



N° d'ordre :

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et
de la Recherche Scientifique

Université de M'sila
Faculté des Sciences
Département de Physique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de :

MASTER

Domaine : **Sciences de la matière**

Filière : **Physique**

Option : **Sciences des Matériaux**

Par

CHAMI MALIKA

THEME

Changement de phase et précipitation dans l'alliage Al-4,5 % mass. Cu

Soutenue le : 19/06/2013

Devant le jury composé de :

M. FATMI	MCA Univ. de Sétif	Président
A. OUALI	MCB Univ. de M'sila	Rapporteur
F. SAHNOUNE	MCA Univ. de M'sila	Examineur
M. HERAIZ	MCB Univ. de M'sila	Examineur

Promotion Juin 2013

REMERCIEMENTS

Je remercie tout d'abord le grand puissant. Dieu qui m'a éclairé le chemin pour réaliser ce modeste travail.

Ensuite, je suis très heureuse de témoigner ma profonde estime à mon encadreur monsieur A.OUALI .maitre de conférence à l'université de m'sila ,

Je voudrais exprimer ma reconnaissance à F .SAHNOUNE, maitre de conférence à l'université de m'sila , qui malgré ses nombreuses occupation, a dispensé sans compter sons temps et ses conseils pour l'élaboration du mémoire.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur FATMI.M ,maitre de conférence à l'université de sétif.

Je remercie vivement Monsieur M. HERAIZ. maitre de conférence à l'université de m'sila ,

Que Monsieur BELHOUCHEH .H. maitre de conférence à l'université de m'sila .

Enfin je remercier ,tous ceux qui ont contribué ,de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire.

Sommaire

Introduction générale 01

Chapitre I

Généralités sur les alliages à base d'aluminium

I.1 Introduction.....	3
I.2. Propriétés générales des alliages d'aluminium.....	3
I.2.1. La résistance à chaud.....	4
I.2.2. La résistance à basses températures.....	4
I.2.3 La résistance à la fatigue.....	4
I.2.4 La résistance à la corrosion.....	4
I.4. Influence des éléments d'addition sur les propriétés de l'aluminium.....	4
I.5. alliages à base d'aluminium.....	5
I.6. Désignation numérique.....	6
I.7. Signification des désignations.....	6
I.8. Classification des alliages d'aluminium.....	7
I-9- Utilisation d'aluminium et ses alliages.....	7
I-10. Le système Al-Cu.....	7
I -10.1 Propriétés des alliages Al-Cu.....	7
I.10.2. Diagramme d'équilibre du système Al-Cu.....	8
I.11. Traitements thermiques des matériaux.....	9
I.12. Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	10
I.12.1. Traitements d'homogénéisation.....	10
I.12.2. Traitements d'adoucissement.....	10
I.12.3 Traitements de trempe structurale.....	11
I .12.3.1.Principe.....	11
I. 13. Traitement industriel de trempe structurale.....	12

CHAPITRE II: Croissance et Cinétique des précipités

II -1-Introduction.....	13
II-2-Définition de la précipitation.....	13
II-3- Croissance des précipités.....	13
II-4-Morphologie de la précipitation.....	13
II-5- Les types de précipitation.....	14
II -5-1- la précipitation continue.....	15
II-5-2- La précipitation discontinue.....	15
II-5-2-1- Les différents types de précipitations discontinues.....	15
II-6-précipitation dans les alliages Al-Cu.....	17
II-7- Aspect cinétique des transformations de phases.....	19
II-8 Théorie générale des cinétique.....	19
II -9- Détermination des cinétiques et liens avec les mécanismes observés.....	20
II-10-Détermination de l'énergie d'activation et l'exposant (n) de la réaction correspondante.....	20
1 -Dans Le traitement non isotherme	
A . Méthode d'Ozawa.....	22
B . Méthode de Kissinger, Akahira et Sunose (KAS).....	22
C. Méthode de Boswell.....	22
2-dans Le traitement isotherme.....	20

CHAPITRE III: Techniques expérimentales

III -1- Choix des alliages.....	23
III -1-1- Préparation des alliages.....	23
III-1-2- Préparation des échantillons.....	23
III -1-3- Polissage.....	24
III-2- Traitements thermiques.....	24
III-3- Méthodes expérimentales utilisées.....	25
III-3-1-Analyse par la calorimétrie différentielle(DSC).....	25

Sommaire

III-3-1-1-Principe.....	25
III-3-1-2-Schéma de principe d'une calorimétrie différentielle.....	25
III-3-2- Diffraction des rayons.....	27

Chapitre IV: Résultat et discussion

IV -1- Etude par la DSC.....	28
IV-1-1- Les paramètres cinétique.....	31
IV-1-2-Détermination de l'énergie d'activation.....	31
IV-1-3- Détermination de l'exposant n (l'ordre de la réaction).....	35
IV-2-Etude par la diffraction des rayons X	38

Introduction générale

L'utilisation des matériaux dépend de leur disponibilité, de leur coût, de leur facilité de mise en forme et de leur compatibilité avec l'environnement (propriétés mécaniques, physiques et chimiques). Tout progrès technologique important est souvent lié au développement de matériaux dotés de propriétés améliorées ou de nouveaux matériaux. De toutes les méthodes destinées à améliorer la résistance des métaux, celle qui a eu le plus de succès est le durcissement par précipitation, pour un métal très ductile, tel que l'aluminium ou le cuivre.

Théoriquement une étude de la cinétique des changements de phase qui mettent en jeu plusieurs processus comme la germination (homogène et hétérogène) et la croissance (gouvernée par la traversée de l'interface ou par la diffusion dans la phase mère) s'avère très difficile. En effet, aucune étude physique complète n'a pu être développée dans ce sens ; cependant certaines lois approximatives dans la mesure ou elle ne tiennent compte que de l'énergie d'activation apparente, sont couramment utilisées dans l'étude de la cinétique de précipitation parce qu'elles sont plus ou moins en accord avec des mesures expérimentales.

Un modèle général pour la cinétique des transformations de phases à l'état solide a été discuté. Le modèle est valide pour les deux types de transformation : isothermes et anisotherme. Dans certains cas spécifiques, le modèle cinétique peut être simplifié (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK)). Dans le présent travail, on décrit le modèle numérique de genre cinétique (analyse isoconversionnelle), qui combine les deux processus de germination et de croissance ; ce modèle est applicable aux transformations isotherme et anisotherme, ce qui permet la correction de l'application inadaptée à la transformation anisotherme de certains concepts qui sont en fait seulement valides pour des transformations isothermes.

Ce mémoire de thèse s'articule donc en quatre chapitres :

➤ Le premier chapitre s'intéresse des notions générales sur les alliages d'aluminium et leurs domaines d'application.

Introduction générale

➤ dans le deuxième chapitre, on présente quelques aspects généraux des phénomènes de précipitation des solutions solides sursaturées, et on décrit les différentes étapes de précipitation dans les alliages des systèmes Al-Cu, et on rappelle des études sur la cinétique des transformations isotherme et anisotherme et surtout sur l'effet de la méthode d'analyse isoconversionnelle sur la précision du calcul de l'énergie d'activation apparente pour chaque processus de transformation,

➤ dans le troisième chapitre une présentation des alliages étudiés et des différentes techniques expérimentales est faite, c'est-à-dire l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la diffraction des rayons X.

➤ enfin dans le quatrième et dernier chapitre on présente les résultats expérimentaux obtenus, leurs discussions et leurs interprétations.

I.1 Introduction

L'aluminium est un élément du troisième groupe de classification de Mendéléiev, dont le nombre atomique est 13, la masse atomique 26.98 (uma) et la température de fusion 660°C. Il se cristallise dans le système cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille 0.404 nm. Sa masse volumique est 2.7 kg/cm³, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de $23 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, son module de Young de 6600 bar. L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques très réduites et insuffisantes pour son utilisation dans un bon nombre d'applications structurales, il est léger, ductile et il résiste à la corrosion. Il présente aussi une très bonne conductivité thermique et électrique [1,1].

L'aluminium industriel contient généralement 0.5% d'impuretés (principalement Fe+Si), mais il peut être obtenu presque pur par raffinage électrolytique (Al > 99.99%) [2,1]. Ces impuretés ont différents effets sur les propriétés électriques et mécaniques. Les propriétés d'aluminium peuvent être améliorées en ajoutant des éléments d'additions tels que le Mg, Si, Mn, Cu,.....

A la température ambiante, l'aluminium forme très vite une couche épaisse et adhérente d'oxyde Al₂O₃ (alumine), qui protège le métal. Par contre, ce film d'oxyde n'a qu'une résistance chimique limitée. Elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydrique, sulfurique et nitrique. Par contre, les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation: il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse de cet oxyde mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a également un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants spéciaux avant le colmatage [3,1].

I.2 Propriétés générales des alliages d'aluminium

Bien que, en tonnage, la production d'aluminium ne représente qu'un peu plus de celle des aciers, ce métal (et les alliages qui en dérivent) arrive en seconde position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit cette à un ensemble des propriétés qui, dans bien des circonstances, en font un matériau irremplaçable [4]. Parmi celles-ci, citons ce qui suit :

I.2.1 Résistance à chaud

La résistance à chaud est faible au-delà de 100°C, sauf pour la série 2000 (Al-Cu) ou l'on peut atteindre 300°C

I.2.6 Soudage

Le soudage est facile si l'on tient compte de la présence de la couche protectrice d'alumine. Les procédés sont donc des procédés sous gaz protecteur (TIG, MIG) ou sous vide (faisceaux d'électrons). Mais s'il n'y a pas de difficulté pour les alliages non trempant, par contre des problèmes peuvent exister pour les alliages trempant ayant une vitesse de trempe élevée (série 2000 ou Al-Cu). Il peut également exister des dangers de corrosion feuilletant après soudage d'alliages de la série 7000 ou Al-Zn[4].

I.2.3 Résistance à la corrosion

Comme pour l'aluminium non allié, elle est bonne grâce à la formation de la couche protectrice d'oxyde Al_2O_3 et elle peut être améliorée (plus épaisse) par anodisation. Les alliages d'aluminium présentent une bonne résistance à la corrosion par piqûres. Par contre, ils sont sensibles à la corrosion galvanique et des précautions sont à prendre en particulier avec le fer[4].

I.4. Influence des éléments d' addition sur les propriétés de l'aluminium

Le durcissement structural de l'aluminium est obtenu par l'objet des éléments d'addition. Ces derniers peuvent être soit en solution soit sous forme de précipités. Les éléments d'addition et, en particulier, les éléments de transitions, jouent un rôle très important dans la métallurgie de l'aluminium [5].

La teneur des éléments d'addition est limitée par le facteur de solubilité. Les éléments d'addition peuvent en même temps améliorer ou détériorer les autres propriétés physiques, chimiques et technologiques de l'aluminium pur [5]. Un certain nombre d'éléments d'addition sont rajoutés dans certains alliages pour lui donner une propriété particulière. Les éléments d'addition qu'on peut rencontrer en proportion importante (jusqu'à 10 ou 20%).

Dans les alliages à base d'aluminium sont le cuivre, le silicium, le magnésium et le zinc. En teneur plus faible (au plus 2%), on y trouve encore le nickel, le manganèse, le fer et le cadmium, et en proportion très faible, le titane, le chrome, l'antimoine, etc.

Les éléments en proportion très faible ont généralement pour principal but l'affinement du grain, que ce soit à la solidification, ou par la suite, du fait que ces additions s'opposent au grossissement du grain lors de la recristallisation [5].

Les alliages à base d'aluminium contiennent habituellement une certaine quantité de cuivre, de manganèse et de fer suite à la méthode d'élaboration de ces alliages. Ces éléments peuvent être aussi ajoutés délibérément pour fournir les propriétés matérielles spéciales. La présence de magnésium améliore la trempabilité du matériel. Le manganèse est habituellement ajouté pour réduire les effets néfastes des impuretés comme le fer et le silicium. Les éléments d'alliage peuvent entrer partiellement dans la solution solide et former en partie les particules intermétalliques. La composition des composés intermétalliques dépend du procédé de solidification lors de l'élaboration de l'alliage. Les joints de grains sont généralement les plus préférés.

Pour les alliages d'aluminium-cuivre (Al-Cu) qui se caractérisent par une mauvaise coulabilité, si on ajoute Ni +Mg on obtient des bonnes propriétés à chaud. Si nous rajoutons Fe + Ni, nous obtenons une précipitation de Al_3FeNi qui nous donne une bonne tenue mécanique jusqu'à $230^{\circ}C$ (fabrication des moteurs à turbine et structures d'avions supersoniques). A l'état trempé et vieilli, la résistance à la corrosion est médiocre.

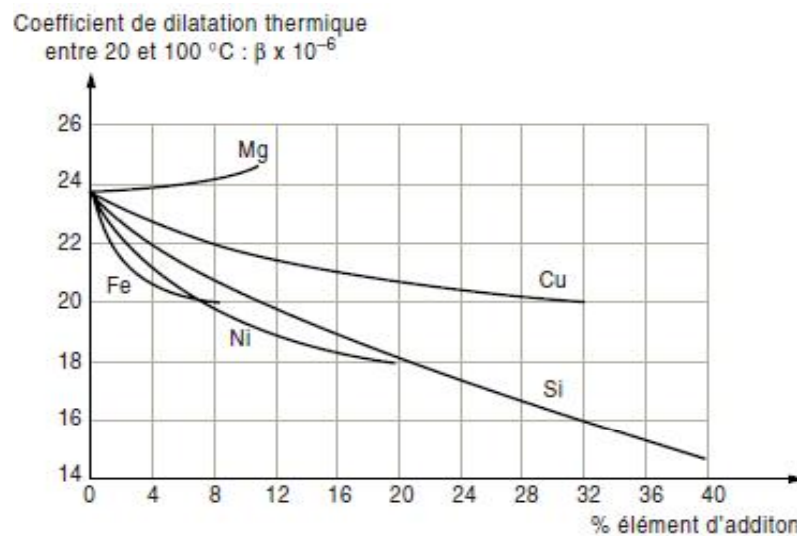


Figure . I. 1: Influence de quelques éléments d'addition sur le coefficient de dilatation thermique de l'aluminium [6].

I-5-alliages à base d'aluminium

I.5.1. Généralités

Il existe environ 310 alliages d'aluminium différents. Certains alliages possèdent des caractéristiques mécaniques qui répondent très bien aux besoins du domaine aéronautique. Les différents alliages à base d'aluminium sont désignés par

un nombre de quatre chiffres et sont classés en 8 séries en fonction des éléments d'alliages principaux (Tableau I-1)[7].

Tableau I-1 : Dénomination des différents alliages d'aluminium [8].

Série	Désignation	Élément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu - Al ₂ CuMg
Série 3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al ₆ Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	-
Série 5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
Série 6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
Série 7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn ₂
Série 8000	8XXX	Autres éléments	-
Série 9000	/	Non utilisé	-

I.6. Désignation numérique

les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres [8]. Ces quatre chiffres identifiant la composition chimique de l'alliage. Ce groupe de quatre chiffres est parfois suivi d'une lettre indiquant une variante nationale. Il est à noter que la norme européenne EN 573-1 indique que cet ensemble de quatre chiffres doit être précédé pour les alliages destinées à être corroyés par le préfixe EN, les lettre «A» (aluminium), «w» (pour les produits corroyés) et un tiret «-». La notation complète est rarement utilisée. Par ceci de simplification (Tableau. I.1).

I.7. Signification des désignations :

- Le premier chiffre indique l'élément d'alliage principal.
- Le deuxième chiffre indique une variante de l'alliage initial. Souvent il s'agit d'une fourchette plus petite dans un ou plusieurs éléments de l'alliage.
- Les troisième et quatrième sont des numéros d'ordre et serve à identifier l'alliage.

La seule exception est la série 1000 ces deux chiffres indiquant le pourcentage d'aluminium [8].

I-8 - Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium les plus répandus sont Al-Cu, Al-Si, Al-Mg, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg Si, Al-Mg-Si, ainsi que Al-Zn-Mg-Cu. A l'état d'équilibre tous ces alliages forment une solution solide faiblement alliée et des phases intermétalliques telles que Al_2Cu (θ), Mg_2Si (β). Il existe deux grandes classes d'alliages d'aluminium déformés plastiquement : ceux à durcissement par déformation et les alliages à durcissement par précipitation [5].

I-9- Utilisation d'aluminium et ses alliages

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 (superstructures et équipement) ; dans le bâtiment (toitures, façades, aménagement intérieur) ; dans l'industrie électrique (câbles et appareillages) ; pour la fabrication d'appareils ménagers, l'emballage, la décoration.

L'aluminium est peu utilisé à l'état pur, sauf en miroiterie, du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20 Kg/mm²), d'où son utilisation sous forme d'alliages. En effet, l'addition contrôlée des éléments d'alliages tels que : le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc, le cobalt améliorent les propriétés mécaniques.

I -10-Le système Al-Cu**I -10.1. Propriétés des alliages Al-Cu**

Les alliages de cette série se caractérisent d'une façon générale par[6] :

- une bonne tenue à chaud,
- une résistance à la corrosion bien inférieure à celle des alliages sans cuivre,
- des risques, sous certaines conditions, de susceptibilité à la corrosion intergranulaire ; mais des précautions particulières de protection : placage, traitements d'anodisation, peinture, permettent de surmonter ces inconvénients,
- des possibilités de soudage limitées : utilisation de techniques particulières telles que le soudage par faisceaux d'électrons.
- une aptitude au moulage variable mais assez médiocre,
- une résistance à la corrosion insuffisante en milieu agressif marin,
- mais une bonne usinabilité.

I -10-2. Diagramme d'équilibre du système Al-Cu

D'après le diagramme de phase à l'équilibre du binaire Al-Cu (figure I-3), huit phases différentes peuvent exister à une température inférieure à 300 °C[7].

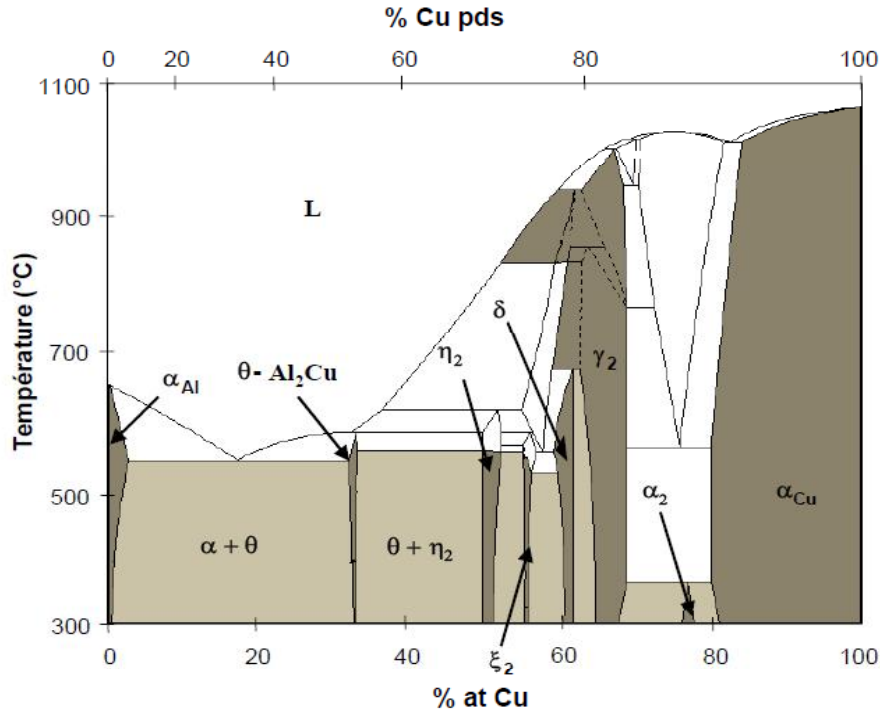


Figure I.2 : Diagramme de phase de l'alliage binaire Al-Cu à l'équilibre

La limite de solubilité du cuivre dans l'aluminium à température ambiante est d'environ 0,02% at. Pour des teneurs en cuivre supérieures, la phase θ -Al₂Cu coexiste avec la solution solide(Al), notée α -Al qui est stable en dessous de 660°C et cela jusqu'à une teneur en cuivre de 31,9 % at. Pour des teneurs en cuivre comprises entre 31,9 et 33 % at, le diagramme d'équilibre est caractérisé par un étroit domaine monophasé correspondant à l'existence du composé défini θ -Al₂Cu, stable en dessous de 591°C et pour lequel un léger écart par rapport à la stoechiométrie peut être admis. Pour des teneurs en cuivre supérieures à 33 % at, les phases θ -Al₂Cu et η_2 -AlCu coexistent, le domaine monophasé η_2 s'étendant sur le domaine de composition 49,8-52,3 % at Cu (stabilité de cette phase en dessous de 563°C). La phase ξ_2 -Al₉Cu₁₂ admet un écart à la stoechiométrie relativement faible puisque le domaine monophasé ξ_2 s'étend de 55,2 à 56,3 % at Cu (stable en dessous de 570°C). Néanmoins, cette phase a été relativement peu souvent mise en évidence et est à ce jour assez peu connue. Il en est de même pour la phase dont le domaine monophasé s'étend entre

59,3 et 61,9 % at Cu (stable en dessous de 686°C), la phase γ_2 -Al₄Cu₉ dont le domaine monophasé s'étend entre 62,5 et 69 % at Cu (stable dès 873°C) et enfin pour la phase α_2 dont le domaine monophasé s'étend de 76,5 à 78 % at Cu (stable dès 363°C).

Enfin, étant donné que la solubilité de l'aluminium dans le cuivre est relativement grande, le domaine d'existence de (Cu), noté α -Cu, est large et couvre des teneurs en élément cuivre comprises entre 80,3 et 100 % at (stable en dessous de 1085°C)[7].

Tableau I-2 : Dénomination des 8 phases métalliques, température d'apparition, géométrie et paramètres de mailles (Fichier JCPDS).

Phase	Temp d'apparition (°C)	Géométrie de la maille	Paramètres de maille
α -Al	660	CFC	a = 0,4041 nm
θ -Al ₂ Cu	591	Quadratique FC	a = 0,604 nm b = 0,486 nm
η_2 -AlCu	563	Orthorhombique Centré	a = 0,695 nm b = 0,416 nm c = 1,004 nm
		Cubique NaCl	a = 0,5013 nm
		CC	a = 0,291 nm
ξ_2 -Al ₉ Cu ₁₂	570	Monoclinique	a = 0,707 nm b = 0,408 nm c = 1,002 nm
δ	686	Monoclinique	*
γ_2 -Al ₄ Cu ₉	873	*	*
α_2	363	*	*
α -Cu	1085	CFC	a = 0,361 nm

* Signifie que les paramètres désignés n'ont pu être trouvés ou sont inutiles à la suite de l'étude.

I.11. Traitements thermiques des matériaux

Les traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier.

En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : la trempe, le revenu, le recuit et le vieillissement [9].

1.12.Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium susceptible de durcissement structural, alors que le dernier traitement est très important et très spécifique.

1.12.1 Principaux types de traitements thermiques

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium peuvent être classés en trois types principaux[6] :

- les traitements dits d'homogénéisation généralement pratiqués sur les produits coulés avant leur transformation ou également sur les produits déjà corroyés ;
- les traitements d'adoucissement par recuit ou restauration, généralement appliqués en cours ou en fin de transformation ;
- les traitements de trempe structurale

1.12.2 Traitements d'homogénéisation

Ce sont des traitements comportant un chauffage à température relativement élevée appliqués à certains produits bruts de fonderie ou corroyés et destinés le plus souvent à en faciliter la transformation à chaud ou à froid (filage, étirage, laminage, forgeage). Ils consistent en général en des maintiens de 6 à 48 heures à des températures allant de 450°C à 610°C, qui ont pour but général de dissoudre les phases métalliques en excès et de réaliser une homogénéisation de la composition de la solution solide. Le corroyage est une opération consistant à déformer un métal avec allongement, généralement, mais non obligatoirement dans un sens privilégié: il est effectué à chaud, à tiède, à température ordinaire et permet par déformation appropriée (forgeage, matriçage, laminage, filage...) d'obtenir des produits à la forme désirée. Il est défini par le rapport de corroyage S/s avec[10] :

S : section avant déformation;

s : section après déformation;

Il ne faut pas confondre le corroyage avec l'érouissage.

L'érouissage est la modification de l'état structural d'un métal ou d'un alliage résultant d'un corroyage ou d'une déformation plastique localisée à température ordinaire (par fois à tiède). Il est définie par la réduction de section $[(S-s)/S] \times 100$.

Cette expression doit remplacer celle du taux d'écroissage qui correspond au rapport : $[(S-s)/S] \cdot 100$ [10].

I.12.3 Traitements d'adoucissement

Ils ont pour but d'adoucir un métal ou un alliage durci par écroissage ou par trempe structurale. Dans les cas de l'écroissage, ce sont les traitements de restauration et les recuits de recristallisation. Ces traitements ont des effets semblables à ceux décrits pour l'aluminium. Seules les températures de traitement sont plus élevées pour les alliages :

➤ Le traitement de restauration est effectué à 200-300°C pendant une à 8 heures; la structure ne se modifie pas, pourtant les caractéristiques mécaniques évoluent d'autant plus que la température est plus élevée et le temps de maintien est plus long. Au niveau atomique il n'y a qu'une réorganisation des dislocations engendrées par l'écroissage : certains s'annihilent, d'autre se réarrangent au joints et sous joints de grains d'où la malléabilité de l'alliage.

➤ Le traitement de recristallisation est effectué à 300-400°C pendant 0.5 à 3 heures ; les atomes se regroupent suivant des nouvelles directions pour former un petit cristal d'orientation quelconque. Avec le temps de nouveaux atomes viennent s'agglutiner autour du petit cristal 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 structure 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 de la trempe structurale, c'est un recuit de précipitation qui consiste en un chauffage assez prolongé à température comprise entre la température de revenu et la température de mise en solution d'un produit trempé et mûri ou revenu dans le but d'obtenir un adoucissement relativement important par évolution des précipités provenant des constituants de l'alliage.

I.12.4 Traitements de trempe structurale

❖ Principe

Le traitement de trempe structurale des alliages d'aluminium comprend une mise en solution solide suivie [10]:

➤ d'un refroidissement suffisamment rapide pour maintenir à la température ambiante la solution solide existant à des températures plus élevées;

➤ d'un traitement de revenu ultérieur à l'ambiante (=maturation) ou à une température supérieure qui conduit à un durcissement de l'alliage.

❖ **Traitement industriel de trempe structurale**

Ce traitement va être défini par :

➤ Un traitement de mise en solution: la température de ce traitement est très précise car dans le cas général, le domaine $T_s - T_1$ n'est pas important. Il faut en particulier éviter d'atteindre la température de brûlure pour la quelle l'alliage commence à fondre aux joints de grains. La régénération de l'alliage par traitement thermique ou mécanique est alors impossible. Pour éviter la brûlure due à la ségrégation mineur on évite de dépasser la température TE (eutectique).

➤ Une vitesse critique de trempe qui est la vitesse minimale permettant d'obtenir à température ambiante la solution solide sursaturée.

➤ Un traitement de maturation ou de revenu. Certains alliages sont favorablement influencés par un temps d'attente entre trempe et revenu. Un écrouissage entre trempe et revenu est conduit à des effets favorables dans certains cas[10].

précipitation peut généralement être discontinue (cellulaire) si elle permet le développement de cellules biphasées issues de sites particuliers (joints de grains, dislocations...).

II.1. Introduction :

La précipitation d'une solution solide sursaturée est un processus physicochimique dont la cinétique est déterminée par plusieurs facteurs. En particulier la présence des défauts du réseau et leur répartition dans l'alliage, et le type de transformation (décomposition spinodale, précipitation continue et précipitation discontinue). 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 elles se produisent. Ces modifications consistent le plus souvent en une élévation de la limite élastique, de la charge de rupture et de la dureté. L'évolution de ces grandeurs au cours du vieillissement dépend dans une large mesure de la température et de l'état structural du matériau.

II.2. Définition de la précipitation :

La précipitation est un processus qui correspond à une transformation à l'état solide caractérisé par une germination et une croissance d'une ou de plusieurs phases. Elle consiste en général en une décomposition de la solution solide sursaturée ; la matrice mère en deux nouvelles phases : la matrice appauvrie et la phase précipitée[13].

II .3.Croissance des précipités

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction des atomes ou molécules à l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement. Dans la croissance par diffusion d'une phase dans un système binaire, il faut considérer non seulement le transfert des atomes à travers l'interface, mais aussi la redistribution des deux espèces d'atomes, puisque la phase en développement à une composition différente de celle de la phase mère. La vitesse de croissance dépend alors de la vitesse à laquelle les atomes sont apportés vers l'interface par diffusion ou éloignés de cette dernière (croissance contrôlée par la diffusion dans la phase mère), et de la vitesse à laquelle ils traversent l'interface (croissance contrôlée par la traversée de l'interface) [5].

II.4.Morphologie de la précipitation

Dans le cas d'un refroidissement lent, les précipités sont grossiers et très espacés. Dans le cas d'un refroidissement rapide, ils sont fins et très rapprochés (fig. 3) [5].

Quand on refroidit lentement, l'enthalpie libre de précipitation est faible et le taux de germination est faible aussi et pour assurer la proportion d'équilibre en Al_2Cu , les rares germes doivent croître en de gros précipités très distants les uns des autres.

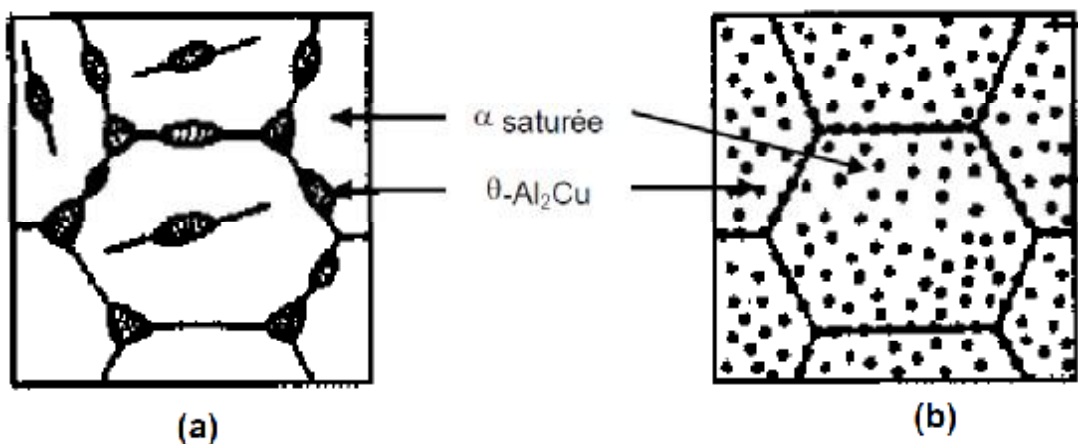


Figure .03 : Microstructure d'un alliage Al- 4 % pds Cu obtenue soit par refroidissement lent (a), soit par refroidissement rapide (b) [14].

II.5. Différent type de la précipitation

Il existe deux types de précipitation : la précipitation discontinue et la précipitation continue.

II.5.1. Précipitation discontinue

On dit qu'il y a précipitation discontinue quand, pendant la transformation, le cristal est divisé en deux catégories de régions: les unes où la transformation est complète, les autres où la solution solide sursaturée (α') reste inchangée. Elle nécessite donc la germination et la croissance des cellules constituées de produits biphasés (lamelle de seconde phase noyée dans la matrice d'équilibre). Partant de la solution solide (α'), on obtient donc un mélange d'une solution solide (α) réorientée ou non par rapport à la phase mère et appauvrie, et d'une phase nouvelle (β) dispersée dans (α) [5].

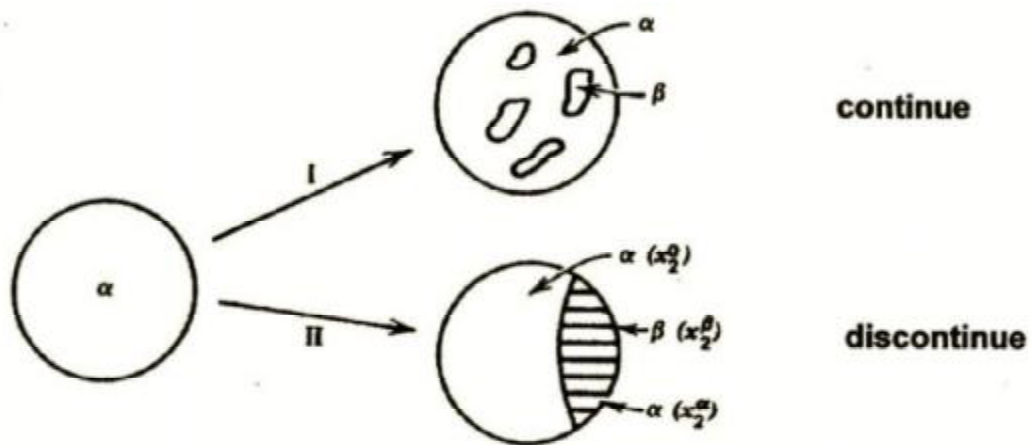


Fig. 0 4 : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation

II.5.2. Précipitation continue : La précipitation continue est une transformation pendant laquelle la concentration en soluté de la phase mère diminue continûment jusqu'à sa valeur d'équilibre. Cette précipitation conduit donc, 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[5].

II.6. Les différents types de précipitation discontinue :

II.6.1 - Précipitation interfaciale :

Pour ce type Le produit de la précipitation présente une structure cellulaire contenant des lamelles alternées derrière un front de réaction qui est identique à un joint de grains incohérent (Fig. 05). Pour un recuit isotherme la distance interlamellaire reste approximativement constante. Dans ce type de réaction le transport de la matière est assuré par la diffusion interfaciale le long du front de réaction qui est un joint de grains de forte désorientation[11].

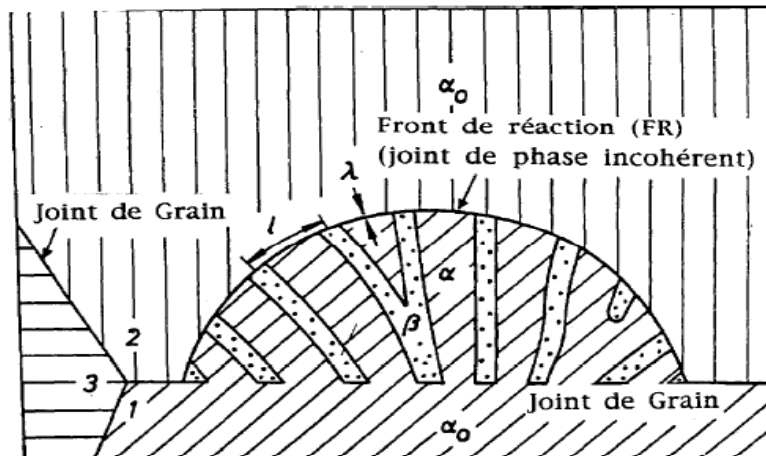


Fig. 05. Représentation schématique d'une réaction de type interfaciale

II.6.2. Précipitation sur les dislocations :

Les dislocations jouent un rôle dans les processus de germination et de croissance des précipités, car elles forment des régions préférentielles pour la précipitation (Fig. 06). Ce deuxième type de précipitation diffère du premier type (en plus de ces caractéristiques de germination à l'intérieur des grains) par [11] :

- 1- l'orientation de la matrice appauvrie qui est la même que celle de la solution solide sursaturée,
- 2- les particules précipitées ne sont pas lamellaires mais de petites plaquettes de structure cristallographique bien déterminée,
- 3- la diffusion en volume de l'élément soluté.

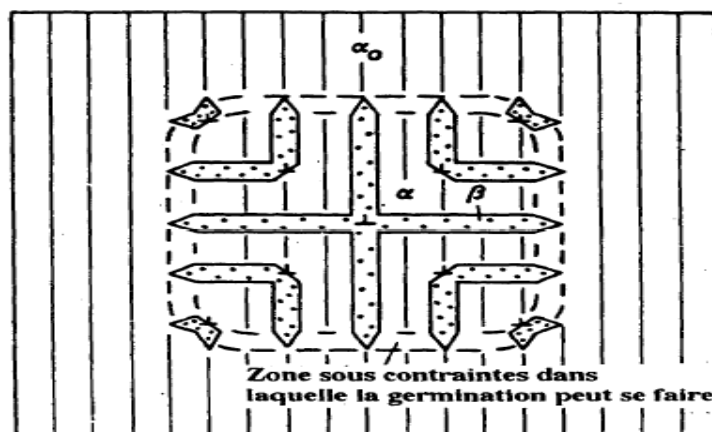


Fig. 06. Représentation schématique d'une réaction se produisant sur des dislocations

II.7. La précipitation dans les alliages Al-Cu

-Les zones GP

Les zones GP sont formées de disques, d'atomes de Cu, de l'ordre 40 –200 Å de diamètre, plans et parallèles aux plans {100} de la matrice[12], notés {100}Al. Elles seraient constituées soit de monocouches [12], soit de couches superposées pouvant contenir jusqu'à 50 % d'atomes de cuivre (25 à 45 % d'après Hono et al. [12]). Ces particules ont un diamètre moyen de 10 nm et l'épaisseur d'un seul plan atomique. On trouve cependant, pour un traitement thermique donné, une grande disparité de taille. L'effet de taille des atomes (cuivre plus petit que l'aluminium: $a_{Cu}/a_{Al} = 3,61/4,05 = 0,89$) provoque la contraction des plans atomiques sur les zones GP mais ces zones sont cohérentes avec la matrice. La densité de zones GP est de l'ordre de 10^{18} cm^{-3} [12].

- La phase θ''

La phase θ'' (ou GP II), précipite sous forme de plaquettes parallèles aux plans {100} de la matrice, soit par précipitation homogène en présence des zones GP, soit par précipitation hétérogène sur les zones GP. Elle se présente sous la forme de plans riches en Cu (toujours dans les plans {100} de la matrice) séparés par deux (GP II(2)) ou trois (GP II(3)) plans riches en Al. Cette phase est toujours cohérente mais les contraintes élastiques internes sont plus importantes que dans le cas des zones GP. Elle est en partie responsable du maximum de durcissement des alliages du système Al-Cu.

- Précipitation de la phase intermédiaire θ'

La phase θ' se présente sous forme de plaquettes dont les grandes faces sont cohérentes et parallèles aux plans {100} de la matrice. Cette phase a une structure quadratique avec $a = 0,404 \text{ nm}$ et $c = 0,581 \text{ nm}$, un groupe d'espace $I4/mmm$ et les sites d'Al et de Cu ont la symétrie $4m2$ et $4/mmm$ respectivement [12].

-La précipitation de la phase d'équilibre θ (Al_2Cu)

Enfin, la phase θ de stoechiométrie Al_2Cu est la phase d'équilibre. Elle présente une structure quadratique centrée de paramètres $a = 0,607 \text{ nm}$ et $c = 0,487 \text{ nm}$ (Fig. 7), où les atomes de Cu dans les sites $\pm(0, 0, 1/4)$, alors que les atomes d'Al à $\pm(u, u + 1/2, 0)$, $\pm(u + 1/2, \bar{u}, 0)$ avec $u = 0,1581$ [30], avec le groupe d'espace suivant $I4/mcm$.

Elle est totalement incohérente. L'énergie d'interface est de l'ordre de 1 à 2 J.m⁻² [12].

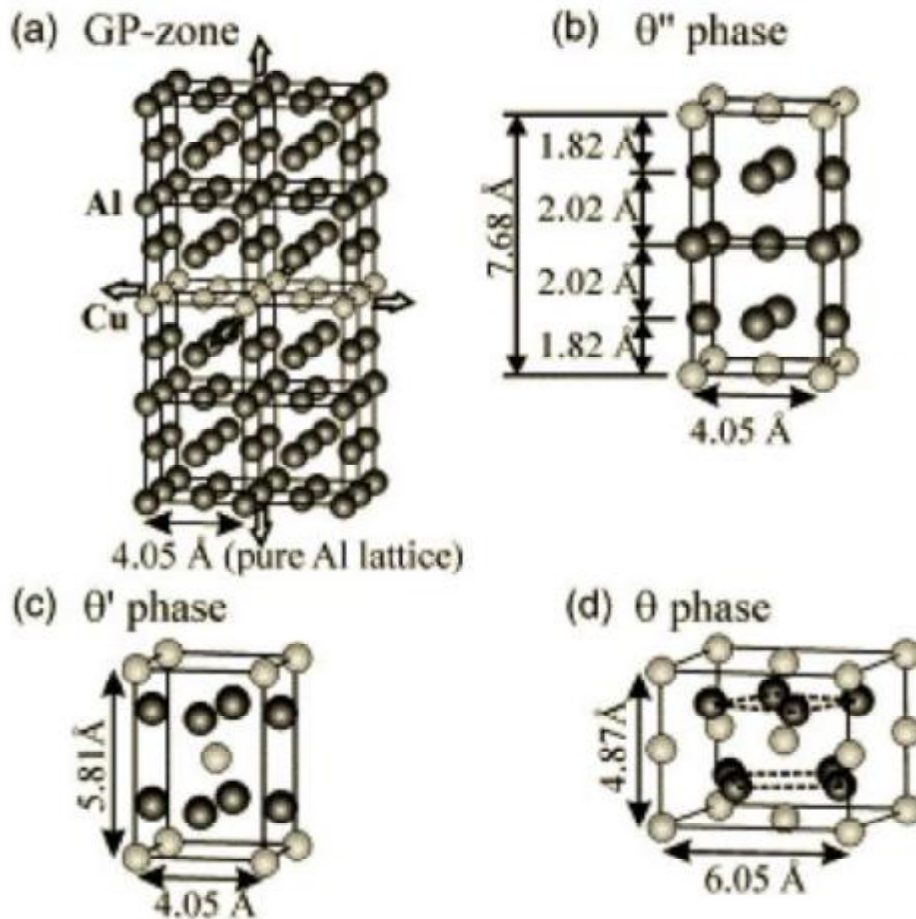


Fig.07. Structure cristalline de (a) les zones GP, (b) la phase θ'' , (c) la phase θ' et (d) la phase θ .

II.8. Théorie générale des cinétiques

La cinétique de transformation (précipitation et dissolution des précipités) est toujours reliée aux concepts des énergies d'activation et de l'ordre de réaction. Des études des processus de précipitation sont associées aux processus de germination et de croissance qui dominent dans les alliages sursaturés. En général, des énergies d'activation séparées doivent être identifiées à chaque étape de germination et de croissance dans une transformation, bien qu'elles aient été habituellement combinées en une énergie d'activation représentative du processus global de précipitation [15,16].

II.9. Détermination des cinétiques et liens avec les mécanismes observés

Il est intéressant d'identifier plus précisément les mécanismes distincts de précipitation des phases afin d'accéder à une meilleure compréhension des microstructures formées au cours des traitements thermiques. Pour cela, nous avons cherché à formuler les cinétiques expérimentales obtenues en utilisant l'expression Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) dont nous rappellerons brièvement leur établissement.

Bien que les processus mis en jeu durant les transformations de phases soient généralement complexes, l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) est vérifiée expérimentalement dans de nombreux cas [17-18] et permet de mieux cerner les mécanismes mis en jeu. L'objectif consiste ici à exploiter les cinétiques globales afin de pouvoir relier leurs paramètres descriptifs (n, k) aux mécanismes de transformations impliqués.

II.10. Les Paramètres cinétiques :

A- Détermination de l'énergie d'activation et l'exposant (n) de la réaction correspondante :

- Le traitement isotherme

La base théorique de l'interprétation des résultats DSC est fournie par la théorie de Johnson-Mehl-Avrami (JMA), qui décrit l'évolution de la fraction de cristallisation, x, avec le temps t, au cours d'une transformation de phase sous une condition isotherme:

$$x = 1 - \exp\left[-(k t)^n\right]$$

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

n : coefficient de JMAK.

t : temps de maintien isotherme (en secondes),

k : constante de vitesse dépendant essentiellement de la température, est généralement exprimée par l'équation Arrhenian :

$$k = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right)$$

E L'énergie d'activation, R est la constante des gaz parfaits et T est la isotherme la température en Kelvin et k_0 est le facteur de fréquence.

On utilise le logarithme sur l'équation de JMA:

$$-\ln(1-x) = (k t)^n$$

On utilise deux fois le logarithme, on obtient:

$$\ln[-\ln(1-x)] = n \ln k + n \ln t$$

Les grandeurs $Y = \ln(\ln(1/(1-x)))$ et $X = \ln(t)$ sont alors utilisées pour déterminer les valeurs respectives des coefficients n et k .

-Le traitement non-isotherme

Dans une expérience non isotherme, la température est changée de façon linéaire avec le temps à un ϕ vitesse de chauffage ϕ ($= dT / dt$):

$$T = T_0 + \phi t$$

où T_0 est la température initiale, et T est la température au bout du temps t .

$$x = 1 - \exp\left\{-\left[\frac{k(T - T_0)}{\phi}\right]^n\right\}$$

Si le taux de transformation est au maximum de la courbe à $T = T_p$ et

$$\frac{d^2x}{dt^2} = 0$$

$$\ln\left(\frac{T_p^2}{\phi}\right) = \ln\left(\frac{E}{R}\right) - \ln k + \frac{E}{RT_p}$$

Un tracé de $\ln(T_p^2 / \phi)$ par rapport $1/T_p$ devrait donner une ligne droite dont la pente et l'interception peut être utilisé pour calculer E et K , respectivement.

➤ Méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS)[20] :

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p^2}\right) = -\frac{E_a}{RT_p} + C$$

➤ Méthode d'Ozawa, Flynn et Wall (OFW)[21] :

$$\ln \phi = -1,0516 \frac{E_a}{RT_p} + C$$

➤ **Méthode de Boswell [22]:**

Cette Méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p}\right) = -\frac{E_a}{RT_p} + C$$

III Techniques expérimentales

III -1- Choix des alliages

Les deux alliages d'aluminium qui ont fait l'objet de notre étude sont : Al-4% mass Cu et Al-2% mass Cu. Le premier alliage a été choisi avant la limite du domaine monophasé α -Al du diagramme d'équilibre de l'alliage binaire Al-Cu, pour pouvoir obtenir après trempe la phase α . Le deuxième est proche du point eutectique, de température de fusion plus basse, facilite la solidification rapide. Nous étudierons l'influence de la solidification rapide en fonction de la teneur en cuivre et de la vitesse de refroidissement sur les propriétés structurales et microstructurales. La préparation de ces alliages se fait à partir de l'aluminium et du cuivre purs tous deux en forme de tôle, avec une pureté au moins égale à 99.9%, de la manière suivante :

III -1-1- Préparation des alliages

On prend l'aluminium et du cuivre purs avec une pureté au moins égale à 99.9%, et on les pastille sous une pression 20 MPa, on laisse les échantillons quelques instants ; et on les pèse.



Figure .III.1. Dispositif d'élaboration

Pour la préparation de ces alliages, une quantité des éléments (Aluminium et cuivre) sont mis dans un creuset en alumine rempli de KCl sous forme de poudre, avant d'être introduit dans le four pour protéger notre alliage contre l'oxydation pendant la fusion des éléments métalliques, et qui est aussi très efficace pour les températures utilisées et pour ces types de métaux. La température du four est fixée à 1150°C atteinte après une heure avec un temps de maintien d'environ 30 min.

Après fusion et solidification, l'homogénéisation des alliages obtenus est faite à 350 °C pendant 15 heures afin d'éliminer la ségrégation mineure éventuelle.

III-1-2- Préparation des échantillons

Des échantillons cylindriques ont été utilisés pour la dilatation thermique (1cm de longueur et 3mm de diamètres) et pour l'analyse calorimétrique différentielle DSC (2mm de hauteur et 4mm de diamètres avec une masse variant de 40 a' 60 mg) et pour les observations métallographique et diffraction X, les échantillons avec une dimension (1cm /1cm).

III -1-3- Polissage

Un polissage mécanique avec du papier abrasif (500, 800, 1000 et 1200), disposé sur les disques d'une polisseuse. La vitesse et le temps de polissage pour chaque échantillon sont respectivement de 250 rotations par minute . Après chaque polissage les échantillons sont nettoyés de tout résidus à l'aide d'un solvant approprié tel que l'éthanol et séché à l'air comprimé. Le polissage de finition est un polissage à la pâte diamantée répartie à l'aide d'un diluant sur le disque. Les granulométries utilisées sont 9 et 3 μm .

III-2- Traitements thermiques

Dans le but d'obtenir des solutions solides sursaturées, les alliages ont été portés à 520°C pendant 7 h pour Al-Cu (domaines monophasés des deux systèmes) afin de dissoudre tout le cuivre dans leurs solutions solides et ensuite trempés rapidement dans l'eau froide.

Des vieillissements isothermes (à des températures comprises entre 150 et 450 °C) et anisothermes des solutions solides ainsi sursaturées ont ensuite été effectués pour différentes durées de maintien, afin de suivre les mécanismes de décomposition de la phase sursaturée α et son évolution dans les différents domaines de température.

III-3- Méthodes expérimentales utilisées

III-3-1-Analyse par la calorimétrie différentielle(DSC)

III-3-1-1-Principe

La calorimétrie différentielle (DSC) est une technique utilisée pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'on les chauffe ou on les refroidit.

L'analyse calorimétrique différentielle reste une des meilleures techniques pour la détection des transformations de phase à l'état solide, grâce à la mesure de l'énergie mise en jeu lors d'un chauffage. En général, on note l'apparition de deux types de pics : l'un exothermique lié aux processus de précipitation des phases d'équilibre et l'autre endothermique lié aux processus de dissolution de ces dernières.

Les fractions volumiques des phases sont proportionnelles au changement d'enthalpie, ces dernières sont données par la mesure de l'aire de chaque pic. Toutefois, ces aires dépendent de la ligne de base de la courbe de DSC, ce qui n'est pas facile à tracer (il faut un choix judicieux).

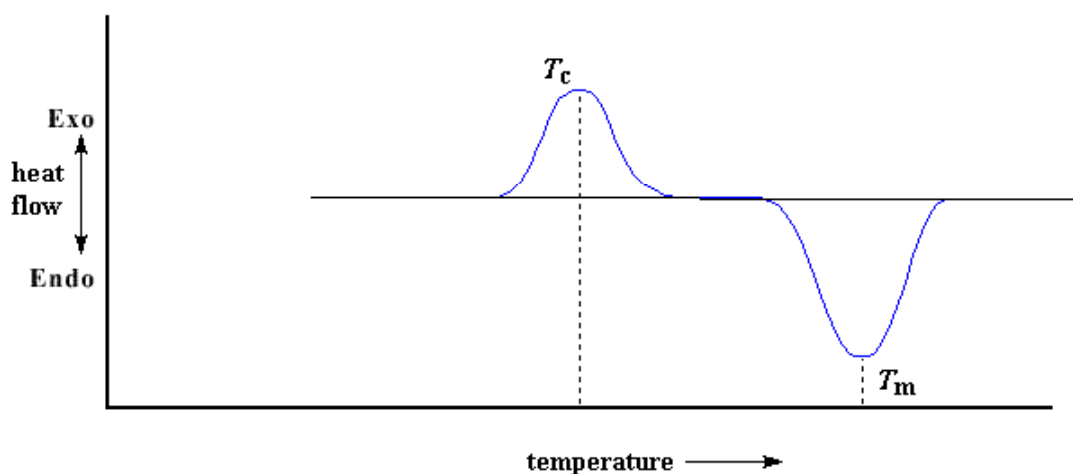


Figure IV. 4 : Courbe de DSC

III-3-1-2-Schéma de principe d'une calorimétrie différentielle

Les mesures de calorimétrie ont été effectuées sur un appareil de type DSC 200 PC (NETZSCH), qui permet de mesurer le flux de chaleur (Figure ...). On dispose de deux fours indépendants dans lesquels on place d'une part l'échantillon mais ne présentant aucune transformation dans la gamme de températures utilisées (Aluminium pur 5N dans notre cas).

On enregistre la différence de flux de chaleur Q nécessaire pour maintenir l'échantillon et la référence à la même température, imposée par le cycle thermique. Nos échantillons sont pris à l'état de trempe.

La calorimétrie différentielle(DSC) permet de mesurer les libérations et les absorptions de flux d'énergie qui ont lieu dans un échantillon durant un cycle thermique. Ces variations de flux sont représentatives des modifications microstructurales qui s'opèrent : transformations de phases, restauration et recristallisation(exothermique).

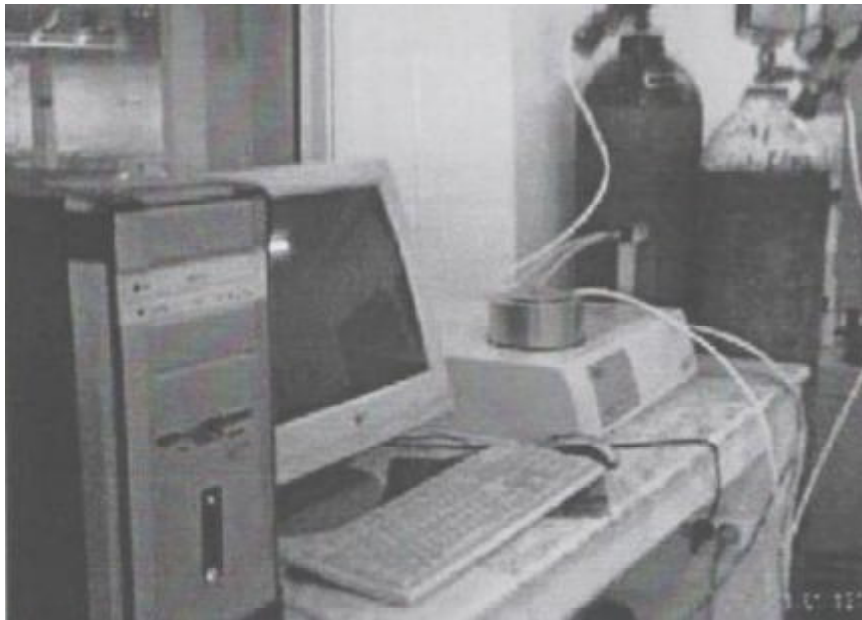


Figure .2:l'appareil d'analyse calorimétrique différentielle utilisée (DSC 200PCNETZSCH).

III-3-2- Diffraction des rayons X

Dans un réseau cristallin l'arrangement des atomes est périodique. La distance entre les plans atomiques d'une même famille de plans (hkl) est dite distance "inter réticulaire". Lorsqu'une espèce cristalline est irradiée par des rayons X de longueur d'onde λ inclinés d'un angle θ , le rayonnement diffracté doit vérifier la relation de Bragg:

$$2dhkl \sin\theta = n\lambda$$

n : Ordre de la diffraction,

λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X,

d_{hkl} : Distance réticulaire,

θ : Angle d'incidence des rayons X.

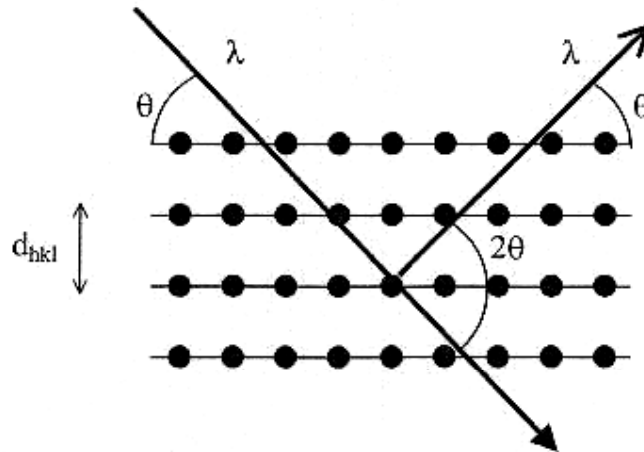


Figure IV. 2 : Famille de plans cristallins en condition de Bragg.

La diffraction des rayons X (DRX) permet l'analyse qualitative et quantitative de la matière condensée. La forme des pics de diffraction peut être reliée à la microstructure cristalline. La connaissance des positions des pics et l'intensité du faisceau diffracté permettent l'identification des phases présentes.

L'ensemble des spectres de diffusion ont été réalisés sur un diffractomètre <Bruker D8 Advances >, lié à un micro-ordinateur pour enregistrer les diffraction. Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode. Le filtre est constitué de nickel et ne laisse passer que la raie $K\alpha$ ($\lambda\alpha=1.5406 \text{ \AA}$). (Figure .3). Dans les conditions suivantes : tension du tube $V=40\text{KV}$ et l'intensité du filament $I=30 \text{ mA}$.

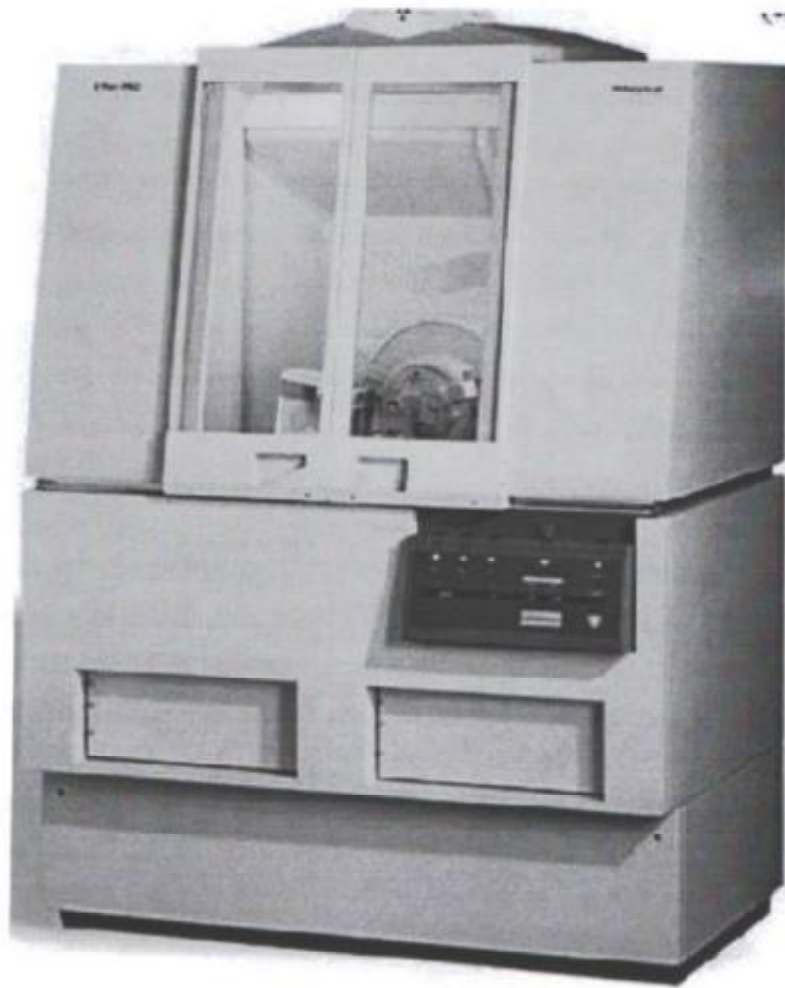


Figure .03: Diffractomètre de type BrukerD8 Advances..

V.1.1.1. Résultats de l'analyse calorimétrique:

Les cinétique anisothermique de la précipitation d'un alliage Al 4,5 % mass Cu. pour différent vitesses de chauffage ont été étudiées par analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC) pour déterminer les paramètres cinétique (l'énergie d'activation du processus de précipitation) pour cela les échantillons ont été chauffés avec différentes vitesse ($v=2; 5$ et $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$).

Pour l'échantillon Al-4,5 %Cu à l'état trempé, la courbe DSC (figure V.1) révèle au cours du chauffage, deux pics exothermiques : le premier pic exothermique est situé entre $[207-275^{\circ}\text{C}]$, et le deuxième entre $[261-345^{\circ}\text{C}]$.

L'identification de ces pics exothermiques montre que le premier pic correspond la formation de la phase θ' et le deuxième c'est la phase θ .

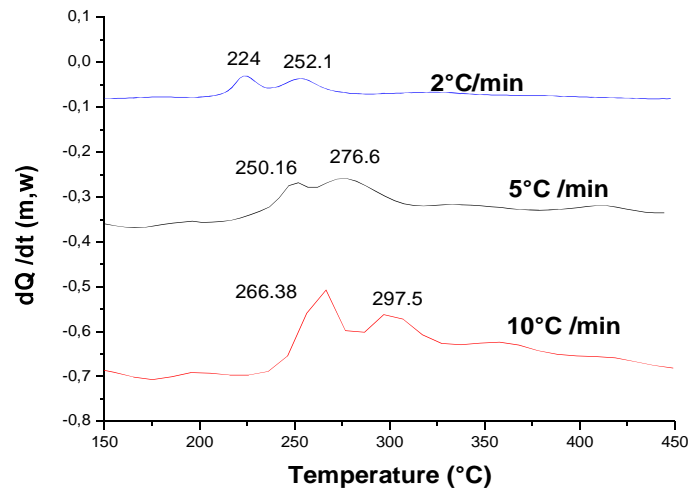


Figure. IV.1. Les courbes DSC obtenues au cours du chauffage des échantillons Al-4,5 % Cu homogénéisés 480°C , trempés et chauffés avec différentes vitesses $V= 2, 5, 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

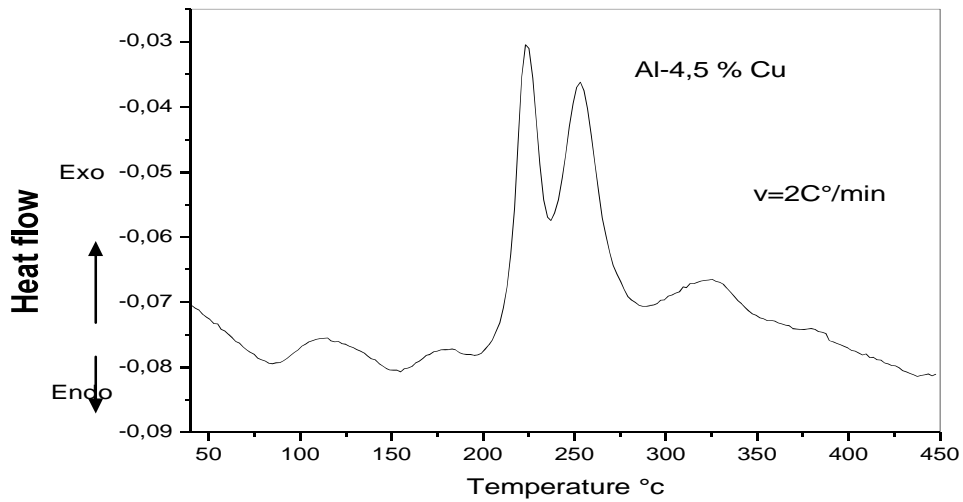


Figure . IV.2. Les courbes DSC obtenues au cours du chauffage d'un échantillon Al-4,5 % mass. Cu homogénéisé 480°C, trempé et chauffé avec : $V=2\text{ C}/\text{min}$.

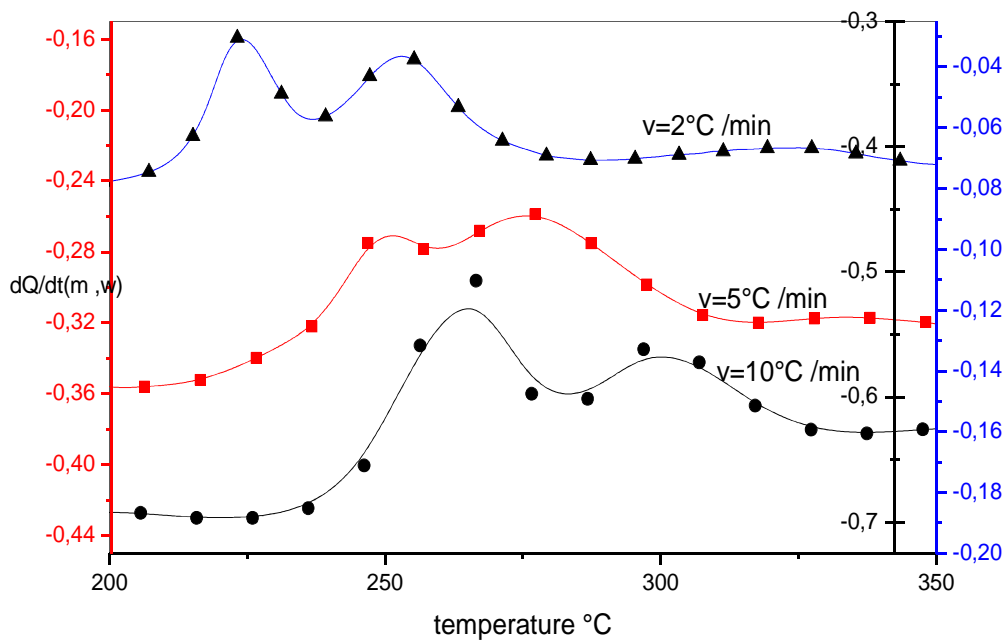


Figure. IV.3. Les courbes DSC obtenues au cours du chauffage des échantillons Al-4,5 % mass. Cu homogénéisés 480°C, trempés et chauffés avec différentes vitesses $V=2, 5, 10\text{C}^\circ/\text{min}$.

A. Détermination de l'énergie d'activation :

A.1. Non isotherme:

La détermination des paramètres cinétiques et principalement de l'énergie d'activation, s'appuie sur différentes méthodes. Parmi ces modèles, citons ceux de Kissinger, de Flynn, Wall et Ozawa, et de Boswell que nous avons utilisés car ils permettent d'effectuer les calculs des paramètres cinétiques.

-Méthode de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) :

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

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p^2}\right) = -\frac{E}{T_p R} + C$$

Pour chaque vitesse de montée en température, sous air, nous avons déterminé la température T_p pour laquelle la transformation (formation ou dissolution) est maximale dans la première étape, l'évolution de $\ln(v/T_p^2)$ en fonction de $1/T_p$ est donc linéaire avec une pente de E_a/R .

- Méthode d'Ozawa, Flynn et Wall (OFW) :

Pour calculer l'énergie d'activation on a utilisé cette méthode isoconversionnelle d'Ozawa qui est très répandue et basée sur l'évolution de la température T_p du pic exothermique et ou endothermique en fonction de la vitesse ϕ de chauffage, et qui est définie par la relation suivante :

$$\ln(\phi) = -1.0518 \frac{E}{T_p R} + C$$

La courbe $\ln\phi = f(1/T_p)$ donne une ligne droite approximative avec une pente de $(-1,0516 E_{act}/R)$.

- Méthode de Boswell :

Cette Méthode est définie par la relation suivante :

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p}\right) = -\frac{E}{T_p R} + C$$

Elle est aussi basée sur l'évolution de la température T_p du pic exothermique et ou endothermique en fonction de la vitesse V de chauffage ; la courbe $\ln(V/T_p) = f(1/T_p)$ donne donc une ligne droite avec une pente égale à $(-E_{act}/R)$.

L'énergie d'activation E_a est obtenue à partir de la pente du droit en fonction de $(1000/T_p)$ ou C , C_1 et C_2 sont des constantes la droite à été tracée à l'aide du logiciel d'origine par l'option de fit linéaire (IV. 4).

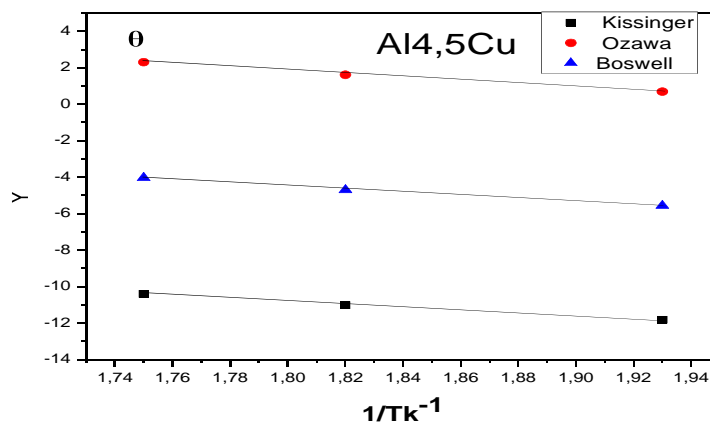
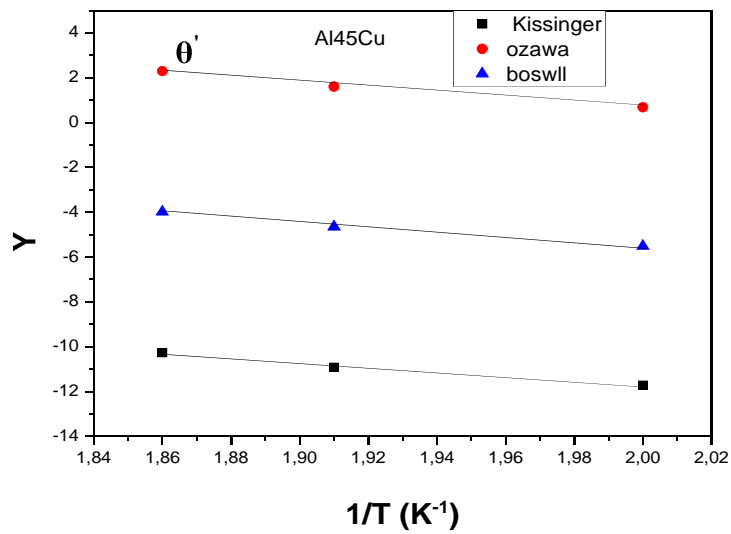


Figure IV.4. Courbes de $Y = f(1000/T_p)$ de l'alliage Al- 4,5 % mass. Cu tracées d'après trois méthodes.

Tableau IV.1: Tableau IV.1 Représente des valeurs différentes de l'énergie d'activation déterminée par trois méthodes de l'alliages Al-4,5% mass Cu homogénéisés, trempés et chauffés avec différentes vitesses $V= 2, 5, \text{ et } 10 \text{ }^\circ\text{C/min}$.

Energie d'activation K Joule/mole	Kissinger	Ozawa	Boswell
θ'	68,35	74,32	74,31
θ	65,58	77,59	65,49

En trace la fraction (x) pour calculer (n) et l'énergie d'activation (E_a).

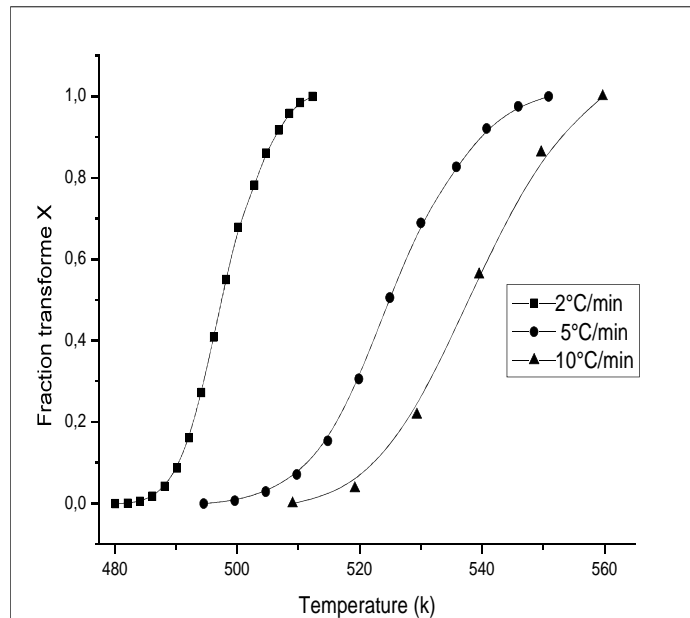


Figure. IV .5. Variation de la fraction cristallisée de l'alliage avec la température sous différentes vitesses de chauffe.



Figure. IV. 6. Vitesse de croissance de Al_2Cu avec le temps à différentes vitesses de chauffage.

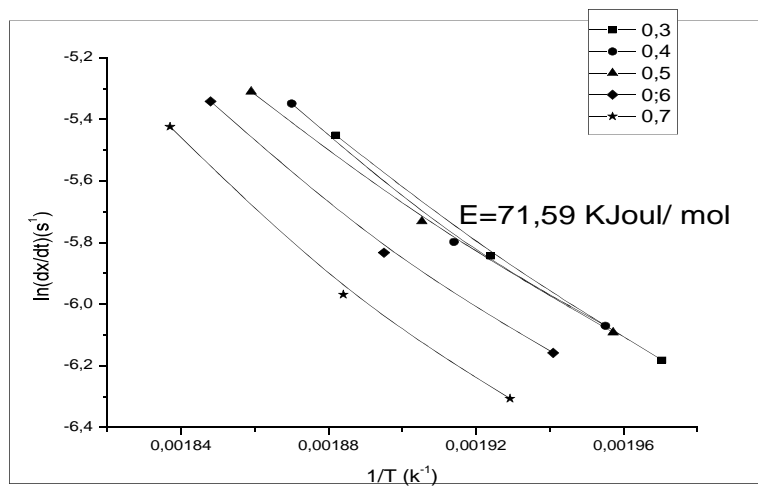


Figure. IV. 7. Variation de $\ln(dx/dt)$ par rapport à $1/T$ à la valeur de la fraction cristallisée, x , des expériences à différentes vitesses de chauffage.

X	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	Energie moyenne
Energie KJ/moule	68,50	70,63	66,07	73,08	79,69	71,59

Tableau 2: Les valeurs de l'énergie d'activation, E, pour la fraction cristallisée différente.

Détermination de l'exposant n de réaction par la Méthode de Matisuta :

A partir de l'analyse fine d'essais de DSC en isotherme et anisotherme, un modèle basé sur une généralisation en anisotherme d'un modèle de type Avrami à deux mécanismes est proposé. Le premier correspond à la cristallisation primaire avec un coefficient d'Avrami de 2.1, tandis que le second correspondant à la cristallisation interlamellaire a un coefficient de 1,7. Ce double mécanisme se traduit macroscopiquement par l'apparition d'un double pic de fusion lors des essais DSC.

La fraction transformée x à une température constante T peut être déterminée à partir de la relation suivante :

$$-\ln(1-x) = \frac{c}{v^n} \left(\frac{-nEa}{RT} \right)$$

Cette expression est dérivée par Matsuta à partir de l'équation classique de Johnson-Mell-Avrami-Kolmogorov (JMAK) à une température fixe $T=T_f$ et de telle sorte que la valeur de α soit indépendante de la vitesse de chauffage V à la température T_f , d'où l'équation précédente devient alors :

$$\ln(-\ln(1-x)) = -n \ln v + C$$

On remarque que l'évolution à la température 510K de $\ln(-\ln(1-x))$ en fonction de $\ln v$ est donc linéaire (droite) avec une pente de $(n=2.18)$ voir(figure VI. 8), ce qui peut correspondre à un mécanisme de transformation de phase entraîné par la diffusion.

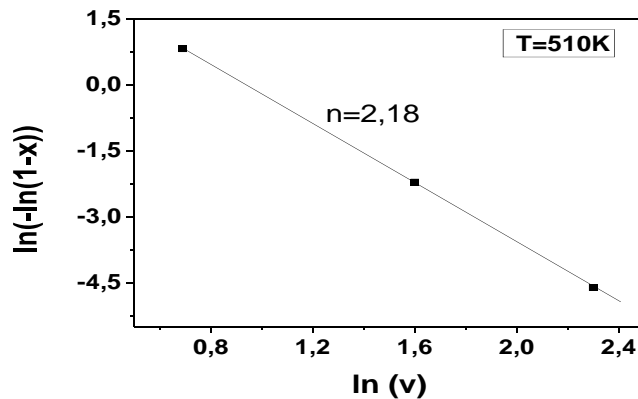


Fig. V. 8. Variation de $\ln [-\ln(1-x)]$ en fonction de $\ln(v)$ a la température 510K

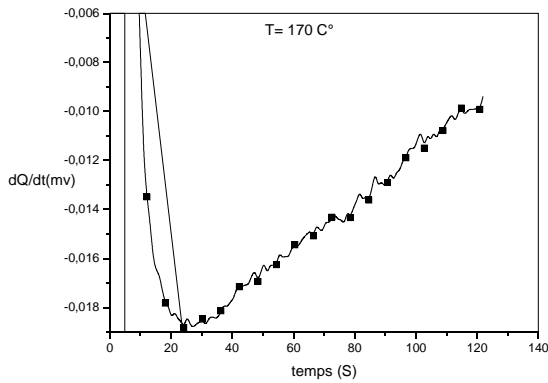
Etude isotherme

Afin d'illustrer la fiabilité de la méthode de balayage multiple taux, le DSC isotherme a été faite sur le même alliage que celui utilisé pour le chauffage non-isotherme, les températures ont été contrôlées à 473 et 483K. L'analyse DSC isotherme est donnée à la (Fig.9). Au moyen de l'équation Johnson-Mehl- Avrami pour la transformation isotherme:

$$\ln(-\ln(1-x)) = \ln k + n \ln(t - \tau)$$

où x est la fraction transformée en fonction du temps de vieillissement isotherme est présentée à la (Fig. 10.a). Cette figure montre les courbes sigmoïdes à des températures de 473 et 483K. n peuvent être obtenues en traçant $\ln(-\ln(1-x))$ en fonction $\ln(t - \tau)$ (Fig .10.b). De Fig. 10, l'exposant Avrami, $n = 2.32 \pm 0,11$, ce qui est en bon accord avec la valeur selon la méthode de non-isotherme décrit dans la première section.

T=170°C: Il n'ya pas de pic (n'existe pas de transformation de phase)



T=200°C :on a, deux pics exothermiques (il ya une transformation de phase) : le premier pic correspond la formation de la phase θ' et le deuxième c'est la phase θ .

Les premières lignes dans la figure 10 présent l'énergie instable.

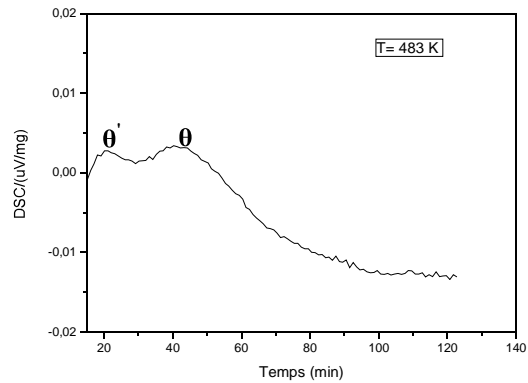
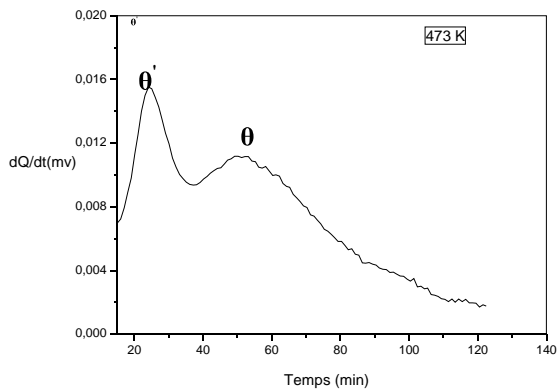
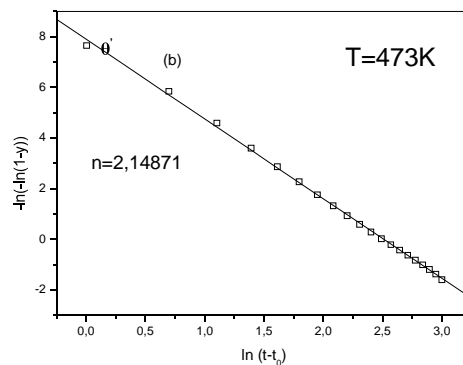
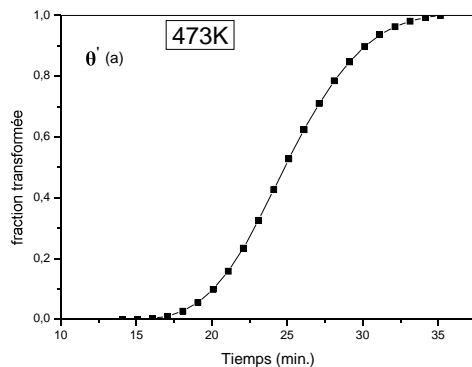


Fig. IV .9. Courbes DSC isothermes d'Al-4,5wt% Cu trempés à T=473K et 483K pendant 2h



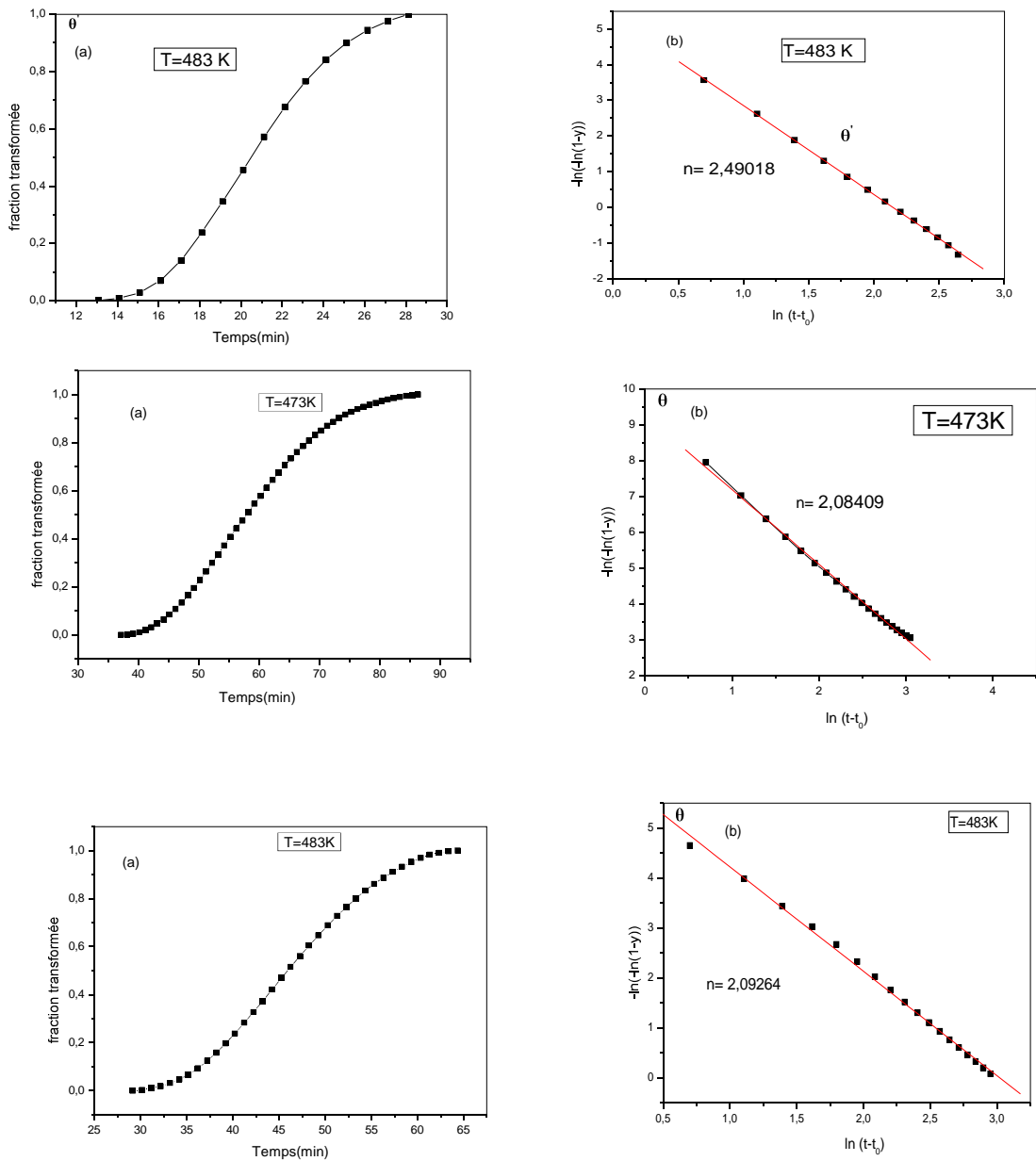


Figure IV.10. Courbes de la fraction transformée en fonction du temps (a), et $\ln(-\ln(1-x))$ en fonction du $\ln(t - \tau)$ (b)

V-3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est le moyen le plus adapté pour mettre en évidence les phases présentes dans les matériaux; elle est très sensible à toute perturbation de la périodicité du réseau cristallin.

On fait un traitement thermique de l'alliage Al-4,5 % Cu. Dans une température constante $T=150^{\circ}\text{C}$ pour des instants différents 3, 6 et 50 heures. On a exposé les échantillons précédant à la diffraction de rayons X comme il est présenté dans la figure (. IV .12) on a observé des grandes pics (Al) et des petits pics (Al_2Cu) après 3 et 6 h à 50 h, la phase intermédiaire (Al_2Cu) commence à se dégrader pendant le temps il ya une solidification de la phase intermédiaire dans la phase mère.

On chauffe l'alliage Al-4,5 % Cu à $T=500^{\circ}\text{C}$ et trempe à l'eau ou à l'huile jusqu'à température ambiante. On obtient ainsi, à température ambiante, une solution solide fortement sursaturée figure (. IV .13).

-calcule les paramètres du réseau :

$$20,705 \longrightarrow 88\% \quad (110); \lambda=1,54\text{Å}$$

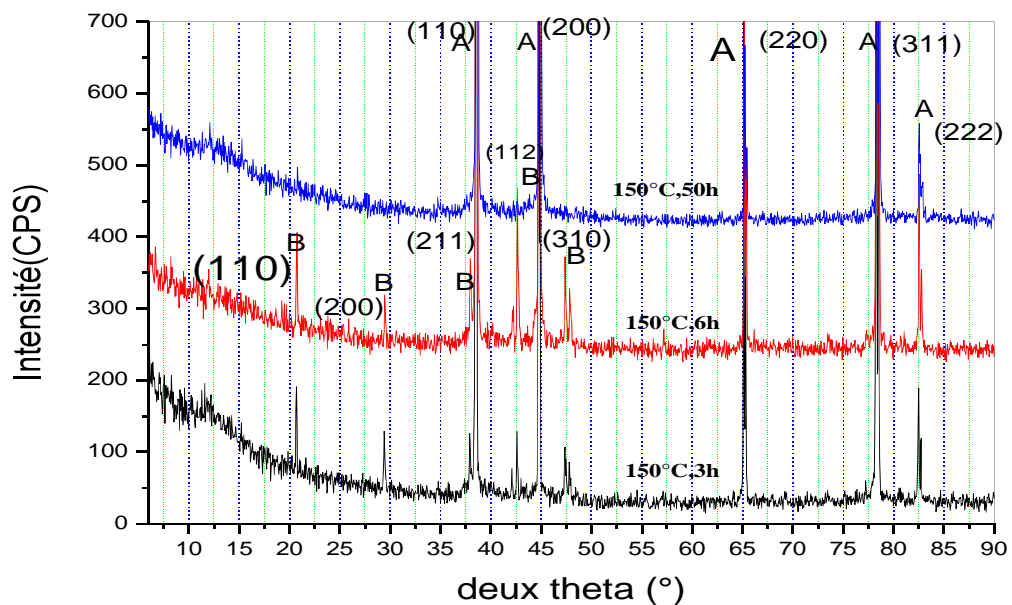
$$2d\sin\theta = \lambda \quad ; d_{110}=4,295\text{Å}$$

$$d_{211}=2,374\text{Å} \quad ; 1/d^2 = h^2/a^2 + k^2/a^2 + l^2/c^2 \quad (110) \longrightarrow 1/d^2 = 2/a^2, \quad a=6,074\text{Å}$$

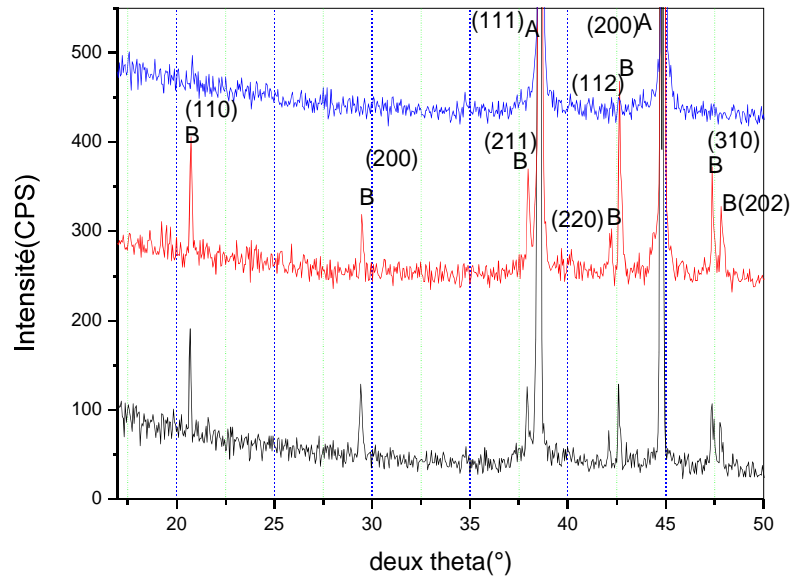
$$1/d^2(221) = 5/a^2 + 1/c^2 \quad 1/(2,374)^2 - 5/(6,074)^2 = 1/c^2 \quad , \quad c=4,884\text{Å}$$

Théoriquement ($a=6,053\text{Å}$, $c=4,87\text{Å}$).

Les valeurs expérimentales sont très proches des valeurs théoriques.



(a)



(B)

Figure . IV .11. :Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Al-4% .mass Cu .avec A: Aluminium(α) et B: $\text{Al}_2\text{Cu}(\theta)$,à température 150°C pendant 3h ,6h et 50h.

Le fichier ASTM nous permet de comparer le spectre de chaque phase du minéral Al-Cu avec celui enregistré. En faite nous sommes en présence de deux phases : la première phase est α -Al où les atomes de Cu sont en solution solide désordonnée de substitution dans Al (cfc). La seconde phase θ - Al_2Cu (tétraogonale) est présente sous forme de précipités aux joints de grains de la matrice α -Al.

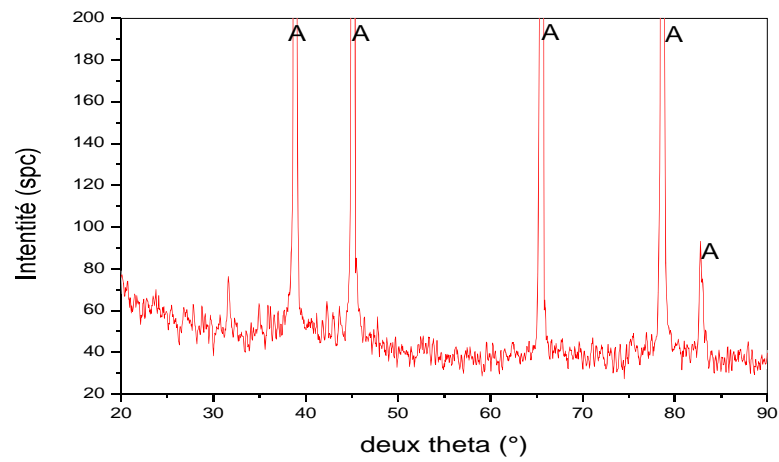


Figure . IV .12. :Spectre de diffraction des rayons X de l'alliage Al-4% .mass Cu .homogénéisé à 550°C et trempé jusqu'à température ambiante/A \equiv α .

Conclusion générale

Conclusion générale

La cinétique de formation et de dissolution des précipités est toujours reliée aux concepts des énergies d'activation E_a et de l'ordre de réaction (n).

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de ce mémoire avait pour objectif essentiel l'étude de l'influence de la vitesse de chauffage sur la transformation dans l'alliage Al- 4,5 % mass. Cu. On a utilisé plusieurs méthodes expérimentales, simples mais assez rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux de recherches scientifiques, on citera particulièrement l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) et la diffraction des rayons X.

Les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle de l'alliage Al-4,5% mass. Cu nous a permis de calculer les énergies d'activation de formation des phases θ' et θ -(Al₂Cu) (70,32KJ/mole) ,(E_{moy}=71,55KJ/mole) on utilisant les méthodes de Kissinger, Ozawa et Boswell(non isotherme) et égale (71,59 KJ/mole)(isotherme) .

La méthode de matisuta permette de calculé le coefficient d'avrami (n) caractérisant le mécanisme de transformation.

Le coefficient d'Avrami n qui caractérise le mécanisme de transformation, qui contrôle la précipitation dans les conditions isotherme et non isotherme est 2.32 et 2.18 respectivement dans la phase (θ') respectivement(mécanisme de transformation de phase entraîné par la diffusion).

Les résultats de diffraction des rayons X montrent bien l'influence du traitement thermique sur la quantité de la phase précipitée θ -(Al₂Cu) , cette dernière augmente avec la température et le temps de vieillissement.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques:

- [1] A. Boubertakh, Thèse d'Etat, Université de Constantine (2002).
- [2] R. Guemini, Thèse d'Etat, Université de Constantine (2002).
- [3] T. Abid, Thèse de Magidter, Université de Constantine (2007).
- [1'] A. youcef, These de doctorat Université de Constantine(2006)
- [4] J.P. Bailon et J. M. Dorlot, Des Matériaux, par presses internationales Polytechniques, pp.227242 et 512-520, réimpression, automne,2004, Canada.
- [4'] M .Sara, Thèse de Magister, Université de Constantine (2007).
- [5] B. Ghania, Thèse de Magister, Université de Constantine Soutenu le (2007)
- [6] Michel Colombié MATÉRIAUX MÉTALLIQUES Chapitre 08
- [7] Jonathan IDRAC le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse (2005)

- [8,4'] T. Abid. Mémoire de magister. Université de Constantine (2007).
- [9] A. ouabdia. Mémoire de magister. Université de Constantine (2005).
- [10] M. Sara Mémoire de magister. Université de Constantine Soutenu le(2007).
- [11] A. Aïcha Thèse de Magidter Université de Constantine (2006).
- [12] A. ASSIA. Thèse de Magidter Université de Constantine (2007)
- [13] Hamana, S. Nebti, Z. Boumerzoug and A. Boutefnouchet, Phil. Mag., A, Vol. 67, N° 5, p. 1143 (1993).
- [14] MF.ASHBY and DRH.JONES, Matériaux, 2 Microstructure et mise en oeuvre, DUNOD ,p. 94-96, (1991).
- [15] C. V. Massardier, T. Epicier, *Mater. Sci. Forum*, 396-402 (2002) 851- 856.
- [16] M. Avrami, J. Chem. Phys., 9 (1941) 177-184.

- [17] A. Perovic, D. D. Perovic, G. C. Weatherly, D. J. Lloyd, *Scripta Mater.*, 41(7) (1999) 703-708
- [18] J. J. Gracio, F. Barlat, E. F. Rauch, P. T. Jones, V. F. Neto, A. B. Lopes, *Int. J. Plasticity*, 20 (2004) 427- 445.

- [19] T. Ozawa, J. Therm. Anal. Vol. 2, p 301 (1970).

- [20] Kissinger, *Anal. Chem.* 29 (1957) 1702.

- [21] T. Ozawa, *Therm. Anal.* 203 (1992) 159.

Références Bibliographiques

- [22] P.G. Boswell, J. Chem. Phys. 18 (1966) 353.
- [23] Matusita, K., Sakka, S. and Matsui, Y., Determination of activation energy for crystal growth by differential thermal analysis. *J. Mater. Sci.*, 1975, 10, 961–966.
- [24] H. Flynn and L. A. Wall J. Polym. Sci., Vol 4, p. 323 (1966).

ملخص

إن الهدف من هذا العمل هو دراسة التحولات الطورية ; و حركية الترسيب الغير المستمر للسبيكة من سبائك الالمنيوم ذات; التصليد البنيوي و هي : AI-4 % mass. Cu. لهذا الغرض استعملنا طرق تجريبية بسيطة ومختلفة لكن دقيقة و ملائمة لهذا النوع من الدراسات لتتبع مختلف التطورات البنيوية منها التحليل الحراري التفاضلي و انعراج الأشعة السينية. ثم قمنا بحساب طاقة التنشيط للأطوار المترسبة و معامل التنشيط n لعدم ثبوت درجة الحرارة باستعمال عدة طرق *Kissinger-Akahira-Sunose (KAS)*, *Ozawa-Boswell* و *Flynn-Wall (OFW)* و لثبوت درجة الحرارة.

الكلمات المفتاحية: التحليل الحراري التفاضلي, حركية الترسيب E_a ; السبيكة AI-Cu; انعراج الأشعة السينية.

Résumé:

Le but de ce travail est l'étude de la changement de phase et la cinétique de la précipitation dans l'alliage Al-4% mass. Cu. Pour cela, on a utilisé plusieurs méthodes expérimentales simples mais rigoureuses et adaptées à ce genre de travaux scientifiques, pour suivre les diverses évolutions structurales ; on citera en particulier l'analyse calorimétrique différentielle et la diffraction des rayons X. pour calculer l'énergie d'activation de formation des précipités en utilisant différentes méthodes isoconversionnelles comme celles de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS), Ozawa-Flaynn-Wall (OFW) et de Boswell et par la méthode isotherme.

Mots clés : énergie d'activation, alliage Al-Cu, cinétique de précipitation, DSC,DRX

Abstract :

The objective of this work is to study the change of phase in alloy Al-4,5 wt. % Cu, using several simple but rigorous, experimental techniques, adapted to this type of scientific research. To follow the structural evolution, we mainly use differential scanning calorimetry and the X rays diffraction. The obtained results of the differential scanning calorimetry analyses show a shift to the higher temperatures of the effects observed, which have allowed calculating the effective energy activation of formation of the precipitates, using isoconversionnal methods of Kissinger-Akahira-Sunose (KAS), Ozawa-Flaynn-Wall (OFW) and the Boswell and the isothermal method.

Keywords: energy activation, Al-Cu alloys, precipitation kinetics, DSC