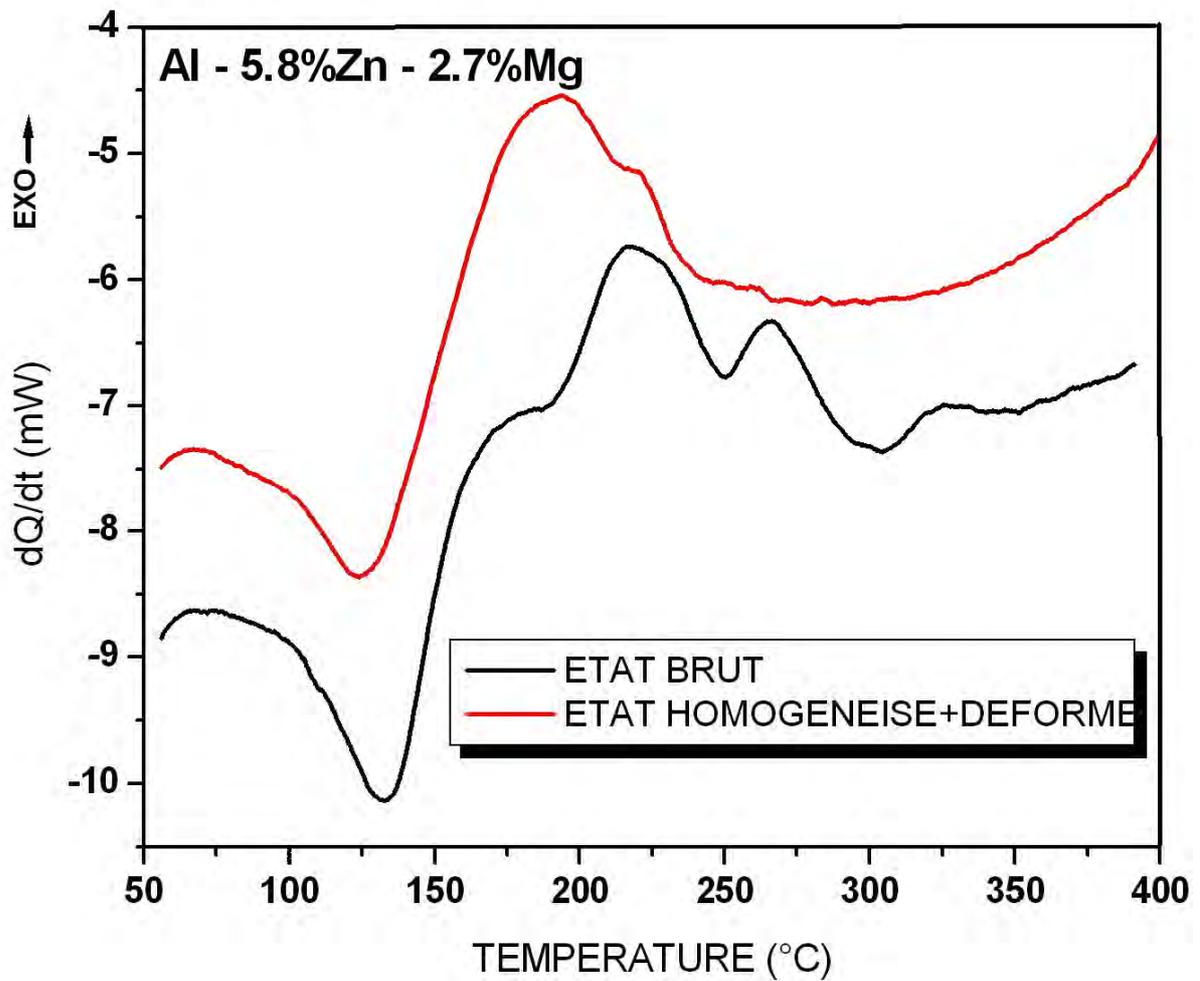


Figure IV.12 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la D.S.C de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg (échantillon brut , échantillon homogénéisé + Déformé)

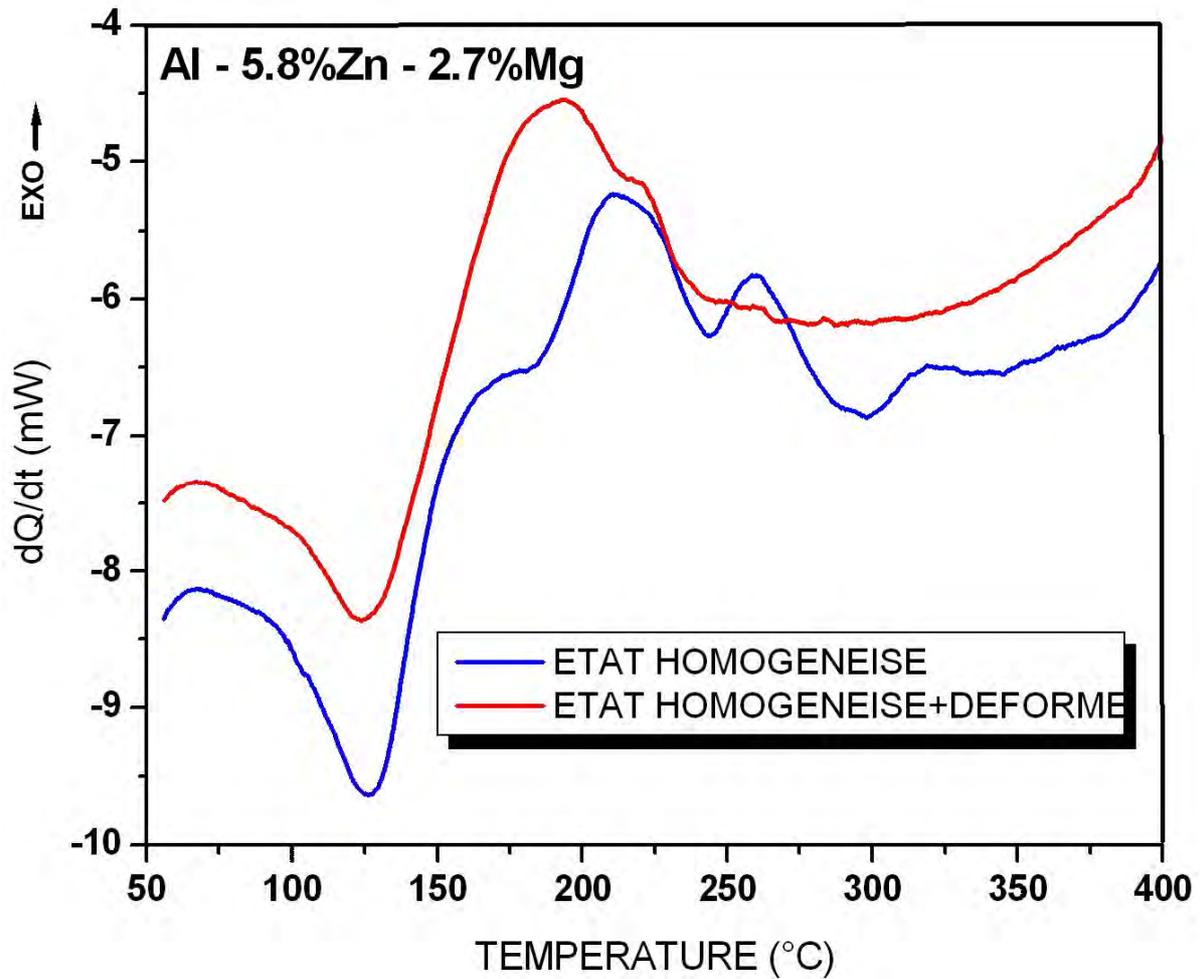


Figure IV.13 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la D.S.C de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg (échantillon homogénéisé , échantillon homogénéisé + Déformé)

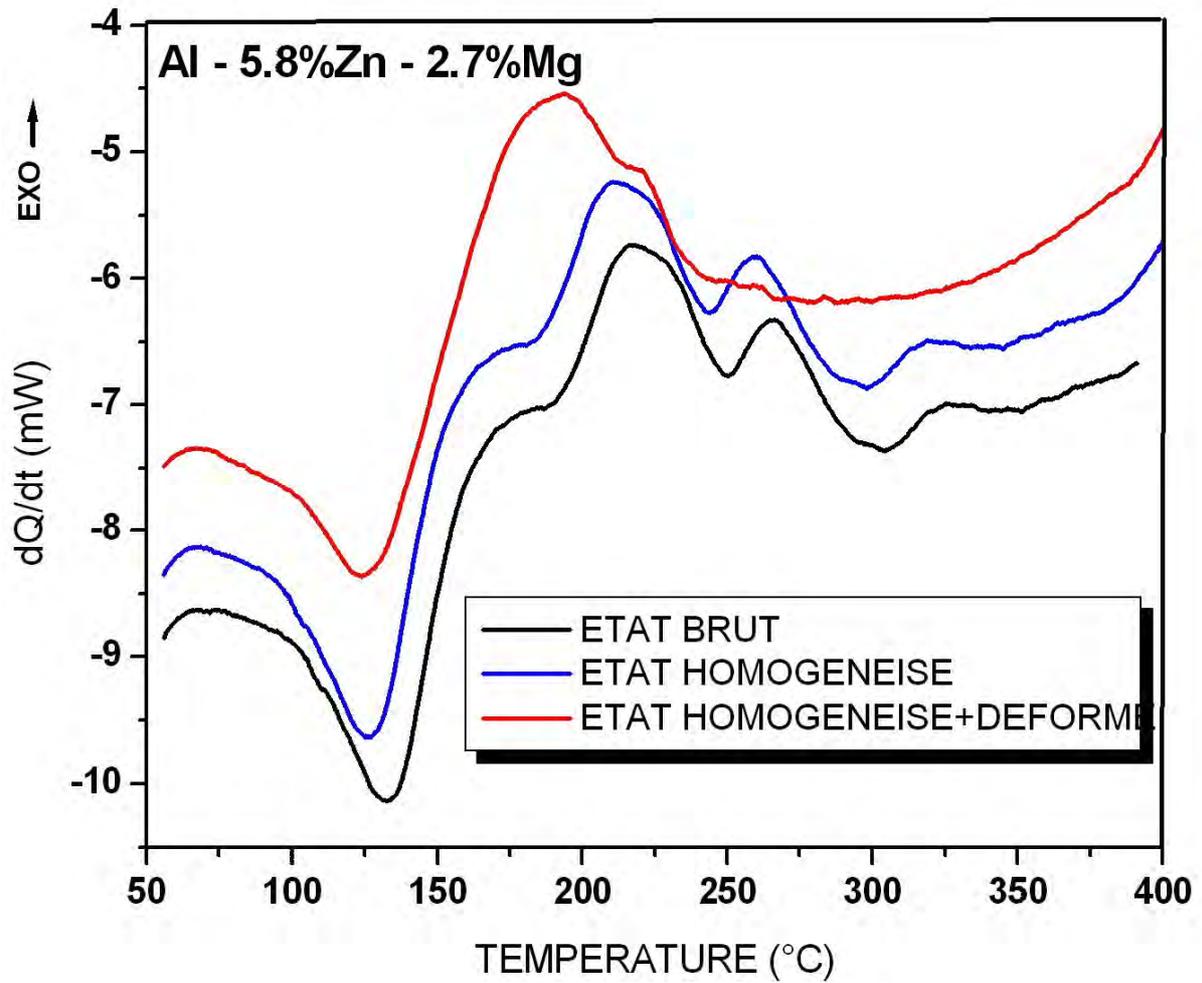


Figure IV.14 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la D.S.C de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg

IV.2. Alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu

IV.2.a. Etude dilatométrique de l'échantillon à l'état brut:

La figure IV.15 montre la variation du coefficient linéaire de dilatation thermique α de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu à l'état brut en fonction de la température dans l'intervalle [50°C – 400°C].

On constate qu'il se produit quatre (04) transformations identiques à celles trouvées dans l' alliage Al-Zn-Mg et qui correspondent à une:

Transformation	Domaine de température °C
Expansion	100 - 140
Contraction	175 - 225
Expansion	270 – 300
Expansion	350 - 400

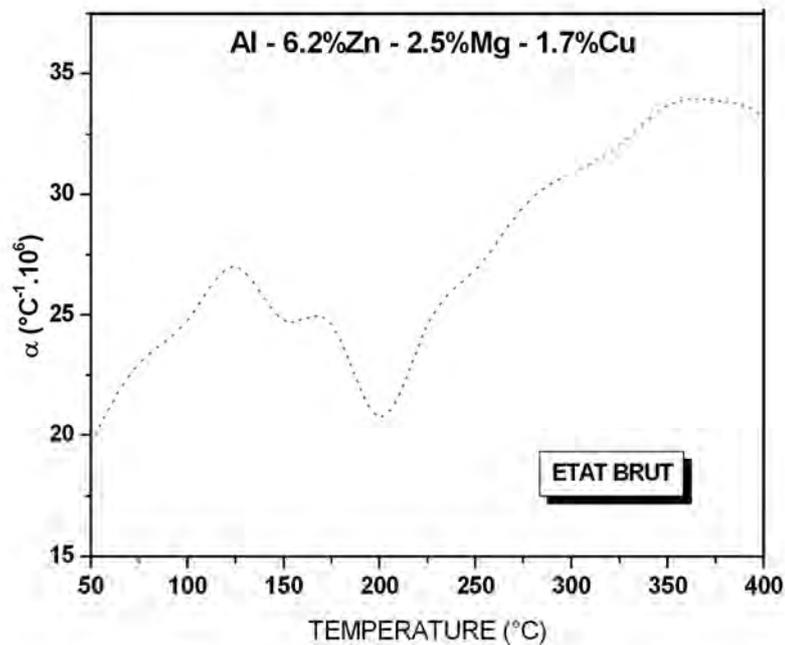


Figure IV.15 : Variation de α en fonction de la température pour l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu ETAT BRUT (B)

IV.2.b. Etude calorimétrique de l'échantillon à l'état brut:

La figure IV.16 montre la variation de la courbe de la DSC de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu à l'état brut en fonction de la température dans l'intervalle [50°C – 400°C].

On constate qu'il se produit trois (03) transformations correspondantes à des pics:

Pics	Domaine de température °C
Endothermique	120 -150
Exothermique	200 -240
Exothermique	260-280

L'allure des courbes est identique à celle trouvée dans l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg avec un léger décalage des domaines de températures pour certaines transformations observées.

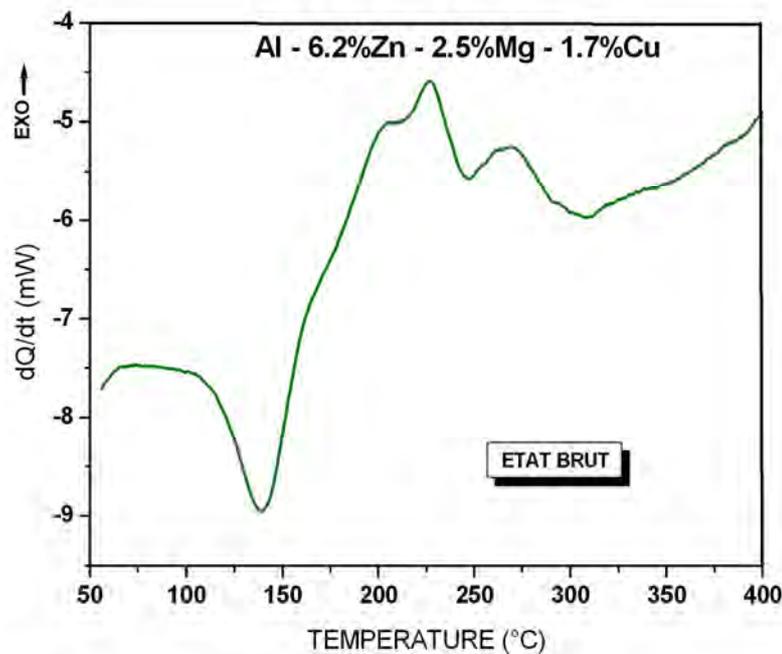


Figure IV.16 : Variation de la quantité de chaleur dégagée fonction de la température pour l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu
ETAT BRUT (B)

IV.2.c. Influence des traitements thermomécaniques sur le coefficient de dilatation thermique:

les figures IV.17 à IV.21 montrent la variation du coefficient linéaire de dilatation thermique α de l'alliage Al- 6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu en fonction de la température dans l'intervalle [50°C-400°C] pour les trois états structuraux étudiés (Brut, homogénéisé, homogénéisé + déformé).

Les tableaux ci-dessous nous montrent les effets des différents traitements thermomécaniques sur le coefficient de dilatation thermique. On y retrouve les mêmes effets dus aux défauts introduits par la trempe rapide et par le laminage à froid. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés dans la section précédente concernant l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg. On y retrouve une:

-Une expansion

Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	100 – 140
Homogénéisé (H)	90 – 125
Homogénéisé + Déformé (H + D)	90 - 125

-Une contraction

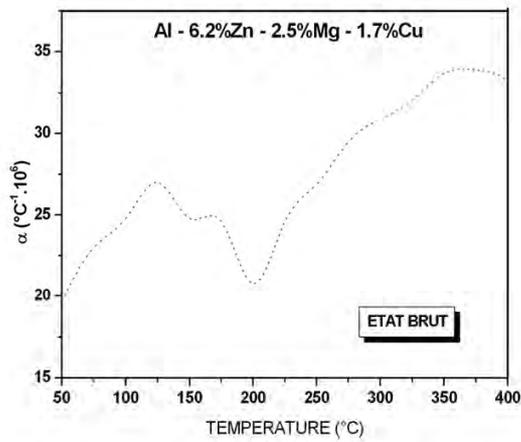
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	180 - 220
Homogénéisé (H)	180 - 220
Homogénéisé + Déformé (H + D)	170 - 220

-Une expansion

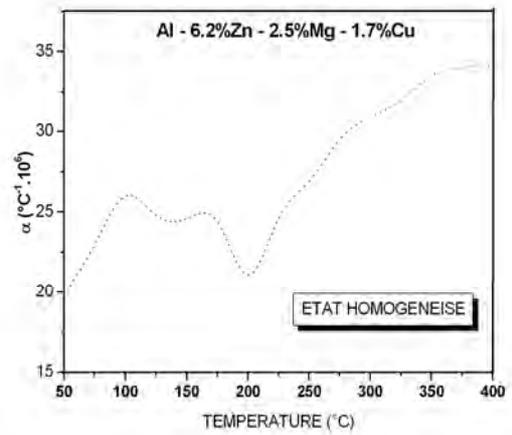
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	270 - 300
Homogénéisé (H)	270 - 300
Homogénéisé + Déformé (H + D)	270 - 300

-Une expansion

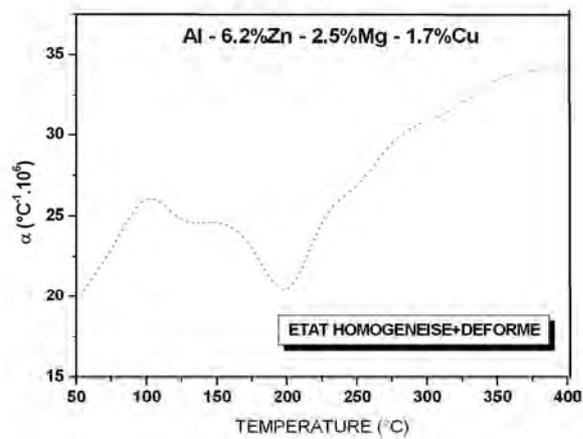
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	350 - 400
Homogénéisé (H)	350 - 400
Homogénéisé + Déformé (H + D)	350 - 400



(a)



(b)



(c)

Figure IV.17: Courbes de variation de α en fonction de la température

- a- Etat Brut (B)
- b- Etat Homogénéisé (H)
- c- Etat Homogénéisé+Déformé (H+D)

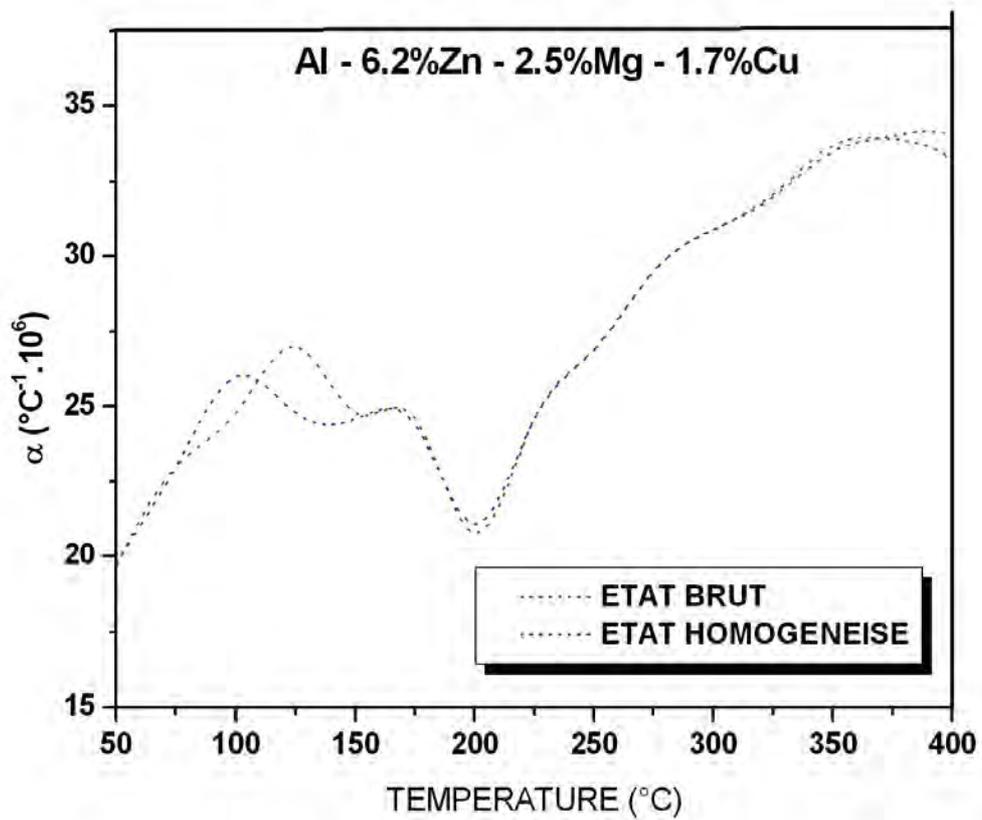


Figure IV.18 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu (échantillon brut, échantillon homogénéisé)

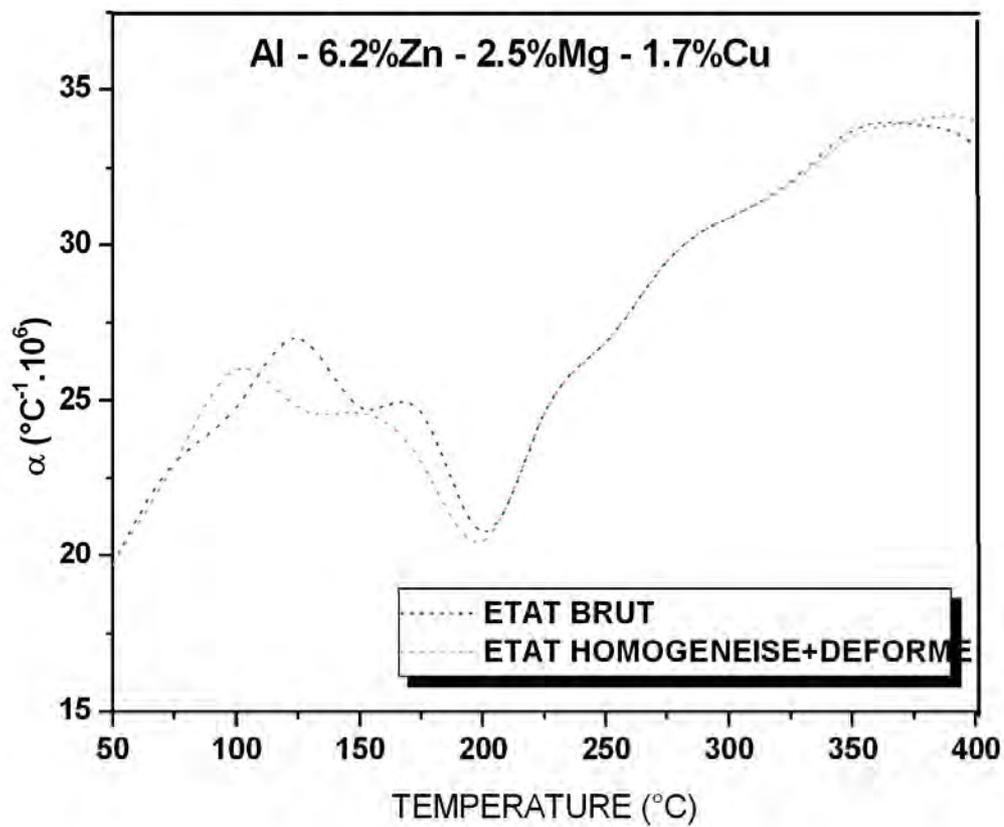


Figure IV.19 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu (échantillon brut, échantillon homogénéisé + Déformé)

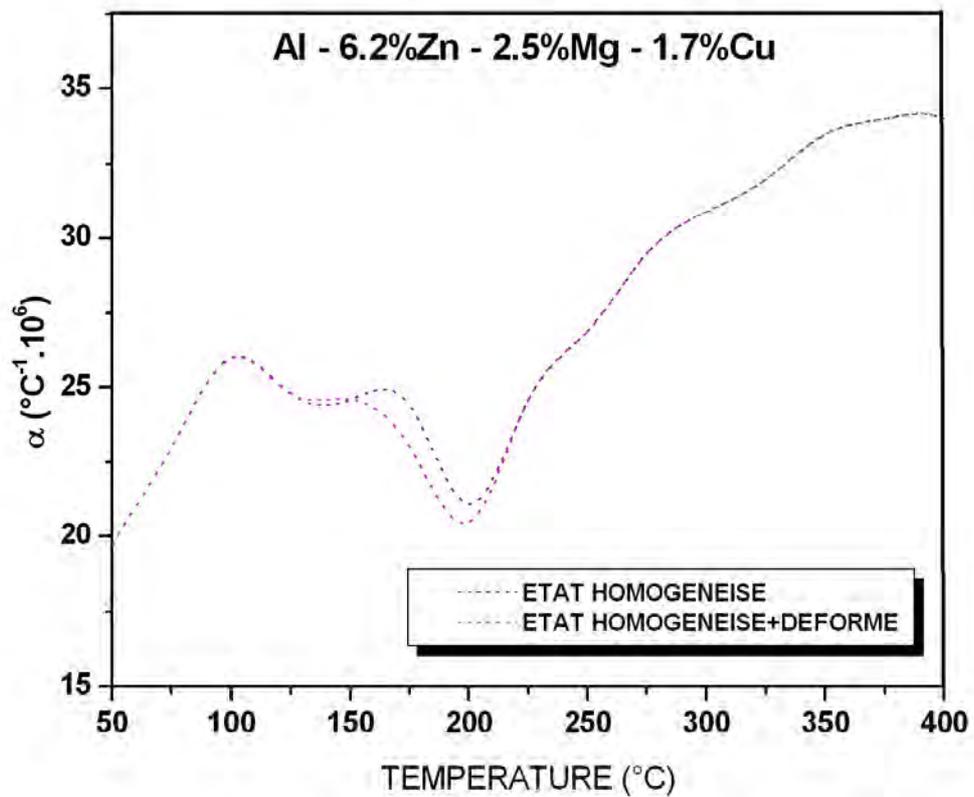


Figure IV.20 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu (échantillon homogénéisé, échantillon homogénéisé)

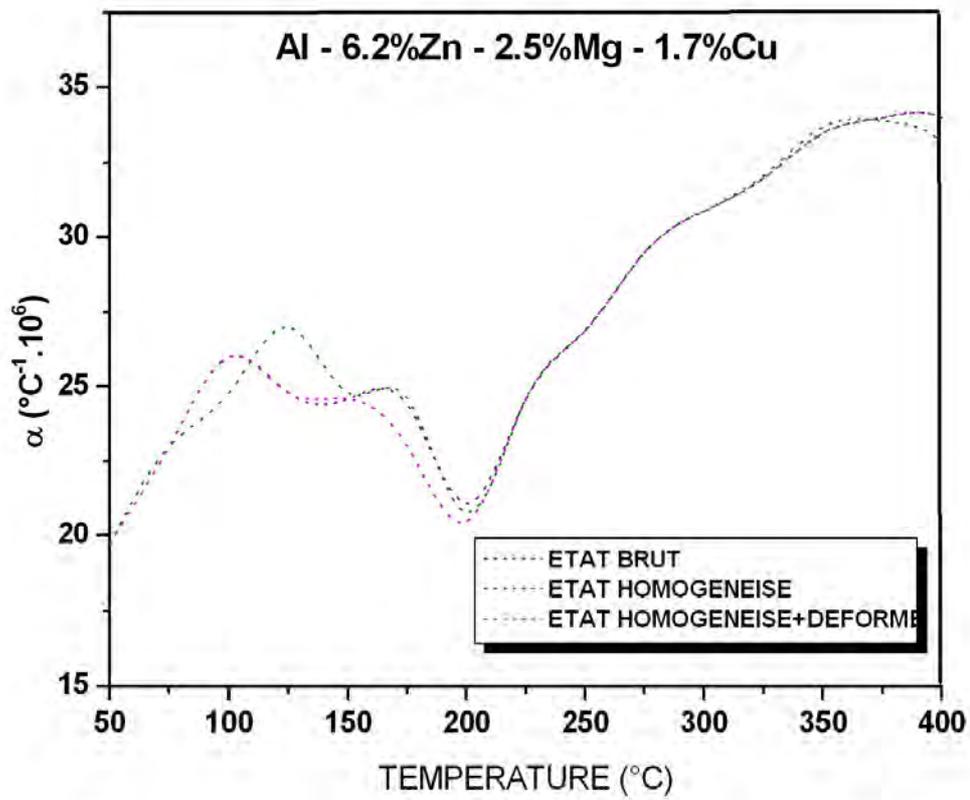


Figure IV.21 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de dilatation thermique de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu

IV.2.d. Influence des traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC:

les figures IV.22 à IV.26 montrent la variation de la courbe de la DSC de l'alliage Al- 6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu en fonction de la température dans l'intervalle [50°C-400°C] pour les trois états structuraux étudiés (Brut, homogénéisé, homogénéisé + déformé).

Les tableaux ci-dessous nous indiquent les différents domaines de température où on observe les différents pics enregistrés sur la DSC. On observe toujours trois (03) pics comme dans le cas de l'alliage Al-5.8%Zn-2.7%Mg

Le domaine de température correspondant au premier pic endothermique est

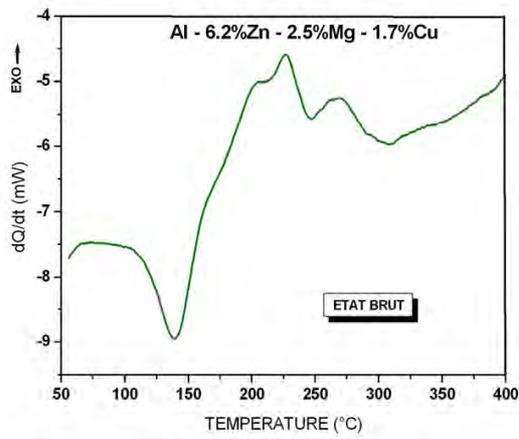
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	120 – 150
Homogénéisé (H)	100 – 150
Homogénéisé + Déformé (H + D)	100 – 150

Le domaine de température correspondant au deuxième pic exothermique est

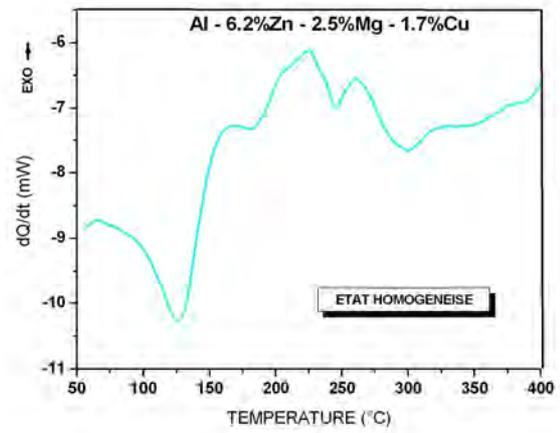
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	200 – 240
Homogénéisé (H)	185 – 240
Homogénéisé + Déformé (H + D)	160 – 210

Le domaine de température correspondant à ce pic exothermique est

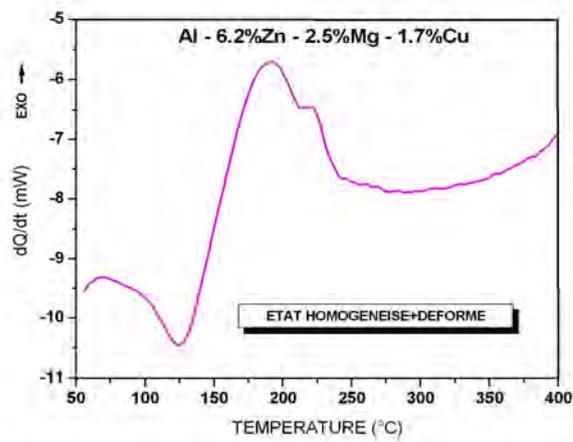
Etat du matériau	Domaine de température °C
Brut (B)	260 – 280
Homogénéisé (H)	260 – 280
Homogénéisé + Déformé (H + D)	Non visible



(a)



(b)



(c)

Figure IV.22 : Courbes de DSC enregistrées durant le chauffage de l'alliage

a- Etat Brut (B)

b- Etat Homogénéisé (H)

c- Etat Homogénéisé+Déformé (H+D)

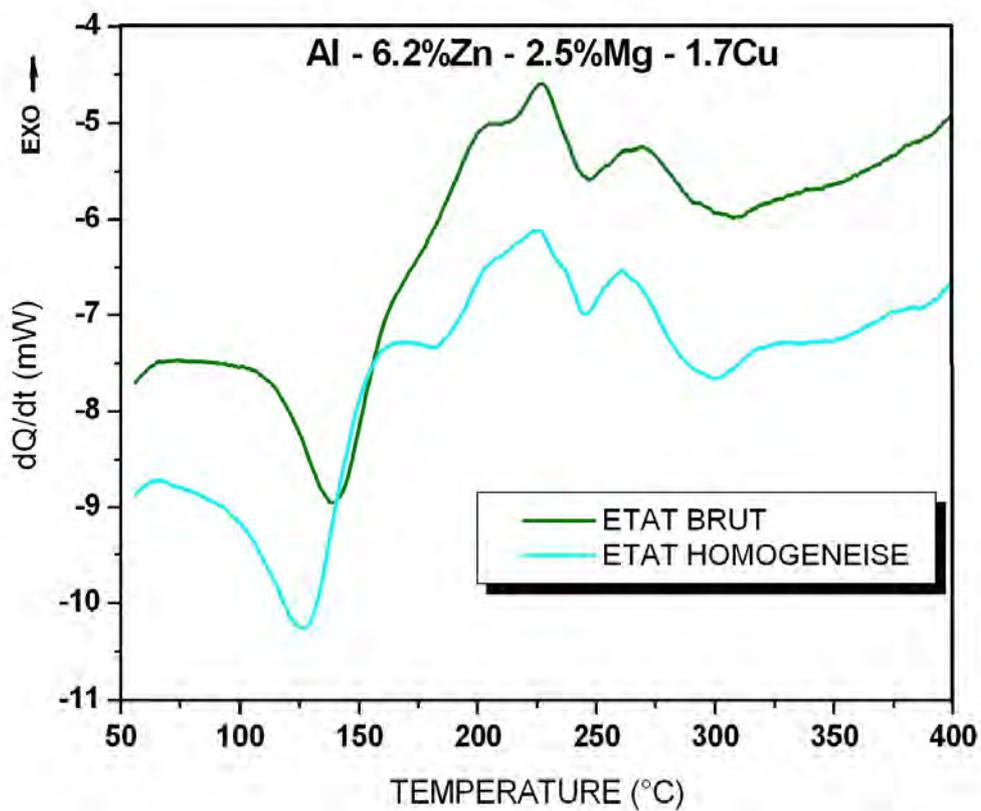


Figure IV.23 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu (échantillon brut, échantillon homogénéisé)

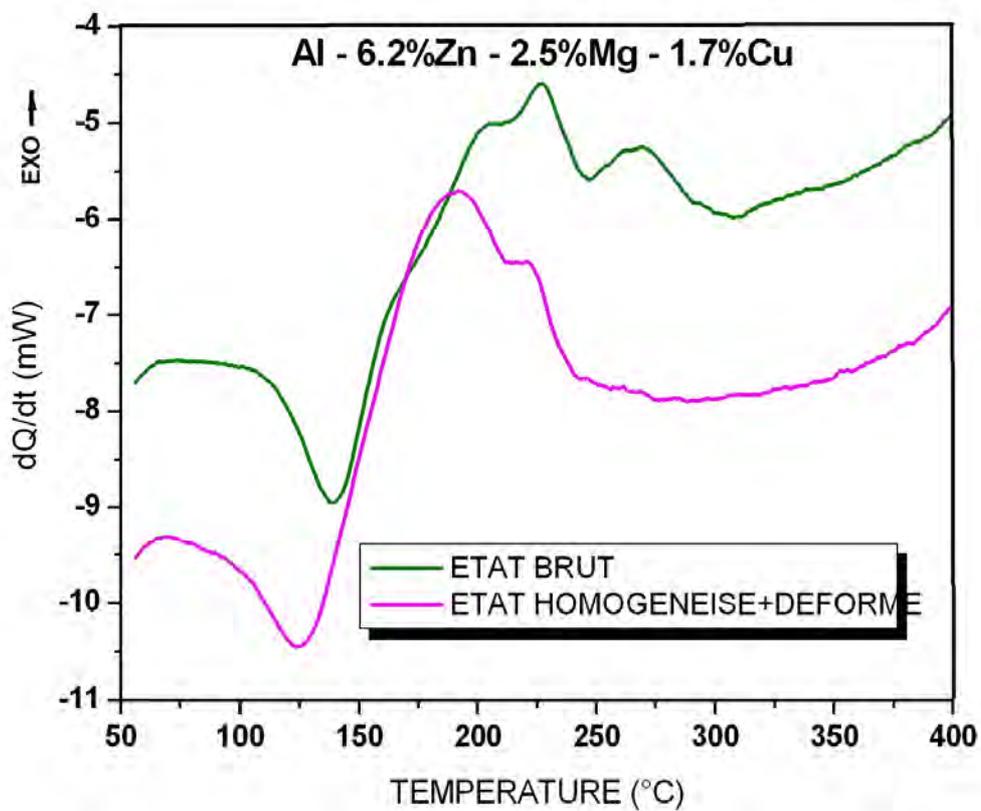


Figure IV.24 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu (échantillon brut, échantillon homogénéisé + Déformé)

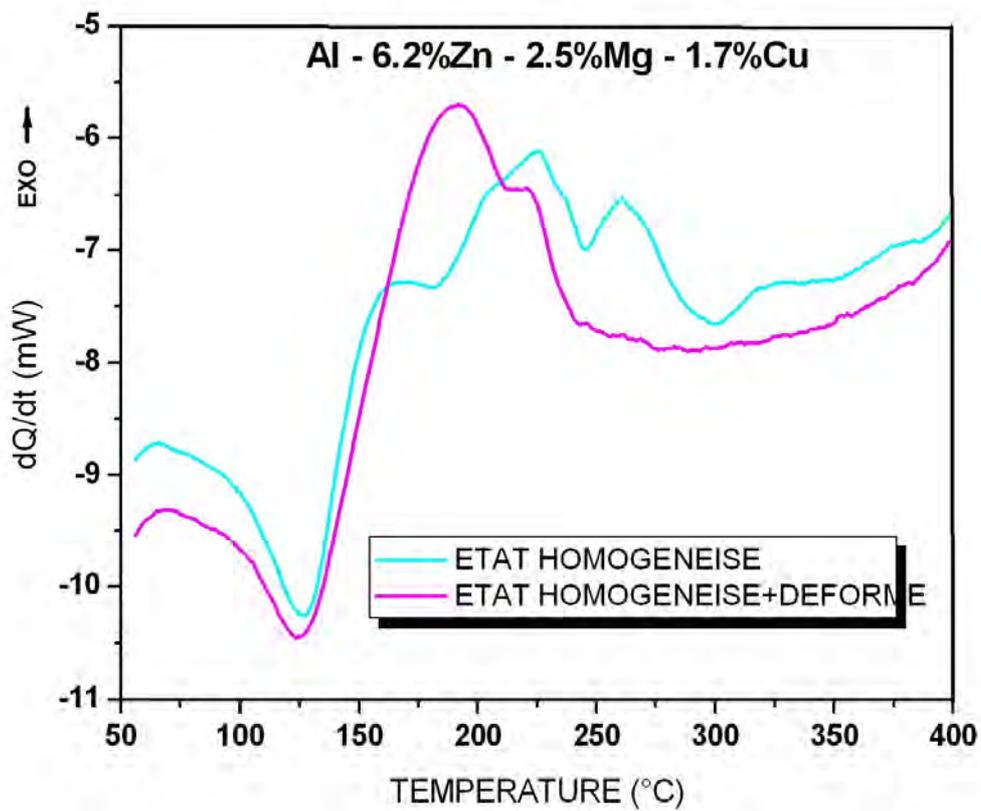


Figure IV.25 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu (échantillon homogénéisé, échantillon homogénéisé + Déformé)

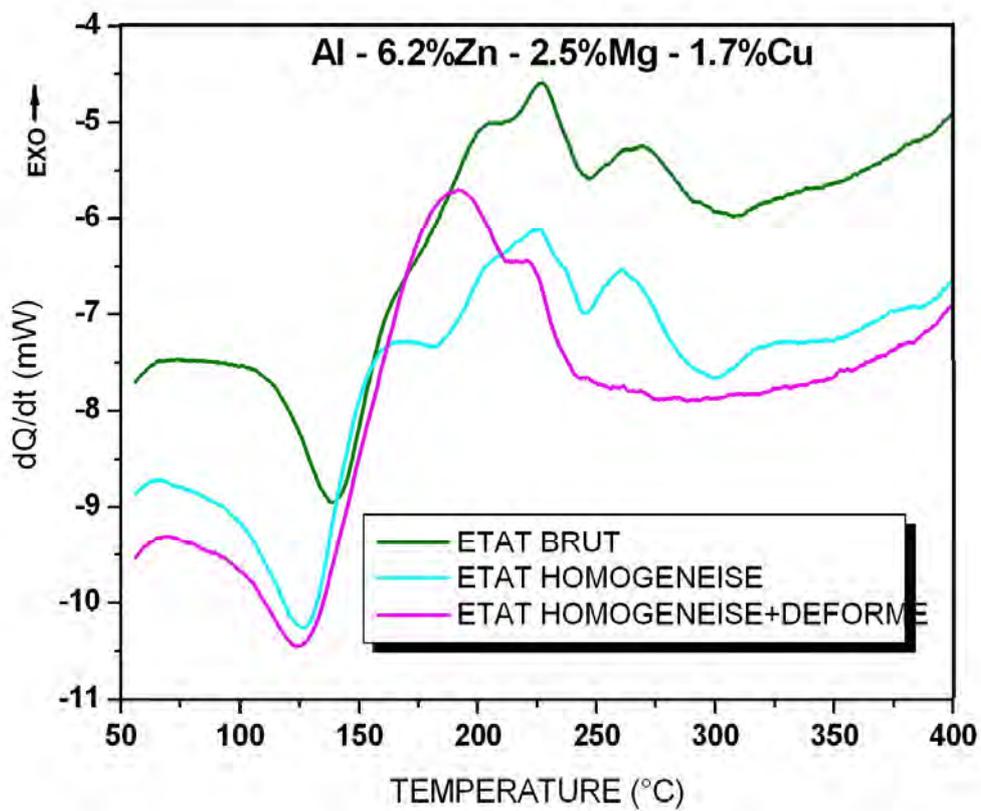
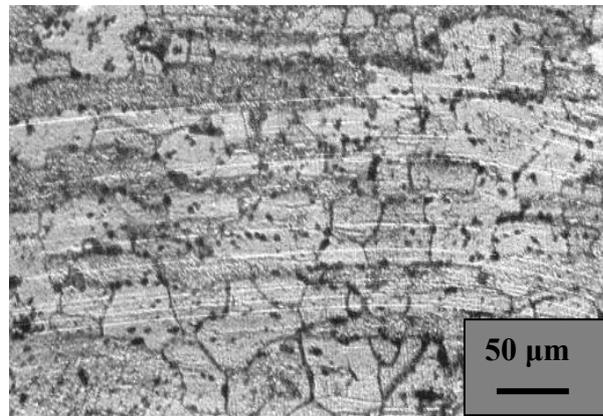


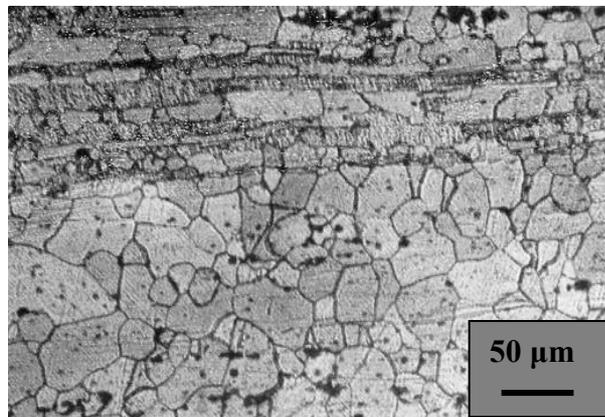
Figure IV.26 : Influence des différents traitements thermomécaniques sur les courbes de la DSC de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu

IV.2.e. Influence du cuivre sur les différentes transformations de phase:

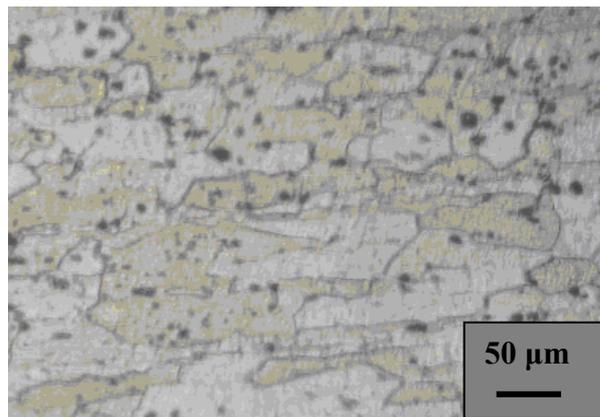
La figure IV.27 nous montre les états structuraux de l'alliage Al-6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu



(a)



(b)



(c)

Figure IV.27 : Microstructure de l'alliage Al-5.6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu

a - Etat brut (B)

b- Etat Homogénéisé (H)

c- Etat Homogénéisé+Déformé (H+D)

Une étude à la microsonde électronique [87] a révélé l'existence d'une ségrégation préférentielle de deux types de précipités aux joints de grains au cours du recuit des échantillons homogénéisés (**H**) et homogénéisé + Déformé (**H+D**) au cours du recuit à 400°C. (figure IV.28.a).

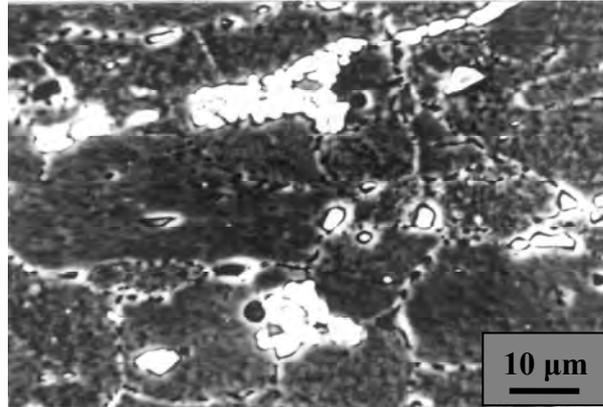
Le premier type de précipité, de forme arrondie (figure IV.28.b), est constitué essentiellement de cuivre, tandis que le second type, de forme plus allongée (figure IV.28.c), est constitué de cuivre et de fer.

La concentration des éléments présents dans les deux précipités n'a pas pu être déterminée car la taille des précipités est inférieure à celle de la sonde.

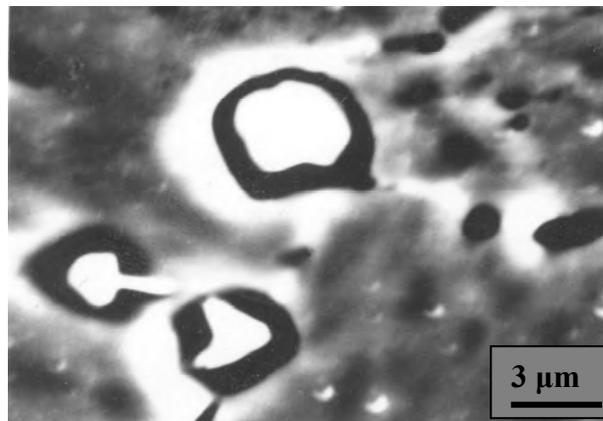
On estime que dans le cas des alliages Al-Zn-Mg-Cu, les atomes de cuivre se rassemblent sur les défauts de structure et sur les joints mobiles. La vitesse de croissance des grains recristallisés et la vitesse de germination sont toutes les deux inhibées, d'où l'obtention d'une structure assez fine et texturée. Ceci confirme l'effet de blocage des précipités sur les joints de grains.

On observe aussi très clairement, dans le cas de l'échantillon à l'état brut, que la dissolution des zones G.P se produit à des températures supérieures pour l'alliage contenant du cuivre (figure IV.29 à IV. 31).

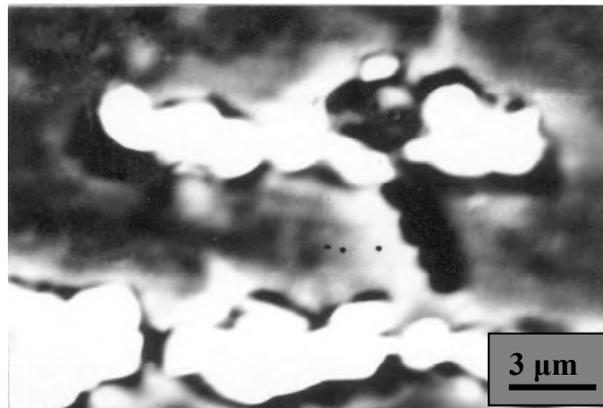
On peut conclure que le cuivre stabilise les zones de Guinier et Preston à des températures plus hautes, ce qui est en accord avec les travaux de Livak et Papazian [88] et ralentit la cinétique de croissance Naggy et al [89].



(a)



(b)



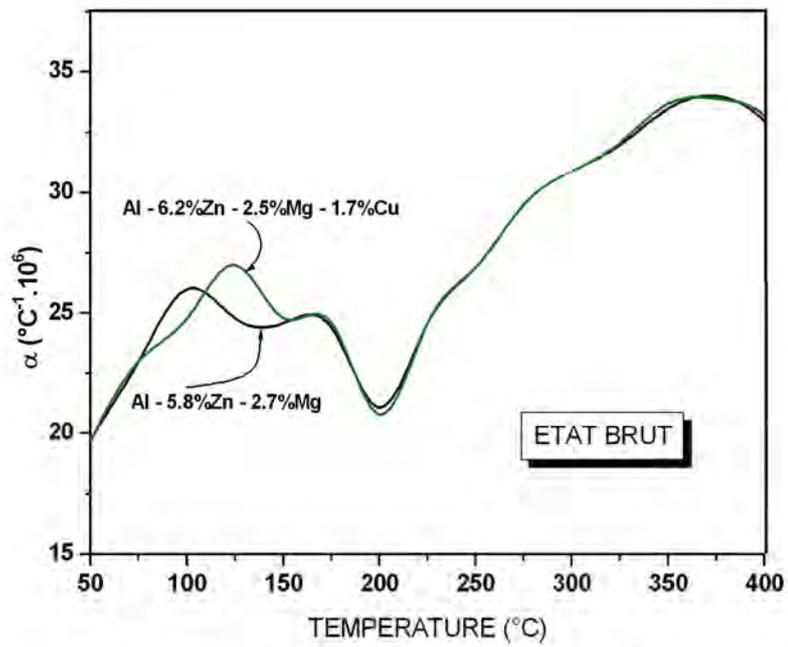
(c)

Figure IV.28: - a) Ségrégation de précipités aux joints de grains de l'alliage

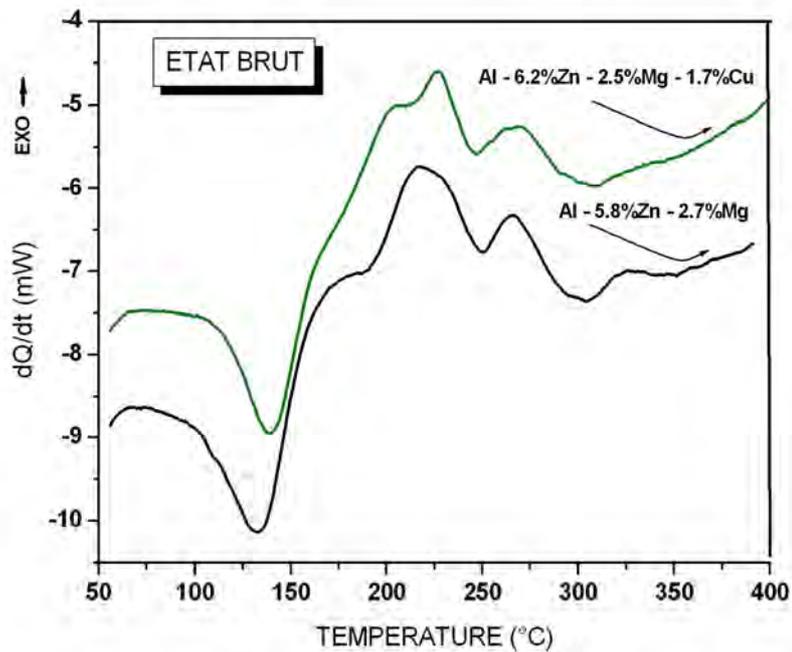
Al-5.6.2%Zn-2.5%Mg-1.7%Cu

- b) Précipité de forme arrondie

-c) Précipité de forme allongée



(a)

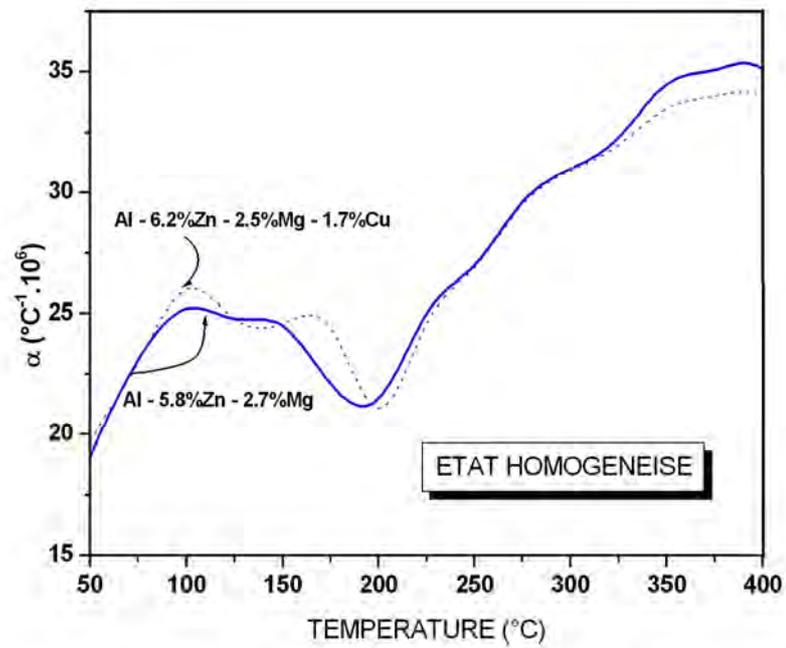


(b)

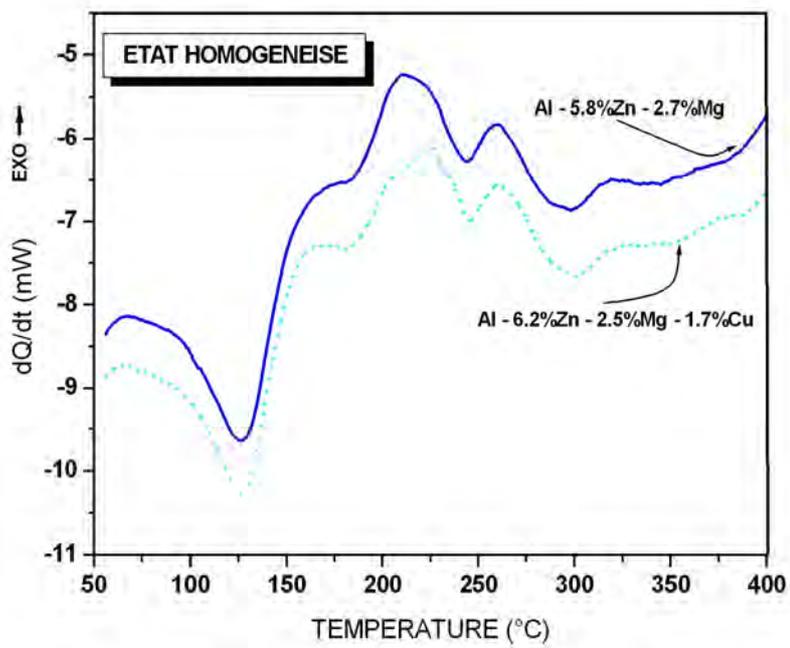
Figure IV.29: Courbes comparatives des deux alliages à l'état brut (B)

a- Courbes de α

b- Courbes de la DSC



(a)

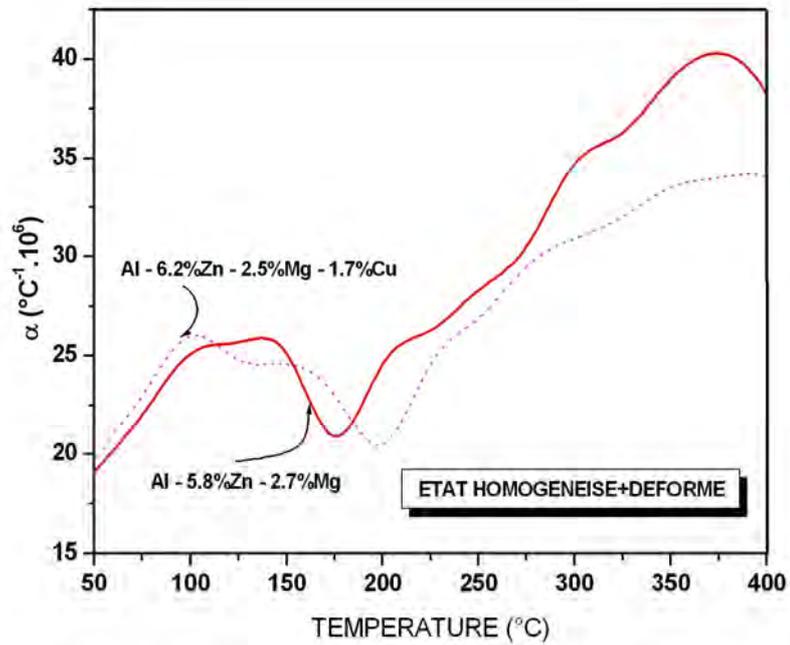


(b)

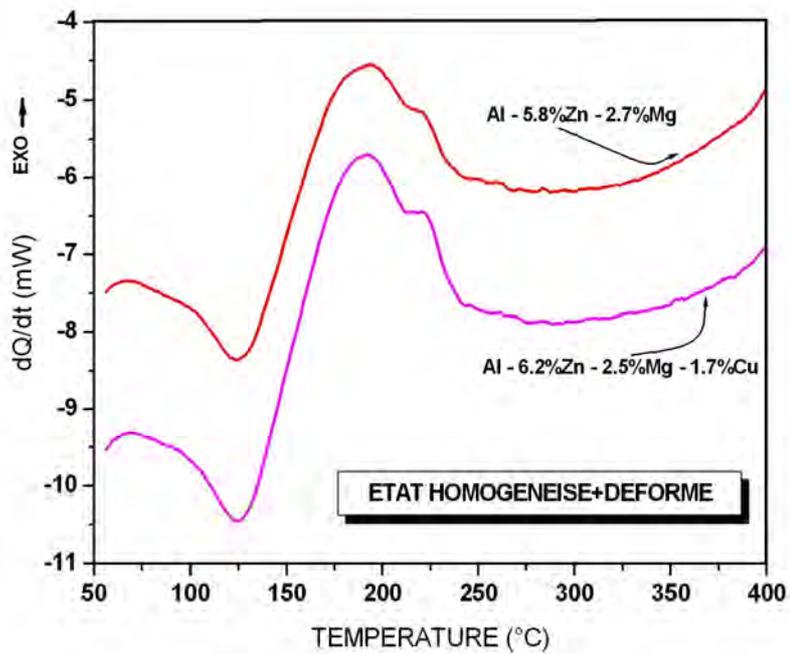
Figure IV.30: Courbes comparatives des deux alliages à l'état homogénéisé (H)

a- Courbes de α

b- Courbes de la DSC



(a)



(b)

FigureIV.31: Courbes comparatives des deux alliages à l'état homogénéisé + Déformé (H+D)

a- Courbes de α

b- Courbes de la DSC

Conclusion

Conclusion

Les alliages Al-Zn-Mg (Cu) présentent actuellement un intérêt grandissant du fait de certaines de leurs propriétés très intéressantes dans le domaine industriel. Ils ont une faible sensibilité à la vitesse de trempe et un durcissement important qui peut être obtenu par une maturation à la température ambiante. Ce type d'alliage est surtout utilisé dans l'industrie automobile, dans le transport et en aéronautique.

La grande diversité des phases présentes dans les alliages Al-Zn-Mg(Cu) rend ce système très complexe. Elles sont susceptibles d'améliorer les propriétés physiques par durcissement structural ou au contraire de les altérer considérablement.

L'étude complémentaire du coefficient linéaire de dilatation thermique α (T) en fonction de la température et de la capacité calorifique peut donner des informations sur les différentes phases présentes dans ce type d'alliage.

Les principaux résultats de ce travail sont :

- Les deux techniques d'analyse des propriétés thermodynamiques : la dilatométrie et la calorimétrie sont susceptibles de nous donner des informations complémentaires sur la nature et la séquence des différents phénomènes de précipitation ou de dissolution des phases présentes lors du revenu des deux alliages étudiés dans l'intervalle de température [50 – 400°C]
- Il existe une grande similitude entre l'allure des courbes de dilatation thermique et de calorimétrie entre les deux alliages étudiés.
- Les trois premières transformations observées par la technique de dilatométrie à savoir les deux premières expansions et la seule contraction enregistrée sont liées directement à l'apparition des différents pics enregistrés sur les courbes de la DSC.
- La première expansion est liée directement au seul pic endothermique qui apparaît sur les courbes de la DSC ; celle-ci est due certainement à la dissolution des zones G.P.
- La seule contraction subie par le matériau pendant le revenu est représentée par le premier pic exothermique ; ce dernier est dû à l'apparition de la phase métastable η' .
- La deuxième expansion correspondante au deuxième pic exothermique ne peut être due qu'à l'apparition de la phase stable η ($MgZn_2$).

- Les effets du traitement thermique d'homogénéisation et surtout de ce dernier traitement associé à la déformation plastique se font ressentir par un décalage vers des températures plus basses de la précipitation de la phase métastable η' .
- L'addition du cuivre aux alliages ternaires Al-Zn-Mg stabilise les zones de Guinier et Preston à des températures plus hautes.

Références

Références

- [1]: J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Talbot, *Métallurgie générale*, Ed Masson et Cie, Paris, (1969), p. 33.
- [2]: J. W. Martin. *Précipitation hardening*, Ed. Pergamon press, London, (1968), p. 67.
- [3]: A. Q. Khan, M. Brabers, *Topics in physical metallurgy*, Elsevier publishing company, New York, (1972), p. 78.
- [4]: S. Amelinks, *Dislocations and mechanical properties of metals*, Ed. Wiley, New York, (1957), p. 105.
- [5]: G. Thomas, J. Nutting, *The mechanism of phase transformations in metals*, Institute of metals, London, (1956), p. 97.
- [6]: M. Leau, *Electron microscopy and structure of materials*, Ed. University press, Berkeley, (1972), p. 35.
- [7]: A. Berghezan, A. Pourdeux. 6^{ème} colloque de métallurgie ; Saclay, 1960.
- [8]: E. Hornbogen, *Textures in research and practice*, Ed. Gresven, Hambourg, (1969), p. 41.
- [9]: Y. Adda, J. M. Duprouy, J. Philibert, Y. Quere, *Eléments de métallurgie physique*, Ed. Dunod, Paris (1970), p.124.
- [10]: K. S. Russel, *Scripta. Met.*, 5 (1969), p. 313.
- [11]: H. Kimura, *J. Sci. Ind. Res.*, 32, (1973), P. 599.
- [12]: D. Turnbull, *Acta. Met.*, 3, (1955), P. 55.
- [13]: E. W. Hart, *Acta. Met.*, 6, (1959), P. 553.
- [14]: D. Hamana, *These de Phd*, Université de Kharkov, (1983).
- [15]: P. J. Clean, J. C. Fisher, *Acta. Met.*, 3, (1955), P.70.
- [16]: J. H. Silcock, W. J. Tumstall, *Phil. Mag.*, 10, (1954), P. 361.
- [17]: C. Martin, J. Levy, J. Oudar, *Ecole d'été de métallurgie physique*, Gassin, (1973).
- [18]: L. Guillet, P. Poupeau, *Transformations à l'état solide des métaux et alliages métalliques*, Ed. Dunod, Paris (1973), P. 65.
- [19]: I. Lakhtine, *Metallographie et traitement thermiques des métaux*, Ed. Mir, Moscou, (1978), P. 154.
- [20]: R. W. Cahn, *Physical metallurgy*, Noerth Holland Publishing Company, Amsterdam, (1965), P. 82.
- [21]: U. Koster, *Recrystallisation of metallic materials*, Ed. Haessner, Stuttgart, (1971), P. 54.
- [22]: M. F. Ashby, *Strengthening mechanisms in solids*, Ed. Kelly, Amsterdam, (1971), P. 63.

- [23]: D. Leblanc, BscA, Evaluation de l'effet de surchauffe des alliages d'aluminium par ultrasons et laser -ultrasons université de Moncton canada, (1999), p.10
- [24]: C. Vargel, Le comportement de l'aluminium et de ses alliages , Ed. Dunod technique, Paris, (1994), p. 25
- [25]: J. Lanthony, L'aluminium et les alliages légers , Ed. Presses universitaires de France, Paris, (1984), p. 55
- [26]: A.Cotterill et P. P. Mould, Recristallisation and grain growth In metals, Ed. Surrey University Press, London,(1976), p. 30
- [27]: ANSI, American national standard Alloy and temper designation systems for aluminium, ANSI, (1993)
- [28]: Barralis, J, et Maeder,G, Précis de métallurgie, élaboration , structure-propriétés et normalisation , 6^e édition ,Edition Nathan paris, 1993.
- [29]: B. Jouffry et G. Murry, Etude et propriétés des alliages métalliques , Ed. Techniques de l'ingénieur, Paris, (2002), p. 1 - 27
- [30]: A.Verlag, Aluminium taschenbuch, Ed. Aluminium zentrale, Dusseldorf, (1984), p. 87
- [31]: D. J. Llyod. et D. Kenny, Acta. Met., 28, (1980), p. 639 - 649
- [32]: D. J. Llyod. et D. Kenny, Metal. Trans. A, 13.,(1982), p. 1445 – 1452
- [33]: A. Guinier. "On the birth of GP zones." *Proceedings of ICAA5* (Suisse, Scientific Net <http://www.scientific.net>) Materials science forum, 217-222 (1996): p. 3-6.
- [34]: M. F. Ashby et D.R.H. Jones. Matériaux, tome 2: microstructure et mise en oeuvre. Ed. Dunod, 1991
- [35]: P. D. Merica., R. G. Wattenburg. et R. Scott., Sci. Paper U.S bureau of standards , (1919), p. 271 - 277
- [36]: A. Guinier, CR. Acad. Sci. , 226, (1938), p. 1641 - 1643
- [37]: G. D. Preston, Pro. Royal. Soc., A167, (1938), 526 -538
- [38]: N. F. Mott. et F.R.N. Nabarro, Pro. Phys.. Soc. 52, (1940), p. 86 - 90
- [39]: E. Orowan, Symposium on internal stresses in metals and alloys , Institute of metals, London, (1948), p. 451 - 458
- [40]: E. Orowan, Z. Phys. , 89, (1934), p. 634 - 637
- [41]: G. J.Taylor, Proc. Royal. Soc., A.145, (1934), p. 362 - 371
- [42]: M. Polanyl, Z. Phys. ,89, (1934), p.660 - 667
- [43]: T. Federeghi, Acta. Metall, 6, (1958), p. 379 - 385
- [44]: W. De Sorbo, H. N. Treattis et D. Turnbull, Acta. Metall., 6, (1958), p. 401 - 412
- [45]: R. B. Nicholson et A. Kelly, Precipitation hardening , Ed. Pergamon Press, Oxford, (1963), p. 77

- [46]: L. M. Brown et R. K. Ham., Strengthening methods in crystal , Ed. Halsted Press, New York, (1971), p. 123
- [47]: L. F. Mondolfo, Aluminium alloys : structure and properties , Ed. Butterworths, London, (1976), p. 97
- [48]: G. W. Lorimer, Precipitation in aluminium alloys , Ed. The metallurgical society, New York, (1978), p.121
- [49]: A. J. Ardell, Metal. Trans. A , 16, (1985), p. 2131 - 2165
- [50]: J. W. Klement, R. H. Willens et P. Duwez., Nature, 187, (1960), p. 869 - 874
- [51]: J. Perron., Matériaux ferromagnétiques amorphes, traité constantes physico chimiques , Vol. K3., Ed. Techniques de l'ingénieur, Paris, (1994), p. 11- 24
- [52]: H. Löffler , L. Kovacs et J. Lendvai, J. Mater. Sci., Vol. 18, (1983), p. 2215 - 2240
- [53]: J. Lendvai , Materials Science Forum, Vol.217-222, (1996), p. 43 - 56
- [54]: W. Lacom, H. P. Degischer, A. Zahra, et C. Y. Zahra, High temperatures - High Pressures, 12, (1980) , p. 549 - 554
- [55]: A. Zahra , C. Y. Zahra, W. Lacombe, et H. P. Degischer , Revue de Métallurgie, 7, (1981), p. 17-23
- [56]: J. Lendvai, G. Honyek et I. Kovacs , Scripta. Metall, 13, (1979), p. 593 – 597
- [57]: B. D. Hong, D. M. Jiang, T. G. Sun et C. Y. Zhao, Proc. of the 7th ICSMA'', Montreal, Ed. Pergamon Press, Oxford, (1985), p. 489 - 507
- [58]: K. Hono, N. Sano et T. Sakurai , Surface Science, Vol. 266, (1992), p. 350 - 357
- [59]: A. K. Mukhopadhyay , Q. B. Yang et S. R. Singh , Acta Met., 42, (1994), p.3083 - 3091
- [60]: S. K. Maloney, K. Hono, I. J. Polmear et Ringer SP, Scripta Mater., 41, (1999), p. 1031 - 1038.
- [61]: R. Ferragut, A. Somoza, et A. Tolley , Acta Mater.47, (1999), p. 4355 - 4364
- [62]: N. Ryum, Zeitschrift für Metallkunde, 66, (1975), p. 339 -343
- [63]: S. S. Brenner, J. Kowalik et Hua Ming-Jian, Surface Science, 246, (1991), p. 210 - 217
- [64]: P. J. Warren, C. R. M. Grovenor et J. S. Crompton, Surface Science, 266, (1992), p.342 - 349
- [65]: A. Deschamps, A. Bigot , F. Livet, P. Auger , Y. Bréchet et D. Blavette , Phil. Mag. A, 81, (2001), p. 2398 - 2414
- [66]: K. Stiller, P. J. Warren, V. Hansen, J. Angenete, et J. Gjostnes, Mater. Sci. Eng.A, 270, (1999), p. 55 - 63
- [67]: H. P. Degischer, W. Lacom , A. Zahra , et C. Y. Zahra , Zeitschrift für Metallkunde, 71, (1980), p. 231 - 238

- [68]: A. Bigot, Thèse de doctorat, Etude par sonde atomique de la précipitation durcissante d'alliages d'aluminium des séries 2xxx, 6xxx, et 7xxx, Université de Rouen, France, (1998), p. 76
- [96]: P. Donnadieu, M. Roux-Michollet et V. Chastagnier, *Phil.Mag..A.*, 79, (1999), p. 1347 - 1366
- [70] : X. Z. Li, V. Hansen, J. Gjønnes et L.R. Wallenberg, *Acta Mater.*, 47, (1999), p.2651 - 2659
- [71] : R. Graf, *J. . Instit. .Met.*, 86, (1956), p. 535 - 536
- [72] : P. Auger, J. M. Raynal, M. Bernole et R.Graf, *Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie*, 9, (1974), p. 557 - 568
- [73]: N. Ryum , *Acta Met.*, 17, (1969), p. 269 – 278
- [74]: Deschanps. A., Livet. F. et Bréchet. F., *Acta Mater.*, 1, (1999), p. 281 – 292
- [75]: Benabdoun. M. Thèse de doctorat, Microstructure et propriétés des alliages d'aluminium, (2004),Université de Constantine, Algérie.
- [76]: Deschanps. A. Thèse de doctorat, Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu, (1997),Institut Polyclinique de Grenoble, France,
- [77]: M.Benabdoun, Drbani Tahar , Smail Hamamda Article Etude dilatométrique de l'alliage Al-6%Zn-3%Mg (2007), département de physique université de Constantine algérie.
- [78]: R. M. Allen et J. B. Vander Sande, *Acta Metall.*, 28, (1980), p. 1185 - 1189
- [79]: P. Gomiero, A. Reeves, A. Pierre, F Bley, F. Livet et H. Vichery, *Proc. 4th Intern Conference on Aluminium Alloys*, Atlanta, (1994), p. 644 - 651
- [80]: R. W. Balluffi, *Phys. Stat. Sol.*, 42, (1970) , p. 11 - 17.
- [81]: S. Ceresara et P. Fiorini, *Mater. Sci. Eng.*, 10, (1972), p. 205 - 210
- [82]: S. Komatsu, Y. Nakata, T. Sugimoto, et K. Kamei,., *J. Jpn. Inst. Light Met.*, 30, (1980), p. 330 - 335
- [83]: L. S. Mondolfo , N. A. Gjostein , D. W. Lewinson, *Trans. AIME*, 206, (1956), p. 1378 - 1385
- [84]: A. J. De Ardo , J. R. Simensen , *Metallurgical Transactions*, 4, (1973), p. 2413 - 2421
- [85]: J.K. Park , A. J. Ardell , *Mater. Sci. and Eng.A*, 114, (1989), p.197 - 203
- [86]: A.Yamamoto , K. Minami , U. Ishihara et H. Tsubakino , *Mater. Trans. JIM*, . 39, (1998), p. 69 - 74.
- [87]: Benabdoun M. These de Magistere, Influence des traitements thermomécaniques sur la précipitation des alliages d'aluminium, Université de Constantine,(1987).
- [88]: R. J.Livak et J. M.Papazian, *Scripta Metall.*18,(1984), p. 483
- [89]: P. Nagy, E. kovacs Csetenyi, T. Turmezey, et g. Honyek, *Aluminium*,84, (1984), p. 386