

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



**UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA-1- FACULTE
DE TECHNOLOGIE DEPARTEMENT DE GENIEMECANIQUE**

**Projet de Fin d'études
Pour l'obtention du diplôme de Master
Ingénierie mécanique des surfaces**

**Durcissement par Précipitation des alliages d'aluminium
-Cas de l'alliage 7075-**

Réalisé par :

DODAR Yakoub

Proposé par :

Mme N.BOUDINA

Année universitaire 2023/2024

Remerciement
&
Dedicace

Je tiens tout d'abord à remercier mon Encadreur, Madame BOUDINA.N de m'avoir encadré dans le mémoire de Master, pour la confiance et l'attention qu'elle m'a accordé tout au long de ce travail, son aide et son sens de la motivation m'ont été très utiles pour mener à terme ce travail.

De même ,je remercie vivement madame TAHAR –CHAOUCH .K Docteur à l'université de Saad Dahlab Blida-1-de nous avoir aidés à réaliser ce travail.

Je souhaite remercier très sincèrement les membres du jury et je suis honorée
Qu'il soient acceptés d'examiner mon travail.

Je tiens également à remercier le chef de département et le staff administratif ,ainsi que mes chers enseignants.

Je tiens à remercier ma famille pour son soutien aussi moral que financier et pour son sacrifice.

Merci à tous, qui m'ont aidé de près ou de loin, à la réalisation de ces travaux de recherche.

Dédicace :

A

MES CHERS PARENTS

MES FRERES ET MA SŒUR

Table des matières :

- Remerciement4
- Dédicace.....6
- Liste des figures.....7
- Liste des tableaux.....8
- Introduction générale.....1

Chapitre I :Les alliages d'aluminium

I-1- L'Aluminium et ses propriétés.....	4
I-2- Principales utilisations de l'Aluminium.....	6
I-3- Désignation des différents alliages d'aluminium.....	7
I-4-Classification des alliages d'aluminium.....	8
I-5-Etat de livraison-Etat métallurgique.....	9
I.6.Durcissement Structural des Alliages d'Aluminium	11

Chapitre II : Les traitements thermiques

II-1- Les Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	13
II-1-1-Les Traitements d'homogénéisation	13
II-1-2-Les Traitements d'adoucissement	13
II-1-2-1 Le traitement de restauration.....	13
II-1-2-2 Le traitement de recristallisation.....	14
II-1-3-Les Traitements thermiques de durcissement structural.....	14
II-1-3-1- La mise en solution.....	15
II-1-3-2- La trempe.....	15
II-1-3-3-Le revenu (vieillissement).....	15
II-1-3-3-1- Vieillissement naturel.....	15
II-1-3-3-2- Vieillissement artificiel.....	16

Chapitre III : Généralité sur la précipitation

III-1-Généralités sur les phénomènes de précipitation	18
III-2-Les types de précipitation	18
III-2-1-La précipitation continue.....	18
III-2-2- La précipitation discontinue.....	19
III-3-Mécanisme de précipitation.....	19
III-3-1- La germination.....	19
III-3-2-La croissance.....	21
III-3-3-La coalescence.....	21
III-4- Durcissement des alliages d'aluminium.....	21
III-4-1-Mécanisme de durcissement dans les alliages.....	22
III-5-Caractéristiques de la microstructure des alliages 7000	23
III-6-Précipitations activées pendant les traitements thermiques de trempe et de revenu.....	26
III-7-Les Techniques de caractérisation	28
III-7-1-La Microscopie optique(MO)	28
III-7-2-Essai de dureté Rockwell	28

Chapitre IV : Matériau étudié et Méthodes Expérimentales

IV-1-Alliage d'aluminium étudié	31
IV-2-Traitements Thermiques Appliqués	31
IV-3- Préparation des échantillons pour les essais	32
IV.3.1.Enrobage à froid	32
IV.3.2.Le Polissage mécanique des échantillons	33
IV.3.3. L'attaque chimique	33
IV.4. Les Techniques expérimentales utilisées	34
IV.4.1. Microscopie optique(MO)	34
IV.4.2. La dureté Rockwell	36

Chapitre V : Résultats et Discussions

V.1. Introduction	38
V.2. Etude de la structure par microscopie optique	38
V.2.1. Résultats pour le traitement de revenu à 110°C	38
V.2.2. Résultats de la dureté	43
V.2.3. Résultats pour le traitement de revenu à 150°C	44
V.2.4. Résultats de la dureté	49
V.3. Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu et du temps de maintien	49
V.4. La taille moyenne des gains en μm à la température de revenu de 110 et 150°C	51
V.5. Résultats et Interprétations :	52
Conclusion :	53
Conclusion Générale :	54
ANNEXES	55

Liste des figures :

Figure I.1. Aluminium non allié.

Figure I.2. Maille élémentaire « CFC cubique à face centrée » de l'aluminium

Figure I.3 : *Les différents types d'alliage d'aluminium utilisés dans la construction d'un avion civil et leur localisation*

Figure I.4 : *Radiateur de chauffage en Al-Mn].*

Figure I.5 : *Répartition de l'utilisation d'aluminium*

Figure II. 1 : *Evolution des propriétés mécaniques au cours des traitements de restauration et recristallisation*

Figure II. 2. *Diagramme de traitements thermiques*

Figure III.1 : Illustration schématique des deux types de réactions de précipitation.

Figure III.2: Interaction d'une dislocation avec des particules dures (contournement)

Figure III.3: Interaction d'une dislocation avec des précipités cohérents et cisailables

Figure III .4 : *Système binaire aluminium-zinc*

Figure III .5- *microscopie optique*

Figure III.6: Principe de mesure de la dureté Rockwell: échelle HRE

Figure IV.1... *Echantillons d'alliage étudié.*

Figure IV.2- *Enrobage à froid*

Figure IV.3 : *Polisseuse mécanique au laboratoire SDM du département*

Figure. IV.4 : *Réactifs chimiques*

Figure IV.5 : *Microscope optique de type ZEISS du laboratoire SDM du département*

Figure. IV.6 : *Microscope optique de laboratoire SDM du département*

Figure IV-7 : *duromètre de type INNOVATEST du laboratoire SDM*

Figure V.1 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 110°C sans attaque chimique*

Figure V.2 *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 110°C avec attaque chimique (x100) et (x200)*

Figure V.3 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 110°C Sans attaque chimique*

Figure V.4 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 110°C Avec attaque chimique*

Figure V.5 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 110°C sans attaque chimique*

Figure V.6 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 110°C avec attaque chimique*

Figure V.7 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 150°C sans attaque chimique*

Figure V.8 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 150°C avec attaque chimique*

Figure V.9 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 150°C sans attaque chimique*

Figure V.10 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 150°C avec attaque chimique (x100 et x200)*

Figure V.11 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 150°C sans attaque chimique x100 et x200*

Figure V.12 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 150°C avec attaque chimique x100 et x200*

Figure V.13 : *Variation de la dureté Rockwell (HRE) de l'alliage 7075 en fonction de temps à température 110°C et 150°C*

Figure V. 14. *Variation de la taille moyenne (μm) des grains de l'alliage 7075 en fonction de temps et de la température de revenu*

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Les propriétés physiques de l'aluminium

Tableau I-2 : *Désignation des séries principales des alliages d'Aluminium*

Tableau I.3. Désignation des états métallurgiques de base

Tableau I.4. Tableau simplifié des traitements thermiques et/ou mécanique secourant avec leur symbole les respectifs

Tableau IV.1: *Compositions chimiques (%mass) de l'alliage étudié*

Tableau IV.2 : Le récapitulatif des traitements

Tableau V.1 : Résultats de la dureté

Tableau V.3. Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu et du temps de maintien :

Tableau V.4 : La taille moyenne des gains en μm à la température de revenu de 110 et 150°C :

INTRODUCTION GENERALE

Les alliages à base d'aluminium ont été l'objet de plusieurs travaux de recherches scientifiques. Leurs excellentes propriétés mécanique et électrique ont permis leur utilisation dans divers secteurs d'activités telle que l'industrie aéronautique, automobile ou le transport électrique. Les propriétés mécaniques résultent de transformations de phase à l'état solide qui jouent un rôle très important dans l'amélioration de ses propriétés; par conséquent, la description générale et la compréhension de la cinétique des transformations de phases dans les alliages d'aluminium demeurent une nécessité scientifique.

Un exemple emblématique de cette technique est l'alliage d'aluminium 7075, objet de notre étude. Cet alliage est largement reconnu pour ses propriétés mécaniques exceptionnelles, qui en font un choix privilégié dans des applications exigeantes telles que l'aérospatiale, les équipements militaires et les industries de haute performance. L'alliage 7075 est principalement composé d'aluminium, de zinc, de magnésium et de cuivre, et son durcissement par précipitation est réalisé par un traitement thermique spécifique.

Le processus de durcissement par précipitation du 7075 suit généralement plusieurs étapes (homogénéisation) qui permet d'obtenir une structure sursaturée formée de précipités dispersés et fins. Ces précipités durcissent l'alliage en bloquant le mouvement des dislocations, ce qui améliore considérablement la résistance mécanique, la dureté et la durabilité du 7075. En raison de ces propriétés, l'alliage 7075 traité par durcissement par précipitation est largement utilisé dans des structures où la force et la légèreté sont cruciales.

Recherches Bibliographiques

CHAPITRE I : Les Alliages d'Aluminium

I.1. L'Aluminium et ses prospérités

Parmi les métaux métalliques les plus abondants dans la croûte terrestre on trouve l'aluminium [1], c'est le troisième métal le plus utilisé après le fer et l'acier malgré que sa production industrielle n'ait commencée qu'au début du XXème siècle [2]. Sa structure cristalline est de type cubique à face centrée (CFC), avec un paramètre de maille 0,404 nm [3]. Selon la classification de Mendeleïev ; l'aluminium se trouve dans le troisième groupe juste après le silicium et l'oxygène [1].

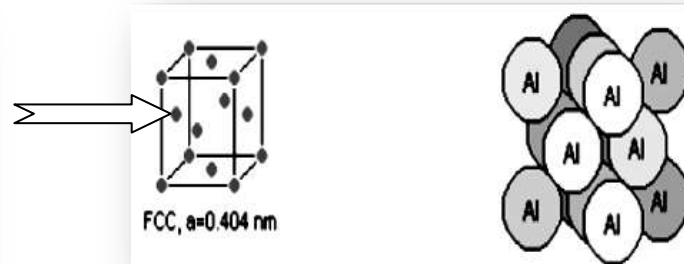


Figure I.1. Aluminium non allié [4].

Figure I.2. Maille élémentaire « CFC cubique à face centrée » de l'aluminium [4].

TABLEAU PÉRIODIQUE DES ÉLÉMENTS

Legend:																																																																																						
■ Non-métaux						■ Métaux pauvres						■ Gaz nobles																																																																										
■ Métaux alcalins						■ Métalloïdes						■ Lanthanide																																																																										
■ Métaux alcalino-terreux						■ Halogènes						■ Actinide																																																																										
■ Métaux de transitions																																																																																						
H	Li	Be	B	C	N	O	F	Ne	Na	Mg	Al	Si	P	S	Cl	Ar	K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe	Cs	Ba	La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Fr	Ra	Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

La seule source de ce métal c'est les bauxites [1], et la séparation de l'aluminium du minerai est un procédé délicat [2]. La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium [1]. Elle est formée par l'altération rapide des roches granitiques en climat chaud et humide [2].



Les propriétés physiques de l'aluminium sont regroupées dans le *tableau (I.1)* suivant :

<u>Propriétés</u>	<u>Valeurs</u>
Couleur	Blanc argenté très malléable
Nombre atomique	13
Masse atomique	26,28
Température de fusion(°C)	660
Masse volumique ρ(kg/dm³)	2,7
Coefficient de dilatation thermique linéaire (K⁻¹)	23.10⁻⁶
Module de Young(bar)	6600
Point d'ébullition (°C)	2056
Pression de vapeur(Pa)	3,7.10⁻³
Energie interne massique(J/Kg)	3,98.10⁵
Capacité thermique Cp(J .Kg⁻¹.K⁻¹)	897
Conductivité thermique λ(W. m⁻¹.K⁻¹)	237
Résistivité électrique ρ (Ω.m)	26,548
Susceptibilité magnétique(K)	0,6.10⁻³
Module d'élasticité longitudinale E (MPa)	69000
Coefficient de poisson ν	0,33

Tableau I.1. Propriétés physiques de l'aluminium[1,6].

I.2. Principales utilisations de l'Aluminium

Les applications de l'aluminium pur sont très limitées en raison de sa faible résistance mécanique. Il est utilisé sous forme d'alliages. L'amélioration des caractéristiques mécaniques et électriques par rapport à celles des propriétés de l'aluminium pur est liée au choix des éléments d'additions et des traitements thermomécaniques [2]. Les alliages d'aluminium sont utilisés pour de multiples applications aussi bien dans le domaine de l'aéronautique *figure (I.3)* que dans celui de l'industrie automobile *figure (I.4)*.

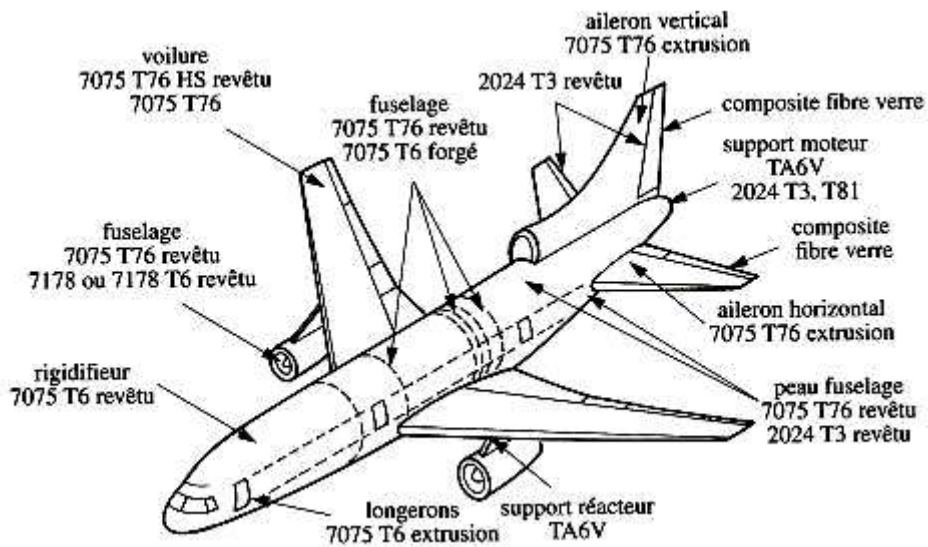


Figure I.3 : Les différents types d'alliage d'aluminium utilisés dans la construction d'un avion civil et leur localisation [3].



Figure I.4 : Radiateur de chauffage en Al-Mn [3].

Les caractéristiques intrinsèques de l'aluminium (légèreté, conductivité, résistance à la corrosion, propriétés mécaniques), ainsi que le développement de ses alliages et des techniques de mise en forme, lui ont ouvert de nombreux domaines d'utilisation. Les principaux secteurs sont les transports (36 %), y compris les TGV, les transports maritimes et de plus en plus l'automobile, le bâtiment (22 %), la construction mécanique et électrique (10 %), et l'emballage (10 %) [7, 8].

Les propriétés physico-chimiques de l'aluminium en font donc un métal très prisé par les industriels et les ménages pour une multitude d'objets du quotidien (voir figure I.5).

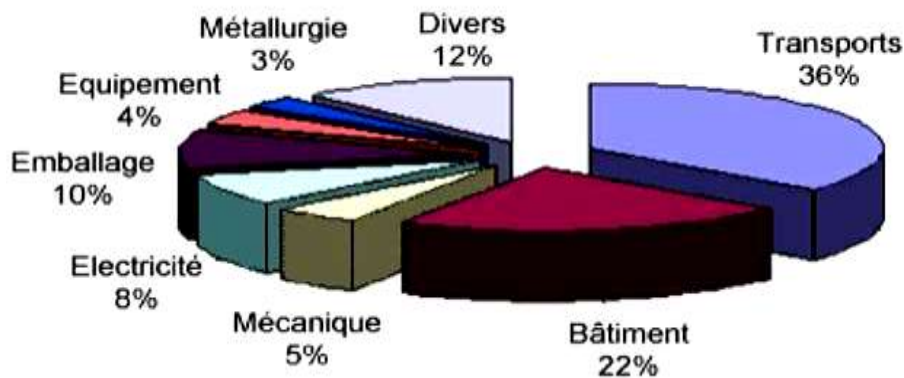


Figure I.5. Répartition de l'utilisation de l'aluminium [8].

I.3. Désignation des différents alliages d'aluminium

La désignation des alliages d'aluminium s'effectue suivant un système de 4 chiffres [9], conforme à la norme AFNOR NF EN 573 ainsi qu'aux spécifications internationales de l'Aluminium Association [2]. Le premier chiffre de la série indique le principal élément alliant en présence à la quelle appartient l'aluminium ou l'alliage d'aluminium et les chiffres subséquents indiquent la composition voir *tableau(I.2)*[9].

<u>Série</u>	<u>Désignation</u>	<u>Elément d'alliage principal</u>	<u>Phases principales</u>
1000	1xxx	Aluminium pur à 99%	-
2000	2xxx	Aluminium et cuivre (Al-Cu)	Al_2Cu , Al_2CuMg
3000	3xxx	Aluminium et manganèse (Al-Mn)	Al_6Mn
4000	4xxx	Aluminium et silicium (Al-Si)	-
5000	5xxx	Aluminium et magnésium (Al-Mg)	Al_3Mg_2
6000	6xxx	Aluminium, magnésium et silicium (Al-Mg-Si)	Mg_2Si
7000	7xxx	Aluminium, zinc et magnésium (Al-Zn-Mg)	$MgZn_2$
8000	8xxx	Aluminium et autres (Al-Li), (Al-Fe-Si)	

Tableau I.2. Désignation des séries principales des alliages d'Aluminium [9].

I.4. Classification des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium se classent en deux grandes familles: les alliages corroyés et les alliages de fonderie.

- Les alliages corroyés sont mis en forme mécaniquement par des procédés tels que la minage, l'extrusion, le forgeage le tréfilage.
- Les alliages de fonderie sont quant à eux coulés par différents procédés comme le moulage sous pression, le moule permanent, le moule au sable à vert, le moule au sable lié chimiquement, la cire perdue, le moule au plâtre, le moule sous vide ou à basse pression par coulée centrifuge[10].

I.5. Etats de Livraison – Etat Métallurgique

Ces alliages sont conformes à la norme AFNOR-NFEN515 qui désigne :

- L'état métallurgique de base par une lettre F, H ou T (**Tableau I.3**), les états F ne comprennent pas de subdivision.

Symbol	Etats métallurgiques
F	brut de fabrication
H	écroui et éventuellement restauré ou stabilisé
T	Durci par traitement thermique

Tableau I.3. Désignation des états métallurgiques de base [27]

- Le **moyen principal d'obtention** par un ou plusieurs **chiffres** complémentaires, les états H et T comprennent les subdivisions ci-dessous :

Subdivisions de l'état H:

- Le premier chiffre indique le moyen principal d'obtention du produit.

H1: Écrouissage.

H2 : Écrouissage puis restauration.

H3: Écrouissage puis stabilisation.

- Le second chiffre indique le niveau de dureté du métal.

2: État quart dur.

4: État demi dur.

6 : État trois-quarts dur.

8 : État dur.

9: État extra-dur.

- **Subdivisions de l'état T:**

Traitements généraux (processus de base)		Symbole	
Traité thermiquement avec mise en solution séparée	Sans écrouissage complémentaire	• Mûri	T4
		• Revenu	T6
		• Sur-revenu	T7
	Avec écrouissage complémentaire	• Écroui puis mûri	T3
• Écroui puis revenu		T8	
• Revenu puis écroui		T9	
Traité thermiquement sans mise en solution séparée	Sans écrouissage complémentaire	• Mûri	T1
		• Revenu	T5
	Avec écrouissage complémentaire	• Écroui puis mûri	T2
		• Écroui puis revenu	T10
Traitements particuliers et complémentaires		Symbole	
Revenu	Revenu « doux »	T51 – T61	
	Revenu « dur »	T56 – T66	
	Sur-revenu	T7	
Relaxation	Par traction	T×51	
	Par compression	T×52	
	Par traction et compression	T×54	

Tableau I.4. Tableau simplifié des traitements thermiques et/ou mécanique secourant avec leur symbole les respectifs [28]

I.6.Durcissement Structural des Alliages d'Aluminium

Le durcissement structural des alliages d'aluminium, également appelé durcissement par précipitation, résulte de la formation contrôlée d'une seconde phase dans l'alliage, dotée d'un module de cisaillement supérieur à celui de la matrice. Les particules précipitées offrent ainsi une meilleure résistance au déplacement des dislocations. Toutefois, au-delà de leurs caractéristiques cristallographiques, la taille et la distribution de ces particules dans la matrice jouent un rôle essentiel dans le durcissement. Ce phénomène de précipitation est obtenu par une série de traitements thermiques. Seuls les alliages d'aluminium des séries 2000 (Al-Cu), 6000 (Al-Mg-Si) et 7000 (Al-Mg-Zn) peuvent durcir par précipitation. En fonction de leur diagramme d'équilibre, ces alliages sont biphasés à l'état de livraison. La solubilité des éléments d'alliage dans l'aluminium étant très limitée à température ambiante, ces alliages se composent d'une solution solide d'aluminium quasi pur (phase α) et d'une seconde phase formée de précipités grossiers, généralement situés le long des joints de grains (phase β).[29]

CHAPITRE II :
Les
Traitements
Thermiques

II.1. Les Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les traitements thermiques visent généralement à modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application, ces traitements peuvent améliorer ou altérer les propriétés mécaniques du matériau. En métallurgie, les principaux traitements thermiques comprennent l'homogénéisation, l'adoucissement, le vieillissement et le durcissement structural [1]

II.1.1. Les Traitements d'homogénéisation

Le traitement d'homogénéisation consiste à chauffer le matériau à une température relativement élevée, généralement de 450 °C à 500 °C pour l'aluminium pur et de 450°C à 590 °C pour les alliages d'aluminium, et à le maintenir pour une certaine période de temps (généralement quelques heures). Ce traitement a pour but de dissoudre les phases présentes au sein de l'alliage, de sorte à réaliser une homogénéisation de celui-ci sous une seule et même phase [12].

II.1.2. Les Traitements d'adoucissement

Leur principal objectif est de ramollir et de restaurer la plasticité d'un métal ou d'un alliage durci par écrouissage ou trempe structurale. Pour l'écrouissage, on utilise des traitements de restauration et des recuits de recristallisation, qui produisent des effets similaires à ceux appliqués à l'aluminium. Les traitements d'adoucissement par recuit ou restauration sont généralement appliqués au cours ou à la fin du processus de transformation [4] ;

-Les températures de traitement sont simplement plus élevées pour les alliages :

II.1.2.1. Le traitement de restauration

Le traitement de restauration s'effectue à des températures comprises entre 200 °C et 300 °C pendant une durée de 1 à 8 heures. Ce processus permet de réorganiser les dislocations et de réduire leur densité dans le métal, tout en préservant la structure initiale des grains. Les dislocations se regroupent en parois ou sous-joints de grains par un mécanisme de montée. La restauration favorise l'atteinte d'un état d'équilibre et est facilitée par l'augmentation de la température, car elle repose sur la diffusion en phase solide [4], [13].

II.1.2.2. Le traitement de recristallisation

Le traitement de recristallisation se réalise à des températures comprises entre 300 et 400 °C pendant une durée de 1/2 à 3 heures. Au cours de ce traitement, les atomes se réarrangent pour former de petits cristaux orientés de manière aléatoire. Progressivement, d'autres atomes s'agglutinent autour de ces petits cristaux jusqu'à ce que les nouveaux grains se rejoignent, formant ainsi la structure macrographique de recristallisation primaire. Si la température ou la durée de maintien est augmentée, on obtient des structures de recristallisation secondaire avec de très gros grains. À l'inverse, si le traitement de recuit est interrompu trop tôt, des états partiellement recristallisés se forment [4, 13].

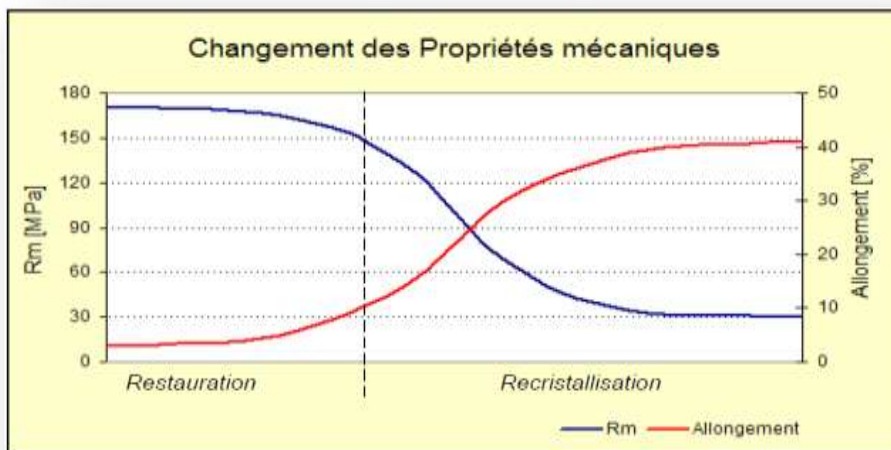


Figure II. 1 : Evolution des propriétés mécaniques au cours des traitements de restauration et recristallisation [14].

II.1.3. Traitements thermiques de durcissement structural

Les propriétés de résistance et de dureté de certains alliages d'aluminium peuvent être améliorées grâce à une série de traitements thermiques, regroupés sous le nom de "durcissement structural". Ce processus entraîne la formation de particules très fines, appelées précipités, d'une deuxième phase, uniformément répartis dans la matrice initiale [11]. Le durcissement structural implique trois traitements thermiques principaux :

- ✓ la mise en solution,
- ✓ la trempe et
- ✓ le revenu (vieillessement).

II.1.3.1. La mise en solution

La mise en solution exploite la réaction de durcissement par précipitation tout en veillant à obtenir une solution solide soluble. L'objectif de ce traitement est d'incorporer dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou de l'élément d'alliage (par exemple, Cuivre, Magnésium, Silicium, Zinc) dans la matrice. La procédure implique le maintien de l'alliage à une température suffisamment élevée pendant une période de temps prolongée afin d'obtenir une solution solide homogène. Cela permet de tirer parti de la réaction de durcissement par précipitation. Les plages de température pour la mise en solution varient généralement de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590°C pour les alliages d'aluminium [3]

II.1.3.2. La trempe

Après la mise en solution, l'alliage doit être refroidi suffisamment rapidement pour que la solution reste sursaturée à température ambiante. Dans les alliages d'aluminium, pour obtenir des caractéristiques mécaniques optimales, la concentration de la solution solide doit être proche de celle à la température de mise en solution, ce qui ne nécessite pas forcément un refroidissement très rapide. C'est ici que la notion de vitesse critique de trempe intervient, définie comme la vitesse minimale de refroidissement permettant de maintenir une solution solide sursaturée à température ambiante. En réalité, il serait plus précis de parler de profil critique de trempe, car les vitesses de refroidissement requises varient selon l'intervalle de température entre la température de mise en solution et la température ambiante.[30]

II.1.3.3.Le revenu (vieillissement)

Après la mise en solution et la trempe, le processus de durcissement par précipitation est complété par un vieillissement, qui peut être naturel (à température ambiante) ou artificiel (à une température spécifique). Dans de nombreux alliages, une précipitation adéquate se produit à température ambiante quelques jours après la trempe, offrant ainsi des propriétés mécaniques adaptées à diverses applications [6].

II.1.3.3.1. Vieillissement naturel

Le processus de vieillissement naturel survient lorsque les alliages subissent des changements de propriétés une fois qu'ils sont ramenés à la température ambiante après un traitement thermique. Ce phénomène est connu sous le nom de vieillissement naturel, et sa vitesse varie en fonction du type d'alliage. Par exemple, certains alliages de la série 7XXX peuvent atteindre leur niveau de dureté maximal après plusieurs mois à température ambiante, suite à leur durcissement [9]

II.1.3.3.2. Vieillissement artificiel

Le vieillissement artificiel implique le chauffage du matériau à une température supérieure à celle ambiante, suivi d'un maintien à cette température en fonction des objectifs spécifiques et de la nature du matériau traité. Cette méthode accélère la précipitation et conduit à une augmentation supplémentaire de la dureté par rapport au vieillissement naturel. Pendant ce processus à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un certain temps de maintien [11].

- Une représentation schématique de ces différents traitements thermiques industriels est illustrée sur le diagramme de la *figure (II.2)*.

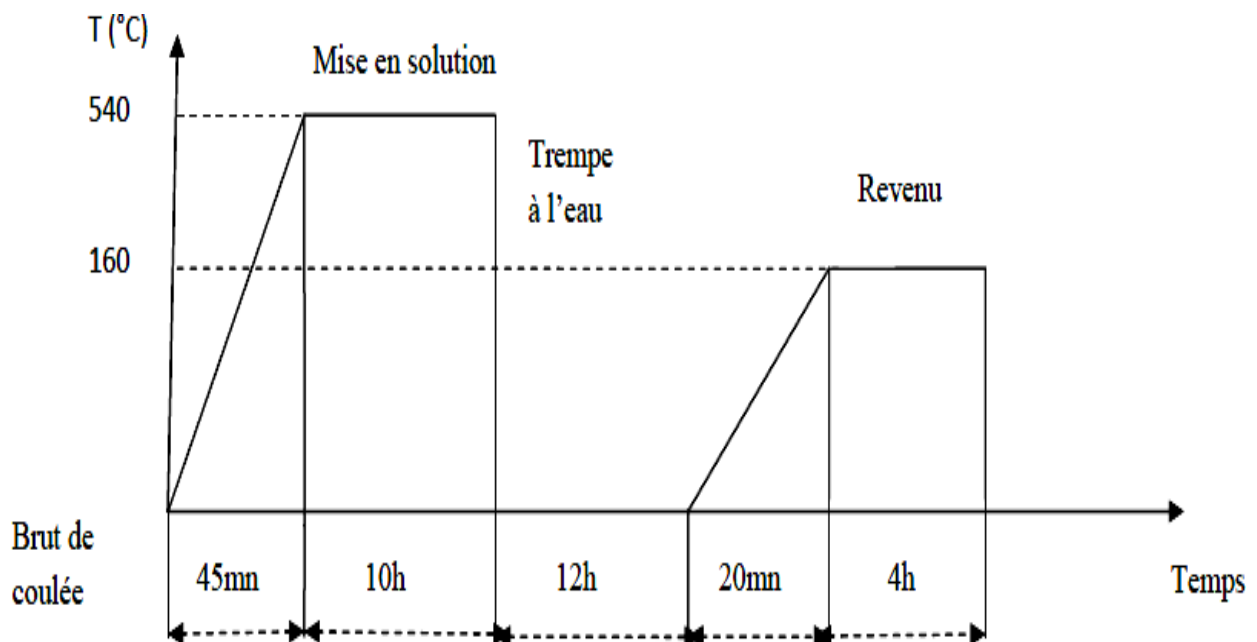


Figure II. 2. *Diagramme des traitements thermiques [7].*

CHAPITRE III :
Précipitation
dans les
Alliages
d'Aluminium

III-1-Généralités sur les phénomènes de précipitation :

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur[5], le métallurgiste utilise diverses méthodes visant à créer des obstacles à l'intérieur du métal, afin d'empêcher la formation ou le déplacement des dislocations. Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite diminue avec la température. Ainsi, un alliage monophasé à une certaine température peut devenir biphasé à des températures plus basses [15]. Ce processus, qui correspond à une transformation à l'état solide augmentant le nombre de phases, est appelé précipitation. Les phénomènes de précipitation sont d'une grande importance pratique dans les solutions solides métalliques, car ils modifient souvent les propriétés de manière favorable.

Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées, impliquant des phénomènes de diffusion, se divisent généralement en deux catégories principales : la précipitation hétérogène et la précipitation homogène. En général, la précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (une phase homogène contenant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente [16]. L'une de ces phases, appelée matrice ou phase mère, a une structure similaire à la phase initiale, tandis que l'autre, généralement dispersée à l'intérieur de la matrice, est appelée précipité. Ce processus se caractérise par une germination et une croissance.

III-2-Les types de précipitation

On distingue en général deux grands types de précipitation :

III-2-1- La précipitation continue

La précipitation continue (Fig. III.1) résulte de mécanismes impliquant simultanément tous les atomes concernés au cours de la transformation. Une caractéristique notable de ce processus est la variation continue du paramètre de réseau de la phase mère pendant le vieillissement [17].

Ce type de précipitation se distingue par une croissance relativement lente des cristaux β individuels, où la structure des cristaux de la matrice est conservée, mais leur concentration change constamment.

Ce phénomène se produit lorsque la saturation des cristaux mixtes métastables est faible, et est également appelé précipitation localisée ou hétérogène. La solution solide sursaturée s'appauvrit de manière continue, aléatoire et théoriquement homogène dans toute la matrice, avec un seul paramètre de réseau évoluant de façon continue. La précipitation continue se manifeste souvent dans les joints de grains et les plans de glissement. En réalité, presque toute précipitation en milieu solide est hétérogène, car la germination se produit presque toujours sur des défauts du réseau cristallin, qu'ils soient ponctuels (comme les lacunes), linéaires (dislocations) ou planaires (joints de grains, interfaces

des précipités existants). Par convention, nous appellerons précipitation homogène celle qui ne laisse aucune trace des défauts sur lesquels elle a germé [18].

III-2-2- La précipitation discontinue :

La précipitation est dite discontinue (Fig. III.1) lorsqu'au cours de la transformation, deux régions distinctes apparaissent :

- une où la transformation est complète,
- et une autre où la solution solide reste sursaturée.

La transformation commence généralement aux joints de grains, formant des cellules, d'où le terme précipitation cellulaire. Dans ce type de précipitation, le paramètre de la maille varie de manière discontinue avec deux valeurs distinctes. Dans le cas de la précipitation hétérogène, le produit de la réaction ne se forme qu'à certains sites ; parfois, la précipitation hétérogène est confondue avec la précipitation discontinue, qui en est en fait une forme particulière. [31]

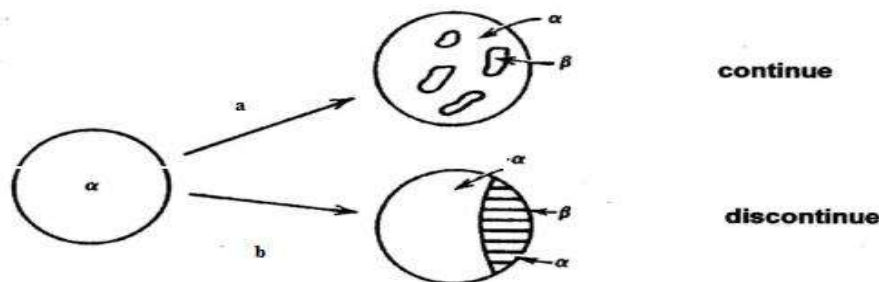


Figure III.1: Illustrations schématisées des deux types de réactions de précipitation [32]

III-3-Mécanisme de précipitation

III-3-1- La germination

La germination, première étape de la précipitation, consiste en la formation de germes stables riches en soluté à partir de la matrice, avec une interface bien définie. Ce processus semble se produire de manière aléatoire en raison des fluctuations naturelles de concentration dans la phase mère.

Il existe deux types de germination :

• **La germination homogène**

Qui, en théorie, ne peut exister que dans un cristal parfait. Les germes peuvent résulter de fluctuations statistiques de composition suffisamment détaillées (de l'ordre du nanomètre) au sein de la solution solide, avec une cinétique de formation très rapide en présence de lacunes en sursaturation. La variation d'énergie libre associée à la formation d'un germe s'exprime de la manière suivante :

$$\Delta G = \Delta G_v + \Delta G_s + \Delta G_d \dots \dots \dots (I.1)$$

Où:

ΔG_v : la variation d'enthalpie libre volumique.

ΔG_s : la variation d'enthalpie libre superficielle.

ΔG_p : la variation d'enthalpie plastique.

Le terme ΔG_p est négligeable en première approximation en raison de sa faible contribution au stade initial de la germination (germes de très petite taille). Les deux autres termes de variation d'enthalpie libre sont étroitement liés aux dimensions du germe.

• **La germination hétérogène**

La germination débute presque toujours sur des hétérogénéités de la phase mère, qui abaissent l'enthalpie libre de formation des germes en réduisant l'énergie superficielle, l'énergie de déformation, ou les deux. Ces imperfections peuvent inclure les joints de grains, les surfaces de polygonisation, les dislocations isolées, les défauts d'empilement et les défauts ponctuels [19].

Dans le cas d'un joint de grain, une étude a montré que l'enthalpie libre de formation d'un germe sur un joint de grain, ΔG_j , est reliée à celle de la formation d'un germe sphérique de même rayon dans la matrice, ΔG_m , par la relation suivante [20] :

$$\Delta G_j = \Delta G_m (2 - 3 \cos \theta + \cos^3 \theta) \dots \dots \dots (I.2)$$

Où θ est l'angle d'équilibre de tensions superficielles.

III-3-2-La croissance

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la phase β s'effectue par deux types de flux : l'échange d'atomes A et B à travers l'interface α/β et la diffusion en volume des atomes B.

Au début de ce processus, la quantité d'atomes traversant l'interface α/β par unité de temps est faible, car l'aire de l'interface est limitée et la distance de diffusion est proche de zéro, ce qui rend la traversée de l'interface plus lente. Cependant, lorsque les précipités deviennent plus gros, la situation s'inverse : le flux de diffusion diminue progressivement en raison de la réduction continue du soluté dans la solution solide, ce qui réduit le gradient de concentration, force motrice de la diffusion, tandis que le flux total à travers l'interface augmente avec l'aire de celle-ci [21].

III-3-3-La coalescence

Lorsqu'un système contenant une phase dispersée est maintenu à une température relativement élevée, le nombre de particules de la phase dispersée diminue tandis que la taille moyenne des particules augmente. Pendant cette coalescence, les grandes particules croissent aux dépens des plus petites, car le système tend à réduire son énergie libre globale en diminuant la surface totale des interfaces [22].

La coalescence des précipités se produit lorsque la concentration des atomes de soluté est plus élevée à proximité des petites particules par rapport à celle entourant les grandes particules. Cette différence de concentration entraîne la diffusion des atomes de soluté depuis la surface des petites particules vers celle des grandes particules.

III-4-Durcissement dans les alliages d'aluminium

Le durcissement des alliages est optimal lorsqu'il y a des zones GP I et GP II, c'est-à-dire des précipités cohérents et ultramincés. Dans ce contexte, le durcissement fait référence à l'augmentation de la limite élastique, qui s'accompagne malheureusement souvent d'une perte de ductilité [23].

Ce durcissement est obtenu par l'ajout d'éléments qui modifient la microstructure de l'alliage, soit en entrant en solution solide de substitution, soit en formant des précipités hors solution solide, soit en permettant le durcissement structural.

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont liées à sa microstructure, et en particulier à la facilité ou à la difficulté de mouvement des dislocations. Pour améliorer les propriétés mécaniques, il faut créer des obstacles au mouvement des dislocations. Le type d'obstacle détermine le mécanisme de durcissement, parmi lesquels on peut citer : le durcissement par irradiation, le durcissement par réduction de la taille des grains, le durcissement en solution, le durcissement par déformation plastique (écrouissage), et le durcissement par précipitation (durcissement structural) [24].

III-4-1-Mécanisme de durcissement dans les alliages d'aluminium

Le durcissement par solution solide, provoqué par la solution figée immédiatement après la trempe, augmente avec la concentration de l'élément en solution. Cependant, avec 4 % de Cu dans l'Al, cet effet reste limité et devient négligeable par la suite en raison de la précipitation du Cu. En revanche, les petites particules formées déclenchent un autre mécanisme de durcissement.

- **Contournement des précipités :**

Lorsque les particules sont plus dures que la matrice (solution solide résiduelle ou Al presque pur), les dislocations ne peuvent pas pénétrer les précipités et doivent les contourner (mécanisme D'Orowan, fig. III.2).

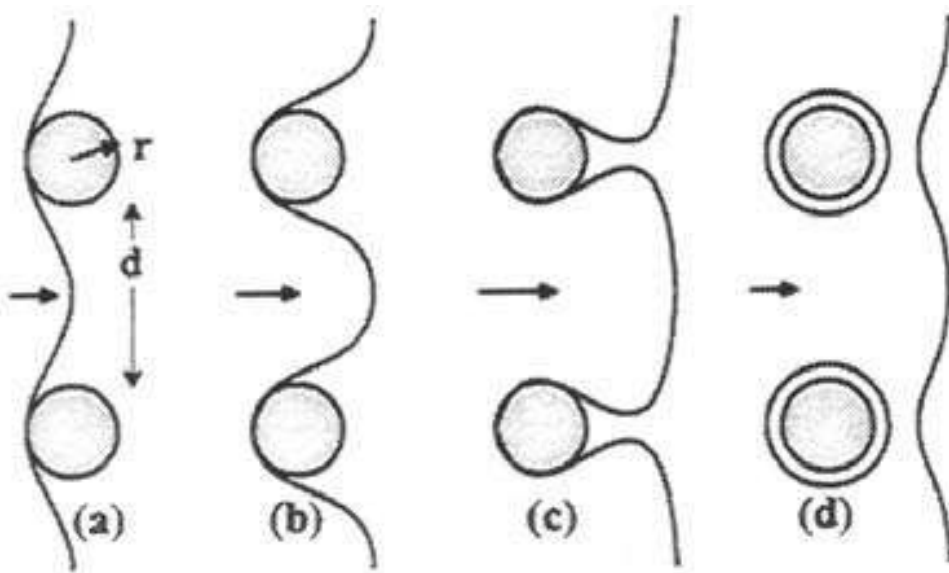


Figure III.2: Interaction d'une dislocation avec des particules dures (contournement)[25]

- **Cisaillement des précipités :**

Les zones GP, formées au début de la précipitation, sont encore très petites et leur cohérence avec le réseau de la matrice permet un glissement sans déviation sur un seul plan cristallographique. Elles cèdent au cisaillement (fig. III.3), mais leur résistance augmente avec leur taille et la progression de la transformation en particules tétraogonales (θ'') et semi-cohérentes (θ'). Le durcissement s'accroît jusqu'à ce que le contournement devienne compétitif et que τ_c soit égal à τ_p , atteignant ainsi un durcissement optimal. Un revenu prolongé provoque la coalescence des zones GP et des particules θ' ,

ainsi que l'apparition d'autres phases avec des grains plus grossiers. Bien que cela augmente leur résistance, l'agrandissement de la séparation facilite le contournement, ce qui adoucit le métal (survieillessement) [26].

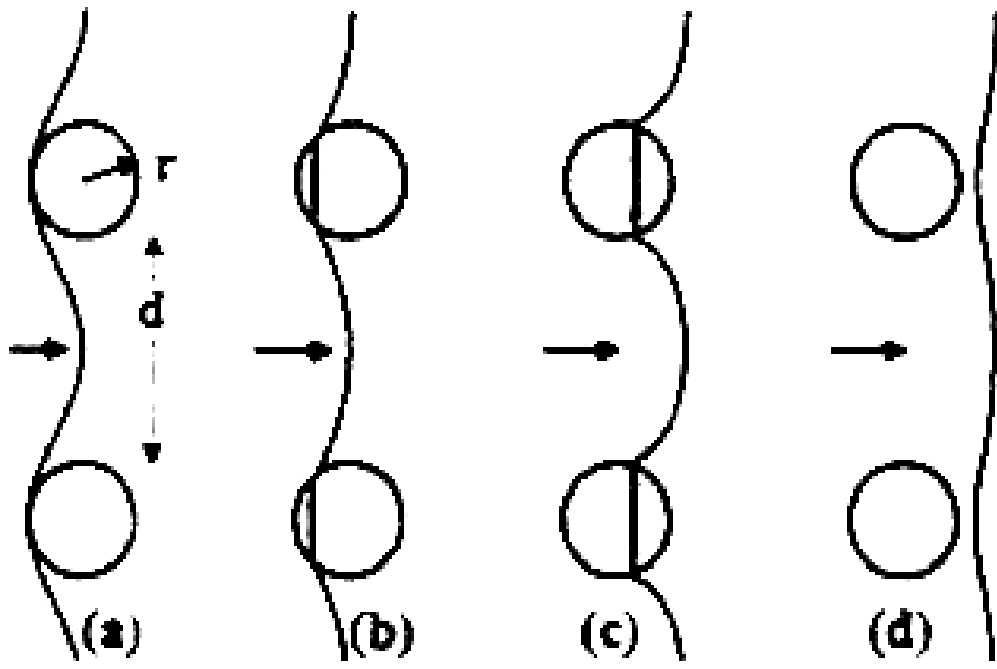


Figure III.3: Interaction d'une dislocation avec des précipités cohérents et cisillables [16].

III-5- Caractéristiques de la microstructure des alliages 7000

- **Le Système Al-Zn-Mg**

Le zinc est très soluble dans l'aluminium et forme un eutectique à 382 °C avec une concentration de 95 % de zinc (figure I.1). Cependant, la solubilité du zinc dans l'aluminium à l'état solide diminue considérablement, atteignant seulement 1 % à température ambiante.

L'ajout de zinc à l'aluminium ne modifie pas significativement ses caractéristiques mécaniques, rendant les alliages binaires aluminium-zinc peu intéressants. C'est pourquoi les métallurgistes se sont tournés vers les alliages ternaires aluminium-zinc-magnésium (avec ou sans cuivre) de la série 7000, qui ont connu un grand développement, notamment dans les domaines de l'aéronautique et de la mécanique [34].

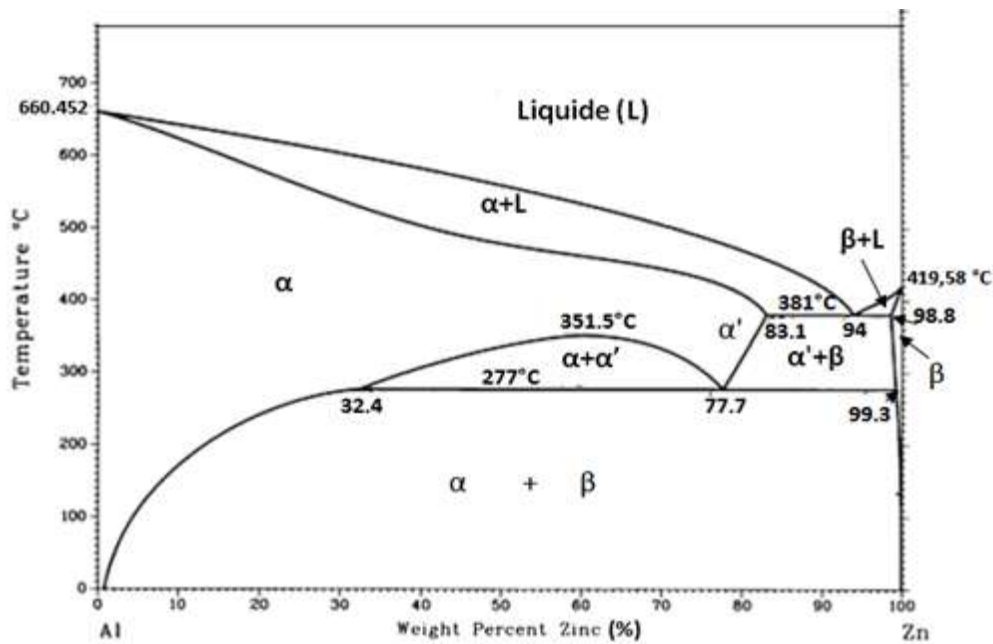


Figure III.4 : Système binaire aluminium-zinc [16].

Les alliages de la série 7000 présentent des propriétés mécaniques optimales après traitements thermiques. Leur teneur en zinc varie de 4 à 8 % et celle en magnésium de 1 à 3 %. Le durcissement structural est dû à la formation de phases durcissant telles que $MgZn_2$, la phase α ((Al Zn)₄₉ Mg₃₂) et la phase β (Al₂CuMg). Ainsi, à mesure que les teneurs en Zn et Mg augmentent, la résistance de l'alliage s'accroît, mais sa résistance à la corrosion diminue [35].

L'ajout de cuivre, jusqu'à 2 %, renforce ces alliages par solution solide et par précipitation. Cependant, le cuivre réduit la trempabilité, la soudabilité et la ténacité des alliages Al-Zn-Mg. Le chrome (< 0,3 %) améliore leur résistance à la corrosion sous tension [35].

- **Le Système Al-Zn-Mg-Cu**

La grande diversité des phases présentes dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu rend ce système très complexe. Elles peuvent être stables ou métastables, elles sont susceptibles d'améliorer le comportement mécanique du matériau par durcissement structural ou au contraire d'être à l'origine d'un endommagement catastrophique [36],[37].

Les différentes phases susceptibles d'apparaître dans les alliages de la série 7000 peuvent être réparties en trois catégories : les précipités durcissant, qui contrôlent les propriétés mécaniques plastiques du matériau (limite d'élasticité et taux d'écrouissage), les dispersoïdes, qui permettent de maîtriser les phénomènes de recristallisation et les particules intermétalliques.

a/ Les précipités durcissants

- Les zones GP (Guinier-Preston)

A basses températures, après la trempe et pendant la période de maturation à l'ambiante, la solution solide se décompose pour former des zones Guinier-Preston. Leur solvus est estimé aux environs de 120°C. Cette précipitation est favorisée par les lacunes issues de la trempe, qui accélèrent les phénomènes de diffusion des atomes et servent de sites de germination.

Les zones GP des alliages Al-Zn-Mg se présentent sous la forme de petits amas sphériques de solutés. Elles s'ordonnent rapidement pour constituer des plans alternativement riches en zinc et en magnésium.

- La phase métastable h' :

Le durcissement structural maximum des alliages de la série 7000 est conditionné par les caractéristiques (fractions et tailles) des précipités h'. Ces derniers se présentent sous la forme d'une phase métastable, cohérente ou semi-cohérente. Ils se répartissent en fines plaquettes. Les résultats divergent énormément en particulier au sujet de la teneur en aluminium.

- La phase η :

La phase thermodynamiquement stable η est semi-cohérente lorsqu'elle est de petite taille, et incohérente sinon. Elle a la composition théorique MgZn₂ dans les alliages ternaires et Mg(Zn, Cu, Al)₂ pour les alliages au cuivre. Bon nombre de relations d'orientation entre cette phase et la matrice d'aluminium, ont en outre été observées expérimentalement.

b/ La phase β: les dispersoïdes

Certains éléments sont ajoutés afin de contrôler la taille de grains et la fraction recristallisée, par des phénomènes d'ancrages des joints de grains. Le chrome et le manganèse ont longtemps été utilisés dans ce but. Depuis quelques années les industriels se sont tournés vers le zirconium. Ce dernier précipite avec l'aluminium à haute température pendant la coulée et/ou l'homogénéisation, pour former des dispersoïdes de type Al₃Zr. En outre les dispersoïdes

présentent deux structures différentes, l'une stable appelée β et l'autre métastable β'. La structure stable ne se forme qu'après des traitements à haute température.

c/ Les particules intermétalliques

Plusieurs types de précipités grossiers se forment pendant la coulée. Ils contiennent des éléments présents à l'état d'impuretés dans les alliages industriels, comme le fer et le silicium, et forment des composés intermétalliques extrêmement stables telles que les phases Mg₂Si et

Al₇Cu₂Fe. Les particules se brisent pendant l'opération de mise en forme et tendent à se répartir en amas très élargés, alignés selon la direction de laminage.

Les particules intermétalliques conditionnent la position des grains recristallisés dans les alliages de la série 7000.

III-6-Précipitations activées pendant les traitements thermiques de trempe et de revenu

La précipitation dans les alliages Al-Zn-Mg- Cu est très complexe de par la diversité de taille des particules mais aussi la multiplicité des sites de germination activés. L'ensemble de la précipitation peut être divisé en trois grandes familles : la précipitation hétérogène inter granulaire, la précipitation hétérogène intra granulaire et la précipitation homogène [38].

a/ La précipitation hétérogène grossière

Les principales familles de précipités hétérogènes qui apparaissent dans les systèmes quaternaires de la série 7000 sont:

- Précipitation sur les joints et sous-joints de grains

Les sous-joints de grains représentent des sites préférentiels de précipitation pour deux raisons :

- Ils favorisent la germination, en libérant l'énergie qui y est stockée,
- la diffusion des solutés est plus facile qu'à l'intérieur du grain, étant donnée la forte concentration de défauts (lacunes): la croissance des précipités est donc accélérée.

Une trempe trop lente peut ainsi être à l'origine de la précipitation grossière de la phase η sur les joints et sous-joints de grains. Des revenus à haute température pouvaient favoriser la germination de ce type de précipitation.

- En bande sur les dispersoïdes

Les dispersoïdes peuvent aussi représenter des sites préférentiels de germination hétérogène. Cette précipitation n'apparaît toutefois que pour les alliages très sensibles à la trempe (alliages très chargés), et / ou trempés très lentement.

b/ La précipitation homogène fine

La précipitation homogène dans les alliages Al-Zn-Mg-Cu dépend fortement de la composition de l'alliage mais aussi de la température de maintien pendant le revenu. Deux mécanismes distincts sont généralement proposés dans la littérature :

- Solution solide \rightarrow zones Guinier -Preston (GP) $\rightarrow \eta' \rightarrow \eta$

- Solution solide $\rightarrow T' \rightarrow T$

- Formation des zones GP

Il est maintenant établi que la formation des zones GP est étroitement liée à la sursaturation locale en lacunes de trempe. Ces lacunes s'associent avec les atomes de solutés en solution solide, pour former de petits complexes. La liaison lacune – soluté étant plus faible à l'intérieur de la zone GP, le complexe se dissout au contact du précipité, les lacunes se libèrent, génèrent une sursaturation à l'interface et repartent en solution solide pour former un nouveau complexe. La germination des zones GP n'est donc pas homogène, elle a lieu sur des amas de lacunes.

Le niveau de la sursaturation en lacunes, après trempe, est par ailleurs contrôlé par deux paramètres principaux : la température de mise en solution et la vitesse du refroidissement qui suit. De telle sorte que la germination des zones GP soit optimale. Il semblerait qu'une mise en solution au-delà de 520°C conduise à l'annihilation de lacunes pendant la trempe. Un refroidissement trop lent, après le traitement thermique, conduit parallèlement à une baisse importante de la concentration en lacunes.

- Dissolution des zones GP et précipitation de η'

La précipitation de la phase η' constitue l'étape essentielle du mécanisme de durcissement structural, car sa finesse contrôle les caractéristiques mécaniques maximales. La germination de cette phase peut avoir lieu en différents endroits :

Dans le volume, pour des matériaux avec une faible sursaturation en lacunes (trempe lente) et sans zones GP (pas de maturation à l'ambiante). La précipitation est très difficile et le durcissement qui en découle est catastrophiquement bas.

Sur des amas de lacunes, en absence de zones GP (entre 120 °C et 150°C). La vitesse de trempe est dans ce cas un paramètre excessivement critique.

Sur les zones GP (dès 60°C).

C'est dans ce dernier cas que le durcissement structural est optimal. Il s'agit pour certains d'une germination hétérogène.

La germination de η' commencerait ainsi avant la fin de la réversion des GP, pour des teneurs en zinc supérieures à 2.5% atomique. L'ajout de cuivre aurait également une influence bénéfique en stabilisant la phase η' et en élargissant le domaine de température. L'alliage est de ce fait moins sensible à la vitesse de montée en température.

- Précipitation de η :

La précipitation dans la matrice de la phase η peut se produire selon deux mécanismes: directement par transformation de la phase η' , essentiellement suivant l'orientation η_2 . par germination hétérogène sur η' , suivant l'orientation η_1 .

III-7-Les Techniques de caractérisation

III-7-1-La Microscopie optique(MO) :

La microscopie optique permet de déterminer la structure du matériau étudié, et de caractériser l'état de décomposition des échantillons après tests électrochimiques. Ainsi, l'observation au microscope optique permet d'étudier aussi bien les grains que les particules de seconde phase et de prendre des images de la microstructure. Les observations ont été faites au grossissement et à différents endroits de la surface des échantillons.[40]



Figure III .5.microscopie optique

III-7-2-Essai de dureté Rockwell

L'essai consiste à mesurer la profondeur résiduelle de l'empreinte laissée par le pénétrateur. Ce dernier, de forme conique ou sphérique selon le critère, est appliqué sous une faible charge sur la surface à tester dans des conditions précises. Le pénétrateur conique est en diamant avec une section circulaire et un angle au sommet de 120° , avec une pointe arrondie de rayon de 0,2 mm. Le pénétrateur sphérique est une bille d'acier trempé polie, de diamètre 1,588 mm ou 3,175 mm. L'essai se déroule en trois phases. [41]

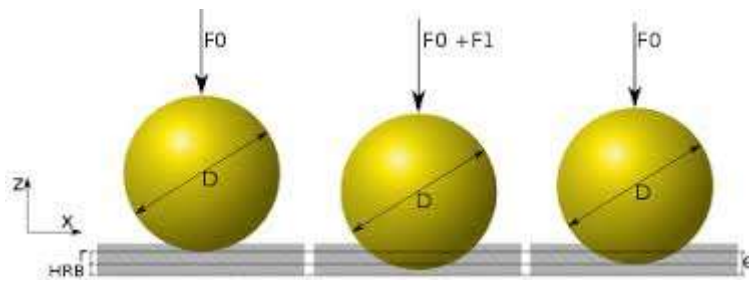


Figure III.6: Principe de mesure de la dureté Rockwell: échelle HRB[41]

- 1) Une phase I de pénétration initiale avant charge additionnelle: après application d'une charge initiale $F_0=98\text{N}$ (10 kgf). La profondeur de pénétration étant l'origine qui sera utilisée pour la mesure de la dureté.
- 2) Une phase P de pénétration avec charge additionnelle: Sous la charge supplémentaire F_1 , le pénétrateur s'enfonce d'une profondeur P
- 3) Une phase R. de pénétration rémanente sans la charge additionnelle: La force F_1 est relaxée et on lit les indications de l'enfoncement.

Chapitre IV
Matériau étudié
et Méthodes
Expérimentales

IV.1. Alliage d'aluminium étudié :

Dans le cadre de notre étude, nous avons choisie l'alliage d'aluminium 7075, principalement utilisé dans les industries automobile, navale et aéronautique [30], qui nous a été remis par la base technique d'Air Algérie, sous forme de tôles de 300 x250 x2.5 mm. À l'état F.

Nous avons découpés des pièces de 20x20mm au niveau de l'atelier de soudage du département de mécanique. Figure (IV.1).



Figure.IV.1.Echantillons d'alliage étudié.

La composition chimique de l'alliage étudié, en pourcentage massique, est représentée dans le tableau(IV.1)ci-dessous:

Alliage	Composition chimique(%)							
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Al
7075	0.40	0.50	1.2 - 2.0	0.30	2.1 - 2.9	0.18	5.1 - 6.1	reste

Tableau.IV-1. Compositions chimiques (%mass) de l'alliage étudié.

IV-2-Traitements Thermiques Appliqués :

Nos échantillons de l'alliage d'aluminium 7075 ont subi différents traitements thermiques, pour provoquer le processus de précipitation de la solution solide sursaturée.

Au préalable un traitement d'homogénéisation des échantillons a été réalisé pendant 3 h à la température 550°C, suivi d'un traitement pour un durcissement structural donc une mise en solution pendant 30 min à la température 475°C, puis une trempe à l'eau,

Un revenu à 110 °C et 150 ° pendant 1 – 2 – et 3 heures a été réalisé après 48 heures.

Le récapitulatif de ces traitements est présenté sur ce tableau (IV.2) :

Récapitulatif des Traitements			
Homogénéisation pendant 3heures à T=550 °C			
Mises-en en Solution à 475 °C pendant 30 minutes			
Température de revenu (°C)	110°C- 150°C		
Temps de revenu (heures)	1	2	3

IV.3. Préparation des échantillons pour les essais :

IV.3.1.Enrobage à froid :

Nous avons enrobé à Froid nos échantillons en utilisant de l'époxy et le durcisseur transparent au niveau du laboratoire SDM de notre département mécanique de l'université de Blida1. FigureIV-2



Figure IV.2 : Enrobage à froid

IV.3.2. Le Polissage mécanique des échantillons :

Pour l'étude métallographique, l'observation en microscope optique nécessite une bonne préparation de la surface. Les échantillons ont subi un polissage mécanique avec papier abrasif à partir de 800-1000-1200-1500-2000 puis 4000 à l'aide d'une polisseuse au niveau du laboratoire SDM de notre département.



Figure.IV.3. Polisseuse mécanique au laboratoire SDM du département

IV.3.3. L'attaque chimique :

L'observation des échantillons au microscope optique nécessite une attaque chimique pour révéler sa structure, on utilise le réactif Kellers (Tucker) selon [33] pendant 50 secondes dont la composition est indiquée sur la figure(IV-.4) , le réactif a été préparé au laboratoire de SDM de notre département ; nous avons préparé ces quantités :

- ✓ Eau distillée0.19mL
- ✓ Acide nitrique(HNO_3).....0.5mL
- ✓ Acide chlorhydrique0.3mL
- ✓ Acide fluorhydrique(HF)...0.2mL

Réactifs d'attaque :

Tableau 4 – Réactifs d'attaque chimique			
Métaux	Réactifs (composition)	Durée et température d'attaque	Effet
Cuivre et laitons	HNO ₃ 14N (densité 1,40) 10 à 50 cm ³	quelques minutes 20 °C	macrostructure
	H ₂ O 100 cm ³		
	(NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 10 g H ₂ O 100 cm ³	1 min 20 à 90 °C	microstructure
Aluminium et ses alliages	réactif de Tucker :	10 à 30 s 20 °C (utiliser frais)	macrostructure
	HCl 12N (densité 1,18) 45 cm ³		
	HNO ₃ 14N (densité 1,40) 15 cm ³		
	HF (à 48 %) 15 cm ³	5 à 10 s 20 °C	microstructure
	H ₂ O 25 cm ³		
NaOH (densité 1,33) 1 g H ₂ O 100 cm ³			
Nickel et ses alliages	eau régale :	1 à 10 min 20 °C	macrostructure
	HNO ₃ 14N (densité 1,40) 25 cm ³ HCl 12N (densité 1,18) 75 cm ³		
Aciers au carbone et aciers alliés	HCl 12N (densité 1,18) 50 cm ³	15 à 60 min 70 à 80 °C	macrostructure
	H ₂ O 50 cm ³		
	HNO ₃ 14N (densité 1,40) 10 à 30 cm ³	30 min 20 °C	macrostructure
	H ₂ O 100 cm ³		
	réactif cuivrique de Oberhoffer :	30 s à 2 min 20 °C	ségrégations
	FeCl ₃ 30 g		
	CuCl ₂ 1 g		
	SnCl ₂ 0,5 g		
	HCl 12N (densité 1,18) 50 cm ³		
	C ₂ H ₅ OH (densité 0,95) 500 cm ³	5 s à 2 min 20 °C	microstructure
H ₂ O 500 cm ³			
réactif Nital :	10 min 50 °C	noircissement de la cémentite jusqu'à 10 % Cr	
HNO ₃ 14N (densité 1,40) 1 à 3 cm ³ C ₂ H ₅ OH (densité 0,95) 100 cm ³			
réactif au picrate de sodium :	10 min 50 °C	noircissement de la cémentite jusqu'à 10 % Cr	
NaOH (densité 1,33) 25 g			
H ₂ O 75 cm ³			
acide picrique 2 g			
Aciers spéciaux	réactif de Murukami :	35 s à 5 min 20 à 50 °C (utiliser frais)	attaque des carbures alliés
	K ₃ [Fe(CN) ₆] 10 g		
	KOH (densité 1,33) 10 g		
H ₂ O 100 cm ³	30 s à 20 min 20 °C	microstructure des aciers inoxydables et réfractaires	
réactif à l'eau régale glycérol :			
HNO ₃ 14N (densité 1,40) 10 cm ³			
HCl 12N (densité 1,18) 20 à 40 cm ³			
glycérol 20 à 40 cm ³			
Titane et ses alliages	HF 48 % 10 cm ³	10 s 20 °C	microstructure
	HNO ₃ 14 N (densité 1,40) 5 cm ³		
	H ₂ O 85 cm ³		

Figure IV.4 : Réactifs chimiques selon [33]

IV.4. Les Techniques expérimentales utilisées :

IV. 4. 1. Microscopie optique(MO) :

Le microscope optique est utilisé pour déterminer et observer la forme et la taille des grains, ainsi que les précipités.

Dans notre étude, nous avons utilisé deux microscopes optique ZEISS équipé d'un appareil photo Moticam 2500 à commande numérique piloté par un programme de traitement d'images .



Figure IV.5. *Microscope optique de type ZEISS du laboratoire SDM du département*



Figure.IV.6. *Microscope optique. Du laboratoire SDM du département*

IV.4.2. La dureté Rockwell :

Dans notre étude, nous avons utilisé un duromètre semi-automatique de type *INNOVATEST* Figure (IV-7) qui permet la mesure automatique de la dureté

Le duromètre universel *INNOVATEST* est essentiellement un appareil hybride qui permet à l'utilisateur d'effectuer des mesures de dureté [Rockwell](#), [Vickers](#) et [Brinell](#) selon les normes ISO, ASTM et JIS applicables avec un seul appareil.



Figure IV.7. duromètre de type INNOVATEST du laboratoire SDM

Chapitre V
Résultats et
Discussions

V.1. Introduction

Dans ce chapitre nous avons présenté les résultats et les discussions de notre partie expérimentale en utilisant différentes techniques : L'analyse microstructurale de l'alliage 7075 étudié obtenue par la microscopie optique, la dureté Rockwell HRE

V.2. Etude de la structure par microscopie optique

L'observation structurelle, de l'alliage étudié à l'état de vieillissement, permet d'avoir une image sur la taille des grains et la présence des particules

V.2.1. Résultats pour le traitement de revenu à 110°C

1- Etat de vieillissement à 110 °C pendant 1 heure:

Après le traitement 30min à 475°C et la trempe à l'eau ,notre alliage a subi un traitement de vieillissement pendant 1 heure à la température 110°C.

La figure (V.1)(V.2) représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 110°C.

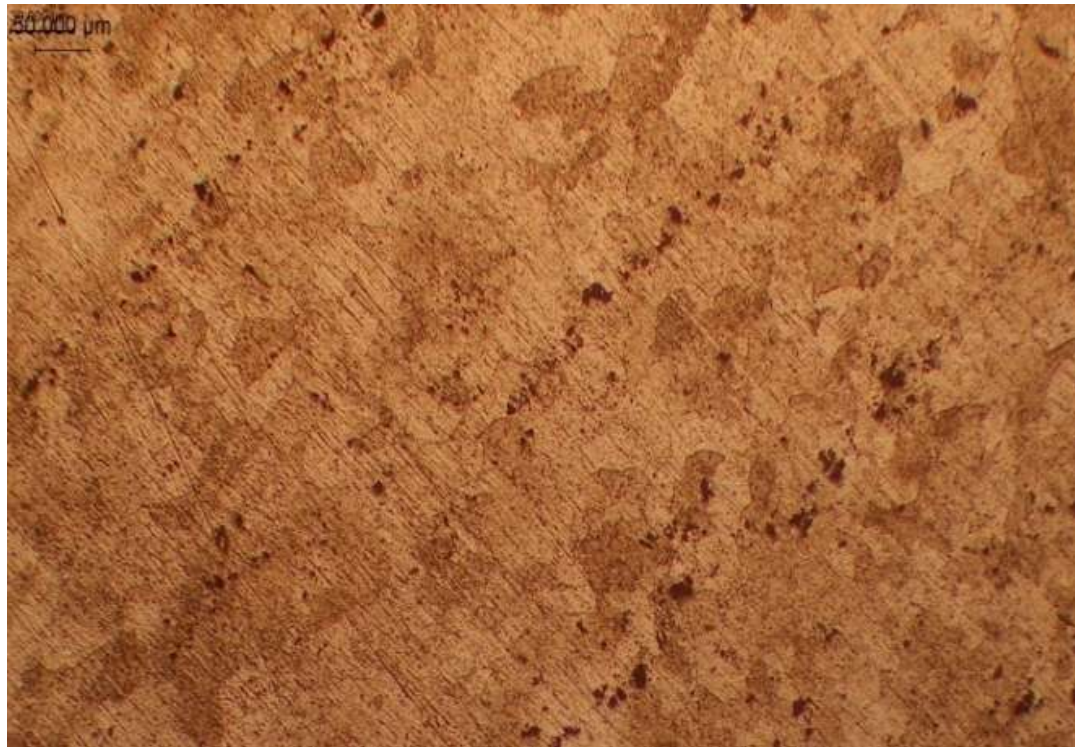


a) X100

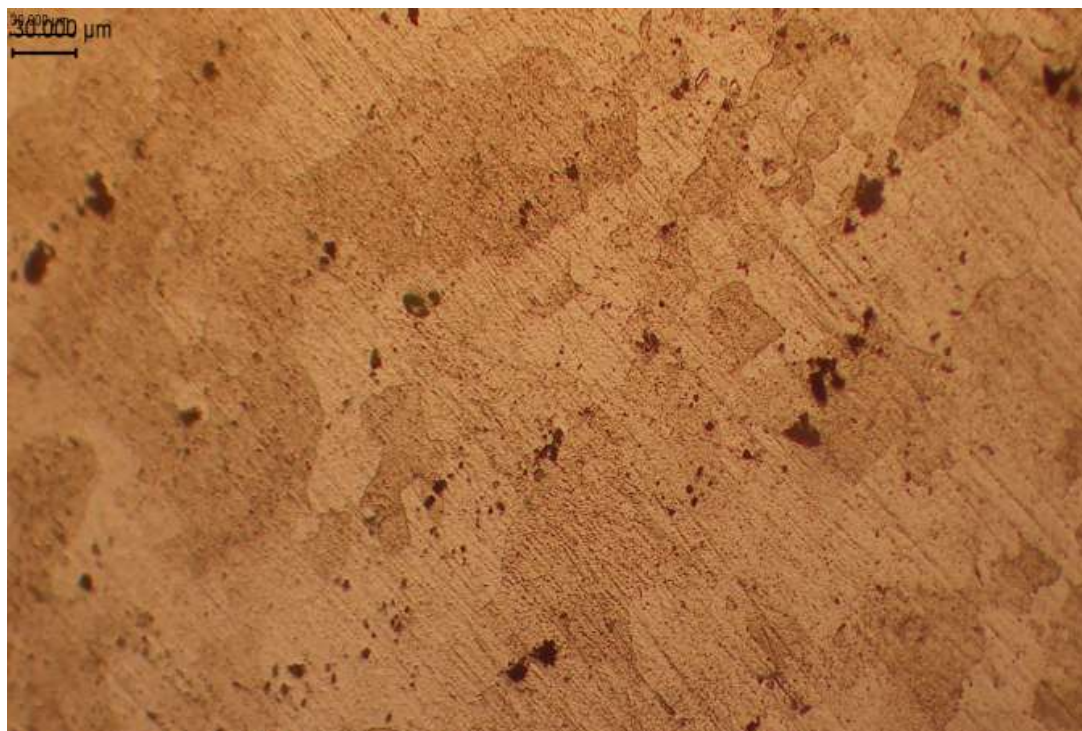


b) X200

Figure V.1 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 110°C sans attaque chimique*



X100



X200

Figure .V.2 *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 110°C avec attaque chimique(x100) et (x200)*

La taille moyenne de ces grains est calculée par imageJ est égale à 42.5 μm

Les précipités présents ont des formes variées ,leur distribution est sous forme d'amas , dispersés de manière aléatoire dans la matrice.

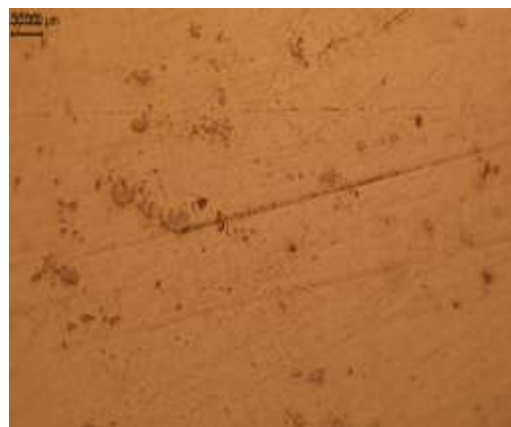
2-Etat de vieillissement pendant 2h à 110 °C :

Après le traitement 30min à 475°C et la trempe à l'eau froide, notre alliage a subi un traitement De vieillissement pendant 2heures à la température 110°C.

La figure (V.3) (V.4) représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 110°C

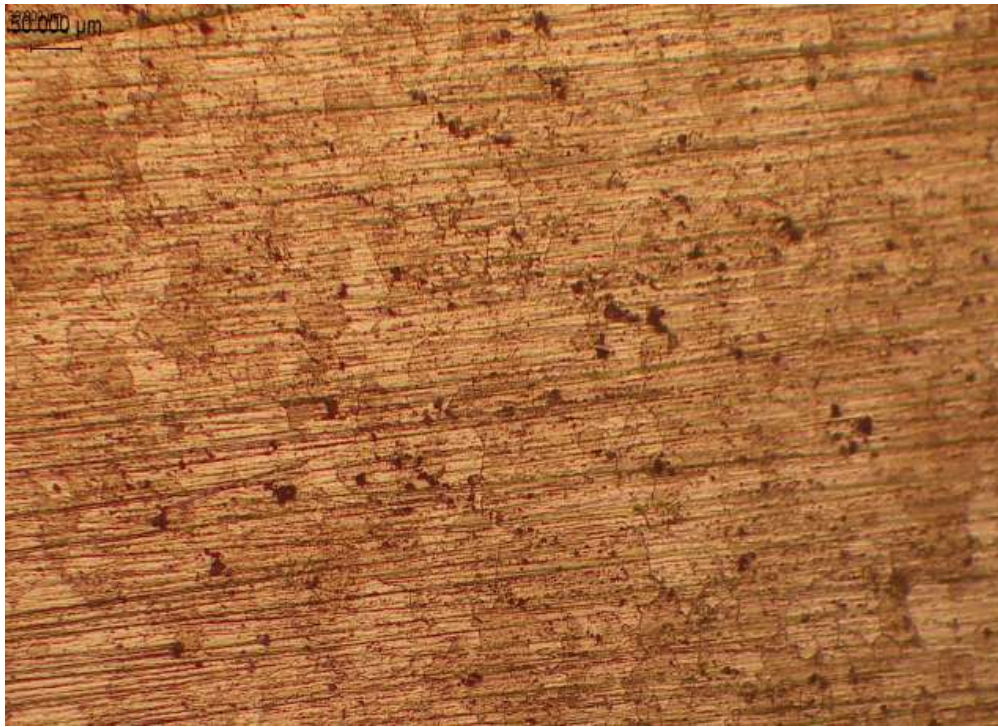


X100

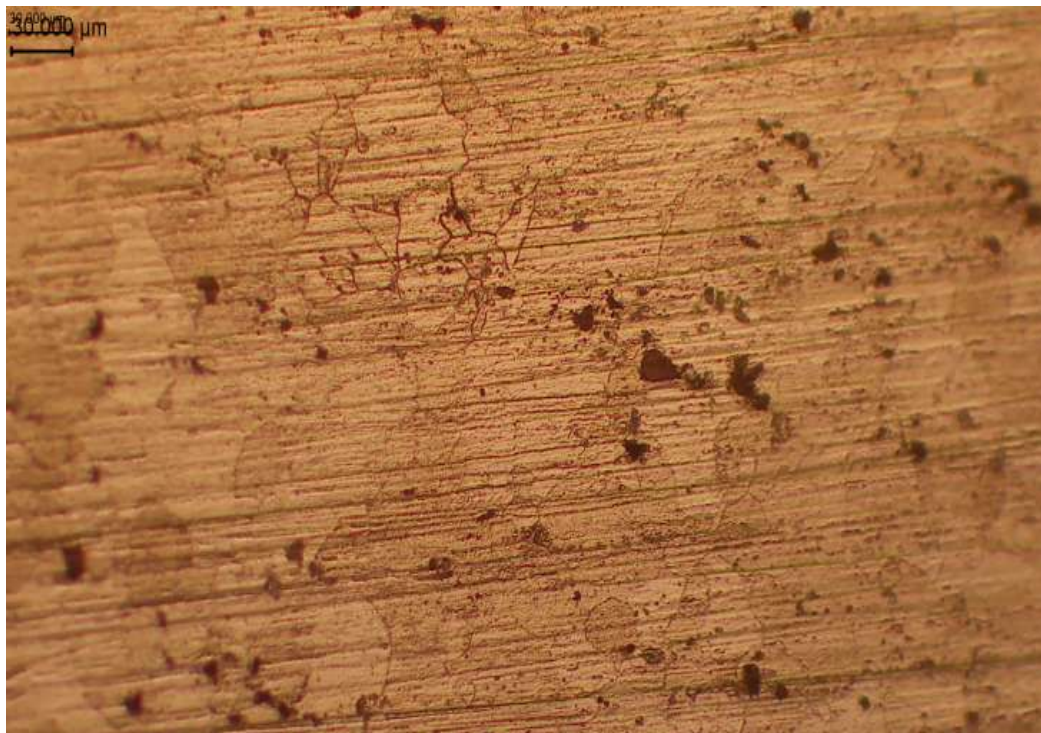


X200

Figure V.3 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 110°C Sans attaque chimique*



X100



X200

Figure V.4 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 110°C Avec attaque chimique*

Les grains de dimensions plus grandes, La taille moyenne de ces grains est calculée par image J est égale à 54.6 μm . Les précipités de tailles plus grandes aussi ont une distribution homogène proche

3-Etat de vieillissement pendant 3h à 110 °C :

Après le traitement 30min à 475°C et la trempe à l'eau froide ,notre alliage a subi un traitement de vieillissement pendant 3heures à la température110°C.

La figure (V.5)(V.6) représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 110°C.



X100

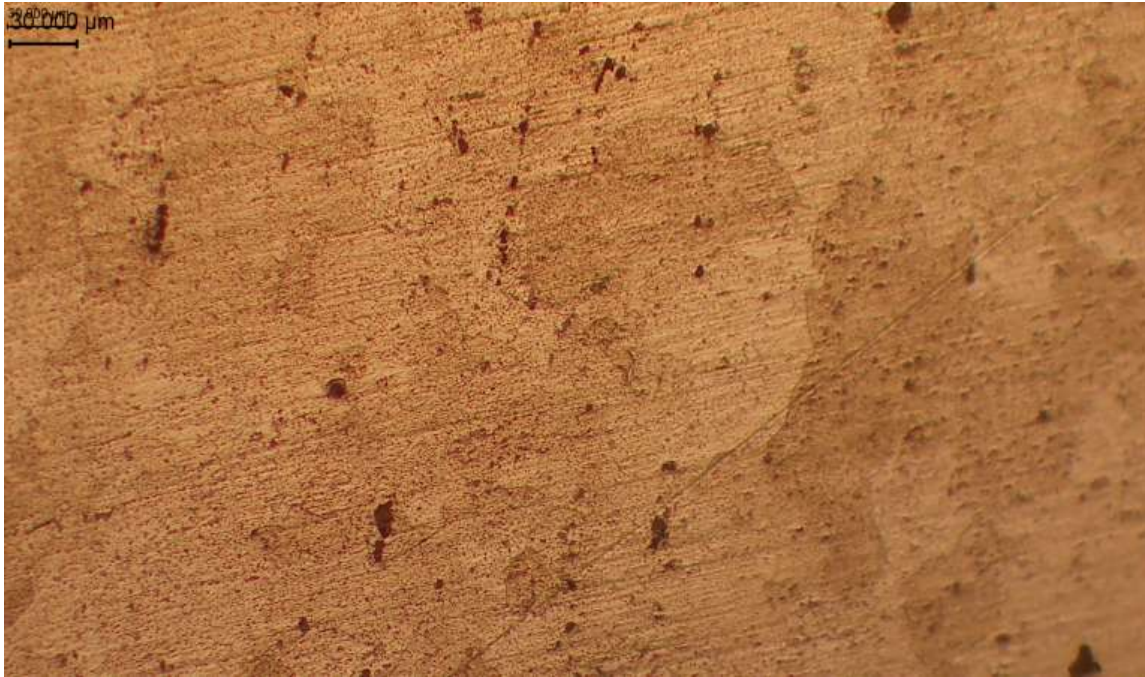


X200

Figure V.5. *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 110°C sans attaque chimique*



X100



X200

Figure.V.6 : Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 110°C avec attaque chimique

La taille moyenne de ces grains est calculée par image J est égale à 70 µm. La taille des précipités a augmenté aussi et leur distribution est plus espacée et éloignée dans la matrice.

V.2.2.Résultats de la dureté

Traitement			
Homogénéisation pendant 3heures à T= 550 °C			
Mise en en Solution à 475 °C pendant 30 minutes			
Température de revenu (°C)	110		
Temps de revenu (heures)	1	2	3
Dureté HRE	88.10	99.45	97.95

V.2.3.Résultats pour le traitement de revenu à 150°C :

1-Etat de vieillissement 1h 150 °C :

Après le traitement 30min à 475°C et la trempe à l'eau froide ,notre alliage a subi un traitement de vieillissement pendant 1 heure à la température 150°C.

La figure (V.7)(V.8) représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 150°C.

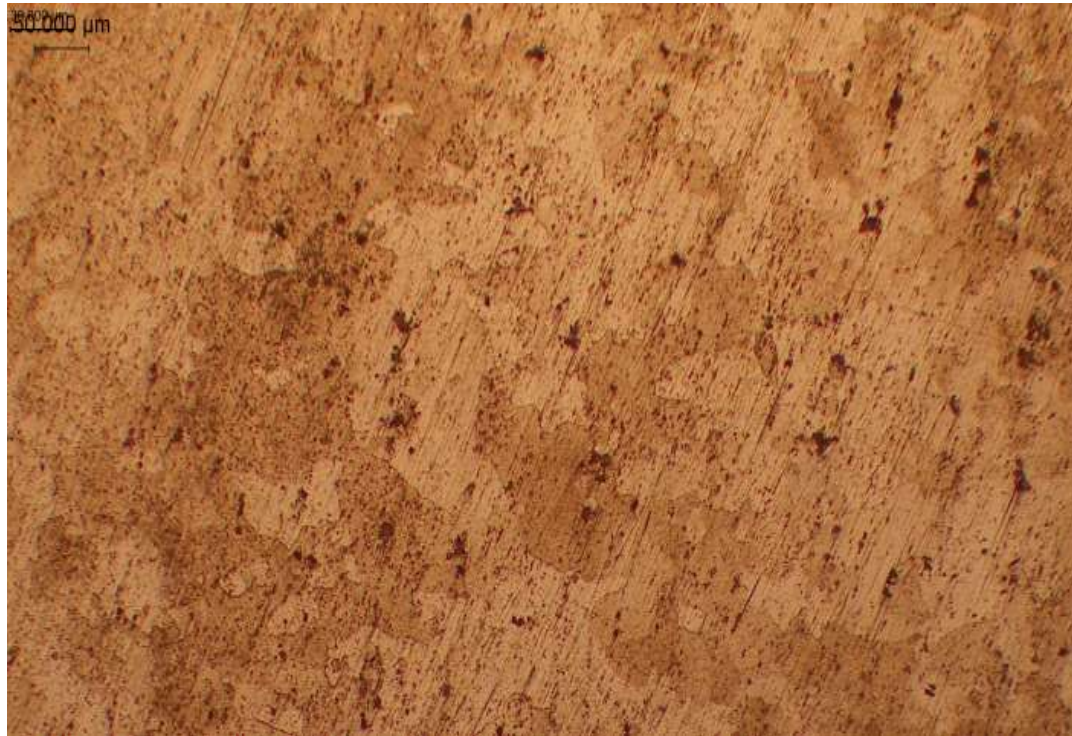


X100



X200

Figure V.7. *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 150°C sans attaque chimique*



X100



X200

Figure V.8 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 1h à 150°C avec attaque chimique*

La taille moyenne de ces grains est calculée par image J est égale à 52.8 μm. La taille des précipités très petite et très fin, dispersées en amas dans la matrice.

2. Etat de vieillissement pendant 2h à 150 °C :

Après le traitement 30min à 475°C et la trempe à l'eau froide, notre alliage a subi un traitement de vieillissement pendant 2 heures à la température 150°C.

La figure (V.9)(V.10) représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 150°C.



X100



X200

Figure V.9 : Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 150°C sans attaque chimique



X100



X200

Figure V.10 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 2h à 150°C avec attaque chimique (x100 et x200)*

La taille moyenne de ces grains a augmenté et est calculée par image J est égale à 60.7 μm.

Les précipités de taille plus importante sont dispersés de manière homogène dans la matrice et sont proches.

3-Etat de vieillissement 3h 150 °C :

Après le traitement 30min à 475°C et la trempe à l'eau froide, notre alliage a subi un traitement de vieillissement pendant 3 heures à la température 150°C.

La figure (V.11) (V.12) représente la microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 150°C.



X100



X200

Figure V.11 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 150°C sans attaque chimique x100 et x200*



X100



X200

Figure V.12 : *Microstructure optique de l'alliage vieilli 3h à 150°C avec attaque chimique x100 et x200*

La taille des grains a augmenté et la taille moyenne de ces grains est calculée par image J est égale à 85.3 μm .

Les précipités sont éloignés et de taille plus importantes,

V.2.4.Résultats de la dureté :

Traitement			
Homogénéisation pendant 3heures à T= 550 °C			
Mise en en Solution à 475 °C pendant 30 minutes			
Température de revenu (°C)	150°C		
Temps de revenu (heures)	1	2	3
dureté HRE	69.85	82.05	75.95

V.3.Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu et du temps de maintien :

Température \ Temps (heure)	1	2	3
110°C	88.10	99.45	97.95
150°C	69.85	82.05	75.95

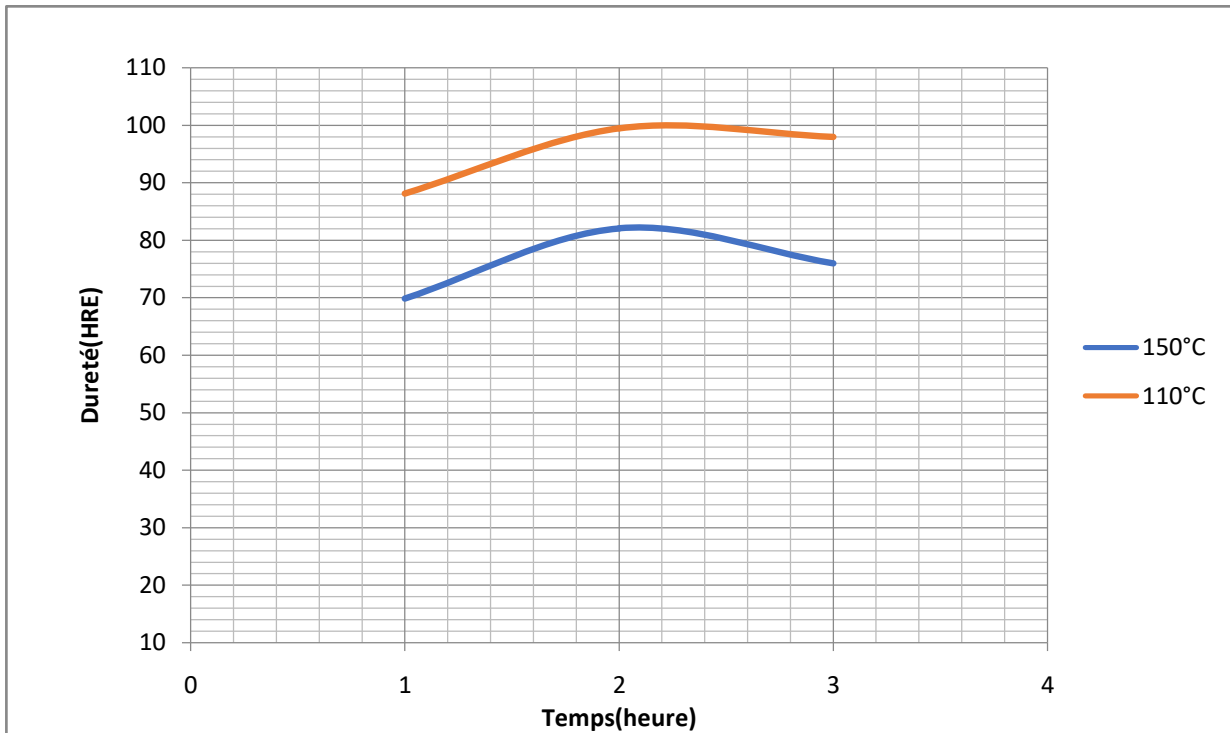


Figure V.13. Variation de la dureté Rockwell (HRE) de l'alliage 7075 en fonction de temps à température 110°C et 150°C

Dans cette étude, nous avons mesuré la dureté de l'alliage 7075 en utilisant la méthode ROCKWELL (HRE) après une analyse microstructurale. Nous avons testé deux catégories d'échantillons, traités à 110°C et à 150 °C. Les conclusions obtenues sont les suivantes :

Les courbes de dureté en fonction du temps de maintien présentent un maximum (aussi bien à 110 qu'à 150°C) , en effet,

Cas N°01 : température de revenu 110 °C : L'échantillon vieilli pendant 2 heures présente une dureté supérieure par rapport à ceux vieillis pendant 1 heure et 3 heures respectivement.

Cas N°02 : température de revenu 150 °C : L'échantillon vieilli pendant 2 heures montre également une dureté plus élevée par rapport à ceux vieillis pendant 1 heure et 3 heures respectivement.

v.4. La taille moyenne des gains en μm à la température de revenu de 110 et 150°C :

la taille moyenne \ Temps (heure)	1	2	3
	110°C	42.5	54.6
150°C	52.8	60.7	85.3

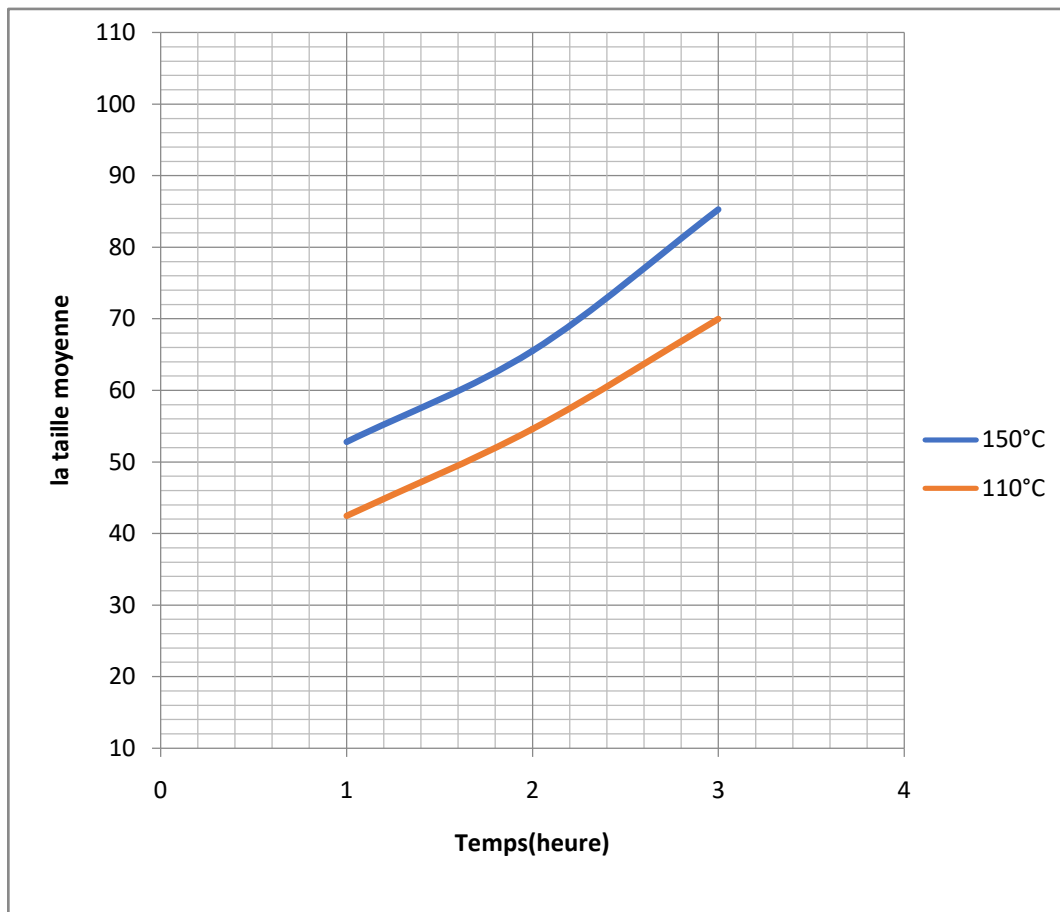


Figure V. 14. Variation de la taille moyenne (μm) des grains de l'alliage 7075 en fonction de temps et de la température de revenu

L'évolution de la taille des grains de la phase α est croissante en fonction des paramètres de revenu : la température et du temps de maintien, en effet, les deux paramètres simultanément ont permis la croissance des grains de cette phase.

Il est justifié qu'à des températures de revenu plus importantes la croissance des grains soit plus importante.

V.5.Résultats et Interprétations :

- les alliages sont biphasés à l'état de livraison.
- La solubilité des éléments d'alliages, quels qu'ils soient, étant très limitée à température ambiante dans l'aluminium, les alliages sont constitués d'une solution solide en aluminium quasi pur (phase α) et d'une seconde phase, sous forme de précipités grossiers préférentiellement localisés le long des joints de grains (phase β)
- Dans le cas du durcissement structural, l'étape de trempe fige la structure haute température (solution solide sursaturée) et ne durcit pas (seul un léger durcissement de solution solide peut être mesuré). C'est le revenu qui provoque le durcissement grâce à la précipitation homogène ment répartie de fines particules de seconde phase.
- Dans les zones ayant subi un revenu à trop basse température ou des temps de revenu trop bas (ici 1 heure) , la diffusion n'est pas suffisante et l'alliage ne forme que des amas de précipités très fin et peu durcissants (on peut considérer qu'il y a eu un sous-revenu). En effet , Selon le mécanisme de déplacement des dislocations, , le cisailent de ces amas de précipités se fait facilement , en conséquence la limite élastique du matériau reste faible.
- Symétriquement, les zones ayant subi un revenu à trop haute température ou des temps de revenu trop long (3heures)sont pourvues de précipités de grande taille, très distants les uns des autres qui résultent d'une diffusion activée thermiquement de façon trop prononcée et ne présentent pas de durcissement significatif (sur-revenu).Les dislocations contournent facilement les précipités ainsi formés par croissance exagérée et coalescence.

- Dans le domaine intermédiaire de température ou de temps de revenu (2 heures), les précipités sont trop gros pour être facilement cisailés et trop petits pour être facilement contournés, la dureté (et la limite d'élasticité) présentent leur valeur maximale, c'est le revenu au pic. Généralement la taille optimale des précipités est de l'ordre de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètres.

Conclusion :

En conclusion, le durcissement par précipitation est une méthode essentielle pour maximiser les performances mécaniques de l'alliage d'aluminium 7075, Grâce à un processus méticuleux impliquant la solution solide, la trempe et le vieillissement, des précipités finement dispersés se forment, renforçant la matrice de l'aluminium et améliorant considérablement ses propriétés mécaniques. Ce traitement est crucial pour les applications exigeantes, notamment dans les industries aéronautique et automobile, où le rapport optimal entre résistance et poids est primordial. Le succès de cette méthode repose sur un contrôle précis des conditions de traitement, permettant de produire des alliages répondant aux exigences rigoureuses de performance et de fiabilité.

Conclusion Générale :

En conclusion, le durcissement par précipitation est une méthode essentielle pour maximiser les performances mécaniques de l'alliage d'aluminium 7075, en rendant le matériau extrêmement résistant. Grâce à un processus impliquant la solution solide, la trempe et le vieillissement, des précipités finement dispersés se forment, renforçant la matrice de l'aluminium et améliorant considérablement ses propriétés mécaniques. Ce traitement est crucial pour les applications exigeantes, notamment dans les industries aéronautique et automobile, où le rapport optimal entre résistance et poids est primordial. Le succès de cette méthode repose sur un contrôle précis des conditions de traitement, permettant de produire des alliages répondant aux exigences rigoureuses de performance et de fiabilité.

Dans notre cas, les paramètres optimaux déduits de cette expérience sont la température de revenu 110 °C pendant :

2 h , nous paraissent les plus adaptés pour les propriétés optimaux.

ANNEXES

Evolution de la dureté HRE moyenne en fonction de temps :

Etat de vieillissement à 110 °C :



1h



2h



3h

Etat de vieillissement à 150 °C :



1h



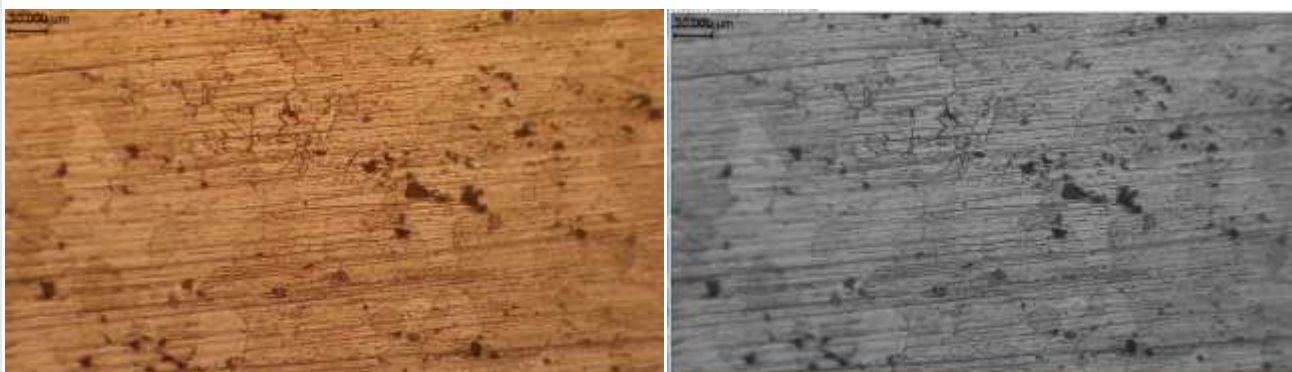
2h



3h

Utilisation du logiciel IMAGE J :

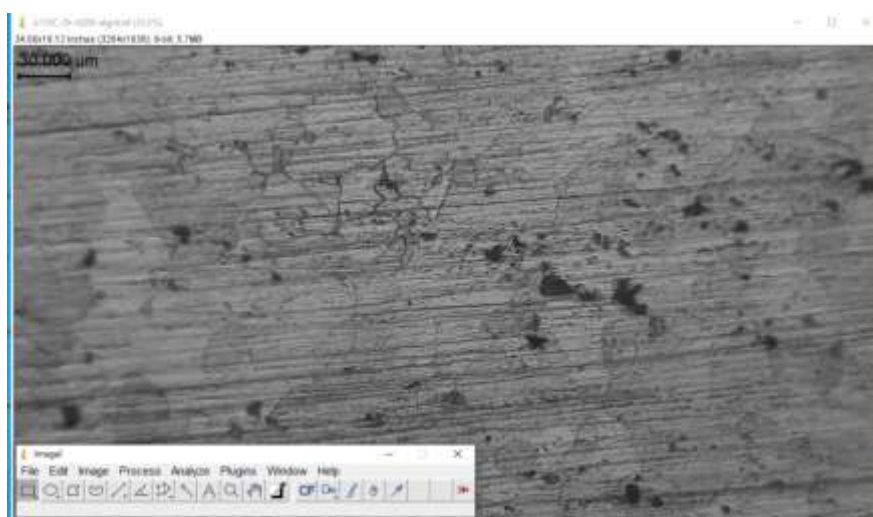
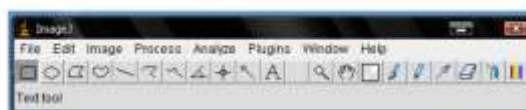
Les deux photos suivantes dont on va calculer la taille moyenne :



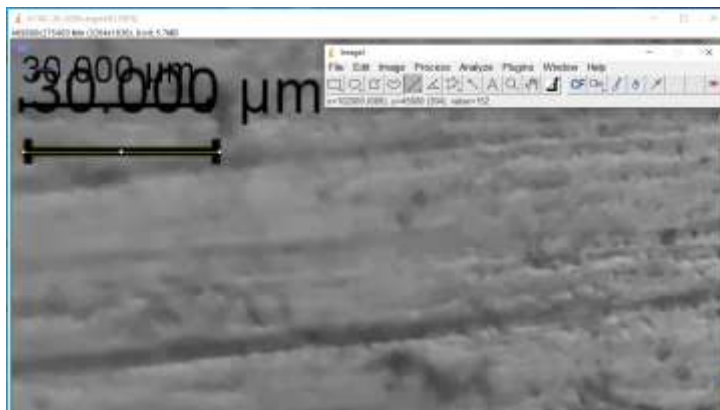
A110C-2h-G200-atgrd

IMAGE J

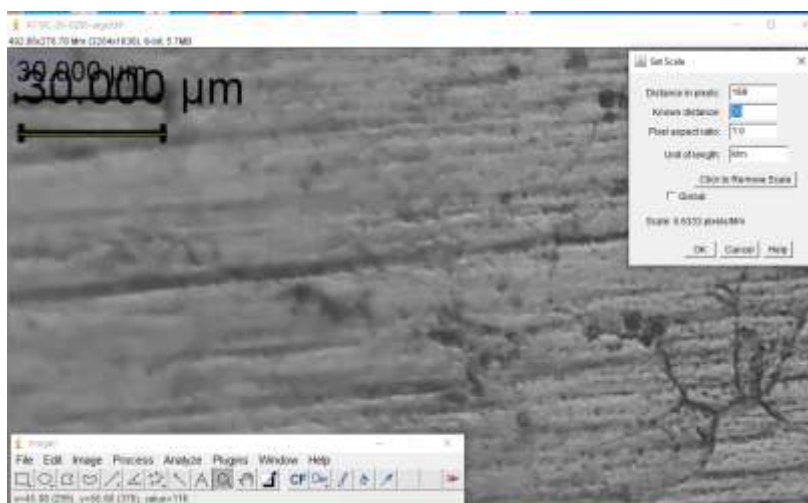
A- Présentation de logiciel :



Dès qu'on a la photo on doit calibrer l'échèle pour ce là on suit les étapes Suivantes :

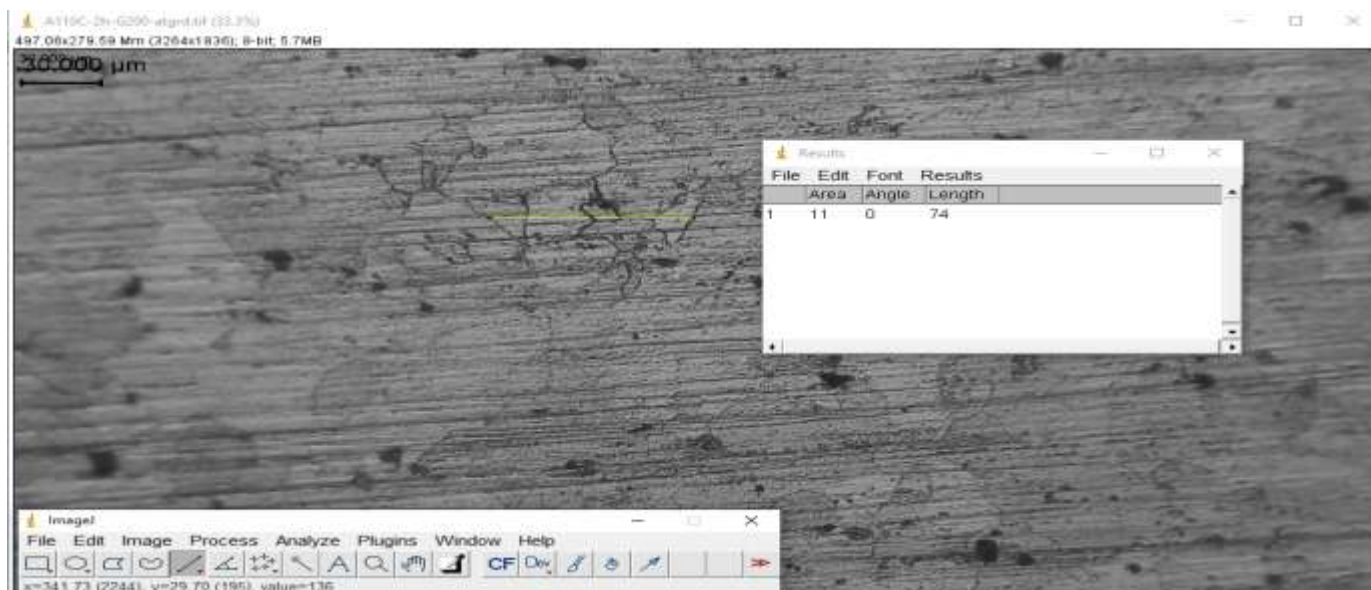


Au dessous de la ligne jaune est écrit 30 Mm donc on suit le chemin suivant : ANALYZE / SET SCALE /



Donc on peut mesurer la taille moyenne

Quand on appuis sur mesure on aura un tableau qui affiche le résultat, dans ce cas la longueur de grain



La taille moyenne pour la ferrite est : $74 / 5 = 14.8 \mu\text{m}$.

Références bibliographiques

- [1] K. Djabri : Etude de l'influence des traitements thermiques sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si contenant différentes teneurs des éléments d'additions. Mémoire de Master, Université Larbi Tebessi, Tebessa, (2016).
- [2] F. Serradj : Etude de la cinétique de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si contenant différentes teneurs des éléments d'additions. Thèse de Doctorat, Université Mentouri, Constantine, (2014).
- [3] I. Hamdi : Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage d'aluminium (série 6000). Thèse de Doctorat, Université Mohamed Khider, Beskra, (2014).
- [4] A. Ourabi : Etude du comportement des fils de cuivre et des fils d'alliage d'aluminium déformés industriellement. Mémoire de Master, Université Mohamed Khider-Beskra, (2017).
- [5] A. Hässner, Leipzig, p 41, (1970).
- [6] A. Chahdane : Effet de vieillissement naturel sur les propriétés mécaniques de deux tôles Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2012).
- [7] Z. Sersour : Influence des éléments d'additions sur les caractéristiques mécaniques et microstructurales des alliages Al-Si ; Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara-Boumerdas, (2010).
- [8] A. Debih : Contribution à l'étude de la fatigue des alliages légers. Thèse de Doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif-1, (2018).
- [9] K. Boulemzaoud : Analyse thermique des alliages d'aluminium Al-Mg-Si (Cu). Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine, (2012).
- [10] D. Gagnon : Effets des paramètres métallurgiques sur la microstructure, la macrostructure et la performance des alliages 319, 356 et 413, Mémoire de la maîtrise en Ingénierie, Université du Québec, (2005).

- [11] H. Filali : Effet de vieillissement naturel et artificiel sur les propriétés mécaniques de deux tôles Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Mentouri-Constantine 1, (2012).
- [12] H. Farh : Effet des éléments d'addition sur la microstructure des alliages Al-Mg-Si. Mémoire de Magister, Université Larbi Ben M'Hidi-O. E. Bouaghi, (2008).
- [13] S. Mecheri : Etude des réactions des transformations de phase dans les alliages d'aluminium sous forme des tôles. Mémoire de Magister, Université Mentouri- Constantine, (2007).
- [14] H.B. Seeberger : Recristallisation de l'aluminium après écrouissage critique. Polycopie, Université Montpellier 2, (2009)
- [15] M.Hillert, Series N° 33, Institute of Metals, London, p.231, (1969).
- [16] M.Hillert, Met. Trans. 3, p. 2729, (1972).
- [17] T.-H. Chuang, Doktorarbeit, Universität Stuttgart, (1983).
- [18] A. Deschamps, thèse de doctorat, institut national polytechnique de Grenoble, (1997).
- [19] C. Y. Zahra, A. M. Zahra, Thermochem. Acta, 276 (1996) 161-174.
- [20] J. W. Christian; Pergamon press. 2nd Edition, (1975).
- [21] S. P. Ringer, S. K. Caralrer, I. J. Polmear, Scripta Mater, vol. 39, p. 1559, (1998).
- [22] P. Zieba. Polish Academy of Sciences, Committee of Metallurgy, Archives of Metallurgy, Krakow, Poland, p 655-662. (1991).
- [23] S. Morin, thèse de doctorat, (2002).
- [24] J. Barralis, G. Maeder, 3eme édition, Nathan B Paris, (1986).
- [25] C. Vargel, Dunod, (1979).
- [26] W. Hufnagel, Ed. Aluminium Zentrale Düsseldorf, Aluminium Verlag Düsseldorf, (1983).
- [27] Mr. LAADJAL Djamel : -Alliage d'aluminium -évolution de la microstructure et propriétés mécaniques. Mémoire de Master, Université BADJI MOKHTAR- ANNABA Juin 2018
- [28] Michel Colombié, matériau métallique, 2eme édition, Paris 2008, pp.352-355
- [29] Philippe Lours, Fabien Baillon, Au Coeur des Matériaux Cristallins " Durcissement par traitement thermique", <http://nte.mines-albi.fr/SciMat/co/SM6uc5-2.html>.

- [30] R.DEVELAY." Traitements thermiques des alliages d'aluminium". Technique de l'ingénieur, fac. M1290, (Année 2005).
- [31]L.N. Larikov and O.A. Shmatko, Nauk. Dumka, Keiv, (1976).
- [32]W Kurz, J.P. Mercier, G. Zambili, 2^{ème} édition, presse polytechnique et universitaires Romandes, Suisse Lausanne ,(1995).
- [33] https://fr.wikipedia.org/wiki/dureté_c3%a9_rockwell
- [34] P.JOSE."Etude comparative du comportement électrochimique des alliages d'aluminium 2024 T351 et 7075 T351 en milieu neutre de sulfate de sodium ". Doctorat de l'université de Toulouse (jeudi 5 juillet 2012).
- [35] C.VICTOR. "Etudes des différentes techniques induisant le durcissement des alliages d'aluminium les plus courants, en particulier évolution des microstructures et des propriétés mécaniques". Examen probatoire (2001).
- [36]CHRISTIANVARGEL."Corrosion de l'aluminium", édition Dunod, 1999.
- [37]LAKHTINE. I "Métallographie et traitements thermiques des métaux", édition MIR, Moscou, 1989
- [38] hayet booudjallal : EVALUATION DES STRUCTURES AERONAUTIQUES PAR CONTROLE NON DESTRUCTIF PAR COURANTS DE FOUCAULT de dahlab (2005)
- [39] Jean POKORNY MÉTALLOGRAPHIE M90 (2001)
- [40]Touati Ouahiba :Étude de la corrosion de l'alliage AIS10Mg en présence d'un champ magnétique de faible intensité Université tiziouzo 2016/2017