

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA

RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE BLIDA

DÉPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE

PROJET FIN D'ÉTUDES POUR L'OBTENTION DU DIPLÔME

MASTER II EN GÉNIE MÉCANIQUE OPTION : SCIENCES DES MATÉRIAUX.

**ÉTUDE DES ALLIAGES AL-SI-CU**

**(7-17% SI ; 1-3% CU)**

**SOLIDIFIÉS RAPIDEMENT**

**ETUDE MÉCANIQUE ET MÉTALLOGRAPHIQUE.**

PROPOSÉ ET ENCADRÉ PAR:

DR. SAOUDI ELYÉS

RÉALISÉ PAR:

DJELLABI OUSSAMA

ANNÉE 2014

## *Dédicaces*

*À mes parents qui me sont les plus chers au monde, que Dieu les protège,*

*À mes frères et ma sœur chacun à son nom ;*

*À tous les membres de la famille DJELLABI, GHAZI ;*

*À tous mes amis ;*

*À tous ceux que j'aime et qui m'aiment, où qu'ils soient ;*

*À tous ceux qui comptent pour moi ;*

*À tous ceux qui m'ont aidée de loin et de près ;*

*..... Je dédie ce modeste travail*

## *Remerciements*

*Tout d'abord je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donné le courage et la patience de mener à bien mon projet de fin d'études.*

*A Monsieur le Professeur Dr. SAOUDI Elyes, mon promoteur, recevez Monsieur, mes plus sincères remerciements pour votre rigueur scientifique, votre enthousiasme et vos précieux conseils qui ont fait progresser ce travail. La confiance que vous m'avez accordée pendant ces mois m'a permis de progresser. Soyez assuré de toute mon estime et de mon profond respect.*

*Je voudrais particulièrement remercier les membres du jury pour m'avoir honoré de leurs présences de mon jury de soutenance.*

في هذا العمل قمنا بدراسة مدى تأثير إضافة النحاس إلى الخلائط المعدنية AS13 AS7 و AS17 المبردة بسرعة كبيرة الهدف الأساسي من هذا العمل هو دراسة التطورات الحاصلة على مستوى الخصائص الميكروسكوبية لهذه الخلائط .

## Résumé

Dans ce travail on a étudié l'influence d'élément d'addition le cuivre sur les alliages d'Al à (7-13-17 %) solidifiée rapidement le but principale de ce travail c'été l'étude de évolution de la microstructure de ces alliages.

## Abstract

In this work we studied the influence of copper on Al-Si alloys cooled rapidly at (7-13-17%) of Si, the main goal of this work was to study the change in microstructure of those alloys.

---

# Sommaire

---

## I- Introduction Générale

### Chapitre I : La Solidification Classique

I- Introduction .....	4
II- Germination et croissance .....	4
III- La diffusion.....	7
IV- Les défauts cristallins.....	8
IV-1- Les défauts ponctuels .....	8
IV-2- Les défauts linéaires.....	8
IV-3- Les défauts surfaciques.....	8
V-4- Les défauts volumiques.....	9
V- La précipitation.....	10
VI- La microstructure de solidification .....	11
VI-1- La microstructure eutectique .....	12
VI-2- La microstructure dendritique .....	13
A- Croissance dendritique.....	14
B- Morphologie d'une dendrite .....	14
C- Conditions de croissance des dendrites .....	14

### Chapitre II: La Solidification Rapide

I- Introduction.....	17
II- La Transition vitreuse.....	17
II-1- Origine des microstructures des alliages SR.....	17
II-2- Aspect cinétique de la vitrification .....	18
II-3- Caractéristiques de l'état vitreux .....	19
II-4- Aptitude à l'amorphisation (Glass Forming Ability GFA).....	20
II-5- Affinement de la structure dendritique et granulaire.....	20
III- Effet du traitement thermique sur les alliages SR .....	21
IV-Techniques d'élaboration des alliages métalliques SR .....	21
IV-1- Elaboration par la méthode "Liqui-Sol" .....	21
A- Méthode du Melt-Spinning .....	21

## Sommaire

---

B- Méthode du Splat Cooling.....	22
C- Méthode du Melt-drag .....	23
D- Méthodes de laminoirs (doubles rouleaux) .....	23
E-Méthode à effet centrifuge.....	24
F- Méthode du melt- extraction.....	24
G- Méthode de flot planaire.....	24
H- Solidification rapide de poudre métallique.....	25
IV-2- Elaboration par les méthodes de condensation de vapeur « Vapo-Sol » .....	25
A- Pulvérisation cathodique .....	26
B- Elaboration par évaporation .....	26
C- Décomposition de gaz .....	27
IV-3- Elaboration par la méthode « Dépôt en phase liquide ».....	27
V- Propriétés et applications des verres métalliques .....	27
V-1- Propriétés chimiques .....	27
V-2- Propriétés électriques.....	28
V-3- Propriétés magnétiques.....	28
V-4- Propriétés mécaniques.....	28

### **Chapitre III: L'Aluminium Et Ses Alliages**

I- Introduction .....	31
II- Propriétés principales de l'aluminium.....	31
II-1- Propriétés atomiques.....	31
II-2-Propriétés physiques.....	31
II-3- Propriétés mécaniques .....	31
II-4- Propriétés chimiques .....	32
III- Alliages d'aluminium .....	32
III-1- Alliages de corroyage .....	32
III-2- Alliages de fonderie .....	33
IV- Influence des éléments d'addition .....	33
VI-1- Silicium « Si » .....	33

# Sommaire

---

VI-2-Cuivre « Cu ».....	33
VI-3- Magnésium « Mg ».....	33
V- Alliage Aluminium-Silicium <<Al-Si>>.....	34
VI-Solidification rapide des alliages d'aluminium .....	35
VI-1- Structures des alliages d'aluminium SR .....	35
VI-2- Structure amorphe des alliages d'aluminium .....	35
VI-3- Propriétés des verres d'aluminium. ....	36
A-Propriétés mécaniques .....	36
B- Propriétés électriques.....	36
C- Propriétés chimique.....	37

## Techniques Expérimentales

I- Introduction .....	39
II-Matériaux utilisés .....	39
III- Procédures et techniques d'analyses .....	40
III-1- La dureté .....	40
III-2- La Métallographie .....	40

## Résultats Et Interprétations

I- Résultats et interprétation de la dureté.....	43
II- Interprétations des structures métallographiques .....	44
II-1- AS7 .....	44
II-2- AS13.....	46
II-3- AS17.....	47

## Conclusion General

## Références Bibliographiques

# Liste Des Figures

---

## Chapitre I : La Solidification Classique

<b>Figure I-1:</b> Diagramme d'analyse thermique de la solidification classique d'un corps pur.....	4
<b>Figure I-2 :</b> Bilan énergétique de l'apparition d'un germe .....	4
<b>Figure I-3:</b> Transformation allotropique $\beta \rightarrow \alpha$ d'un corps pur à $T_A$ .....	5
<b>Figure I-4 :</b> Défauts ponctuels .....	7
<b>Figure I-5:</b> Ligne de dislocation coin et ligne de dislocation.....	8
<b>Figure I-6:</b> Poly cristal, et schématisation d'un joint de grains et d'un joint de phases.....	8
<b>Figure I-7:</b> a) Précipité cohérent. b) Précipité semi-cohérent c) Précipité incohérent .....	9
<b>Figure I-8:</b> Microstructures obtenues dans un alliage Al-4% Cu .....	10
<b>Figure I-9:</b> Microstructure colonnaires (a) et équiaxes (b) .....	11
<b>Figure I-10 :</b> Types de morphologie eutectique binaire .....	12
<b>Figure I-11 :</b> Interface solide-liquide dans la zone colonnaire d'une coulée .....	12
<b>Figure I-12 :</b> Représentation à 3D de dendrites .....	13
<b>Figure I-13:</b> Condition de croissance d'une dendrite colonnaire et équiaxe.....	14

## Chapitre II: La Solidification Rapide

<b>Figure II-1 :</b> La viscosité en fonction de la température réduite lors de la solidification.....	17
<b>Figure II-2 :</b> Diagramme Volume spécifique -Température de solidification du métal liquide.....	18
<b>Figure II-3 :</b> distance entre bras dendritique en fonction de la vitesse de solidification .....	19
<b>Figure II-4:</b> Méthode de melt-spinning a) avec une roue b) avec deux roue .....	21
<b>Figure II-5:</b> Schéma représentatif de la technique de melt-drag .....	22
<b>Figure II-6 :</b> Solidification rapide des rubans entre cylindres de laminoir.....	23
<b>Figure II-7:</b> Représentation schématique de la méthode de l'atomisation par l'effet centrifuge .....	24
<b>Figure II-8:</b> Illustration de la méthode de la pulvérisation cathodique.....	25
<b>Figure II-9:</b> La limite élastique en fonction du module de Young.....	28

## Chapitre III: L'Aluminium Et Ses Alliages

<b>Figure III-1 :</b> Diagramme d'équilibre Al-Si .....	33
---	----

# Liste Des Figures

---

## Techniques Expérimentales

<b>Figure IV-1 :</b> Composition chimique des alliages .....	38
<b>Figure IV-2 :</b> Les alliages utilisés dans l'étude .....	39
<b>Figure IV-3 :</b> Procédure de solidification .....	40
<b>Figure IV-4 :</b> Coupe d'un échantillon .....	40
<b>Figure IV-5 :</b> Zones de solidification .....	41
<b>Figure IV-6 :</b> La polisseuse utilisée dans l'étude.....	42
<b>Figure IV-7 :</b> Echantillon attaqué chimiquement.....	42
<b>Figure IV-8 :</b> Représentation de la distance inter-atomique $\lambda_2$ .....	43
<b>Figure IV-9 :</b> Microscope de type Carl-Zeiss – Neophot 32.....	43

## Résultats Et Interprétations

<b>Figure V-1:</b> Résultats de la dureté Vickers en fonction du pourcentage de Si et Cu.....	45
<b>Figure V-2 :</b> Evolution de la dureté Vickers en fonction du pourcentage de Si et Cu.....	45
<b>Figure V-3 :</b> AS7U ( X 200).....	46
<b>Figure V-4 :</b> AS7U3 ( X 200).....	47
<b>Figure V-5 :</b> AS7U3 ( X 300).....	47
<b>Figure V-6 :</b> AS13U ( X 200).....	48
<b>Figure V-7 :</b> AS13 ( U X 300).....	48
<b>Figure V-8 :</b> AS13U3 ( X 300).....	49
<b>Figure V-9 :</b> AS17U ( X 200).....	49
<b>Figure V-10 :</b> AS17U ( X 300).....	50
<b>Figure V-11 :</b> AS17U3 (X 200).....	50
<b>Figure V-12 :</b> AS17U3 ( X 300).....	51
<b>Figure V-13 :</b> Distance inter-dendritique (x300).....	51
<b>Figure V-14 :</b> Mesures de distance inter-atomique $\lambda_2$ .....	51

## Introduction Générale

L'industrie moderne nécessite l'utilisation des matériaux qui résistent à plusieurs phénomènes tels que la fatigue, la corrosion et l'usure. Ces phénomènes peuvent présenter de très grands risques, pour les éviter on utilise des nouvelles méthodes de solidification pour obtenir des matériaux avec des propriétés améliorées.

Dans la solidification classique, le mécanisme de formation des phases solides pendant la croissance eutectique dépend du transport atomique massif à l'interface liquide-solide. Ce dernier est influencé à la fois par la vitesse de refroidissement du liquide, le gradient de température et la surfusion du liquide. La diminution de la vitesse de croissance augmente les espaces entre les phases et la microstructure est plus régulière et uniforme.

Au contraire à la solidification classique, le procédé de solidification par trempe rapide (103 à 106 °K/s) (SR) limite les phénomènes de diffusion et peut conduire à une croissance hors d'équilibre. En générale, la S.R peut conduire à des solutions solides sursaturées, à des phases métastables et même amorphes, à augmenter l'homogénéité chimique de l'alliage et les limites de solubilité, et enfin à une diminution de la taille des grains. L'amélioration de certaines propriétés (Chimiques, mécaniques) est le résultat d'une ou plusieurs de ces transformations.

Notre travail a pour but, l'étude d'influence des éléments d'addition le silicium « Si » et le cuivre « Cu » sur la structure métallographique ainsi que la dureté des alliages Al-Si-Cu solidifié rapidement.

Pour ce faire, nous avons structuré notre travail en deux parties principales:

- ❖ **Partie théorique:** elle est réservée à la recherche bibliographique pour surtout s'informer des généralités et aspects fondamentaux concernant les deux types de solidification.
- ❖ **Partie expérimentale:** dans laquelle on a présenté les techniques expérimentales utilisées et les résultats obtenus.

## I- Introduction

Un alliage peut exister sous différents états: solide, liquide. Ces différents états représentent les diverses phases contenues dans l'alliage et qui peuvent changer en fonction des conditions imposées à ce «système thermodynamique», principalement la composition chimique et la température, mais aussi la pression. Pour réaliser l'équilibre, il est nécessaire que tous les atomes des constituants puissent se déplacer à l'intérieur de toutes les phases : c'est ce que l'on appelle la diffusion chimique qui s'effectue par permutation avec les sites vacants sur le réseau cristallin.

C'est l'expérience qui permet d'observer les phases coexistantes dans un alliage, en fonction de la composition chimique, de la température de réalisation de l'équilibre, voire de la pression appliquée. C'est également l'expérience qui permet de déterminer les lignes des transitions de phases sur lesquelles apparaissent ou disparaissent certaines d'entre elles.

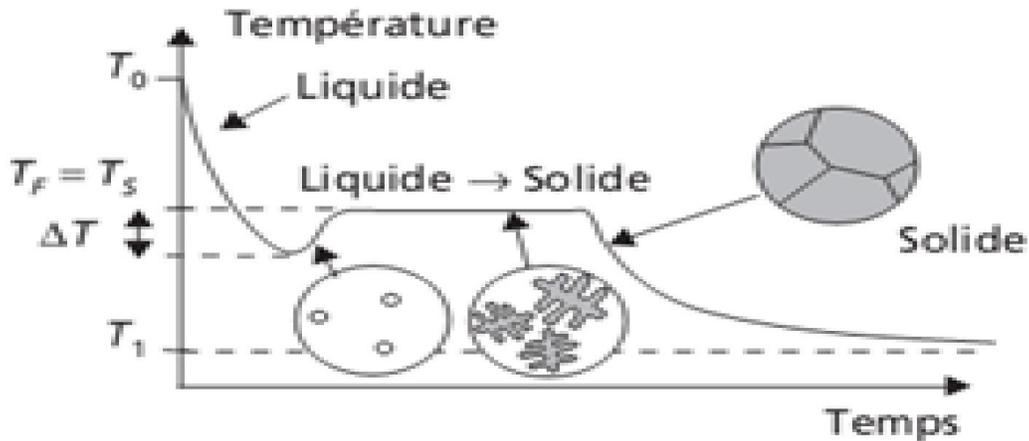
Les diagrammes d'équilibre de phases représentent donc les domaines d'existence à l'équilibre des diverses phases qui se forment dans le système en fonction de sa composition chimique et des paramètres externes qui lui sont imposés. Puisque les propriétés des alliages dépendent largement des phases qui le constituent, on comprend l'intérêt d'une telle représentation qui permet de matérialiser les conditions d'obtention des phases souhaitées ou, à l'inverse, d'éviter la formation des phases indésirables. Les diagrammes d'équilibre constituent donc le document de base des métallurgistes, outil indispensable que l'on consulte en priorité [1].

## II- Germination et croissance

Les idées de base de la théorie classique de la germination ont été données par Gibbs en 1878, elles tournaient autour que la germination nécessite un rapport d'énergie pour créer une interface entre la nouvelle phase et la phase mère [2].

Lors de la solidification classique d'un corps pur, la courbe d'analyse thermique enregistrée descend en général au-dessous de la température théorique de solidification, avant d'y remonter lorsque la cristallisation commence (Figure I-1). Pendant une période d'incubation, une surfusion  $\Delta T$  est nécessaire avant qu'apparaissent les premiers germes stables : premiers agglomérats d'atomes structurés sous forme cristalline. Ceux-ci croissent ensuite en rejoignant la température d'équilibre. Après consommation complète du liquide, les cristaux se rejoignent pour former les grains du poly-cristal [3].

# Chapitre I : La Solidification Classique

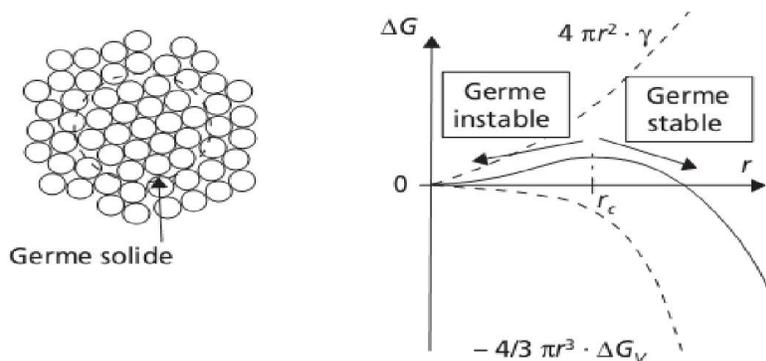


**Figure I-1:** Diagramme d'analyse thermique de la solidification classique d'un corps pur [3].

Les germes solides se forment aléatoirement par agitation thermique des atomes. Mais ils ne peuvent survivre à l'agitation thermique que si le bilan énergétique  $\Delta G$  de leur apparition conduit à un abaissement de l'énergie interne du système liquide + solide + interface solide/liquide (Figure I-2). Pour un germe sphérique de rayon  $r$  :

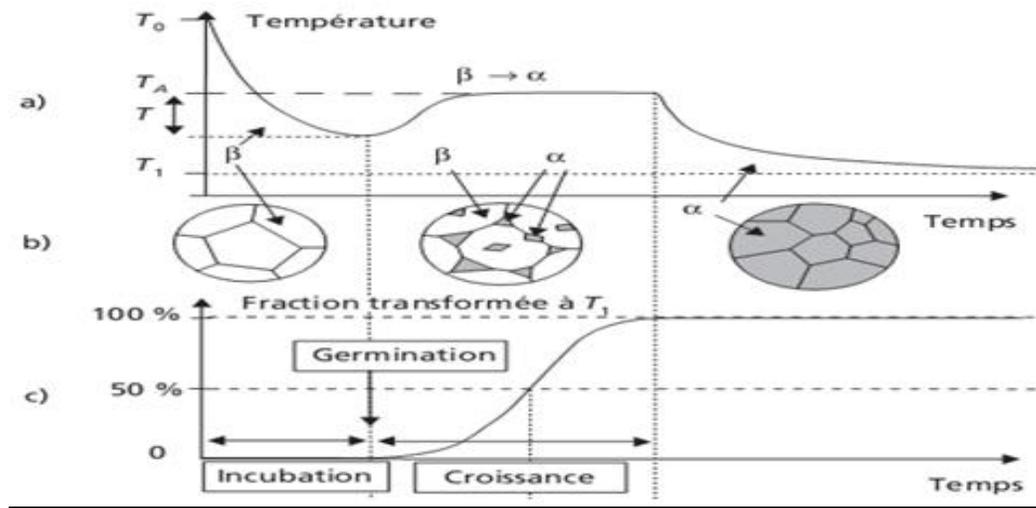
$$\Delta G = -4/3 \pi r^3 \cdot \Delta G_V + 4 \pi r^2 \cdot \gamma \dots \dots \dots (1)$$

$\Delta G_V$  représente la différence d'énergie entre l'état solide et l'état liquide dans le volume du matériau, et  $\gamma$  l'énergie d'interface solide/ liquide par unité de surface. L'expression (1) passe par un maximum pour  $r = r_c = 2 \gamma / \Delta G_V$ . Les germes sont donc instables ou stables suivant qu'ils se forment avec un rayon inférieur ou supérieur à la valeur critique  $r_c$  (Figure I-2)[3].



**Figure I-2 :**Bilan énergétique de l'apparition d'un germe [3].

# Chapitre I : La Solidification Classique



**Figure I-3:** Transformation allotropique  $\beta \rightarrow \alpha$  d'un corps pur à  $T_A$ .

Le processus de croissance des précipités à partir d'une solution solide sursaturée peut être gouverné par :

- La diffusion d'atomes de soluté au sein de la phase mère.
- La traversée de l'interface lorsque les cristaux prendront des dimensions plus grandes et le flux de diffusion diminue progressivement [1].

## \* Réseau cristallin :

Un cristal est un ensemble d'atomes (ou de molécules) disposés de manière périodique dans les trois directions et présentant aussi bien un ordre à courte distance qu'à longue distance. Il peut être défini à partir de deux données : le réseau cristallin et le motif atomique [3].

Le réseau cristallin est un ensemble tridimensionnel de points imaginaires, les nœuds, disposés de manière périodique dans les trois directions de l'espace. Il peut être généré par répétition, un nombre entier de fois, de trois vecteurs de base qui définissent une maille élémentaire du réseau d'origine arbitraire [3].

## \* Motif atomique :

C'est un ensemble d'atomes (identiques ou différents), avec leur position relative, qui doit être reporté en chaque nœud du réseau cristallin pour reconstituer exactement la totalité des atomes du cristal, sans vide ni recouvrement [3].

## III- La diffusion

Considérons un constituant C réparti d'une façon non uniforme dans un alliage, soit  $\delta$  un élément de surface pris dans le métal. Désignons par  $dm$  la quantité du constituant C qui traverse cet élément pendant le temps  $dt$  ; le rapport  $dm/dt$  est appelé vitesse de diffusion.

La vitesse de diffusion est proportionnelle au gradient de concentration du constituant C et augmente avec la température ; d'une façon plus précise, elle est proportionnelle à une exponentielle de la forme  $e^{-Q/RT}$ , où R est la constante de gaz, Q est une certaine énergie d'activation et T la température absolue [4].

Sous l'effet de l'agitation thermique, les atomes d'un solide peuvent effectuer des sauts d'un site à un site voisin au sein d'un solide, ce qui provoque leur migration progressive. Les déplacements au sein du cristal, par mécanisme lacunaire ou interstitiel [3].

### \* Lois de Fick

Flux J. Quantité de matière M traversant perpendiculairement une aire A pendant le temps [3]:

$$J = \frac{M}{A \cdot t} \dots\dots\dots (2)$$

- Première loi de Fick : Évolution de la concentration avec le point considéré :

$$J(x) = -D \frac{\partial C(x)}{\partial x} \dots\dots\dots (3)$$

- Deuxième loi de Fick : Évolution de la concentration avec le temps :

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \dots\dots\dots (4)$$

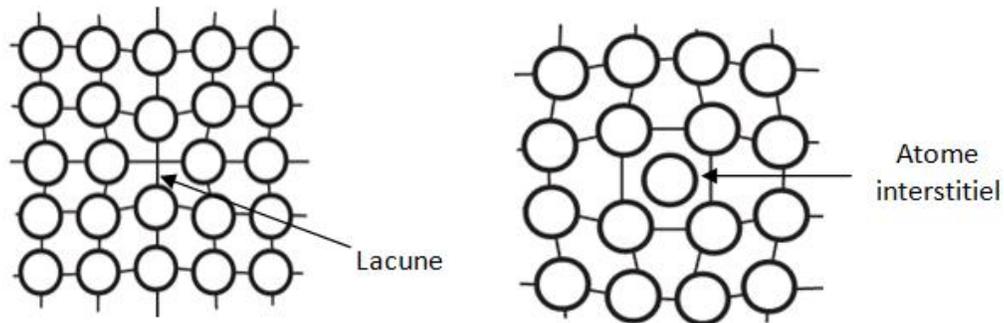
D : coefficient de diffusion  $\text{cm}^2/\text{s}$ .

## IV-Les défauts cristallins

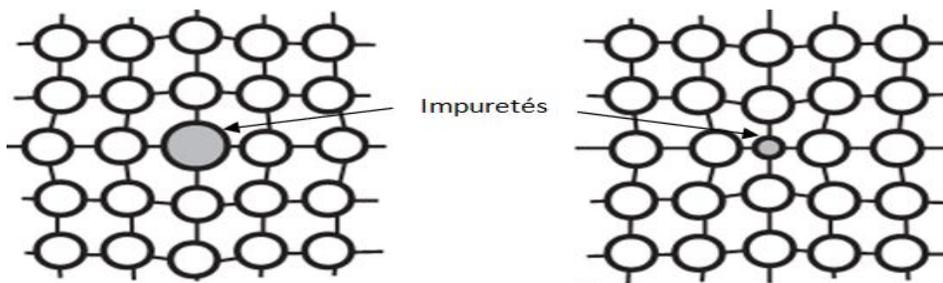
Les cristaux réels comportent différents types de défauts qui représentent tous un surcroît d'énergie interne du cristal par rapport à un cristal parfait, et donc un écart par rapport à la stabilité maximale[3].

### IV-1- Les défauts ponctuels

On parle de lacune qui représente un site vide, c'est-à-dire, un emplacement où devrait normalement se trouver un atome. On parle d'atome Interstitiel représentant un atome excédentaire disposé en un emplacement normalement inoccupé dans le cristal [3].



Dans un cristal contenant un seul type d'atomes, les atomes d'impuretés en solution solide constituent également des défauts ponctuels :



**Figure I-4 :**Défauts ponctuels [3].

### IV-2- Les défauts linéaires

Ils constituent des sortes de « plis » des plans atomiques dans le cristal, dont l'amplitude, égale à un nombre entier de distances interatomiques, permet de retrouver le cristal parfait à longue distance. On les appelle dislocations. L'amplitude du « pli »,

## Chapitre I : La Solidification Classique

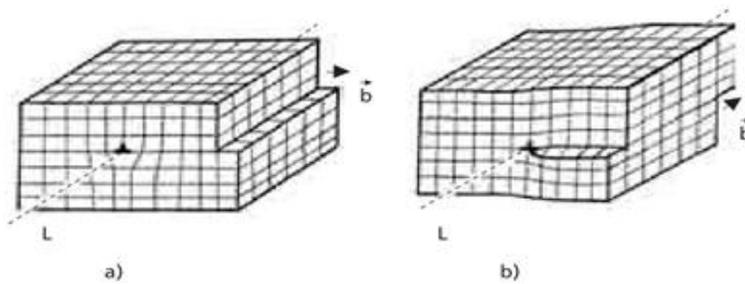
discontinuité de translation qui caractérise le défaut par rapport à un cristal parfait, est caractérisée par le vecteur de Burgers[3].

La Figure I-5 représente schématiquement, dans un cristal cubique simple, deux types de dislocations :

– une dislocation coin, dont la ligne de dislocation L est perpendiculaire au vecteur de Burgers ;

– une dislocation vis, dont la ligne de dislocation L est parallèle au vecteur de Burgers.

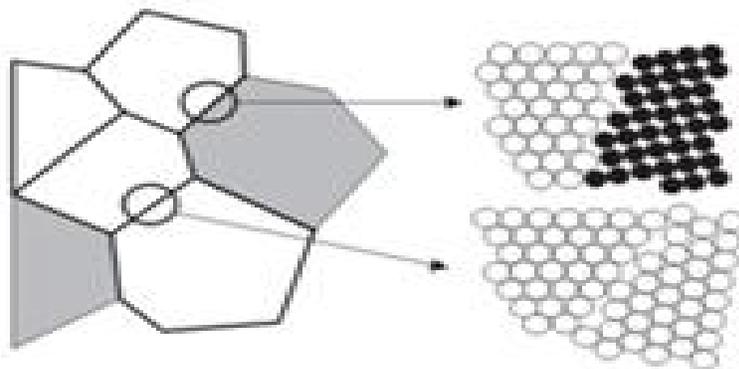
Il peut évidemment exister des dislocations mixtes, dont la ligne fait un angle compris entre 0 et 90° avec le vecteur de Burgers [3].



**Figure I-5:** Ligne de dislocation coin et ligne de dislocation vis [3].

### IV-3- Les défauts surfaciques

Joint de grains, joint de phases. Sauf élaboration particulière, la quasi-totalité des solides cristallins est constituée d'un agglomérat de cristaux, ou grains accolés avec des orientations différentes. Si ces cristaux sont de nature identique, leur surface d'accolement est appelée joint de grains. Si les cristaux sont de nature différente, leur surface d'accolement est appelée joint de phases [3].



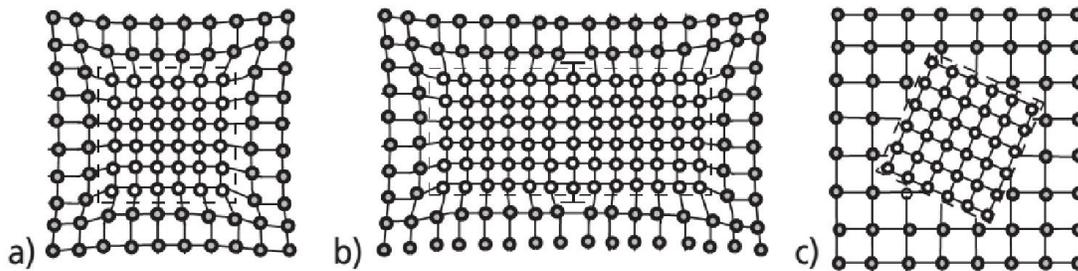
**Figure I-6:** Poly cristal, et schématisation à deux dimensions d'un joint de grains et d'un joint de phases [3].

## IV-4-Les défauts volumiques

Pore : Cavité fermée à l'intérieur d'un cristal ou d'un poly cristal.

Inclusion : Particule d'un solide de nature différente enrobée dans le solide principal ou matrice.

Précipité : Particule solide de petite taille entièrement enrobée à l'intérieur d'un grain qui constitue sa matrice [3].



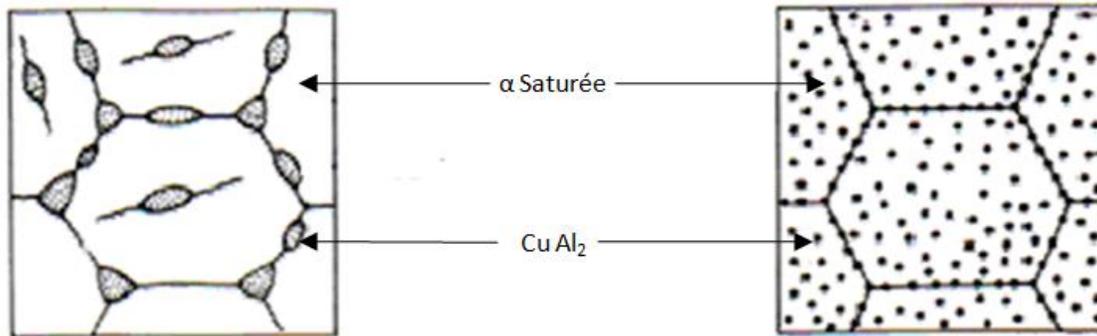
**Figure I-7:** a) Précipité cohérent. b) Précipité semi-cohérent  
c) Précipité incohérent [3].

## V- La précipitation

L'apparition d'une seconde phase dans une solution solide sursaturée par précipitation conduit soit à l'apparition d'une phase stable, généralement à une température assez voisine de la température de mise en solution solide du soluté, soit au dépôt de phases intermédiaires métastables, si la réaction se produit à plus basse température.

Après la formation d'un germe stable, la croissance de la nouvelle phase se fait par adjonction des atomes ou molécules à l'interface qui délimite la phase mère de la phase en formation. Il se produit un flux d'atomes ou de molécules de la phase mère vers la phase en développement. [5].

Dans le cas d'un refroidissement lent, les précipités sont grossiers et très espacés. Dans le cas d'un refroidissement rapide, ils sont fins et très rapprochés (Figure I-8) [6].



**Figure I-8:** Microstructures obtenues dans un alliage Al-4% Cu. a) par refroidissement lent à partir de 550°C. b) par refroidissement rapide à partir de 550°C [6].

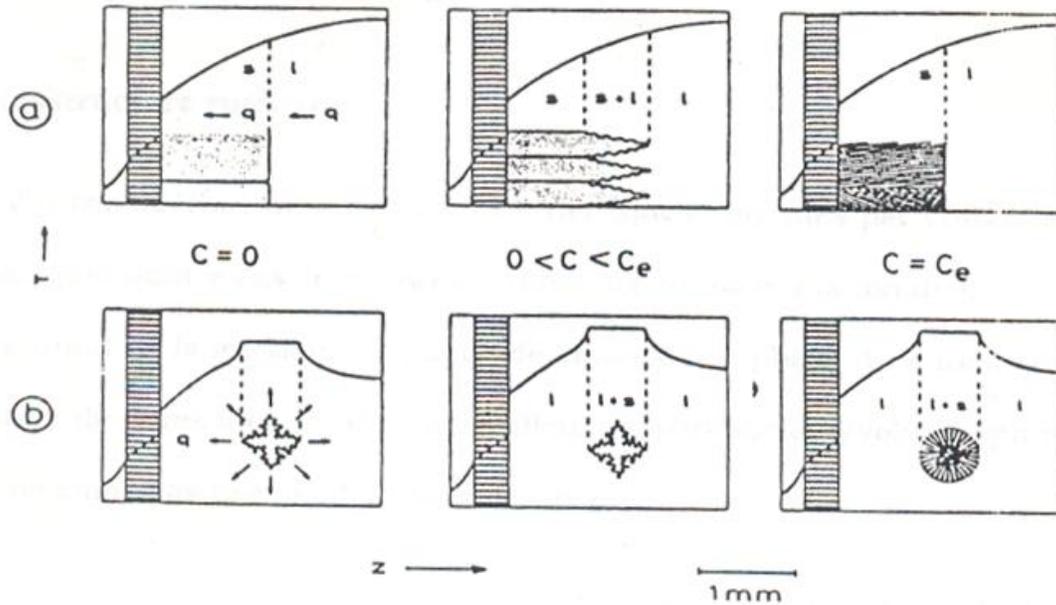
### VI- La microstructure de solidification

La majorité des microstructures formées lors de la solidification peuvent être groupées en deux catégories :

- a- Structures eutectique : caractérisées par la croissance simultanée avec une même interface de deux (ou plusieurs) phases. Cette forme de croissance est appelée croissance couplée.
- b- Structures dendritique : caractérisées par la croissance d'une phase sous forme de saïns avec une interface non isotherme.

Les microstructures eutectique et dendritique peuvent apparaître de deux façons (Figure I-9) microstructure colonnaire et microstructure équiaxe.

Pour ce qui est d'un métal pur, la solidification colonnaire conduit toujours à une surface plane. Si l'on ajoute à ce métal un autre élément, l'interface devient instable et dendrites se forment. Dans le cas de la solidification équiaxe, la formation de dendrites peut être observée aussi bien dans les métaux purs que dans les alliages [7].

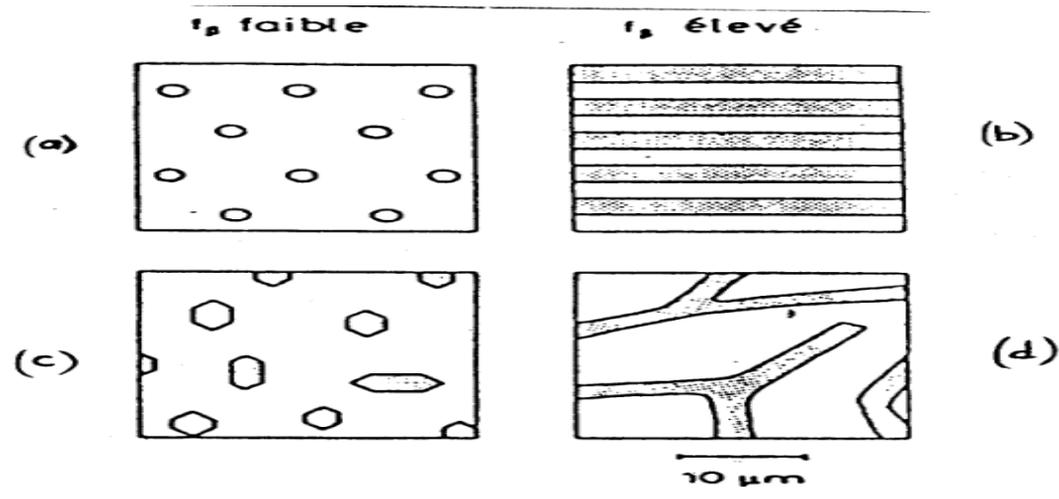


**Figure I-9:** Microstructure colonnaires (a) et équiaxes (b) [7].

## VI-1- La microstructure eutectique :

En considérant uniquement les eutectique obtenues par croissance couplée, on peut distinguer quatre cas de microstructures (Figure I-10). La formation de fibres ou de lamelles dépend surtout de la fraction volumique de la deuxième phase. Une fraction faible favorise la formation de fibres à cause de leur meilleur rapport surface/volume qui réduit l'énergie interraciale emmagasinée pendant la croissance.

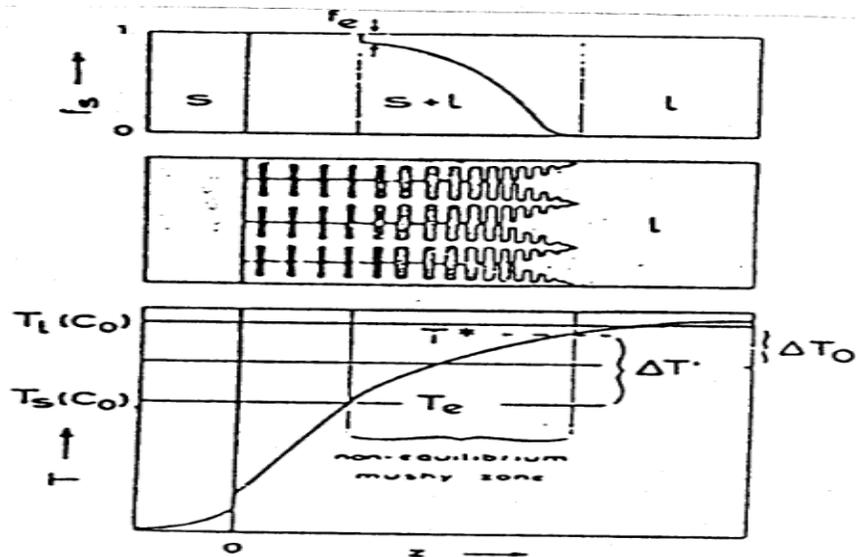
La nature régulière ou irrégulière de l'eutectique dépend de la cinétique d'attachement lors de la solidification représentée par la valeur de l'énergie de l'entropie de fusion de la deuxième phase [7].



**Figure I-10 :** Types de morphologie eutectique binaire [7].

## VI-2- La microstructure dendritique

Les dendrites constituent la morphologie la plus fréquemment rencontrée dans les microstructures de solidification. Même la plus part des alliages eutectique en contiennent. La figure I-11 montre la variation de la fraction solide  $f_s$  et de la température entre la pointe des dendrites et la solidification de dernier liquide inter-dendritique dans la zone colonnaire d'une coulée [7].



**Figure I-11 :** Interface solide-liquide dans la zone colonnaire d'une coulée avec distribution de température [7].

# Chapitre I : La Solidification Classique

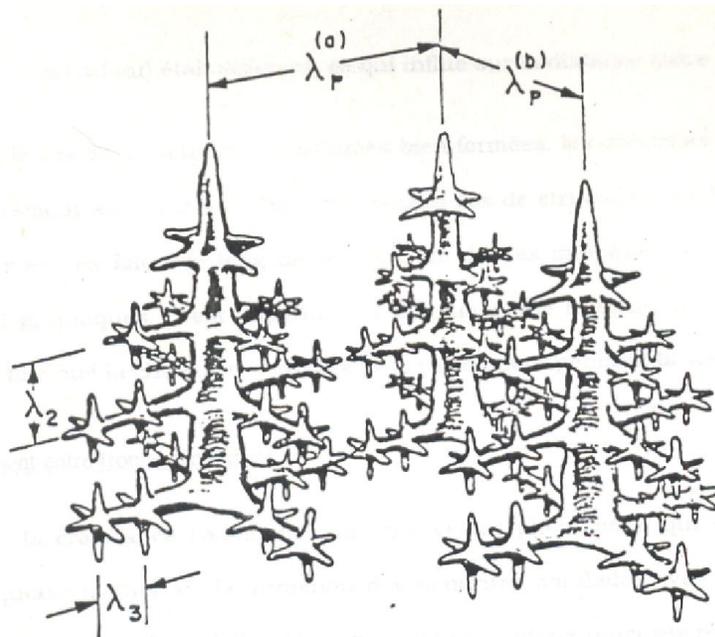
## A- Croissance dendritique

La croissance dendritique se produit quand il existe une surfusion en avant du front de solidification. Une des deux causes suivantes peut être à l'origine de cette surfusion origine thermique ou origine constitutionnelle [7].

## B- Morphologie d'une dendrite :

Une dendrite est un monocristal fortement ramifié dont les branches se développent selon des directions cristallographiques simples. La formation de la dendrite passe par les stades suivants (Figure I-12):

- Il apparait une petite région initiale, la pointe qui se présente sous la forme d'un parabololoïde de révolution.
- Très vite cette pointe devient instable et une perturbation d'espacement initial se développe.
- Les perturbations deviennent des branches secondaires.
- Les branches secondaires deviennent à leurs tours instables, formant des branches tertiaires [7].



**Figure I-12 :** Représentation à 3D de dendrites [7].

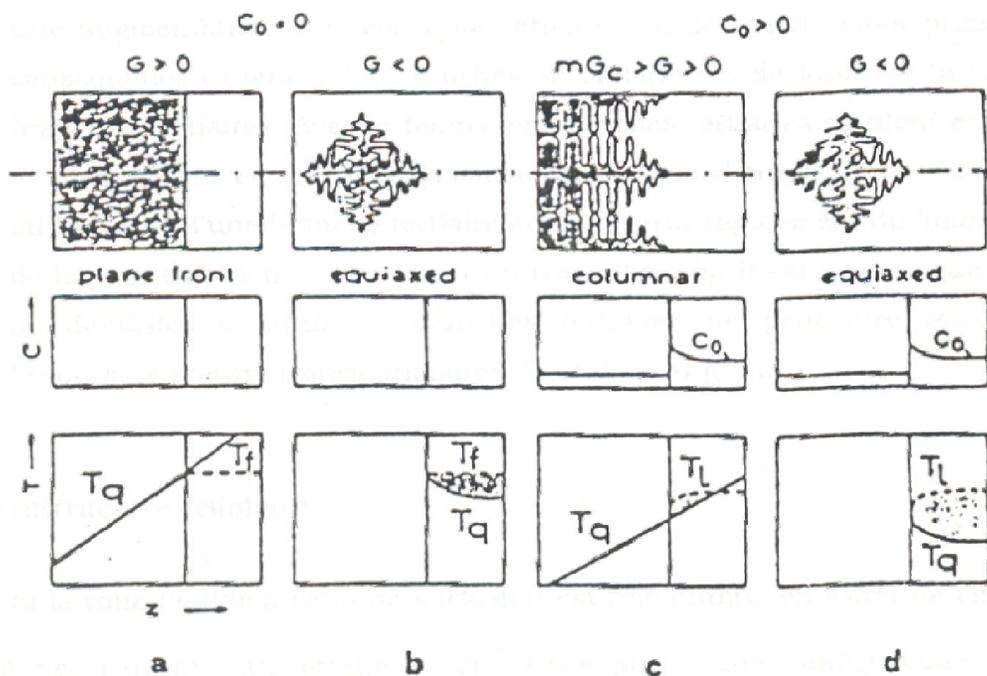
# Chapitre I : La Solidification Classique

## C- Conditions de croissance des dendrites :

Les conditions de croissance des dendrites équiaxes et colonnaires sont différentes [7]:

- Les structures colonnaires nécessitent toujours un gradient de température macroscopique obtenue par un flux de chaleur unidirectionnel (Figure I-13 a.c). Dans le cas d'une substance pure (Figure I-13 a), il n'y a pas de dendrites. Dans le cas d'un alliage, des dendrites se forment à condition que le gradient de température  $G$  soit inférieur au gradient nécessaire pour stabiliser un front plan (surfusion constitutionnelle). Par contre, un alliage eutectique se comporte de façon analogue à un métal pur, avec formation d'un front plan (Figure I-13 c).

- Dans le cas d'une surfusion thermique, la croissance dendritique est du type équiaxe, c'est-à-dire, non orientée. Dans ce cas, il y a formation de dendrites dans des substances pures et alliées. (Figure I-13b.d).



**Figure I-13:** Condition de croissance d'une dendrite colonnaire et équiaxe [7].

### I- Introduction

Le verre a toujours été un élément de développement des techniques. Les verres habituels sont des silicates, à base de silicium et d'oxygène. À la différence des verres d'oxyde classiques constitués de molécules de type  $\text{SiO}_2$ , les verres métalliques principalement constitués d'atomes d'éléments métalliques.

Comme les verres classiques, les verres métalliques ne possèdent pas d'ordre à longue distance ou de structure cristalline. Leur structure possède un ordre chimique mais sans périodicité à longue distance, c'est à dire au-delà de deux ou trois distances interatomiques. Étant métalliques, ils ne sont pas transparents à la lumière. Si certaines propriétés des verres métalliques ne ressemblent pas beaucoup à celles des verres d'oxyde, elles sont néanmoins très différentes des métaux cristallins. En général, quand un liquide est refroidi, atomes et molécules s'organisent en occupant des positions déterminées dans une maille, ce qui donne lieu à la formation de cristaux. Par contre, lors de la vitrification, les atomes du liquide restent dans un état désordonné avec un ordre chimique et topologique à courte distance.

La formation d'un verre métallique consiste à refroidir le métal fondu à une vitesse suffisamment rapide pour éviter toute cristallisation [8].

### II- La Transition vitreuse

Les cinétiques de germination et de croissance dépendent de la vitesse de diffusion des atomes dans le liquide et finalement, de la vitesse à laquelle les atomes arrivent à l'interface cristal-liquide ; ces vitesses dépendent de la température. À l'équilibre thermodynamique, la solidification a lieu à la température de fusion  $T_f$ . Si on augmente suffisamment la vitesse de refroidissement, la cristallisation ne se produit pas et le liquide reste en surfusion pour les températures inférieure à  $T_f$ .

Or dans un liquide, au-dessous d'une certaine température, les vitesses de diffusion des atomes décroissent de façon exponentielle avec la température. Au-dessous de cette température appelée température de transition vitreuse, la configuration des atomes est donc gelée et toute réorganisations n'est que locale ; cette température est comprise entre un tiers et deux tiers de la température de fusion de l'alliage [1].

#### II-1- Origine des microstructures des alliages SR

Le principe de la solidification rapide est basé sur la chaleur transférée par conduction dans les alliages fondus, qui est gouvernée par l'équation de Fourier du transfert d'une quantité de la chaleur transféré l'unité de surface (A) par l'unité de temps proportionnellement au gradient de la température  $\partial T/\partial x$ .

## Chapitre II: La Solidification Rapide

$$Q = -\lambda A \frac{\partial T}{\partial x} \dots \dots \dots (5)$$

Où  $Q$  (W) est le taux du transfert de la chaleur à travers la section  $A$ ,  $\lambda$  (W/m°C) est la conductivité thermique de la matière,  $A$  (m<sup>2</sup>) la section à laquelle la chaleur est transférée,  $T$ (°C) la température et  $x$  (m) est la distance normal à la section  $A$ . Généralement, les alliages peuvent être supposés pour être isotropiques. Par conséquent, pendant la solidification, l'équation de la conduction de la chaleur à trois dimensions des alliages fondus est donnée par :

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \dots \dots \dots (6)$$

Où  $\alpha$  (m<sup>2</sup>/s) est appelé le diffusivité thermique de la matière [9].

Les structures ainsi formées dépendent du système de refroidissement particulier. La pulvérisation des poudres, melt-spinning et chauffage de laser sont les méthodes les plus populaires.

Un certain taux de refroidissement (vitesse de solidification)  $dT/dt$  limite le nombre de sauts atomiques. Le taux de refroidissement dépend de la différence de la température qui diminue avec le temps [28] :  $dT/dt = k (T-T_0)$  et sur la position  $x$  à l'intérieur du matériau :

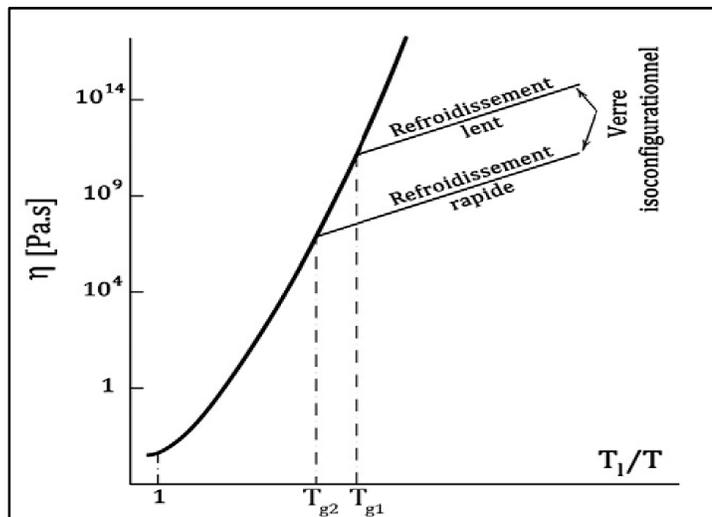
$$dq/dt = \lambda dT/dx \dots \dots \dots (7)$$

La gamme entre la solidification rapide (SR) et la solidification ordinaire dans un corps comprend beaucoup d'ordres de grandeur :  $10^8 \text{K/s} > dT/dt > 10^{-8} \text{K/s}$ .

Pour l'analyse de la relaxation, réactions de décomposition et de cristallisation, il est plus commode d'employer le traitement thermique isotherme, pendant une période à  $T = \text{const}$ . Le nombre moyen de sauts atomiques qui ont lieu pendant cette période est commandé par le coefficient de diffusion  $D = D_0 \exp -Q/RT$  [1].

### II-2- Aspect cinétique de la vitrification

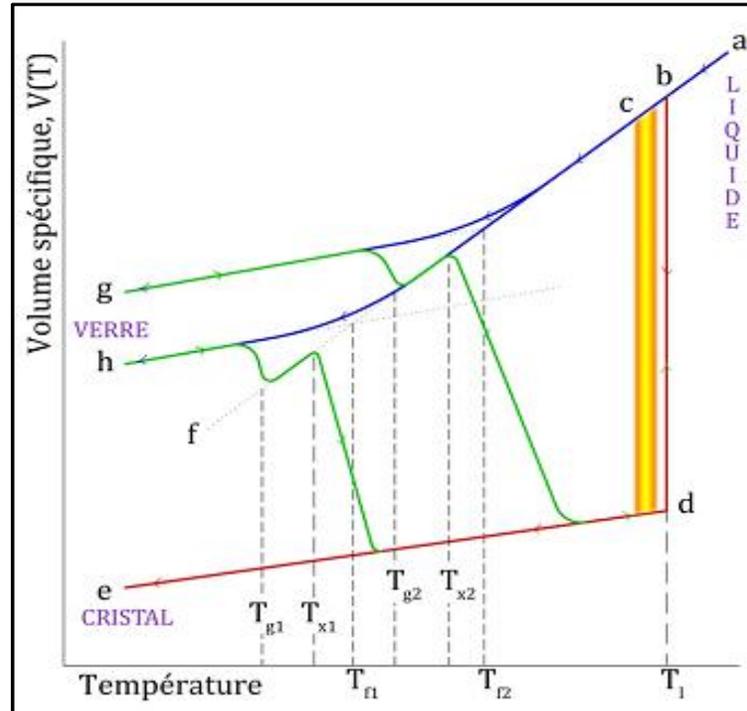
Expérimentalement, le paramètre clef de la formation du verre métallique est la viscosité  $\eta$  ou son inverse, la mobilité atomique. Comme le montre le schéma de la figure II-1, à l'état liquide, la viscosité d'un métal a des valeurs inférieures à l'unité. Lorsque l'alliage fondu est trempé pour éviter la cristallisation, la viscosité augmente rapidement en dessous de  $T_l$ . À des températures près de  $T_g$ , la configuration atomique devient gelée à cause de la haute viscosité qui empêche le réarrangement structural [8].



**Figure II-1 :** La viscosité en fonction de la température réduite lors de la solidification

### II-3- Caractéristiques de l'état vitreux

Considérons le volume spécifique d'un alliage surfondu à l'état liquide. Son état est donné par le point "a" sur le diagramme  $V(T)$  de la figure II-2. Au cours du refroidissement, le volume diminue progressivement le long du segment "a-b-c" suivant le coefficient de dilatation / contraction thermique de l'état liquide où le point "b" correspond à  $T_l$ , température du liquidus. À cette température, une quantité de cristaux est thermodynamiquement en équilibre avec le liquide. Pour une vitesse de refroidissement élevée et une bonne aptitude à l'amorphisation, la cristallisation par la germination homogène se produit si (i) il y a un grand nombre de germes présents dans la masse, combiné avec (ii) une vitesse de croissance cristalline suffisamment grande. Un rétrécissement du volume accompagne généralement la transformation du premier ordre qui est la cristallisation, et les cristaux formés continuent ensuite de refroidir le long de la ligne de contraction du cristal jusqu'au point "e". Si la cristallisation n'a pas eu lieu en dessous de  $T_l$ , principalement à cause d'une vitesse de refroidissement élevée, le liquide se trouve dans l'état hors équilibre dit "sous-refroidi" le long du segment "b-c-f" qui est l'extrapolation de la ligne "a-b-c" et aucune discontinuité dans le diagramme  $V-T$  n'est observée. Avec le refroidissement, les atomes deviennent de moins en moins mobiles et la viscosité du système augmente rapidement. À une température suffisamment basse, les amas d'atomes ne peuvent plus se réarranger assez rapidement pour atteindre le volume spécifique  $V_l(T)$  fixé par le coefficient de dilatation/contraction thermique du liquide surfondu. Alors la ligne  $V(T)$  fait un départ lisse de "b-c-f" et suit une ligne quasi droite (approximativement parallèle à la droite "d-e") jusqu'au point "g" pour un refroidissement rapide, ou jusqu'à "h" pour un refroidissement relativement lent. La matière dans la partie quasi droite de la ligne  $V_v(T)$  correspond à l'état vitreux. La région entre le début de déviation de la courbe du volume spécifique  $V_l(T)$  du liquide sous-refroidi et l'achèvement à l'état solide vitreux  $V_v(T)$  est celle de la « région de transition vitreuse » [8].



**Figure II-2 :** Diagramme Volume spécifique - Température de solidification du métal liquide.

### II-4- Aptitude à l'amorphisation (Glass Forming Ability GFA)

Lors de la cristallisation des liquides amorphisables en observent une variation de volume quasi-nulle, Yavari a démontré l'importance de la grande compacité de l'alliage liquide pour les cinétiques de l'amorphisation : un petit changement de volume lors de la solidification est une propriété générale des alliages ayant une bonne GFA [8].

Par ailleurs, Desré a évalué l'influence du nombre de constituants sur la cristallisation en calculant la probabilité d'existence de fluctuations de composition nécessaires pour la germination. La probabilité pour que ces fluctuations se produisent est réduite d'un facteur 10 avec l'ajout d'un nouveau constituant[10].

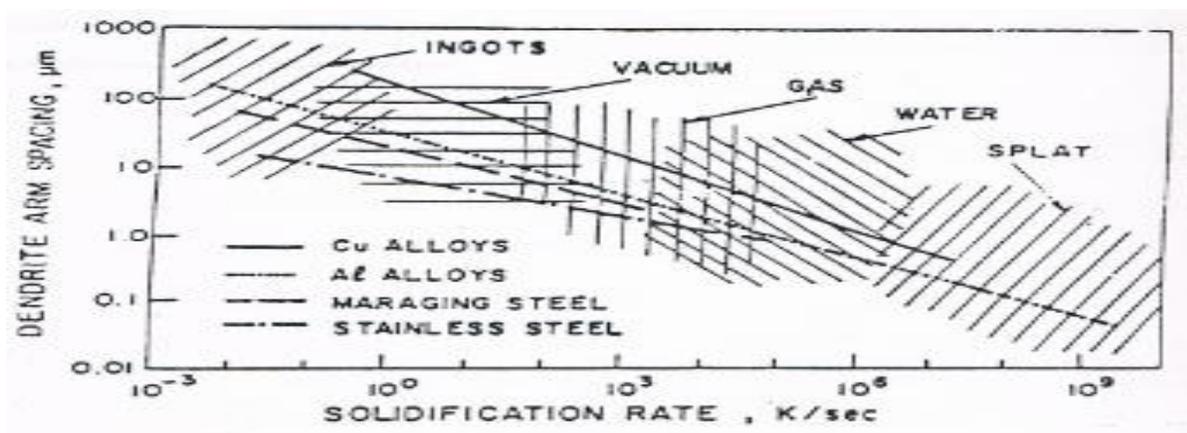
Aussi, Inoue a proposé trois critères pour la formation d'un verre métallique [11]:

- I. L'alliage polyconstitué doit être composé d'au moins trois éléments.
- II. Les principaux éléments doivent avoir une différence de taille atomique au-delà de 12%.
- III. Les principaux éléments doivent avoir une enthalpie de mélange négative.

Ces critères, Bien qu'ils soient empiriques et basés sur un grand nombre de données expérimentales, peuvent être associés à différents aspects théoriques. Thermodynamiquement, pour avoir une meilleure GFA, il faut que la transformation liquide-cristal possède une énergie libre motrice faiblement négative. Le deuxième principe de la thermodynamique formule cette énergie par  $\Delta G(T) = \Delta H(T) - T \Delta S(T)$ , ce qui nécessite une enthalpie de fusion  $\Delta H$  faible et une entropie de fusion  $\Delta S$  élevée [8].

### II-5- Affinement de la structure dendritique et granulaire :

Plus la vitesse de solidification est importante, plus les dimensions des dendrites sont petites et plus la structure est fine. La figure II-3 nous donne une idée des distances inter dendritique en fonction de la vitesse de solidification pour différents alliages et formes d'acier.



**Figure II-3 :** distance entre bras dendritique en fonction de la vitesse de solidification

### III- Effet du traitement thermique sur les alliages SR

Au cours du traitement thermique des alliages élaborés à partir du système Al-Ni-Sm, la nano-cristallisation a été suivie: des particules pures en aluminium sont uniformément réparties dans la matrice amorphe mère. Les atomes de soluté (Sm et Ni), totalement rejetés vers la matrice amorphe, jouent un rôle significatif sur le mécanisme de croissance des nano-cristaux et sur la stabilité finale des alliages nano-structurés ainsi obtenus [12].

L'importante observation est l'augmentation très sensible des propriétés mécaniques, et en particulier des propriétés tribologiques, lors des traitements thermiques des alliages amorphes à base d'aluminium. En fait, il existe une parfaite corrélation entre l'augmentation de la micro-dureté et de la résistance à la corrosion avec le pourcentage en volume de nano-phases cristallisées [13].

Une dureté deux fois supérieures aux meilleurs alliages à base d'aluminium, actuellement disponibles sur le marché, est mesurée pour les rubans complètement amorphes et une valeur presque triple peut-être obtenue avec des taux de nano-cristallisation élevés (environ 30% en volume). De la même manière, la résistance à la corrosion augmente de façon significative atteignant environ deux fois la valeur obtenue sur la structure amorphe initiale [1].

Par solidification rapide, il est alors possible d'obtenir des verres métalliques et des alliages nano-structurés par traitements thermiques de dévitrification qui présentent des propriétés de dureté et de résistance à la corrosion exceptionnelle [1].

### IV-Techniques d'élaboration des alliages métalliques SR

#### IV-1- Elaboration par la méthode "Liqui-Sol"

##### A- Méthode du Melt-Spinning

C'est la méthode de l'hypertrempe la plus utilisée dans les laboratoires du fait de sa simplicité de mise en œuvre. Le jet liquide est projeté, à basse pression contre la surface externe d'un tambour en cuivre tournant avec une vitesse bien connue soit avec une seule roue (Figure II-4 a), ou avec double roue (Figure II-4 b)[14], mais ce procédé possède un inconvénient, à l'impact du jet il se forme une petite boule de liquide ou flaque (puddle) en équilibre sur le substrat mobile, qui est responsable de nombreuse instabilité rendant impossible l'obtention de rubans larges et uniformes.

Les paramètres expérimentaux agissant sur la morphologie du ruban et sur la vitesse de trempe sont bien connus. L'épaisseur du ruban augmente avec la pression d'éjection et diminue avec la vitesse de substrat. La largeur dépend du flux de liquide introduit, c'est-à-dire de la

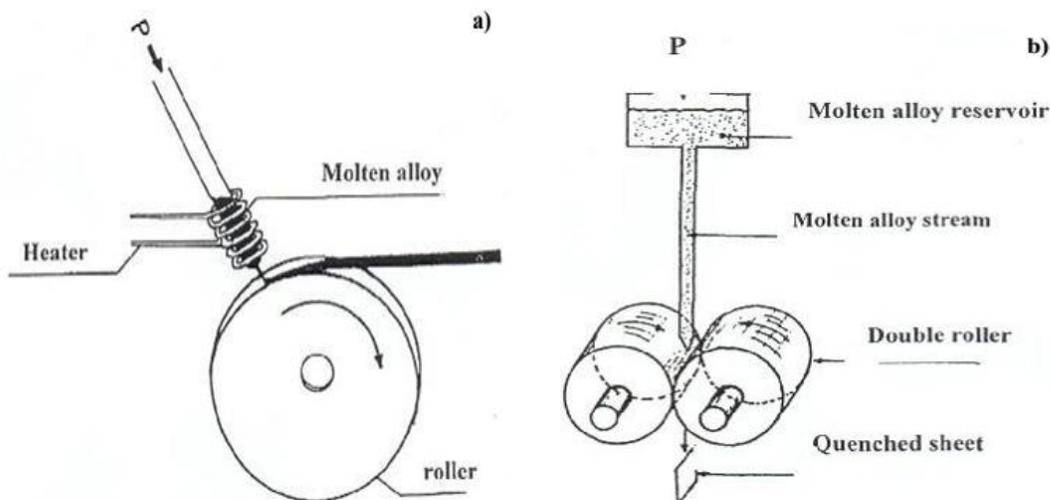
## Chapitre II: La Solidification Rapide

pression et du diamètre de la buse. L'inclinaison du jet sur la surface agit sur la morphologie du ruban et sur la vitesse de trempe.

L'équipement et technique de la méthode « melt-spinnig », présente la sélection de la roue et du creuset, en général le matériau de creuset est basé sur la compatibilité chimique avec l'alliage fondu, sa résistance à la température, sa résistance au choc thermique, basse conductivité thermique, le matériau de la roue doit avoir une bonne conductivité thermique. Ainsi que les méthodes de chauffage, de mesure de la température, nature de gaz d'éjection et atmosphère de la chambre.

En général la roue est en cuivre, mais en acier dans le cas des alliages à base de fer. La largeur de la roue varie entre 7 à 10mm et de diamètre entre 150 et 250 mm. La vitesse linéaire moyenne de la roue entre 16 et 36 m/s, et pour certains cas pour former l'état amorphe la vitesse atteint 50 m/s.

Le gaz d'éjection en général est l'argon et dans quelques expériences l'éjection se fait par gaz He, avec une pression variant entre 0.3 et 2 bar. Le creuset en quartz avec un diamètre de la buse de 0.5 à 1.5 mm, et une distance buse-roue entre 0.15 à 5 mm.



**Figure II-4:** Méthode de melt-spinning a) avec une roue b) avec deux roue [1].

### B- Méthode du SplatCooling

Le principe consiste à écraser une goutte liquide entre deux plaques métalliques en cuivre ou à projeter celle-ci à grande vitesse sur une plaque métallique. On bénéficie ainsi d'un bon contact thermique pour les échanges de chaleur qui sont aussi favorisés par une valeur très grande du rapport surface-volume. Ce faisant, on évite le phénomène de caléfaction, c'est-à-dire la constitution d'une gaine gazeuse isolante thermiquement qui se produit lorsque la trempe consiste à plonger un solide chaud dans un bain liquide de refroidissement [1].

On peut écraser suivant différents modes:

## Chapitre II: La Solidification Rapide

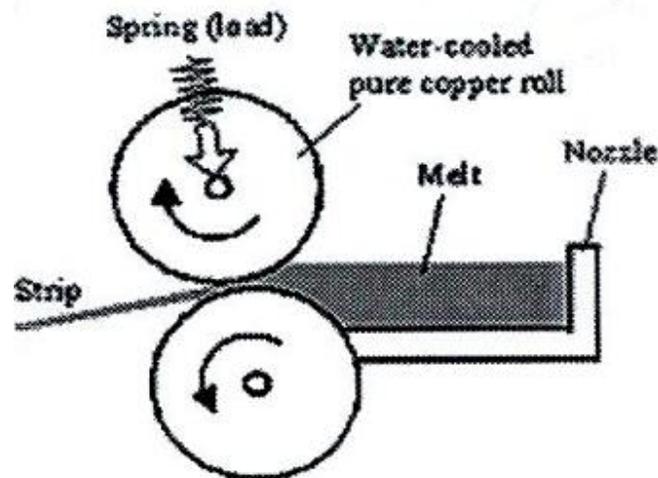
---

- soit projeter la goutte sur un substrat très conducteur ou à l'intérieur d'un cylindre venant à la rencontre du jet,
- soit écraser la goutte entre un marteau et une enclume.

Les ordres de grandeurs des vitesses vont de  $10^5$  à  $10^8$  k/s. L'échantillon produit à une surface de l'ordre de centimètre carré et une épaisseur de quelques dizaines de micromètres [1].

### C- Méthode du Melt-drag

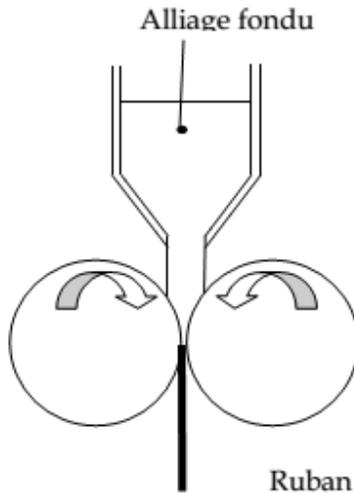
Dans cette méthode, les roulements doivent tirer le métal contre le travail de la gravité à la présence de la force de rotation. Les deux roues ayant même diamètre, les roulements ont été orientés tels que leur point de contact se trouve au-dessous de la piscine, et le jet liquide s'échappe à la paroi latérale du réservoir et forme le ruban au contact du tambour (Figure II-5) [15].



**Figure II-5:** Schéma représentatif de la technique de melt-drag [1].

### D- Méthodes de laminoirs (doubles rouleaux)

Une veine de métal liquide est dirigée entre deux cylindres d'un laminoir. L'écart entre les rouleaux doit être faible ( $\sim 0.1$ mm), et le débit de liquide bien contrôlé. Par certains aspects cette technique est intéressante puisque le refroidissement est symétrique (Figure II-6). Cependant le ruban quitte rapidement les rouleaux et reste longtemps à haute température ce qui favorise les conditions de solidification. L'avantage de cette méthode par rapport aux autres méthodes est qu'elle présente une uniformité dans l'épaisseur [1].



**Figure II-6 :** Solidification rapide des rubans entre cylindres de laminoir [1].

### **E-Méthode à effet centrifuge**

La centrifugation, encore appelée coulée sous-pression centrifuge est une technique de coulée basée sur les propriétés physiques de la force centrifuge. En faisant effectuer au moule en sable ou à l'intérieur d'un cylindre métallique tournant à grande vitesse avec une rotation autour d'un axe vertical ou horizontal, le métal acquiert les propriétés physiques supplémentaires suivantes par rapport à la coulée gravité classique [1]:

- Grande homogénéité du métal dans l'ensemble de la pièce,
- Possibilité d'homogénéiser deux alliages métalliques de manière à ce que la pièce possède les propriétés physiques des deux alliages à la fois.

### **F- Méthode du melt- extraction**

Un disque vient toucher la surface du bain liquide et entraîne le ruban. Cette méthode est utilisée pour la production des fils métalliques amorphes.

Par cette technique, il est possible de préciser les conditions d'extraction, et la morphologie, la stabilité thermique et la résistance mécanique, ainsi que les propriétés mécaniques des alliages sous forme de fils métalliques. Le fil obtenu est de diamètre variant entre 20 et 100  $\mu\text{m}$  et de longueur autour de 10 m [1].

### **G- Méthode de flot planaire**

Ce procédé est à l'origine d'un développement industriel de la trempe rapide. Le principe de la méthode est issu de celui de melt-spinning avec pour différence essentielle que l'orifice

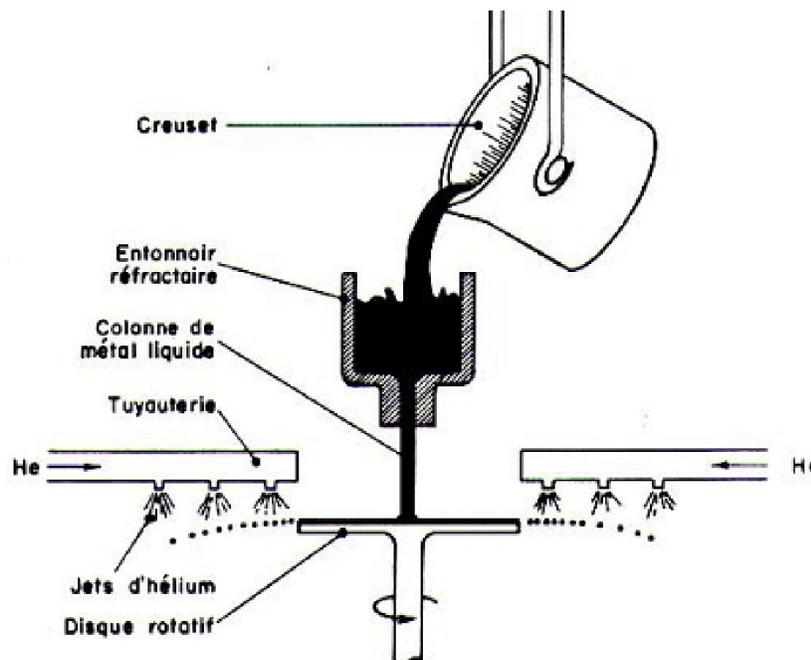
## Chapitre II: La Solidification Rapide

cylindrique à l'extrémité de la buse est remplacé par une fente de quelques dixièmes de millimètres de largeur mais dont la longueur peut atteindre plusieurs centimètres, et l'écoulement de jet liquide est planaire sur le tambour rotatif. La buse placée à une distance du tambour inférieur à 1mm, la flaque liquide est alors bloquée entre le substrat et le nez de la buse ce qui élimine les instabilités que l'on observe en melt-spinning et assurant ainsi largeur et uniformité aux rubans [1].

### H- Solidification rapide de poudre métallique (atomisation centrifuge)

Plusieurs techniques de production des alliages solidifiés rapidement sont sous forme de poudre métallique (atomisation par gaz inerte, centrifuge, spinning électrode).

La méthode d'atomisation utilisée pour préparer les alliages à base d'Al solidifiés rapidement, dont le liquide tombe sur un disque rotatoire à grande vitesse (450-500 tr/s), avec une pression normale de gaz d'hélium, sont consolidés par extrusion (Figure II-7). Ce procédé permet de produire des poudres microcristallines à faible ségrégation à des taux de refroidissement de l'ordre de  $10^5$ °K/s [16].



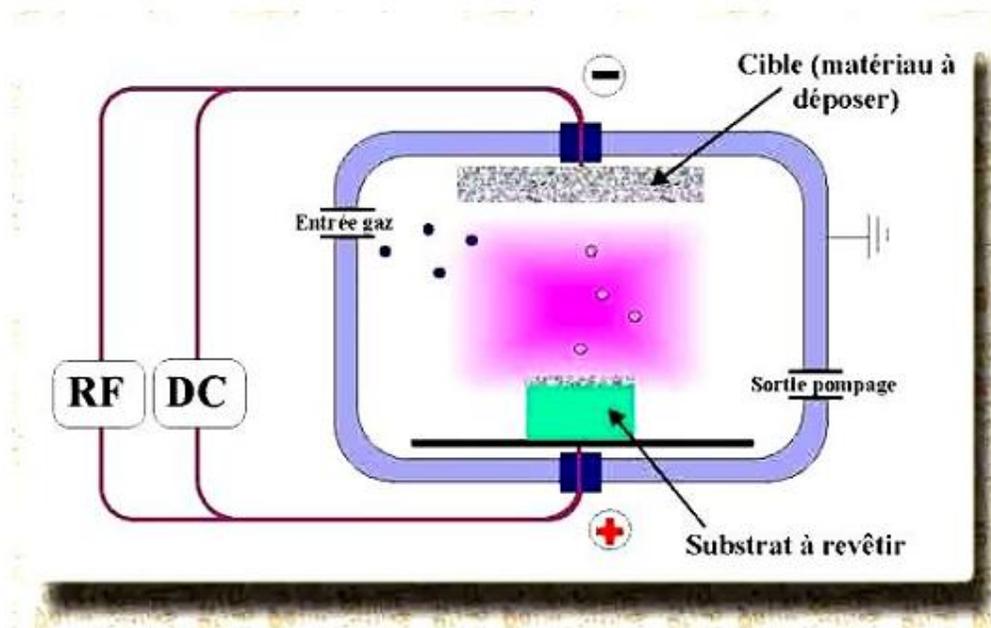
**Figure III-7:** Représentation schématique de la méthode de l'atomisation par l'effet centrifuge [16].

### IV-2- Elaboration par les méthodes de condensation de vapeur « Vapo-Sol »

Le principe est de déposer une couche amorphe par pulvérisation, par évaporation cathodique ou par décomposition de gaz [17].

### A- Pulvérisation cathodique

L'enceinte de pulvérisation est maintenue sous vide grâce à un système de pompage. Un gaz neutre (argon) est introduit dans la chambre et ionisé ( $\text{Ar}^+$ ) par application d'une tension de 1 à 5 KV entre deux électrodes. En général le principe de la pulvérisation cathodique est comme suit: Les ions ainsi formés accélérés à partir d'un plasma gazeux vont alors bombarder la cible chargée négativement. La cathode (cible) attire les ions positifs ce qui provoque la pulvérisation des atomes, ces atomes sont arrachés de la cible et se déposent sur l'anode qui couramment utilisée comme substrat reçoit le dépôt, et qui est refroidie par circulation d'eau. Cette méthode (Figure II-8) de déposition permet de déposer presque tous les types de matériaux, simples ou composés, réfractaires ou non, conducteurs ou pas [1].



**Figure II-8:** Illustration de la méthode de la pulvérisation cathodique [1].

### B- Elaboration par évaporation

Pour obtenir des dépôts amorphes il faut éviter la diffusion superficielle des atomes. Dans ce but les vapeurs métalliques sont recueillies sur un substrat froid, généralement à la température de l'azote liquide. Le dispositif est maintenu sous ultravide, comprend plusieurs évaporateurs où le métal est chauffé par bombardement électronique et une surface refroidie où se fait le dépôt. Leurs propriétés sont souvent différentes de celles des matériaux obtenus par trempe rapide, ces variations sont attribuées à des impuretés [1].

### C- Décomposition de gaz

Deux procédés sont utilisés en ce moment :

-La décharge dans un gaz.

-La décomposition par voie chimique.

La décharge dans un gaz utilise un plasma sans cible. La tension entre électrodes est une tension radiofréquence et on peut au besoin ajouter un gaz réactif au gaz à décomposer. Par ce procédé des métaux amorphes ont été fabriqués tels que le Nickel et le Fer à partir de Fer-carbonyle et Nickel-carbonyle ou encore le silicium-hydrogène.

La décomposition par voie chimique regroupe un ensemble de réactions en phase gazeuse allant de la simple décomposition thermique à des processus faisant intervenir des réactions chimiques complexes au niveau de substrat entre l'élément à déposer et un gaz vecteur. Ces réactions sont effectuées dans une enceinte en verre où circulent les produits gazeux. Par cette méthode on a pu produire des matériaux amorphes tels que:  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Si,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ainsi que des verres pour passivation électronique [1].

### IV-3- Elaboration par la méthode « Dépôt en phase liquide »

Par ce procédé les premiers alliages métalliques amorphes ont été fabriqués industriellement. Le processus peut se faire par électrolyse ou par réaction chimique. Le bain est constitué d'un mélange complexe contenant un sel de l'élément recherché, un composé réducteur intervenant dans l'équilibre et des produits tampons pour ajuster le PH. Les alliages amorphes obtenus par électrolyse sont assez peu nombreux, essentiellement NiP, CoP, FeP, ils sont préparés sous forme de films fins [1].

### V-Propriétés et applications des verres métalliques

#### V-1-Propriétés chimiques

La particularité de l'homogénéité chimique et de l'absence des joints de grains dans les alliages métalliques amorphes dote ces alliages d'une résistance élevée à la corrosion. Cette qualité rajoutée à une haute dureté constitue une combinaison de propriétés très intéressantes dans un métal avec des applications potentielles des verres métalliques dans le domaine biomédical [8].

### V-2-Propriétés électriques

La résistivité des matériaux amorphes est plus élevée que celle des matériaux cristallins et plus proche de celle des métaux liquide. À la température ambiante, les valeurs sont généralement de l'ordre de 100-300  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  (10  $\mu\Omega\cdot\text{cm}$  pour le fer pur). Cela est attribué à la diffusion des électrons de conduction par les atomes dans la structure désordonnée. L'exploitation de la résistivité importante des verres métalliques permet son assemblage par effet Joule sans cristallisation [18]. Ce procédé est prometteur au niveau industriel en permettant la réalisation de formes complexes.

### V-3-Propriétés magnétiques

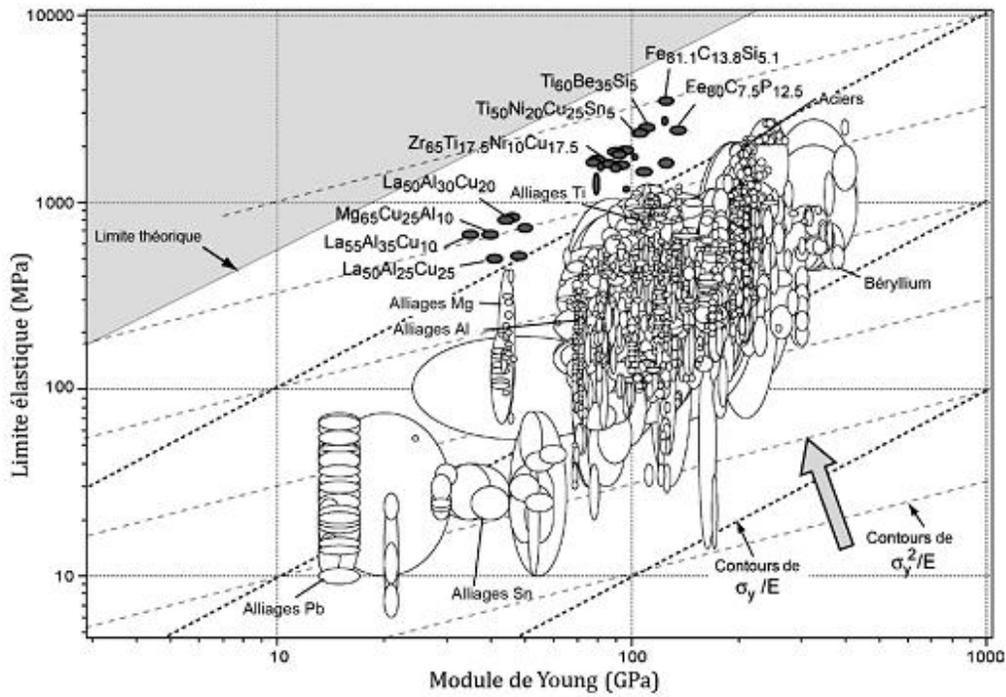
En l'absence de joints de grains et de précipités et avec une anisotropie magnétique très réduite (des perméabilités élevées), ces matériaux soumis à des champs magnétiques alternatifs produisent des pertes faibles et sont utilisés comme circuits magnétiques dans de nombreuses applications [89]. Ce ferromagnétisme doux fait que ces verres métalliques sont également très utilisés comme capteurs ultrasensibles.

### V-4-Propriétés mécaniques

Il est maintenant établi que les verres métalliques possèdent une combinaison unique de très haute résistance mécanique et de dureté élevée due à une forte élasticité de l'ordre de 2%.

La disponibilité des données sur les propriétés mécaniques des verres métalliques a permis à Ashby et Greer [20] de les inclure dans la construction des cartes de sélection couvrant plus de 1500 types de matériaux, et de comparer quantitativement leurs propriétés basées sur différents indices de performance d'Ashby. Ils montrent que les verres métalliques occupent des positions bien distinctes comme on le voit sur la figure II-9. Nous pouvons retenir de cette carte que les verres métalliques sont les matériaux qui se rapprochent le plus de leurs limites de la résistance théorique ( $\mu/30$  où  $\mu$  est le module de cisaillement [21]).

## Chapitre II: La Solidification Rapide



**Figure II-9:** La limite élastique en fonction du module de Young pour différents types de matériaux [20].

## I- Introduction :

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant juste après le silicium et l'oxygène. Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20<sup>ème</sup> siècle. C'est le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [22].

## II- Propriétés principales de l'aluminium :

L'aluminium est un métal de couleur blanche lustre métallique, classé dans le tableau de Mendeleïev dans le groupe IIIA, période 3, bloc P. Son symbole chimique est Al [23].

### II-1- Propriétés atomiques :

L'aluminium cristallise dans une structure cubique à faces centrées ( $a = 4.05 \text{ \AA}$ ). C'est un métal léger de masse atomique  $M = 26,98$ , son rayon de covalence et de Van Der Waals sont respectivement  $1,21 \text{ \AA}$  et  $205 \text{ pm}$ . Le principal isotope est Al(27) stable comprenant 14 neutrons et 13 protons [23].

### II-2- Propriétés physiques :

Le matériau est solide dans son état ordinaire, de masse volumique  $\rho = 2,6989 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  son point de fusion  $T_f = 660,323 \text{ }^\circ\text{C}$  possédant une énergie de  $10,79 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ , et un point d'ébullition  $T = 2\ 519 \text{ }^\circ\text{C}$ . Il est un excellent conducteur de chaleur et d'électricité, sa conductivité électrique  $\sigma = 37,7 \times 10^6 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$  et sa conductivité thermique  $\lambda = 237 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$  [24].

- Un coefficient de dilatation:

\*  $\alpha = 23.8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour l'intervalle de température de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ,

\*  $\alpha = 25.4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour l'intervalle de température de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $300 \text{ }^\circ\text{C}$ ,

\*  $\alpha = 28.7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  pour l'intervalle de température de  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  à  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  [25].

### II-3- Propriétés mécaniques :

L'aluminium pur est très déformable à chaud et à froid, il est donc très ductile. Il a une limite élastique  $R_e = 30 \text{ à } 40 \text{ MPa}$  (qui passe à  $150$  à l'état écroui), une charge de rupture  $R_m = 70 \text{ à } 100 \text{ MPa}$  ( $200$  à l'état écroui), un allongement  $A = 10 \text{ à } 60 \%$  à l'état recuit (env.  $5\%$  à l'état écroui) avec une dureté  $HB = 15 \text{ à } 25$  [26].

### II-4- Propriétés chimiques :

La position de l'aluminium dans la série des potentiels électrochimiques le rend très réactif ( $E^\circ \text{Al}/\text{Al}^{3+} = -1,66 \text{ V/ENH}$ ), ce qui pourrait faire craindre une grande corrodabilité. Cette grande réactivité implique une très forte affinité pour l'oxygène, ce qui fait que l'aluminium se recouvre d'une pellicule très dure et adhérente d'oxyde  $\text{Al}_2\text{O}_3$  qui stoppe la réaction d'oxydation en profondeur et permet à l'aluminium de s'auto-protéger en se passivant [27].

### III- Alliages d'aluminium :

- Nous examinerons successivement [28]:

\* Les alliages de corroyage : la mise en forme du métal s'effectue, dans ce cas, par laminage, filage et forgeage.

\* Les alliages de fonderie : la mise en forme du métal s'effectue par le moulage.

#### III-1- Alliages de corroyage :

##### \* Alliages aluminium-cuivre :

- Le cuivre améliore les caractéristiques mécaniques, l'usinabilité, la forgeabilité et la résistance au fluage, mais il réduit la soudabilité et la résistance à la corrosion.

- Exemple :Alliage 2618A.

##### \* Alliages aluminium-manganèse :

- Le manganèse allié à l'Al permet d'obtenir une bonne résistance à la corrosion et une bonne aptitude à l'emboutissage.

- Exemple :Alliage 3003.

##### \* Alliages aluminium-magnésium :

- Très bonne résistance à la corrosion, bonne soudabilité et bonne usinabilité, aptitude à l'anodisation.

- Exemple: Alliage 5005.

##### \* Alliages aluminium-magnésium-silicium (AGS) :

- Ce sont les alliages de filage par excellence, pour tous les types de profilés d'usage courant avec ou sans anodisation.

Exemple : Alliage 6060.

##### \* Alliages aluminium-zinc :

- Ces alliages ont les meilleures caractéristiques mécaniques et sont très employés dans l'aéronautique. Ils doivent être protégés contre la corrosion.

- Exemple :Alliage 7075.

### **\* Divers :**

- L'étain est utilisé dans les alliages pour coussinets (propriétés de frottement) sous forme d'un alliage aluminium-étain à 6 % par exemple.
- Le nickel améliore la résistance au fluage.
- Le chrome est, dans certains cas, un complément du manganèse pour réduire le risque de formation de criques.

### **III-2- Alliages de fonderie :**

- Les alliages de fonderie sont, pour la plupart, des alliages Al-Si ou Al-Si-Cu [28].

#### - Exemples :

Alliages Al-Si : AlSi7Mg ; AlSi10Mg ; AlSi13.

Alliages Al-Si-Cu : AlSi12CuNi ; AlSi18CuNi ; AlSi5Cu3 ; AlSi8Cu3 ; AlSi9Cu3  
AlSi12Cu2 ; AlSi12Cu.

Autres alliages : AlMg3Ti ; AlMg6 ; AlMg10Si ; AlCu5MgTi ; AlZn5Mg.

## **IV- Influence des éléments d'addition**

### **VI-1- Silicium « Si »**

- Diminue de manière significative la contraction volumétrique à la solidification.
- Diminue le retrait à l'état solide et le coefficient de dilatation.
- Augmente la dureté et la résistance à l'usure (tribologie).
- Améliore la coulabilité de l'aluminium " chaleur latente (enthalpie) de fusion".
- Forme avec l'aluminium un mélange eutectique (12,6 % Si – 578 °C) [29].

### **VI-2-Cuivre « Cu »**

- Diminue la contraction volumétrique mais beaucoup moins que le Si.
- Augmente la dureté de l'aluminium à la température ambiante et aux températures élevées (seuil 200 °C).
- Permet le durcissement structural.
- Augmente la sensibilité à la corrosion atmosphérique marine et sous tension (il existe des concentrations « seuils »).
- Forme avec l'aluminium une solution solide et un eutectique (33% Cu,  $T_f=548,2$  °C).
- Les alliages industriels contiennent entre 2 et 10 % de cuivre [29].

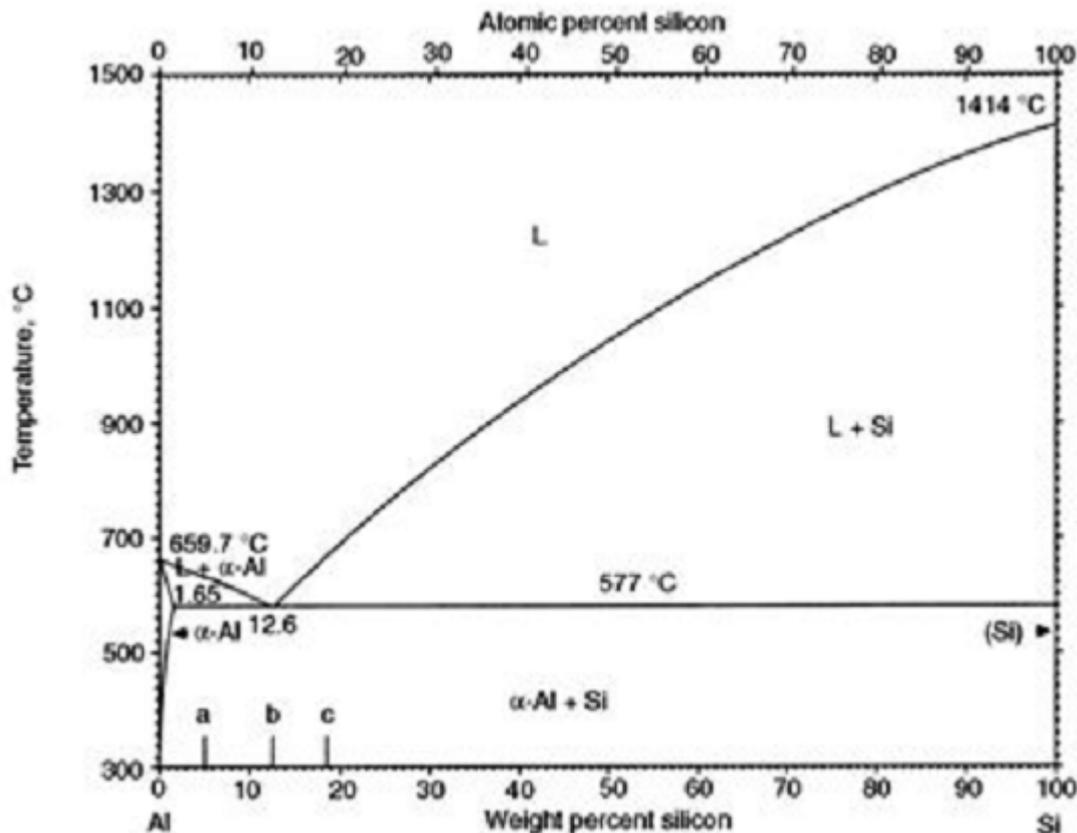
### **VI-3- Magnésium « Mg »**

- Diminue légèrement la contraction volumétrique à la solidification.
- Les alliages Al-Mg sont insensibles à la corrosion atmosphérique et marine.

- Ajouté en faible quantité (0,20 à 0,60 %) aux alliages contenant du silicium, en permet le durcissement structural.
- Forme avec l'aluminium une solution solide ( $\alpha$  Al).
- Les alliages industriels contiennent entre 3 et 6 % de magnésium.
- Les alliages formés, possèdent une résistance mécanique moyenne. Ils sont utilisés dans le domaine de placage, lorsqu'avec l'aluminium, il s'avère difficile. Ils sont faciles à polir et conservent longtemps leur poli à cause de la haute résistance chimique [29].

### V- Alliage Aluminium-Silicium <<Al-Si>>

Sur le diagramme d'état (Figure III. 1). On voit que l'intervalle de solidification de l'alliage 5% Si est de 50°C environ, ce qui prédispose peu aux microstructures. Ce type d'alliages est par conséquent peu sensible au criquage à chaud [29].



**Figure V-1 :** Diagramme d'équilibre Al-Si [30].

Les alliages d'aluminium contenant du silicium comme le principal élément d'alliage offrent une excellente coulabilité, une haute résistance à l'usure et à la corrosion, une bonne soudabilité, une bonne usinabilité, une bonne résistance au déchirement à chaud, une bonne fluidité, une faible densité, une haute conductivité thermique, la réduction de la dilatation thermique (de silicium), et une bonne conservation des propriétés physiques et mécaniques à des températures élevées. En conséquence, l'aluminium-silicium constitue de 85 % à 90 % du total des pièces moulées en aluminium produit [29].

### **VI-Solidification rapide des alliages d'aluminium :**

#### **VI-1- Structures des alliages d'aluminium SR :**

- Les alliages d'aluminium solidifiés rapidement peuvent se classer en général en trois groupes [14]:

##### **\* Les alliages de premier groupe :**

- Haute solidité et résistance à la corrosion élevée, basse densité, bonnes résistances mécaniques. Ils contiennent un élément d'addition ou plus. Ces types d'alliages sont préparés usuellement par atomisation.

##### **\* Les alliages de second groupe :**

- Sont basés au lithium additionné avec d'autres éléments tels que le cuivre, magnésium et zirconium.

##### **\*Les alliages du troisième groupe :**

- Consistent à l'addition de deux ou plus d'éléments insolubles, tels que métal de transition et les éléments de terre rare. Les alliages binaires d'aluminium amorphisables par la technique de trempe sur rouleau comportent de l'aluminium et une terre rare (yttrium, cérium ou lanthane) sont peu nombreux.

- La plupart des compositions amorphisables comportent au moins trois éléments. Ceci correspond bien l'idée intuitive que plus les espèces sont nombreuses, plus les structures sont complexes, favorables au désordre et plus facilement amorphisables. Ainsi les verres métalliques sont-ils de compositions très différentes de celles des alliages commerciaux à base d'aluminium.

- Les trois classes d'alliages amorphisables ternaires incluent en plus de l'aluminium :

\* Soit un élément de transition de la droite du tableau de Mendeleïev (Cu, Ni, Fe, Mn ou Cr) et un métalloïde (Si ou Ge).

\* Soit un élément de transition de la droite du tableau de Mendeleïev (Cu, Co, Ni ou Fe) et un élément à gauche du tableau (Ti, Zr, Hf, V, Nb ou Mo).

\* Soit une terre rare et un élément de la droite de tableau de Mendeleïev.

- Les teneurs minimales en éléments d'addition sont de l'ordre de 10 pour cent en l'absence de métalloïde et de 20 pour cent quand un métalloïde est présent [30] .

#### **VI-2- Structure amorphe des alliages d'aluminium :**

Les verres métalliques à base d'aluminium on fait l'objet de beaucoup de recherches à travers le monde du fait de leurs excellentes propriétés mécaniques. Ces propriétés mécaniques peuvent devenir meilleures s'il est possible d'obtenir une structure biphasée constituée d'une précipitation de nano-cristaux d'Al (diamètre entre 10 et 100 nm) à partir de la matrice amorphe mère par traitement thermique de vitrification.

Il a été observé que les compositions les plus amorphisables sont celles élaborées à partir des systèmes ternaires Al-Ni-TR (TR : Terres rares, Y, Ce, Yb, Sm...) dans ce contexte, et à cause des épaisseurs réduites obtenues lors de l'élaboration des verres métalliques à base d'aluminium, les recherches ont été focalisées sur les propriétés tribologiques, avec comme but de rendre attractif l'utilisation de ces matériaux amorphes et nano-structurés comme revêtement de protection par la combinaison d'une bonne dureté et d'une bonne résistance à l'usure [30].

### **VI-3- Propriétés des verres d'aluminium :**

- Les recherches d'application visent à valoriser des propriétés originales des verres d'aluminium sous la forme de produits minces (rubans, fils), des revêtements de surface ou de produit massifs.
- Le ruban directement obtenu par solidification rapide présente un ensemble de propriétés de résistance mécanique, de ductilité et de résistance à la corrosion adaptés au renfort d'autres matériaux composites.

#### **A-Propriétés mécaniques :**

- Beaucoup de rubans amorphes à base d'aluminium se brisent en morceaux très fins à la moindre déformation: on les dit fragiles. Cependant, pour certaines compositions riches en aluminium, il est possible de plier le ruban à 180 degrés sans le rompre, auquel cas on le dit ductile. Cette fragilité est expliquée par l'ordre local relevé dans le verre à base d'aluminium.
- La mesure de la résistance à la traction des verres d'aluminium atteint des valeurs très élevées. Dans les alliages Al<sub>87</sub>Ni<sub>5</sub>Y<sub>8</sub>, ces valeurs sont deux fois plus élevées que celles des meilleurs alliages commerciaux.
- La dureté peut prendre des valeurs très différentes suivant la taille, la nature de la distribution des différents constituants [13]. Ils présentent aussi une bonne tenue à la fatigue et une résistance à la traction élevée. Les propriétés mécaniques des alliages amorphes dépendent cependant fortement du domaine de température où les essais sont réalisés [33].

#### **B- Propriétés électriques :**

- Bien que les verres métalliques aient en générale une forte densité d'électrons de conduction, leur comportement électrique est assez différent du micro-cristallin correspondant. Tous désordre perturbe le trajet des électrons est correspond à une augmentation de la résistance électrique: l'amorphe est plus résistif que le cristal de même composition.
- La résistance électrique augmente fortement avec la température dans l'alliage cristallin, par un effet de distorsion du réseau; dans un verre, la température modifie la densité d'électrons de conduction et la résistance électrique augmente ou diminue selon les alliages; cette variation est très faible que dans le cas de l'alliage cristallin correspondant [30].

### **C- Propriétés chimique :**

-Les verres métalliques à base d'aluminium présentent une résistance à la corrosion bien supérieure à celles relevées sur des alliages d'aluminium classiques [29] , ce qui peut être attribué à l'homogénéité chimique et à l'absence de précipités ou de phases secondaires et de défauts structuraux (joints de grains, dislocations, défauts d'empilement...) qui constituent des emplacements préférentiels pour une attaque corrosive [31].

## I-Introduction

Notre travail a pour but, l'étude d'influence des éléments d'addition le silicium « Si » et le cuivre « Cu » sur la structure métallographique ainsi que la dureté des alliages Al-Si-Cu solidifié rapidement.

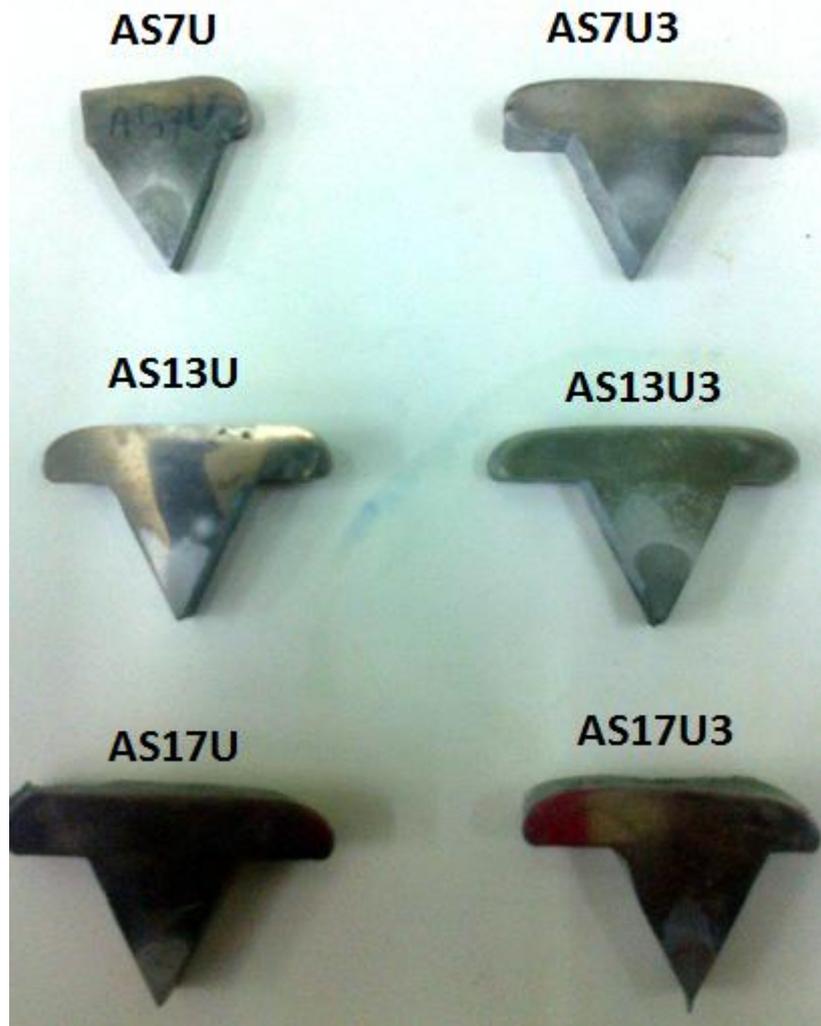
## II-Matériaux utilisés

Pour cette expérience on a choisi trois types d'alliage Al-Si hypo-eutectique, eutectique et hyper-eutectique, le procédé de solidification utilise est la solidification en coquille, la composition chimique des alliages est la suivante :

	% El Desig	Fe	Si	Cu	Mg	Mn	Ni	Zn	Sn	Pb	Ti	Co
		1	AS7	≤0.5	6.5 à 7.5	≤ 0.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05
2	AS7U	≤0.5	6.5 à 7.5	≤ 1.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
3	AS7U3	≤0.5	6.5 à 7.5	≤ 3.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
4	AS13	≤0.5	12.5 à 13.5	≤ 0.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
5	AS13U	≤0.5	12.5 à 13.5	≤ 1.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
6	AS13U3	≤0.5	12.5 à 13.5	≤ 3.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
7	AS17	≤0.5	16.5 à 17.5	≤ 0.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
8	AS17U	≤0.5	16.5 à 17.5	≤ 1.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20
9	AS17U3	≤0.5	16.5 à 17.5	≤ 3.10	0.2 à 0.4	≤ 0.50	≤ 0.05	≤ 0.10	≤ 0.05	≤ 0.05	0.1 à 0.2	≤ 0.20

**Figure IV-1 :** Composition chimique des alliages.

- ❖ Les échantillons ont été fournis par le promoteur Mr. Saoudi Elyes,
- ❖ L'analyse chimique a été donnée par le laboratoire de fonderie Rouiba.

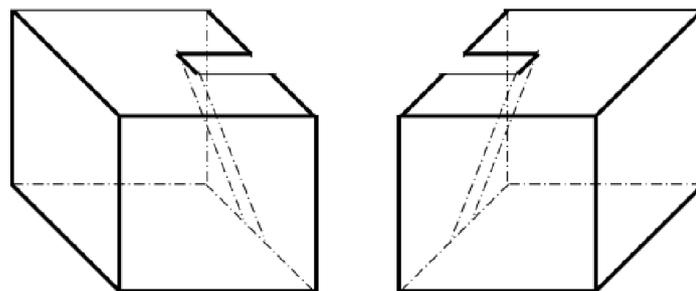


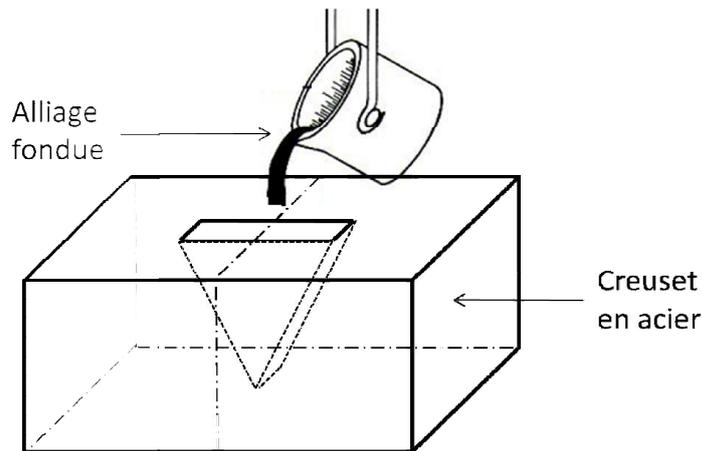
**Figure IV-2 :** Les alliages utilisés dans l'étude.

### III- Procédures et techniques d'analyses

#### III-1- La méthode de solidification

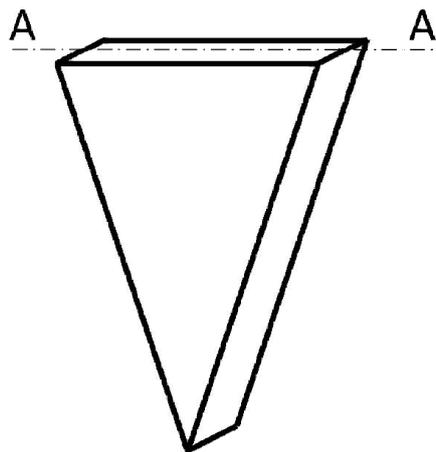
La méthode de solidification utilisé en la solidification en coquille est simple elle consiste à refroidir l'alliage dans un creuset en acier en forme de coquille.





**Figure IV-3 :** Procédure de solidification.

Après la coulée dans le moule en coquille, on obtient un échantillon ayant une forme pyramidale. Notre étude s'effectue dans des zones situées au milieu de cette pyramide.



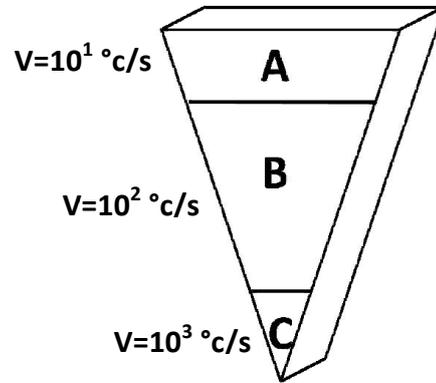
**Figure IV-4 :** Coupe d'un échantillon.

Pour avoir des meilleurs résultats l'échantillon sont découpés longitudinalement suivant la coupe A-A.

## III-2- La dureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon, par exemple une bille en acier trempé (dureté Brinell) ou une pyramide en diamant (dureté Vickers). S'il y résiste bien, il est dit dur, sinon il est dit ductile. La dureté se mesure sur différentes échelles selon le type de matériau considéré.

Sur la partie de pyramide ayant subi un polissage, on effectue nos essais de dureté. L'échantillon examiné possède une surface triangulaire qu'on divise en trois zones (A ; B ; C), chacune d'elles caractérisant une vitesse de solidification particulière, c'est la zone C qu'on va l'étudier.



**Figure IV-5 :** Zones de solidification.

### III-3- La Métallographie

La métallographie est une technique qui est basée sur l'observation de la microstructure des échantillons en utilisant un microscope optique ou électronique. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.

Avant d'observer les échantillons par le microscope, il faut préparer la surface de ces derniers.

#### ❖ Polissage

Avant de procéder au polissage, on a fait des coupes transversales pour les échantillons à étudier à l'aide d'une micro-tronçonneuse.

On fait subir aux surfaces à observer des polissages mécaniques, visant à les rendre planes et exemptes de toutes rayures, graisses ou déformations nuisibles et gênantes.

Cette opération consiste à faire passer les surfaces des échantillons à observer sur des papiers abrasifs de granulométrie de plus en plus faible en commençant avec P.400 jusqu'au plus fin P.1200, cela se fait en présence d'un arrosage abondant avec de l'eau pour éviter les éventuelles risques d'échauffement de la pièce.

La finition est faite par une solution aqueuse d'alumine et on prolonge son action jusqu'à ce que les raies issues du produit précédent disparaissent et apparaît une surface miroir.

Un nettoyage à l'acétone et un séchage par flux d'air chaud terminent le polissage mécanique.



**Figure IV-6 :** La polisseuse utilisée dans l'étude.

### ❖ Attaque chimique

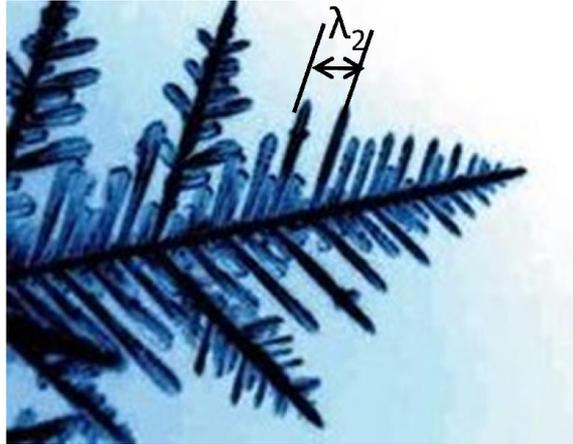
Le but de l'attaque métallographique est de créer un contraste révélant la microstructure du matériau lorsque celle-ci n'apparaît pas à l'issue du polissage, dans notre cas on a utilisé le fluorure d'hydrogène HF, le temps d'attaque est 5 sec.



**Figure IV-7 :** Echantillon attaqué chimiquement.

### ❖ Détermination de la vitesse de solidification

Il s'agit de calculer la distance inter-dendritique entre les dendrites secondaire ( $\lambda_2$  dans la figure I-12), pour cela on a utilisé une lentille quadrillée de 1 mm<sup>2</sup>. Après avoir déterminé la distance «  $\lambda_2$  », il suffit ensuite d'utiliser l'abaque de la figure III-3 et lire directement la vitesse de solidification.



**Figure IV-8 :** Représentation de la distance inter-atomique  $\lambda_2$ .

## ❖ Analyse micrographique

La micrographie est la première méthode utilisée pour visualiser la microstructure des alliages. Cette opération est réalisée à l'aide d'un microscope métallographique optique.

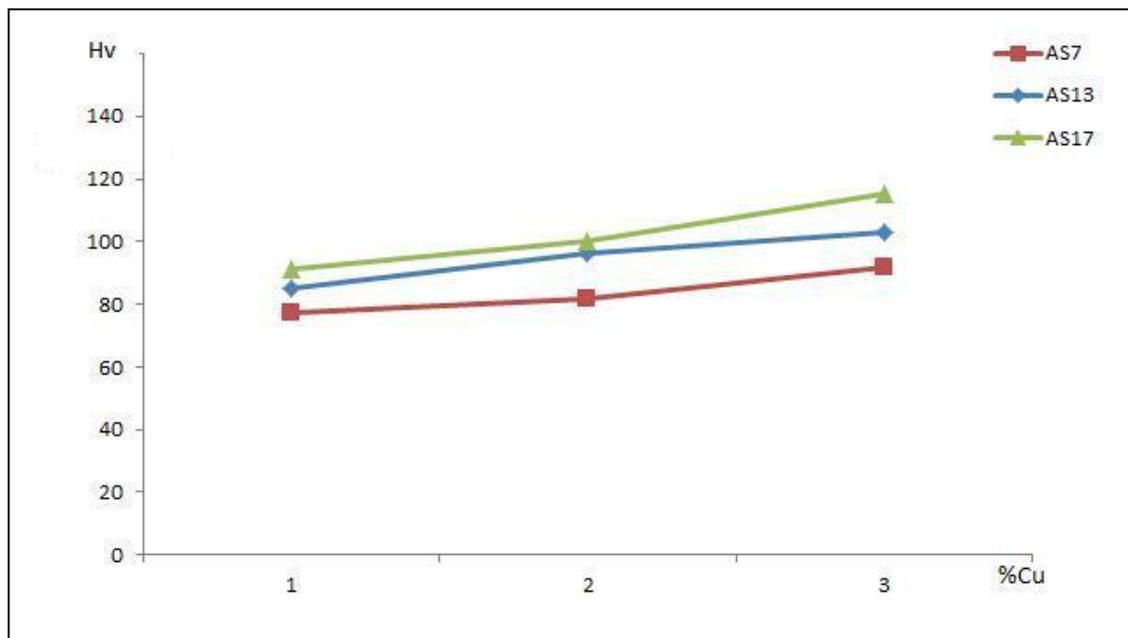


**Figure IV-9 :** Microscope de type Carl-Zeiss – Neophot 32.

## I- Résultats et interprétation de la dureté

Alliages	AS7	AS7U	AS7U3	AS13	AS13U	AS13U3	AS17	AS17U	AS17U3
Dureté	77	82	92	85	96	103	91	100	115

**Figure V-1 :** Résultats de la dureté Vickers en fonction du pourcentage de Si et Cu.



**Figure V-2 :** Evolution de la dureté Vickers en fonction du pourcentage de Si et Cu.

Le tableau et la figure représentent la variation de la dureté des alliages AS7, AS13 et AS17 en fonction de pourcentage de cuivre. D'après ces résultats, on remarque que, la dureté augmente en fonction de pourcentage du Silicium et de cuivre.

La 1ere déduction que l'on peut faire est que cette augmentation de dureté en fonction des éléments d'addition a pour première cause parce que la maille possède un grand nombre d'atomes alors leur glissement et déformation plastique devienne plus difficile [31]

Lors de la solidification rapide, une fraction des atomes de cuivre (Cu) n'auraient pas eu le temps de diffuser vers l'interface Liquide /Solide et seraient piégés dans le réseau de la matrice  $\alpha$ -Al, cette fraction atomique serait d'autant plus grande que la vitesse de refroidissement est élevé. La faible quantité de cuivre ne permet que la formation de la phase  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ) [1], donc la présence de Cu et des éléments tel que le Si, Fe, Mg ... conduise à la formation des composés intermétalliques de type  $Al_2Cu$ ,  $Mg_2Si$ ,  $Fe_3Al$ ,  $Mg_2Al_3$  ..., qui apparaissent sous la forme de structures fines à des vitesses de solidification élevées.

Pendant le refroidissement ordinaire du liquide, les atomes de cuivre ont tendance à

## Résultats Et Interprétations

---

diffuser vers l'interface liquide/solide pour la formation de la phase  $\alpha$  pur en Al. Au fur et à mesure que la température baisse et au point eutectique, le liquide est saturé en cuivre se solidifie en donnant l'eutectique ( $\alpha+\theta$ ) qui tend à se localiser généralement aux joints de grains de  $\alpha$ -Al et l'intérieur du grain  $\alpha$ -Al pour les fortes concentrations de Cu [1].

L'évolution de la structure après la trempe est appelée durcissement structural. Au cours de ce traitement, après une période d'incubation, la dureté augmente jusqu'à une valeur maximale avant de décroître si on prolonge le traitement. Cette évolution se traduit par la décomposition partielle de la solution solide sursaturée obtenue préalablement par trempe. Les différentes étapes de cette décomposition sont schématisées ci-dessous :

Solution solide sursaturées (SSS)  $\longrightarrow$  Zones de Guinier et Preston (GP)  $\longrightarrow$  Un ou plusieurs composés intermétalliques de transition  $\longrightarrow$  Composé inter-métallique d'équilibre.

Le durcissement structural des alliages de type Al -Cu est obtenu par un processus comportant :

- la mise en solution des éléments durcissant.
- la trempe, c'est-à-dire un refroidissement rapide interdisant toute diffusion afin d'amener cette solution solide dans un état sursaturé métastable.

## II- Interprétations des structures métallographiques

### II-1- AS7



**Figure V-3 :** AS7U ( X 200)

30 $\mu$



**Figure V-4** : AS7U3 ( X 200)

30 $\mu$



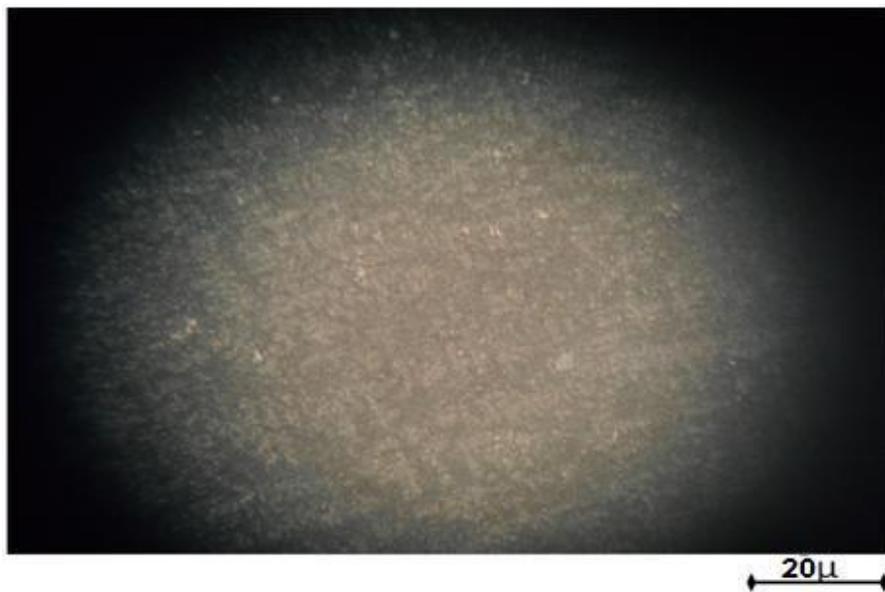
**Figure V-5** : AS7U3 ( X 300)

20 $\mu$

## II-2- AS13



**Figure V-6 :** AS13U ( X 200)

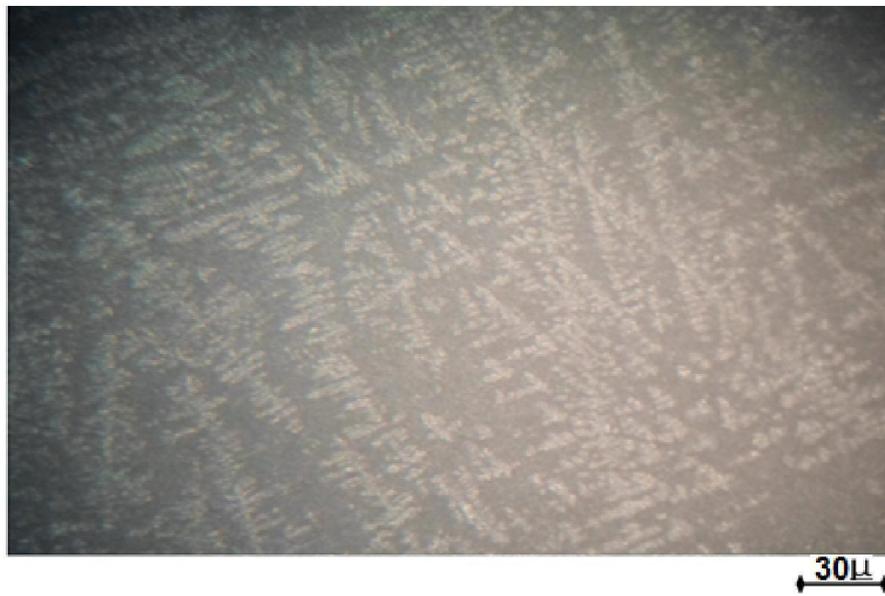


**Figure V-7 :** AS13 ( U X 300)

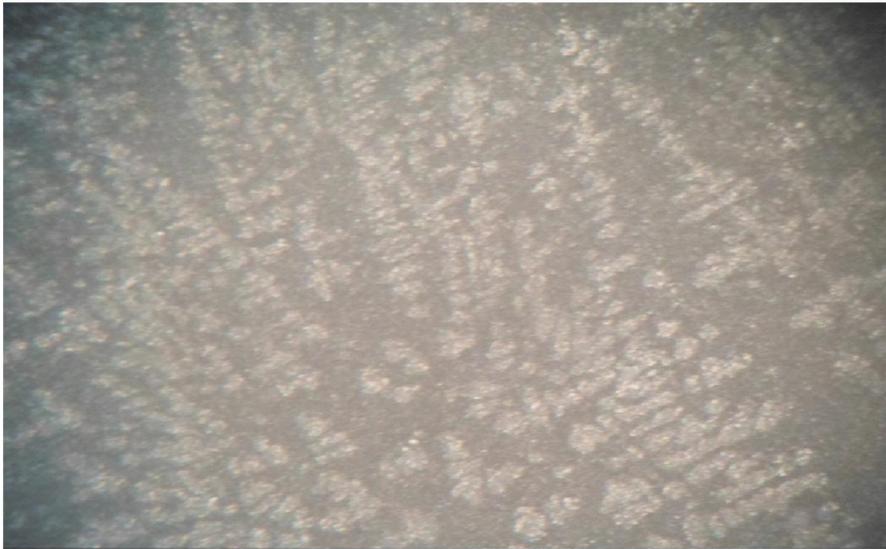


**Figure V-8** : AS13U3 ( X 300)

II-3- AS17



**Figure V-9** : AS17U ( X 200)



**Figure V-10 :** AS17U ( X 300)

3μ

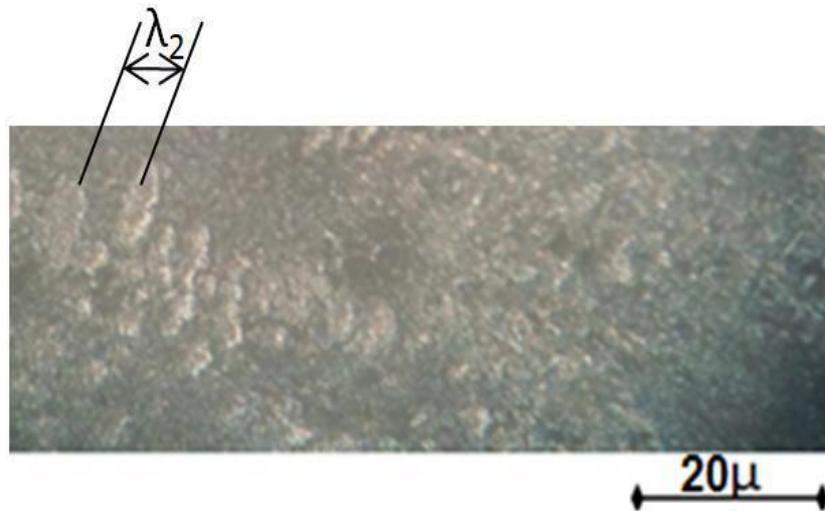


**Figure V-11 :** AS17U3 X 200

30μ



**Figure V-12 :** AS17U3 ( X 300)



**Figure V-13 :** Distance inter-dendritique x300.

Pour avoir une meilleure approximation de cette distance on a pris plusieurs mesure, les valeurs on été entre 2 et 7  $\mu$ .

Alliage	1 <sup>er</sup> Essaye	2 <sup>eme</sup> Essaye	3 <sup>eme</sup> Essaye	4 <sup>eme</sup> Essaye	5 <sup>eme</sup> Essaye
AS7U	4	5	7	4	5
AS13U	3	2	5	4	3
AS13U3	3	2	3	4	2
AS17U	2	4	3	2	2

**Figure V-14 :** Mesures de distance inter-atomique  $\lambda_2$ .

## Résultats Et Interprétations

---

Après avoir mesuré la distance  $\lambda_2$  ( $\lambda_2 = 3-4 \mu$ ) comme il est montré dans la figure V-13, on a déterminé que la vitesse de solidification est de l'ordre de  $10^3$  °C/s à partir du graph de la figure II-3.

La solidification est totalement dirigée et la figure V-5 montre très bien ce phénomène. La solidification rapide en coquille favorise la croissance de dendrites colonnaires orientées, celles si adoptent la direction du flux de chaleur macroscopique.

On remarque bien que la structure devient extrêmement fine et homogène et que cette finesse devient plus remarquable avec l'ajout du cuivre (élément d'addition) ce qui confirme les résultats de dureté qu'on a obtenue dans la 1ere partie de cette étude.

Dans ce cas là, la croissance des composés intermétallique est défavorisée, donc la structure devient très fine, ces composés pourraient même ne pas se former du tout et la dureté des alliages serait due essentiellement à la répartition homogène des éléments d'addition [32].

La taille des cristaux de silicium pur diminue. On les retrouve dans les rares dendrites équiaxes observées [7].

Pour une meilleure compréhension du phénomène de solidification des hyperesiliciés, une étude a été amenée à élaborer des alliages à 20 % de silicium. Cette étude nous a permettre à observé que la croissance dendritique équiaxe est dominante. L'étude des alliages à 22% de silicium nous a donné un autre résultat très important, en ce qui concerne la phase eutectique, la croissance des lamelles augmente jusqu'à 20% de Si et en suite elle diminue [7].



## Conclusion Générale

---

### Conclusion Générale

La dureté obtenue dans échantillon à 7 % de Si et 0 % de Cu (AS7) et largement inférieure à celle obtenue dans l'alliage à 17 % Si et 3 %Cu (AS17U3) ce qui confirme bien le durcissement de la matrice par addition de silicium [29] et de cuivre [1].

L'étude confirme bien que la formation de dendrites colonnaire dépend du flux de chaleur macroscopique unidirectionnel.

Les microstructures ayant une fraction élevée de phases intermétalliques ont été rassemblées suivant une série des recherches sur les alliages à base d'Aluminium qui atteint au moins deux fois celle de l'eutectique binaire correspondant, en utilisant le traitement de la solidification rapide [7].

Pour une croissance maximale de la phase eutectique, la teneur en silicium se situe vers 20%.

L'étude métallographique montre que l'accroissement de la quantité de silicium augmente la finesse de la structure. Ce phénomène est due au fait que le silicium possédant une affinité chimique, introduit des liaisons dirigées non métalliques à caractères covalent qui gênent la diffusion atomique [7].

La décomposition des zones Guinier et Preston (GP) à des composés inter-métallique tel que  $Al_2Cu$  provoque une augmentation de la dureté.

Il est clair que la solidification rapide améliore certaines propriétés pour le cas des alliages Al-Si néanmoins pour ce domaine de composition et augmente donc leur potentiel d'application.

Il serait donc intéressant d'envisager des études sur l'effet des additions d'un quatrième élément pour améliorer davantage les caractéristiques de ces types d'alliages.

L'élaboration des alliages trempés rapidement nécessite aussi une amélioration permanente des conditions techniques d'élaboration.

## Références Bibliographiques

---

- [1] G. BELGOUMRI , thèse de Magister ELABORATION ET CARACTERISATION DES ALLIAGES Al-5% mass. Cu ET Al-20% mass. Cu SOLIDIFIES RAPIDEMENT 2007.
- [2] Hicham Bouderra, Thèse de magister, Influence de la trempe sur la précipitation...., Université de Constantine 1999.
- [3] Aide mémoire de science des matériaux. Michel Dupeux, Edition Dunod.
- [4] R.Bensimon, Tome1 : Généralités sur la surface des matériaux, Pye Edition, 1970.
- [5] Youcef Aouabdia, Thèse magistère, Etude de l'effet de cuivre et l'excès de silicium sur la stabilité micro ... , Université de Constantine, 2005.
- [6] MF. Ashby, D.Jones, Sources des matériaux 1999.
- [7] E.Saoudi, thèse magistère, etude et medilisation des phenomene de solidification des allages Al-Si industriels (7-22%), ENP Alger, 1994.
- [8] M.ALJERF, Thèse doctorat, Propriété Mécaniques des Verres Métalliques ; Mise en Forme et Applications, Universitie de Grounoble 2011.
- [9] A.K. Jena, A.K. Gupta and M.C. Chaturvedi, 'A deferential scanning calometric' Acta metal, Vol 37, Année 1987.
- [10] Desre, P.J, On the effect of the number of components on glass-forming ability of alloys from the liquid state: Application to the new generation of multicomponent bulk glasses.Materials Transactions Jim, 1997
- [11] Inoue, A., Stabilization of metallic supercooled liquid and bulk amorphous alloys.Acta Materialia, 2000.
- [12] T.Gloriant, D.H.Ping, Colloque SF2M Section-Ouest: Surface et interface, indentation, rayage et abrasion, Angers, 2005.
- [13] T.Gloriant, D.H.Ping, K.Hono, A.L. Greer, M.D. Baro, Mater. Sci Eng A P:304-306-316, 2001.
- [14] B.A.Alhamid, Thèse de doctorat, Université de Constantine, 2002.
- [15] Kanta Suzuki and Toshio Haga, Refined solidification structure, Tokyo Institute of technology, Vol 45, 2004.
- [16] A. Mahroug, Thèse de magistère, Université de Constantine, 2003.
- [17] M.Boucheur, Thèse de magistère, Etude des phenomene de cristallisation et precipitation dans les alliages Al 9% Mg et 5% Cu, Université de Constantine, 1994.

## Références Bibliographiques

---

- [18] Yavari, A.R., M.F. Oliveira, and F.W.J. Botta, Shaping of bulk metallic glasses by simultaneous application of electrical current and low stress. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 2001.
- [19] Inoue, A. and N. Nishiyama, New bulk metallic glasses for applications as magnetic-sensing, chemical, and structural materials. *Mrs Bulletin*, 2007.
- [20] Ashby, M.F. and A.L. Greer, Metallic glasses as structural materials. *Scripta Materialia*, 2006.
- [21] Cottrell, A.H., The mechanical properties of matter. John Wiley and Sons, Inc., 1964.
- [22] R. Bensimon, Tome 1 , Généralités sur les surface des matériaux, Pyc Edition, 1970.
- [23] P. BARRAND. L'Aluminium Tome 1, Editions EYROLLES. Paris 1964.
- [24] J. HOUZE. Production d'aluminium. Ecole des mines d'ALBI CARMAUX France 2007.
- [25] J. Barralis , G. Meader. Précis de Metllurgie, Editions Nathan, Paris 2005.
- [26] Matériaux métalliques, édition OPU 1992.
- [27] C. VARGEL. Le comportement de l'aluminium et de ses alliages, édition DUNOD, Paris 1979.
- [28] F. HERBULOT. Récupération et recyclage de l'aluminium, Techniques de l'Ingénieur M 2345, 2001.
- [29] B Abdellah, mémoire de fin d'études, Elaboration et caractérisation des alliages d'Aluminium Silicium, ENP, 2011.
- [30] P. Fauchais, contribution a l'étude de procédé arc fil pour la réalisation de dépôt métallique dur ,2001.
- [31] S.Moumdji, mémoire de fin d'études, Influence des éléments d'addition cuivre et magnésium sur les alliages Al-Si (13 à 22%) en fonction de la vitesse de solidification.