



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

MANALLAH Naanaa

THEME

**Influence de la vitesse de chauffage sur la formation et
dissolution de la phase S''(Al₂CuMg) dans l'alliage
Al3%Cu1%Mg.**

Soutenue le :

Devant le jury composé de :

H.Belhouchet	MCA Univ. de M'sila	Président
M. Fatmi	MCA Univ. de Sétif	Rapporteur
B.Ghabouli	MCA Univ. de Sétif	Examineur
F.Sahnoune	MCA Univ. de M'sila	Examineur

Promotion Juin 2014

Remerciements

Tout d'abord remerçons Dieu tout puissant qui nous a éclairés vers le bon chemin.

Ce travail a été réalisé dans le Laboratoire de la Faculté des Sciences de l'Université

Farhat Abbes Sétif, sous la direction de Monsieur le Professeur **M. Fatmi**

Je lui adresse mes remerciements les plus vifs de m'avoir accueilli dans son

Laboratoire, de m'avoir initié à la recherche et pour sa disponibilité à mon égard et la

réalisation de ce travail, malgré ses énormes charges ; comme je lui dois beaucoup

pour les précieux conseils qu'il m'a donnés.

J'exprime ma gratitude à Monsieur **F. Sahnoune**, Professeur au Département de

Physique de la Faculté des Sciences de l'Université M'sila .

J'adresse mes plus sincères remerciements à Monsieur **M. Heraiz**

Professeur au Département de l'Université de M'sila . Maître de Conférence au

Département de Physique de la Faculté des Sciences de l'Université de M'sila.

Mes sincères remerciements également à tout(es) mes ami(es) :

S. ZOHRA, A. NESEINE, B. HASNA, W. KHADIDJA, Z. DJIHAD, D. SABAH, M. LAILA

, S. IMEN, A. TAWFIQ, CH. SADEK et Z. HOSSEM

Je remercie tous les amis et tous les enseignants

du Département de Physique

de la Faculté des Sciences de l'Université de M'sila,

Mon maître, mon guide, mon soutien

Mon livre dans la grande école de la vie : Mon père

An grand cœur rempli d'amour de tendresse et de patience

Toi ma mère bien aimée

Pour tous les sacrifices et leur Soutien moral

Et matériel dont ils ont fait

Preuve pour que je réussisse.

Je le dédie également à :

mon très cher frère :Saber

pour son esprit constructif et qui représente pour moi la source de confiance et tendresse.

Et Mes très chers frères : khaled , koussay , mohammed baha eddin, lokman

A tous mes oncles et mes tantes

A tous ma grande famille

Pour finir j'adresse mes remerciements à mes très chers amis qui sont devenus des sœurs pour moi,

Hasna, Sameh, Zohra, Mounira

A tous mes belles amies :Nesrin , Samia, Iman,Mouna, Khadidja , Sabah, Djihad

A toutes personnes que j'aime et qui m'aiment.

Et Tous Mes Amis promotion 2014

Sommaire

Introduction Générale.....	02
----------------------------	----

Chapitre I : Généralités sur les processus de précipitation

I.1. Introduction.....	06
I.2. Transformation de phases.....	06
I.3. Généralité sur les alliages à base d'aluminium.....	07
I.4. Généralités sur les phénomènes de précipitation.....	08
I.5. Les types de précipitation.....	09
I.5.1. La précipitation homogène (continue).....	09
I.5.2. La précipitation hétérogène (discontinue).....	10
I.6. Types de précipitation discontinue.....	11
I.6.1. Précipitation sur les défauts de réseaux (dislocations).....	11
I.6.2. Précipitation sur les joints intra-cristallins	12
I.6.3. Précipitation inter faciale	12
I.6.4. Précipitation aux joints d'interphases	13

Chapitre II : Cinétique des transformations de phases

II.1. Aspect cinétique des transformations de phase.....	17
II.2. Loi cinétique de la précipitation.....	17
II.3. L'équation d'Arrhenius.....	18
II.4. Les équations de type JMAK.....	19
II.5. Les paramètres cinétiques.....	21
II.6. L'énergie d'activation.....	21
II.7. Détermination de l'exposant n de réaction.....	22

Chapitre III : La précipitation dans l'alliage Al-Cu et Al-Cu-Mg

III.1. Introduction.....	26
III.2. Séquence de précipitation.....	27
III.2.1. Précipitation de la phase θ''	29
III.2.2. Précipitation de la phase θ'	29
III.2.3. Précipitation de la phase θ	29
III.2.4. Approche phénoménologique de l'étude de la cinétique de précipitation	30
III.2.5. Séquences de précipitation	33

Chapitre IV : Alliage étudié et méthodes expérimentales utilisées

IV.1- Choix de l'alliage.....	39
IV.2- Préparation des alliages.....	39
IV.3- Traitements thermiques.....	39
IV.4- Préparation des échantillons.....	39
IV.5- Méthode d'étude	39
IV.5.1. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC).....	39
IV.5.2. Description.....	40
IV.5.3. Principe de la méthode.....	40

Chapitre V : Résultats et Discussions

V.1. Etude par la DSC (Conditions an isothermes)	43
V.2. Détermination de l'énergie d'activation	46
V.3. Exposant n (l'ordre de la réaction n).....	50
V.4. Conclusion générale.....	55

Introduction générale

Introduction générale

De nombreux alliages de d'Aluminium ont été conçus pour des applications dans les domaines aéronautique et aérospatial, où sont très largement exploitées leurs excellentes propriétés spécifiques. Dans les moteurs d'avion et disques de turbine ou des carters, l'usage de ces alliages se limitant aux éléments de moteur dont la température n'excède pas 500°C

L'étude des transformations de phases au cours de la décomposition des solutions solides sursaturées a longtemps attiré l'attention des physiciens et des spécialistes dans le domaine des sciences de matériaux. Cela a permis de déterminer les mécanismes des transformations, d'édifier les théories et d'établir des modes pratiques de traitement thermique des alliages. L'une des transformations de phases à l'état solide qui intéresse plus particulièrement les chercheurs de nos jours est la réaction de précipitation discontinue qui a été observée dans plus de 80 alliages binaires ; elle est liée à un mouvement des joints de grains et à la diffusion intergranulaire. C'est la décomposition d'une solution solide sursaturée en deux d'autres phases distinctes apparaissant souvent sous forme de lamelles contenues dans des cellules situées aux joints de grains de forte désorientation.

Dans la plupart des cas, la précipitation discontinue a lieu simultanément avec la précipitation continue. Des études des processus de précipitation sont associées à celle des processus de germination et de croissance qui dominant dans les alliages sursaturés. En réalité, les trois étapes de germination, croissance et coalescence peuvent intervenir simultanément et doivent être traitées ensemble pour modéliser les cinétiques de précipitation. Une approche simplifiée qui permet de traiter simultanément les trois étapes en approximant l'évolution de la fraction volumique par une loi de puissance du type Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov.

Introduction générale

La cinétique de transformation est toujours reliée aux concepts des énergies d'activation et de l'ordre de réaction. En général, des énergies d'activation séparées doivent être identifiées à chaque étape de germination et de croissance dans une transformation, bien qu'elles soient habituellement combinées en une énergie d'activation représentative du processus global de précipitation. Des méthodes, celle de Kissinger et d'Ozawa utilisent l'analyse isoconversionnelle qui est une méthode indépendante du choix du modèle cinétique et qui livre de précieuses informations sur les énergies d'activation.

Dans le cadre de ce travail, nous avons voulu nous intéresser à l'effet de la vitesse de chauffage sur les transformations an isothermes des alliages Cu-3%mass. Cu-1% mass. Mg. Pour cela on a jugé utile d'élaborer nous même les matériaux à étudier au niveau de notre laboratoire transformation de phases.

En plus d'une introduction où on présente et on justifier le choix de ce thème de recherche, et d'une conclusion où on résume l'essentiel des résultats obtenus et d'une liste des références bibliographiques consultées, le mémoire se compose de cinq chapitres :

- ▶ le premier chapitre rassemble les généralités sur les processus de précipitation continue et discontinue (définition et condition d'apparition de la précipitation continue et discontinue, différents types de réactions de précipitation discontinue) et sur les processus de germination, de croissance et de coalescence, ainsi que sur les mécanismes de durcissement dans les alliages,
- ▶ Le second chapitre donne un aperçu sur les cinétiques des transformations de phases et les méthodes de calcul des paramètres cinétiques,

Introduction générale

- ▶ Le troisième chapitre expose les résultats des travaux consacrés à la précipitation dans les systèmes Al-Cu et AlCuMg
- ▶ Le quatrième chapitre détaille les conditions d'élaboration et de traitement thermique des échantillons ainsi que les différentes méthodes expérimentales utilisées,
- ▶ Les résultats expérimentaux obtenus, leur discussion et leur interprétation sont donnés dans le chapitre cinq.

Chapitre I :
Généralités sur les processus de
précipitation

I.1. Introduction

L'aluminium et ses alliages jouent un rôle important dans l'industrie, ils occupent la deuxième place dans la construction de différentes pièces après le fer. Ces alliages, notamment les alliages à durcissement structural, sont de plus en plus utilisés dans l'industrie automobile et aéronautique du fait de leur bon compromis densité propriétés mécaniques (une faible densité d'aluminium et meilleures propriétés mécaniques).

Ces alliages sont naturellement estimés pour les applications nécessitant des propriétés mécaniques élevées pour lesquelles le prix n'est pas le seul argument déterminant. Les transformations de phases conduisent, pour des températures décroissantes à un état caractérisé par :

1. Une nouvelle phase ayant une structure différente (cas de la solidification et les transformations allotropiques).
2. Deux nouvelles phases de structures et de compositions différentes de celles de la phase initiale (cas des réactions eutectiques et eutectoides).
3. Deux nouvelles phases dont l'une a la même structure que la phase mère et une composition différente, l'autre est de structure et de composition différente (cas des réactions de précipitation).

I.2. Transformation de phases :

Pour qu'une transformation de phase puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système diminue lors de la transformation ($DG < 0$) [1]. La transformation d'une phase à une autre exige généralement, lors de l'amorçage de la transformation, l'apparition de germes de la nouvelle phase, c'est-à-dire de petits éléments de volume qui ont la même structure que la phase en formation et qui sont séparés de la phase non-transformée par une interface à énergie élevée. Ces germes, qui sont caractérisés par un rapport surface sur volume élevé, possèdent une enthalpie libre de formation plus élevée que celle de la phase en transformation.

La transformation de phases qui s'effectue de préférence est celle qui est caractérisée par la cinétique la plus rapide, et la microstructure qui se forme est celle qui possède l'enthalpie libre la plus basse. C'est le cas pour la cristallisation qui constitue la transformation

physique la plus importante pour l'étude des matériaux. Celle-ci donne naissance à une grande variété de microstructures, en particulier lorsqu'il se fait à des alliages et qu'il peut y avoir formation de plusieurs phases solides de structures différentes.

Les transformations de phases à l'état solide sont également très importantes pour les matériaux. On distingue:

- ❖ Les transformations allotropiques qui sont particulièrement importantes dans le cas des matériaux ferreux.
- ❖ Les transformations eutectiques, lors d'un refroidissement, où une phase liquide se scinde simultanément en deux phases nouvelles. Lorsque la transformation eutectique se fait aux dépens d'une phase solide, on la désigne sous le nom de transformation eutectoïde. C'est par exemple, le cas de la solution solide de fer CFC contenant 0,8% de carbone. Dans certains cas, on observe la formation de précipitation de composés de structure intermédiaire comme les composés intermétalliques qui jouent un rôle très important dans les phénomènes de durcissement des métaux comme l'aluminium par exemple.

La diffusion joue un rôle important dans les transformations de phases où interviennent des changements importants de structure. Cette catégorie, qui représente de loin la classe de transformations de phases la plus importante, procède, presque toujours, par un mécanisme de germination - croissance

I.3. Généralité sur les alliages à base d'aluminium :

Les alliages qui ne subissent pas à des traitements thermiques obtiennent une plus haute résistance par écrouissage donc par déformation à froid ou ceux qui ont subi à des traitements thermiques obtiennent leurs propriétés mécaniques à durcissement par précipitation (ou durcissement structurel). En conclusion, on a les groupes suivants : groupe (1XXX) l'aluminium pur, le groupe d'Al-Mn (3XXX), le groupe d'Al-Si (4XXX) et le groupe d'Al-Mg (5XXX). Ces alliages sont la plupart du temps employés pour les produits plats comme feuille mince, lame et clinquants.

Les alliages à durcissement structurel peuvent réaliser une plus haute résistance par traitement thermique et donc ils contiennent un ou plusieurs éléments choisis pour obtenir cette plus haute résistance par précipitation pendant le vieillissement artificiel. Ceux qui

concernent les alliages des séries (2XXX) l'Al-Cu-(Mg), (6XXX) Al-(Cu)-Mg-Si et (7XXX) Al-(Cu)-Mg-Zn.

La série 2XXX contient des alliages avec le cuivre comme un élément de durcissement perfection. Souvent le magnésium est ajouté pour augmenter le maximum de résistance. Ces alliages obtiennent leur très haute résistance par la précipitation des phases CuAl_2 et/ou CuMgAl_2 . Les alliages de ce groupe sont caractérisés par de haute résistance à la corrosion. Ils sont largement utilisés dans l'industrie de l'aviation et l'espace, mais également comme pièces de machine, boulons et rivets.

La série 7XXX contient les matériaux de haute résistance semblables au l'Al-Cu-(Mg), mais avec le zinc au lieu du cuivre comme élément d'alliage principal. Cependant, le cuivre est ajouté en petite quantité. La haute résistance est due à la précipitation des précipités MgZn_2 .

Les alliages sans cuivre ont une résistance à la traction légèrement plus forte de celle des alliages de la série 6XXX, mais leur expulsion est légèrement plus mauvaise. D'autre part, ils sont beaucoup moins sensibles à la trempe et il faut refroidir à l'air pour une épaisseur de paroi beaucoup plus grande. Les alliages contenant le cuivre atteignent la plus haute résistance de tous les alliages d'aluminium, excédant l'acier de construction normal.

L'expulsion est très pauvre et les alliages ne sont pas soudables au-dessous des conditions normales.

Les alliages Al-Mg-Zn sont la plupart du temps employés pour des applications structurales dans l'industrie automotrice où la haute résistance mécanique est nécessaire.

Les alliages Al-Cu-Mg-Zn, d'autre part, sont employés pour les composants soumis à une contrainte particulièrement élevés dans l'industrie d'aviation et d'espace [2] .

I.4. Généralités sur les phénomènes de précipitation:

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur [3] , le métallurgiste dispose de plusieurs méthodes qui, toutes consistent à créer des obstacles à l'intérieur du métal qui s'opposeront à la création de nouvelles dislocations ou au déplacement des dislocations existantes et dont les principales solutions sont :

- La mise à profit des joints de grains ; diminution du diamètre des grains (efficace dans les structures cubiques centrées).
- L'érouissage par déformation plastique.
- L'addition d'éléments d'alliages en solution solide.

- La précipitation d'une deuxième phase dispersée.
- La précipitation d'un élément insoluble à basse température (durcissement structural).

Parmi ces solutions et celle que fera l'objet de notre étude est la précipitation d'une deuxième phase. Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite 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 biphasé à des températures plus basses [4]. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases, est habituellement désigné par le terme de 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. Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées ; qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales, la précipitation hétérogène et la précipitation homogène.

I.5. Les types de précipitation:

- ✓ La précipitation homogène (continue)
- ✓ la précipitation hétérogène (discontinue)

I.5.1. La précipitation homogène (continue) :

La précipitation homogène (continue) résulte des mécanismes mettant en jeu simultanément, tout au long de la transformation, l'ensemble des atomes concernés ; une des caractéristiques de la transformation continue et la variation continue du paramètre de réseau de la phase mère durant le vieillissement [5].

La précipitation continue est caractérisée par une croissance relativement lente des cristaux β individuels, les cristaux de la matrice conservent leur structure, mais leur concentration change continuellement. La précipitation est continue lorsque la saturation des cristaux mixtes métastables est faible (Fig. 1).

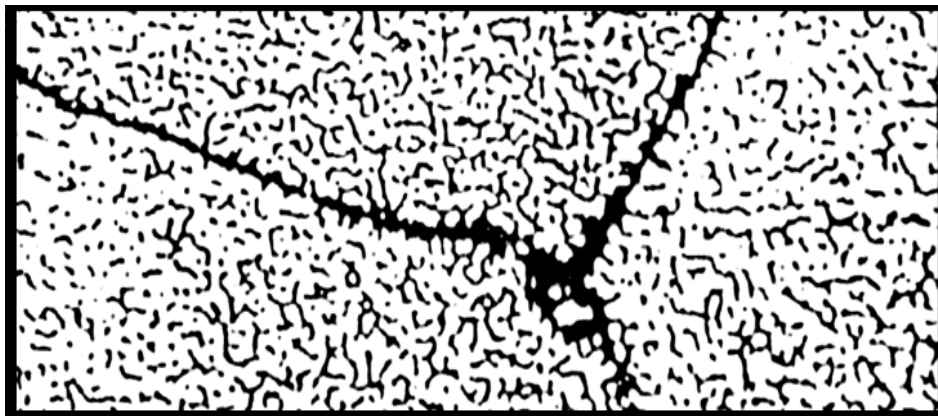


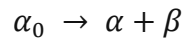
Fig. 1. Précipitation continue dans l'alliage Cu-3%Ti [6]

I.5.2. La précipitation hétérogène (discontinue) :

Dans le cas de la précipitation hétérogène, le produit de la réaction ne se forme qu'en certains sites ; parfois on confond la précipitation hétérogène et la précipitation discontinue qui n'en est en fait qu'un cas particulier [7].

Donc en général le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possédant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente [8], dont l'une a une structure proche de la phase initiale (la matrice, ou phase mère) et l'autre est généralement dispersée à l'intérieur de la matrice est appelée précipité. Elle est caractérisée par une germination et une croissance.

La précipitation discontinue présente une réaction à l'état solide dans laquelle une solution solide sursaturée α_0 est remplacée par une structure cellulaire biphasée $\alpha + \beta$ (Fig. 2) derrière la région de migration de front de réaction. Cette réaction débute préférentiellement dans les joints de grains à grand angle [9] et [10] et on peut l'exprimer par la réaction suivante :



Tel que :

α_0 : la solution solide sursaturée.

α : la solution solide appauvrie qui a la même structure de réseau que la phase initiale.

β : représente le précipité.

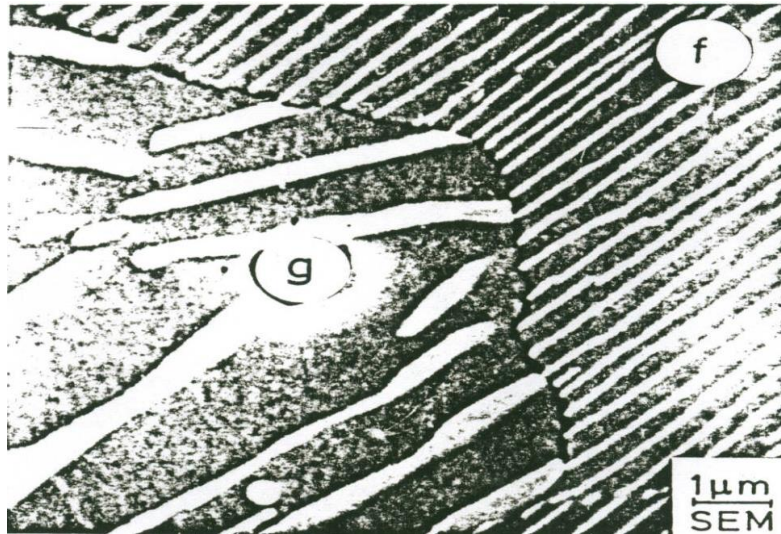


Fig. 2 . Précipitation discontinue dans l'alliage Ni-7,5 at. % In après un vieillissement de 3,5 mn à $T= 774^{\circ}\text{C}$, f : lamelles fines et g : lamelles coalescées [11].

I.6. Types de précipitation discontinue :

Les propriétés physiques et, en particulier, les propriétés mécaniques des alliages dépendent à la fois de la nature et de la forme des précipités ainsi que de leur état de

dispersion c'est-à-dire du type de la précipitation discontinue et dont les principaux sont les suivants :

I.6.1. Précipitation sur les défauts de réseaux (dislocations):

Les dislocations sont introduites dans l'alliage lorsque celui-ci trempé est soumis, avant le revenu à un traitement mécanique. La présence de dislocations dans les réseaux favorise la précipitation ainsi que le processus de germination et de croissance du précipité.

Les dislocations introduites au cours d'un laminage contrôlé peuvent conduire à une précipitation abondante et très fine, favorable à l'amélioration de la résistance mécanique [12].

La Fig. 3 représente schématiquement la réaction se produisant sur des dislocations.

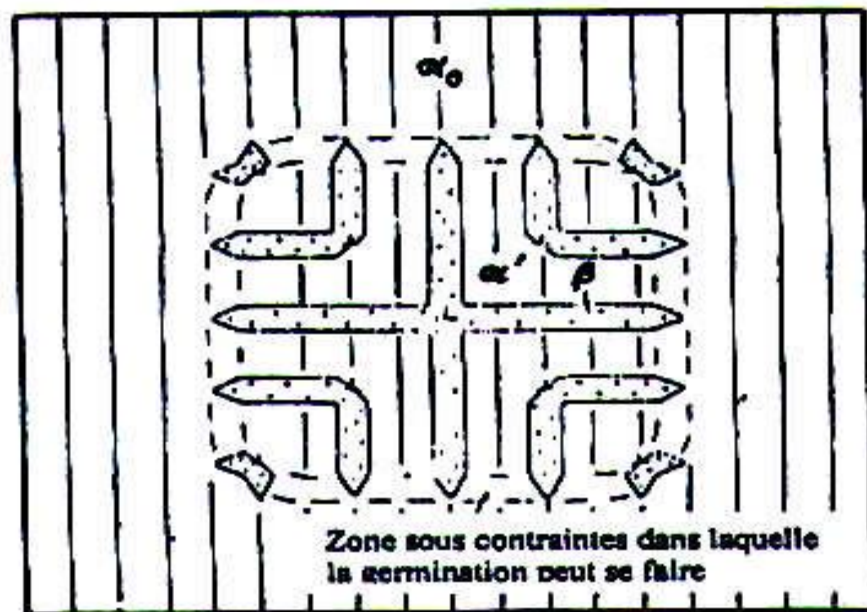


Fig. 3. Réaction de précipitation discontinue se produisant sur des dislocations [12].

I.6.2. Précipitation sur les joints intra-cristallins :

Les joints intra-cristallins constituent le plus souvent des lieux privilégiés pour la formation des précipités. Le précipité apparaît le plus souvent en premier lieu le long des joints de grains.

Ce n'est que par la suite qu'apparaît le précipité à l'intérieur des cristaux de la matrice de sorte que généralement le précipité intra-cristallin est plus volumineux à un instant donné du traitement de revenu, que le précipité intra-cristallin.

I.6.3. Précipitation inter faciale :

Dans ce type de précipitation, la réaction s'effectue grâce au transport de la matrice par diffusion inter faciale le long du front de réaction qui est un joint de grain de forte désorientation.

Dans la précipitation discontinue, le front de réaction présente une limite de phase incohérente pour lequel la distance inter lamellaire λ prend des valeurs de 0.5nm et dans des cas particuliers 1.0 nm (Fig. 4).

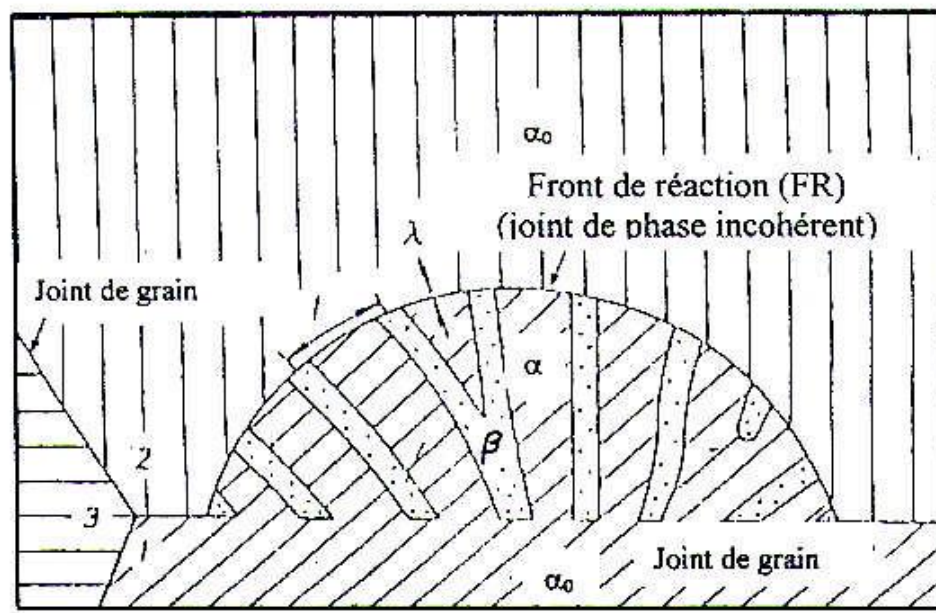


Fig.4: Représentation schématique de la précipitation discontinue

[13] .

La croissance coopérative des deux phases débute le plus souvent sur les joints de grains mais dans le cas particulier sur la surface libre et la croissance isotherme s'effectue avec une vitesse constante, dans la mesure où il n'y a pas de réactions concurrentielles.

Lorsqu'on a atteint un stade de précipitation le plus souvent par la formation d'ourlets de précipitation, la distance inter lamellaire (d) reste approximativement constante et dans lesquels les lamelles se ramifient ou se forment de nouveaux germes de la phase β dans le front de réaction.

La Fig. 4; indique une particularité de la précipitation discontinue ou la matrice (α) vidée de la cellule de précipitation à la même orientation que le grain 1 et la désorientation de la matrice dans le grain 2 est la particularité essentielle de la précipitation discontinue [14] .

I.6.4. Précipitation aux joints d'interphases :

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

La précipitation discontinue aux joints d'interphases est semblable à celle se produisant aux joints de grains.

II.7. Les références :

- [1] W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli, *Introduction à la Science Des Matériaux*, 2eme édition, Presse Polytechnique et universitaires Romandes. Suisse (Lausanne, 1995), pp. 191-203
- [2] Marc- Jan de Haas. Université de Groningen (2002).
- [3] A.Hässner, in “Diffusion in Metallischen werkstoffen “Verlag für grundstoffindustrie, Leipzig, (1970) p.41,. 69.
- [4] M.Hillert, in „ The Mechanism of phase transformations in Crystalline Solids“, Monograph and Report Series N°33, Institute of Metals, London, P.231, (1969).
- [5] T.–H. Chuang, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, (1983).
- [6] T.–H. Chuang, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, (1983).
- [7] L.N.Larikov and O.A.Shmatko, “ Cellular Precipitation in Supersaturated Solid Solutions”, Nauk. Dumka, Kiev, (1976).
- [8] M.Hillert, Met. Trans.3, p.2729, (1972).
- [9] Saheb N. Baumerzaug Z. Hamana D. laoui T. and Van DerBiest O. “Different Types of Discontinuous Precipitation in Cu-15% wt . In alloy “ , Scripta Materialia , 32 , 9(1995) p. 1453-1458
- [10] Hamana D. Boumerzoug Z. Fatmi M and Chekroud S. “Discontinuous and continuous precipitation in Cu-13 wt % Sn and Al-20 wt % Ag alloys “ , Materials Chemistry and physics, V. 53(1998) p.208-216.
- [11] W. Gust, Habilitation schrift, Universität Stuttgart, (1980) p.8-20,.
- [12]D.B.Williams and J.W.Edington, Acta.Met.24, (1976) p.323.
- [13] M.P.Puls and J.S.Kirkaldy, Met.Trans., 3, (1972) p.2777.
- [14] D.A.Porter, D.B.Williams and J.W.Edington, in “ Electron Microscopy, Vol. I, The Australian Academy of science, Canberra, (1974) p.656.

Chapitre II :
Cinétique des transformations de phases

II.1. Aspect cinétique des transformations de phase :

L'étude théorique des transformations de phase permet de prévoir les vitesses de transformation à température fixée ; inversement, la détermination expérimentale de la vitesse à laquelle s'effectue une transformation constitue l'un des moyens d'en atteindre les mécanismes [1].

II.2. Loi cinétique de la précipitation :

En réalité, les trois étapes de germination, croissance et coalescence peuvent intervenir simultanément et doivent être traitées ensemble pour modéliser les cinétiques de précipitation. Pour cela, il existe plusieurs méthodes qui permettent de simuler ces cinétiques, à différentes échelles :

- Simulations à l'échelle microscopique : c'est l'échelle de simulation la plus fine.

Nous pouvons citer par exemple la simulation de Monte-Carlo, cinétique qui permet d'étudier les mécanismes intervenant lors de la germination [2]. Ce type de simulation ne peut être conduit que sur des échelles de temps réduites.

- Simulations à l'échelle microscopique : nous sommes ici à une échelle intermédiaire qui permet de faire le lien entre la simulation Monte-Carlo et les modèles macroscopiques. A cette échelle, les simulations sont basées sur l'adsorption et la désorption d'amas suivant leur classe de taille (dynamique d'amas) [3].
- Simulations à l'échelle macroscopique, basées sur la théorie classique selon une combinaison des équations établies pour les trois régimes précédents. Ces simulations permettent de prédire la cinétique de précipitation dans son ensemble par l'intermédiaire du suivi de grandeurs moyennes ou du suivi de l'évolution d'une distribution de précipités (modèles par classes).

Les techniques microscopiques et microscopiques sont les plus lourdes à mettre en œuvre. Pour notre part, nous avons choisi d'utiliser une description macroscopique du phénomène de précipitation. En effet, la simplicité et la forme analytique des équations d'évolution est nécessaire afin de prendre en compte l'influence de la précipitation hétérogène sur les cinétiques. Le traitement de la précipitation hétérogène à l'aide des techniques de simulation microscopiques est très peu développé.

Il existe des modèles qui traitent simultanément de la germination– croissance puis de la croissance–coalescence par l'intermédiaire du suivi du rayon moyen, et les modèles par classe de taille de précipités. Notons tout de même que l'on peut aussi considérer une approche simplifiée qui permet de traiter simultanément les trois étapes en approximant l'évolution de la fraction volumique par une loi de puissance type Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [4-6].

II.3. L'équation d'Arrhenius :

La manière générale de traiter la complexité des réactions thermiquement activées est que le taux de transformation pendant une réaction soit le produit de deux fonctions, l'une dépendant seulement de la température T et l'autre dépendant seulement de la fraction transformé α :

$$\frac{d\alpha}{dt} = f(\alpha) \cdot k(t) \dots \dots \dots (2)$$

La fonction dépendant de la température suit généralement une dépendance de type Arrhenius :

$$k = k_0 \exp\left(\frac{-E}{kt}\right) \dots \dots \dots (3)$$

Où

E : est l'énergie d'activation de la réaction.

Ainsi, pour décrire l'évolution de la réaction pour toutes les températures et pour tous les programmes température-temps, la fonction $f(\alpha)$, le constant k_0 et E doivent être déterminées. Généralement la fonction de réaction $f(\alpha)$ est inconnue avant les analyses.

Bien que les processus mis en jeu durant les transformations de phase soient généralement complexes, l'équation de Johnson Mehl Avrami Kolmogorov (JMAK) est vérifiée expérimentalement dans de nombreux cas et permet de mieux cerner les mécanismes mis en jeu.

II.4. Les équations de type JMAK :

Les équations de JMAK sont de type :

$$y(t) = 1 - \exp(-kt)^n \dots\dots\dots(4)$$

Avec :

y : fraction transformé,

t : temps de maintien isotherme (en secondes),

k : constante de vitesse dépendant essentiellement de la température,

n : coefficient de JMAK.

Dans le cas de transformations pour lesquelles un seul mécanisme gouverne la transformation ; les paramètres n , k sont significatifs des mécanismes de croissance ou de germination et croissance.

Sous cette forme, $\alpha(t)$ varie entre 0 et 1 suivant une forme caractéristique dite sigmoïdale (Fig. 5).

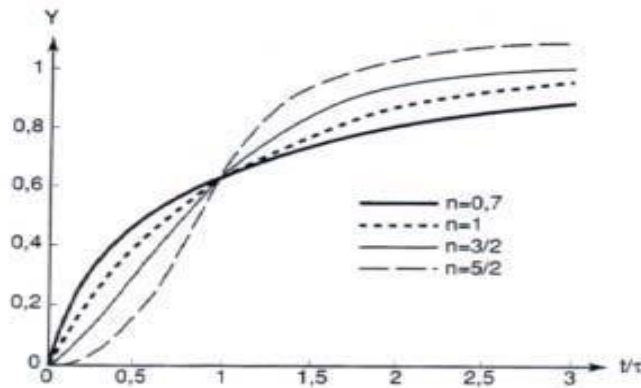


Fig. 5. Cinétiques de JMAK : fraction volumique y en fonction du temps pour diverses valeurs de l'exposant n .

Le développement de l'équation conduit à :

$$y = 1 - \exp(-kt)^n \dots\dots\dots(5)$$

$$\ln \left(\ln \frac{1}{1-y} \right) = n \ln(t) + n \ln(k) \dots\dots\dots(6)$$

Les grandeurs $Y = \ln \left(\ln \frac{1}{1-\alpha} \right)$, $n \ln(t)$ et $n \ln(k)$ sont alors utilisées pour déterminer les valeurs respectives des coefficients n et k . L'équation JMAK est vérifiée si : $Y = f(X)$ présente une forme linéaire de pente n ; dans ce cas le coefficient n est caractéristique du mécanisme de transformation qui contrôle la précipitation. Pour un choix spécifique de la fonction $f(\alpha)$, le formalisme représenté par les deux. Les équations (2 et 3) ci-dessus décrivent les types caractéristiques de cinétique de réaction.

Dans le cas de la germination sur les joints de grains, si celle-ci est assez rapide, les sites de germination sur la surface du joint sont saturés bien avant que le volume du grain ne soit rempli de précipités. L'exposant est alors caractéristique de la croissance, ce cas de figure conduit généralement à un coefficient de JMAK situé autour de 1.

Dans le cas où la croissance qui domine dans la transformation, la croissance d'un précipité peut être gouvernée soit par une réaction d'interface soit par la diffusion. On observe généralement que pour des petits germes, la diffusion se fait plus vite que la

traversée de l'interface (que peu d'atomes de soluté peuvent traverser simultanément) lorsque la taille des précipités devient assez grande l'inverse peut alors se produire.

Dans le cas où la réaction est contrôlée par une réaction d'interface, la fraction volumique transformée augmente proportionnellement à $t=1/3$. Compte tenu d'une interaction faible entre précipités, un coefficient de JMAK situé autour de $n=3$ est généralement observé, les réactions contrôlées par la diffusion présentent quant à elles des coefficients variant de 1 à 2 selon la morphologie des précipités qui se développent.

Si toutefois la germination se poursuit au cours de l'avancement de la transformation, l'exposant est plus élevé d'une unité si le taux de germination reste constant pendant un temps appréciable.

Dans ce concept, la description de l'évolution d'une réaction se réduit à trouver des valeurs appropriées pour E , k_0 , et la fonction $f(\alpha)$ appelé cinétique triplet.

II.5. Les paramètres cinétiques :

Il y a plusieurs méthodes qui ont été proposées dans la littérature pour déterminer les paramètres cinétiques d'une transformation de phase. Par exemple pour déterminer l'énergie d'activation ; on a proposé des méthodes courantes de Kissinger eq. (1) et JMA eq. (2) [7-9].

$$\ln \left(\frac{q}{T_m^2} \right) = C \frac{E}{T_m R} \quad \text{eq. (1)}$$

$$\ln(q) = -1.0518 \frac{E}{T_m R} + C_1 \quad \text{eq. (2)}$$

II.6. L'énergie d'activation :

La variation globale d'énergie potentielle correspond à la variation d'enthalpie entre les réactifs et les produits, appelée enthalpie de réaction (ΔH). Par ailleurs, pour passer de l'état initial à l'état final, le système doit acquérir un minimum d'énergie (phase d'activation) pour initier la réaction : c'est l'énergie d'activation (E). Le système passe ainsi par un maximum d'énergie et se trouve dans un état dit état de transition, qui correspond au moment où les réactifs forment un agrégat, appelé complexe activé, au sein duquel les liaisons sont en train de se rompre et de se former. Puis le système évolue vers son état final (phase de désactivation) dont l'énergie potentielle peut être inférieure à celle de départ (réaction exothermique avec dégagement de chaleur) ou supérieure (réaction endothermique avec absorption de chaleur).

Une autre raison de l'importance de la détermination de l'énergie d'activation de la réaction se situe dans le fait que l'énergie d'activation pour la réaction globale sera généralement liée à une énergie d'activation pour le processus physique qui détermine le taux de la réaction. Par exemple, si le taux déterminant l'étape est la diffusion d'un élément par un matériel, l'énergie d'activation du processus global sera déterminée dans la plupart des cas par l'énergie d'activation pour la diffusion de cet élément. Par conséquent l'objectif de l'analyse d'énergie d'activation n'est pas seulement comme la première étape de la caractérisation du cinétique triplet, mais peut être également un objectif en soi même, menant ainsi à une meilleure compréhension des mécanismes de la réaction thermiquement activée. Pour des expériences linéaires de chauffage, des énergies d'activation des réactions peuvent être dérivées d'un ensemble d'expériences exécutées à différents taux de chauffage.

Pour cette analyse d'énergie d'activation, on a proposé un grand nombre de méthodes qui ont été déterminées précédemment (les méthodes d'analyse isoconversionnelles), ce qui leur

permet d'être employées pour l'analyse d'énergie d'activation dans les alliages étudiées [10-11].

II.7. Détermination de l'exposant n de réaction :

Dans beaucoup de cas de l'analyse des réactions des solutions solides thermiquement activées, l'objectif est de dériver chacun des trois éléments, par conséquent, si la réaction correspond à la cinétique de JMAK l'exposant n de la réaction sera obtenu au cours de ce procédé. Cependant, au lieu d'obtenir l'expression totale pour $f(\alpha)$, dans certains cas l'analyse peut être limitée juste à l'obtention de n sans considérer l'expression générale $f(\alpha)$. Une telle analyse très limitée peut être imposée si les dernières parties de la réaction ne peuvent pas être analysées à cause du recouvrement excessif avec la réaction suivante, ou si aucune description satisfaisante des dernières étapes de la réaction ne peut être trouvée lorsqu'on utilise les expressions standards de $f(\alpha)$. Plusieurs méthodes pour dériver l'exposant n se produisant pendant le chauffage linéaire ont été proposées [12-15] ; certaines de ces méthodes présupposent que le traitement de JMAK est valide, car JMAK nous donne une description claire de la dérivation des exposants n pour les réactions qui correspondent à la cinétique de transformation de phase isotherme et an isotherme.

II.8. Les références :

- [1] Y. Adda, J. M. Dupouy, J. Philibert, Y. Quéré, Livre Diffusion-Transformation, Tome 4 (1990).
- [2] D. Gendt, Thèse Doctorat, Université de Paris-Sud, PARIS (2001).
- [3] M. H. Mathon, Thèse Doctorat, Université de Paris XI (1995).
- [4] W. A. Johnson and K. F. Mehl, Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng. 135, 416 (1939).
- [5] M. Avrami, J. Chem. Phys., 7, 103(1939); 8, 212 (1940); 9, 177(1941).
- [6] A. N. Kolmogorov, Izv. Akad. Nauk USSR, Ser. Mater., 3, 355 (1937).
- [7] H.E. Kissinger, J. Res. Nat. Bur. Stand, 57, 217(1956).
- [8] T. Ozawa, Thermochim, Anal., 203, 159 (1992).
- [9] P.G. Boswell, J. Chem. Phys. 18 353 (1966).
- [10] Collection Microsoft Encarta (2005).
- [11] E.Woldt; J. Phys. Chem. Solids, 53, 521(1992).
- [12] P. Krüger; J. Phys. Chem. Solids, 54, 1549 (1993)
- [13] J.W. Christian: 'The theory of transformations in metals and alloys', 542 Oxford, Pergamon Press (1975).
- [14] M. J. Starink and P. J. Gregson: Scr. Metall. Mater, 33, 893–900 (1995).
- [15] M. J. Starink, A. J. Hobson, I. Sinclair and P. J. Gregson: Mater.Sci. Eng. A, 289, 130–142 (2000).

Chapitre III :

La précipitation dans l'alliage Al-Cu et Al-Cu-Mg

III.1. Introduction :

Le phénomène de précipitation discontinue est une transformation de phase à l'état solide dans lequel une solution sursaturée est décomposée selon le diagramme de phase. A basse température, la réaction de décomposition commence sur les joints de grains à forte inclinaison, et le front de réaction migre dans la solution sursaturée laissant derrière lui une structure lamellaire qui se compose de lamelles en alternance de la solution appauvrie en matrice et la phase de précipité [1-3]. Le front de réaction est un chemin de diffusion de court-circuit pour les atomes des éléments d'alliage. La structure formée rappelle de l'eutectique cellulaire et se caractérise par un espacement inter lamellaire certains [4-7].

La précipitation qui durcit les alliages d'aluminium revient à 1906 quand A. Wilm [8] a découvert qu'un alliage Al-Cu-Mg refroidi rapidement (trempe à partir de 550 °C dans l'eau) et maintenu à la température ambiante se durcit, d'où l'appellation de durcissement par vieillissement de cet alliage. L'examen des échantillons dans un microscope optique était incapable de détecter un changement structural, mais la dureté augmentait. En 1919, Merica et al. [9] ont étudié le système Al-Cu et montrent que sa dureté augmente après trempe et la solubilité à l'état solide du cuivre dans l'aluminium décroît avec la diminution de la température. Ils n'interprétèrent que le durcissement par vieillissement après trempe par la précipitation d'atomes de cuivre à partir de la solution solide. En 1932, Merica [10] a suggéré que ce durcissement par vieillissement dans les alliages du système Al-Cu résultait du rassemblement des atomes de cuivre en une collection aléatoire de petits amas (nodules) qui interfèrent avec le glissement quand les grains sont déformés. On note que le durcissement associé avec le vieillissement est mesuré par indentation avec une pointe en diamant. Guinier [11] et Preston [12] montre la présence d'amas par diffraction des rayons X. Ils observaient que le durcissement est associé à un processus de pré-précipitation : des "zones" fines parallèles à [100] riches en cuivre, avec une réduction locale des

dimensions du réseau ; leur interprétation que les atomes de cuivre sont plus petits que ceux de l'aluminium. Ils ont précisé que ces zones se développent durant le vieillissement en d'autres structures intermédiaires.

III.2. Séquence de précipitation :

Le diagramme d'équilibre du système binaire Al-Cu riche en aluminium prévoit (Fig. 5) la séquence de précipitation suivante [13-15]:

Solution Solide Sursaturée (S.S.S) \rightarrow zones G.P. \rightarrow phase θ'' \rightarrow phase θ' \rightarrow phase d'équilibre θ (Al_2Cu) (Fig. 6). La solubilité maximale de Cu en Al est de $2,48 \pm 0,05\%$ à température eutectique ($548,2^\circ\text{C}$). La solubilité de Cu diminue avec la température, et est inférieure à 0,1 at. % Cu pour des températures inférieures à 200°C [16].

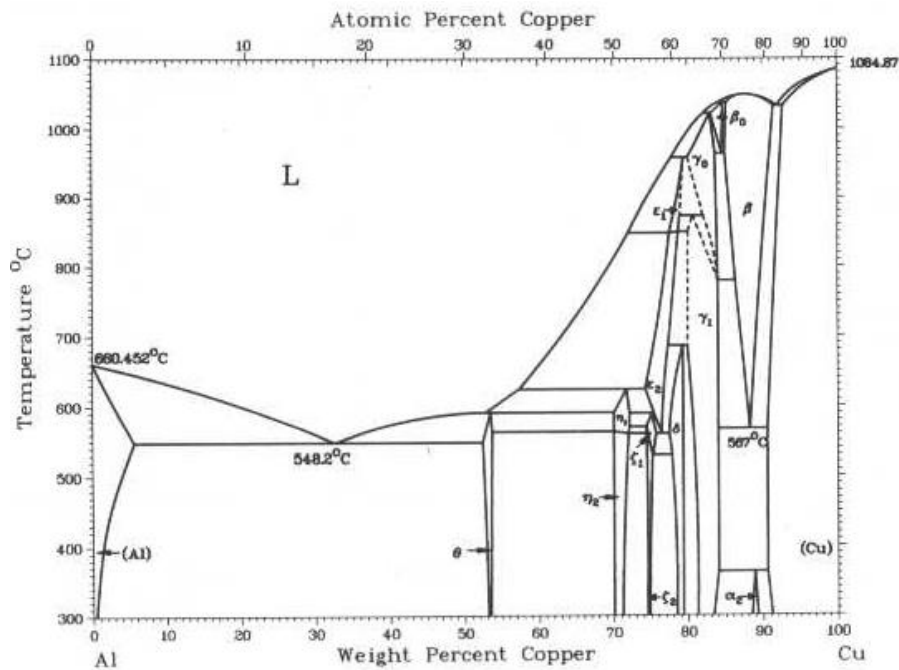


Fig.5. Diagramme d'équilibre de système Al-Cu d'après Massalski [17].

Phase	Composition, wt% Cu	Pearson symbol	Space group
(Al)	0 to 5.65	<i>cF4</i>	<i>Fm$\bar{3}m$</i>
θ	52.5 to 53.7	<i>tI12</i>	<i>I4/mcm</i>
η_1	70.0 to 72.2	<i>oP16</i> or <i>oC16</i>	<i>Pban</i> or <i>Cmmm</i>
η_2	70.0 to 72.1	<i>mC20</i>	<i>C2/m</i>
ζ_1	74.4 to 77.8	<i>hP42</i>	<i>P6/mmm</i>
ζ_2	74.4 to 75.2	(a)	...
ϵ_1	77.5 to 79.4	(b)	...
ϵ_2	72.2 to 78.7	<i>hP4</i>	<i>P6$\bar{3}/mmc$</i>
δ	77.4 to 78.3	(c)	<i>R$\bar{3}m$</i>
γ_0	77.8 to 84	(d)	...
γ_1	79.7 to 84	<i>cP52</i>	<i>P4$\bar{3}m$</i>
β_0	83.1 to 84.7	(d)	...
β	85.0 to 91.5	<i>cI2</i>	<i>Im$\bar{3}m$</i>
α_2	88.5 to 89	(e)	...
(Cu)	90.6 to 100	<i>cF4</i>	<i>Fm$\bar{3}m$</i>
Metastable phases			
θ'	...	<i>tP6</i>	...
β'	...	<i>cF16</i>	<i>Fm$\bar{3}m$</i>
Al_3Cu_2	61 to 70	<i>hP5</i>	<i>P$\bar{3}m1$</i>

(a) Monoclinic? (b) Cubic? (c) Rhombohedral. (d) Unknown. (e) DO_{22} -type long-period superlattice

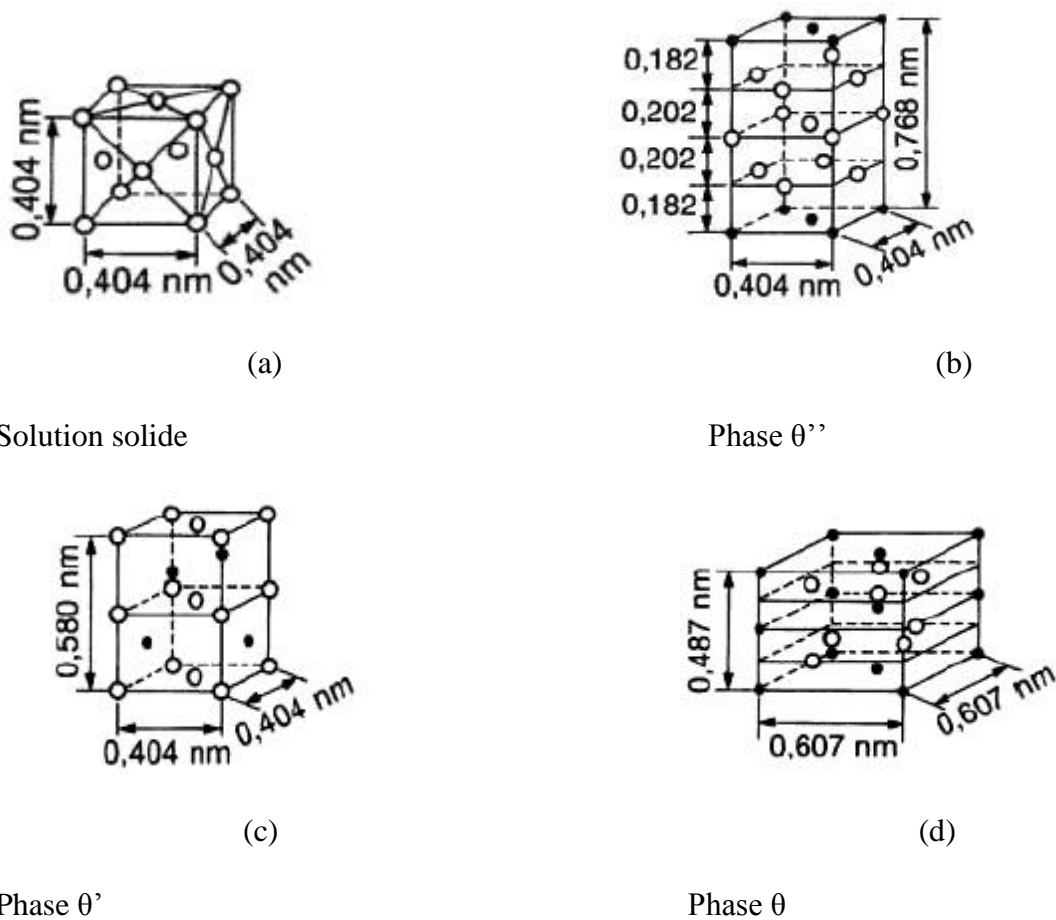


Fig. 6. Structure cristalline et morphologie des phases du système Al-Cu. La structure cristalline des phases est comparée avec celle la matrice d'aluminium [18].

III.2.1. Précipitation de la phase θ'' :

La phase θ'' (ou G.P.II) qui apparaît à des températures comprises entre 130 et 200 °C correspond au début d'une mise en structure quadratique ($a = 0,404$ nm et $c = 0,753$ nm) (Fig. 6b). Cette phase se présente sous forme de plans riches en Cu (dans les plans $\{100\}$ de la matrice) séparés par deux (G.P.II (2)) ou trois (G.P.II (3)) plans riches en Al [19]. Cette phase qui est toujours cohérente du fait que les contraintes élastiques internes sont plus importantes que ceux des zones G.P.I. Elle est en partie responsable du maximum de durcissement des alliages du système Al-Cu.

III.2.2. Précipitation de la phase θ' :

La phase θ' se présente sous forme de plaquettes dont les grandes faces sont cohérentes et parallèles aux plans $\{100\}$ de la matrice et montre une structure tétragonale ($a = 0,404$ nm et $c = 0,581$ nm) (Fig. 6c). Les petites faces sont semi-cohérentes et l'énergie d'interface est de l'ordre de 0,1 à 0,23 J.m⁻² [20-21].

Headley et Hren [22] ont montré que beaucoup de précipités θ' germent au cours de la trempe à partir de la solution solide sursaturée. Après la germination, les plaquettes θ' croissent par le processus de diffusion à longue distance.

III.2.3. Précipitation de la phase θ :

La perte de cohérence des précipités au cours du vieillissement est due au grossissement des germes, suivi de l'apparition de réseaux de dislocations parallèles à la direction $[100]$ sur les faces larges des précipités θ' . Ces dislocations d'accommodation minimisent les tensions internes dans la matrice. Le processus de perte de cohérence des précipités de la phase θ' conduit à la formation d'autres précipités de la phase stable θ (Al_2Cu).

Au-dessus de 300°C, ces derniers précipités se forment très rapidement et les particules de la phase d'équilibre θ de stœchiométrie Al_2Cu totalement incohérente et de structure tétragonale ($a = 0.607 \text{ nm}$ et $c = 0.487 \text{ nm}$) (Fig. 6d) prennent place. L'énergie d'interface est de l'ordre de 1 à 2 J m^{-2} [20]. Les précipités de cette phase se trouvent sous forme de bâtonnets sans orientation et les joints de grains sont leurs sites préférentiels.

III.2.4. Approche phénoménologique de l'étude de la cinétique de précipitation :

La cinétique de précipitation a été préétablie par l'évolution du durcissement structural des matériaux. En effet, le durcissement des alliages Al-Cu-Mg dépend notablement des phases qui précipitent pendant le vieillissement. De ce fait, La variation de la micro dureté avec le temps de vieillissement peut fournir des renseignements sur les phases précipitées. La Fig. 7, montre des courbes de l'évolution de la micro dureté pour des vieillissements de 150°C et 190°C réalisés sur des alliages appartenant au domaine (α +S) du diagramme d'équilibre [23]. Il apparaît deux stades de durcissement : le durcissement initial rapide qui définit le stade I, suivi d'un plateau indiquant la stabilité de la micro dureté, puis d'un pic de durcissement appelé stade II. L'établissement d'une relation entre les stades de durcissement et la cinétique de précipitation reste néanmoins controversé.

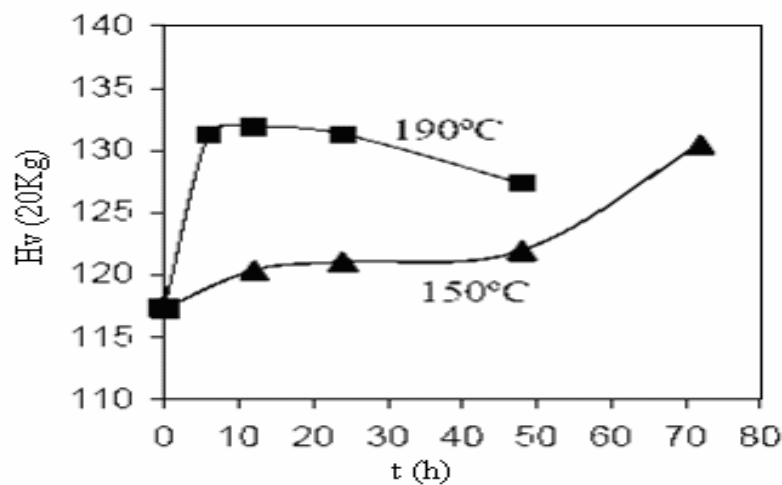


Fig. 7: Variation de la micro dureté en fonction du temps de vieillissement de l'alliage Al 2,81%Cu-1,05%Mg-0,41%Mn (en poids) vieilli à 190°C et à 150°C [23].

Précédemment, vers 1960 le premier stade était généralement attribué à la formation des zones GPB, et le deuxième à la formation de la phase d'équilibre S [24, 25]. Par contre, Cuisiat [26] a observé la formation de la phase transitoire S'' dans le deuxième stade.

Récemment à l'aide de la technique 3 DAP (tree dimensionnel atome probe), Ringer *et al.* (1997) [27] ont proposé que le premier stade serait dû aux rassemblements des atomes Cu-Mg sous forme d'amas appelés clusters, et que le stade II serait dû à la formation des zones de Guiner – preston - Bagayaraski.

D'autre part, Charia *et al.* [28], par une étude basée sur les résultats obtenus par analyse HREM (Microscopie électronique à haute résolution) et DSC (Analyse calorimétrique différentielle), ont proposé que les clusters Mg-Mg apparaissent avant les clusters Cu-Cu et Cu-Mg et ce, à cause de l'énergie d'interface Mg/lacune élevée ainsi qu'à la basse énergie d'activation de la diffusion des atomes Mg dans l'aluminium.

Par contre, en 2006, Wang *et al.* [23] dans une étude de l'alliage Al-1,1 Cu-1,7 Mg (at. %), vieilli à 150°C pendant quelques minutes, ont montré que le premier stade serait dû aux interactions des dislocations avec la solution solide [29-31]. Les Co-clusters apparaîtraient ultérieurement. L'apparition des zones GPB est associée au deuxième stade de durcissement. Enfin, la phase S apparaît dans le stade d'adoucissement.

Wang et Starink [32, 33] et Kovarik *et al.* [34,35] ont observé la formation des clusters Cu-Mg et de la phase S'' ou GPB2 dans le premier stade et la formation de la phase S'/S dans le deuxième stade.

Nous remarquons que les phases associées aux deux stades de la courbe de micro dureté sont différentes d'un auteur à l'autre. Le tableau 1 rassemble donc les différentes propositions de certains auteurs sur les phases précipitées dans ces stades.

Auteurs	Stade 1	Stade 2	Références
Silcock	Zones GPB	S	[25]
Cuisait	Zones GPB	S''	[26]
Ringer <i>et al.</i>	co-clusters Cu-Mg	Zones GPB	[27, 36]
Reich <i>et al.</i> Ratchev <i>et al.</i> Raviprasad <i>et al.</i> Novelo <i>et al.</i>	Interaction entre les dislocations et la solution	Co-clusters Cu-Mg	[24, 29, 30, 31]
Wang <i>et al.</i> Kovarik <i>et al.</i> Yan <i>et al.</i>	co-clusters Cu-Mg, GPB2 ou S''	S	[32,33,34,35,37]

Tableau 1: Les différentes phases associées aux deux stades de durcissement.

III.2.5. Séquences de précipitation :

Diverses séquences de précipitation sont proposées dans les alliages Al-Cu-Mg.

Chaque séquence décrit un nombre et un modèle de structures cristallines des phases précipitées.

Les phases les plus citées pour un alliage Al-Cu-Mg sont : les zones de Guiner-Preston-Bagayaratsky, les Co-clusters Cu-Mg, les phases S''/GPB2, la phase métastable S' et la phase d'équilibre S, toutes dans un domaine de basses températures (100°C-200°C).

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

En 1952, selon Bagayaratsky [24], si le rapport massique Cu/Mg est supérieur ou égal à deux, la phase S précipite selon la séquence :

SSS → zones GPB → S'' → S' → S (Al₂CuMg)

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

Plus tard, en 1961, Silcok [25] affirme ne pas avoir observé la présence de la phase S'' par diffraction X, il a donc proposé la séquence suivante :

SSS → zones GPB (<001> bâtonnés) → S' → S (lattes).

Récemment, plusieurs auteurs ont montré qu'un rapport massique Cu/Mg faible (de l'ordre de 1) est suffisant pour la précipitation de la phase S [24, 32, 33, 34, 36]. Ringer *et al.* [38] dans une étude sur la précipitation, dans le premier stade de durcissement de l'alliage Al-1,1 Cu-1,7 Mg (at. %), montrent que le durcissement est notable, si l'alliage est vieilli plus de 60 s à une température supérieure à 130°C. Il semble que ce sont les clusters (dominants dans ce stade) qui sont responsables du durcissement. Ces clusters se développent pour former des précipités sous forme de bâtonnets considérés comme des zones GPB riches en Cu et Mg. Ensuite, ces zones vont croître pour se transformer en phase S qui apparaît de manière hétérogène sur les dislocations. Les auteurs proposent la séquence suivante:

SSS → stage de pré-précipité → GPB zones + S' → S.

En 1999, Riech *et al.* [24] n'observent pas les zones GPB au début de la précipitation, mais observent les clusters de Cu-Mg. D'après ces auteurs, les zones GPB apparaissent ultérieurement selon la séquence suivante :

SSS → co-clusters Cu-Mg → zones GPB → S.

En 2007 [39], les mêmes auteurs, dans un travail différent effectué sur deux alliages contenant en plus du Cu et du Mg, une faible quantité de Silicium: Al- 2,4%Cu-1,5%Mg - 0,6%Mn-0,5%Si et Al-2,4%Cu-1,5%Mg-0,6%Mn-0,08%Si (en poids), ont confirmé l'existence de deux types de précipités de la phase S: type 1 et type 2 qui se différencient par les relations d'orientation avec la matrice; ces auteurs proposent la séquence:

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

En 2008, Khan *et al.* [40] dans une étude sur la cinétique de durcissement dans l'alliage 2024 de composition Al-4,2%Cu-1,36%Mg-0,58%Mn-0,06%Si-0,08%Fe.

III.2.6. Les références :

- [1] A. Ayadi, Thèse de doctorat en physique, Université Mohamed Mentouri (2006)
- [2] D. B. Williams, E.P. Buttler. *Int. Met. Rev.* 3 118 (1981).
- [3] W. Gust Proc. Conf. Phase Transformations ser. 3, n° 11. The institution of Metallurgist University of York, 11 (1979).
- [4] N. Ageew, G. Sachs, *Z. Phys.* 66 293 (1930).
- [5] I. Manna, S. K. Pabi, *W. Gust Int. Mater. Rev* 46(2) 53 (2001).
- [6] M. Fatmi, Z. Boumerzoug, *Physica B* 405 4111 (2010).
- [7] Z. boumerzoug, M. Fatmi, *Mater. Charact.*, 60 768 (2009).
- [8] M. Boucheur, Thèse de Doctorat d'Etat, Université Mentouri-Constantine, Algérie (2000).
- [9] Merica, Waltrenberg, scott- *trans.A.I.M.E.*, 64 41 (1920).
- [10] P. D. Merica, *Trans. Aime*, 99 13 (1932).
- [11] A. Guinier, *Nature*, 142 569 (1938).
- [12] G. D. Preston, *Nature* 142, 570 (1938).
- [13] W. R. Cahn, P. Haasen, "Physical metallurgy", tome 2 1806 (1996).
- [14] R. E. Smallman, R.J. Bishop, *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering: Science, Process Applications*, sixth ed., Butterworth-Heinemann Press, 1999.
- [15] S. K. Son, M. Takeda, M. Mitome, Y. Bando, T. Endo, *Mater. Lett.* 59 (2005) 629.
- [16] L. Loechte, A. Gitt, G. Gottstein, I. Hurtado, *Acta Mater.* 48 (2000) 2969.
- [17] Massalski, "Binary Alloys Phase Diagrams", Ed. ASM, 1400 (1990)
- [18] J. P. Schaffer, A. Sawena, S. D. Antolovich, T. H. Sanders, S. B. Warner, *The Science and Design of Engineering Materials*, 337 (1995).
- [19] Fujita et Lu, *Mater. Trans. JiM* 33, 892 (1992).
- [20] E. Hornbogen, *Aluminium*, 43 (2), 115 (1967).

- [21] J. M. Silcock *et al.*, *Jimma*, 21, Cité par Mondolfo 616 (1976).
- [22] T. J. Headley et J. J. Hren, *J. Mater. Sci* 11 1867 (1976).
- [23] S. C. Wang, M. J. Starink, N. Gao: *Scripta mater*, 2006, **54**, 287-291.
- [24] Y. A. Bagaryatsky: *Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R.*, 1952, **87**, 559-562.
- [25] J. M. Silcock: *J. Inst. Met.*, 1960, **88**, 357-364.
- [26] F. Cuisiat, Thèse de docteur-ingénieur, Université de Rouen, France, 1984.
- [27] S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear: *Acta Mater*, 1997, **45**, 3731.
- [28] A. Charai, T. Walther., C. Alfonso, A. M. Zahra, C.Y. Zahra: *Acta Mater*, 2000, **48**, 2751.
- [29] P. Ratchev, B. Verlinden, P. De Smet, P. Van Houtte: *Acta mater*, 1998, **46**, 3523-3533.
- [30] k. Raviprazad, S, Moutsos: *Metals Forum*, 2004, **28**, 412-417.
- [31] O. Novelo-Peralta, G. González, G. A. Lara-Rodriguez: *Materials Characterization*, 2008, **59**, 773-780.
- [32] S. C. Wang, M. J. Starink: *Int Mater*, 2005, **50**, 193-215.
- [33] S. C. Wang, M.J. Starink: *Mater Sci Eng A*, 2004, **386**, 156-163.
- [34] L. Kovarik, M.K. Miller, S. A. Court, M. J. Mills: *Acta mater*, 2006, **54**, 1731-1740.
- [35] L. Kovarik, P. I. Goumna, C. Kisielowski, S. A. Court, M. J. Mills: *Mater Sci and Eng A*, 2004, **387–389**, 326–330.
- [36] SP. Ringer, K. Hono : *Mater Charact*, 2000, **44**, 101.
- [37] J. Yan, M. J. Starink, N. Gao: *Mater Forum*, 2004, **28**, 926-932.
- [38] S. P. Ringer, K. Hono, I.J. Polmear, T. Sakurai: *Acta Mater*, 1996, **94 – 95**, 253-260.
- [39] S. C. Wang, M. J. Starink: *Acta Materialia*, 2007, **55**, 933-941.
- [40] I. N. Khan, M. J. Starink, J. L. Yan: *Acta Metal and Engineering A*, 2008, **472**, 66–74.

Chapitre IV :

Alliage étudié et méthodes expérimentales utilisées

IV.1- Choix de l'alliage :

Notre choix est porté sur l'alliage Al-3%Cu-1% Mg, dont la composition chimique est donnée dans le tableau suivant:

<i>Element</i>	<i>Al</i>	<i>Cu</i>	<i>Mg</i>	<i>Si</i>
<i>Composition</i> (% mass.)	95.98	3.0	1.0	0.02

Tableau 2 : la composition chimique sur l'alliage Al-3%Cu-1%

Dans ce type d'alliage, les précipitations continue et discontinue ont été observées mais plusieurs questions sur leurs cinétiques et leurs mécanismes restent encore sans réponse et sans explication convaincantes. Les méthodes d'analyse utilisées dans ce travail sont : La diffraction des rayons X et l'analyse Calorimétrique Différentielle (DSC).

IV.2- Préparation des alliages :

Ces matériaux ont été préparés dans notre laboratoire par fusion sous vide secondaire de 10^{-5} Torr, à partir de matériaux très purs (99.99%). Pour la préparation de ces alliages, une quantité des éléments (Aluminium ,cuivre et magnésium) sont mis dans un creuset en alumine rempli de KCl sous forme de poudre, avant d'être introduit au 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 750°C atteinte après une heure avec un temps de maintien d'environ 30 min.

Après la fusion et solidification, l'homogénéisation des alliages obtenus est faite à 450 °C pendant 15 heures afin d'éliminer la ségrégation mineure éventuelle.

IV.3- Traitements thermiques :

Dans le but d'obtenir une solution solide sursaturée l'alliage a été porté à 500°C pendant une semaine (150 h) dans le domaine monophasé indiqué par le diagramme d'équilibre puis trempé dans l'eau. L'échantillon a été ensuite effectué à la températures de revenu : 150 °C, pour différentes durées de maintien, afin de suivre les mécanismes et la cinétiques de décompositions de la phase sursaturée et des transformations de phase qui en résultent, dans les différents domaines de températures, et de les comparer aux résultats obtenus précédemment.

IV.4- Préparation des échantillons :

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

IV.5- Méthode d'étude :

La méthode d'analyse utilisée dans ce travail est :

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC)

IV.5.1. L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) :

Elle 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.

IV.5.2.Description :

L'analyseur est du type DSC 200 PC (NETZSCH), équipé d'un processeur, d'une cellule de mesure et d'un traceur qui permet d'enregistrer les énergies en fonction de la température et le temps (Fig. 8).

IV.5.3.Principe de la méthode :

L'analyse calorimétrique différentielle (DSC) permet de suivre les évolutions des matériaux dans le temps dans des conditions thermiques prédéfinies et sous atmosphère contrôlée.

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, ou il n'est pas facile de la tracer (il faut un choix judicieux).

Les cycles thermiques appliqués pour l'alliage Al-3Cu1Mg consiste à un chauffage de 20 à 430 °C avec différentes vitesses de chauffage ($V=4, 6, 8, 10$ °C/min) suivi d'un maintien de 1 seconde et d'un refroidissement lent jusqu'à l'ambiante.



Fig.8: La DSC de type 200 PC (NETZSCH).

Chapitre V :
Résultats et Discussions

V.1. Etude par la DSC (Conditions isothermes) :

Les courbes DSC obtenues au cours du chauffage avec différentes vitesses pour échantillons homogénéisés et trempés (Fig.9) ; Présentent trois pics exothermiques dans l'intervalle de température [70-300 °C] et un pic endothermique avec un minimum situe vers 160°C qui correspond à la dissolution de la phase GP2 (Al₂CuMg). Les pics exothermiques présentent un maximum situé vers 105, 250 et 265 °C. Pour une vitesse de 4 °C/min correspondant à la précipitation des phases GP2 /S'' (Al₂CuMg), S' et S, respectivement [1,2,3,4]. L'élévation des vitesses de chauffage mène à l'augmentation de l'amplitude des différents pics exothermique, avec un décalage vers les hautes températures.

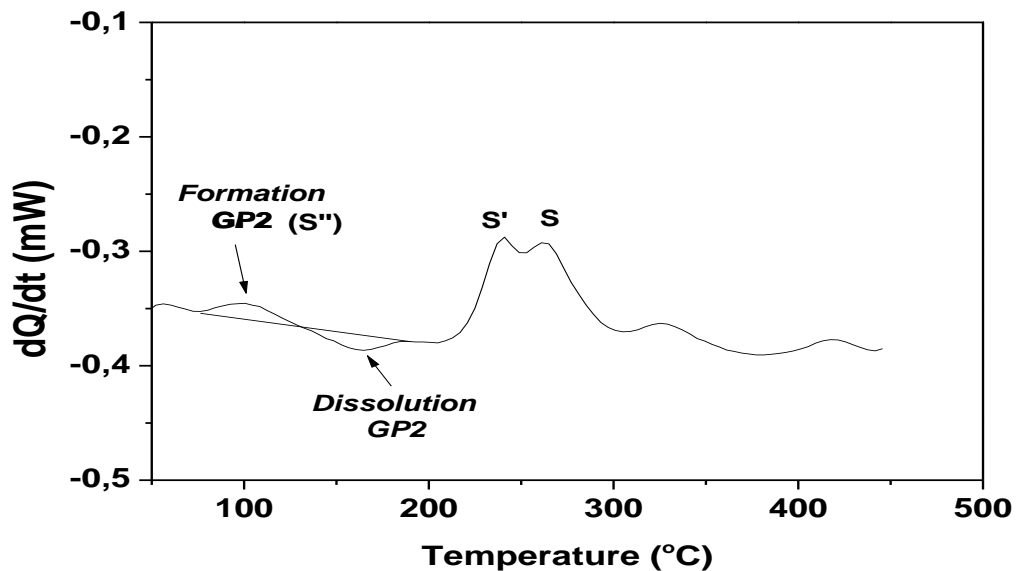


Fig. 9 : Courbe de DSC de l'alliage Al-3%Cu-1% Mg trempé ; puis chauffé de 25 à 450°C avec une vitesse $v=4^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

La dérivée de Q en fonction de température d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min) (Fig. 10). Dans le cas de l'alliage Al₃Cu1Mg. Cette analyse a été réalisée pour le premier pic exothermique qui correspond à la formation de la phase GP2 (S'') (Al₂CuMg) (Fig. 10A) et le second pic endothermique qui correspond la dissolution de ce dernier pic (Fig. 10B). L'élévation des vitesses de chauffage mène à l'augmentation de l'amplitude des différents pics exothermique et montre bien le décalage vers les hautes

températures. Les zones GPB ou les clusters s'ordonnent pour donner la nouvelle phase transitoire S'' ou GP2. La structure de cette phase n'est pas nettement définie et plusieurs modèles sont proposés [5, 11]. Par ailleurs, d'autres travaux ne confirment pas l'existence de cette phase [12, 5, 13,14].

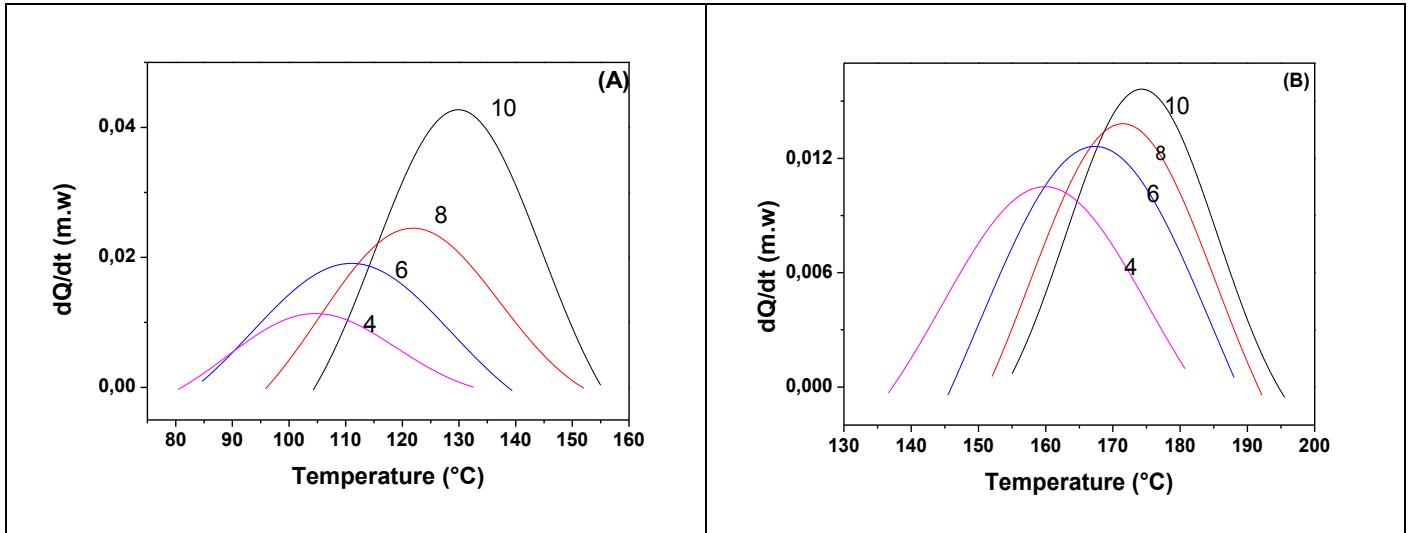


Fig. 10. La dérivée de Q en fonction de température d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al₃Cu₁Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction exothermique (A) et endothermique (B) observée par la DSC.

Bagayaratsky introduit en 1952 [5] la possibilité d'existence d'une phase S'' avec une structure orthorhombique. Plus tard, Cuisiat [15] a proposé S'' comme une phase "précurseur" de S', avec les paramètres cristallins a = 4,05 Å, b= 4,05 Å, c=8,10 Å et un groupe d'espace Im2m (Fig. 11). Au contraire, ce modèle a été proposé par Yan et al. [14] comme une structure de la phase S' et non pas de la phase S''.

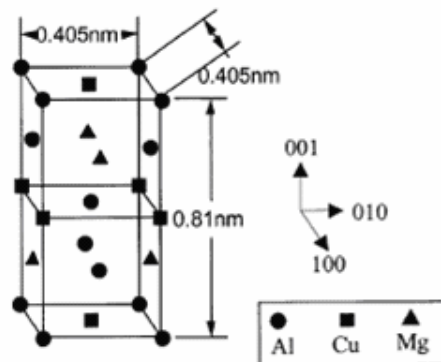


Fig. 11: Structure cristallographique de la phase S''/GPB2 proposée par Cuisiat [15].

La phase S'' est encore cohérente avec la matrice et se présente sous forme d'aiguilles orientées suivant les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice α ; elle serait désorientée de quelques degrés par rapport à la phase S' (ou S) [16].

Shchegoleva et Buinov [17] supposent que la phase S'' présente les mêmes paramètres cristallins que la phase S, mais qu'elle aurait une structure monoclinique avec l'angle α égal à $88,6^\circ$.

Shih *et al.* [18], ont appelé zones GPB2 la phase S'' et lui en donné une structure tétragonale dont les paramètres sont : $a = 5.80\text{\AA}$ et $c = 8.10\text{\AA}$. De même, Wolverton [10] propose la structure tétragonale pour les zones GPB2 avec les paramètres : $a = b = 4,01\text{\AA}$ et $c = 8,10\text{\AA}$ (Fig. 12).

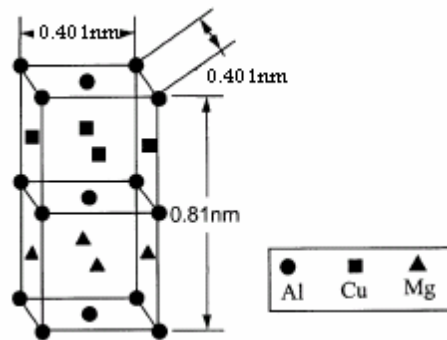


Fig. 12 : Structure cristallographique des zones GPB2 / S'' proposée par Wolverton [10].

La Fig. 13 Montre la dérivée de Q en fonction du temps d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al₃Cu₁Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction exothermique (Fig. 13A) et endothermique (Fig. 13B) observée par la DSC.

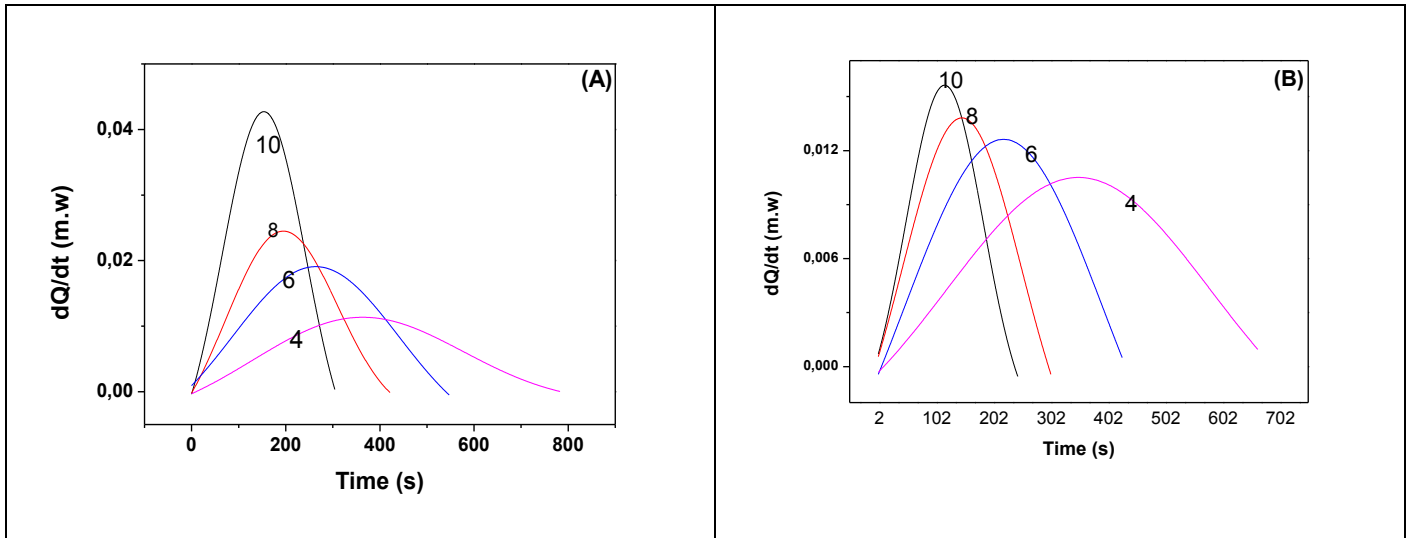


Fig. 13. La dérivée de Q en fonction du temps d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al₃Cu₁Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction exothermique (A) et endothermique (B) observée par la DSC.

V.2. Détermination de l'énergie d'activation :

La recristallisation non-iso thermique, est caractérisée par un taux chauffage constant. La relation entre la température de l'échantillon T et la vitesse de chauffage β peut s'écrire [19]:

$$T = T_0 + \beta t \dots \dots \dots (1)$$

Une méthode d'analyse non-isotherme développée par Kissinger (1957) [20] Eq.2 et Ozawa (1970) [21] Eq. 3, sont basées sur la théorie JMA.

$$\ln \frac{v}{T_p^2} = \frac{-E_a}{R.T_p} + \ln \frac{kE_a}{R} \dots \dots \dots 2$$

$$\ln v = \frac{-E_a}{R.T_p} + \ln \frac{kE_a}{R} \dots \dots \dots 3$$

Où: T_p la température d'un pic, v = vitesse de chauffage dT / dt.

Ln (kE_a/R) dans les équations 2 et 3 sont des constantes.

Dans le cas des transformations pour lesquelles un seul mécanisme gouverne la transformation, le paramètre k peut être significatif des mécanismes de croissance ou de germination et croissance.

L'énergie d'activation de la recristallisation primaire ou bien la formation (exothermique) (Fig.14, 15) et dissolution (endothermique) (Fig. 16,17) de la phase GP₂ de l'alliage Al₃Cu₁Mg a été calculée par les méthodes de Kissinger et Ozawa. Les courbes $\ln(v/T_p^2)$ vs $10^3/T_p$ et $\ln(v)$ vs $10^3/T_p$ sous forme des droites, il est possible de conclure les valeurs de l'énergie d'activation et du facteur pré-exponentiel (k) de le processus de transformation.

Les énergies d'activation de la formation et la dissolution de la phase GP₂ déterminées à partir des pentes de ces courbes, les énergies sont très proches comme ils sont reportés sur les tableaux 2,3 respectivement.

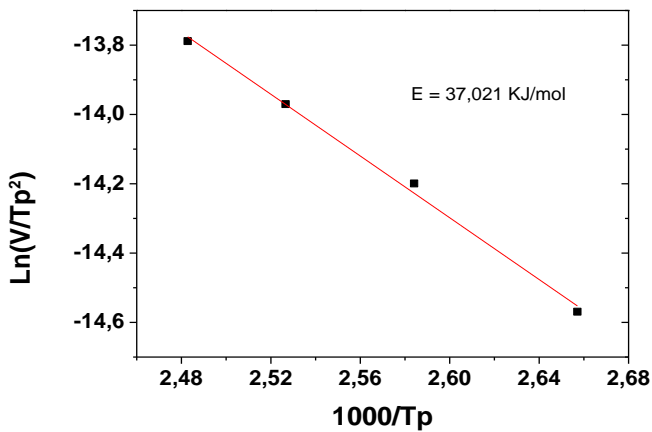


Fig. 14. $\ln\frac{v}{T_p^2}=f(1000/T_p)$ pour la détermination de l'énergie d'activation (Eq. Kissinger) d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al₃Cu₁Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction exothermique observée par la DSC.

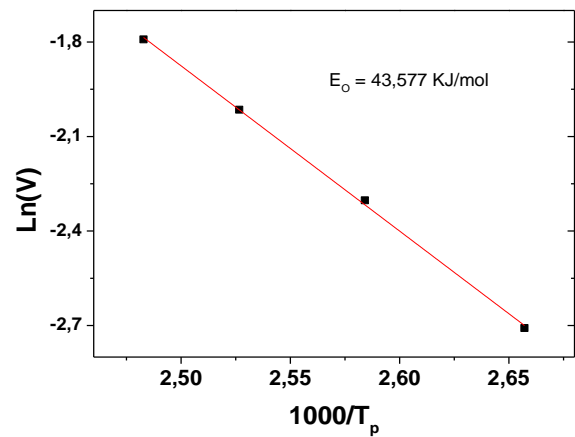


Fig. 15 $\ln v=f(1000/T_p)$ pour la détermination de l'énergie d'activation (Eq. Ozawa) d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al₃Cu₁Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction exothermique observée par la DSC.

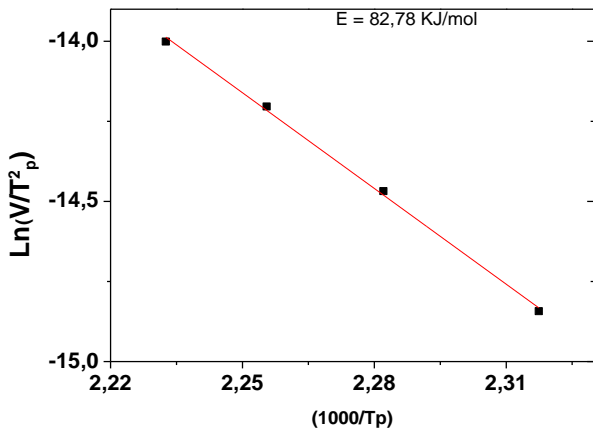


Fig. 16. $\ln\frac{v}{T_p^2}=f(1000/T_p)$ pour la détermination de l'énergie d'activation (Eq. Kissinger) d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al3Cu1Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction endothermique observée par la DSC.

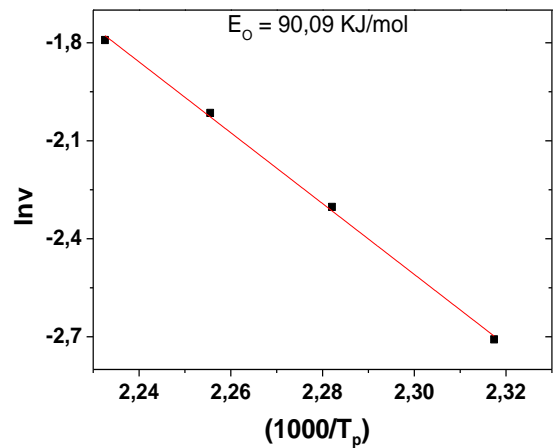


Fig. 17. $\ln v=f(1000/T_p)$ pour la détermination de l'énergie d'activation (Eq. Ozawa) d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et 10 °C/min). Dans le cas de l'alliage Al3Cu1Mg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction endothermique observée par la DSC.

La vitesse de chauffage (°C/mn)	4	6	8	10
Tp (°C/mn)	105.21	109.96	116.66	125.66
Ea (KJ/mol) Kissinger		37.021		
Ea (KJ/mol) Ozawa		43.577		

tableau 3 : reporte l'énergie d'activation déterminée par deux méthodes différentes de formation de la phase GP2 (Al2CuMg) de l'alliage Al3%Cu1%Mg; trempé puis chauffé de 25 à 450 °C avec différentes vitesses $v = 4, 6, 8$ et $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

La vitesse de chauffage (°C/mn)	4	6	8	10
T_p (°C/mn)	163.5	167.36	168.84	173.11
E_a (KJ/mol)	82,78			
Kissinger				
E_a (KJ/mol)	90.09			
Ozawa				

tableau 4 : reporte l'énergie d'activation déterminée par deux méthodes différentes de dissolution la phase GP2 (Al₂CuMg) de l'alliage Al3%Cu1%Mg; trempé puis chauffé de 25 à 450 °C avec différentes vitesses $v = 4, 6, 8$ et $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Les courbes obtenues à partir de la Fig. 9, ont la forme de S ou sigmoïdales (Fig. 18,19) ; qui illustrent la fraction transformée en fonction de la température pour les différentes vitesses de chauffage. On constate que l'augmentation de la vitesse de chauffage mène à un décalage des pics exothermiques et endothermiques vers les grandes températures.

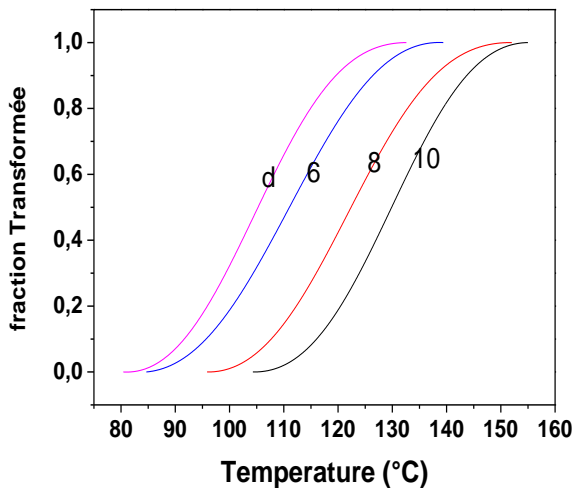


Fig. 18. La fraction transformée en fonction de la température d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$). Dans le cas de l'alliage AlCuMg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction exothermique observée par la DSC.

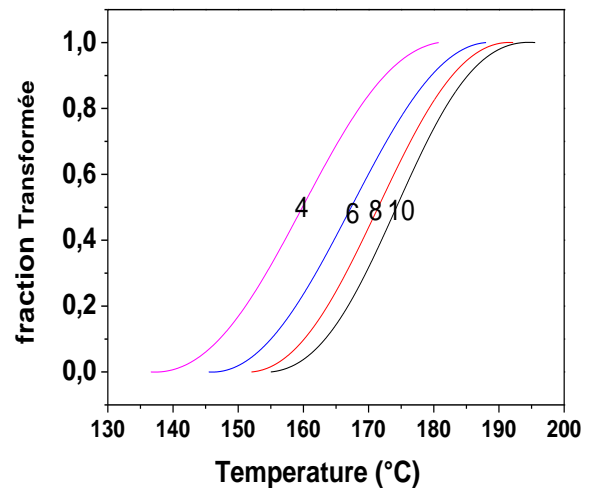


Fig. 19. La fraction transformée en fonction de la température d'une série d'analyses de DSC avec différentes vitesses de chauffage (4, 6, 8 et $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$). Dans le cas de l'alliage AlCuMg. Cette analyse a été réalisée pour la première réaction endothermique observée par la DSC.

V.3. Exposant n (l'ordre de la réaction n) :

Pour calculer le coefficient n caractéristique du mécanisme de la transformation qui contrôle la précipitation dans l'alliage Al-3Cu1Mg; on a utilisé l'équation de Matusita [22] développé par Donghui Zhao et al. [23] (Eq. 4) et qui relie la fraction transformée y à une température constante et la vitesse de chauffage selon l'équation:

$$\ln(-\ln(1-y)) = -n \ln \alpha + 1.025 \left(\frac{nE}{RT} \right) + Const. \quad (4)$$

Les courbes de $\ln(-\ln(1-Y)) = f(\ln \alpha)$ (Fig. 20) aux températures (110, 115 et 120 °C) pour la formation de la phase S'' montrent des droites presque parallèles avec une pente ($n = 3.51, 3.49$ et 3.62), et pour la dissolution de la même phase aux températures (160, 165 et 170 °C) (Fig. 21) un indice Avrami est égale $n_{\text{moy}} = 1.68$ (Tableau 4). Ces valeurs peuvent correspond transformations contrôlées par la réaction à l'interface : (transformations polymorphiques, réaction eutectoïde et précipitation discontinue) ($n=3.48$), et à un mécanisme de transformation de phase gouverné par la diffusion pour ($n_{\text{moy}} = 1.68$).

Température (°C)	110	115	120	160	165	170
Indice Avrami	3.51	3.49	3.62	1.75	1.66	1.63

tableau 5 reporte l'indice Avrami déterminé par la méthode Matusita de la formation et dissolution de la phase S''(Al₂CuMg) de l'alliage Al3%Cu1%Mg; trempé puis chauffé de 25 à 450 °C avec différentes vitesses $v = 4, 6, 8$ et $10^\circ\text{C}/\text{min}$.

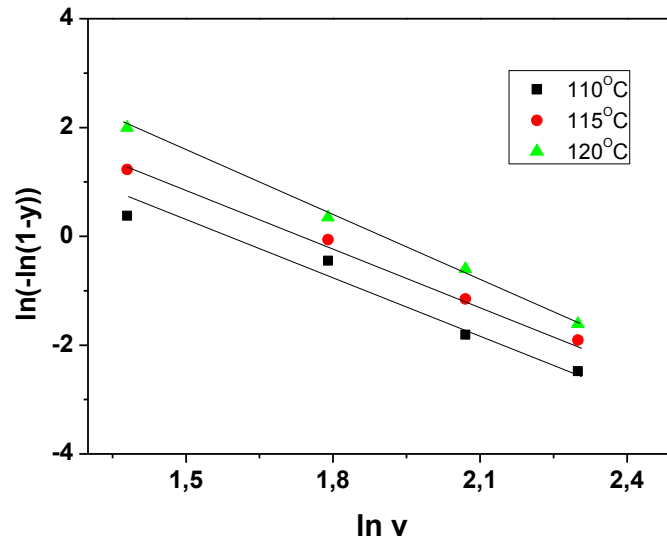


Fig. 20 . Courbe de $\ln(-\ln(1-y)) = f(\ln v)$ de l'alliage Al-3Cu1Mg à différentes températures.

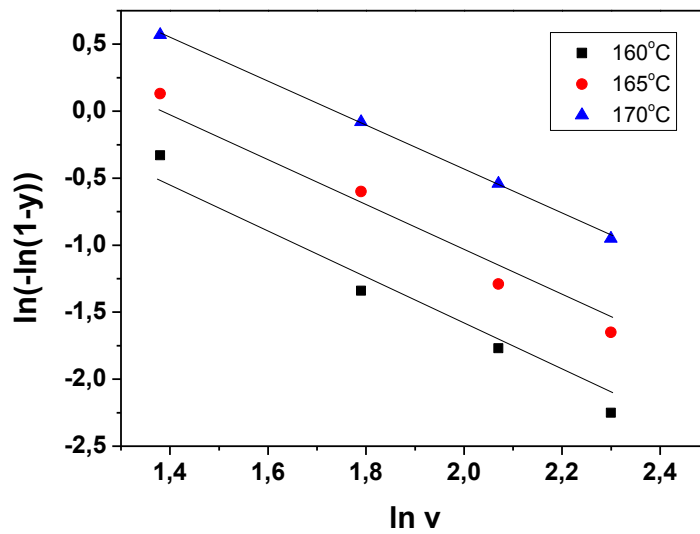


Fig. 20. Courbe de $\ln(-\ln(1-y)) = f(\ln v)$ de l'alliage Al-3Cu1Mg à différentes températures.

V.5. Les références

- [1] S.C. Wang, M.J. Starink, *Acta Materialia* 55 (2007) 933–941
- [2] S.C. Wang, M.J. Starink, N. Gao, *Scripta Materialia* 54 (2006) 287–291
- [3] S.P. Ringer, I.J. Polmear, T. Sakurai, *Materials Science and Engineering A217/218* (1996) 273-276
- [4] Ying-jun Gao, Xian-hua Hou, Qi-feng Mo, Cheng-yang Wei, Xiao-bing Qin, *Journal of Alloys and Compounds* 441 (2007) 241–245
- [5] Y. A. Bagaryatsky: *Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R.*, 1952, **87**, 559-562.
- [6] S. P. Ringer, T. Sakurai, I. J. Polmear: *Acta Mater*, 1997, **45**, 3731.
- [7] A. Charai, T. Walther., C. Alfonso, A. M. Zahra, C.Y. Zahra: *Acta Mater*, 2000, **48**, 2751.
- [8] L. Kovarik, M.K. Miller, S. A. Court, M. J. Mills: *Acta mater*, 2006, **54**, 1731-1740.
- [9] L. Kovarik, P. I. Goumna, C. Kisielowski, S. A. Court, M. J. Mills: *Mater Sci and Eng A*, 2004, **387–389**, 326–330.
- [10] C. Wolverton: *Acta mater*, 2001, **49**, 3129-3142.
- [11] Y. Gao, H. H. Hou, Q. F. Mo, C. Y. Wei, X. B. Qin: *Journal of alloys and compounds*, 2006, **17**, 155
- [12] L. Reich, S. P. Ringer, K. Hono: *Phil Mag. Lett*, 1999, **79**, 639.
- [13] SP. Ringer, K. Hono : *Mater Charact*, 2000, **44**, 101.
- [14] J. Yan, L. Chunzhi, Y. Minggao: *J. Mater. Sci. Lett.*, 1990, **9**, 421.
- [15] F. Cuisiat, Thèse de docteur-ingénieur, Université de Rouen, France, 1984.
- [16] H. Perlitz, A. Westgren: *Arkiv. Kem. Mineral. Geol*, 1943, **16**, 13.
- [17] T. V. Shchegoleva, N. N. Buynov: *Fiz. Metal. Metalloved*, 1967, **23**, 1026-1032.
- [18] H. Shih, N. Ho, J. C. Huang: *Metall. Mater. Trans. A*, 1996, **27**, 2479–2494.
- [19] J. Malek , *Thermochimica Acta*, 355: 2000, 239–253.

Références de Chapter V

[20] H.E. Kissinger, J. Res. Nat. Bur. Stand, 57, 217(1956).

[21] T. Ozawa, Thermochim, Anal., 203, 159 (1992).

[22] K. Matusita and S. Sakka, Phys. Chem. Glasses, 20, 77 (1979).

[23] Donghui Zhao, Yingchun Zhu, Fang Li, Qichao Ruan, Shengmao Zhang, Linlin Zhang, Fangfang Xu, Mat. Res. Bull. 45, 1 (2010) 80-87

Conclusion générale

V.4. Conclusion générale :

Les transformations de phases sont étudiées de différents points de vue, essentiellement par caractérisation de l'évolution structurale et morphologique et détermination de leurs cinétiques.

C'est pour cette raison que ce mémoire a été réalisé pour suivre l'influence de la vitesse de chauffage sur les transformations an isothermes (la précipitation discontinue) dans les alliages Al-3Cu-1Mg. Pour cela, on a utilisé particulièrement la technique l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).

Les résultats de l'analyse calorimétrique différentielle de l'alliage Al-3Cu-1Mg ont permis de calculer l'énergie d'activation par différentes méthodes : Kissinger et Ozawa. ($E_{moy}=40$ Kj/mol) due à la formation de la phase précipitée S'' et ($E_{moy}= 86.4$ Kj/mol) due à la dissolution de la même phase. Pour la formation de la phase S'' le calcul de l'exposant ($n=3.54$) par la méthode de Matusita montre bien que le mécanisme de précipitation est contrôlé par la réaction à l'interface : (transformations polymorphiques, réaction eutectoïde et précipitation discontinue) , et à un mécanisme de transformation de phase gouverné par la diffusion pour ($n_{moy}= 1.68$) pour la dissolution de la même phase. Enfin on a pu montrer que l'augmentation de la vitesse de chauffage provoque un décalage des effets et anomalies observées vers les hautes températures à cause du retard dans le déclenchement des processus de transformations des phases.

L'analyse calorimétrique différentielle DSC reste une bonne technique pour la détection et le suivi des transformations de phase à l'état solide, mais doivent être complétées par d'autres pour bien identifier les phénomènes.

RESUME

Le but de ce travail est l'étude de l'effet de la vitesse de chauffage sur les transformations anisothermes (précipitation discontinue) dans l'alliage Al-3%Cu-1%Mg. Pour cela, on a utilisé une seule méthode expérimentale l'analyse calorimétrique différentielle (DSC); simple et rigoureuse adaptée à ce genre de travaux de recherche.

Nous avons observé un déplacement des effets vers les hautes températures, et nous avons aussi calculé les paramètres cinétiques de la formation et dissolution de la phase S''; l'énergie d'activation, la fraction transformée et l'ordre de réaction (l'exposant n) pour l'alliage étudié par différentes méthodes de calcul (Kissinger, Ozawa et Matusita).

Mots clés : DSC, précipitation discontinue, énergie d'activation.

تأثير سرعة التسخين على تشكيل وذوبان للطور
Al₃Cu-1%Mg لسبيكة S''(Al₂CuMg)

ملخص

الهدف الاساسي من العمل المنجز في اطار هذه المذكرة هو دراسة تأثير سرعة التسخين على التحولات متغيرة درجة الحرارة لسبيكة Al₃Cu1Mg من أجل هذا تم استعمال طريقة تجريبية بسيطة لكنها كافية ودقيقة وهي التحليل الحراري التفاضلي والتي تناسب هذا النوع من الابحاث. قمنا بحساب الوسائط التحولات الطورية وهي طاقة التنشيط. الكمية او النسبة المتحولة درجة حرارة التحول بطريقتين و هما : Kissinger .. Ozawa et Matusita
كلمات مفتاحية: الترسب المتقطع /طاقة التنشيط/ DSC

Effect the heating rate on the formation and dissolution of S''(Al₂CuMg) phase in Al₃Cu1%Mg alloy.

Abstract

The aim of this work is to study the effect of heating rate on the isothermal transformation (discontinuous precipitation) in the alloy Al-3% Cu-1% Mg. For this, we used a single method experimental differential scanning calorimetry (DSC); simple suited to this kind of research.

We observed a displacement effects to higher temperatures, and we also calculated the kinetic parameters of the formation and dissolution of the S ''phase; the activation energy, the transformed fraction and the reaction order (exponent n) for the alloy studied by different calculation methods (Kissinger, Ozawa and Matusita).

Keywords: DSC, discontinuous precipitation, activation energy.