



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE
DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

جامعة باجي مختار - عنابة

UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR - ANNABA

FACULTÉ DES SCIENCES

DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE

THÈSE EN VUE DE L'OBTENTION D'UN DIPLÔME DE
DOCTORAT

Spécialité : Nanophysique : Matériaux Nanostructures et microcristallins.

Thème

**Etude d'alliages à base d'Aluminium obtenus par fusion sous
induction et refroidis rapidement.**

Présentée par: BOUTABBA Mohamed Ali

Directeur de Thèse :

DEBILI Mohamed Yacine

Prof. UBM-Annaba

Président :

Membres du jury:

GHELDANE Farid

Prof. UBM-Annaba

Examineur :

BENSAHA Rabah

Prof. U Constantine1

BENCHIHEUB Mostepha

prof. UBM-Annaba

Année universitaire : 2023/2024

« إن جراحات الأمة الإسلامية دامية في كل

مكان

فلا أقل من أن نحفظ بالكراهية و الحقد لمن

يديمها «

سيد قطب

« أنا الشمس في جو العلوم منيرة

ولكن عيبي أن مطلعني الغرب »

الامام ابن حزم الأندلسي

Dédicaces

Ce travail est dédié :

A mes parents, Mabrouk et Rafika Meddour, pour le soutien et l'amour qu'ils m'ont porté depuis mon enfance. Que ce travail soit l'exaucement de leurs vœux tant formulés, le fruit de leurs sacrifices.

A ma tendre mère qui m'a comblé de chaleur et de joie.

A ma sœur pour son appui tout au long de mon parcours universitaire. Merci d'être là.

A mes oncles Ahmed, Bachir, Nora et particulièrement au grand Homme, monsieur Athmane Meddour qui m'a toujours soutenu de près et de loin par ses conseils, son savoir et son infaillibilité.

A mes cousins et chers amis Zinou, Youcef, Aïmen, Aymen, Achref, Raouf...

Aux âmes de mes grands-parents : Houcine, Zineb, Mokhtar Meddour et Fatima Zohra.

Remerciements

اللهم لك الحمد كله، ولك الشكر كله، نحمدك ونستعينك ونستغفرك ونستهديك.

ونصلي ونسلم على سيد الخلق وإمام المرسلين، سيدنا محمد النبي الخاتم ناصر الحق بالحق والهادي إلى صراط مستقيم وعلى آل بيته الأطهار وصحبه أجمعين.

Mes remerciements chaleureux vont à :

- ❖ *Mon directeur de recherche Monsieur M. Yacine Debili pour lequel j'éprouve beaucoup de révérence et de considération pour ce qu'il porte comme culte et savoir qui m'ont prêté main-forte et appui.*

Agréez monsieur un hommage de ma sincère admiration et mes respects les plus profonds pour m'avoir accepté parmi votre équipe de recherche.

- ❖ *Demoiselle Fahima Layachi, qui m'a été d'une aide innombrable pendant le parcours de ma recherche.*
- ❖ *Demoiselle Asma ZOUAOU, qui suite à son aide ce travail a pu voir le jour.*
- ❖ *L'ensemble des enseignants, à la base de ma formation pour leurs efforts fournis à mon égard, et particulièrement madame Bentayeb Fatima Zohra, qui je prie d'accepter l'assurance de mon profond respect.*
- ❖ *A toute l'équipe du département de métallurgie et de l'école supérieure des mines et métallurgie, et en particulier à demoiselle Sihem LAAMARI.*
- ❖ *Fouad KHAMMACI et l'ensemble de toute personne ayant participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

Résumé

Ce travail consiste à une étude microstructurale de quatre alliages Al-Cu-Zn, bruts de fusion, élaborés par fusion haute fréquence (HF) sous induction magnétique. Les quatre compositions élaborées sont : Al-30%at Cu-2%at Zn, Al-40%at Cu-2%at Zn, Al-70%at Cu-2%at Zn et finalement Al-80%at Cu-2%at Zn.

La caractérisation, de la microstructure, a été réalisée à l'aide de différentes techniques expérimentales, on note, la micrographie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) et la diffraction des rayons-X (DRX).

La micrographie optique accompagnée de la microscopie électronique à balayage nous ont permis une évaluation primaire de l'état microstructural des échantillons. La différence de contraste et la morphologie des phases observées nous ont conduits à admettre que la microstructure des alliages, ainsi élaborés, est constituée de plusieurs phases distinctes. La spectroscopie X à dispersion d'énergie (EDX) nous a confirmé, par la suite, la nature des différents éléments formants les phases de la microstructure.

La diffraction des rayons-X a ensuite tranché sur la nature cristalline des phases présentes et a mis en évidence l'existence du Si, par l'apparition des pics de diffraction appartenant à ce dernier, dans les deux premières compositions riches en aluminium.

Finalement, l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC), nous a fourni des informations sur les transitions de phases existantes dans les matériaux étudiés. Tout en confirmant que la microstructure des alliages élaborés est hors d'équilibre.

Mots clés : Alliage Al-Cu-Zn, Fusion HF, Microscopie optique, MEB, DSC, DRX.

ملخص

يتكون هذا العمل من دراسة تركيبية مجهرية لأربعة سبائك من الألمنيوم والنحاس والزنك المنصهرة والمنتجة عن طريق الانصهار عالي التردد (HF) تحت الحث المغناطيسي. التركيبات الأربعة التي تم تطويرها هي:

Al-80% at Cu-2% at Zn, Al-30% at Cu-2% at Zn, Al-40% at Cu-2% at Zn, Al-70% at Cu-2% at Zn

تم إجراء توصيف البنية المجهرية باستخدام تقنيات تجريبية مختلفة، بما في ذلك التصوير المجهر البصري (OM) ، والمجهر الإلكتروني الماسح (SEM) ، وقياس السرعات الحرارية بالمسح التفاضلي (DSC) وحيود الأشعة السينية (DRX).

سمح لنا التصوير المجهر البصري المصحوب بالمجهر الإلكتروني الماسح بإجراء تقييم أولي لحالة البنية المجهرية للعينات. إن الاختلاف في التباين وشكل الأطوار التي تمت ملاحظتها قادنا إلى الاعتراف بأن البنية المجهرية للسبائك، التي يتم إنتاجها على هذا النحو، تتكون من عدة أطوار متميزة. أكد لنا التحليل الطيفي للأشعة السينية المشتتة من الطاقة (EDX) طبيعة العناصر المختلفة التي تشكل مراحل البنية المجهرية .

حيود الأشعة السينية قرر بعد ذلك الطبيعة البلورية للأطوار الموجودة وأبرز وجود Si، من خلال ظهور قمم الحيود التي تنتمي إلى الأخير، في التركيبين الغنيتين بالألمنيوم.

أخيرًا، زدنا تحليل المسح التفاضلي (DSC) بمعلومات حول التحولات الطورية في المواد التي تمت دراستها. مع التأكد على عدم توازن البنية المجهرية للسبائك المنتجة .

الكلمات المفتاحية: سبيكة الألمنيوم والنحاس والزنك، الصهر التردد العالي، المجهر الضوئي، MEB، DSC، DRX.

Abstract

This work consists of a microstructural study of four Al-Cu-Zn alloys, as melted, produced by high frequency (HF) fusion under magnetic induction. The four compositions developed are Al-30%at Cu-2%at Zn, Al-40%at Cu-2%at Zn, Al-70%at Cu-2%at Zn and finally Al-80%at Cu- 2% at Zn.

The characterization of the microstructure was carried out using different experimental techniques, including optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), differential scanning calorimetry (DSC) and diffraction of X-rays (DRX).

Optical microscopy accompanied by scanning electron microscopy allowed us a primary assessment of the microstructural state of the samples. The difference in contrast and the morphology of the phases observed led us to admit that the microstructure of the alloys, thus produced, is made up of several distinct phases. Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) subsequently confirmed to us the nature of the different elements forming the phases of the microstructure.

X-ray diffraction then decided on the crystalline nature of the phases present and highlighted the existence of Si, by the appearance of diffraction peaks belonging to the latter, in the two aluminum-rich compositions.

Finally, differential scanning calorimetry (DSC) analysis provided us with information on existing phase transitions in the materials studied. While confirming that the microstructure of the alloys produced is out of equilibrium.

Keywords: Al-Cu-Zn alloy, HF fusion, Optical microscopy, SEM, DSC, DRX.

Liste des tableaux

Chapitres I

| | |
|--|----|
| Tableau I-1 : désignation des alliages d'aluminium corroyés | 9 |
| Tableau I-2 : désignation des alliages d'aluminium de fonderies | 10 |
| Tableau I-3 : désignation des états métallurgiques et quelques subdivisions | 11 |
| Tableau I-4 : désignation de quelques états métallurgiques | 16 |
| Tableau I-5 : Classification et désignation de quelques alliages du cuivre | 17 |
| Tableau I-6 : les points spéciaux du système Al-Zn | 22 |
| Tableau I-7 : données cristallographiques des différentes phases | 27 |
| Tableau I-8 : réactions invariantes dans le système Al-Cu | 28 |
| Tableau I-9 : données cristallographiques des différentes phases | 33 |
| Tableau I-10 : Les phases stables dans le diagramme Al-Cu-Zn | 37 |

Chapitre II

| | |
|--|----|
| Tableau II-1 : Composition chimique des alliages étudiés | 58 |
| Tableau II-2 : masses visées et pesées des constituants | 58 |
| Tableau II-3 : Conditions d'acquisition de diffractogramme des rayons X | 71 |

Liste des tableaux

Chapitre III

| | |
|--|-----|
| Tableau III-1 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-1. | 95 |
| Tableau III-2 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-1. | 97 |
| Tableau III-3 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-2. | 102 |
| Tableau III-4 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-2. | 103 |
| Tableau III-5 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-2. | 104 |
| Tableau III-6 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX C-3. | 108 |
| Tableau III-7 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX C-3. | 109 |
| Tableau III-8 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX C-4. | 114 |
| Tableau III-9 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX C-4. | 115 |
| Tableau III-10 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence. | 117 |
| Tableau III-11 : Liste des pics et les phases correspondantes | 118 |
| Tableau III-12 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence. | 122 |
| Tableau III-13 : Liste des pics et les phases correspondantes | 123 |
| Tableau III-14 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence. | 126 |
| Tableau III-15 : Liste des pics et les phases correspondantes | 127 |
| Tableau III-16 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence. | 129 |
| Tableau III-17 : Liste des pics et les phases correspondantes. | 130 |

Liste des figures

Chapitre I

| Figure | page |
|--|------|
| Figure I-1 : A : le métal d'aluminium pur. B : la bauxite le minerai d'aluminium. | 6 |
| Figure I-2 : Aluminium super pur. La taille de la barre d'échelle est de 20µm. Microstructure montrant des insolubles précipités FeAl ₃ sur les joints de grains | 8 |
| Figure I-3 : La chalcopirite –minerai principal de cuivre | 12 |
| Figure I-4 : lingot en cuivre 99,9% pur. | 13 |
| Figure I-5 : Le minerai du Zinc : la blende (ZnS). | 18 |
| Figure I-6 : Métal du Zinc pur. | 19 |
| Figure I-7 : diagramme d'équilibre du système Al-Zn | 21 |
| Figure I-8 : Microstructure d'un alliage Al-Zn observée par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires montrant la séparation de phase | 23 |
| Figure I-9 : Microstructure d'un alliage Al-Zn observée par microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés montrant l'interface PFZ | 24 |
| Figure I-10 : Microstructure d'un alliage Al-Zn observée par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires montrant un eutectique formé par la matrice est les particules dus aux impuretés | 24 |
| Figure I-11 : diagramme d'équilibre Al-Cu | 28 |
| Figure I-12 A : microstructure d'alliage AA2012 vieilli à 427°C pendant une heure | 30 |
| Figure I-13 A : microstructure d'alliage AA2012 vieilli à 538°C pendant une heure | 31 |
| Figure I-14 : Diagramme d'équilibre du système Cu-Zn, fraction Zn exprimée en % atomique x 100 | 33 |
| Figure I-15 : projection du liquidus du système Al-Cu-Zn A : expérimental [51] B : calculé | 35 |
| Figure I-16 : Coupes isothermes du diagramme de phase expérimental Al-Cu-Zn | 36 |
| Figure I-17 : Coupes isothermes du diagramme expérimental Al-Cu-Zn à 300°C | 36 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure I-18 : Coupes isothermes à 20°C du diagramme expérimental Al-Cu-Zn | 37 |
| Figure I-19 : d'un alliage 63,8%at Al- 18%at Cu- 18,2%at Zn obtenue par électrons rétrodiffusés (BSE). La microstructure montre l'existence de deux phases : α (Al) et θ | 38 |
| Figure I-20 : alliage 16,4%at Al- 40,3%at Cu- 43,3%at Zn obtenue par (BSE). La microstructure est formée par δ_1 et γ | 38 |
| Figure I-21 : alliage 27,5%at Al- 47,1%at Cu- 25,4%at Zn obtenue par (BSE). La microstructure est formée par τ_c et ϵ_1 | 39 |
| Figure I-22 : alliage 33,8%at Al- 59,3%at Cu- 6,9%at Zn obtenue par (BSE). La microstructure est formée par γ' et ϵ | 39 |
| Figure I-23 : schéma des diverses zones de solidification : 1). Zone de peau, 2). Zone basaltique, 3). Zone centrale | 43 |
| Figure I-24 : schéma illustrant la croissance dendritique | 43 |
| Figure I-25 : exemple d'évolution de la dureté au cours d'un traitement de vieillissement pour un système d'alliage Al-Cu pour des différentes teneurs (massiques) en cuivre | 48 |
| Figure I-26 : mécanismes de franchissement des précipités par une dislocation | 48 |

Chapitre II

| Figure | page |
|--|------|
| Figure II-1 : a) Four à induction magnétique. b) Sens du courant appliqué et induit | 60 |
| Figure II-2 : Pastille du mélange des poudres Al, Cu et Zn. | 62 |
| Figure II-3 : Principaux constituants du générateur haute fréquence (HF). | 63 |
| Figure II-4 : Dispositif du four à induction, (a) alliage avant fusion, (b) et (c) alliage en fusion. | 64 |
| Figure II-5 : Alliages après solidification. | 64 |
| Figure II-6 : Micro-tronçonneuse. | 66 |

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure II-7 : Un morceau de l'alliage ternaire A-1. | 66 |
| Figure II-8 : Polisseuse. | 66 |
| Figure II-9 : Microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 WD. | 67 |
| Figure II-10 : Poire d'interaction électrons primaires / échantillon. | 69 |
| Figure II-11 : Microscope électronique à balayage (MEB) FEI Quanta 250. | 69 |
| Figure II-12 : Schéma d'un diffractomètre à compteur. | 71 |
| Figure II-13 : Diffractomètre de type PANALYTICAL Empyrean. | 72 |
| Figure II-14 : Schéma d'une tête de mesure d'une DSC. | 73 |
| Figure II-15 : Dispositif expérimental utilisé pour les mesures de la DSC. | 74 |
| Figure II-16 : Cycle de mesure chauffe-refroidissement | 74 |

Chapitre III

| Figure | page |
|---|------|
| Figure III-1 : Echantillon A-1 1ere élaboration. Grossissement x50. | 78 |
| Figure III-2 : micrographie optique de l'échantillon A-1 2eme élaboration. Grossissement x100. | 79 |
| Figure III-3 : micrographie optique de l'échantillon A-1 3eme élaboration. Grossissement x100 | 79 |
| Figure III-4 : micrographie optique de l'échantillon A-1. Grossissement x100. | 80 |

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure III-5 : micrographie optique de l'échantillon A-1. Grossissement x200 et x500. | 81 |
| Figure III-6 : micrographie optique de l'échantillon A-2. Grossissement x100. | 82 |
| Figure III-7 : micrographie optique de l'échantillon A-2. Grossissement x200. | 83 |
| Figure III-8 : micrographie optique de l'échantillon A-2. Grossissement x1500. | 84 |
| Figure III-9 : micrographie optique de l'échantillon C-3. Grossissement x50. | 85 |
| Figure III-10 : micrographie optique de l'échantillon C-3 pour des grossissements différents. | 86 |
| Figure III-11 : micrographie optique de l'échantillon C-4. Grossissement x100. | 87 |
| Figure III-12 : micrographie optique de l'échantillon C-4. Grossissement x200. | 88 |
| Figure III-13 : micrographie optique de l'échantillon C-4. Grossissement x1000 et x1500. | 88 |
| Figure III-14 : Observation par MEB de l'échantillon A-1. | 89 |
| Figure III-15 : Observation par MEB de l'échantillon A-1. | 90 |
| Figure III-16 : Observation par MEB de l'échantillon A-1. | 91 |
| Figure III-17 : Observation par MEB de l'échantillon A-1 montrant les deux types de précipités présents. | 91 |
| Figure III-18 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-1 montrant la zone étudiée. B : Cartographie de la zone étudiée d'A-1 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents. | 94 |
| Figure III-19 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-1. B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé. | 95 |

Liste des figures

| | |
|---|-----|
| Figure III-20 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-1. B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé. | 96 |
| Figure III-21 : Spectre résultant de l'analyse EDX A-1. | 97 |
| Figure III-22 : Observation par MEB de l'échantillon A-2 montrant les trois types de phases présentes. | 99 |
| Figure III-23 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-2 montrant la zone étudiée. B : Cartographie de la zone étudiée d'A-1 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents. | 100 |
| Figure III-24 : Spectre résultant de l'analyse EDX A-2. | 101 |
| Figure III-25 : Observation par MEB de la zone étudiée pour l'échantillon A-2. | 101 |
| Figure III-26 : Spectre résultant de l'analyse EDX A-2 pour la zone étudiée. | 102 |
| Figure III-27 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-2. B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé. | 103 |
| Figure III-28 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-2. B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé. | 104 |
| Figure III-29 : Observation par MEB de l'échantillon C-3. | 105 |
| Figure III-30 : Observation par MEB de l'échantillon C-3 montrant une surface quasiment évidé de ports. | 106 |
| Figure III-31 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-3 montrant la zone étudiée. B : Cartographie de la zone étudiée de C-3 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents. | 107 |
| Figure III-32 : spectre résultant de l'analyse EDX C-3. | 108 |
| Figure III-33 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-3. B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé. | 109 |
| Figure III-34 : Observation par MEB de l'échantillon C-4. | 110 |

Liste des figures

| | |
|---|-----|
| Figure III-35 : Observation par MEB de l'échantillon C-4. | 111 |
| Figure III-36 : Observation par MEB de l'échantillon C-4. | 112 |
| Figure III-37 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-4 montrant la zone étudiée. B : Cartographie de la zone étudiée de C-4 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents. | 113 |
| Figure III-38 : spectre résultant de l'analyse EDX C-4. | 114 |
| Figure III-39 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-4. B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé. | 115 |
| Figure III-40 : Spectre de diffraction échantillon A-1. | 116 |
| Figure III-41 : Pics identifiés sur le spectre de diffraction A-1. | 117 |
| Figure III-42 : Spectre de diffraction indexé A-1. | 120 |
| Figure III-43 : Spectre de diffraction pour deux autres nuances similaires qu'A-1. | 121 |
| Figure III-44 : Spectre de diffraction pour A-2. | 122 |
| Figure III-45 : Spectre de diffraction indexé A-2. | 125 |
| Figure III-46 : Spectre de diffraction échantillon C-3. | 126 |
| Figure III-47 : Spectre de diffraction indexé C-3. | 128 |
| Figure III-48 : Spectre de diffraction échantillon C-4. | 129 |
| Figure III-49 : Spectre de diffraction indexé C-4. | 130 |

Liste des figures

| | |
|---|-----|
| Figure III-50 : Courbe DSC pour une vitesse de 5°C/min A-1. | 131 |
| Figure III-51 : Courbe DSC pour une vitesse de 13°C/min A-1. | 132 |
| Figure III-52 : Courbe DSC pour une vitesse de 5°C/min A-1 montrant les deux cycles séparément. | 133 |
| Figure III-53 : Zoom sur la courbe DSC A-1 pendant le chauffage pour une vitesse de 5°C/min. | 134 |
| Figure III-54 : Zoom sur la courbe DSC A-1 pendant le refroidissement pour une vitesse de 5°C/min. | 135 |
| Figure III-55 : Courbe DSC A-2 pour une vitesse de 5°C/min. | 136 |
| Figure III-56 : Courbe DSC A-2 pendant le chauffage pour une vitesse de 5°C/min. | 137 |
| Figure III-57 : Courbe DSC C-3 pour une vitesse de 30°C/min. | 138 |
| Figure III-58 : Courbe DSC C-4 pendant le chauffage pour une vitesse de 30°C/min. | 139 |
| Figure III-59 : Courbe DSC C-4 pour une vitesse de 30°C/min. | 140 |
| Figure III-60 : Courbe DSC C-4 pendant le chauffage pour une vitesse de 30°C/min. | 140 |

Table des matières

Table des matières

| | |
|--|----|
| Introduction générale | 1 |
| CHAPITRE I- ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE | 5 |
| I.1 Généralités | 5 |
| I.1.1 L'aluminium pur | 5 |
| I.1.1.1 Propriétés de l'aluminium pur | 6 |
| I.1.1.2 Grades de pureté de l'aluminium pur | 7 |
| I.1.1.3 Formation des phases intermétalliques | 7 |
| I.1.1.4 Classification des alliages d'aluminium | 8 |
| I.1.1.5 Désignation des alliages d'aluminium | 9 |
| I.1.1.6 Désignation des états métallurgiques | 10 |
| I.1.1.7 Domaine d'utilisation des alliages d'aluminium | 11 |
| I.1.2 Le Cuivre pur | 12 |
| I.1.2.1 Propriétés du cuivre pur | 13 |
| I.1.2.2 Grades de pureté de | 14 |
| I.1.2.3 Classification des alliages de cuivre | 15 |
| I.1.2.4 Désignation des alliages de cuivre | 16 |
| I.1.2.5 Domaines d'utilisation du cuivre | 16 |
| I.1.3 Le Zinc pur | 18 |
| I.1.3.1 Propriété du Zinc pur | 18 |
| I.1.3.2 Domaines d'utilisation du Zinc | 19 |
| I.2 Les alliages Al-Cu-Zn | 20 |
| I.2.1 Les alliages binaires | 20 |

Table des matières

| | |
|---|----|
| I.2.1.1 Les alliages Al-Zn | 20 |
| I.2.1.1.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Zn | 21 |
| I.2.1.1.2 Microstructure des alliages Al-Zn | 23 |
| I.2.1.2 Les alliages Al-Cu | 25 |
| I.2.1.2.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu | 26 |
| I.2.1.2.2 Microstructure des alliages Al-Cu | 29 |
| I.2.1.3 Les alliages Cu-Zn | 32 |
| I.2.1.3.1 Diagramme d'équilibre des alliages Cu-Zn | 32 |
| I.2.2 Les alliages Al-Cu-Zn | 34 |
| I.2.2.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu-Zn | 34 |
| I.2.2.2 Microstructure des alliages Al-Cu | 38 |
| I.3 Notions de solidification | 40 |
| I.3.1 Définitions | 40 |
| I.3.1.1 Une phase | 40 |
| I.3.1.2 Solutions solides | 40 |
| I.3.1.3 Grains | 41 |
| I.3.1.4 Joints de grains | 41 |
| I.3.2 Solidification des alliages métalliques | 41 |
| I.3.2.1 Germination | 41 |
| I.3.2.2 Croissance | 42 |
| I.3.3 Morphologie de structures solidifiées | 42 |
| I.3.3.1 Zone de peau | 42 |
| I.3.3.2 Zone basaltique | 42 |
| I.3.3.3 Zone centrale | 42 |

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| I.3.3.4 Microstructures dendritiques _____ | 43 |
| I.3.4 Durcissement structural des alliages _____ | 44 |
| I.3.4.1 Etapes du traitement thermique _____ | 44 |
| I.3.4.1.1 Mise en solution _____ | 44 |
| I.3.4.1.2 Trempe _____ | 44 |
| I.3.4.1.3 Vieillissement _____ | 45 |
| I.3.4.2 Séquences de précipitation et zones GP _____ | 45 |
| I.3.4.2.1 Zones de Guinier-Preston _____ | 46 |
| I.3.4.2.2 Précipitations de phases de transition _____ | 46 |
| I.3.4.2.3 Précipitation des composés stables _____ | 47 |
| I.3.4.3 Evolution des propriétés mécaniques _____ | 47 |
| I.3.4.3.1 Augmentation de la dureté _____ | 47 |
| I.3.4.3.2 Un maximum de dureté _____ | 47 |
| I.3.4.3.3 Décroissance de la dureté _____ | 47 |
| I.4 Références bibliographiques du chapitre I _____ | 49 |
| | |
| CHAPITRE II- MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES _____ | 57 |
| II.1 Matériaux étudiés et élaboration _____ | 57 |
| II.1.1 Composition chimique des alliages étudiés _____ | 57 |
| II.1.2 Elaboration des alliages par fusion haute fréquence (HF) _____ | 59 |
| II.1.2.1 Principe du chauffage par induction magnétique _____ | 59 |
| II.1.2.2 Élaboration des alliages _____ | 61 |
| II.2 Techniques expérimentales _____ | 65 |
| II.2.1 Préparation métallographique _____ | 65 |

Table des matières

| | |
|---|------------|
| □ Tronçonnage | 65 |
| □ Enrobage | 65 |
| □ Polissage | 65 |
| □ Attaque chimique | 65 |
| II.2.2 Microscopie optique (M.O) | 67 |
| II.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB) | 68 |
| II.2.3.1 Principe | 68 |
| II.2.3.2 Caractéristiques techniques du MEB | 69 |
| II.2.4 Diffraction des rayons X (DRX) | 70 |
| II.2.4.1 Principe | 70 |
| II.2.4.2 Mesure et appareillage | 71 |
| II.2.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) | 72 |
| II.2.5.1 Principe de fonctionnement de la DSC | 72 |
| II.2.5.2 Appareillage et mesure | 73 |
| Références bibliographiques du chapitre II : | 75 |
| CHAPITRE III- RESULTATS ET DISCUSSION | 78 |
| III.1 Microscopie optique (M.O) | 78 |
| III.2 Microscopie électronique à balayage (MEB) | 89 |
| III.3 Diffraction des rayons-X | 116 |
| III.4 Calorimétrie différentielle à balayage DSC | 131 |
| III.5 Références bibliographique | 141 |
| Conclusion générale | 143 |

Introduction générale

Introduction générale

Les alliages Al-Cu-Zn sont des alliages très réputés en industrie. Le besoin d'utiliser ces alliages explique le grand intérêt que les chercheurs leur accordent par l'étude des différentes nuances qui découlent de ce système. L'approfondissement des analyses de ses alliages se voit par conséquent nécessaire pour pouvoir établir une relation de causalité entre leurs propriétés microscopiques, en d'autres termes microstructurales, et les mécanismes menant aux propriétés macroscopiques que ces matériaux exhibent.

La fusion haute fréquence, sous induction magnétique, est l'une des procédés d'élaboration exceptionnelle. Cette méthode, qui utilise des variations cycliques d'un champ magnétique pour faire fondre un matériau, permet une solidification rapide et l'obtention de phases hors d'équilibre à basse température. Chose qui, de par l'intérêt industriel, constitue un sacré défi pour les chercheurs pour comprendre les processus menant à un tel état.

L'étude de différentes nuances du système Al-Cu-Zn, élaborées par fusion haute fréquence sous induction magnétique, fut donc l'objet de notre travail. Quelques compositions, du côté riche en aluminium et du côté riche en cuivre, avec addition de zinc ont été élaborées et étudiés intensivement.

Le défi lancé dans ce travail était de prouver d'une manière incontestable la possibilité de mettre en évidence la transmutation du Si à partir de l'Al. Parvenir donc à maîtriser les paramètres d'élaboration, menant à un tel résultat, et pouvoir reproduire les mêmes résultats est donc une preuve indéniable que notre travail est mondialement le premier à pouvoir mettre en évidence cette transmutation.

Le présent travail est divisé en trois chapitres dont le premier consiste en une étude bibliographique sur les alliages Aluminium-Cuivre-Zinc et suivi de brèves définitions de quelques notions utiles pour la bonne compréhension du contenu.

Le second chapitre s'intéresse à la description du principe de fonctionnement du procédé d'élaboration utilisé, à l'exposition des matériaux étudiés et à la présentation des différentes techniques de caractérisation employées dans l'investigation de leur microstructures.

Le dernier chapitre est consacré à l'exhibition et à la discussion des données récoltées, des différentes techniques expérimentales appliquées, pour la caractérisation des alliages étudiés. Le chapitre est suivi d'une conclusion générale qui découle de l'interprétation de l'ensemble des résultats.

Chapitre I

Etude bibliographique

CHAPITRE I- ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1 Généralités

I.1.1 L'aluminium pur

- I.1.1.1 Propriétés de l'aluminium pur
- I.1.1.2 Grades de pureté de l'aluminium pur
- I.1.1.3 Formation des phases intermétalliques
- I.1.1.4 Classification des alliages d'aluminium
- I.1.1.5 Désignation des alliages d'aluminium
- I.1.1.6 Désignation des états métallurgiques
- I.1.1.7 Domaine d'utilisation des alliages d'aluminium

I.1.2 Le Cuivre pur

- I.1.2.1 Propriétés du cuivre pur
- I.1.2.2 Grades de pureté de
- I.1.2.3 Classification des alliages de cuivre
- I.1.2.4 Désignation des alliages de cuivre
- I.1.2.5 Domaines d'utilisation du cuivre

I.1.3 Le Zinc pur

- I.1.3.1 Propriété du Zinc pur
- I.1.3.2 Domaines d'utilisation du Zinc

I.2 Les alliages Al-Cu-Zn

I.2.1 Les alliages binaires

I.2.1.1 Les alliages Al-Zn

- I.2.1.1.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Zn
- I.2.1.1.2 Microstructure des alliages Al-Zn

I.2.1.2 Les alliages Al-Cu

- I.2.1.2.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu
- I.2.1.2.2 Microstructure des alliages Al-Cu

I.2.1.3 Les alliages Cu-Zn

- I.2.1.3.1 Diagramme d'équilibre des alliages Cu-Zn

I.2.2 Les alliages Al-Cu-Zn

- I.2.2.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu-Zn

I.2.2.2 Microstructure des alliages Al-Cu

I.3 Notions de solidification

I.3.1 Définitions

I.3.1.1 Une phase

I.3.1.2 Solutions solides

I.3.1.3 Grains

I.3.1.4 Joints de grains

I.3.2 Solidification des alliages métalliques

I.3.2.1 Germination

I.3.2.2 Croissance

I.3.3 Morphologie de structures solidifiées

I.3.3.1 Zone de peau

I.3.3.2 Zone basaltique

I.3.3.3 Zone centrale

I.3.3.4 Microstructures dendritiques

I.3.4 Durcissement structural des alliages

I.3.4.1 Etapes du traitement thermique

I.3.4.1.1 Mise en solution

I.3.4.1.2 Trempe

I.3.4.1.3 Vieillissement

I.3.4.2 Séquences de précipitation et zones GP

I.3.4.2.1 Zones de Guinier-Preston

I.3.4.2.2 Précipitations de phases de transition

I.3.4.2.3 Précipitation des composés stables

I.3.4.3 Evolution des propriétés mécaniques

I.3.4.3.1 Augmentation de la dureté

I.3.4.3.2 Un maximum de dureté

I.3.4.3.3 Décroissance de la dureté

I.4 Références bibliographiques du chapitre I

Chapitre I- Etude bibliographique

Ce chapitre consiste en une étude bibliographique générale sur les alliages, binaires et ternaires, obtenues par la combinaison des trois éléments Al, Cu et Zn.

La première partie de ce chapitre décrit, d'une manière générale, les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des éléments purs Al, Cu et Zn.

La deuxième partie servira à décrire brièvement les essentielles propriétés des alliages binaires, Al-Cu, Al-Zn et Cu-Zn, et ternaires Al-Cu-Zn et Cu-Al-Zn d'une part, et d'autre part, leurs diagrammes de phases et les principaux domaines d'applications de ces matériaux.

La troisième partie de ce chapitre sera consacrée à la description des notions de base de solidification, lente et rapide, pour mettre au clair les concepts nécessaires à la bonne compréhension des chapitres suivants.

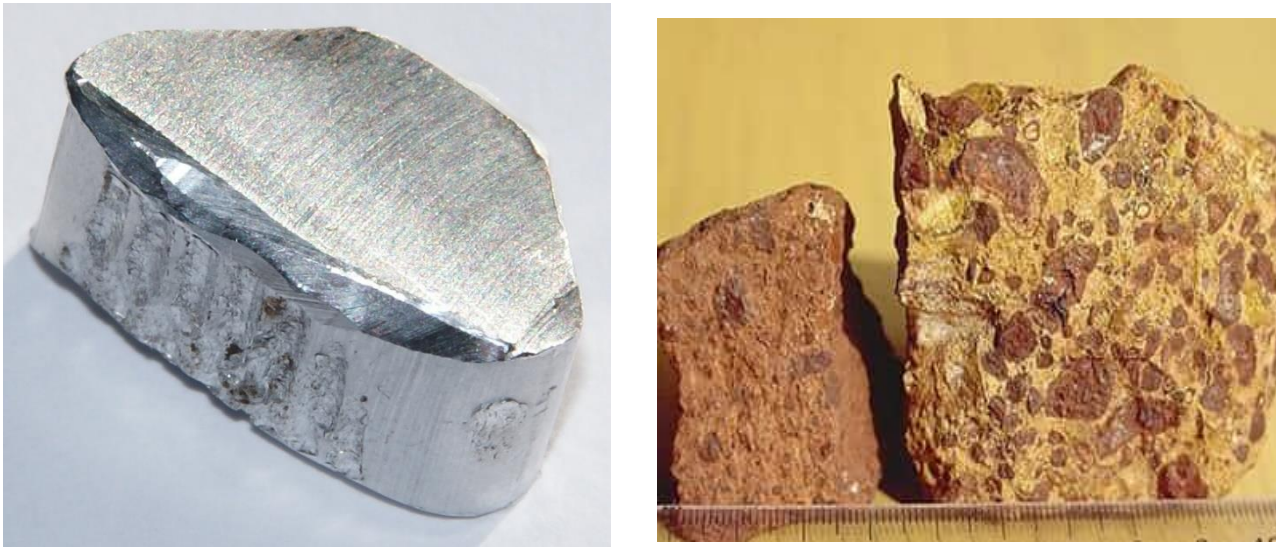
I.1 Généralités

I.1.1 L'aluminium pur

L'aluminium est un élément chimique portant le symbole Al et le numéro atomique 13. Il s'agit d'un métal blanc argenté, léger, mou et ductile. L'aluminium est un élément très abondant qui occupe le troisième rang après l'oxygène et le silicium représentant environ 8% de la masse de l'écorce terrestre [1], [2].

Le minerai de base le plus utilisé à partir duquel on extrait l'aluminium (présenté sur la Figure I-1- A) est la bauxite (Figure I-1 B) [3]. La production de l'aluminium passe par trois étapes : l'exploitation des mines, l'extraction de l'alumine (Al_2O_3) et sa réduction qui peut être faite suivant deux voies : par voie chimique ou électrolytique [4]. La roche de bauxite est riche en aluminium, mais, le caractère très réducteur du métal pose beaucoup de difficultés pour sa préparation [1].

Bien que son minerai soit abondant [4], le coût relativement élevé du métal pur limite son utilisation en industrie, malgré des propriétés intéressantes. En tonnage, sa production ne représente qu'environ 2% de celle des aciers. L'aluminium, et ses alliages qui en dérivent, occupent ainsi la deuxième place après le fer concernant l'emploi des matériaux métalliques dans la construction de différentes pièces [5].



-A-

-B-

Figure I-1 : A : le métal d'aluminium pur. B : la bauxite le minerai d'aluminium.

I.1.1.1 Propriétés de l'aluminium pur

Les propriétés que présente l'aluminium à l'état pur varient en fonction de plusieurs paramètres tels que la température, la présence des impuretés... Parmi ces propriétés nous citons :

- ♦ **Structure cristalline** : l'aluminium pur cristallise sous une structure cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a \approx 0,40414$ nm à la température ambiante, $a \approx 0,404963$ nm à 25°C et de $0,40952$ nm à 400°C . Notons que, à l'état cristallin, l'aluminium pur ne présente pas de variations allotropiques en fonction de la température.
- ♦ **Changement d'états** : la fusion se fait à $\approx 660,02^\circ\text{C}$ et son ébullition à $\approx 2480^\circ\text{C}$, sous la pression normale.[2], [6].
- ♦ **Conductivité** : comparé au cuivre, l'aluminium conduit bien la chaleur et l'électricité. Commercialement pur, sa conductivité thermique est environ 60% de celle du cuivre [2], [5], [6], [7] et 62% concernant la conductivité électrique [1], [2], [5], [8], [9].
- ♦ **Résistance à la corrosion** : par son comportement, l'aluminium fait penser à un métal inoxydable, pourtant, c'est le fait qu'il soit très réducteur et donc facilement oxydable qui lui confère cette propriété [1]. Suite à la formation d'une couche d'oxyde (Al_2O_3) qui se forme, et se reforme naturellement et instantanément au contact de l'air, les alliages d'aluminium

résistent relativement bien à la corrosion [2], [3], [10]. On peut aussi rendre cette couche de passivation plus épaisse par anodisation [3], [5].

♦ **Propriétés mécaniques** : l'aluminium pur a des propriétés mécaniques faibles ce qui limite son usage industriel [3], il est mou et peu tenace. On peut toutefois améliorer ces propriétés par des traitements thermiques, mécaniques...[5].

♦ **Propriétés de mise en forme** : avec une température de fusion relativement basse, l'aluminium présente un avantage certain pour les opérations de fonderies. D'autre part, son excellente ductilité lui confère une facilité de mise en forme à l'état solide [5].

♦ **Masse volumique** : il s'agit de la propriété la plus remarquable. La densité, calculée théoriquement, de ce métal est de $2,698\text{g/cm}^3$ à la température ambiante, soit trois fois moins que celle des aciers [2], [8], [10]. Les alliages d'aluminium, et notamment les alliages à durcissement structural, assurent un excellent compromis densité/propriétés mécaniques [11].

Il existe encore une propriété, non physique, qui a de nos jours pris une importance majeure, c'est la possibilité de recycler près de 85% de l'aluminium sans perdre ses qualités [12], [13].

I.1.1.2 Grades de pureté de l'aluminium pur

Tout corps différent de l'élément métallique de base est considéré comme impureté. Pour l'aluminium, ces corps étrangers proviennent soit du minerai ou du mode d'élaboration. Les principales impuretés rencontrées sont le Fe, Si, Zn et le Ga mais aussi le Ti, V, Mn et Cu comme contaminations minoritaires [2], [8]. Suivant la fraction des impuretés, l'aluminium pur est classé entre la pureté extrême (99,9999%Al) et la pureté primaire ou commerciale (99%Al) [2], [14]. Ces matériaux sont classés dans une série, la série 1XXX, où on attribue pour chaque matériau un code qui indique son grade de pureté.

I.1.1.3 Formation des phases intermétalliques

La pureté ultra-haute de l'aluminium est obtenue en combinant le processus électrolytique et la purification par la méthode de la zone fondue (basée sur le phénomène de ségrégation) [2], [15]. Cependant il est impossible d'éliminer complètement toutes les impuretés, des contaminations résiduelles telles que le Fe et le Si qui restent toujours présentes [16]. Ces impuretés peuvent se dissoudre dans la matrice et forment donc une solution solide, ou bien, précipitent en formant des composés intermétalliques.

Les intermétalliques, stables ou métastables, souvent rencontrés dans l'aluminium pur sont : FeAl_3 , FeAl_6 , Fe_9Al_2 , $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$, $\text{Fe}_3\text{Si}_2\text{Al}_{12}$, $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$... [8], [14], [15], [16].

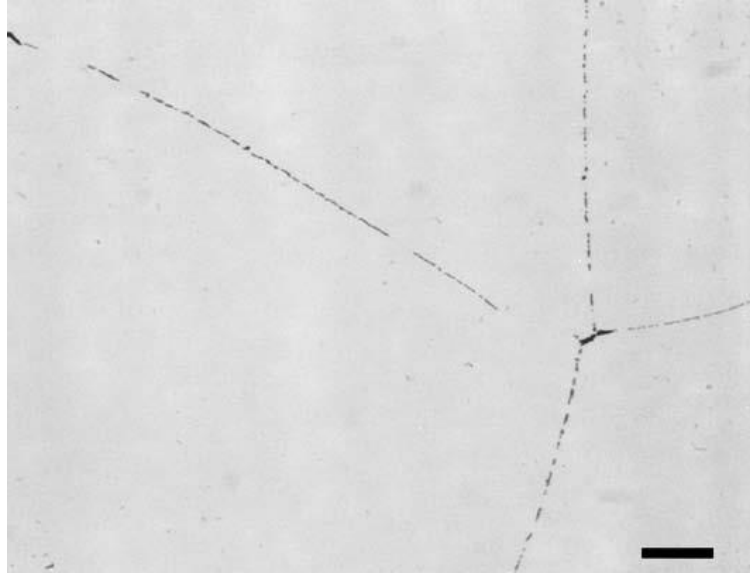


Figure I-2: Aluminium super pur. La taille de la barre d'échelle est de 20 μm .
Microstructure montrant des insolubles précipités FeAl_3 sur les joints de grains [16].

I.1.1.4 Classification des alliages d'aluminium

Les éléments d'addition principaux sont le cuivre, le manganèse, le silicium, le magnésium et le zinc. D'autres éléments peuvent être ajoutés en petite quantité pour améliorer certaines propriétés spécifiques. Un système de désignation a été, donc, développé par l'association américaine "Aluminum association" pour distinguer les différents alliages (tableau I-1, I-2) [2].

L'aluminium et ses alliages sont divisés en deux grandes classes suivant le procédé appliqué pour la mise en forme des produits. Chacune des deux classes comporte des séries [2] :

- alliages de corroyage : la mise en forme des produits se fait par un processus de déformations plastiques des lingots ou billettes tels que : le laminage, le forgeage, l'extrusion... [13].
- alliages de fonderie : le métal fondu est coulé, par gravité ou sous pression, dans un moule dont la cavité reproduit la forme souhaitée. La forme finale ou quasifinale des pièces est obtenue après démoulage sans subir de déformations plastiques [5].

Certains alliages répondent aux traitements thermiques de durcissement [10] tandis que d'autres se voient insensibles à ceux-ci. Une distinction supplémentaire, essentiellement pour les alliages corroyés, est donc faite suivant le principal mécanisme responsable de l'amélioration des propriétés mécaniques [10], on note : les alliages à durcissement structural (traitables thermiquement) et les alliages sans durcissement structural (non traitables thermiquement) [10].

Les alliages corroyés non traitables thermiquement sont les alliages des séries 1XXX, 3XXX, 4XXX et 5XXX. D'autre part, les alliages traitables thermiquement sont les alliages 2XXX, quelques-uns de la série 4XXX, 6XXX et 7XXX [2].

Les alliages de fonderie traitables thermiquement sont ceux des séries 2XX, 3XX et 7XX [10].

I.1.1.5 Désignation des alliages d'aluminium

Un nombre composé de quatre chiffres est attribué pour chaque matériau pour désigner les alliages corroyés et un nombre de trois chiffres suivi d'une décimale pour ceux de fonderies. Dans les deux cas, le premier chiffre indique l'élément d'addition principal et définit donc la série de l'alliage. Les autres chiffres servent à renseigner sur les modifications dans l'alliage de base et de spécifier ce dernier dans la série (Tableaux I.1 et I.2) [2]. Une exception est accordée à la série 1XXX où les autres chiffres indiquent la pureté garantie du matériau [3].

Tableau I-1 : désignation des alliages d'aluminium corroyés [2].

| Séries | Eléments d'addition principaux |
|--------|--------------------------------|
| 1XXX | > 99% Aluminium |
| 2XXX | Cuivre |
| 3XXX | Manganèse |
| 4XXX | Silicium |
| 5XXX | Magnésium |
| 6XXX | Magnésium et Silicium |
| 7XXX | Zinc |
| 8XXX | Autres éléments |

Tableau I-2 : désignation des alliages d'aluminium de fonderies [2].

| Séries | Eléments d'addition principaux |
|--------|------------------------------------|
| 1XX.X | > 99% Al |
| 2XX.X | Cuivre |
| 3XX.X | Silicium et Cuivre et/ou Magnésium |
| 4XX.X | Silicium |
| 5XX.X | Magnésium |
| 6XX.X | - |
| 7XX.X | zinc |
| 8XX.X | Etain |
| 9XX.X | Autres éléments |

I.1.1.6 Désignation des états métallurgiques

La désignation des alliages d'aluminium est incomplète si on ne spécifie pas l'état métallurgique du matériau (trempé, recuit, écroui...) [2]. Le système de désignation inventé indique les séquences des traitements mécaniques, thermiques ou thermomécaniques appliqués au matériau [8].

Cette spécification suit toujours la désignation du matériau avec un trait d'union qui sépare les deux (par exemple 2014-T6) [13]. Les désignations de l'état métallurgique sont valables pour tous les alliages de fonderie ou corroyés [5].

Le premier caractère dans cette désignation est une lettre majuscule qui définit la classe générale du traitement [13]. Une subdivision des états est désignée, ajoutée de plus que la désignation principale au besoin, par un ou plusieurs chiffres après le caractère principal pour spécifier les séquences de traitement [8].

La désignation TX52, par exemple, nous informe que le matériau, après avoir subi un traitement thermique, a été soumis à des contraintes de compression pour soulager les contraintes internes résiduelles de la trempe.

Tableau I-3 : désignation des états métallurgiques et quelques subdivisions [2], [5], [8], [13].

| |
|--|
| F : état brut de fabrication |
| O : état recuit et recristallisé |
| H : état écroui. Suivi de deux chiffres, le premier indique les opérations de base et le deuxième 'X' (varie de 1 à 9) indique le degré d'écrouissage. H1X : écroui seulement H2X : écroui et partiellement recuit H3X : écrouissage suivi d'une stabilisation HX1 : nuance la moins dure HX2 : nuance 1/4 dure HX4 : nuance 1/2 dure HX8 : nuance 4/4 dure HX9 : nuance extra-dure |
| W : trempe après un traitement de mise en solution |
| T : traité thermiquement, toujours suivi par un ou plusieurs chiffres. Le premier indique les séquences du traitement, les autres, indiquent les variations dans le traitement de base et les soulagements des contraintes T1 : trempe après mise en forme à chaud, vieilli à la température ambiante T3 : mise en solution, écrouissage et vieillissement naturel (à la température ambiante) T9 : mise en solution, vieillissement artificiel puis écroui à froid T10 : écroui à froid après trempe d'une mise en forme à chaud, vieillissement artificiel TX52 : soulagement des contraintes par compression |

I.1.1.7 Domaine d'utilisation des alliages d'aluminium

Les propriétés que présente l'aluminium à l'état pur ou allié ont fait de lui un matériau irremplaçable pour une large gamme d'applications. Il en reçoit de nombreuses dans l'industrie alimentaire, la construction, industrie électrique, industrie automobile...[17].

L'utilisation des alliages d'aluminium s'impose surtout dans le domaine du transport, plus précisément le domaine aéronautique, où on cherche à réduire au maximum la masse à vide des systèmes afin d'augmenter la charge utile [5], [18].

I.1.2 Le Cuivre pur

Le cuivre, l'élément chimique portant le symbole Cu et le numéro atomique $Z = 29$, est un métal à couleur rougeâtre connu depuis l'antiquité. Sa découverte date tellement que l'on considère que ce métal a significativement contribué à l'avancement des anciennes civilisations humaines [19].

Le minerai principal, qui représente 80% des ressources de cuivre, à partir duquel cet élément est extrait, est la chalcopryrite (Figure I-3). Ce minerai contient plusieurs composés, sous forme de sulfure, notamment : CuFeS_2 , Cu_5FeS_4 , CuS et le Cu_2S où pour extraire le cuivre (Figure I-4) de ces derniers on procède aux voies pyrométallurgiques, hydrométallurgiques ou électrométallurgiques [20].

Le raffinement se fait par l'une ou par la combinaison des trois voies pour des raisons revenant à la nature de minerai ou pour atteindre des puretés élevées nécessaires aux applications de pointe ou la présence des impuretés résiduelles peuvent largement influencer les propriétés finales qu'on vise [20], [21].



Figure I-3 : La chalcopryrite –minerai principal de cuivre-.

Bien qu'il soit peu abondant, classé 29^{ème} avec une fraction de 60 mg/Kg dans l'écorce terrestre, le cuivre et ses alliages sont commercialement classés 3^{ème}, après les alliages ferreux et ceux à base d'aluminium, en terme de production et utilisation en industrie [10], [21]

I.1.2.1 Propriétés du cuivre pur

Les excellentes propriétés que présente le cuivre à l'état pur, notamment sa conductivité et sa conductibilité, le rend un métal très répandu pour plusieurs domaines d'application. Plus loin, le fait qu'il soit facile à allier permet la large modification de ses propriétés suivant le besoin et les exigences de chaque domaine.

Les propriétés les plus remarquables nous citons :

- ♦ **Structure cristalline** : Le cuivre cristallise sous une structure cubique à faces centrées avec un paramètre de maille $a \approx 0,361$ nm à la température ambiante [6][21].

Rappelons que le cuivre, non allié, ne présente aucune variation allotropique en fonction de la température.

- ♦ **Masse volumique** : Son métal pur présente une masse volumique, à la température ambiante, d'environ $8,93$ g/cm³ [6], [10]. Cette dernière est relativement légère mais toujours appréciable par rapport à l'aluminium.

- ♦ **Changement d'états** : La température de fusion du cuivre fluctue autour de 1083 C° suivant la nature les impuretés présentes qui résident du processus d'extraction [10]. En outre, sa température d'ébullition est d'environ 2694 C° [21].

Quoiqu'elle soit faible, par rapport à d'autres éléments tel que le Chrome, la température de ce métal reste élevée comparée à celle d'aluminium.



Figure I-4 : lingot en cuivre 99,9% pur.

♦ **Conductivité** : Le cuivre est certainement le métal le plus utilisé quand une conductivité électrique ou thermique élevée est requise, allant jusqu'à près de la moitié de cuivre mondialement produit est utilisée pour sa conductivité [10]. Ce métal est si connu pour sa conductivité que l'association internationale des sociétés de classification (The International Association of Classification Societies (IACS) en anglais) a établi la norme pour la conductivité suivant la conductivité de ce métal [10], [21]. Ses deux excellentes propriétés sont essentiellement dues aux électrons [22].

A température ambiante, les propriétés de conduction du cuivre sont tellement exceptionnelles que seulement le métal d'Argent les dépasse d'environ 5% [23].

♦ **Résistance à la corrosion** : Plusieurs applications du cuivre, et des alliages qui en découlent, dépendent de la bonne résistance à la corrosion que présente ce dernier. Bien qu'il soit inférieure aux métaux nobles, tels que le Titanium, l'Argent...etc., le cuivre présente toujours une résistance à la corrosion utile pour beaucoup de champ d'utilisation [21], [23].

La résistance à la corrosion peut être significativement améliorée en alliant le cuivre avec d'autres éléments pour répondre aux exigences de chaque domaine [21], [23].

♦ **Propriétés mécaniques** : A l'état pur, le cuivre est un métal ductile, mou et tenace. La dureté de ce métal, par ailleurs, est faible et nécessite l'addition d'autres éléments d'alliage avec des traitements thermiques spécifiques pour l'améliorer [23].

I.1.2.2 Grades de pureté de

Le cuivre est commercialisé en plusieurs grades de puretés, tout dépend de l'application à laquelle il est destiné. Les impuretés résiduelles dans la matrice proviennent généralement du minerai de base ou du mode de raffinement.

A l'issue de l'extraction et le mode de raffinement, les impuretés résiduelles peuvent être différentes en termes de nature et de concentration. Celles les plus souvent rencontrées dans la matrice du cuivre, en général, sont l'Oxygène, le Carbone, le Soufre, le Fer, le Zinc ...etc, et d'autres éléments en très faible teneur tels que le tellure, le zirconium... [20], [21].

La pureté de ce matériau peut varier, suivant le processus appliqué, de 98,5% Cu à 99,99% Cu désignés avec un C suivit d'un nombre de chiffres pour différencier les grades de pureté comme par exemple : (C10100) contenant 99,99% Cu, C15815 avec au moins 99% Cu, C15000 contenant 0,13 – 0.2 % Zr...[10], [21].

I.1.2.3 Classification des alliages de cuivre

Les alliages de cuivre sont classés en deux grandes familles : les alliages de fonderie et les alliages corroyés. Cette classification est faite en fonction de leur utilisation et suivant le processus de mise en forme [21].

♦ **Les alliages corroyés** : où la mise en forme des produits se fait par un processus de déformations plastiques.

Ces alliages sont divisés en six groupes en fonction des éléments d'alliage principaux additionnés. Notons : le cuivre pur, les alliages de cuivre dilués, les laitons qui sont des alliages Cu-Zn, les bronzes avec le Sn comme élément d'addition principal, les alliages cuivre-nickel et les alliages cuivre-nickel-argent [10].

Le but de l'ajout de ces éléments est d'optimiser la dureté, la ductilité ou la stabilité thermique des matériaux sans autant provoquer une perte inacceptable des propriétés de conduction, électrique et thermique, ou de la résistance à la corrosion [10].

Certains de ces alliages corroyés sont des alliages à durcissement structural où les pièces, après avoir été mises en forme, subissent un traitement thermique spécifique pour augmenter leurs propriétés mécaniques [10].

♦ **Les alliages de fonderie** : où le métal fondu est coulé, par gravité ou sous pression, dans un moule dont la cavité reproduit la forme souhaitée. La forme finale ou quasifinale des pièces est obtenue après démoulage. Le métal coulé en lingots discrets peut ensuite être étiré en fil ou transformé en tiges. Dans les temps moderne, le cuivre fondu peut être introduit dans un moule mobile ou il sera coulé puis solidifié sous forme de barre qui sera ensuite laminée ou, d'une manière générale, façonnée [23].

Ces alliages sont sélectionnés pour leurs propriétés de résistance à la corrosion en premier degré ou pour la combinaison des deux propriétés de résistance à la corrosion et mécaniques. Ces alliages présentent une bonne coulabilité et des propriétés tribologiques favorables [10].

Les compositions des alliages de cuivre coulés peuvent différer de celles de leurs homologues corroyés pour diverses raisons. La coulée permet, d'une manière générale, une plus grande latitude dans l'utilisation des éléments d'alliage car les effets de la composition sur les propriétés d'écrouissage, à chaud ou à froid, ne sont pas importants. Néanmoins, la présence des impuretés et le déséquilibre entre certains éléments d'addition peuvent considérablement affecter la coulabilité de ces alliages donnant des pièces moulées de qualité médiocre [10].

I.1.2.4 Désignation des alliages de cuivre

Le système de numérotation unifié UNS (Unified Numbering Systems en anglais) a attribué au cuivre et ses alliages une désignation d'un nombre de cinq chiffres précédé par la lettre C. Le format utilisé par l'UNS est le même ancien format à trois chiffres, de l'association de développement de cuivre (Copper Development Association's), mais élargi pour permettre l'accueil de nouvelles nuances [10].

Les désignations, suivant le système UNS, ayant des chiffres allant de C100000 à C79999 sont attribuées aux alliages corroyés. Par ailleurs, on attribue aux alliages de fonderie les chiffres allant de C80000 à C99999 [10].

Le tableau I-5 regroupe quelques nuances d'alliages de fonderie et corroyés.

Une autre désignation est aussi dédiée aux tôles produites par laminage à froid et les barres, ou fils, produits par tréfilage. La désignation, dans ce cas, est nécessaire pour indiquer la vitesse de trempe et ainsi donner une idée sur l'état métallurgique du matériau (Tableau I-4) [21].

Tableau I-4 : désignation de quelques états métallurgiques [21].

| Désignation de trempe | |
|-----------------------|-----------|
| H01 | ¼ Dur |
| H02 | ½ Dur |
| H03 | ¾ Dur |
| H04 | Dur |
| H06 | Extra dur |

I.1.2.5 Domaines d'utilisation du cuivre

Le cuivre est l'un des rares métaux que l'humanité s'en est servi depuis l'antiquité jusqu'à aujourd'hui en industrie moderne. Ses champs d'application sont tellement large et variés allant de l'utiliser en fabrication de pièces d'embellissement à l'allier avec d'autres éléments pour la construction des statuts comme le cas du bronze.

Dans l'industrie moderne, le cuivre est surtout utilisé pour ses bonnes propriétés de transport d'électricité. La partie majeure de ses applications concerne les câbles métalliques, les câbles de télécommunication, les fils magnétiques et de construction, les câbles d'alimentation, les pièces électroniques ...

Tableau I-5 : Classification et désignation de quelques alliages du cuivre [10].

| | Alliages | Désignation UNS | composition |
|----------|--------------------------------------|-----------------|-----------------------------|
| Corroyés | Cuivre | C10100–C15815 | ≥99% Cu |
| | alliages de cuivre dilués | C16200–C19900 | ≥96% Cu |
| | Les laitons | C20100–28000 | Cu-Zn |
| | Laitons au plomb | C31200–C38500 | Cu-Zn-Pb |
| | Laitons en étain | C40400–C48600 | Cu-Zn-Pb-Sn |
| | Bronzes phosphoreux | C50100–C52480 | Cu-Sn-P |
| | Bronzes au phosphore et plomb | C53400–C54400 | Cu-Zn-Pb-P |
| Fonderie | Cuivre | C80100–C81200 | ≥99% Cu |
| | Alliages de cuivre dilués | C81400–C82800 | ≥94% Cu |
| | Laitons rouges et rouges au plomb | C83300–C83810 | Cu-Sn-Zn-Pb (82-94% Cu) |
| | Laitons jaunes et jaunes au plomb | C85200–C85800 | Cu-Zn-Pb |
| | Laitons/bronzes au silicium | C87300–C87800 | Cu-Zn-Si |
| | Alliages spéciaux | C99300–C99750 | Cu-Zn-Mn-Al- Fe-Co-Sn-Pb |

I.1.3 Le Zinc pur

Le zinc, que l'on trouve surtout dans la nature sous forme de sulfure ZnS appelée la blende [1], est un métal, portant le numéro atomique 30, à aspect blanc bleuâtre. Cet élément, très connu, se trouve d'une façon naturelle dans l'eau, l'air, les plantes, des minéraux ...etc.

Le Zinc est le 25^{ème} élément le plus abondant, avec un taux de 0,02% en masse de la croûte terrestre [24], avec une moyenne de concentration de 70mg/Kg [25].



Figure I-5 : Le minerai du Zinc : la blende (ZnS).

I.1.3.1 Propriété du Zinc pur

A l'état pur, le métal de Zinc est rarement utilisé. En revanche, il est d'utilité de rappeler certaines de ses propriétés essentielles :

- ♦ **La masse volumique** : Il s'agit d'un métal léger, mais relativement dense par rapport à l'aluminium, avec une masse volumique autour de $\approx 7,14 \text{ g/cm}^3$ [1], [6], [26], [27].
- ♦ **Structure cristalline** : Le Zn cristallise sous une structure hexagonale compacte avec des paramètres cristallins : $a \approx 0,266 \text{ nm}$, $c \approx 0,494 \text{ nm}$ avec un rapport $c/a \approx 1.86$ [6], [9], [26], [28].
- ♦ **Changement d'états** : Son points de fusion est autour de : $419,5^\circ\text{C}$ tandis que celui d'ébullition est de 908°C [7], [9], [26], [29].

Le faible point de fusion, de ce dernier, le rend un très attractif élément d'addition qui minimise la consommation d'énergie.

♦ **La Viscosité** : La fluidité, à l'état liquide, confère au Zinc l'intéressante propriété d'être facilement rempli dans les moules et les cavités pendant le coulage et la mise en forme des pièces fines et complexes [30].

♦ **Propriétés mécaniques** : A froid, le métal du Zinc présente de faibles propriétés mécaniques. Il est peu résistant, voire même cassant, qui devient malléable et ductile dans la plage de température : 105-150 C° [31].

Les faibles propriétés mécaniques, à la température ambiante, lui limitent les domaines d'application à l'état non allié.

♦ **Conductivité** : Le Zinc est un remarquable conducteur de chaleur et d'électricité, avec une conductivité électrique et thermique supérieure à celle du cuivre de 27% [27].

I.1.3.2 Domaines d'utilisation du Zinc

Le Zinc (Figure I-6) est le 4^{ème} élément le plus utilisé en industrie, après les alliages ferreux et ceux à base d'aluminium, ce qui explique l'augmentation de son extrusion à travers les années [30].

La bonne résistance à la corrosion fait qu'environ la moitié du Zn produit soit destinée à la galvanisation des aciers [5]. Plus loin, par ses bonnes propriétés de conduction, il trouve aussi des applications dans le domaine électrique et électronique [30].

Par ailleurs, d'importantes applications impliquent l'utilisation de ce métal tout comme son emploi en d'addition pour les alliages à base d'aluminium, du cuivre, de magnésium ...etc [30].



Figure I-6 : Métal du Zinc pur.

I.2 Les alliages Al-Cu-Zn

Les alliages Al-Cu-Zn, du côté riche en aluminium ou ceux riches en cuivre, sont des alliages très réputés en industrie. Le besoin d'utiliser ces alliages explique le grand intérêt que les chercheurs leur accordent.

L'étude des différentes nuances qui découlent de ce système, y compris les combinaisons binaires, se voit par conséquent nécessaire pour pouvoir établir une relation de causalité entre leur propriétés microscopiques, en d'autres termes microstructurales, et les propriétés macroscopiques que ces matériaux exhibent.

La bonne compréhension des mécanismes menant aux caractéristiques macroscopiques n'est possible que si les états d'équilibres, vers lesquels la microstructure évolue dans le temps, sont connus. Le passage, donc, par les diagrammes de phases, ou diagrammes d'équilibre, est indispensable.

En ce qui suit, une brève présentation des diagrammes de phases, des systèmes binaires et ternaires, et les phases d'équilibres qui s'y trouvent.

I.2.1 Les alliages binaires

La compréhension de l'évolution des alliages binaires, qui découlent des combinaisons possibles entre les éléments Al-Cu et Zn, figure indispensable dans le chemin menant à une corrélation liant les macro-caractéristiques aux nuances et conditions d'usinage, comprenant les traitements, de ces matériaux.

I.2.1.1 Les alliages Al-Zn

Les alliages Al-Zn constituent une classe importante des alliages usinés [7]. Le côté riche en Al, avec le Zn comme élément d'addition, est beaucoup plus intéressant d'un point de vue industriel. Les nuances souvent utilisées, pour un tel système, sont généralement des alliages d'aluminium, appartenant à la 7^{ème} série. L'ajout du Zn, dans une matrice d'Al, améliore amplement les caractéristiques et en particulier les propriétés mécaniques de ce dernier.

Bien qu'aujourd'hui ces alliages soient toujours employés avec addition d'autres éléments [32], ils gardent toujours leur application en tant que revêtements pour la protection des structures en aciers en milieux corrosifs [7], [32]. Ils font partie des alliages d'aluminium à durcissement structural et présentent, après traitement thermique, de bonnes propriétés mécaniques [7], [32].

I.2.1.1.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Zn

Le diagramme des phases du binaire Al-Zn (Figure I-7) montre qu'aucun composé intermétallique ne se forme. Le système est caractérisé par une grande solubilité du Zn dans l'Al interrompue par un écart de miscibilité entraînant une transformation monotectoïde [33].

Le tableau I-6 montre les points spéciaux pour ce système. A partir du diagramme (figure I-7) on peut déduire que :

- La solubilité maximale du Zinc dans l'Aluminium est de 83.1%_m Zn à 381 °C et de 0.85%_m à la température ambiante [7], [34], [35].
- La solubilité maximale de l'aluminium dans le Zinc est de 1,2%_m à 381 °C et pratiquement nulle à 20 °C [35].

La solubilité maximale du zinc dans l'aluminium est la plus élevée parmi tous les éléments d'alliages d'aluminium [7], [36].

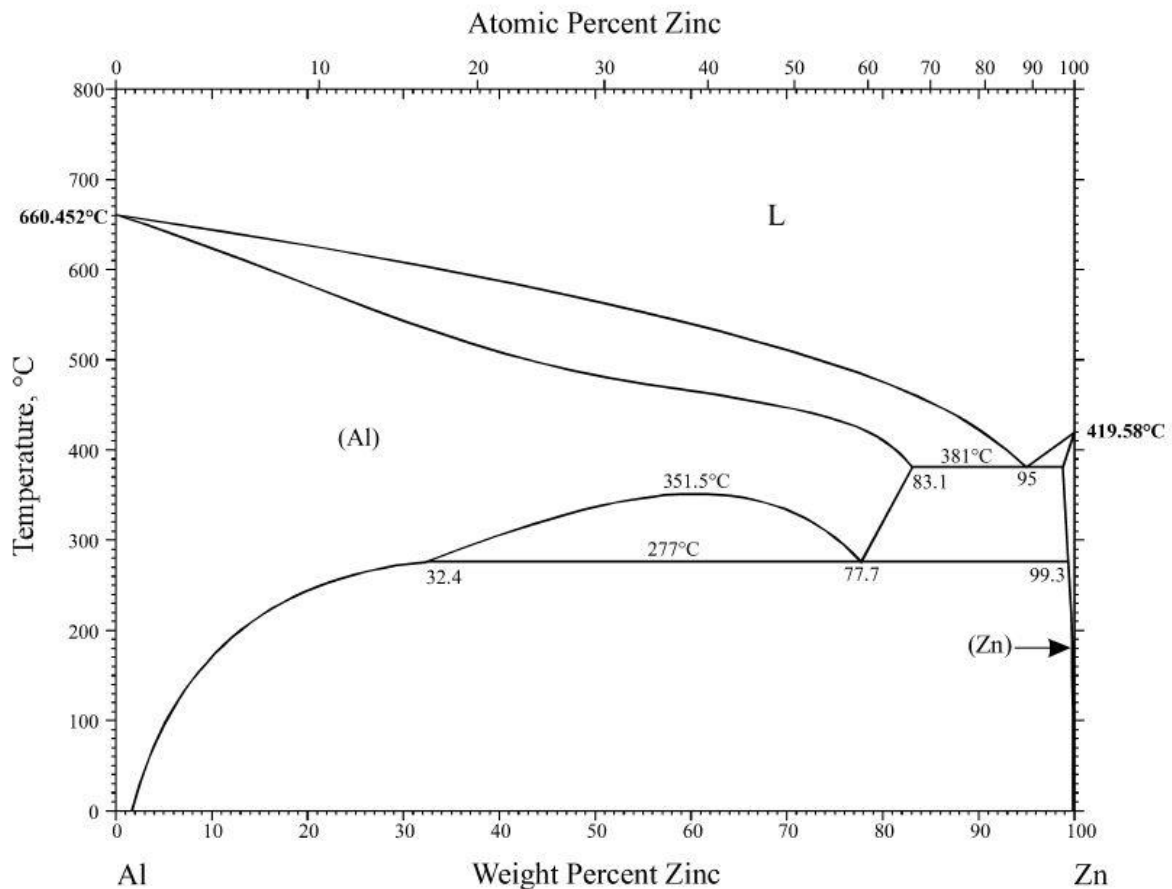


Figure I-7 : diagramme d'équilibre du système Al-Zn [34], [35], [37], [38].

Suite à la difficulté de la détermination des compositions de phase causée par la ségrégation, les informations sur la miscibilité du zinc dans l'aluminium et ceux liées à la détermination des points de transformation des phases ont fait l'objet de plusieurs études [33]. Le diagramme d'équilibre (figure I-7), ainsi que les points de transformation (tableau I-6), présentés dans cette thèse sont ceux basés sur l'étude publiée par J.L Murray en 1983.

On note respectivement la phase qui se forme lors de la transformation critique, la phase riche en aluminium et celle de l'aluminium riche en zinc, obtenue à haute température, par Al, (α Al) et (β Al). La phase riche en zinc est notée par (Zn). Les proportions présentées dans le tableau I-6 sont exprimées en pourcentage massique pour faciliter la lecture du diagramme.

Tableau I-6 : les points spéciaux du système Al-Zn [7], [33], [35].

| Transformation | Type de transformation | Etendu %m Zn | Point de transformation %m Zn | Température °C |
|--|------------------------|--------------|-------------------------------|----------------|
| $L \leftrightarrow (\beta\text{Al}) + (\text{Zn})$ | Eutectique | 83,1 – 98,8 | 95 | 381 |
| $\text{Al} \leftrightarrow (\alpha\text{Al}) + (\beta\text{Al})$ | Critique | - | 61,3 | 351,5 |
| $(\beta\text{Al}) \leftrightarrow (\alpha\text{Al}) + (\text{Zn})$ | monotectoïde | 32,4 – 99,3 | 77,7 | 277 |
| $L \leftrightarrow (\alpha\text{Al})$ | Congruente | - | 0 | 660,452 |
| $L \leftrightarrow (\text{Zn})$ | Congruente | - | 100 | 419,6 |

Il est en revanche possible, par trempe, de garder à basse température la solution solide riche en zinc [35]. Les phases d'équilibre présentes dans ces alliages sont les phases (Al) et (Zn), il en résulte que les précipités qui apparaissent suite à la décomposition de la solution solide métastable sont uniquement des atomes de zinc [36].

La solution solide sursaturée de ces alliages aptes au vieillissement naturel se décompose et donne naissance à une série de structures métastables [32], [35]. Ces structures observées lors de la décomposition de la solution solide dépendent de : la température d'homogénéisation, la vitesse de refroidissement et la concentration en zinc [35].

I.2.1.1.2 Microstructure des alliages Al-Zn

A l'égard des conditions d'équilibre et pour des puretés commerciales, la microstructure de certains alliages Al-Zn peut subir une séparation de phase. Deux zones, suite à la séparation, apparaissent et représentent deux solutions solides, de substitution, du Zn dans l'Al mais avec des concentrations, en Zn, différentes. Les deux zones sont séparées par une interface PFZ (precipitation free zone en anglais) dénudée de précipités causées par les contaminations contenues dans l'alliage [7].

Les impuretés du type Fe et Si, dont la présence est inévitable dans ces alliages, peuvent aussi conduire à l'apparition d'un eutectique, de morphologie lamellaire, formé par la matrice et les intermétalliques qui en résulte de leur présence [39].

La microstructure finale de ce type d'alliage est constituée de deux phases α -Al, dont la concentration du Zn dans chacune est différente, accompagnée de précipités intermétalliques.

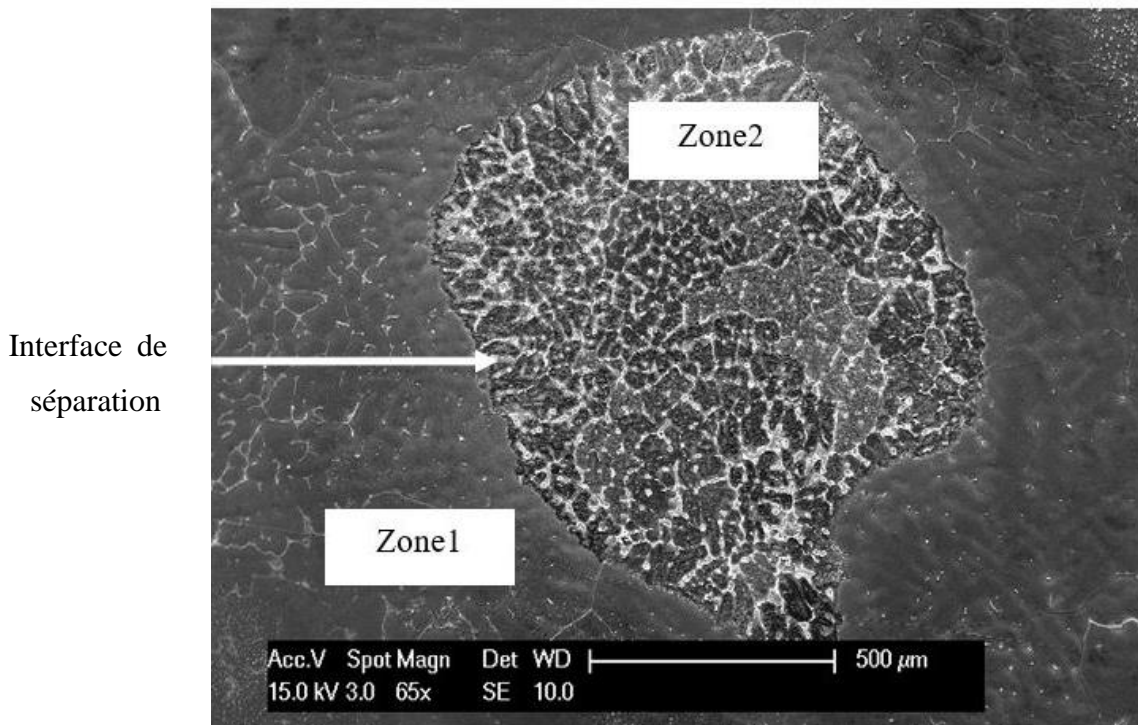


Figure I-8 : Microstructure d'un alliage Al-Zn observée par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires montrant la séparation de phase [39].

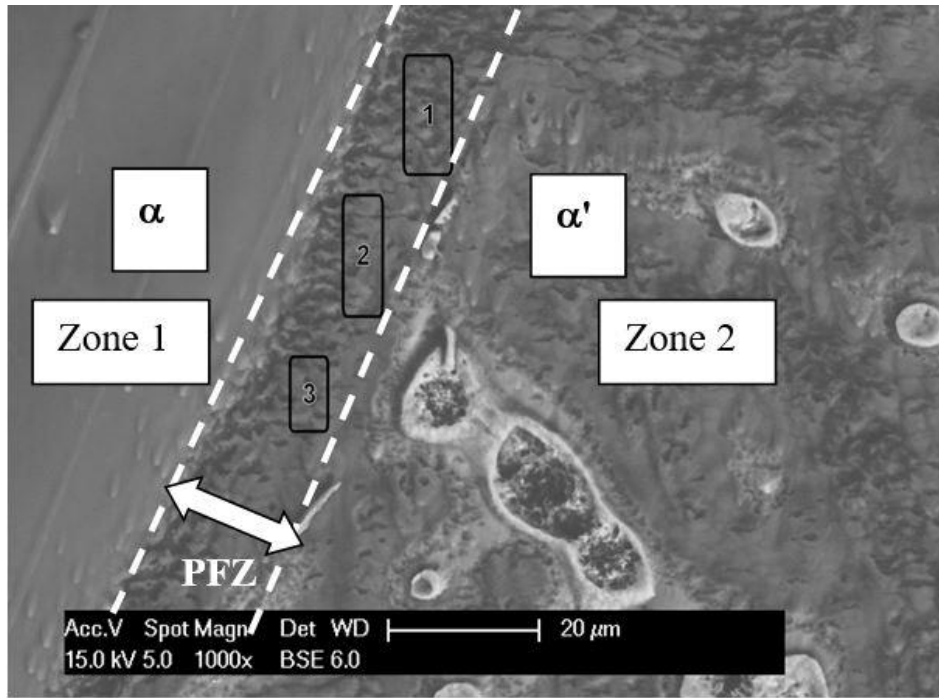


Figure I-9 : Microstructure d'un alliage Al-Zn observée par microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés montrant l'interface PFZ [39].

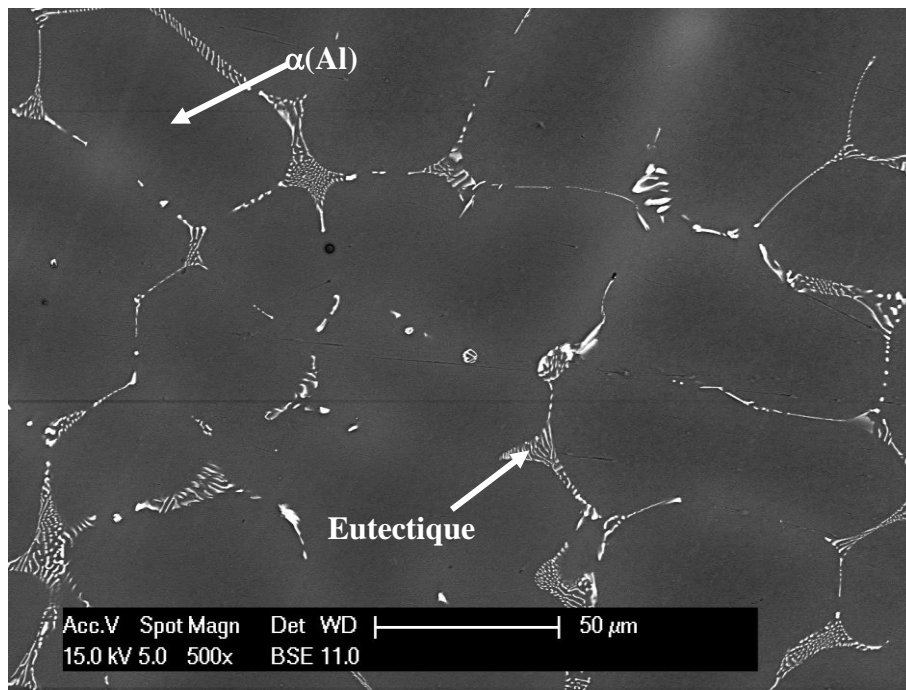


Figure I-10 : Microstructure d'un alliage Al-Zn observée par microscopie électronique à balayage en mode électrons secondaires montrant un eutectique formé par la matrice est les particules dus aux impuretés [39].

I.2.1.2 Les alliages Al-Cu

Les alliages Al-Cu, ou Cu-Al pour ceux qui sont riches en cuivre, sont des alliages couramment utilisés pour différentes applications. En termes de quantité d'emploi, le côté riche en Al, dans ce type de systèmes, est de loin plus étudié que celui riche en cuivre. Malgré ça, et quoi que peu utilisés comparant aux alliages riches en Al, ceux à base de Cu avec l'Al comme élément d'addition, donnant les bronzes d'aluminium, sont aussi des matériaux industriellement si importants.

Les propriétés qu'exhibent ces matériaux peuvent varier suivant la teneur en Al ou en Cu. Les caractéristiques mécaniques de ces matériaux peuvent être considérablement modifiables, mais souvent bonnes, tout en gardant une bonne résistance à la corrosion.

Les alliages à base d'Al, avec le Cu comme additif, sont des alliages appartenant à la 2^{ème} série d'aluminium, la série 2XXX. Ces alliages sont très connus pour leur dureté élevée par le fait qu'ils soient structurellement durcissables. La microstructure de ce type de matériaux peut évoluer dans le temps en fonction de la température par la précipitation d'intermétalliques, plus ou moins stables, donnant une modification de la dureté du matériau.

De nos jours, ces alliages sont souvent appliqués avec addition d'autres éléments secondaires, mais ils font toujours l'objet de plusieurs études pour comprendre le mécanisme de durcissement structural, aussi appelé vieillissement [2], [40], [41].

Les alliages à base de Cu, avec l'Al comme additif principal, sont des alliages couramment appelés les bronzes d'aluminium ou bien les cupro-aluminiums [5]. Ces alliages présentent de bonnes propriétés mécaniques surtout aux hautes températures. L'addition d'Al pour ces alliages augmente significativement la dureté de ces matériaux tout en leur offrant une bonne résistance à l'oxydation, dû à la formation d'une couche d'alumine en surface [5], et une esthétique des couleurs ce qui explique leur application dans la construction de matériel marin, les composant de pompes et de vannes, la manipulation de l'eau de mer et des procédés industriels [23]. Plus loin, la densité de ces alliages peut être réduite grâce à la faible masse volumique d'aluminium ce qui leur offre un avantage d'application dans le domaine de transport.

Le durcissement de ce type d'alliages, bronzes d'aluminium, se fait essentiellement soit, par la combinaison de durcissement par solution solide et de déformations plastiques à froid, ou bien, par trempe et revenu [10].

I.2.1.2.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu

La grande importance des alliages Al-Cu et leur large champ d'application a fait que le diagramme des phases, de ce système binaire, soit l'objet de plusieurs recherches qui avaient pour but la détermination des phases de stabilité, aux hautes comme aux basses températures, qui forment la microstructure de ce dernier.

Alors que les matériaux, découlant de ce système, sont rarement élaborés dans des conditions menant à un état d'équilibre, il est toujours d'une importance capitale de connaître l'état vers lequel notre système tend à évoluer. Cette connaissance, des états stationnaires, aide à mieux comprendre les différentes interactions qui se produisent et ouvre la porte, aux chercheurs, vers un pouvoir de manipulation des caractéristiques finales des produits usinés.

Le système Al-Cu est caractérisé par la présence de 12 composés intermétalliques susceptibles d'apparaître [33]. Des recherches, plus anciennes, peuvent indiquer la présence, ou l'absence, de certains composés telle que la recherche faite par K.A. Gschneidner, Jr. and F.W. Calderwood publiée en 1988 [34] ou par J.L. Murray publiée en 1985 [42]. D'autre part, la composition et la stœchiométrie des différents composés et les paliers des réactions, présents sur le diagramme, se raffinent de jour en jour, par des simulations du système ou par des méthodes expérimentales, pour atteindre des valeurs plus précises.

Le diagramme publié par H. Okamoto dans le journal Phase Equilib. Diff., Vol 34 en 2013 [38] est présenté sur la figure I-11. Les différentes phases d'équilibre présentes dans ce diagramme ainsi que leurs données cristallographiques, et leurs formules chimiques, sont présentées dans le tableau I-7. Par ailleurs, le Tableau I-8 présente les réactions invariantes dans le système binaire Al-Cu.

La solubilité maximale du cuivre dans la matrice d'aluminium est de 5,7%massique.

La solubilité maximale de l'aluminium dans la matrice de cuivre est de 9,1%massique.

La miscibilité du Cu dans la matrice d'aluminium (Al), quoi qu'elle ne soit pas si élevée, décroît appréciablement avec la température, d'une valeur maximale de 5,7%*m* obtenue à 550°C à environ 1,7%*m* à la température ambiante. Cette propriété offre à ces alliages l'aptitude de durcir structurellement [43].

Le phénomène de durcissement structural, autrement appelé durcissement par précipitation, a été observé pour la première fois sur des alliages de ce types (Al-Cu) [43], [44].

La décomposition de la microstructure sursaturée en Cu, pendant le traitement thermique qui suit la trempe de l'état de mise en solution, donne un enchaînement de phases de transition, de plus en plus stable, jusqu'à atteindre le composé d'équilibre caractérisé par sa cohérence avec la matrice et sa taille relativement grande. Cet état stationnaire est atteint si le traitement thermique appliqué, autrement nommé vieillissement artificiel ou naturel, est poussé ou prolongé. La manipulation de la dualité (temps et température de maintien) permet donc l'obtention de la microstructure désirée (nature et taille moyenne des précipités) et par conséquent, les caractéristiques finales du matériau. La décomposition de la microstructure commence par l'apparition des zones GP passant par les phases de transition, θ' et θ'' , et atteint l'équilibre par la formation du composé d'équilibre θ -Al₂Cu [33].

Tableau I-7 : données cristallographiques des différentes phases [38], [45].

| Phase | Composition en %massique | Symbole de Pearson | Groupe d'espace | Formule chimique |
|--------------|--------------------------|--------------------|-------------------|--|
| (Al) | 0 à 5.7 | cF4 | Fm_3m | Cu |
| θ | 52.6 à 54.3 | tI12 | I4/mcm | Al ₂ Cu |
| η_1 | 71.4 à 72.6 | oC30 | Cmmm | CuAl |
| η_2 | 71.4 à 73.8 | mC20 | C12/m1 | CuAl |
| ζ_1 | 73.8 à 75 | hP42 | P6/mmm | ~Cu _{47.8} Al _{35.5} |
| ζ_2 | 75 à 76.1 | m** | --- | Cu _{11.5} Al ₉ |
| ϵ_1 | 77.2 à 81.1 | c** | --- | Cu _{1-x} Al _x |
| ϵ_2 | 73.8 à 79.4 | hP6 | P63/mmc | Cu _{1+x} Al |
| δ | 77.2 à 80.4 | hR156 | R3m | Cu _{1-x} Al _x |
| γ_0 | 81.1 à 84 | cI52 I_43m | I_43m | ~Cu ₂ Al |
| γ_1 | 80.4 à 84.6 | cP52 | P_43m | Cu ₉ Al ₄ |
| β | 84 à 91.5 | cI2 | Im_3 m | Cu _{1-x} Al _x |
| α_2 | 88.5 à 89.3 | cP20 | P2 ₁ 3 | Cu _{1-x} Al _x |
| (Cu) | 90.9 à 100 | cF4 | Fm_3m | Cu |

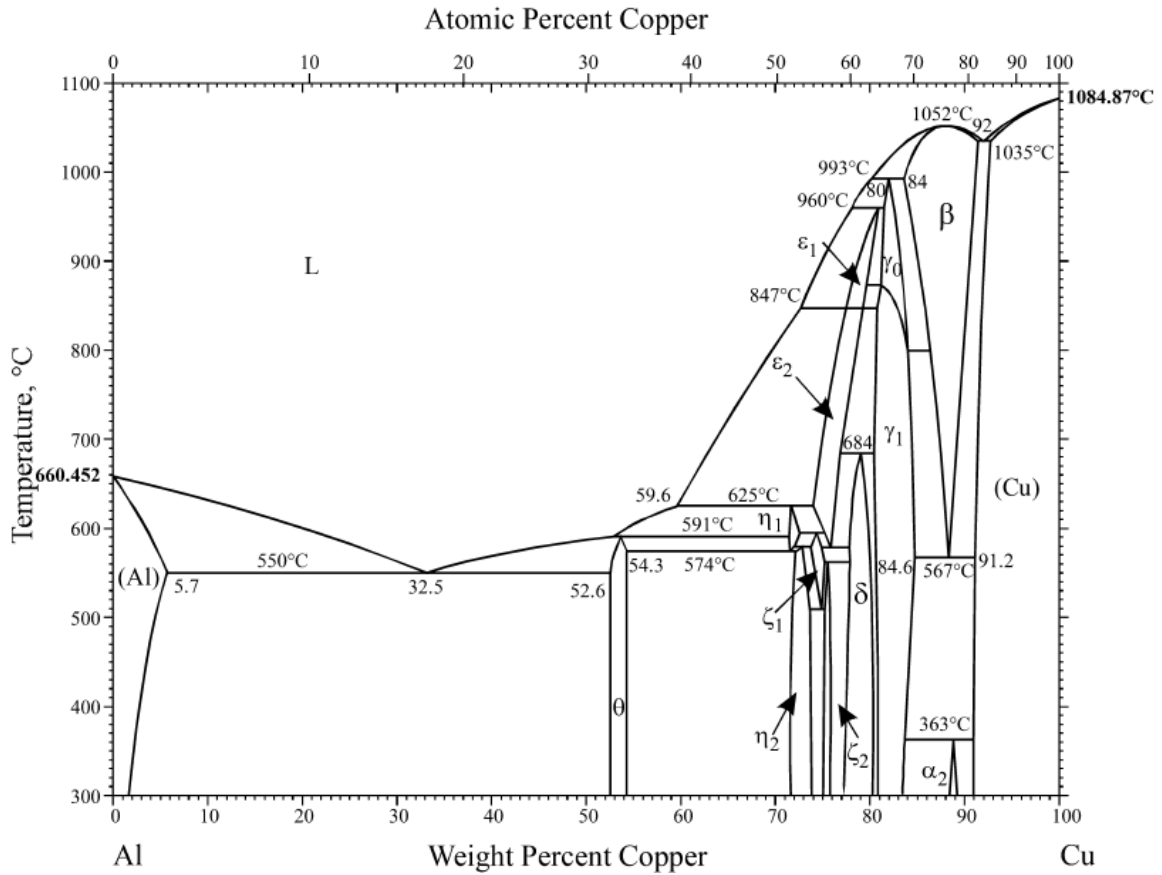


Figure I-11 : diagramme d'équilibre Al-Cu [46].

Tableau I-8 : réactions invariantes dans le système Al-Cu [33].

| Réaction | Température (°C) | Type de réaction | Teneur en Cu dans les phases en fraction molaire | | |
|--|----------------------------|------------------|--|--|---|
| $L \leftrightarrow \beta$ | 1049 1052 ± 5 1043.3 | Congruent | L 0.75 0.767 | β 0.75 0.767 | |
| $L \leftrightarrow (Cu) + \beta$ | 1032 1035 ± 5 1035.1 | Eutectic | L 0.83 0.83 ± 0.005 0.818 | (Cu) 0.842 0.845 ± 0.005 0.837 | β 0.82 0.82 ± 0.005 0.808 |
| $L + \beta \leftrightarrow \gamma_2$ | 1037 993 ± 2 1013.2 | Peritectic | L 0.692 0.63 ± 0.005 0.669 | β 0.709 0.69 ± 0.005 0.692 | γ_2 ~0.69 0.65 ± 0.01 0.688 |
| $\gamma_2 + L \leftrightarrow \epsilon_1$ | 958 960 ± 2 959.3 | Peritectic | γ_2 0.629 0.655 ± 0.005 0.665 | L 0.598 0.60 ± 0.005 0.604 | ϵ_1 0.621 0.645 ± 0.005 0.644 |
| $\epsilon_1 + \gamma_2 \leftrightarrow \gamma_1$ | 873 874 ± 2 872.5 | Peritectoid | ϵ_1 0.614 0.611 | γ_2 0.66 0.649 | γ_1 0.639 0.645 |
| $\epsilon_1 \leftrightarrow \epsilon_2 + L$ | 848 847 ± 1 846.6 | Metatectic | ϵ_1 ~0.594 0.595 ± 0.005 0.583 | ϵ_2 ~0.594 0.595 ± 0.005 0.591 | L 0.522 0.525 ± 0.005 0.517 |

I.2.1.2.2 Microstructure des alliages Al-Cu

A l'égard des conditions d'équilibre, la microstructure des alliages Al-Cu peut être énormément différente, d'un matériau à un autre, suivant la nuance, le mode d'élaboration et les traitements thermiques appliqués. C'est pourquoi il s'avère compliqué de toutes les présenter ce qui rend d'utilité d'exposer quelques-unes pour donner une idée sur leur nature.

Par ailleurs, l'indéterminable nombre de microstructures possibles d'apparaître, par la combinaison des paramètres d'élaboration, confère à ces alliages l'exclusivité d'être un sujet de recherche toujours d'actualité malgré l'immense quantité de recherches déjà établies sur eux.

Les figures suivantes, Figure I-12 : A-B et I-13, illustrent des micrographies optiques, montrent deux microstructures différentes d'un même alliage du système Al-Cu, à base d'aluminium appartenant à la 2^{ème} série, désigné par AA2012. La composition chimique, le mode d'élaboration de ce matériau et la nature du réactif d'attaque, et le temps d'immersion, sont identiques pour les deux matériaux dont la microstructure figure sur les quatre images illustrées.

Les deux matériaux ont été élaborés de la même manière dans une première étape, ensuite, ils ont subi deux traitements thermiques différents.

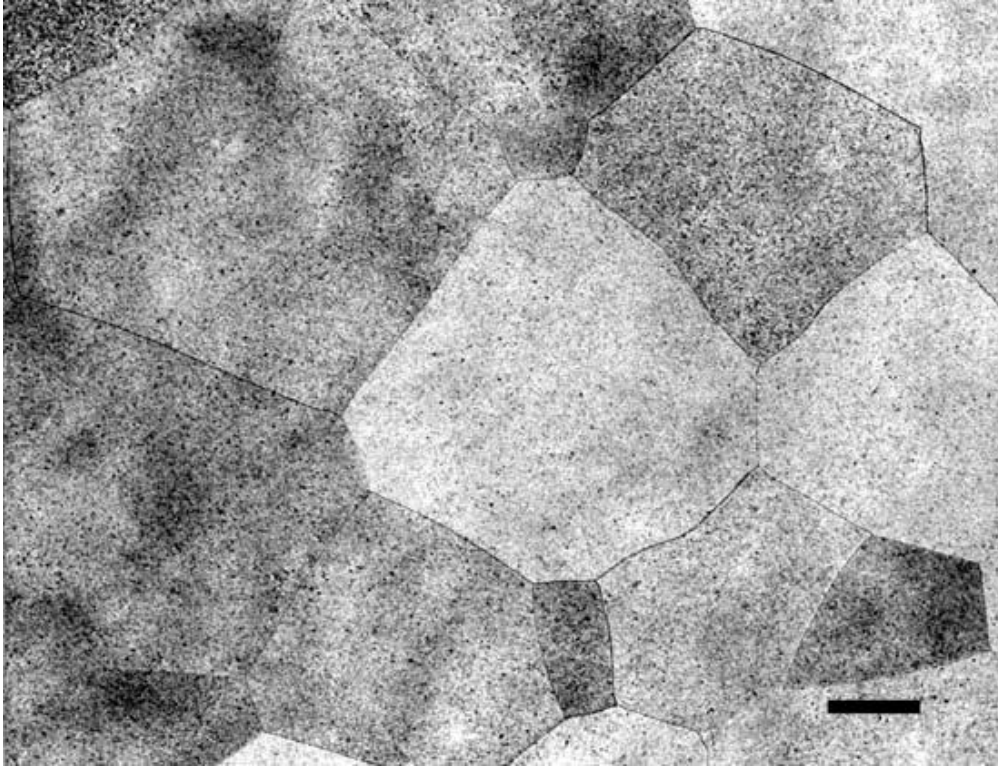
Le premier, figure I-12 A et B, a été maintenu, pour un traitement de mise en solution, à une température de 552°C pendant une heure de temps puis trempé à l'eau pour une première étape, ensuite, il a été vieilli artificiellement à une température de 427°C pendant une heure.

Le second, figure I-13 A et B, a été maintenu, pour un traitement de mise en solution, à une température de 552°C pendant une heure de temps puis trempé à l'eau pour une première étape, ensuite, il a été vieilli artificiellement à une température de 538°C pendant une heure.

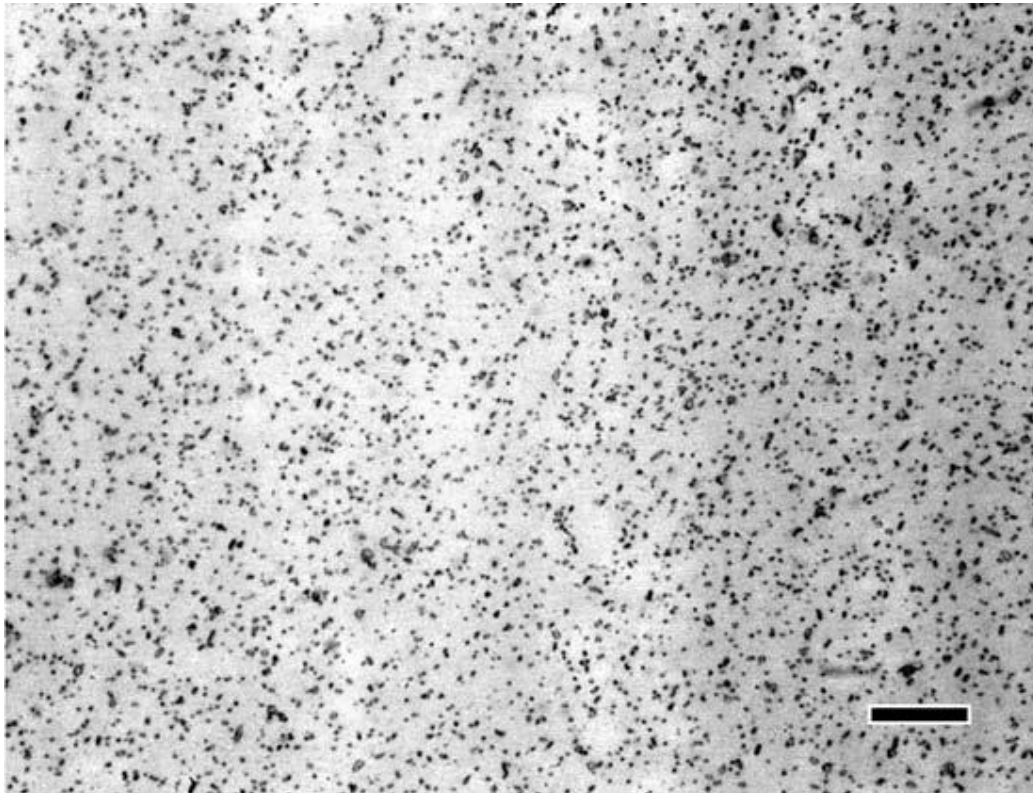
Les figures I-12 A et B montrent une microstructure, du premier matériau, marquée par la précipitation, dans la matrice d'aluminium, du composé intermétallique Al_2Cu avec une taille grossière et facilement observable [40].

Les figures I-13 A et B montrent une microstructure, du second matériau, sur laquelle on n'en a aucune preuve de précipitation de composé intermétallique [40]. Cette absence, de composé précipité, est due au fait que le traitement de vieillissement de ce matériau a été réalisé à une température proche de celle du traitement de mise en solution [40].

Cet exemple, bien que simple, montre à quel point la microstructure des alliages Al-Cu peut être influencée en jouant sur les conditions d'usinage.

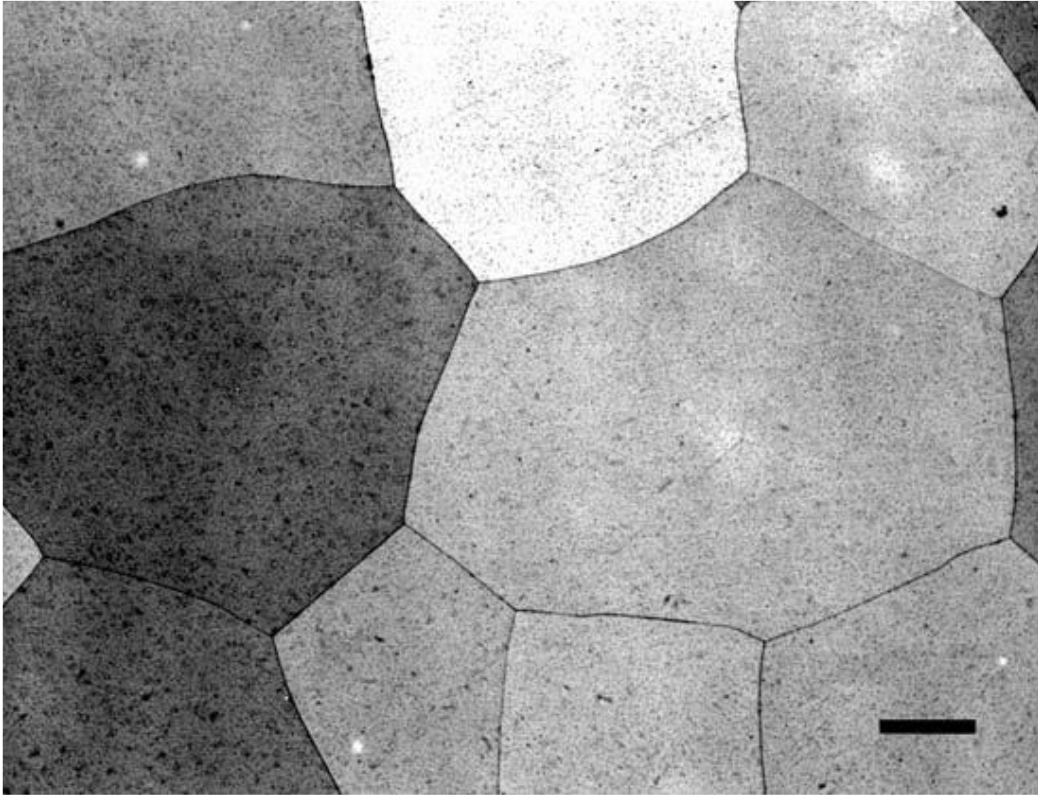


A : barre d'échelle de longueur 200 μ m.

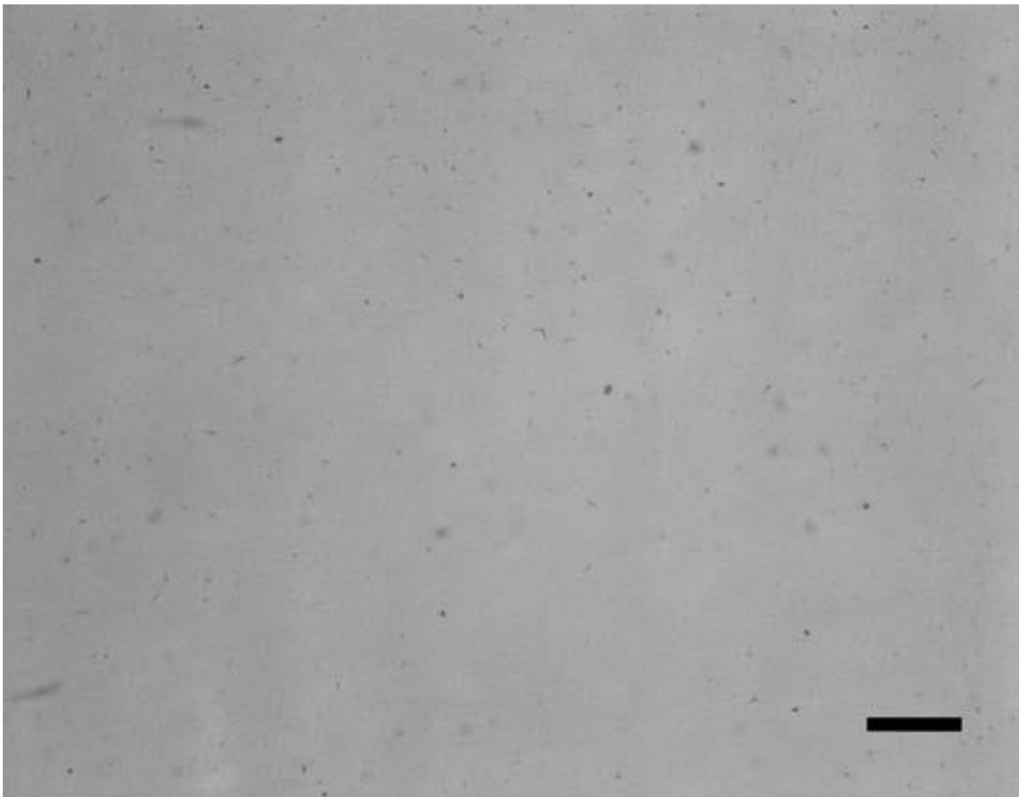


B : barre d'échelle de longueur 10 μ m.

Figure I-12 A : microstructure d'alliage AA2012 vieilli à 427°C pendant une heure [40].



A : barre d'échelle de longueur 200 μ m.



B : barre d'échelle de longueur 10 μ m.

Figure I-13 A : microstructure d'alliage AA2012 vieilli à 538°C pendant une heure [40].

I.2.1.3 Les alliages Cu-Zn

Les alliages les plus connus, utilisés industriellement, qui découlent du système binaire Cu-Zn ont généralement des nuances où le Cu est l'élément de base avec addition de Zn. Ces matériaux sont connus pour avoir un bon compromis entre bonnes propriétés mécaniques, en exception la dureté, et une bonne résistance à la corrosion [10].

La teneur en zinc, dans ce cas de matériaux, est en général limitée à 40% avec addition d'autres éléments, tels que l'Al ou l'étain : Sn, pour améliorer certaines caractéristiques spécifiques [5]. Puisque le zinc joue comme rôle important dans la matrice de Cu, on peut le considéré comme un additionnel élément excessivement valorisé pour le Cu [23]. Il présente l'une de très rare combinaison de pouvoir à la fois augmenter la dureté et la ductilité de la pièce, plus loin, l'ajout de cet élément réduit significativement le coût des matières premières car ce dernier figure, commercialement, moins chère que le cuivre [23].

Tout dépend de la nature des phases formant la microstructure, on distingue deux familles de laitons, qui sont des alliages Cu-Zn dont le cuivre est l'élément de base. On note :

Les laitons α : avec une teneur en zinc est comprise entre 5%*m* est 30%*m* [5], [23]. Ces laitons ont une microstructure monophasée principalement formée par une solution solide d'une structure cubique à faces centrées [23].

Les laitons β : nommés aussi laitons α - β' [5]. Ces alliages apparaissent pour des teneurs en Zn autour des régions de 50%*m* [5], [47]. La microstructure de ces matériaux est biphasée formée par la solution solide α et le composé intermétallique β' [5]. Ce composé a une structure cristalline désordonnée à haute température, désignée par β , de type cubique centré obtenue au-dessus de 460°C. En dessous de cette température, la phase ordonnée β' apparaît en montrant une structure ordonnée, de type cubique simple, avec un total de deux atomes (un atome de chaque élément Cu et Zn) [23].

I.2.1.3.1 Diagramme d'équilibre des alliages Cu-Zn

Le diagramme d'équilibre, illustré sur la figure I-14, du système binaire Cu-Zn montre l'existence de 5 stables composés intermétalliques, à l'égard des deux solutions solides. Le Tableau I-9 regroupe les données cristallographiques de ces différentes phases.

La miscibilité maximale du Zn dans la matrice α (Cu), qui vaut 38,95%*m*, est obtenue autour de 454°C, tandis que celle du Cu dans la matrice η (Zn), 2,75%*m*, est obtenue à 425°C [23], [34].

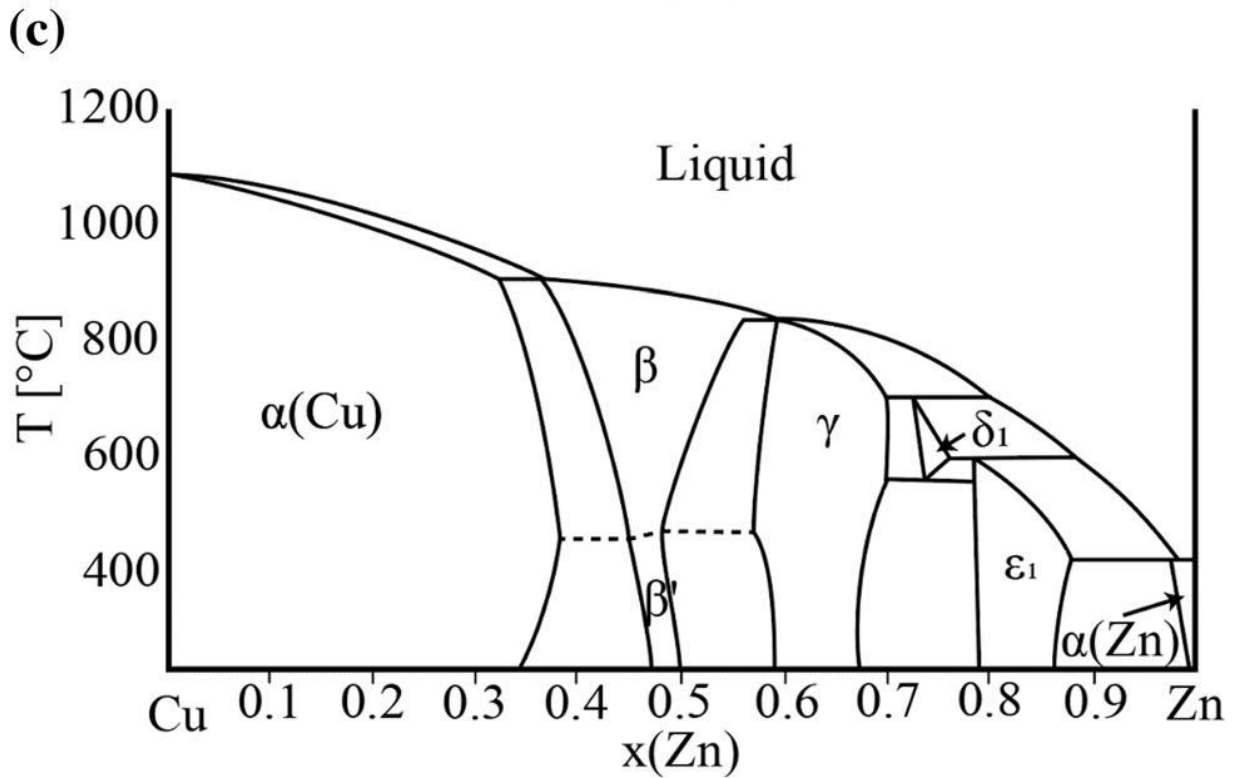


Figure I-14 : Diagramme d'équilibre du système Cu-Zn, fraction Zn exprimée en % atomique x 100 [42][48].

Tableau I-9 : données cristallographiques des différentes phases [34], [42].

| Phase | Composition %m Zn | Symbole de Pearson | Groupe d'espace |
|---------------|----------------------|-----------------------|-----------------|
| α (Cu) | 0 à 38,95 | <i>cF4</i> | <i>Fm3m</i> |
| β | 36,8 à 56,5 | <i>cl2</i> | <i>Lm3m</i> |
| β' | 45,5 à 50,7 | <i>cP2</i> | <i>Pm3m</i> |
| γ | 57,7 à 70,6 | <i>cl52</i> | <i>L43m</i> |
| δ | 73,02 à 76,5 | <i>hP3</i> | <i>P6</i> |
| ϵ | 78,5 à 88,3 | <i>hP2</i> | <i>P63/mmc</i> |
| η (Zn) | 97,25 à 100 | <i>hP2</i> | <i>P63/mmc</i> |

I.2.2 Les alliages Al-Cu-Zn

Le système ternaire Al-Cu-Zn comprend plusieurs alliages technologiquement intéressants et prometteurs. Les alliages qui découlent de ce système exhibent un tas de propriétés désirables tout comme leur super élasticité et leurs effets de mémoire de forme [49].

Les propriétés physiques de ces matériaux sont liées à la transformation martensitique thermoélastique réversible ce qui leur ouvre un champ d'utilisation large et varié surtout qu'ils sont des alliages très économiques par rapport aux ceux à base de Nickel-Titan [49].

Ces alliages sont, d'un autre point de vue, des alliages à durcissement structural très important. L'évolution de leur microstructure, partant des zones GP au composés stables, donne d'excellentes propriétés mécaniques en gardant une faible masse volumique et un coût de production réduit [50].

Le grand intérêt accordé à l'étude de ces alliages est, par conséquent, en augmentation et une appréciable quantité de recherches, récentes, est faite pour la détermination de l'évolution de leurs propriétés.

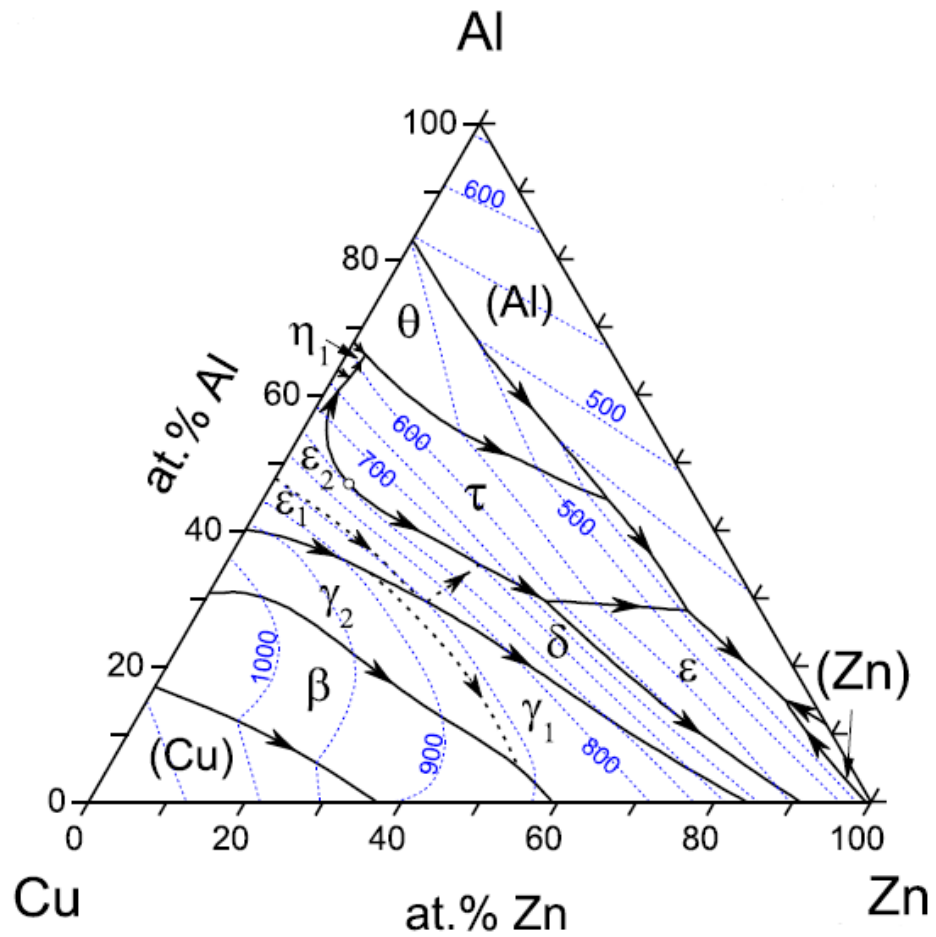
Le passage d'un côté riche, en un de ces éléments, à un autre est assumé comme étant l'un des paramètres qui influe largement, voire même modifie radicalement, les caractéristiques finales obtenues. Vu la faible proportion du Zn dans notre cas, les alliages ternaires étudiés peuvent toujours être considérés comme des alliages Al-Cu où le Zn joue le rôle d'un additif pour l'amélioration de certaines caractéristiques.

I.2.2.1 Diagramme d'équilibre des alliages Al-Cu-Zn

L'étude de ce diagramme ternaire acquiert, de jour en jour, plus d'intentions par les chercheurs et les métallurgistes. Le but ultime, pour eux, est de mieux comprendre les interactions internes et les rôles joués par chaque élément dans la matrice d'un autre tout en établissant des diagrammes plus précis. Chose qui, si atteinte, va permettre le développement de nouveaux matériaux de propriétés extrêmes.

Les figures qui suivent représentent des sections isothermes à des températures différentes du système ternaire Al-Cu-Zn. Il est toutefois malcommode d'exposer toutes les sections établies en littérature, de ce fait, un choix de certaines, assumées comme importantes à exposer, est fait pour donner une idée générale sur ce système. Le tableau I-10 regroupe les phases d'équilibre présentes sur le diagramme ainsi que leurs données cristallographiques.

A



B

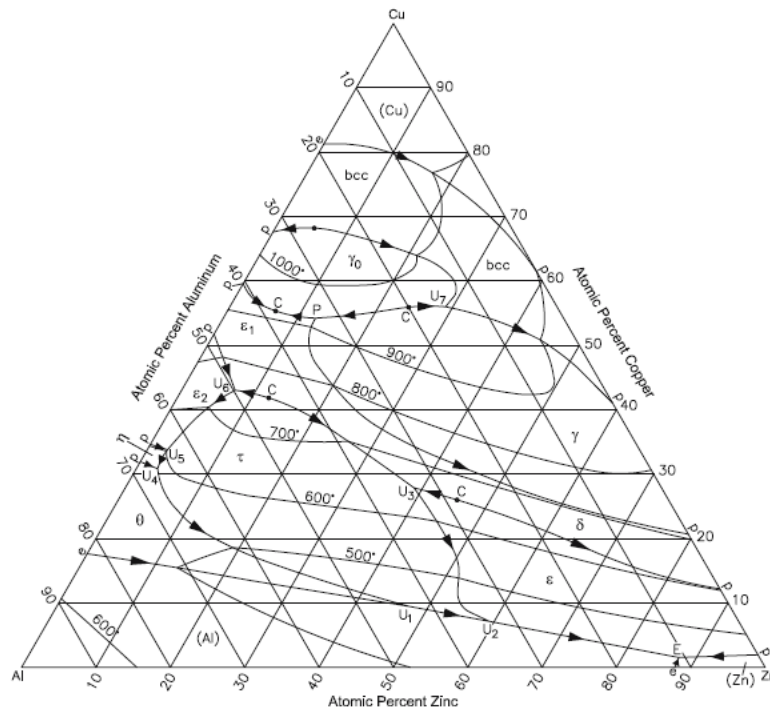


Figure I-15 : projection du liquidus du système Al-Cu-Zn

A : expérimental [51] B : calculé [52].

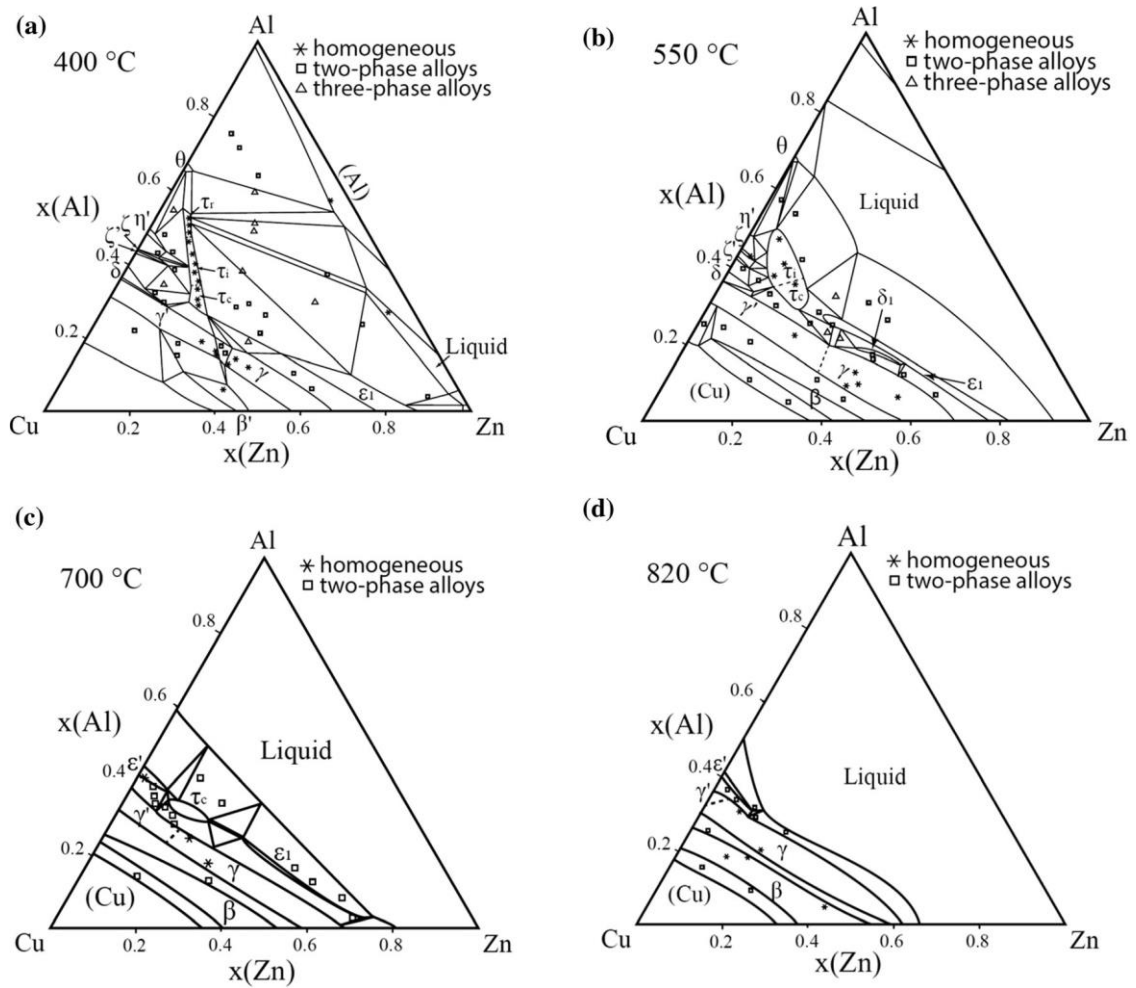


Figure I-16 : Coupes isothermes du diagramme de phase expérimental Al-Cu-Zn [48].

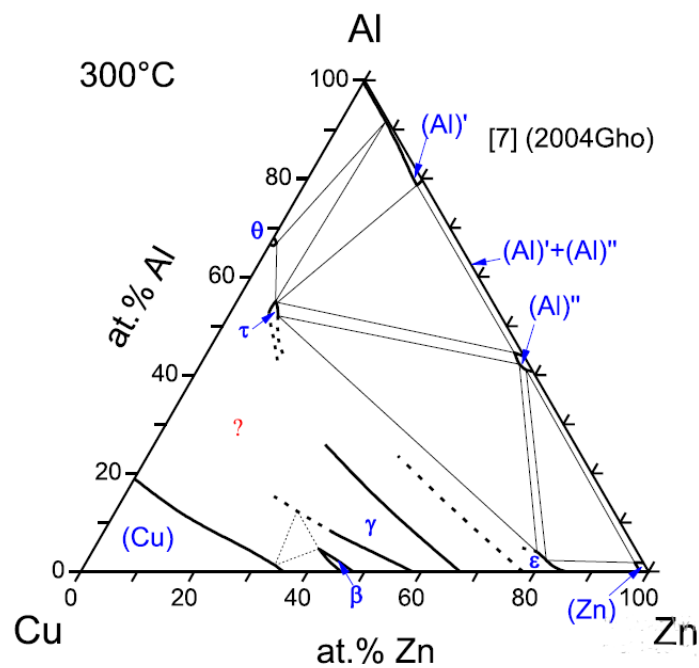


Figure I-17 : Coupes isothermes du diagramme expérimental Al-Cu-Zn à 300 °C [51], [53].

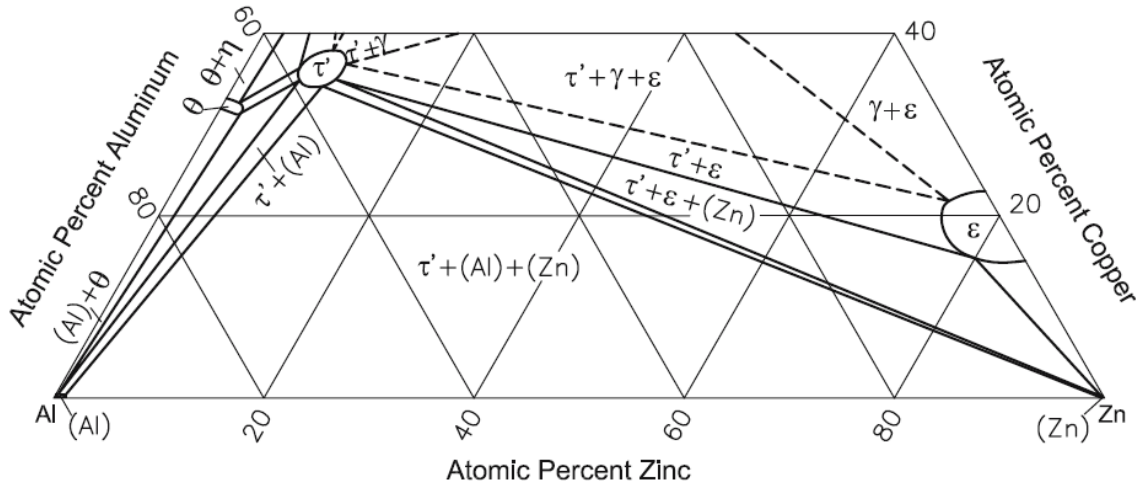


Figure I-18 : Coupes isothermes à 20°C du diagramme expérimental Al-Cu-Zn [34], [52].

Tableau I-10 : Les phases stables dans le diagramme Al-Cu-Zn [48], [51].

| Phase | Formule | Symbole de Pearson | Rang de température (°C) |
|-----------------|-------------------------------------|--------------------|--------------------------|
| α (Al) | Al | <i>cF4</i> | $\leq 660,5$ |
| α (Cu) | Cu | <i>cF4</i> | ≤ 1083 |
| α (Zn) | Zn | <i>hP2</i> | $\leq 419,5$ |
| θ | Al_2Cu | <i>tI12</i> | $\leq 590,5$ |
| η | $\text{Cu}_{0.94}\text{Al}_{0.94}$ | <i>oP16/oC16</i> | 573.9-624.5 |
| η' | $\text{Al}_{0.48}\text{Cu}_{0.52}$ | <i>mC20</i> | ≤ 574.5 |
| ζ | $\approx \text{Al}_9\text{Cu}_{11}$ | <i>Imm2</i> | 373-597 |
| ζ' | Al_3Cu_4 | <i>Fmm2</i> | 300-560.5 |
| ε | AlCu | - | 959-846 |
| ε' | AlCu | <i>hP4</i> | 846-568.5 |
| δ | Al_5Cu_8 | <i>hR52</i> | ≤ 680 |
| γ | CuZn | <i>cI52</i> | 991-779.6 |
| γ' | - | <i>cP52</i> | ≤ 873.5 |
| β | - | <i>cI2</i> | 1052-566.7 |
| α' | - | <i>n. a.</i> | ≤ 360 |
| β' | - | <i>cP2</i> | ≤ 468 |
| δ_1 | CuZn_3 | <i>hP3</i> | 700-560 |
| ε_1 | CuZn_4 | <i>hP2</i> | ≤ 598 |
| τ_c | $\text{Cu}_5\text{Zn}_2\text{Al}_3$ | <i>cP2</i> | 740 |
| τ_i | - | - | 550* |
| τ_r | - | <i>hR9</i> | ≤ 440 |

I.2.2.2 Microstructure des alliages Al-Cu

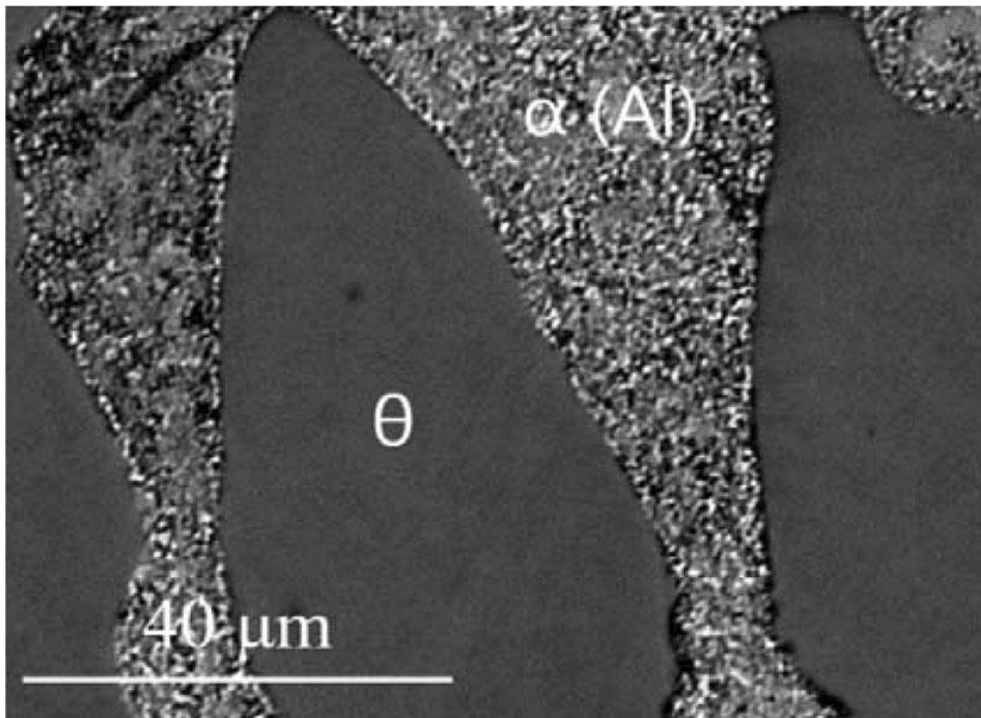


Figure I-19 : d'un alliage 63,8%at Al- 18%at Cu- 18,2%at Zn obtenue par électrons rétrodiffusés (BSE). La microstructure montre l'existence de deux phases : α (Al) et θ [48].

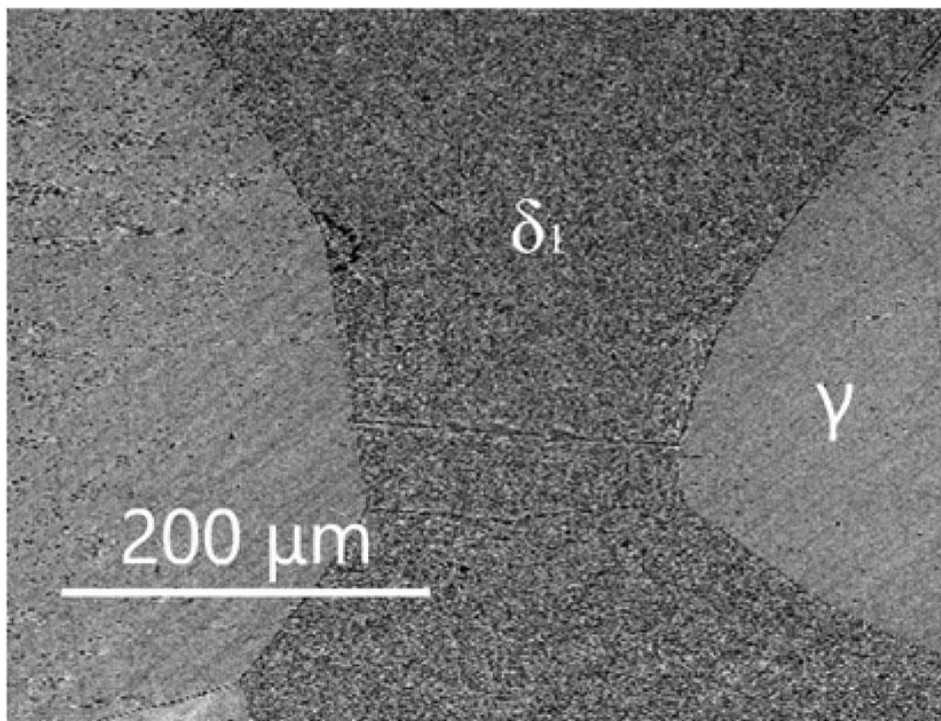


Figure I-20 : alliage 16,4%at Al- 40,3%at Cu- 43,3%at Zn obtenue par (BSE). La microstructure est formée par δ_1 et γ [48].

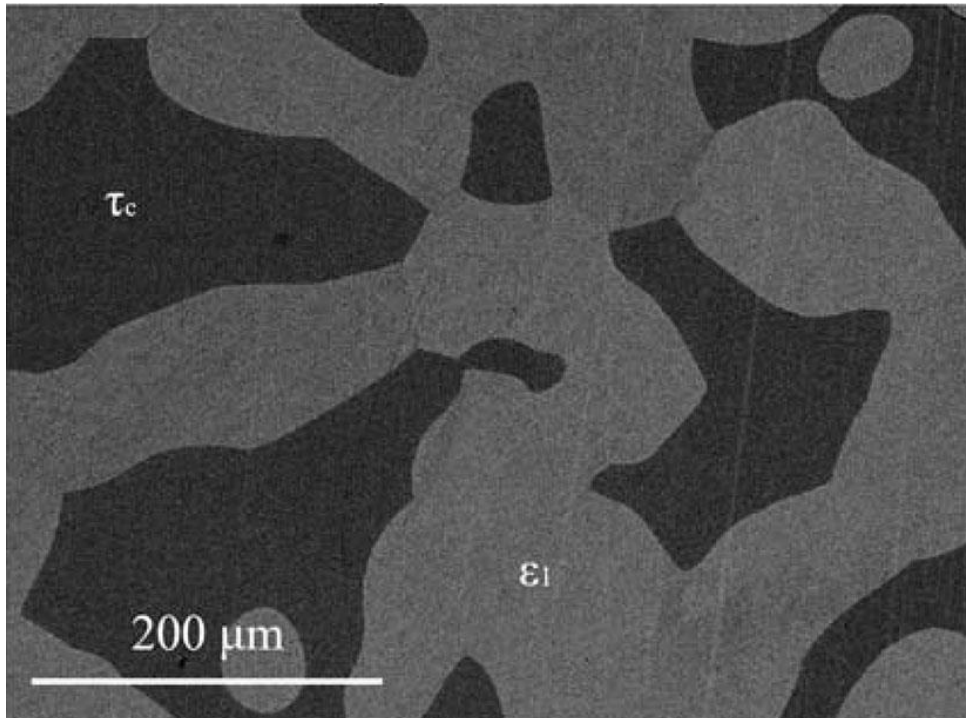


Figure I-21 : alliage 27,5%at Al- 47,1%at Cu- 25,4%at Zn obtenue par (BSE).

La microstructure est formée par τ_c et ϵ_1 [48].

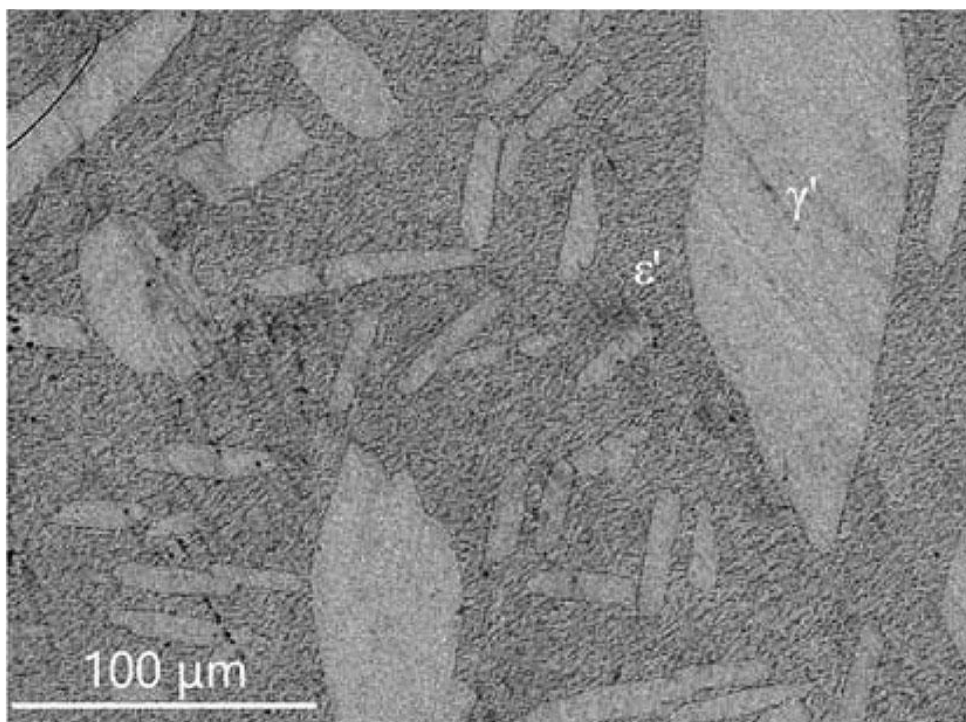


Figure I-22 : alliage 33,8%at Al- 59,3%at Cu- 6,9%at Zn obtenue par (BSE).

La microstructure est formée par γ' et ϵ' [48].

I.3 Notions de solidification

Les propriétés d'un matériau dépendent dans une large mesure des différentes transformations que celui-ci a, antérieurement, subi car une modification de la microstructure accompagne généralement ces transformations. La description des propriétés que manifeste un matériau n'est donc possible que si on connaît les conditions dans lesquelles la solidification, et les transformations produites au cours du refroidissement, ont eu lieu [54].

Dans ce qui suit, nous accorderons une description simple de quelques notions utiles pour la bonne compréhension du reste.

I.3.1 Définitions

I.3.1.1 Une phase

Une phase est définie comme étant une région, ou un ensemble de régions, d'un matériau, caractérisée par une structure et un arrangement atomique identique [5]. Autrement, une phase est une partie du matériau physiquement et chimiquement homogène.

I.3.1.2 Solutions solides

On désigne par solution solide l'addition des éléments étrangers 'B, C, D...' à un élément, majoritaire, 'A' qui conduit à l'apparition d'une seule phase ayant la même structure que celle de l'élément de base 'A'. Dans un cas pareil, l'élément 'A' joue le rôle du solvant tandis que les éléments d'alliage jouent le rôle des solutés et occupent des sites dans sa structure sans la modifier.

Dans la plupart des cas, sous conditions d'équilibre, le métal 'A' ne peut dissoudre qu'une certaine quantité limitée des éléments d'addition. Au-dessus de cette quantité, une apparition d'une seconde phase ou une modification de la structure est observée. L'étendue de la solution solide est gouvernée par les lois empiriques de Hume-Rothery et la valeur de cette concentration limite, aussi appelée miscibilité ou solubilité maximale C_B , pour un système donné est fonction de la température.

Les atomes des solutés, suivant leur taille, se logent dans le réseau du solvant en le substituant sur les nœuds ou en occupant les vides entre ses atomes. La solution solide dans le premier cas est dite de substitution tandis que dans le deuxième elle est dite d'insertion (ou interstitielle).

I.3.1.3 Grains

Les métaux cristallins utilisés sont pratiquement toujours utilisés à l'état polycristallin. Ils sont généralement constitués d'un ensemble de petits monocristaux juxtaposés et orientés différemment, appelés grains, le tout formant un milieu continu.

La taille des grains diffère selon le mode d'élaboration et des traitements appliqués [5], [54].

I.3.1.4 Joints de grains

Les joints de grains sont les surfaces d'accrolement des grains adjacents qui assurent leur cohésion, ils sont classés comme étant des défauts bidimensionnels contribuant au durcissement des matériaux. Les joints de grains sont considérés comme des zones de transitions raccordant deux cristaux d'orientation différente [5], [54].

I.3.2 Solidification des alliages métalliques

Le passage de l'état liquide à l'état solide dans les alliages métalliques affecte significativement les propriétés obtenues à basse température. Si la diffusion intervient lors de la transition, la solidification est dite par germination et croissance [7].

I.3.2.1 Germination

Lors d'un refroidissement, quand la température du système devient inférieure à la température de fusion, il y a apparition d'un certain nombre de germes solides dans le liquide en surfusion. Dans le liquide, les atomes sont en mouvement continue, il y a toujours une probabilité qu'un certain nombre d'atomes se regroupent momentanément sous la forme d'amas, de rayon r , ayant la structure du solide [5], [55].

Pour trouver la stabilité, le germe formé doit franchir une barrière énergétique qui correspond à une taille critique, r^* , des amas formés. Un germe de rayon $r < r^*$ aura tendance à se dissoudre dans le liquide, alors qu'un germe de rayon $r \geq r^*$ rentrera dans l'étape de croissance [5], [54].

La germination qui se fait au sein du liquide est dite homogène, cependant, son apparition est rare. En pratique la germination se fait généralement sur des particules d'impureté ou sur les parois du moule car ces derniers réduisent la barrière énergétique requise, dans ce cas, la germination est dite hétérogène [54], [55].

I.3.2.2 Croissance

Une fois les germes stables naissent, ils croissent par diffusion et leurs rayons augmentent. La solidification finit lorsque les dernières traces du liquide disparaissent, ce qui correspond à la température du solidus, et les germes formés donnent naissance aux grains.

En effet, une solidification donnant un alliage à phases complètement homogènes n'est jamais possible car cela nécessite une redistribution continue des solutés entre le solide et le liquide, ce qui exige un temps très long à cause de la faible diffusion des solutés dans le solide. Il y a donc apparition d'une différence de concentration dans la pièce à la fin de la solidification [5].

L'hétérogénéité, appelée ségrégation, qui apparaît a pour origine le rejet des solutés en avant par le front de solidification. Le centre de la pièce, solidifié en dernier, est donc plus riche en solutés ainsi que pour un même grain où son bord est plus riche que son centre [5], [54].

I.3.3 Morphologie de structures solidifiées

L'observation optique d'une pièce solidifiée peut mettre en évidence l'existence de trois zones distinctes (figure I-23) dont la formation, de l'une ou des trois, dépend des conditions de solidification [5].

I.3.3.1 Zone de peau

Suite au contact du métal liquide avec le moule, dont la température est inférieure à celle du liquidus, il est brusquement refroidi et la germination devient plus facile. Un nombre élevé de cristaux, orientés au hasard, se forme sur une courte distance [5], [54].

I.3.3.2 Zone basaltique

La zone basaltique résulte de la croissance préférentielle des grains ayant des axes parallèles au flux de chaleur. Cette croissance est rapide et conduit à l'apparition de grains avec une orientation, à peu près, la même [5], [54].

I.3.3.3 Zone centrale

Autrement appelée zone équiaxe. La germination hétérogène, au sein du liquide restant, limite l'évolution de la zone basaltique et donne naissance à un nombre de cristaux d'orientation quelconque. Cette zone n'existe pratiquement pas dans les métaux purs [5], [54].

I.3.3.4 Microstructures dendritiques

La croissance dendritique se produit quand il existe une surfusion en avant du front de solidification. Le rejet des solutés en avant du front et la température du liquide en surfusion créent une instabilité de l'interface solide-liquide. Celle-ci ne peut plus rester régulière. Si une légère protubérance apparaît l'interface se trouvera dans un liquide en surfusion. Ainsi sa croissance progressera rapidement par rapport à celle de l'ensemble du front donnant naissance à une dendrite, de forme arborescente [5], [54]. La croissance est plus rapide suivant l'axe principal de la dendrite, dans une structure cubique à face centrée comme l'aluminium la direction de croissance est $\langle 001 \rangle$ [7], [54].

La formation des branches primaires de la dendrite est suivie par un développement de ramifications. Après un certain temps, les ramifications se rejoignent et la croissance s'arrête lorsque le liquide est épuisé [5], [56].

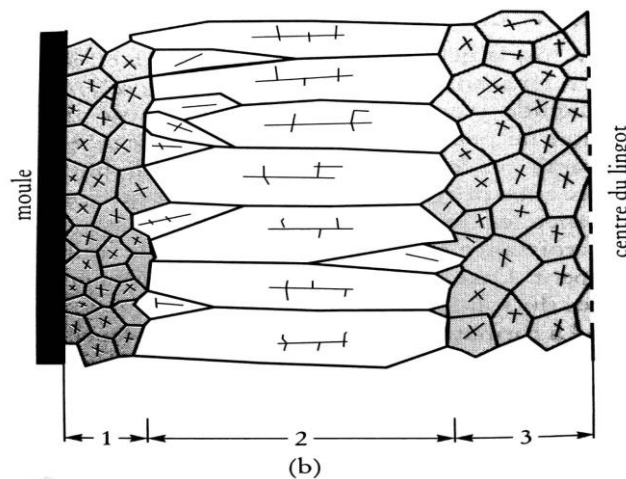


Figure I-23 : schéma des diverses zones de solidification :
 1). Zone de peau, 2). Zone basaltique, 3). Zone centrale [5].

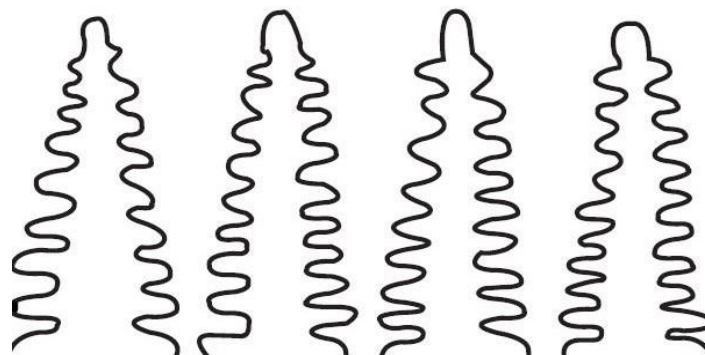


Figure I-24 : schéma illustrant la croissance dendritique [55].

I.3.4 Durcissement structural des alliages

Les propriétés mécaniques d'un matériau sont intimement liées à sa microstructure et en particulier la dureté qui est d'autant plus importante que le mouvement des dislocations, sous l'effet d'une contrainte, est mis en difficulté. Durcir un matériau consiste donc à créer des obstacles forts qui freinent, empêchent ou bloquent le mouvement des dislocations.

Le durcissement structural est un phénomène au cours duquel la microstructure de certains alliages évolue dans le temps et en fonction de la température du maintien, après trempe d'un état de mise en solution, par une précipitation de phases stables ou métastables [43], [57]. Au cours de cette précipitation séquentielle, il y a modification des propriétés mécaniques du matériau [5], [43]. Ce phénomène a été observé pour la première fois au début du 20^{ème} par Wilm sur des alliages Al-Cu [43], [44], [57].

La dureté d'un alliage traitable thermiquement dépend ainsi de la capacité des précipités formés à s'opposer au mouvement des dislocations lors de la déformation [2].

I.3.4.1 Etapes du traitement thermique

Le durcissement structural n'est possible que si les éléments d'alliages présentent une solubilité à l'état solide, dans l'aluminium, qui doit être partielle et qui décroît avec la décroissance de la température [2], [8], [43], [44], [58], [59].

Le traitement qui permet ce durcissement comporte essentiellement trois étapes : mise en solution solide, trempe et vieillissement ou maturation [59] :

I.3.4.1.1 Mise en solution

Elle consiste à porter et à maintenir l'alliage à une température supérieure à la température du solvus, mais toujours inférieure à la température du début de la fusion. Le temps de maintien doit être suffisant pour assurer une dissolution complète des éléments d'addition et obtenir une solution solide homogène [5], [43], [58].

I.3.4.1.2 Trempe

Elle consiste à refroidir le matériau assez rapidement à partir de la température de mise en solution. Cette étape a pour but de figer temporairement la structure obtenue à haute température [59].

Les phases d'équilibre n'auront pas le temps de se former et la microstructure de l'alliage, dans l'instant après trempe, est une solution solide, métastable, sursaturée en lacunes et en atomes de solutés [43], [57], [58], [59].

I.3.4.1.3 Vieillessement

Durant cette étape le matériau trempé est maintenu à une température modérée pour réaliser un retour partiel à l'état d'équilibre et obtenir les propriétés mécaniques visées. La solution solide obtenue, étant dans un état métastable, a toujours tendance à évoluer vers un état d'équilibre en rejetant sous forme d'amas ou de précipités les éléments de solutés en sursaturation [5], [43], [58].

Le retour vers l'équilibre par précipitation est relativement lent à la température ambiante et d'autant plus rapide que la température est élevée [5], [58]. Un chauffage du matériau à des températures modérées favorise la diffusion des atomes des solutés et accélère la précipitation, et donc le retour vers l'équilibre, et est appelé vieillissement artificiel [43], [59]. Pour certains systèmes le vieillissement peut se produire à la température ambiante, dans ce cas, on le désigne par vieillissement naturel ou maturation [60].

L'évolution des propriétés mécaniques, et en particulier la dureté, durant le traitement de durcissement structural est discutée dans une section suivante du chapitre.

I.3.4.2 Séquences de précipitation et zones GP

La microstructure, obtenue après mise en solution et trempe, de certains alliages d'aluminium a montré l'aptitude d'évoluer dans le temps même à température ordinaire par une précipitation de phases plus ou moins stables. Il a fallu donc sonder de près le processus de cette évolution car les conditions thermodynamiques à basse température ne sont pas favorables pour une germination d'une phase nouvelle [43], [61].

Ce phénomène a conduit les chercheurs à admettre qu'une pré-précipitation se produit avant la précipitation, proprement dite, des phases plus stables [54]. L'existence de ces zones de pré-précipitation a été mise en évidence pour la première fois par Guinier et Preston d'où leur appellation zones Guinier-Preston ou simplement zone GP [44], [54].

I.3.4.2.1 Zones de Guinier-Preston

Les zones GP (ZGP) sont le résultat des premiers stades de décomposition de la solution solide instable [57]. Après trempe, les atomes des solutés se rassemblent en certains plans de la matrice en substituant les atomes d'aluminium [61]. Il en résulte une formation de domaines enrichis en atomes des solutés cohérents avec la matrice [8], [54].

Au début du vieillissement, la formation des zones GP est très rapide, ensuite elle décroît considérablement avec le temps. Cela n'est possible que si les atomes ont, non seulement tendance à s'associer, mais aussi une grande mobilité à l'état solide [61]. Cette grande mobilité, hors ordinaire, est expliquée par le grand nombre de lacunes retenues de l'état de mise en solution par la trempe [54], [61], [62]. Les lacunes s'éliminent rapidement et par conséquent la mobilité des atomes diminue ce qui explique le décroissement de la cinétique du vieillissement avec le temps [61].

Les ZGP formées peuvent prendre une variété de morphologies autres que les zones planes souvent observées dans les alliages Al-Cu. On peut aussi rencontrer les zones sphériques (Al-Ag), les zones en forme d'ellipsoïde aplatie (Al-Zn) ou les zones en forme d'aiguille (Al-Mg-Si) [35], [61], [63].

Reste à noter que, malgré des distorsions importantes au niveau de l'interface matrice-zone GP, le réseau cristallin à l'intérieur des zones est le même que celui de la matrice. D'autre part, l'énergie interfaciale des zones est très faible. Il en résulte que les zones GP ne forment pas une phase distincte de la matrice [61] en dépit de la différence chimique appréciable entre les deux, même si elles sont souvent discutées côte à côte des précipités formés.

I.3.4.2.2 Précipitations de phases de transition

Il est clair que la formation des zones GP diminue l'énergie libre du système, néanmoins, le système est toujours métastable et ne trouvera sa stabilité que par la précipitation des phases d'équilibre prévues par les diagrammes des phases [5], [61].

Le rayon des zones GP croît par diffusion des atomes de solutés. Celles-ci sont remplacées séquentiellement par des précipités, de plus en plus stables, qui en grossissant durant le vieillissement perdent progressivement leur cohérence avec la matrice [54], [61], [62].

I.3.4.2.3 Précipitation des composés stables

Si le vieillissement est poussé ou prolongé, la matrice est de plus en plus appauvrie en soluté et des précipités grossiers stables apparaissent, après passage par les formes transitoires. Les précipités finaux sont gros, distants et incohérents avec la matrice [5], [57], [58], [62].

I.3.4.3 Evolution des propriétés mécaniques

Durant un traitement de vieillissement, le durcissement est dû essentiellement aux précipités formés. La dureté du matériau se voit croissante, passant par un maximum et puis décroissante (Figure I-25) [5], [54], [57]. Les trois stades de cette évolution sont comme suit :

I.3.4.3.1 Augmentation de la dureté

Après trempe est jusqu'à une certaine durée, la dureté du matériau augmente. Cette augmentation correspond aux premiers stades de formation et d'évolution des zones GP qui ensuite donnent naissance à des précipités fins et cohérents avec la matrice.

I.3.4.3.2 Un maximum de dureté

Les précipités métastables formés grossissent tout en gardant leur cohérence avec la matrice. Un pic de durcissement est observé pour une taille critique.

I.3.4.3.3 Décroissance de la dureté

Pour des durées de vieillissement prolongées, un progressif retour à l'équilibre se manifeste par l'apparition de précipités gros, plus stables, distants et incohérents.

Par la théorie des dislocations, on peut expliquer cette courbe par les deux principaux mécanismes qui dominent la déformation plastique.

Dans le premier stade, zones GP et les précipités fins et cohérents, c'est le mécanisme de cisaillement (Figure I-26) qui domine la déformation plastique qui continue en cisillant les précipités. La contrainte nécessaire pour que les dislocations franchissent (cisillent) ces obstacles est proportionnelle à la racine carré des rayons des précipités ce qui explique le durcissement observé [5], [43], [54].

Dans le deuxième stade, les précipités deviennent gros, distants et incohérents. La dislocation ne peut plus les cisiller et c'est le mécanisme de contournement d'Orowan (Figure I-26) qui devient plus favorable et par conséquent domine la déformation. La dislocation continue son chemin en contournant le précipité et en laissant une boucle autour de lui.

La contrainte de franchissement nécessaire, dans le cas du mécanisme de contournement, est inversement proportionnelle aux rayons des précipités, ce qui explique l'abaissement de la dureté du matériau au cours du traitement [5], [43], [54].

Finalement, il est important de rappeler qu'à l'état brut après trempe, les propriétés mécaniques du matériau sont médiocres. Étant malléable, l'alliage peut être facilement mis en forme par laminage, emboutissage, etc. Il suffit ensuite de lui appliquer un traitement thermique adéquat pour lui conférer une résistance satisfaisante [5], [54].

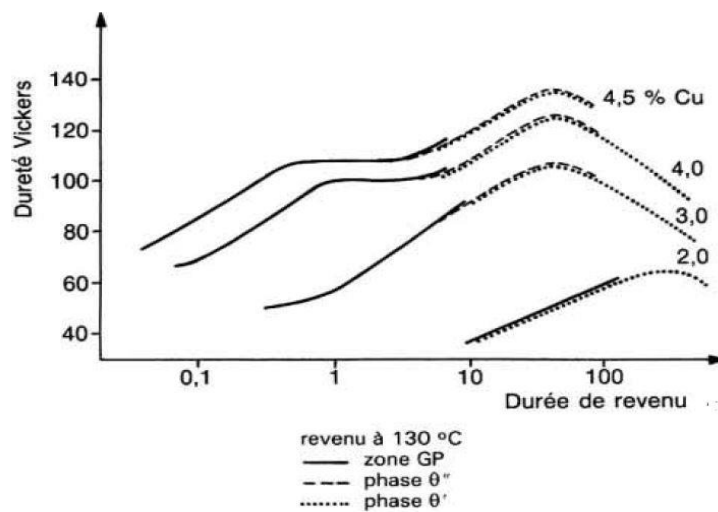


Figure I-25 : exemple d'évolution de la dureté au cours d'un traitement de vieillissement pour un système d'alliage Al-Cu pour des différentes teneurs (massiques) en cuivre [43].

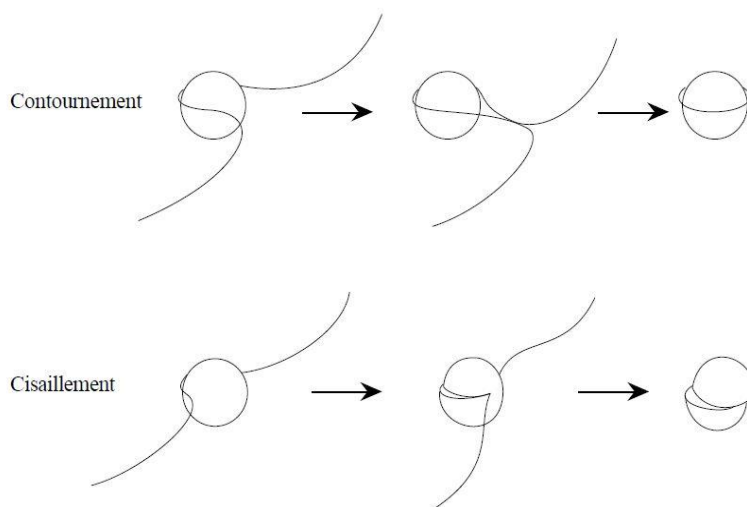


Figure I-26 : mécanismes de franchissement des précipités par une dislocation [64].

I.4 Références bibliographiques du chapitre I

- [1] A. Cros and G. Arribet, *Initiation à la chimie moderne: première, sections C et E.* in A. Cros. E. Belin, 1969. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=QzEozQEACAAJ>
- [2] G. E. Totten and D. S. MacKenzie, *Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes.* CRC Press, 2003. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=Wbvw3nt1gp0C>
- [3] M. Beldjehem, “Couches minces obtenues par co-pulvérisation cathodique magnétron-caractérisations microstructurale et électrochimique (corrosion),” 2014.
- [4] A. Cochard, “Microstructures et propriétés mécaniques des alliages de type Duralumin du Breguet 765 n ° 504 64-PH : approche historique et sciences des matériaux,” 2016.
- [5] J. P. Baïlon and J. M. Dorlot, *Des matériaux.* Presses Internationales Polytechnique, 2000. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=MoOPuyOgeqQC>
- [6] B. S. Mitchell, *An Introduction to Materials Engineering and Science for Chemical and Materials Engineers.* Wiley, 2004. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=iQQcERxsNywC>
- [7] D. Lamrous, “Etude des transformations de phase et des propriétés physico- chimiques des alliages à base d ’ aluminium (Al-Zn),” 2014.
- [8] J. R. Davis, J. R. D. Associates, and A. S. M. I. H. Committee, *Aluminum and Aluminum Alloys.* in ASM specialty handbook. ASM International, 1993. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=Lskj5k3PSIcC>
- [9] N. F. Mott and H. Jones, *The Theory of the Properties of Metals and Alloys.* in Dover books on physics and mathematical physics. Dover Publications, 1945. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=LIPsUaTqUXUC>
- [10] J. R. Davis, *Alloying: Understanding the Basics.* ASM International, 2001. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=Sg9fAVdf8WoC>
- [11] R. AMIRA, “Etude des phénomènes de précipitation dans le système d’alliages Al-Zn-Mg par la dilatométrie et l’analyse calorimétrique différentielle,” 2005.

- [12] I. Kherif, “Effet de l’addition du magnésium sur la microstructure de l’alliage Al-5 % Zn,” 2019.
- [13] J. G. Kaufman, *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*. ASM International, 2000. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=idmZIDcwCykC>
- [14] N. CHÉRIFI, “Effet du soudage par TIG sur l’aluminium industriel 1050A,” 2015.
- [15] G. E. Totten and D. S. MacKenzie, *Handbook of Aluminum: Volume 2: Alloy Production and Materials Manufacturing*. in Handbook of aluminum. CRC Press, 2003. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=XlmAKOjvnrnC>
- [16] D. S. MacKenzie and G. E. Totten, *Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys*. CRC Press, 2005. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=z47MBQAAQBAJ>
- [17] M. SELLAM, “Etude des transformations structurales et des propriétés mécaniques dans les soudures d’alliage d’aluminium 7075 traités thermiquement réalisées par le procédé de soudage tig,” 2012.
- [18] A. BRAHAMI, “Etude de l’influence du couplage entre les caractéristiques mécaniques et les sollicitations appliquées sur le comportement en fatigue des alliages d’aluminium.,” 2018.
- [19] P. CDA, “Copper Tube Handbook,” *Ind. Stand. Copp. Pip.*, 2020.
- [20] J. Chen, Z. Xu, and Y. Chen, *Electronic properties of sulfide minerals and floatability*. 2020. doi: 10.1016/b978-0-12-817974-1.00002-8.
- [21] W. F. Hosford, “Alloys: Copper,” *Encycl. Condens. Matter Physics, Six-Volume Set*, vol. 1, pp. V1-24-V1-45, 2005, doi: 10.1016/B0-12-369401-9/00533-7.
- [22] M. Li and S. J. Zinkle, “4.20 - Physical and Mechanical Properties of Copper and Copper Alloys,” *Compr. Nucl. Mater. Vol. 1-5*, vol. 1–5, pp. 667–690, 2012, doi: 10.1016/B978-0-08-056033-5.00122-1.
- [23] R. N. Wright, “Relevant Aspects of Copper and Copper Alloy Metallurgy,” *Wire Technol.*, pp. 177–200, 2016, doi: 10.1016/b978-0-12-802650-2.00013-3.
- [24] H. H. Sandstead, “Zinc,” *Handb. Toxicol. Met. Fourth Ed.*, vol. 1, no. 13530, pp. 1369–1385, 2015, doi: 10.1016/B978-0-444-59453-2.00061-5.

- [25] “Zinc | SpringerLink.” [Online]. Available: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-94-007-4470-7_17
- [26] H. Warlimont and W. Martienssen, *Springer Handbook of Materials Data*. in Springer Handbooks. Springer International Publishing, 2018. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=0rdmDwAAQBAJ>
- [27] K. Mills, “Zn Pure Zinc,” 2002, pp. 219–224. doi: 10.1533/9781845690144.219.
- [28] W. B. Pearson and G. V Raynor, *A Handbook of Lattice Spacings and Structures of Metals and Alloys: International Series of Monographs on Metal Physics and Physical Metallurgy, Vol. 4*, no. vol.~4. Elsevier Science, 1958. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=brg4BQAAQBAJ>
- [29] C. S. Barrett, *Structure of Metals*. Read Books, 1943. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=C-Uw7IcY9qsC>
- [30] A. Pola, M. Tocci, and F. E. Goodwin, “Review of microstructures and properties of zinc alloys,” *Metals (Basel)*., vol. 10, no. 2, pp. 1–16, 2020, doi: 10.3390/met10020253.
- [31] M. Thompson, Ed., “5 - Zinc,” in *Base Metals Handbook*, Woodhead Publishing, 2006, pp. 5–79. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-154-7.50005-0>.
- [32] I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, and M. Qian, “5 - Cast Aluminium Alloys,” in *Light Alloys (Fifth Edition)*, Fifth Edit., I. Polmear, D. StJohn, J.-F. Nie, and M. Qian, Eds., Boston: Butterworth-Heinemann, 2017, pp. 265–286. doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-099431-4.00005-1>.
- [33] M. V. Glazoff, A. V. Khvan, V. S. Zolotarevsky, N. A. Belov, and A. T. Dinsdale, *Phase Diagrams for Binary and Multicomponent Aluminum Systems*. 2019. doi: 10.1016/b978-0-12-811805-4.00001-8.
- [34] ASM, *ASM Handbook Volume 3 - Alloy Phase Diagrams*. 1992. doi: 10.1007/BF02869318.
- [35] J. L. Murray, “The Al-Zn (Aluminum-Zinc) System,” vol. 4, no. 1, pp. 55–73, 1983.
- [36] S. Müller, C. Wolverton, L. W. Wang, and A. Zunger, “Predicting the size- and temperature-dependent shapes of precipitates in Al-Zn alloys,” *Acta Mater.*, vol. 48, no. 16, pp. 4007–4020, 2000, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00209-3.

- [37] H. Okamoto, “Al-Zn (aluminum-zinc),” *J. Phase Equilibria*, vol. 16, no. 3, pp. 281–282, 1995, doi: 10.1007/BF02667316.
- [38] and E. M. M. H. Okamoto, M.E. Schlesinger, Ed., “Al (Aluminum) Binary Alloy Phase Diagrams,” in *Alloy Phase Diagrams*, ASM International, 2016. doi: 10.31399/asm.hb.v03.a0006144.
- [39] D. Lamrous, E. Boehm-Courjault, M. Y. Debili, and N. Sassane, “Effect of impurities on microstructure and structural properties of the as-cast and treated Al-Zn alloys,” *Metall. Mater. Eng.*, vol. 20, no. 1, pp. 23–34, 2014.
- [40] D. S. MacKenzie and G. E. Totten, *ANALYTICAL CHARACTERIZATION OF ALUMINUM, STEEL, AND SUPERALLOYS*. 2006. doi: 10.1201/9781351045636-140000168.
- [41] G. Sha, R. K. W. Marceau, and S. P. Ringer, *Precipitation and solute clustering in aluminium: Advanced characterisation techniques*, no. 2000. Woodhead Publishing Limited, 2010. doi: 10.1533/9780857090256.2.345.
- [42] H. Baker, A. S. M. I. H. Committee, and A. S. M. I. A. P. D. Committee, *ASM Handbook*, no. vol.~3. in *ASM Handbook*. ASM International, 1992. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=KWdFAAAAYAAJ>
- [43] B. DUBOST and P. SAINFORT, “Durcissement par précipitation des alliages d’aluminium,” *Tech. l’ingénieur Méthodes caractérisation d’analyse des métaux alliages*, vol. base docum, no. ref. article : m240, 1991.
- [44] I. J. Polmear, “Aluminium alloys - A century of age hardening,” *Mater. Forum*, vol. 28, pp. 1–14, 2004.
- [45] E. H. Okamoto, M.E. Schlesinger, and E.M. Mueller, Ed., “Al (Aluminum) Ternary Alloy Phase Diagrams,” in *Alloy Phase Diagrams*, ASM International, 2016. doi: 10.31399/asm.hb.v03.a0006233.
- [46] H. Okamoto, “Supplemental literature review of binary phase diagrams: Cs-In, Cs-K, Cs-Rb, Eu-In, Ho-Mn, K-Rb, Li-Mg, Mg-Nd, Mg-Zn, Mn-Sm, O-Sb, and Si-Sr,” *J. Phase Equilibria Diffus.*, vol. 34, no. 3, pp. 251–263, 2013, doi: 10.1007/s11669-013-0233-2.

- [47] “E.H. Wright: Aluminum Research Laboratories, Aluminum Company of America, private communication referred by J.B. Clark, 1961.”
- [48] O. Zobac, A. Kroupa, and K. W. Richter, “Experimental study of the Al–Cu–Zn ternary phase diagram,” *J. Mater. Sci.*, vol. 55, no. 24, pp. 10796–10810, 2020, doi: 10.1007/s10853-020-04686-4.
- [49] D. Petrov *et al.*, “Aluminium-Magnesium-Zinc,” *Landolt-Boernstein New Ser. IV/11A3*, vol. 84, pp. 191–209, 2005.
- [50] D. R. Haeffner and J. B. Cohen, “The structure of G.P. zones in an AlCuZn alloy,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 40, no. 4, pp. 831–838, 1992, doi: 10.1016/0956-7151(92)90025-A.
- [51] S. M. Liang and R. Schmid-Fetzer, “Thermodynamic assessment of the Al-Cu-Zn system, Part III: Al-Cu-Zn ternary system,” *Calphad Comput. Coupling Phase Diagrams Thermochem.*, vol. 52, pp. 21–37, 2016, doi: 10.1016/j.calphad.2015.11.001.
- [52] V. Raghavan, “Al-Cu-Zn (Aluminum-Copper-Zinc),” *J. Phase Equilibria Diffus.*, vol. 28, no. 2, pp. 183–188, 2007, doi: 10.1007/s11669-007-9025-x.
- [53] G. Ghosh, J. van Humbeeck, and P. Perrot, “Al–Cu–Zn ternary phase diagram evaluation, Ternary Evaluations, MSI,” *Mater. Sci. Int. Serv. GmbH, Stuttgart*, 2004.
- [54] J. Bénard, *Métallurgie générale*. in Maitrise ès sciences - certificat de métallurgie. Masson, 1984. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=P3ekugEACAAJ>
- [55] J. Campbell, *Solidification Structure*. 2015. doi: 10.1016/b978-0-444-63509-9.00005-4.
- [56] S. Harkati, “Etude thermique et propriétés structurales des alliages Al-30 % Zn et Al-30 % Zn-5 % Mg,” 2019.
- [57] Q. Puydt, “Comportement mécanique de soudures en alliage d ’ aluminium de la série 7xxx : de la microstructure à la modélisation de la rupture,” 2012.
- [58] R. DEVELAY, “Traitements thermiques des alliages d’aluminium,” *Tech. l’ingénieur. Matériaux métalliques*, no. M1290, pp. M1290-1, 1986.
- [59] R. Langevin Raymond, “D’AUTO-APPRENTISSAGE pour les opérateurs en traitement thermique,” 2015, p. 186.

- [60] M. V Glazoff, V. S. Zolotarevsky, and N. A. Belov, *Casting Aluminum Alloys*. Elsevier Science, 2007. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=p0m4wQbB6kAC>
- [61] M. Wintenberger, “Croissance cristalline des zones de Guinier-Preston dans les alliages d’aluminium,” *Bull. la Société française Minéralogie Cristallogr.*, vol. 92, no. 6, pp. 579–589, 1969, doi: 10.3406/bulmi.1969.6289.
- [62] S. J. Andersen, C. D. Marioara, J. Friis, S. Wenner, and R. Holmestad, “Precipitates in aluminium alloys,” *Adv. Phys. X*, vol. 3, no. 1, pp. 790–814, 2018, doi: 10.1080/23746149.2018.1479984.
- [63] A. Dager, J. P. Guillot, and J. Caisso, “Etude des deformations du reseau dues aux zones de Guinier-Preston de Al□ Ag, Al□ Zn et Al□ Mg par diffusion des rayons x au voisinage des taches de bragg,” *Acta Metall.*, vol. 22, no. 6, pp. 733–739, 1974.
- [64] A. Deschamps, “Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu,” 1997.

Chapitre II

Matériaux et techniques expérimentales

Chapitre II- Matériaux et Techniques Expérimentales

II.1 Matériaux étudiés et élaboration

II.1.1 Composition chimique des alliages étudiés

II.1.2 Elaboration des alliages par fusion haute fréquence (HF)

II.1.2.1 Principe du chauffage par induction magnétique

II.1.2.2 Élaboration des alliages

II.2 Techniques expérimentales

II.2.1 Préparation métallographique

- Tronçonnage • Enrobage • Polissage • Attaque chimique

II.2.2 Microscopie optique (M.O)

II.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

II.2.3.1 Principe

II.2.3.2 Caractéristiques techniques du MEB

II.2.4 Diffraction des rayons X (DRX)

II.2.4.1 Principe

II.2.4.2 Mesure et appareillage

II.2.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

II.2.5.1 Principe de fonctionnement de la DSC

II.2.5.2 Appareillage et mesure

Références bibliographiques du chapitre II

Chapitre II- Matériaux et Techniques Expérimentales

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux étudiés, le mode d'élaboration utilisé et à la description des différentes techniques de caractérisation employés pour l'investigation de leur microstructure.

Nous présenterons la composition des alliages et le procédé de leur élaboration dans la première partie du chapitre. Dans la deuxième, une brève description est accordée aux principes de fonctionnement et aux caractéristiques techniques des différents équipements utilisés pour la caractérisation.

II.1 Matériaux étudiés et élaboration

II.1.1 Composition chimique des alliages étudiés

La composition chimique des quatre alliages étudiés est représentée dans le Tableau II-1 en pourcentages massique et atomique allant du plus riche en aluminium au plus riche en cuivre. Le tableau II-2 représente, en outre, les masses calculées, d'après la composition chimique visées, et les masses des poudres pesées expérimentalement lors de la préparation des échantillons pour l'élaboration. La fraction atomique du Zn additionné est identique pour les quatre échantillons élaborés.

L'aluminium utilisé est sous forme de paillettes fines de pureté de 99.0% et de masse moléculaire de $M_{Al} = 2,71$ g/mol.

Le cuivre et le zinc utilisés sont sous forme de poudres fines de puretés et masses moléculaires respectives :

Cu : 99,8% de pureté et de masse moléculaire $M_{Cu} = 63,55$ g/mol.

Zn : 99.99% de pureté et de masse moléculaire $M_{Zn} = 65,34$ g/mol.

Tableau II-1 : Composition chimique et nomenclatures des alliages étudiés.

| Alliage | Composition en pourcentage massique (% pds.) | Composition en pourcentage atomique (% at.) |
|----------------|---|--|
| A-1 | Al-49% Cu-0,033% Zn | Al-30% Cu-2% Zn |
| A-2 | Al-60% Cu-0,03% Zn | Al-40% Cu-2% Zn |
| C-3 | Al-83,3% Cu-0,0245% Zn | Al-70% Cu-2% Zn |
| C-4 | Al-89% Cu-0,023% Zn | Al-80% Cu-2% Zn |

Tableau II-2 : masses visées et pesées des constituants.

| Alliage | Masse visée (g) | | | Masse pesée (g) | | |
|----------------|------------------------|-----------|-----------|------------------------|-----------|-----------|
| | Al | Cu | Zn | Al | Cu | Zn |
| A-1 | 3,790848 | 3,938862 | 0,270288 | 3,79650 | 3,95350 | 0,28188 |
| A-2 | 2,954375 | 4,798657 | 0,246967 | 2,97256 | 4,82330 | 0,25246 |
| C-3 | 1,132970 | 6,670845 | 0,196183 | 1,14494 | 6,68995 | 0,19856 |
| C-4 | 0,681618 | 7,134782 | 0,183598 | 0,69640 | 7,1496 | 0,18591 |

II.1.2 Elaboration des alliages par fusion haute fréquence (HF)

II.1.2.1 Principe du chauffage par induction magnétique

Le chauffage par induction magnétique est une technique qui utilise des variations cycliques d'un champ magnétique pour induire un champ électrique, dit de Foucault, au sein du matériau à chauffer. A travers les pertes d'énergie des courants induits, suite aux collisions successives, (Eddy currents en anglais), il est possible de chauffer, traiter ou fondre les matériaux conducteurs d'électricité [1].

Pour créer des champs magnétiques forts, l'utilisation des solénoïdes prédomine [1]. Le passage d'un courant électrique alternatif, à travers l'inducteur, engendre un champ magnétique alternatif proportionnel à l'intensité du courant et au nombre de spires de la bobine [2], [3]. L'expression donnant l'intensité du champ, B , au centre du solénoïde, où l'intensité du champ est maximale, est donné par :

$$B = \frac{\mu NI}{L} \quad \text{Eq. II-1}$$

Où μ représente la perméabilité du vide, N le nombre de spires, I l'intensité du courant électrique parcourant l'inducteur et L la longueur du bobinage [3].

La pièce à chauffer, généralement placée à l'intérieur de l'inducteur, est soumise au champ magnétique créé. Les électrons libres du matériau se mettent par conséquent en mouvement, d'où l'apparition des courants de Foucault, et perdent une quantité de leur énergie cinétique suite aux collisions. Le matériau, par effet Joule, est chauffé et peut être fondu si cet effet est suffisamment important [1], [2], [3], [4], [5].

La température de la pièce placée est fonction de plusieurs paramètres : l'intensité du champ appliqué, la masse de la pièce à chauffer, la nuance et les propriétés physiques des éléments constituants...etc.

La distribution des courants de Foucault à travers la pièce n'est pas uniforme, et, par conséquent, le chauffage aussi. Ils s'établissent surtout près de la surface, engendrant une température aussi importante de cette dernière par rapport au cœur du matériau, et leur amplitude diminue exponentiellement avec la profondeur [1]. La partie extérieure du matériau chauffe, par conséquent en premier lieu, sous l'effet des collisions tandis que la partie intérieur, partant du cœur, chauffe essentiellement par conductibilité thermique.

Les courants tourbillons induits assurent une distribution homogène des solutés dans le liquide, après fusion complète de l'échantillon, sans avoir besoin d'un maintien prolongé pour l'atteindre. La coupure brutale du champ magnétique appliqué, et par conséquent la coupure de la source de chaleur au sein de la pièce, donne naissance à un refroidissement quasi-instantané du matériau. La diminution de la température, de la fusion à la température ambiante ou désirée, se fait en un temps très court suivant les propriétés thermiques du matériau fondu. Cette propriété, spécifique au four à induction, permet l'obtention facile de microstructures hors d'équilibre, suite au refroidissement rapide, nous permettant ainsi la possibilité d'exploiter à l'ambiante des propriétés obtenues seulement aux hautes températures.

Le four à induction (figure II-1) est essentiellement constitué de deux parties : un générateur haute fréquence et un inducteur, le plus souvent sous forme de tube en cuivre refroidi à l'eau [1], [2], [6]. Il présente l'avantage de générer la chaleur au sein de la pièce à traiter, sans contact matériel, et la capacité de la concentrer dans une zone spécifique. La contamination avec le milieu gazeux est donc réduite et le rendement énergétique, par rapport au four conventionnel, devient meilleur. [2].

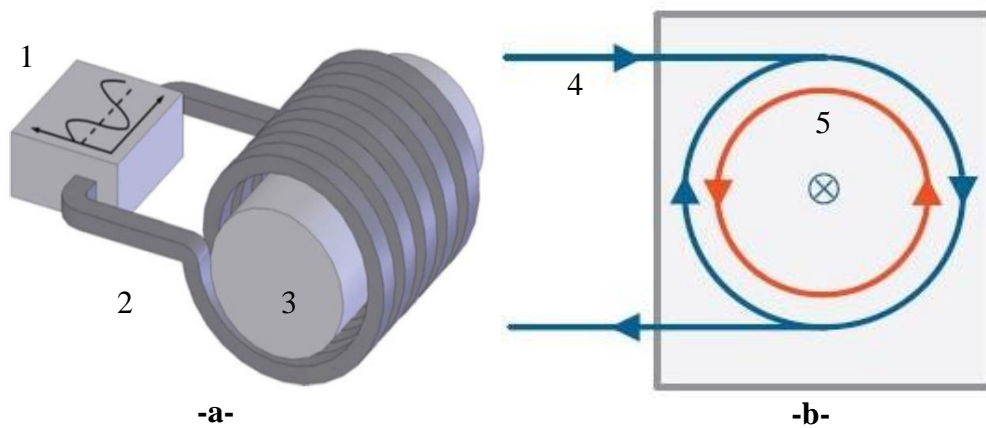
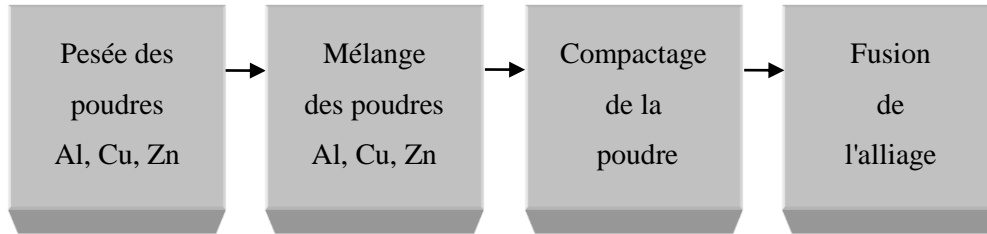


Figure II-1 : a) Four à induction magnétique [6]. b) Sens du courant appliqué et induit [5] :

- 1 – Générateur.
- 2 – Inducteur.
- 3 – Pièces à traiter.
- 4 – Courant appliqué.
- 5 – Courant de Foucault induit.

II.1.2.2 Élaboration des alliages

La masse des échantillons élaborés est de 8 grammes. Les différentes étapes de l'élaboration sont schématisées de la manière suivante :



La première étape de l'élaboration est la pesée des poudres qui a été effectuée à l'aide d'une balance électronique très sensible de type (KERN EW/EG-N) avec une précision de 10^{-3} g. La deuxième étape est le mélange manuel, des poudres, qui est suivi d'un compactage à froid sous une charge moyenne allant de 8 à 10 tonnes.

La matrice, dans laquelle les poudres ont été compactées, est une matrice en acier inoxydable nettoyée avec de l'acétone après chaque compactage pour éviter toutes sortes de contamination ou d'écart aux masses visées des poudres. Le produit obtenu est une pastille, destinée à la fusion. La pastille compactée obtenue a un diamètre de ≈ 20 mm et une hauteur variant de ≈ 4 à 7 mm suivant la masse volumique des constituants (Figure II-2).

Les alliages étudiés, après pesée et compactage, ont été élaborés à l'aide d'un four à induction haute fréquence de type Lin therm 600. Le four est alimenté par un générateur haute fréquence de 300 KHz et de puissance 6 KW. Les principaux constituants du générateur haute fréquence sont rassemblés dans la figure II-3 notant : le générateur, le refroidisseur et l'inducteur.

L'alliage à fondre, sous forme de pastille compactée, est mis dans un creuset réfractaire puis placé dans l'inducteur. Le courant qui parcourt les spires, refroidies à l'eau pour empêcher l'augmentation de leurs températures, assure la création des courants induits à travers l'alliage, permettant sa fusion rapide (figure II-4).

La coupure brutale du générateur donne un refroidissement rapide, à l'air libre, de la température de fusion à la température ambiante de l'environnement. L'alliage final, qui acquiert une forme quasi-cylindrique, est couvert d'une couche superficielle d'oxydes, dû au contact avec de l'air, qui sera par la suite décapée (figure II-5).

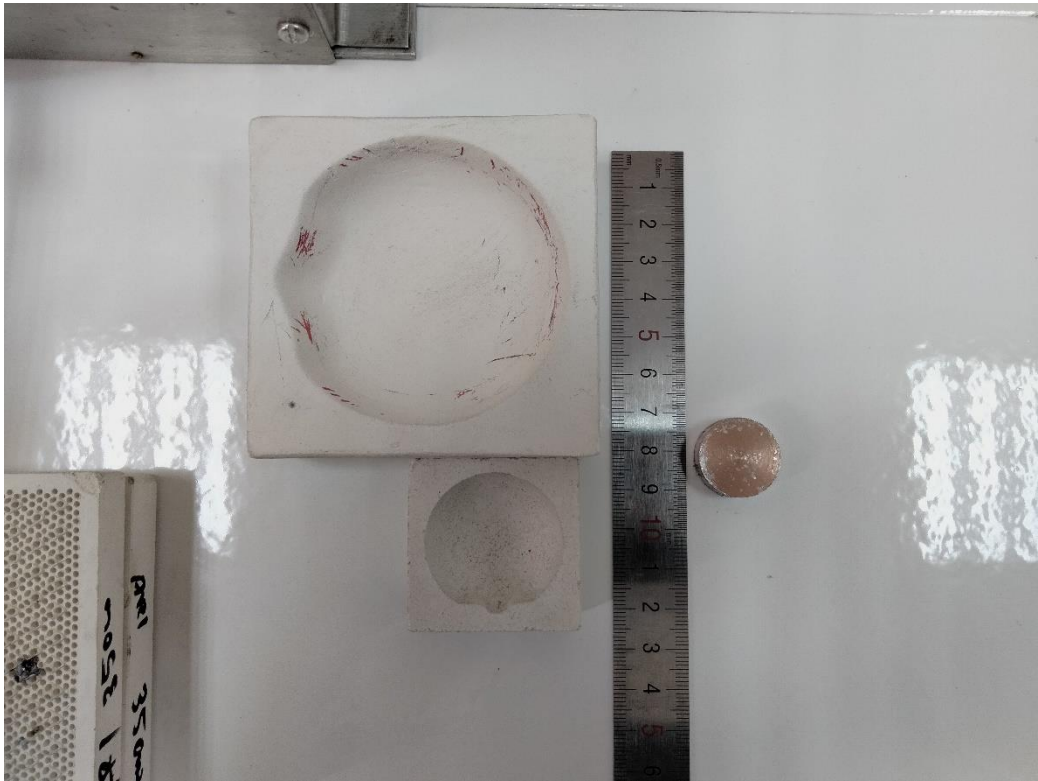


Figure II-2 : Pastille du mélange des poudres Al, Cu et Zn.

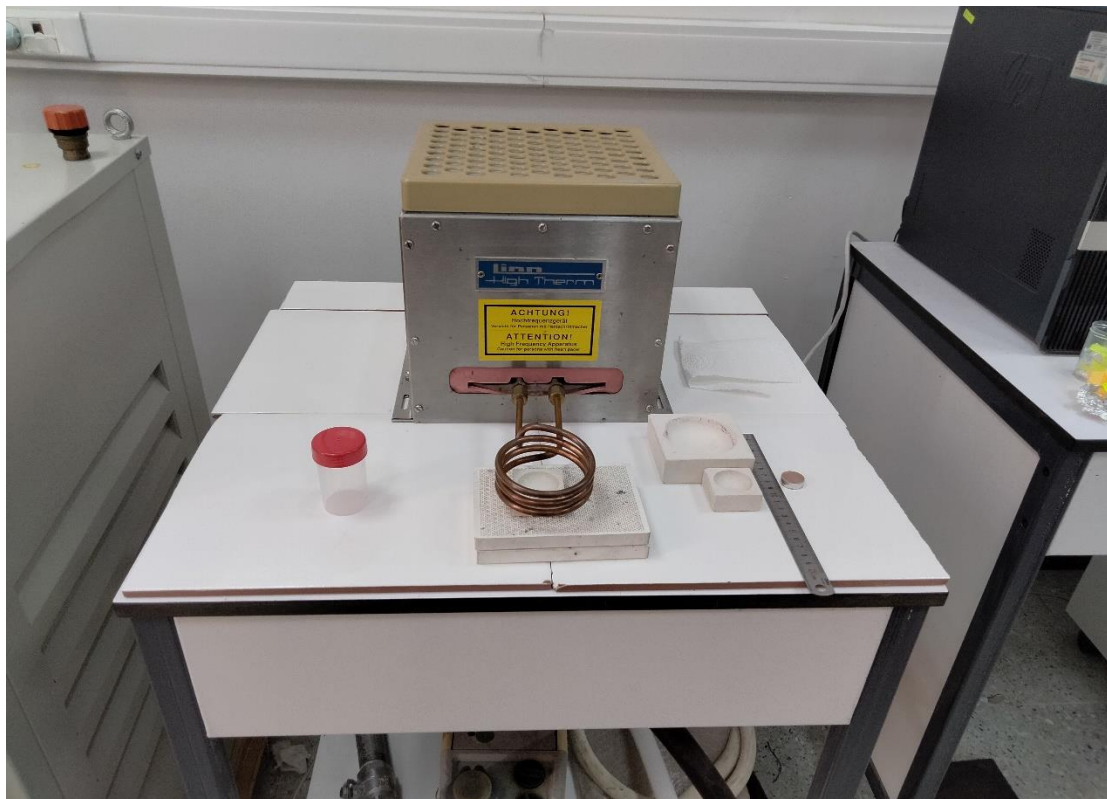
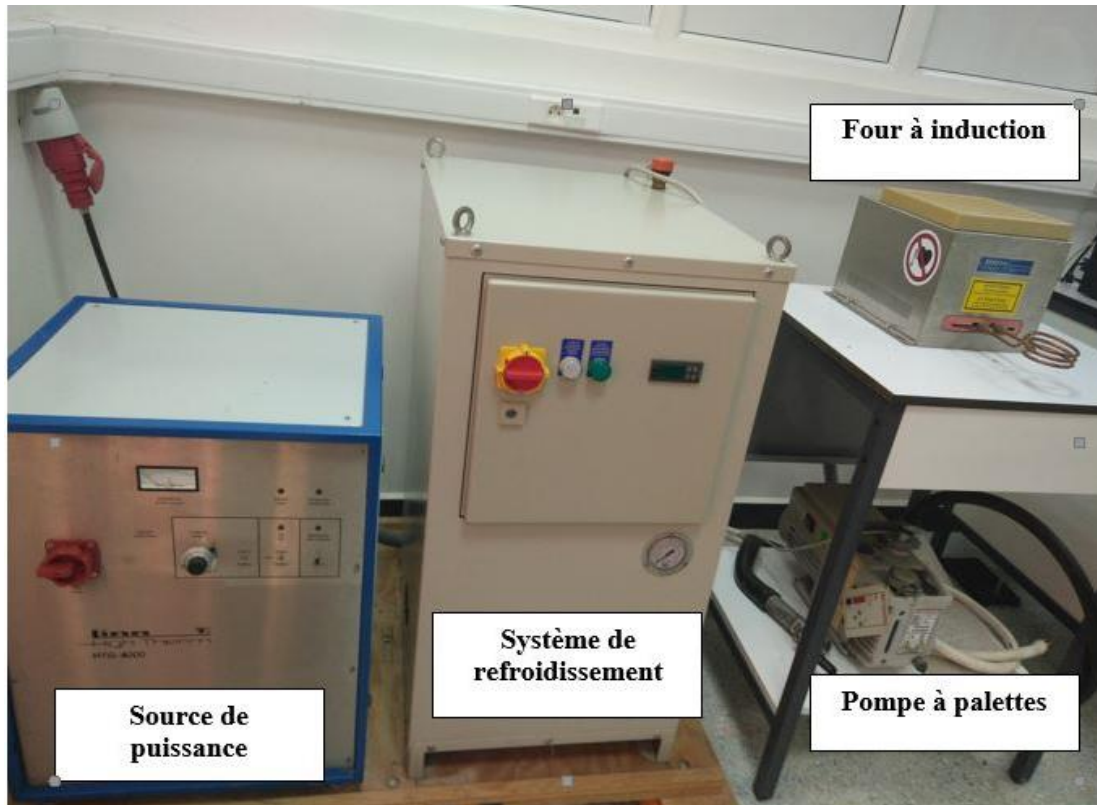


Figure II-3 : Principaux constituants du générateur haute fréquence (HF).

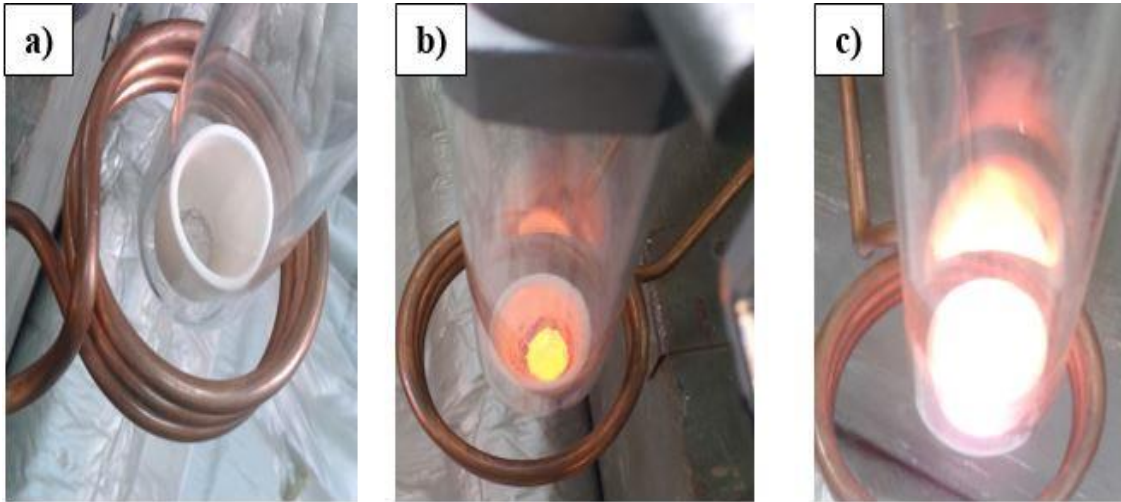


Figure II-4 : Dispositif du four à induction, (a) alliage avant fusion, (b) et (c) alliage en fusion.



Figure II-5 : Alliages après solidification.

II.2 Techniques expérimentales

II.2.1 Préparation métallographique

Une préparation métallographique est généralement requise pour faciliter la détermination de la microstructure. La préparation, dans notre cas, comporte les étapes suivantes :

- **Tronçonnage** : La première étape consiste à découper l'échantillon à l'aide d'une micro-tronçonneuse automatique de disque diamanté. L'eau est utilisée comme lubrifiant (figure II-6). Une partie de l'alliage tronçonné Al-30% Cu-2% Zn est représentée sur la figure II-7.
- **Enrobage** : Pour faciliter la manipulation des petits échantillons, et d'assurer la planéité de la surface lors du polissage, l'alliage doit être enrobé dans une résine. Dans notre cas, nous avons utilisé un enrobage à froid car notre alliage est sensible à la chaleur.
- **Polissage** : Cette étape, réalisée manuellement, consiste en un polissage mécanique de la surface (figure II-8) à l'aide de papiers abrasifs de type SiC (carbure de silicium) de différentes granulométries (de 400 - 600 à 2000 - 4000 suivant le besoin). La finition a été réalisée par polissage sur feutre.
- **Attaque chimique** : Dans le but de révéler la microstructure de l'alliage, on effectue une attaque chimique qui implique l'immersion de l'échantillon poli dans un réactif d'attaque approprié. L'attaque chimique permet la distinction des phases, observables aux grossissements possibles, par différence de contraste. Le réactif utilisé est composé de :

- Eau distillée (H₂O) : 100 ml
- Acide chlorhydrique (HCl) : 10 ml
- Chlorure ferrique FeCl₃ : 10g

Les échantillons sont ensuite lavés à l'eau distillée puis séchés, avec du coton et à l'aide d'une soufflerie à air chaud, et deviennent prêts à l'observation.



Figure II-6 : Micro-tronçonneuse.



Figure II-7 : Un morceau de l'alliage ternaire A-1.



Figure II-8 : Polisseuse.

II.2.2 Microscopie optique (M.O)

La micrographie optique est une méthode basique pour évaluer la microstructure du matériau étudié. Elle peut nous renseigner sur les conditions d'élaboration et les traitements thermiques que le matériau a antérieurement subi [7]. La morphologie, la taille et la distribution des grains et des précipités formés peuvent être aussi atteintes [7].

L'observation se fait par réflexion de la lumière visible, ce qui limite le pouvoir de résolution, sur des surfaces précédemment préparées. Le pouvoir réfléchissant des différents constituants de la microstructure, après préparation, est différent et permet l'évaluation par différence de contraste. La microscopie optique doit être suivie par d'autres techniques de caractérisation plus performantes pour confirmer la nature des phases observées, déterminer leur propriétés physico-chimiques et aussi révéler les autres constituants fins non observés.

Le microscope utilisé est de type NIKON ECLYPSE LV 100 W, équipé d'une caméra vidéo de type Leica (figure II-9).

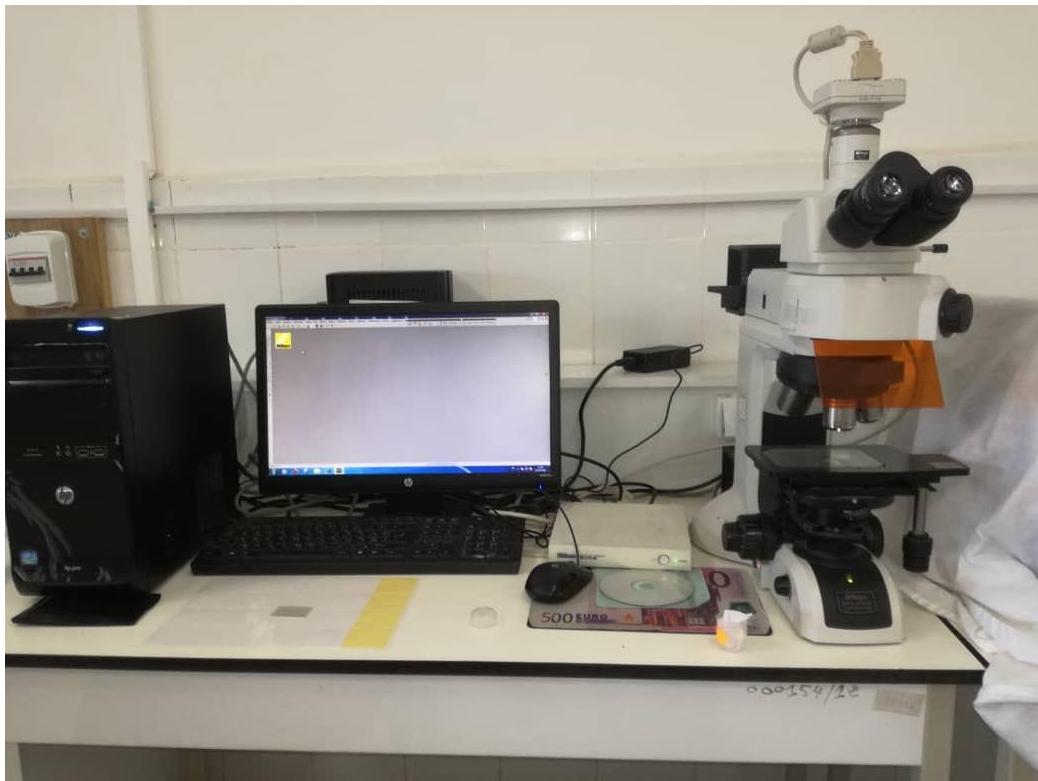


Figure II-9 : Microscope optique de type NIKON ECLYPSE LV 100 WD.

II.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le pouvoir de séparation d'un microscope optique, limité par la longueur d'onde de la lumière visible, ne permet d'observer que les détails de dimensions supérieures à 0,2 μm . L'utilisation des particules accélérées avec une longueur d'onde plus courte figure indispensable pour observer les phases plus fines.

La longueur d'onde, de De Broglie, associée à un électron accéléré, par l'application d'une différence de potentiel, offre aux microscopes électroniques une résolution, un grossissement et une profondeur de champ largement supérieurs à ceux d'un microscope optique.

II.2.3.1 Principe

Les microscopes électroniques à balayage sont des outils de caractérisation permettant, à travers un balayage point par point, d'étudier les caractéristiques de surface des échantillons [7]. Leur principe résulte de l'interaction d'un faisceau incident d'électrons accélérés avec les atomes de la cible [7].

L'interaction des électrons incidents avec la matière à analyser produit un nombre de signaux utiles pour l'examen de l'échantillon. La formation des images est obtenue après collection, avec des détecteurs appropriés, de rayonnements émis par la cible. Deux modes d'imagerie sont donc possibles :

- Mode à électrons secondaires : l'image est obtenue à partir des électrons, ionisés, de la matière suite à l'interaction inélastique avec les électrons du faisceau incident [7]. Les électrons secondaires sont émis dans une région superficielle et ont une faible énergie. L'image obtenue a un effet de volume ce qui permet d'étudier la morphologie de la surface [7].
- Mode à électrons rétrodiffusés : l'image est obtenue à partir des électrons incidents réémis suite aux collisions élastiques avec les atomes de la cible. Ils sortent des régions plus profondes avec un volume d'interaction à la forme d'une poire. Le taux d'émission de ces électrons est une fonction croissante du numéro atomique des atomes, l'image obtenue a un effet de surface avec un contraste chimique qui caractérise les variations locales du numéro atomique [7].

L'analyse des RX, caractéristiques de la matière, et des électrons Auger qui accompagnent la désexcitation des atomes bombardés par le faisceau permet une caractérisation qualitative et quantitative des différentes phases [7].

II.2.3.2 Caractéristiques techniques du MEB

Le microscope électronique à balayage utilisé est de type FEI Quanta 250 (figure II-11) équipé d'un spectromètre EDX (Energy Dispersive X-ray Spectrometry). Grâce à ces fonctionnalités innovantes, l'instrument ne nécessite qu'un seul outil pour compléter le travail effectué par plusieurs systèmes.

Le MEB-EDX FEI Quanta 250 peut être utilisé en trois différents modes de vide : High vacuum ($< 6 \cdot 10^{-4}$ Pa), Low vacuum (10 à 130 Pa) et le mode ESEM (10-2600 Pa) pour les échantillons incompatibles avec le vide poussé. Dans notre cas, c'est le premier mode qui a été utilisé.

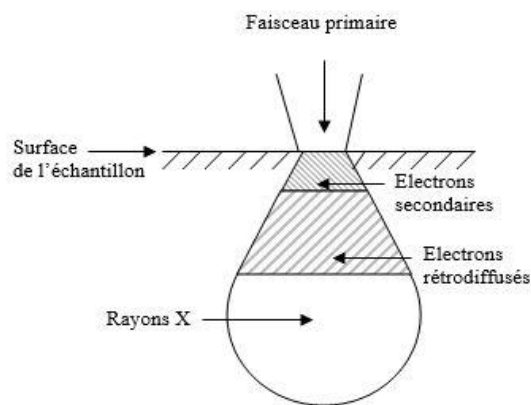


Figure II-10 : Poire d'interaction électrons primaires / échantillon.



Figure II-11 : Microscope électronique à balayage (MEB) FEI Quanta 250.

II.2.4 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons-X est une technique de caractérisation essentielle qui permet la détermination de la structure cristalline et la mise en évidence de la nature des différentes phases d'un matériau.

II.2.4.1 Principe

Le phénomène de la diffraction cristalline dépend de la structure du matériau et de la longueur d'onde de la radiation. Lorsque celle-ci est comparable ou inférieure au paramètre du réseau, des raies de diffraction, dans des directions différentes de celle du faisceau incident, apparaissent. L'interaction des photons incidents avec la cible est supposée être élastique [8].

Les plans parallèles des atomes agissent comme des miroirs où chacun réfléchit une petite fraction du rayonnement. Des rayons diffractés sont obtenus si les ondes réfléchies par les plans interfèrent de façon additive [8].

La différence de marche entre les rayons réfléchis par deux plans consécutifs, séparés par une distance interréticulaire d , est $2d \sin \theta$, d'où θ est l'angle entre le plan atomique et l'onde incidente. Une interférence additive apparaît quand la différence de marche est un multiple entier n de la longueur d'onde λ [8].

$$2 d \sin \theta = n \lambda \qquad \text{Eq. II-2}$$

d : distance interréticulaire entre deux plans atomiques consécutifs.

θ : angle de diffraction.

n : entier positif qui représente l'ordre de la réflexion.

λ : longueur d'onde du rayonnement, monochromatique, utilisé.

La diffraction des poudres en réalisant un montage ($\theta - 2\theta$), schématisé sur la figure II-12, permet d'obtenir une liste de couple (2θ , I) d'où I est l'intensité des rayonnements-X diffractés. La loi de Bragg (équation II-2) et l'utilisation d'un rayonnement monochromatique, de longueur d'onde connue, permettent la détermination de la structure cristalline à partir des relations liant le paramètre cristallin à la distance interréticulaire.

II.2.4.2 Mesure et appareillage

Le diffractogramme de l'alliage a été enregistré à l'aide d'un diffractomètre de rayons X de type Philips PANALYTICAL Empyrean (Figure II-13) en configuration $(\theta-2\theta)$ de Bragg-Brentano. Le diffractomètre est muni d'une anticathode de cuivre de longueur d'onde $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ respectives : 1.540598 Å et 1.544426 Å. Les conditions d'acquisition de diffractogramme sont résumées dans le tableau II-3.

Tableau II-3 : Conditions d'acquisition de diffractogramme des rayons X.

| Tension | Intensité | Plage angulaire | Pas angulaire |
|---------|-----------|-----------------|---------------|
| 45 kV | 40 mA | 20° → 100° | 0.013° |

Les phases en présence peuvent être déterminées qualitativement par comparaison des distances interréticulaires mesurées avec celles stockées dans la base de données J.C.P.D.S (Joint Committee for Diffraction Standards). Dans notre cas, nous avons utilisé le logiciel de traitement "High Score Plus", qui, en lui indiquant les éléments ou les renseignements structuraux déjà connus, peut faire une comparaison avec les valeurs théoriques répertoriées dans sa base de données informatisée pour suggérer les phases les plus susceptibles d'être présentes.

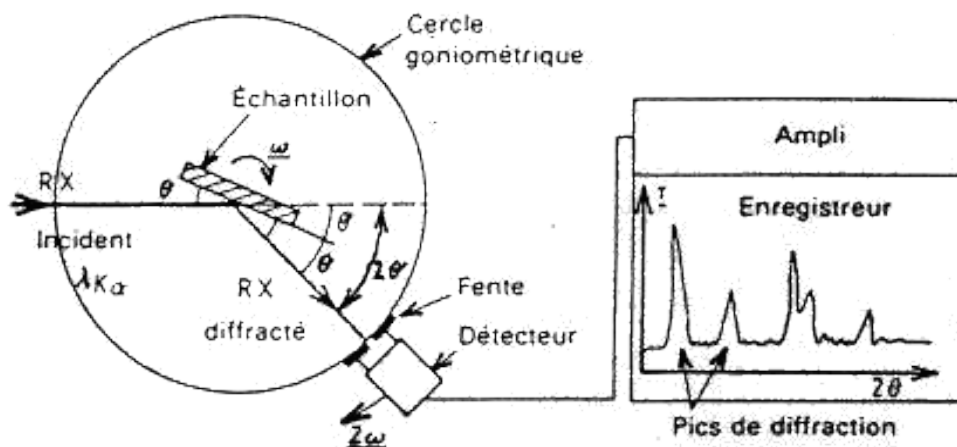


Figure II-12 : Schéma d'un diffractomètre à compteur.



Figure II-13 : Diffractomètre de type PANALYTICAL Empyrean.

II.2.5 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

La calorimétrie différentielle à balayage DSC (differential scanning calorimetry en anglais) est une technique de caractérisation thermique, qualitative et quantitative, complémentaire à la diffraction des RX. Elle est utilisée pour l'identification des changements d'état, de phase ou de structure des matériaux. L'analyse DSC est relativement rapide, peu coûteuse et ne nécessite que de petites quantités d'échantillons.

II.2.5.1 Principe de fonctionnement de la DSC

L'objectif de la calorimétrie est de mesurer l'échange de chaleur qui accompagne certaines transformations physico-chimiques telles que la cristallisation et la fusion. L'absorption ou l'émission de chaleur provoque une différence de température dans le corps, par rapport à une référence, qui est utilisée pour mesurer la chaleur échangée [7], [9].

La calorimétrie différentielle à balayage DSC est la méthode d'analyse thermique la plus utilisée [10]. Elle consiste à mesurer la variation du flux de chaleur de deux matériaux distincts pendant un cycle thermique contrôlé. L'un des deux matériaux est l'échantillon à étudier tandis que l'autre, qui ne doit pas présenter de transition de phase dans la gamme de température utilisée, servira de référence [9].

La mesure de la quantité de chaleur absorbée ou dégagée, pendant un chauffage, un maintien ou un refroidissement, peut être réalisée en comparant la température de l'échantillon à celle de la référence. L'énergie nécessaire pour maintenir les deux matériaux à la même température, quand une réaction a lieu, est une mesure calorimétrique directe de l'enthalpie de transition [7]. La tracée de la variation du flux en fonction de la température, dans ce cas, montrera des pics qui correspondent aux transitions de phase. Une absorption d'une quantité de chaleur (pendant la fusion par exemple) est accompagnée par l'apparition d'un pic endothermique qui traduit une augmentation de l'enthalpie du système. Dans le cas contraire, l'émission est accompagnée par un pic exothermique (solidification) qui traduit une diminution de l'enthalpie. L'aire sous le pic indique l'énergie par unité de masse dissipée lors de cette transition [11].

II.2.5.2 Appareillage et mesure

Nous avons utilisé un calorimètre de type Setaram LabSYS evo (figure II-15), avec une plage de température allant de l'ambiante à 1600 °C. La vitesse de balayage de température programmable est de 0,01 à 100 ° C / min. L'analyse de DSC a été effectuée sur les alliages bruts de fusion dans des creusets en alumine (Al_2O_3) et sous atmosphère d'argon pour éviter toute réaction avec l'air dans la chambre.

Les vitesses, de chauffage et de refroidissement, utilisées sont : 5, 10 et 20°C/min pour les quatre échantillons présentés.

Les deux creusets, le premier contient l'échantillon et l'autre qui est vide et qui servira de référence, sont placés sur des thermocouples qui constituent la partie principale de l'appareil. Cette tête de mesure est entourée d'une enceinte (figure II-14) dans laquelle la température peut varier de façon programmée. Les thermocouples enregistrent les changements de température, en fonction du temps ou de la température du four, de la référence et de l'échantillon. L'ensemble du montage est symétrique pour que les deux reçoivent la même quantité de chaleur.

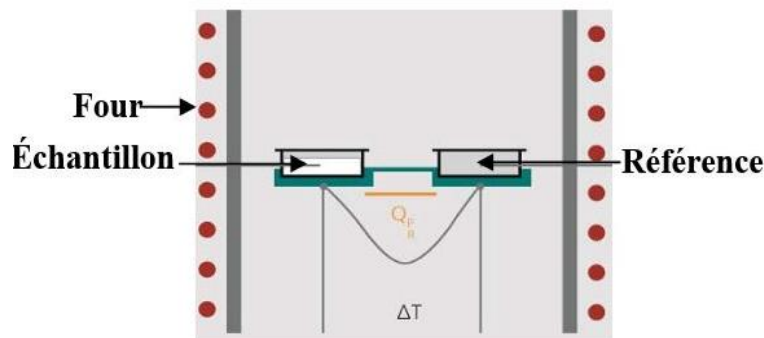


Figure II-14 : Schéma d'une tête de mesure d'une DSC.

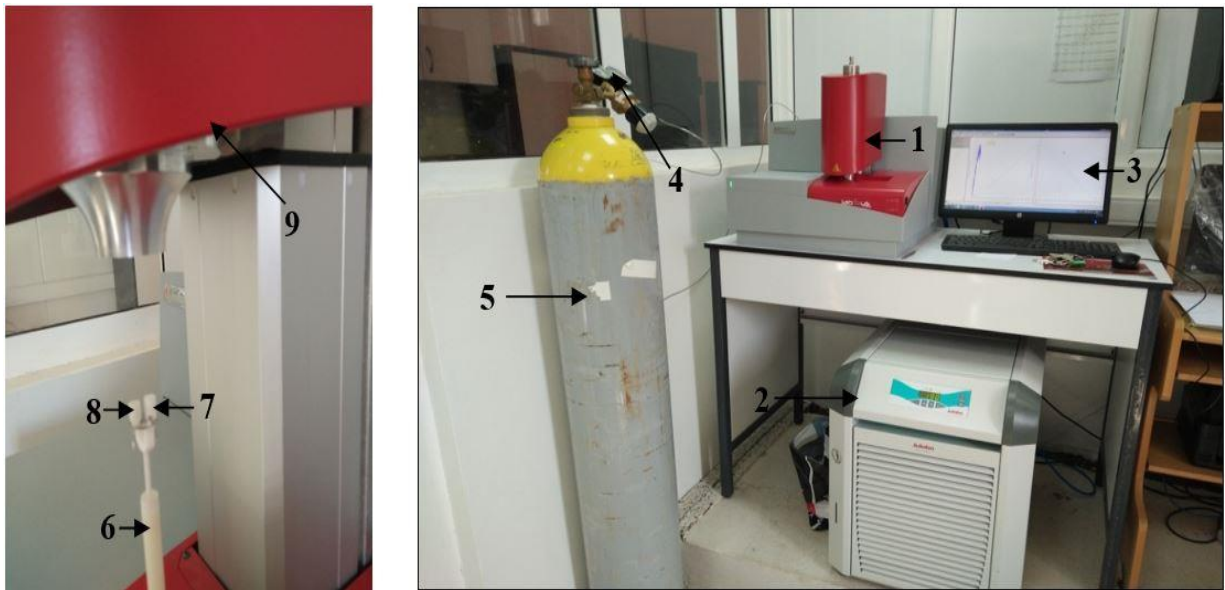


Figure II-15 : Dispositif expérimental utilisé pour les mesures de la DSC.

- | | |
|------------------------------------|-----------------------------|
| 1. DSC de type Setaram LabSYS evo. | 6. Canne. |
| 2. Refroidisseur. | 7. Creuset de référence. |
| 3. Micro-ordinateur. | 8. Creuset d'échantillons. |
| 4. Manomètre. | 9. DSC en position ouverte. |
| 5. Bouteille de gaz. | |

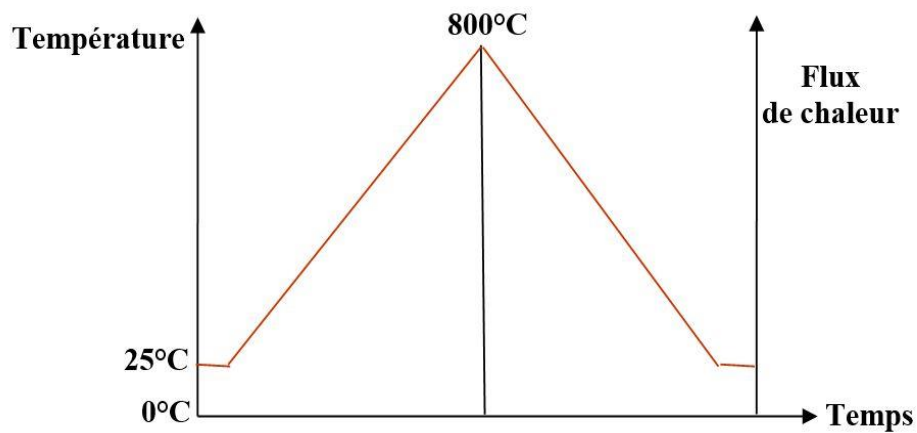


Figure II-16 : Cycle de mesure chauffe-refroidissement.

Références bibliographiques du chapitre II :

- [1] N. P. Cheremisinoff, “Electromagnetic Induction Heating,” in *Electrotechnology*, 1996, pp. 1–21. doi: 10.1016/b978-081551402-2.50003-5.
- [2] S. Lupi, *Fundamentals of Electroheat*. 2017. doi: 10.1007/978-3-319-46015-4.
- [3] É. du Trémolet de Lacheisserie and M. Cyrot, *Magnétisme*, no. vol.~1~à~2. in Collection Grenoble sciences. EDP sciences, 2000. [Online]. Available: https://books.google.dz/books?id=OkvJuGG3h_QC
- [4] C. J. Papachristou, *Introduction to Electromagnetic Theory and the Physics of Conducting Solids*. 2020. doi: 10.1007/978-3-030-30996-1.
- [5] Ó. Lucía, A. Domínguez, H. Sarnago, and J. M. Burdío, *Induction heating*. 2018. doi: 10.1016/B978-0-12-816136-4.00022-1.
- [6] *CIRP Encyclopedia of Production Engineering*. 2019. doi: 10.1007/978-3-662-53120-4.
- [7] D. S. MacKenzie and G. E. Totten, *ANALYTICAL CHARACTERIZATION OF ALUMINUM, STEEL, AND SUPERALLOYS*. 2006. doi: 10.1201/9781351045636-140000168.
- [8] C. Kittel, *Physique de l'état solide*. in Dunod Université. Ouvrages de spécialité. Dunod, 1983. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=NXm0AAAAIAAJ>
- [9] G. Höhne, W. F. Hemminger, and H. J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*. Springer Berlin Heidelberg, 2003. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=0mzmCAAQBAJ>
- [10] O. Koshy, L. Subramanian, and S. Thomas, *Differential Scanning Calorimetry in Nanoscience and Nanotechnology*, vol. 3. Elsevier Inc., 2017. doi: 10.1016/B978-0-323-46139-9.00005-0.
- [11] R. E. Smallman and R. J. Bishop, “Modern Physical Metallurgy & Materials Engineering,” p. 449, 1999.

Chapitre III

Résultats et discussion

Chapitre III- Résultats et discussion

- III.1 Microscopie optique (M.O)
- III.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)
- III.3 Diffraction des rayons-X
- III.4 Calorimétrie différentielle à balayage DSC
- III.5 Références bibliographique

Chapitre III- Résultats et discussion

Ce chapitre est consacré à la présentation des résultats obtenus par la caractérisation des alliages élaborés. Une discussion des résultats récoltés, chacun individuellement, suit leur présentation et se termine finalement par une conclusion générale qui donne une vision globale sur l'ensemble du travail.

III.1 Microscopie optique (M.O)

Les micrographies optiques, des alliages élaborés, sont présentées sur les figures qui suivent (Figure III-1, 2...). Les détails techniques sont, s'il le faut, mentionnés pour chaque cas.

III.1.1 Echantillon numéro°1

Le premier échantillon, désigné par A-1, est un alliage composé majoritairement en Al, avec une composition Al-30%at Cu-2%at Zn. La microstructure de cet échantillon (présentée sur les figures III-1) est formée, pour un premier jugement, d'au moins deux phases distinctes. La différence de contraste, dans ce cas, confirme la présence d'une certaine matrice, majoritaire, accompagnée par une précipitation d'au moins un composé intermétallique.

Le front de solidification de cette matrice, ainsi que la morphologie du composé précipité, sont aussi rares pour une telle composition que la réélaboration de cet alliage est devenue obligatoire, dans des conditions aussi identiques que possible, pour confirmer la faisabilité de pouvoir obtenir de telle microstructure. Ci-dessous, trois échantillons, d'élaborations différentes, sont présentés.

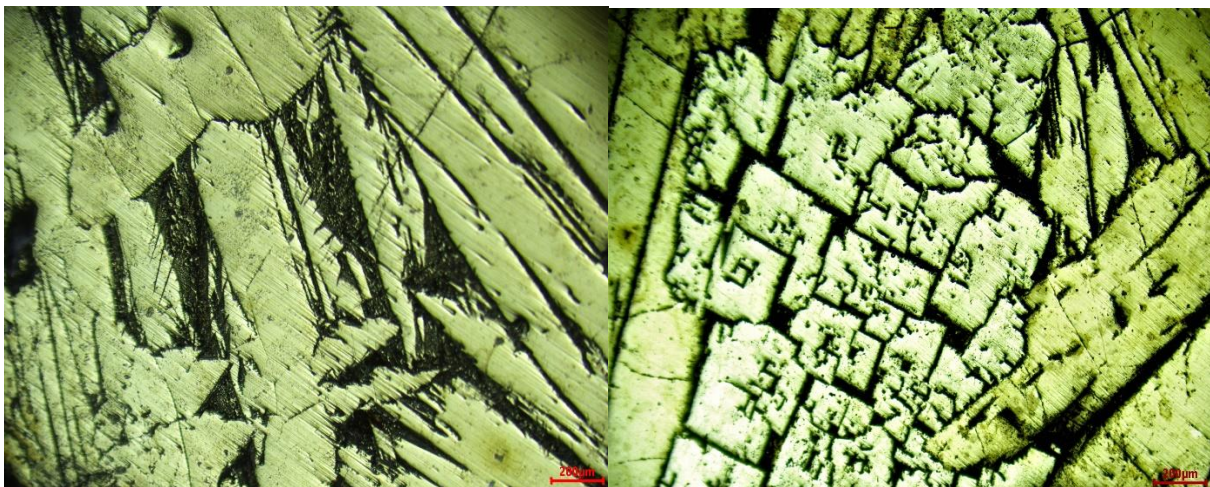


Figure III-1 : Echantillon A-1 1^{ère} élaboration. Grossissement x50.



Figure III-2 : micrographie optique de l'échantillon A-1 2^{ème} élaboration.
Grossissement x100.

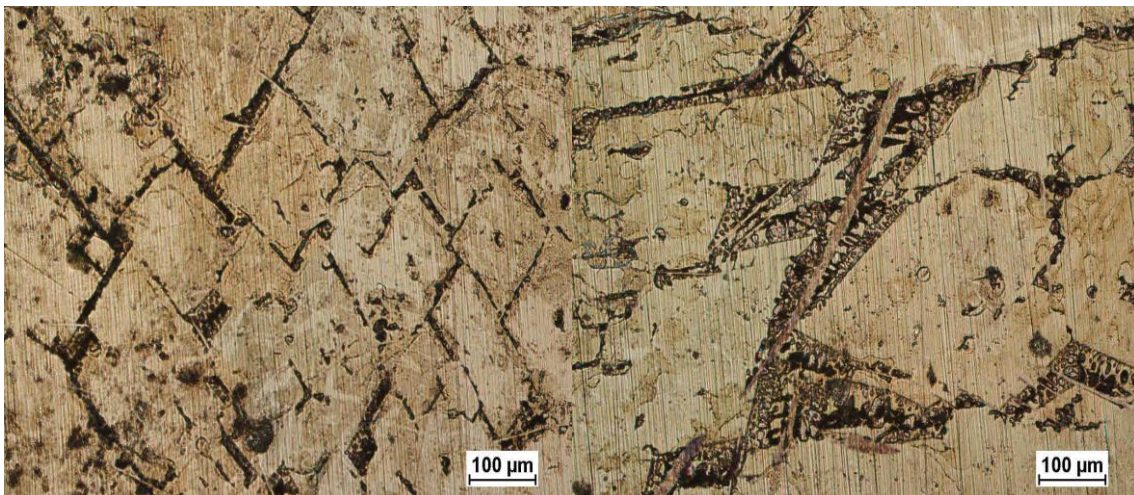


Figure III-3 : micrographie optique de l'échantillon A-1 3^{ème} élaboration.
Grossissement x100.

Cette morphologie est non seulement difficile à obtenir mais aussi rare et très peu observée dans les alliages Al-Cu. Une étude réalisée à l'université de Cambridge, en 2022 par Kinga Rodak et al [1], sur des alliages avec des compositions proches, voisines de celle étudiée, a pu montrer la possible formation de précipités, de type Al_2Cu , ayant cette morphologie, de solidification, via des déformations plastiques sévères.

Des micrographies, avec différents grossissements, révèlent plus de détails concernant la microstructure. On peut facilement remarquer une précipitation d'au moins deux types d'intermétalliques ayant un contraste différent que la matrice.

Le premier précipité, a un contraste qui semble gris clair, est sous forme de bulles, de plus en plus grosses partant de l'extrémité vers le cœur du grain. La taille de ces bulles varie de quelques microns jusqu'à atteindre une valeur maximale d'environ 20 μ m.

Le second est beaucoup plus sombre, apparaît noir, présente une forme irrégulière mais toujours avec des extrémités droites et qui s'étendent pour former des lignes semblables à des arrêtes d'un polygone avec des angles bien clairs.

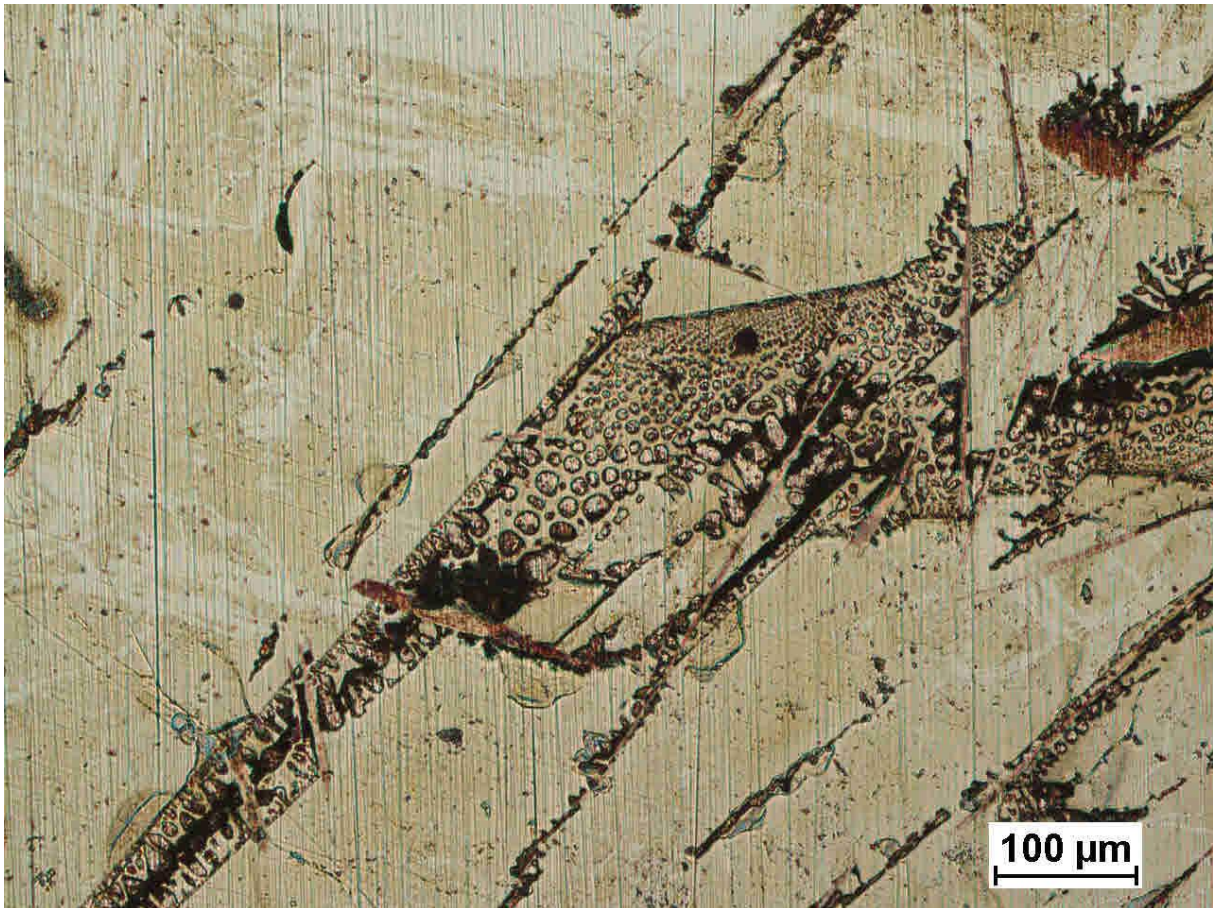


Figure III-4 : micrographie optique de l'échantillon A-1. Grossissement x100.

Ce franc de solidification rare, et les composés intermétalliques qui l'accompagnent, confèrent à notre échantillon, brut de fusion, l'exclusivité de pouvoir produire ce genre de morphologie à l'issue d'une trempe à l'air, d'un état liquide, sans soumettre le matériau à des déformations plastiques pour tordre les grains et leur attribuer cette forme spécifique.

La limitation du pouvoir de séparation, imposée par la nature de la caractérisation utilisée dans ce cas, limite les informations qu'on peut tirer. Néanmoins, des figures supplémentaires, pour d'autres grossissements, sont illustrées pour élargir la conception sur cette microstructure.

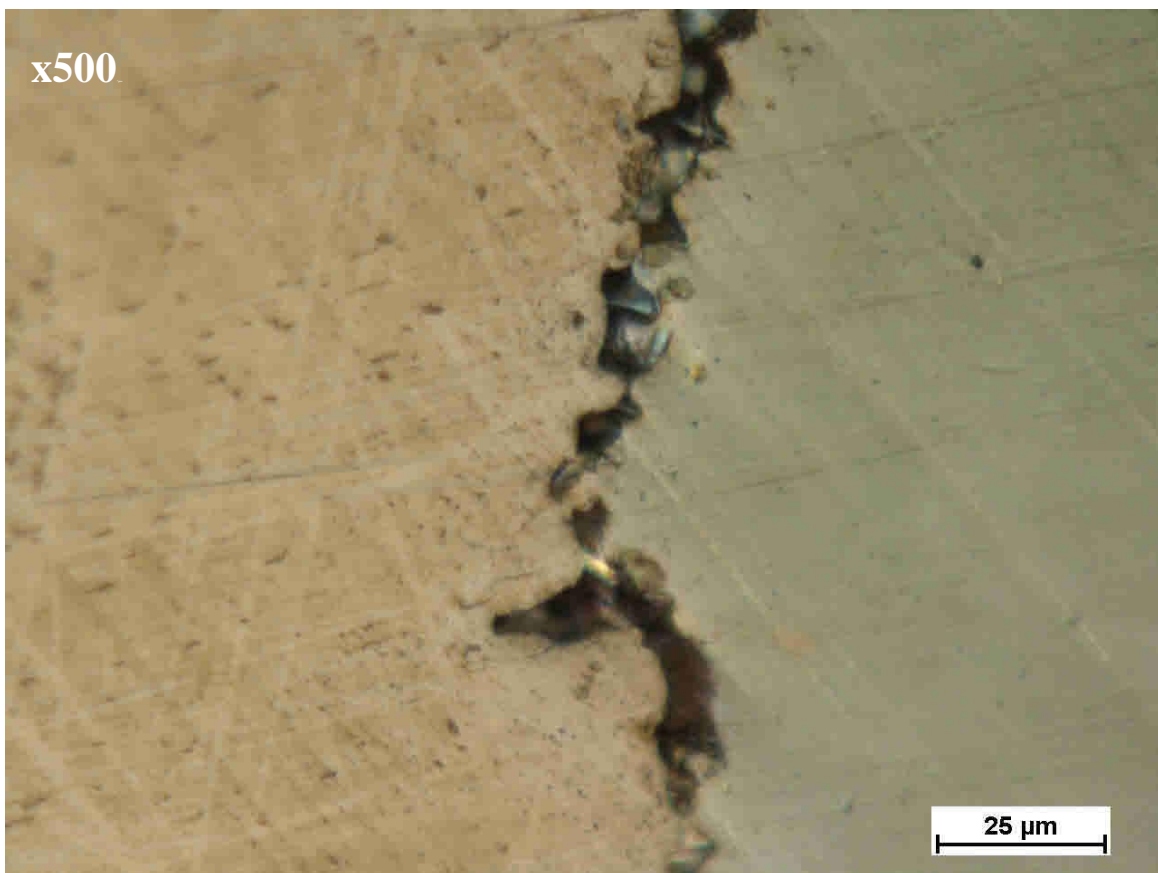
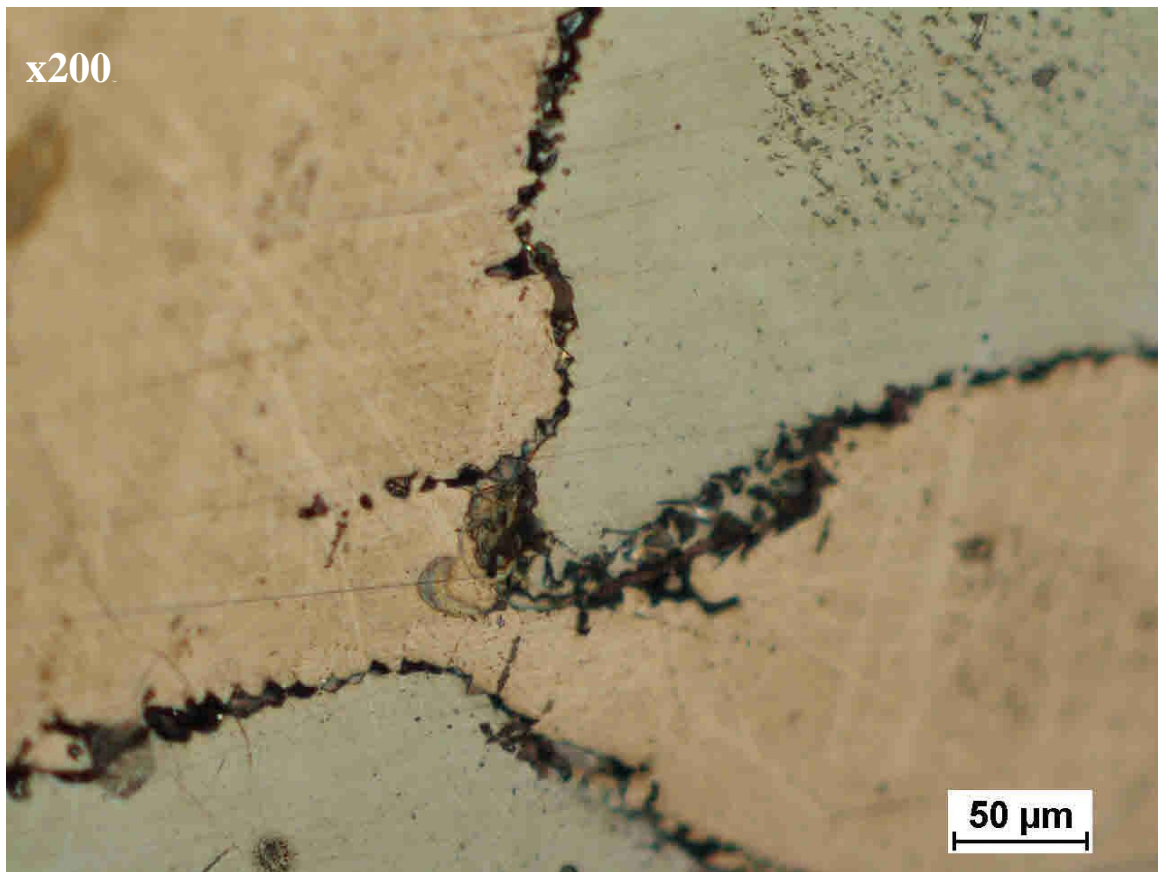


Figure III-5 : micrographie optique de l'échantillon A-1. Grossissement x200 et x500.

III.1.2 Echantillon numéro^o2

Le deuxième échantillon étudié, désigné par A-2, est aussi un alliage à base d'Al avec une composition Al-40%at Cu-2%at Zn. A travers les micrographies optiques de cet alliage (Figure III-6, 7, 8 ...) on peut estimer d'une manière générale, par différence de contraste et morphologie, la présence d'au moins deux phases différentes.

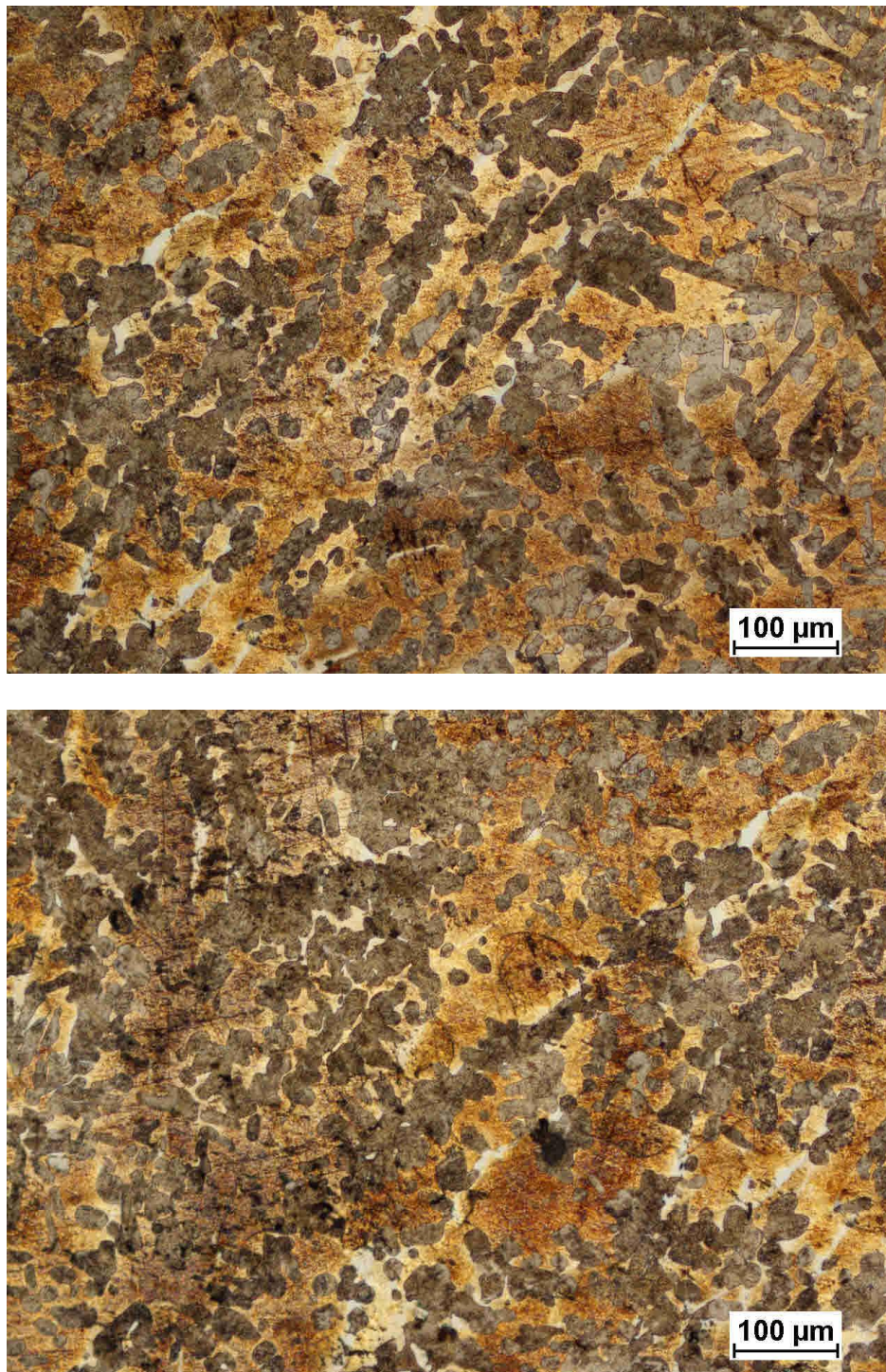


Figure III-6 : micrographie optique de l'échantillon A-2. Grossissement x100.

La première phase, facilement discernable, a un aspect jaunâtre, voire doré, accompagnée d'une seconde phase avec un aspect gris foncé qui deviendra clair plus tard, à l'aide de grossissement plus élevés (Figure III-7), que cette phase, grise, englobe en fait deux types de précipités. Un avec une morphologie plus ou moins ronde et un autre avec une forme plus allongée, similaire à des bâtonnets.

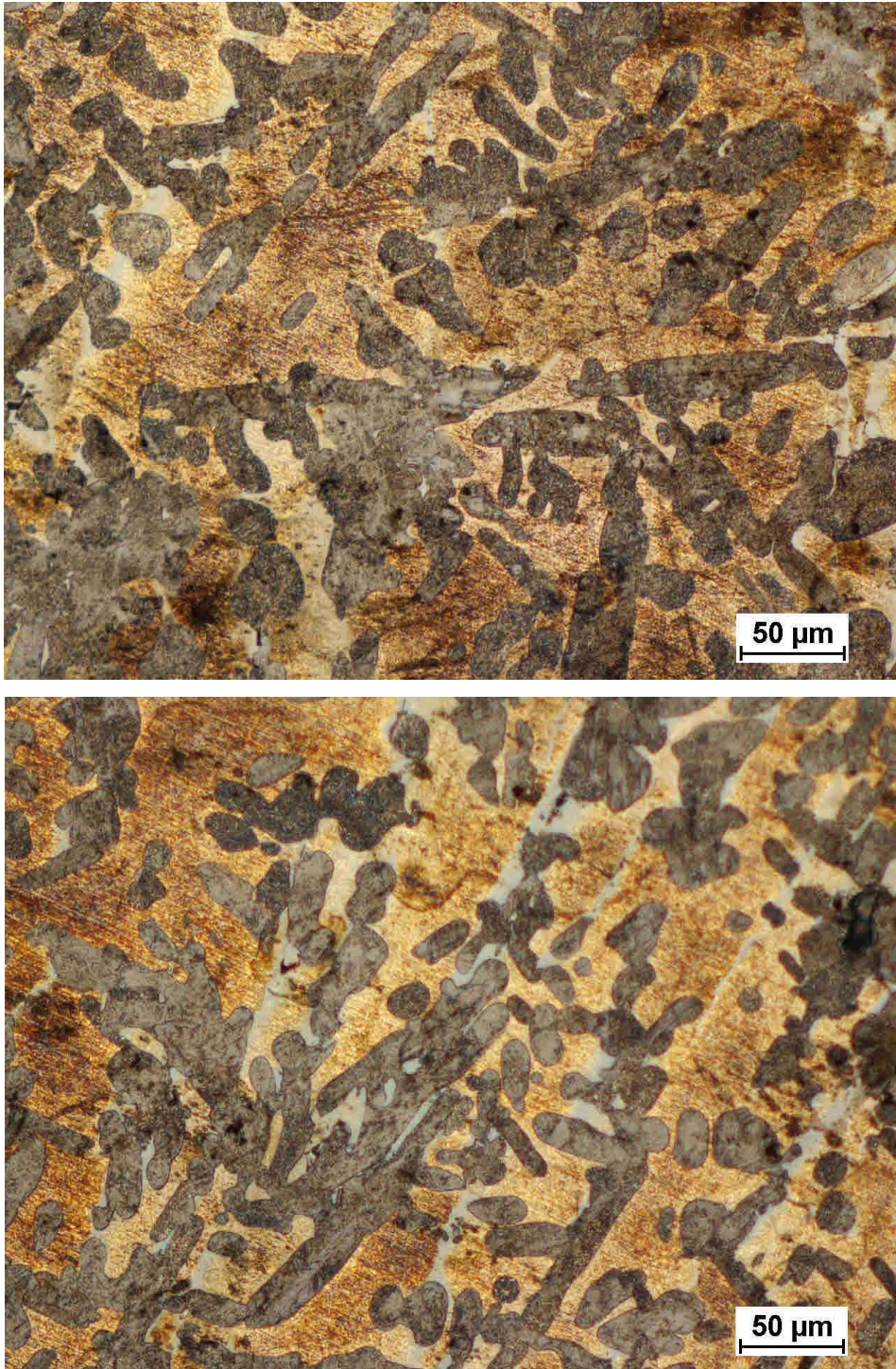


Figure III-7 : micrographie optique de l'échantillon A-2. Grossissement x200.

On peut, par conséquent, conclure que, pour une évaluation primitive, la microstructure de cet alliage est composée de deux phases distinctes. Des caractérisations supplémentaires et plus performantes sont indispensables pour pouvoir déterminer la nature de ces phases d'un côté, et de trancher si le second contraste, gris, constitue en fait une ou deux phases distinctes. Cependant, des figures supplémentaires (Figure III-8) sont représentées pour enrichir la conception sur cette microstructure.

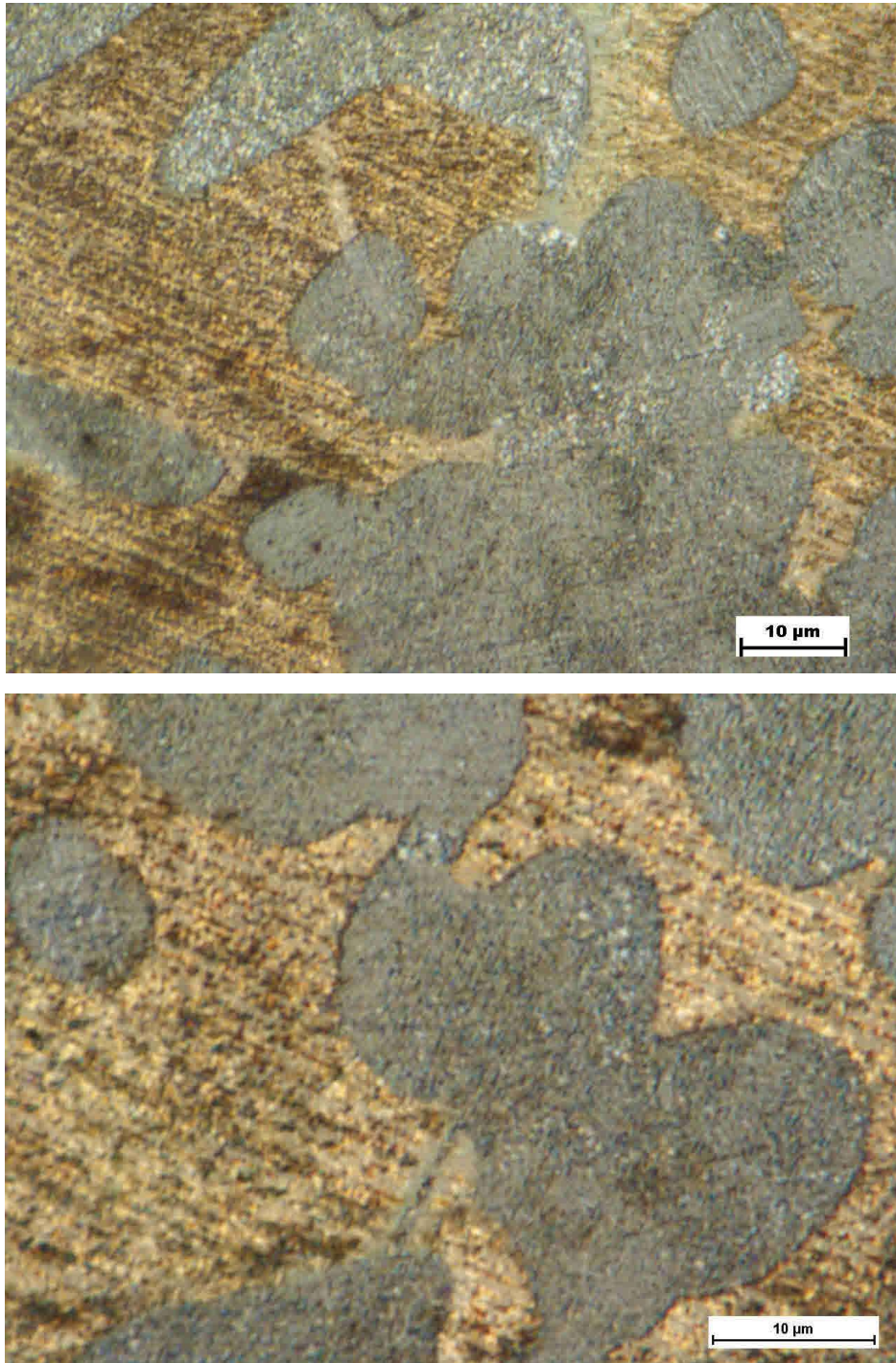


Figure III-8 : micrographie optique de l'échantillon A-2. Grossissement x1500.

III.1.3 Echantillon numéro^o3

Le troisième échantillon étudié, désigné par C-3, est un alliage à base de Cu avec une composition Al-70%at Cu-2%at Zn. A travers les micrographies optiques de cet alliage (Figure III-9 et III-10) on peut juger d'une manière générale, par différence de contraste et morphologie, la présence d'au moins deux phases différentes.

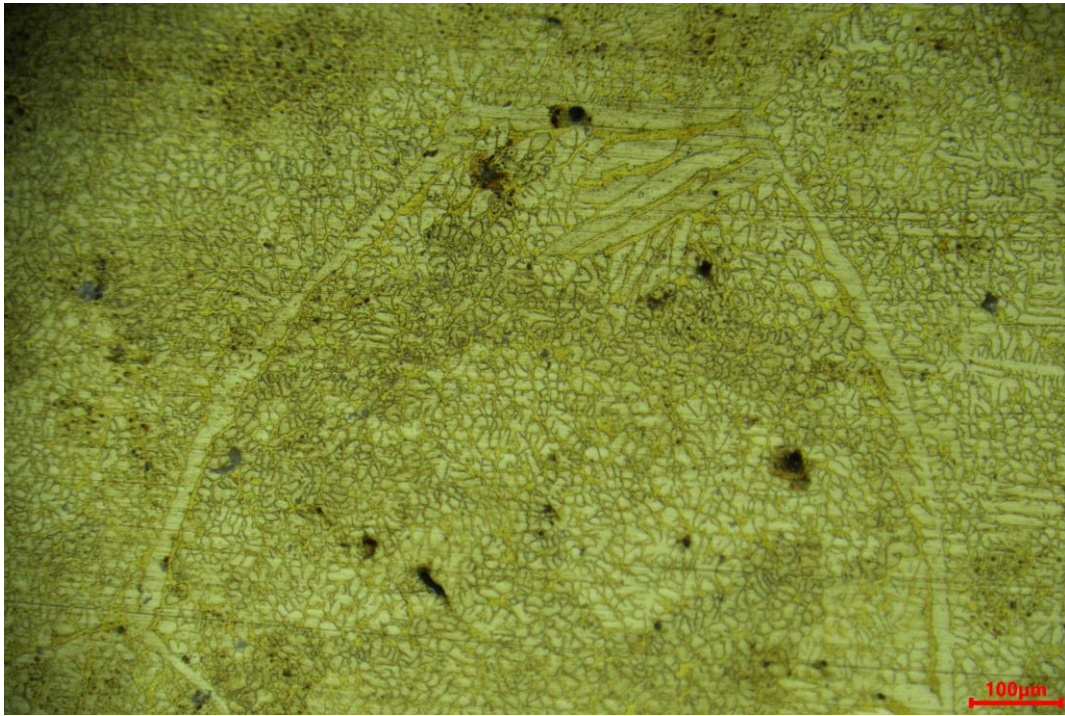


Figure III-9 : micrographie optique de l'échantillon C-3. Grossissement x50.

La microstructure de cet échantillon est constituée d'une matrice, dont la morphologie de solidification est dendritique, avec une précipitation d'une phase, ou d'un composé intermétallique, inter-dendritique.

Il est toutefois possible d'observer des taches noires sur les images optiques illustrées. Ces dernières sont principalement dues soit :

- A la présence des impuretés, dans les poudres de départ, donnant peu de précipités, qui interagissent différemment avec l'attaque chimique, et qui peuvent aboutir à de telles taches sombres.
- A la présence des pores qui résident du compactage des poudres avant la fusion. Ces derniers sont remplis par le réactif d'attaque, lors de la préparation pour l'observation optique, et les phases autour sont de ce fait plus cramées, autrement dit brûlées, par rapport aux autres phases ce qui leur donne ce contraste sombre.

Des caractérisations complémentaires et plus performantes sont donc indispensables pour pouvoir déterminer la nature de ces constituants, voire leurs compositions chimiques et leurs structures cristallines. Pourtant, on peut toujours conclure que la microstructure de ce matériau est composée de deux phases distinctes.

Des figures supplémentaires (Figure III-10 et 11), sont représentées pour clarifier les morphologies des phases présentes dans cette microstructure.

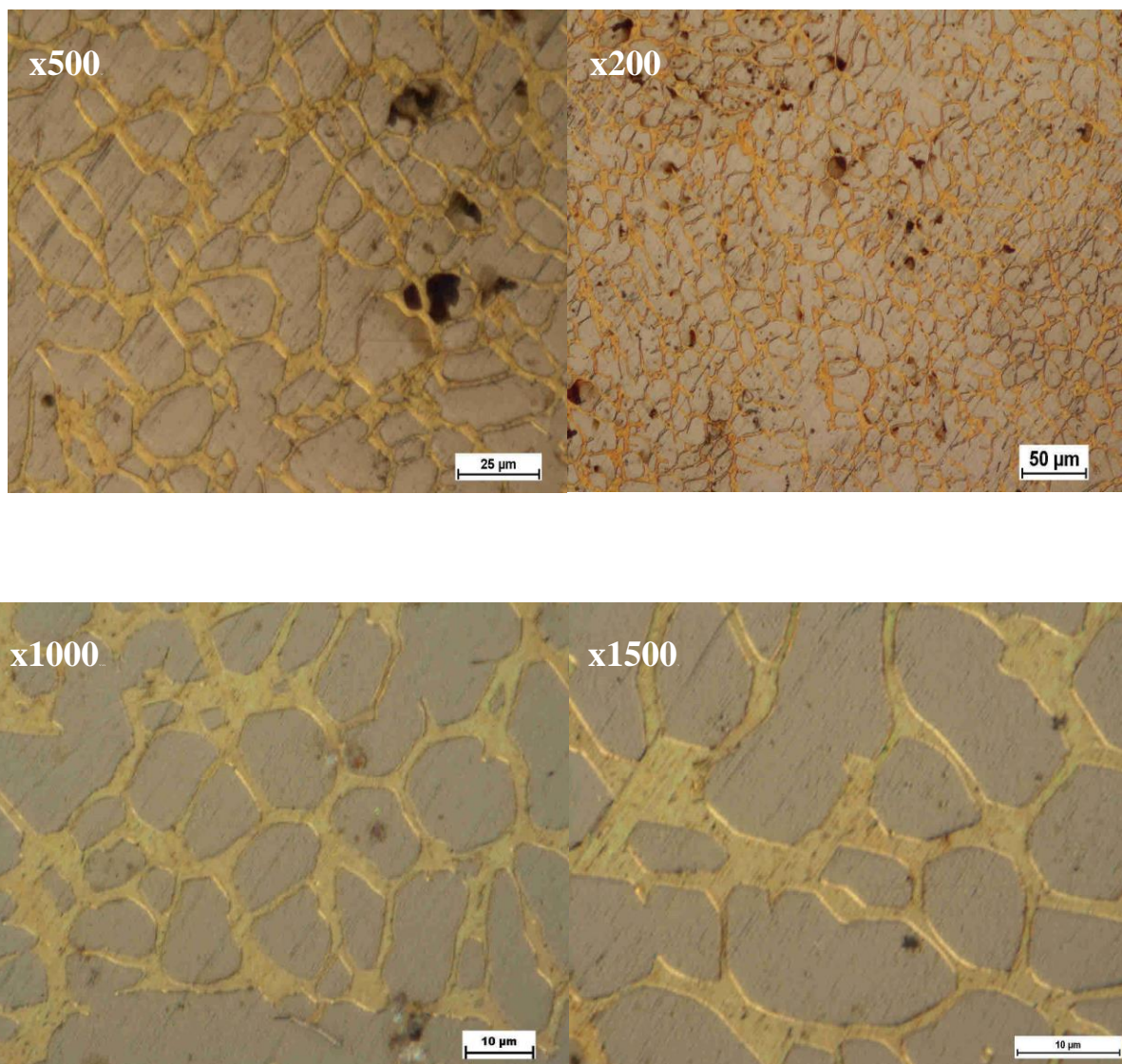


Figure III-10 : micrographie optique de l'échantillon C-3 pour des grossissements différents.

III.1.4 Echantillon numéro°4

Le quatrième échantillon étudié, désigné par C-4, est un alliage à base de Cu avec une composition Al-80%at Cu-2%at Zn. A travers les micrographies optiques de cet alliage (Figure III-11, III-12 et III-13) on peut juger d'une manière générale, par différence de contraste et morphologie, la présence d'au moins deux phases différentes. La première phase consiste en une matrice tandis que la deuxième est sous forme de composé précipité dans les zones intra-granulaires.

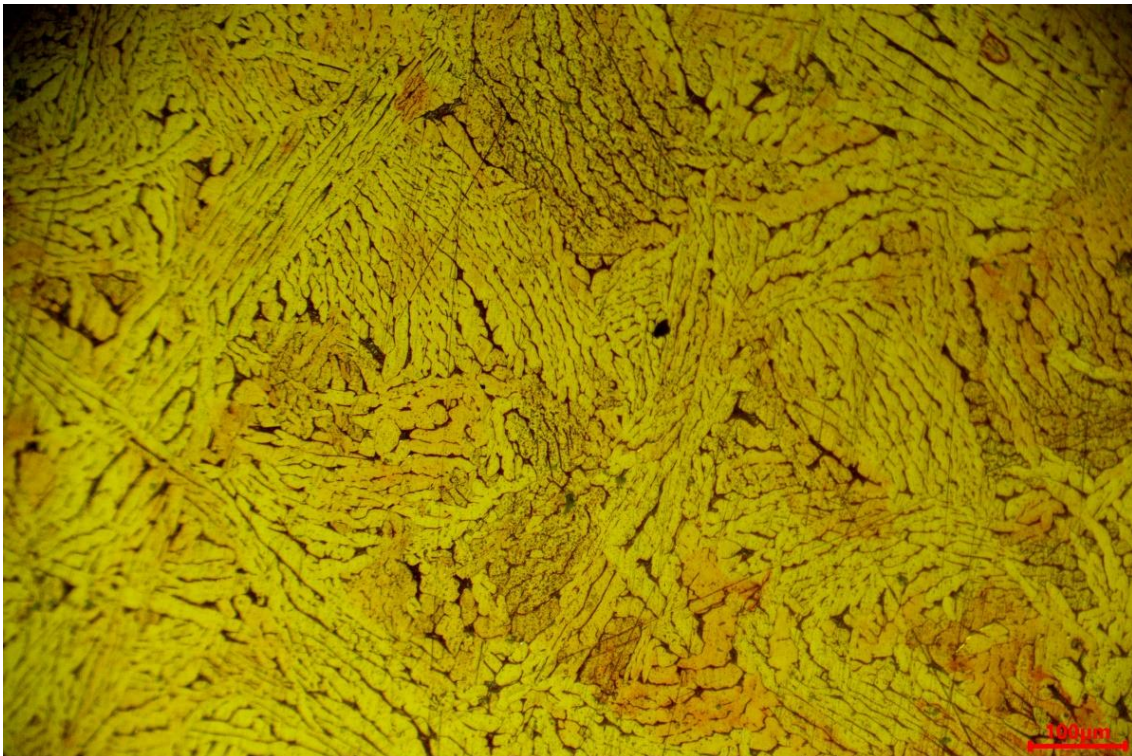


Figure III-11 : micrographie optique de l'échantillon C-4. Grossissement x100.

La matrice, qui constitue la phase dominante, doit être une phase riche en cuivre du moment où la fraction de ce dernier est de loin plus appréciable que les deux autres éléments, l'Al et le Zn. Cette matrice présente une structure dendritique, avec un espacement moyen entre branches primaires de l'ordre de 20µm.

Le second contraste, qui apparaît sombre sur les images illustrées, indique au moins la présence de précipités. Il est toutefois possible que ce dernier soit l'aboutissement des ports résiduels comme discuté précédemment.

Des micrographies à des grossissements plus élevés, représentées sur les figures III-12 et III13, permettent l'observation de plus près de ces précipités

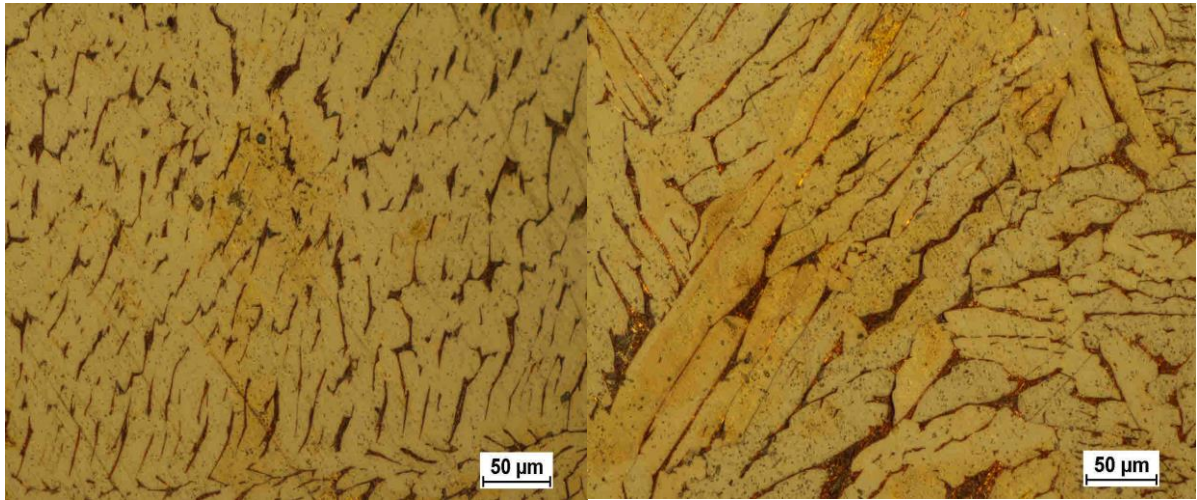


Figure III-12 : micrographie optique de l'échantillon C-4. Grossissement x200.

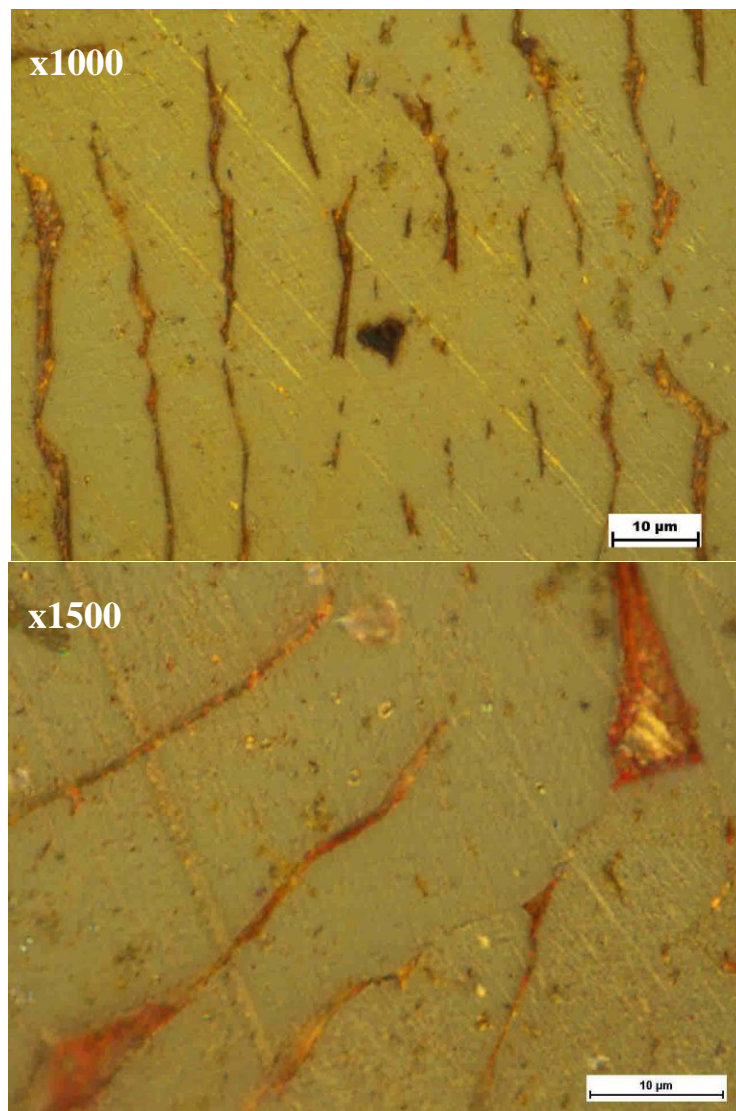


Figure III-13 : micrographie optique de l'échantillon C-4.
Grossissement x1000 et x1500.

III.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Cette partie du chapitre est dédiée à la présentation et la discussion des résultats obtenus suite à l'observation, et l'analyse EDX, des surfaces des échantillons étudiés par le microscope électronique à balayage. Les conditions techniques d'acquisition des clichés sont mentionnées sur chaque figure.

III.2.1 Echantillon numéro^o1

III.2.1.1 Micrographie par MEB

L'observation par microscopie électronique à balayage a donné une idée plus claire sur la microstructure unique, précédemment discutée, de cet échantillon. D'un autre côté, les clichés observés ont mis en évidence, pour A-1 (Figure III-14 et III-15), la présence de trois contrastes différents, de nuances de gris. Cette dégradation de contraste, du plus clair au plus sombre, reflète la variation locale, du numéro atomique Z, de la concentration de chaque phase.

On doit admettre, en premier lieu, que la matrice est une phase très riche en aluminium, du moment où sa fraction représente atomiquement 68%. Cette matrice apparaît en gris, disant moyen, ce qui implique que les deux autres contrastes, le plus clair et le plus sombre, indiquent que ces phases sont, respectivement, riches en élément plus lourds, pour le premier, et plus légers, pour le second, comme est illustré sur la figure III-16 et III-17.

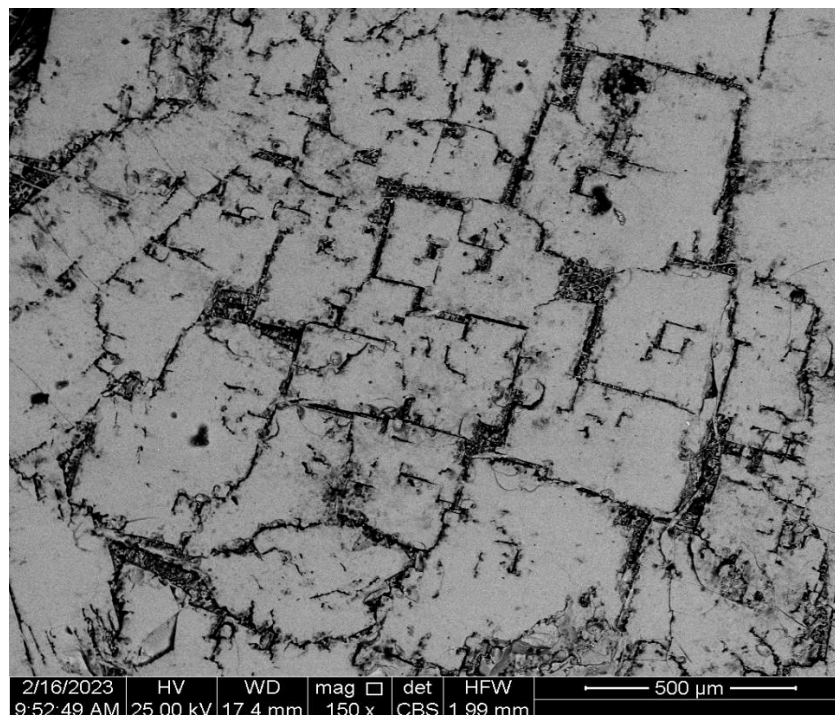


Figure III-14 : Observation par MEB de l'échantillon A-1.

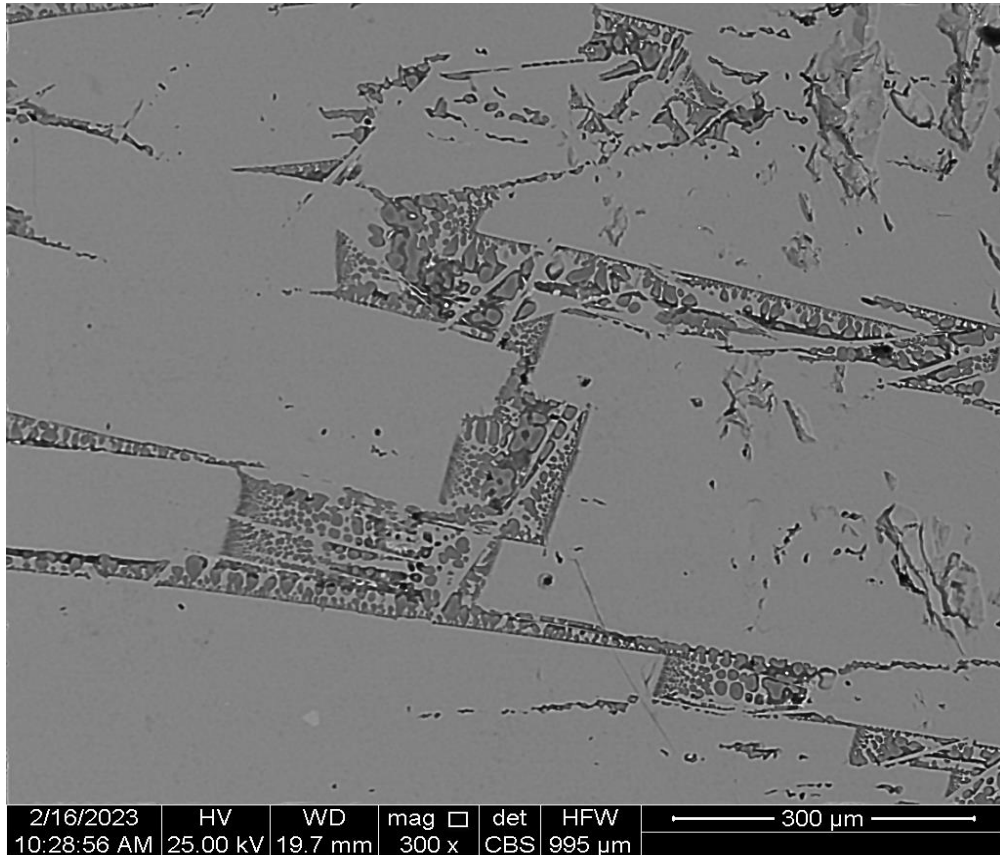


Figure III-15 : Observation par MEB de l'échantillon A-1.

En éliminant l'effet que provoque les impuretés car leur fraction est aussi faible qu'il apparaît clairement impossible de pouvoir donner naissance à autant de précipités, et en connaissant le numéro atomique de chaque élément présent et abondant, on peut conclure que les deux autres constituant de la microstructure sont respectivement :

- Une phase qui est probablement constituée en aluminium mais impérativement riche en cuivre ou en zinc, pour celle qui apparaît avec un contraste plus clair, car les atomes de ces deux derniers présentent des numéros atomiques plus élevés, par rapport à l'Al, parmi les trois éléments d'alliage.
- Une phase qui est aussi probablement constituée en aluminium mais, par conséquent, riche en élément plus léger que ce dernier car elle apparaît sous forme de bulles sombres par rapport à la matrice.

Ces deux conclusions nous incitent à imaginer que la seconde phase, la plus sombre, est une phase riche en Zn, et/ou en Cu. Chose qui nous met en flagrante contradiction car cette phase, suite à cet enchaînement, doit apparaître plus claire que la matrice.

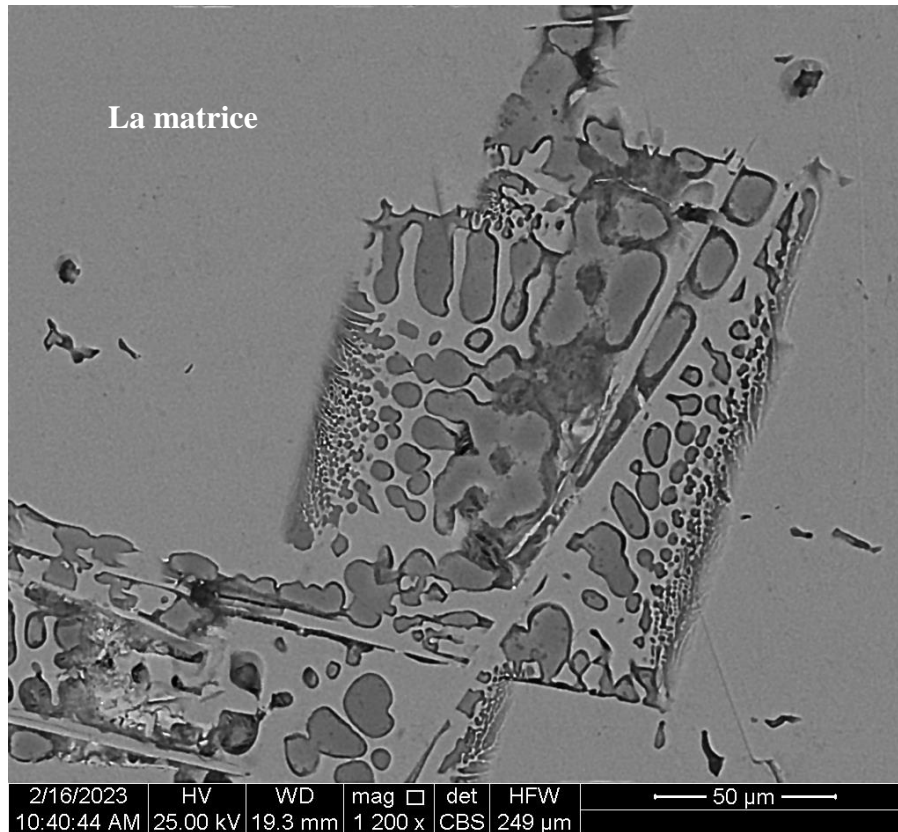


Figure III-16 : Observation par MEB de l'échantillon A-1.

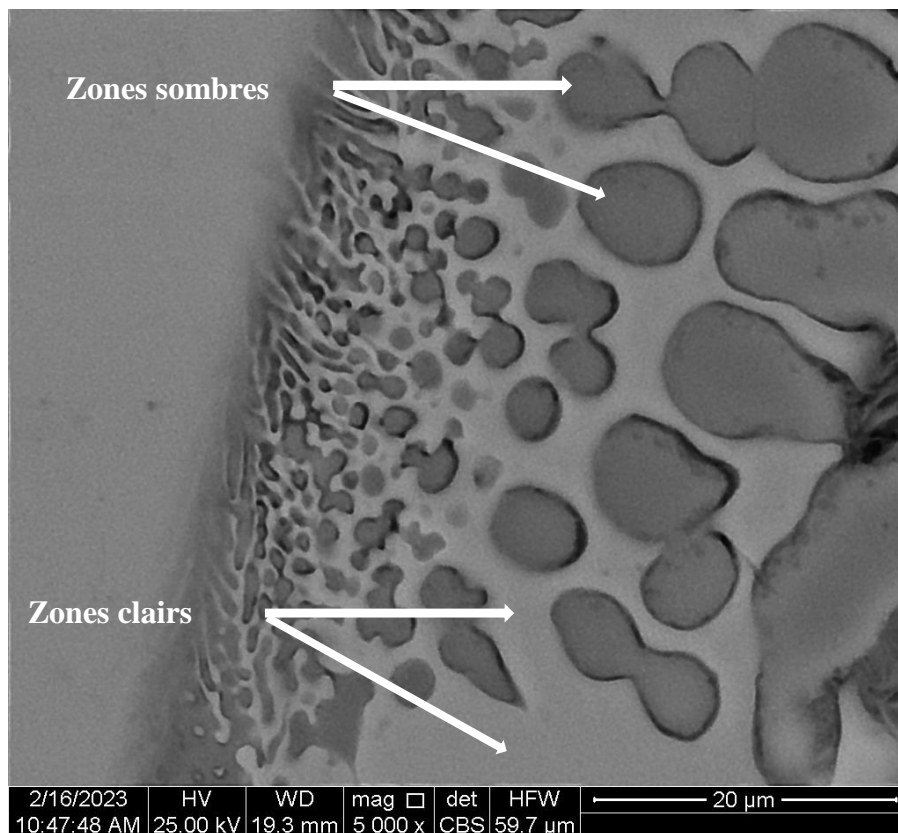


Figure III-17 : Observation par MEB de l'échantillon A-1 montrant les deux types de précipités présents.

Il est, de ce fait, inévitable sur un premier plan d'admettre, avec certitude, qu'un autre élément (ou plusieurs), qui ne figure pas parmi les éléments d'alliage, présentant un Z plus faible que l'Al s'est interféré. Cet élément étranger ne peut, en aucun cas, être un élément résiduel de l'attaque chimique lors de la préparation de l'échantillon, étant donné qu'il est clair et net que ce dernier interagit avec les éléments constituants et a carrément donné naissance à une phase distincte. Dès lors, on doit aussi admettre que cet élément a été déjà présent pendant la fusion et au cours de la solidification du matériau et s'est imposé comme l'un des composants d'addition et a causé l'apparition de ces bulles.

En poursuivant l'enchaînement logique des faits, deux principales questions doivent être posées sur ce composant étranger. La première concernant son origine et la seconde sur sa nature. Bien que la nature de cet élément puisse être, facilement, connue à travers une analyse EDX, ces deux questions doivent, obligatoirement, être discutées pour se procurer, par la suite, le pouvoir de juger et de critiquer les résultats obtenus.

- Concernant son origine :
 - Ce constituant ne peut nullement provenir des impuretés présentes, dans les poudres de départ, car la fraction de la phase formée est appréciable.
 - Ce constituant ne peut, en aucune façon, être une contamination due au processus d'élaboration, comprenant le compactage et le creuset dans lequel la fusion a eu lieu, pour au moins deux raisons : la première est qu'une vingtaine de nuances, différentes, du même système ont été élaboré par le même processus, avant et même après avoir ce type de microstructure, et aucune d'entre elles, excepté cette composition, présente ce type de phase. La seconde raison, est que nous avons fait exprès de réélaborer cette composition, exceptionnelle, dans d'autres creusets et sur d'autres substrats, et les résultats sont, pratiquement, identique pour toutes les pièces élaborées en ce qui concerne la présence de ce type de bulles.
 - En éliminant l'effet des impuretés et la possible contamination pendant l'élaboration, il ne nous reste qu'à supposer que cet élément provient des gaz contenus dans l'air. On prend en compte donc l'oxygène, l'azote et la vapeur d'eau car le reste des gaz ont une faible concentration et leur rôle peut être négligé. Ces gaz sont soit entrés en interaction avec le matériau lors de la fusion et le refroidissement, soit ils ont été emprisonnés dans l'échantillon lors du compactage.

En effet, il paraît difficile d'éliminer l'une des deux dernières sources possibles. Néanmoins, on peut toujours répliquer le fait que pendant la fusion, quand le matériau est soumis au champ et est donc en chauffage, l'interaction avec les gaz du milieu extérieur est, pratiquement, négligeable car cela va provoquer une augmentation de l'enthalpie du système.

Plus loin, une fois le champ appliqué est coupé, le matériau se solidifie rapidement, comme il est expliqué dans le chapitre II, en ne laissant le temps qu'à la surface extérieure d'interagir avec le milieu gazeux qui l'entoure sans autant laisser le temps pour les oxydes formés de diffuser au cœur du matériau.

Ce phénomène est cohérent avec ce que l'on observe expérimentalement car après solidification, une couche d'oxydes recouvre la pièce élaborée tandis qu'en volume, la portion de ces derniers n'est guère importante. Éliminant par cela l'effet provoqué par les gaz du milieu extérieur pendant le chauffage, en fusion et après solidification.

La seconde source, donc possible, provient des gaz emprisonnés dans l'échantillon suite au compactage. L'élimination totale, par l'application d'une contrainte, de ces substances est quasiment impossible. Cela est parfaitement en accord avec ce qui est observé pendant l'élaboration par les gaz que la pièce chauffée dégage pendant le chauffage.

- On peut finalement donc conclure que les gaz ont pour principale origine leurs emprisonnements lors du compactage.

Après avoir déterminé l'origine de l'élément étranger, nous discutons sa nature.

- Concernant sa nature :
 - Vu le contraste que montre ce dernier sur les images capturées par microscopie électronique, on va prendre en considération tous les éléments qui précèdent l'Al qui sont : H, He, Li, Be, B, C, N, O, F, Ne, Na, Mg.
 - En éliminant tous les éléments non contenus dans l'air. On élimine alors : He, Li, Be, B, F, Ne, Na et Mg. Et, en combinant avec la conclusion précédente, on doit exclure les substances, bien qu'elles soient de même nature, provenant du milieu extérieur.

Dès lors, on peut finalement annoncer que les éléments suspects, concernant la nature de l'élément étranger, sont l'hydrogène H (qui peut donner de telle morphologie par la formation des hydrures de type Al-H₃), le carbone C, l'azote N et l'oxygène O. Ce qui nous permet la

possibilité de juger et critiquer les résultats obtenus par l'analyse EDX et de trancher, en dernier ressort, sur la nature de cet élément.

III.2.1.2 Analyse EDX

L'analyse par dispersion d'énergie pour cet échantillon montre que la matrice est principalement formée par la combinaison des trois éléments d'alliages, soit l'Al, le Cu et le Zn, comme indique la cartographie illustrée sur la figure III-18. Ce résultat paraît logique et cohérent avec la discussion qui précède.

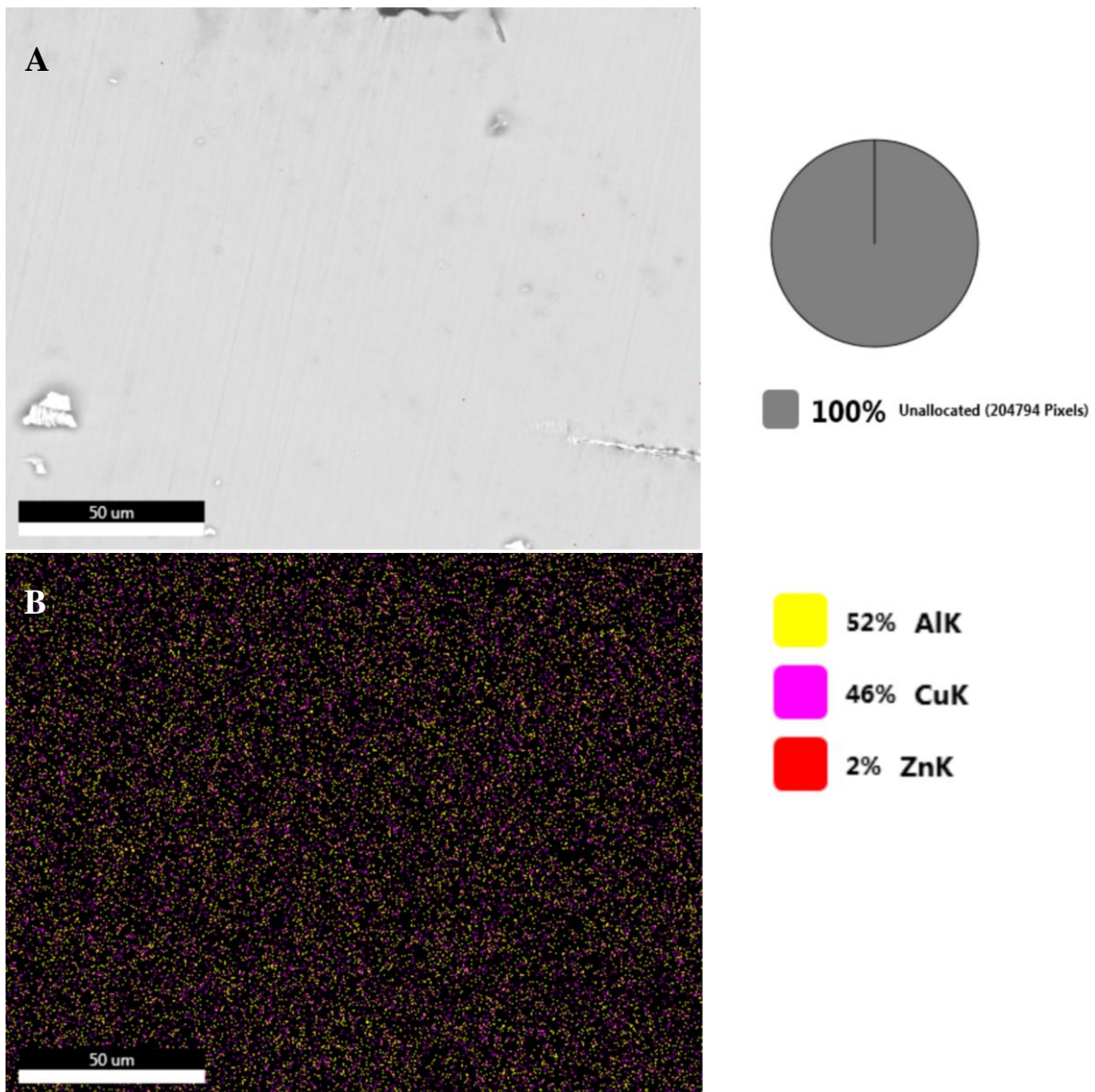


Figure III-18 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-1 montrant la zone étudiée.

B : Cartographie de la zone étudiée de A-1 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents.

L'analyse EDX de la deuxième phase, montrée sur la figure III-19 et tableau III-1, qui apparaît plus claire que la matrice, précédemment discutée, montre, comme il a été prévu, que cette phase est riche en Al avec la présence additionnelle du Cu et du Zn.

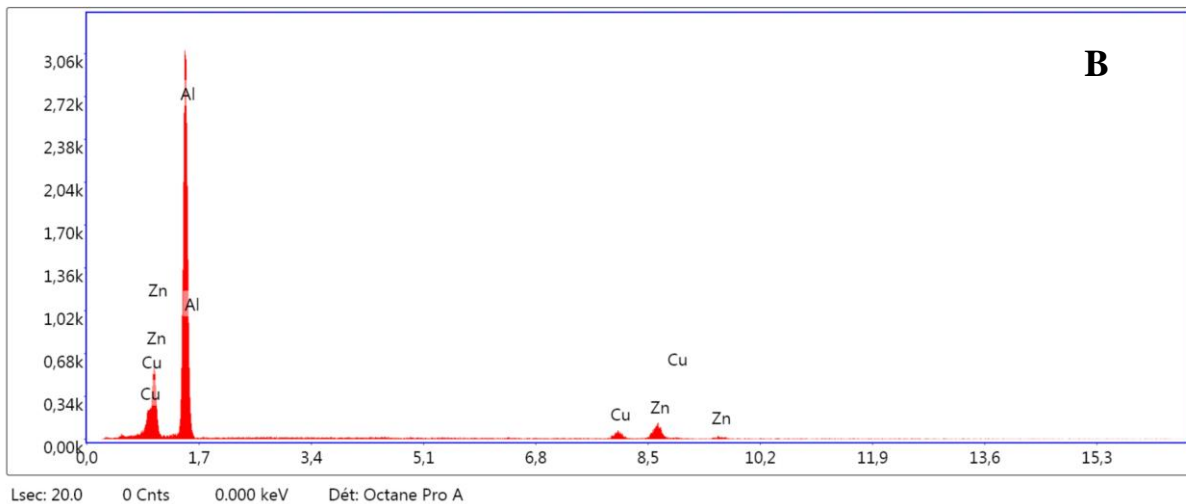
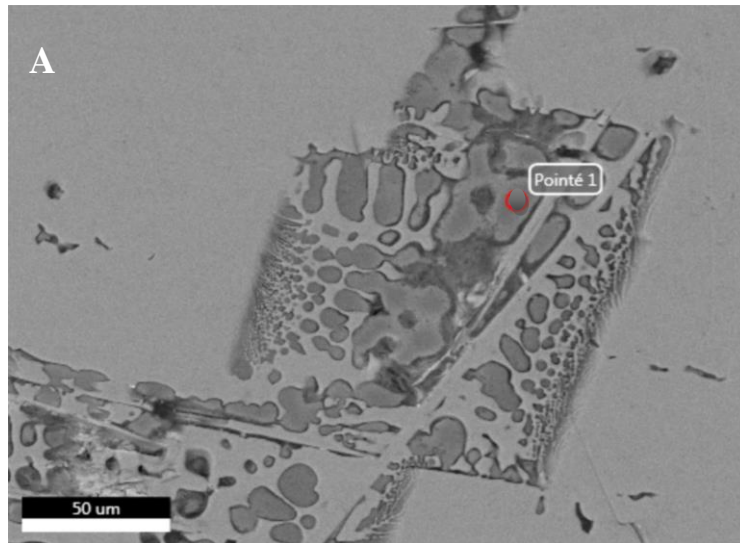


Figure III-19 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-1.

B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé.

Tableau III-1 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-1.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| AlK | 79.53 | 90.32 | 1198.46 | 5.75 | 0.4666 | 1.0294 | 0.5698 | 1.0005 |
| CuK | 5.70 | 2.75 | 39.10 | 14.36 | 0.0549 | 0.8695 | 1.0011 | 1.1071 |
| ZnK | 14.78 | 6.93 | 83.71 | 6.52 | 0.1347 | 0.8690 | 1.0032 | 1.0453 |

L'analyse de la troisième phase, qui a fait l'objet d'une longue discussion, montre qu'évidemment cette phase contient une certaine quantité d'éléments étrangers plus légers. Ces éléments sont l'oxygène et le carbone, chose qui a conféré à cette phase son contraste plus sombre. (Figure III-20 et Tableau III-2).

Néanmoins, par la morphologie, montrée sur la figure III-5 et III-14, on peut aussi supposer la présence de l'hydrogène, sous forme d'hydrures Al-H₃. Des études récentes ont pu provoquer leur formation, par d'autres techniques pour des systèmes différents des nôtres, et ont montré que ces derniers présentent des morphologies quasi-cubiques [2], [3], [4]. Cependant, la détection de ce dernier par une analyse EDX n'est guère facile. D'autres techniques de caractérisation, telle que la diffraction des rayons-X, sont donc nécessaires pour confirmer, ou réfuter, sa présence.

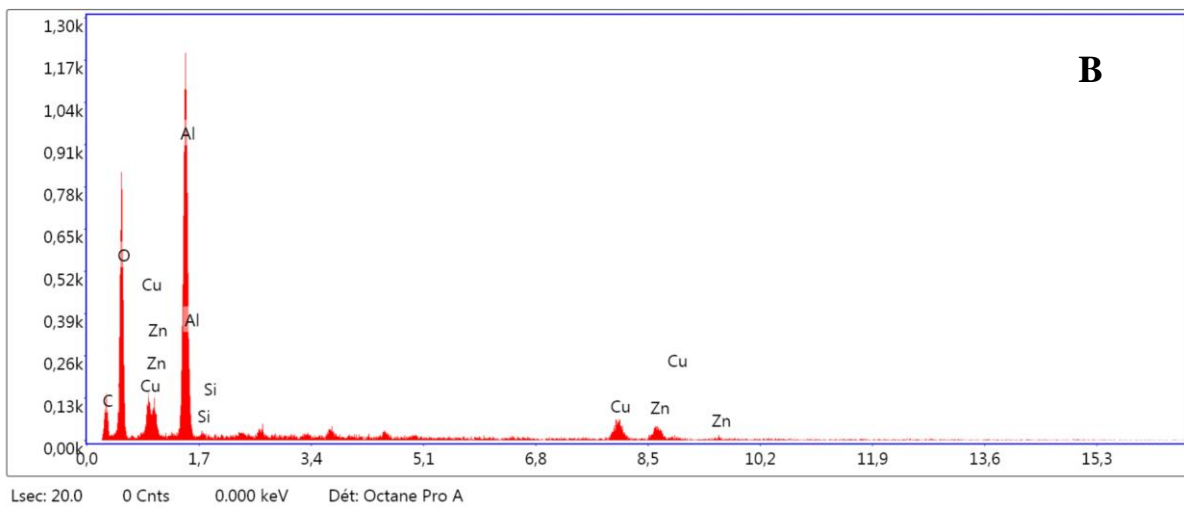
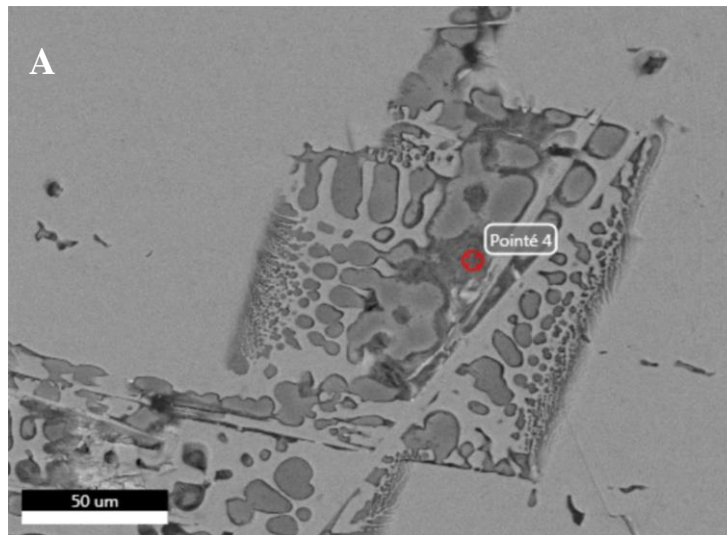


Figure III-20 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-1.

B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé.

Tableau III-2 : Résultat quantitatif de l’analyse EDX A-1.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 22.59 | 32.77 | 36.64 | 13.63 | 0.0491 | 1.0718 | 0.2029 | 1.0000 |
| O K | 45.93 | 50.02 | 252.41 | 9.91 | 0.1138 | 1.0305 | 0.2405 | 1.0000 |
| AlK | 22.99 | 14.85 | 444.02 | 6.64 | 0.1143 | 0.9238 | 0.5373 | 1.0013 |
| SiK | 0.15 | 0.10 | 2.67 | 96.45 | 0.0007 | 0.9451 | 0.4690 | 1.0022 |
| CuK | 4.75 | 1.30 | 45.37 | 11.40 | 0.0421 | 0.7752 | 1.0197 | 1.1227 |
| ZnK | 3.59 | 0.96 | 29.17 | 14.44 | 0.0310 | 0.7744 | 1.0184 | 1.0942 |

La seconde raison pour laquelle nous tenons à croire, jusqu’à présent, qu’une certaine quantité d’hydrogène a été piégée, dans l’alliage, et a donné naissance aux hydrures Al-H₃, est l’apparition d’un nouvel élément, totalement inattendu. Comme il se voit clairement, sur les deux derniers résultats présentés, des pics caractéristiques appartenant au silicium ont été détectés.

Il est, dans ce cas, insignifiant de rediscuter une seconde fois l’origine de cet atome car par analogie avec la discussion précédente, cet élément ne peut, aucunement, dénouer des impuretés résiduelles, dans les poudres de départ, ou le fruit d’une contamination durant le processus d’élaboration. De plus, cet échantillon a été réélaboré plusieurs fois pour s’assurer que ce phénomène est reproductible et, bel et bien, spécifique à cette composition, à contrario des autres, ici, étudiées. La figure III-21, récoltée sur un autre échantillon de même que A-1, confirme ce que l’on a obtenu comme résultats dans ce cas.

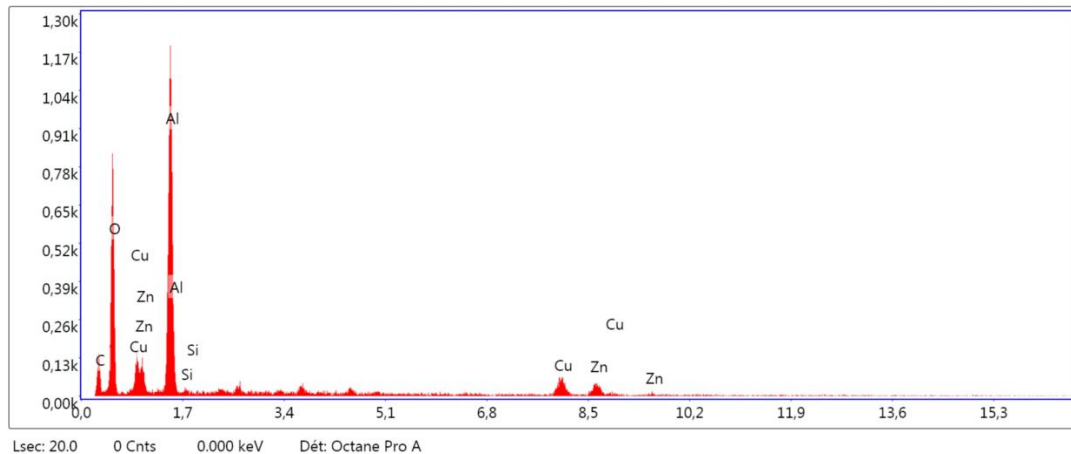


Figure III-21 : Spectre résultant de l’analyse EDX A-1.

On doit donc avouer que le silicium, ici détecté, s'est produit durant l'élaboration du matériau. L'explication qui parvient, dans ce cas, semble être logique et en cohérence avec l'ensemble des résultats, exige la présence des atomes d'hydrogène pendant la fusion de la pièce. Ces atomes H provoquent un enchaînement d'interactions quantiques et finissent par donner naissance à une transmutation d'une certaine quantité d'atomes d'aluminium au silicium. Ce phénomène, si rare, est bien détaillé sur l'article publié par notre équipe de recherche [5].

Finalement, la confirmation, ou réfutation, de ces propos vont être ultérieurement mises au clair par d'autres techniques de caractérisation.

III.2.2 Echantillon numéro^o2

III.2.2.1 Micrographie par MEB

La microscopie électronique à balayage a mis en évidence, par différence de contraste, pour cet échantillon, A-2 (Figure III-22), l'existence de trois phases distinctes. Chose déjà prédite par la microscopie optique, mais qui s'est faite confirmer par le MEB.

La matrice, dans ce matériau, apparaît avec le contraste, gris, le plus foncé. Annonçant par cela que cette dernière est majoritairement composée d'Aluminium.

En dehors de la matrice, le MEB a finalement témoigné que le second contraste, observé par le MO, consiste, en effet, en deux phases distinctes. Ces deux dernières apparaissent avec un contraste plus clair, affirmant qu'elles comportent une fraction en Cu et en Zn plus importante que celle contenue dans la matrice.

Il est aussi facile d'observer qu'il existe de petites taches très sombres, voire noires, sur les images prises. Ces tâches sont, très probablement, liées à la porosité du matériau. Ces zones représentent un piège pour les électrons, du faisceau incident. Les électrons incidents, par conséquent, ne rebondissent pas, sur ces zones, ce qui explique leur contraste noir.

Les pores, par le fait qu'ils soient l'issue de l'emprisonnement du gaz, sont souvent entourés par des souillures, moins sombres, annonçant par ce fait la présence d'un élément, voire plus, de plus faible numéro atomique. Il est, donc, très probable qu'elles soient des oxydes formés.

La phase la plus brillante, sur les clichés, est celle sous forme de bâtonnets. Cela manifeste sa haute teneur en Cu et/ou en Zn. Par ailleurs, un grossissement plus important sur l'autre phase, sous forme de bulles, donne l'impression qu'elle est un eutectique formé par les deux premiers. Par contre, une analyse EDX est primordiale pour pouvoir tenir ces propos.

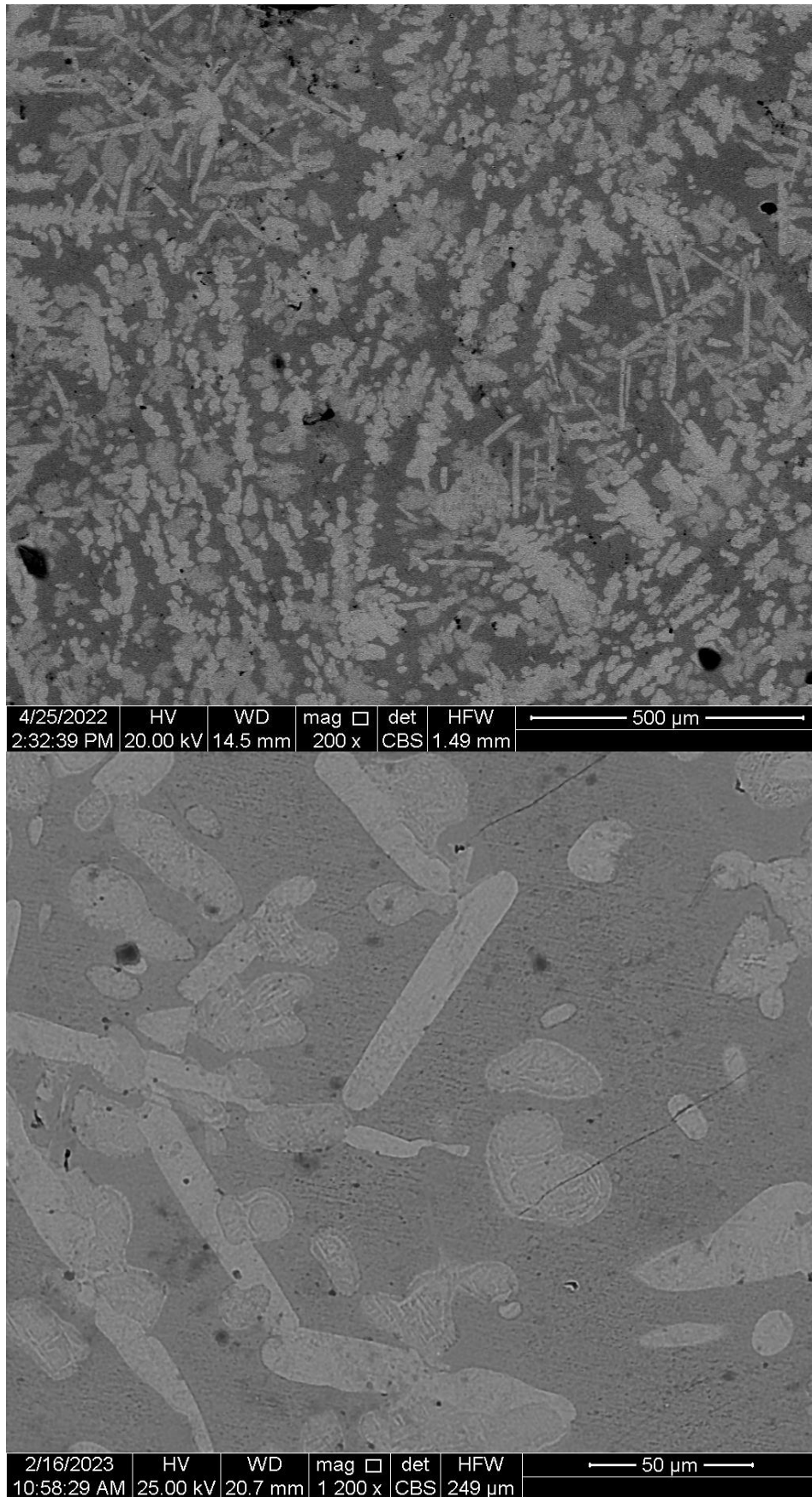


Figure III-22 : Observation par MEB de l'échantillon A-2 montrant les trois types de phases présentes.

III.2.2.2 Analyse EDX

La cartographie du matériau A-2 (Figure III-23) montre, nettement, que les principaux éléments constitutifs sont ceux d'alliage. Cela signifie que les oxydes, ou les impuretés et les contaminations en termes plus général, sont aussi peu que les phases formées par ces derniers, peuvent être hors de considération. On remarque, clairement, sur ce cliché la présence et la répartition du troisième élément d'addition, Zn, avec un faible taux.

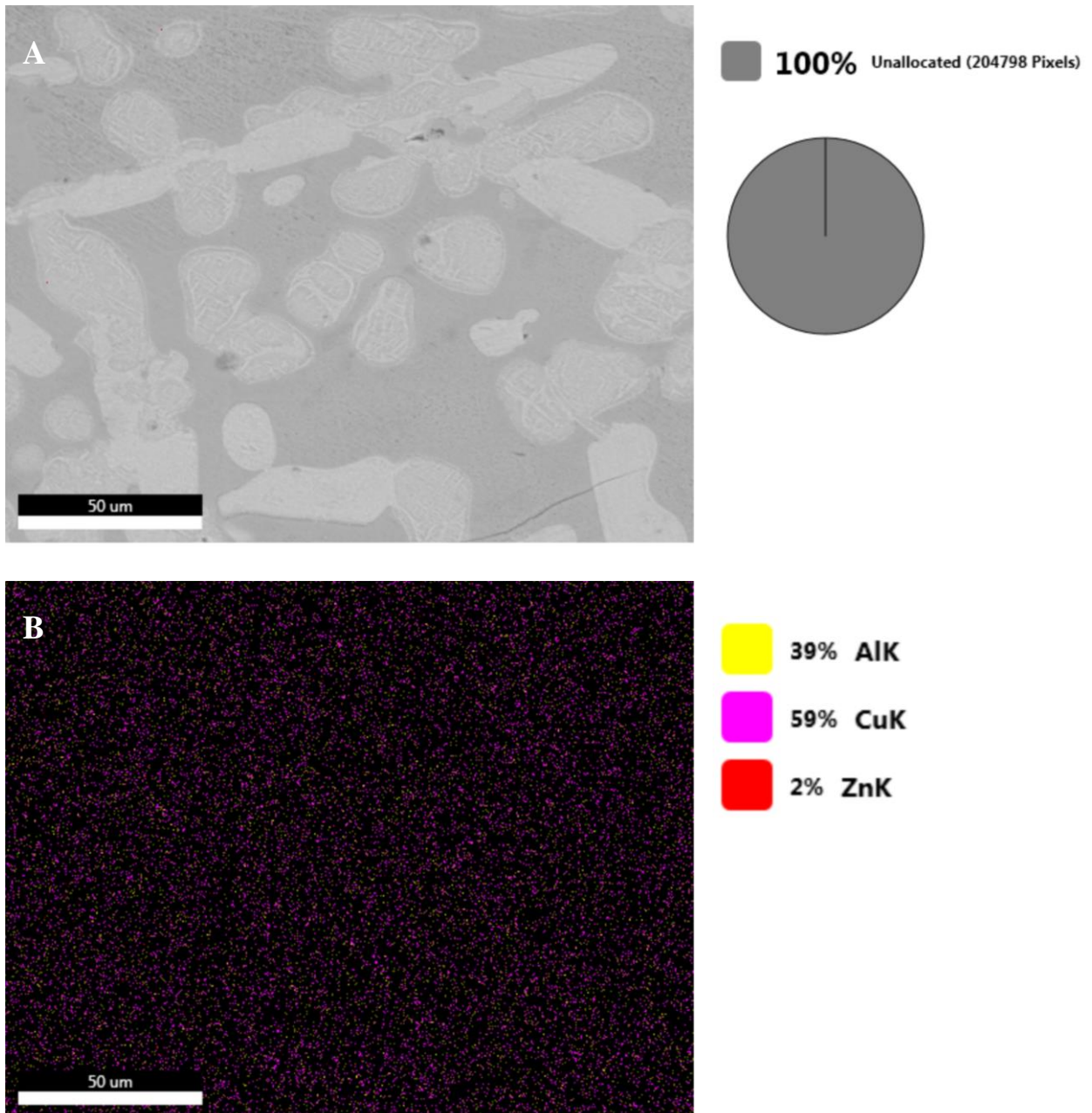


Figure III-23 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-2 montrant la zone étudiée.
B : Cartographie de la zone étudiée de A-1 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents.

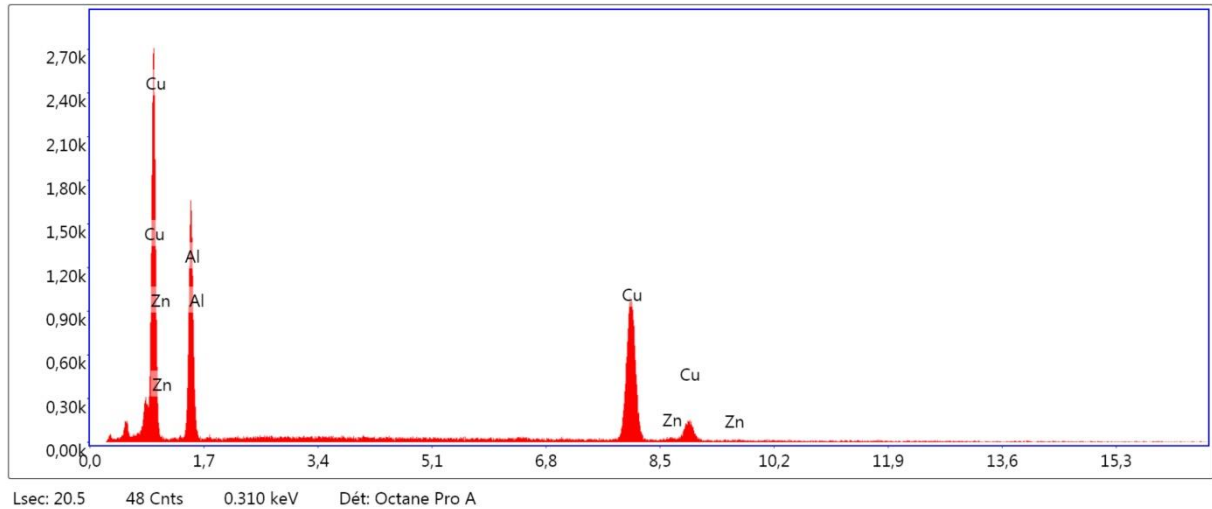


Figure III-24 : Spectre résultant de l'analyse EDX A-2.

Les pics attribués à l'oxygène et au carbone, et possiblement à d'autres éléments non identifiés (Figure III-24), sont d'aussi faible intensité qu'il devient difficile de les discerner. Il est donc inévitable d'avouer leur présence, cependant, on peut ne pas les prendre en considération quand il s'agit de parler d'éléments abondants dans le matériau.

Pour une zone d'étude, beaucoup plus réduite (Figure III-25), l'oxygène et le carbone sont aperçus comme montrent les figures III-26 et le tableau III-3. Bien que le taux annoncé sur le tableau, concernant le carbone par exemple, soit appréciable, l'erreur qu'accompagne ce pourcentage est si importante. On estime donc, finalement, que l'existence de ces substances est certaine mais, leur fraction est négligeable.



Figure III-25 : Observation par MEB de la zone étudiée pour l'échantillon A-2.

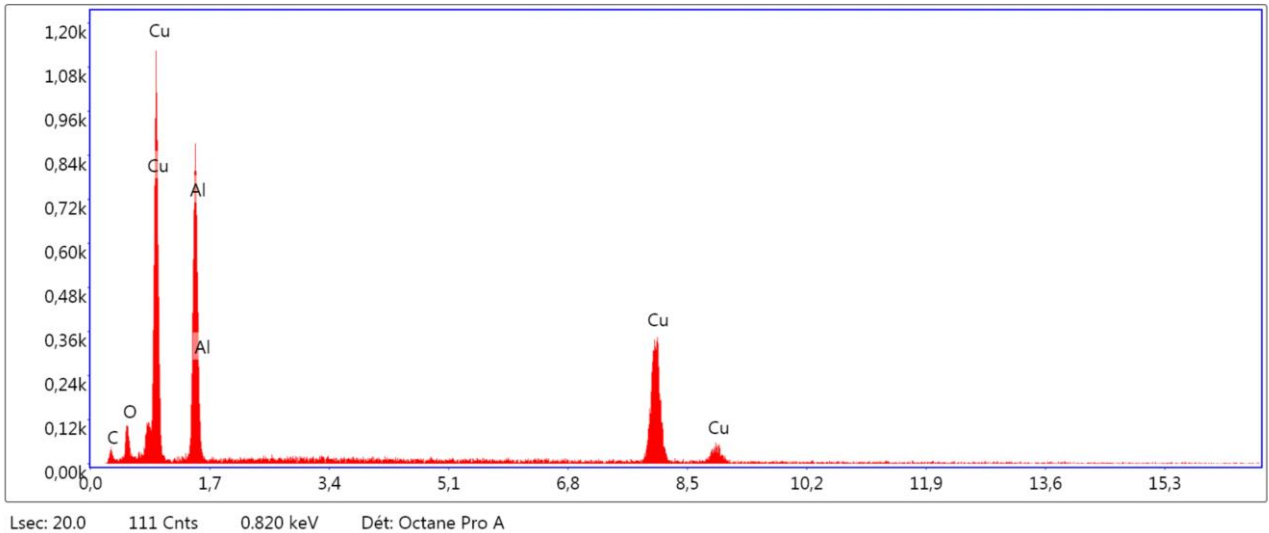


Figure III-26 : Spectre résultant de l’analyse EDX A-2 pour la zone étudiée.

Tableau III-3 : Résultat quantitatif de l’analyse EDX A-2.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| C K | 11.87 | 27.93 | 9.74 | 20.96 | 0.0195 | 1.1847 | 0.1384 | 1.0000 |
| O K | 9.22 | 16.29 | 37.24 | 13.32 | 0.0253 | 1.1431 | 0.2396 | 1.0000 |
| AlK | 34.30 | 35.93 | 324.94 | 8.49 | 0.1302 | 1.0309 | 0.3677 | 1.0015 |
| CuK | 44.62 | 19.85 | 269.38 | 3.06 | 0.3979 | 0.8748 | 1.0063 | 1.0131 |

Plus loin, le précédent résultat (analyse EDX), et la discussion de la présence de C et O, nous confirme que la matrice de ce matériau est principalement constituée d’atomes d’Al et de Cu. Ajoutons à cela le résultat obtenu par la cartographie, pour finalement dire que :

- La matrice est constituée d’atomes d’Al, Cu, Zn, C et O.
- La faible concentration d’oxygène et du carbone nous oblige à retenir, seulement, comme éléments constituants : Al, Cu, Zn avec la formation de certains oxydes.
- La faible concentration en Zn, dès le départ, a fait que ce dernier soit, d’un côté, entièrement dissout dans la matrice et les autres phases et, d’un autre côté, a fait que sa détection soit difficile.

Une ultérieure analyse EDX, Figure III-27 et tableau III-4, vient confirmer l'un des propos antérieurement tenu au sujet des ports et des oxydes qui se forment autour. L'analyse EDX dans ce cas vient affirmer l'observation et valide la formation de ces derniers autour des sites d'emprisonnement des gaz.

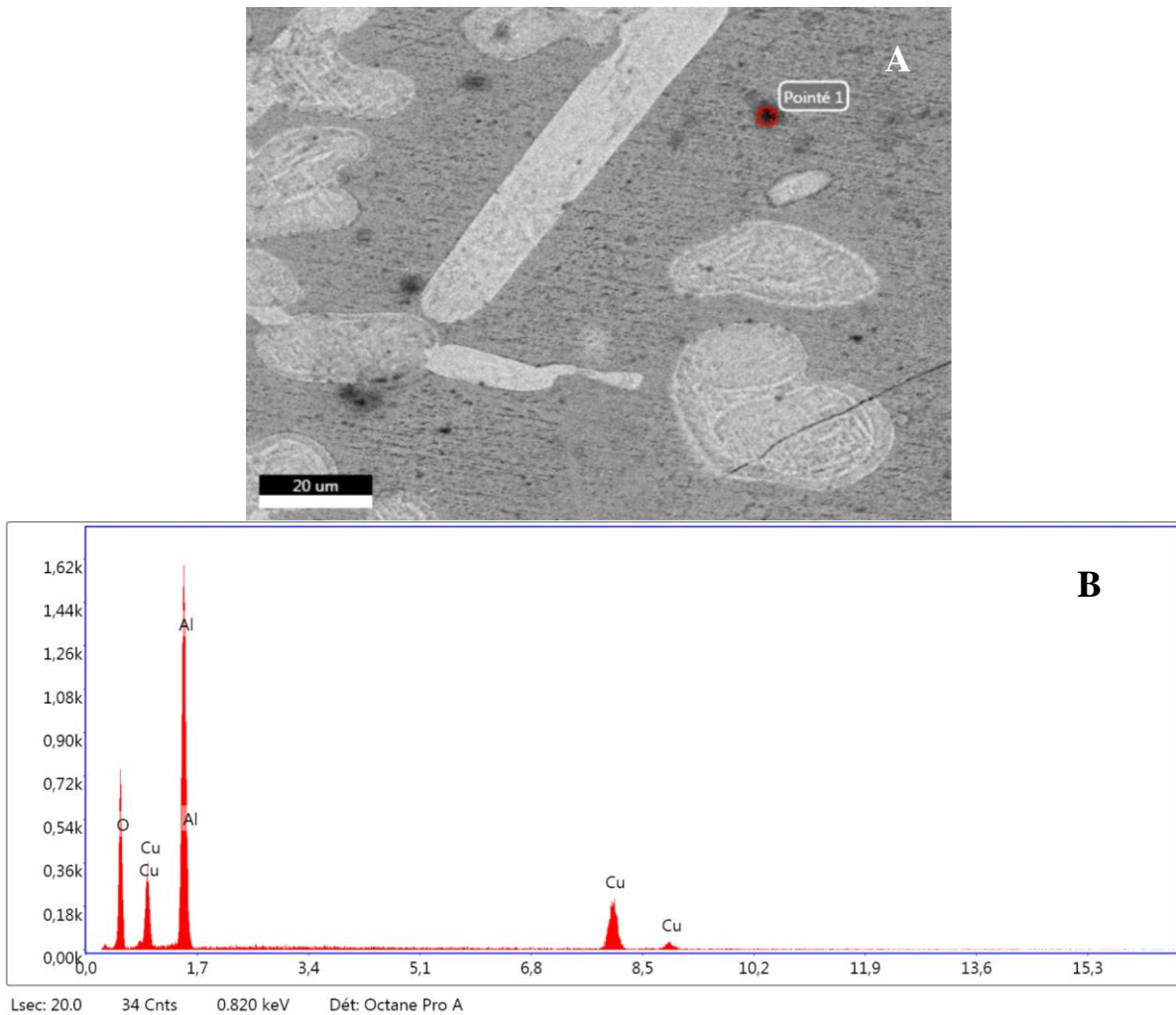


Figure III-27 : A : Observation par MEB de l'échantillon A-2.

B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé.

Tableau III-4 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX A-2.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| O K | 34.18 | 52.05 | 217.89 | 9.22 | 0.1278 | 1.0999 | 0.3399 | 1.0000 |
| AlK | 43.74 | 39.49 | 600.54 | 6.98 | 0.2080 | 0.9893 | 0.4802 | 1.0011 |
| CuK | 22.08 | 8.46 | 150.51 | (4.24 | 0.1922 | 0.8346 | 1.0093 | 1.0339 |

Le dernier point à ajouter concernant cet échantillon (Figure III-28 et Tableau III-5) s’applique à la phase la plus brillante, qui apparaît sur les clichés sous forme de bâtonnets. L’analyse par dispersion d’énergie de cette dernière confirme qu’elle est majoritairement constituée d’atome d’Al avec la présence d’une concentration importante en éléments plus lourds, Cu et Zn dans ce cas, ce qui lui confère sa brillance, ou son contraste plus clair que les autres.

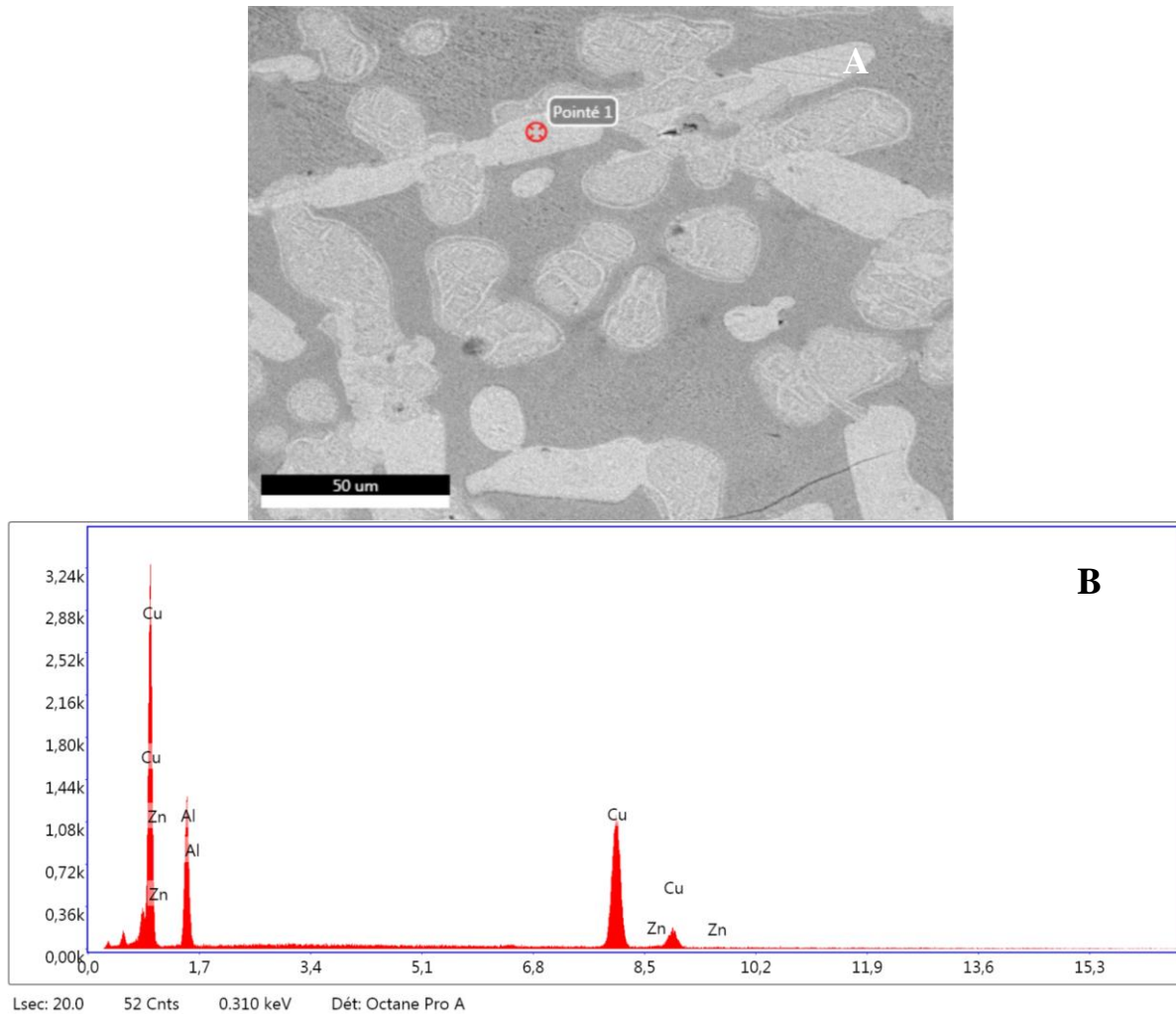


Figure III-28 : A : Observation par MEB de l’échantillon A-2.

B : spectre résultant de l’analyse EDX du point pointé.

Tableau III-5 : Résultat quantitatif de l’analyse EDX A-2.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| AlK | 41.68 | 62.74 | 455.72 | 9.92 | 0.0926 | 1.0893 | 0.2037 | 1.0015 |
| CuK | 57.72 | 36.89 | 888.91 | 2.16 | 0.5411 | 0.9279 | 1.0014 | 1.0094 |
| ZnK | 0.61 | 0.38 | 8.11 | 60.06 | 0.0056 | 0.9281 | 0.9908 | 1.0138 |

III.2.3 Echantillon numéro°3

III.2.3.1 Micrographie par MEB

Les images obtenues par le microscope électronique de la microstructure du matériau ici étudié, échantillon C-3, manifestent, par différence de contraste, la présence de deux phases, tout comme prédit le microscope optique.

On peut nettement distinguer, sur le cliché montré sur la figure III-29, la présence d'une matrice, dominante, dont le contraste se montre le plus sombre, par rapport à la seconde phase. Cette obscurité du contraste indique que la matrice comporte beaucoup plus d'atomes légers, précisément d'Al, que la seconde phase. Par analogie, la phase plus brillante est largement plus constituée d'atomes plus lourds, autrement dit de Zn et de Cu.

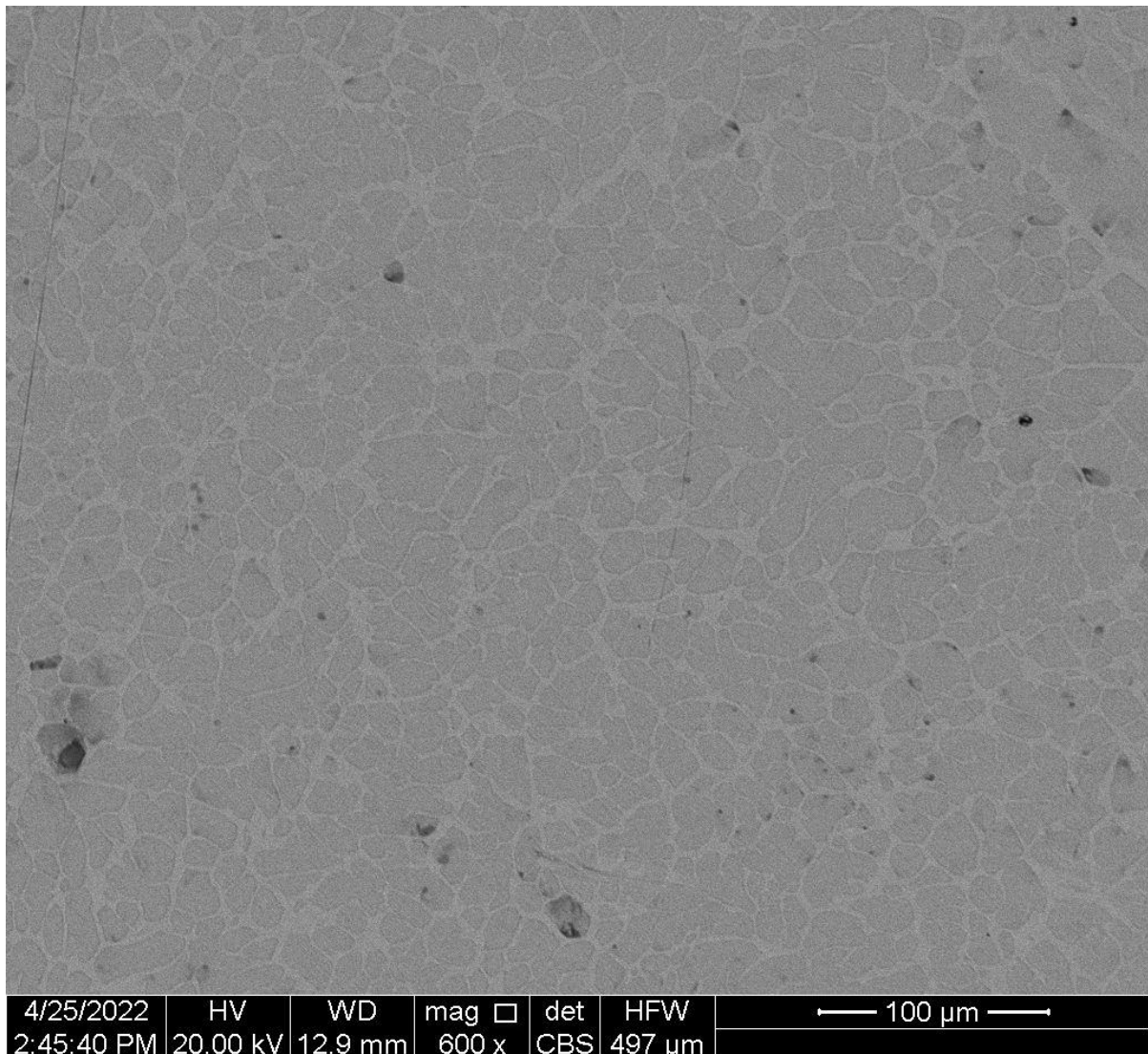


Figure III-29 : Observation par MEB de l'échantillon C-3.

Tout comme les pièces précédentes, celle-ci, étudiée, proclame la présence de phases noires entourées de tâches à contraste moins sombre. Pourtant, cette fois-ci leur fraction est beaucoup plus réduite comme confirme la figure présentée en dessous (Figure III-30). On peut, par ce fait, associer ces phases noirâtres aux ports, qui emprisonnent l'air, et les tâches autour à la formation des oxydes, comme il a déjà été discuté et mis au clair dans les deux cas qui précèdent.

Ainsi, la microstructure, de cet échantillon C-3, peut être considérée comme étant composée seulement de deux principales phases distinctes. Néanmoins, les oxydes, très probablement formés, peuvent manifester leur présence dans d'autres techniques de caractérisation, telles que la diffraction de rayons-X. Si c'est le cas, leur manifestation sera discutée.

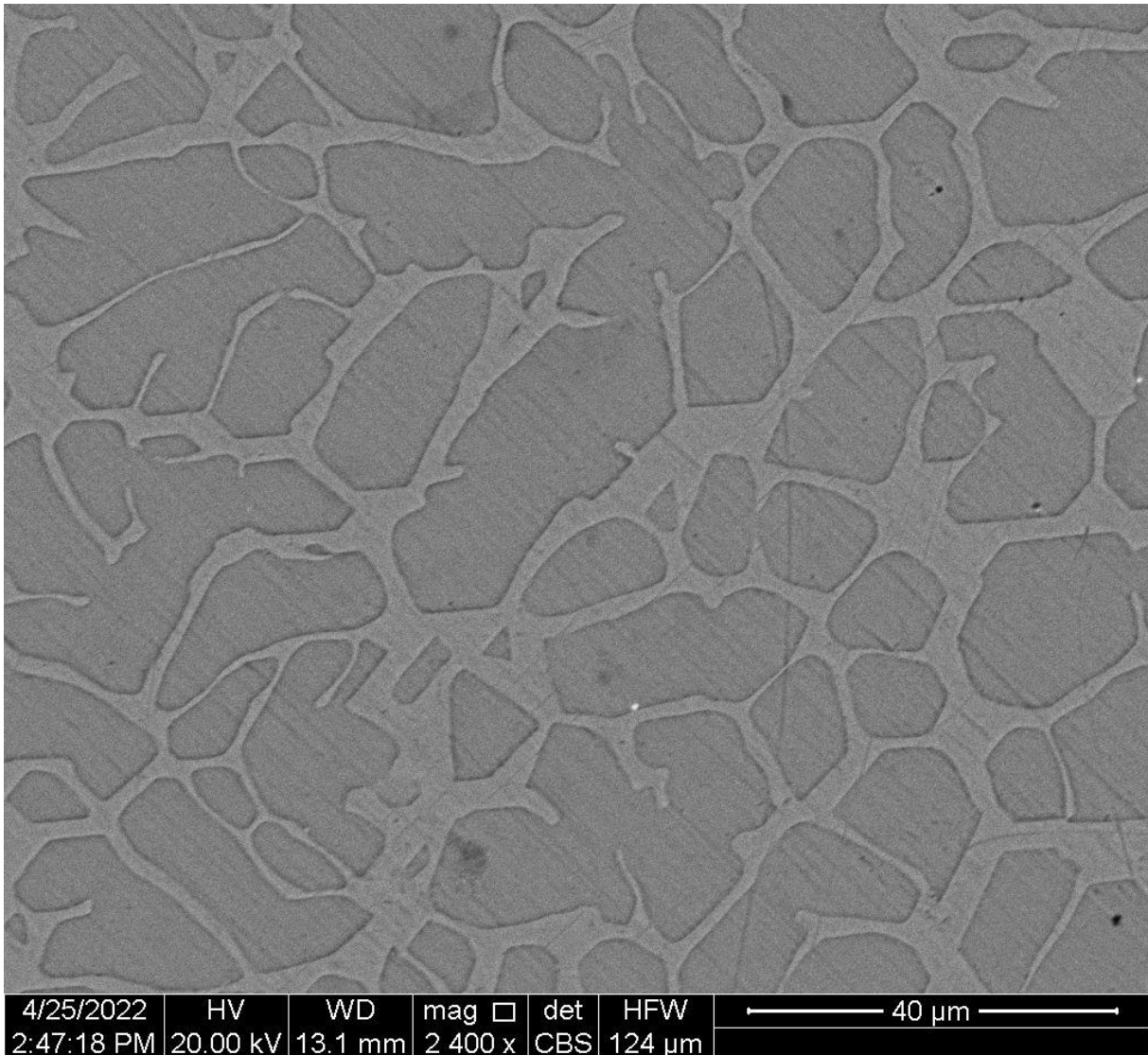


Figure III-30 : Observation par MEB de l'échantillon C-3 montrant une surface quasiment évidée de ports.

III.2.3.2 Analyse EDX

La cartographie du matériau C-3 (Figure III-31) montre, clairement, que les principaux éléments constitutants sont ceux d'alliage. Cela confirme que les oxydes, ou les impuretés et les contaminations en termes plus général, sont aussi peu que les phases formées par ces derniers peuvent être hors de considération. On remarque sur ce cliché la présence et la répartition du troisième élément d'addition, Zn, avec un faible taux.

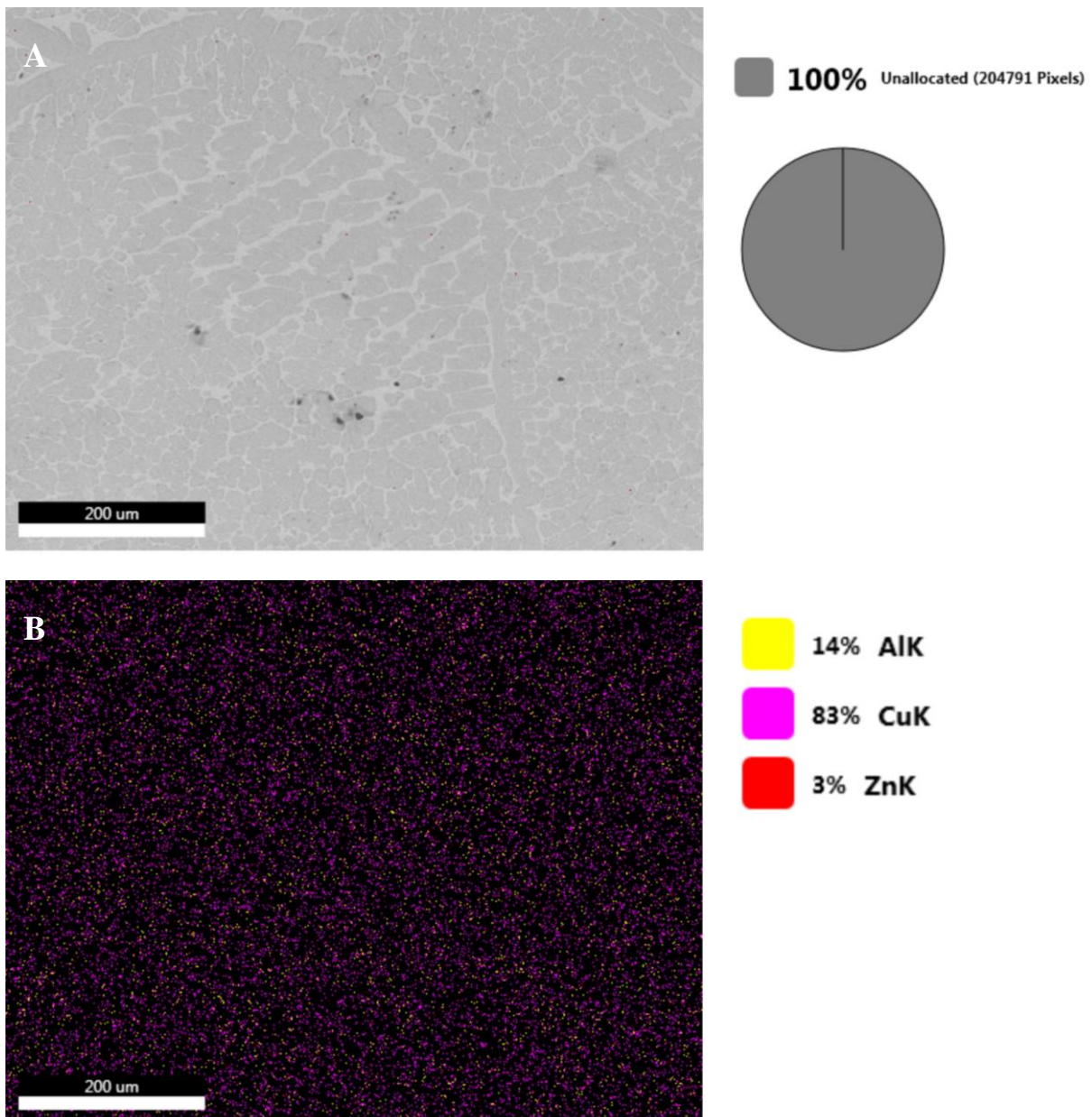


Figure III-31 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-3 montrant la zone étudiée.
B : Cartographie de la zone étudiée de C-3 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents.

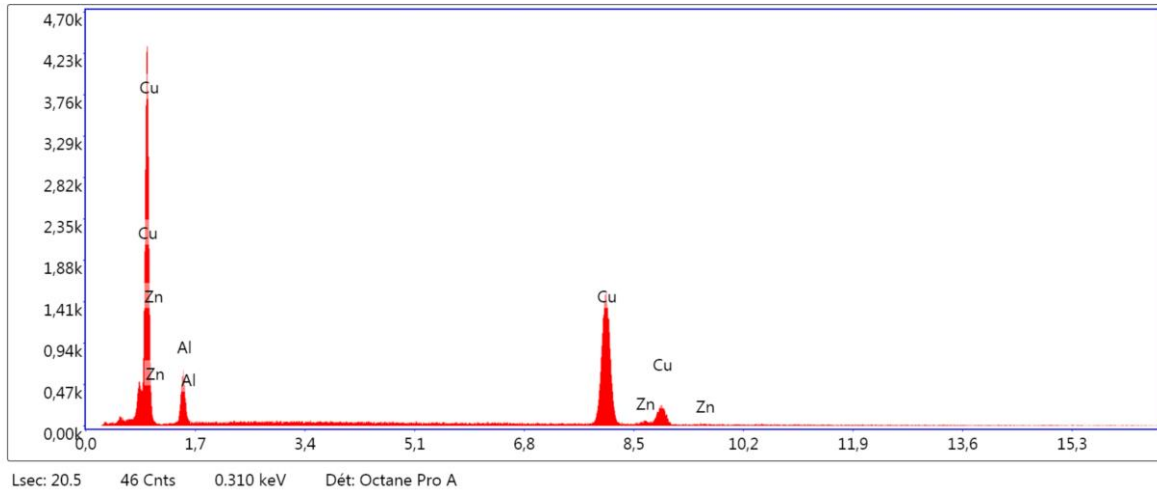


Figure III-32 : spectre résultant de l’analyse EDX C-3.

Tableau III-6 : Résultat quantitatif de l’analyse EDX C-3.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| AlK | 28.78 | 48.78 | 211.10 | 11.32 | 0.0455 | 1.1114 | 0.1419 | 1.0018 |
| CuK | 69.79 | 50.23 | 1165.80 | 1.95 | 0.6675 | 0.9494 | 1.0011 | 1.0062 |
| ZnK | 1.42 | 0.99 | 20.50 | 30.09 | 0.0134 | 0.9498 | 0.9842 | 1.0092 |

Le spectre résultant de la cartographie (Figure III-32 et Tableau III-6) confirme que les autres éléments, mis à part l’Al le Cu et le Zn, peuvent être négligés car leur concentration est peu appréciable qu’il devient même difficile de déterminer leur nature avec certitude. Quoiqu’à partir de la différence de contraste, on peut s’assurer qu’ils sont des éléments du à l’emprisonnement des gaz et, par conséquent, s’agissent d’oxygène et du carbone. Malgré cela, l’usage de techniques plus précises sera plus convenable pour trancher sur leur nature.

Une deuxième analyse EDX, de cet échantillon C-3, confirme que les deux phases qui se forment sont, en effet, le fruit d’une combinaison entre les trois éléments d’alliage. Comme le montrent la figure et le tableau ci-dessous (Figure III-33 et Tableau III-7) les éléments détectés sont seulement l’Al, le Cu et le Zn.

Suite à la précédente analyse, on peut conclure que la microstructure de l’échantillon C-3 est constituée de deux phases distinctes. Les deux phases sont nées par la combinaison des trois éléments d’alliages, mais leur concentration est différente dans chacune. Ce qui leur confère un contraste différent lors de l’observation par le MEB.

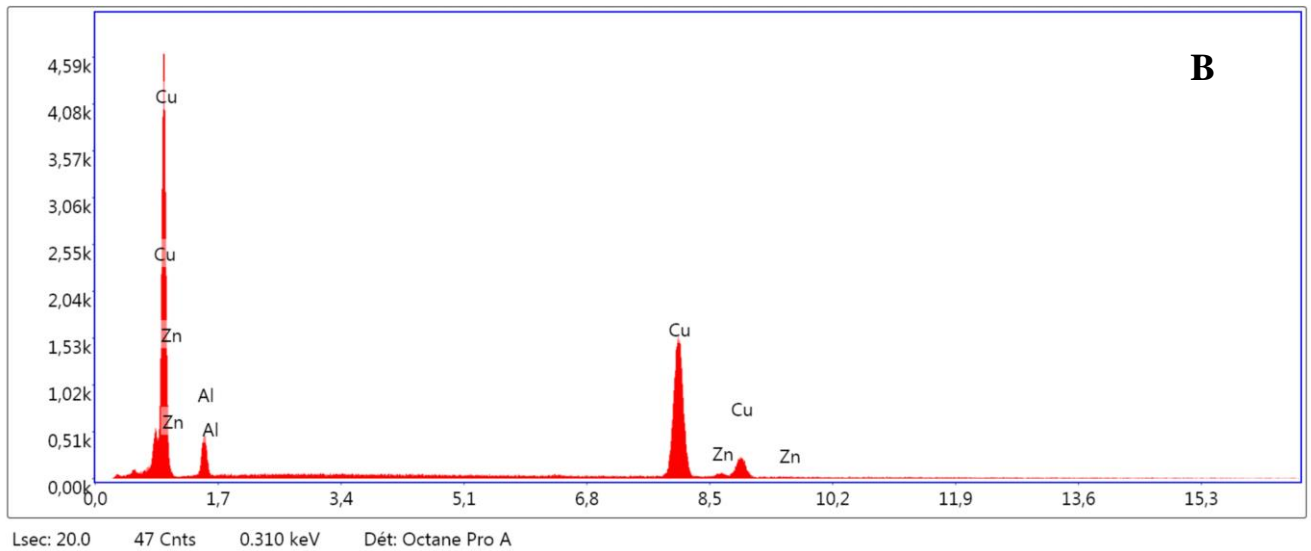
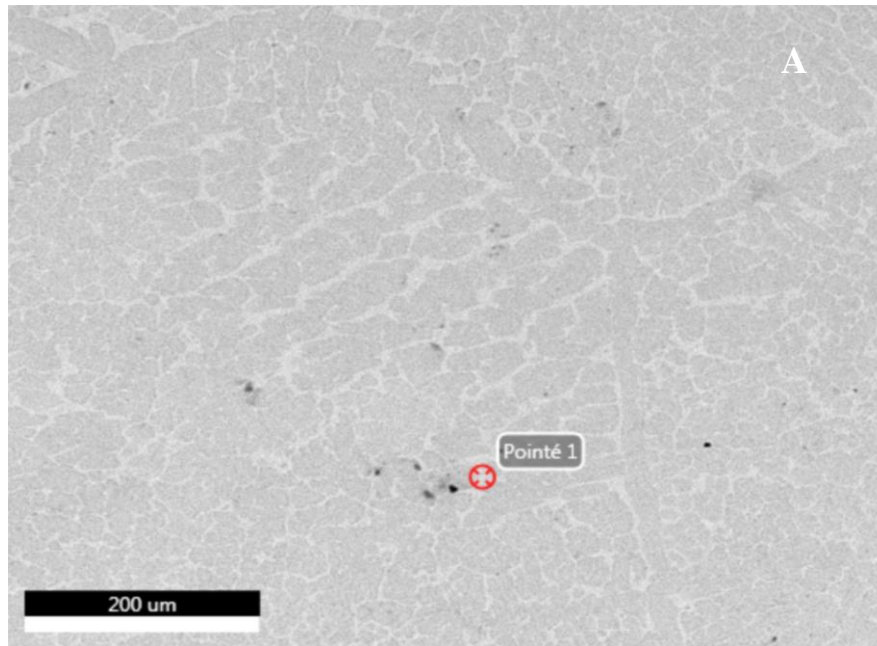


Figure III-33 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-3.

B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé.

Tableau III-7 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX C-3.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| AlK | 26.49 | 45.92 | 186.17 | 11.48 | 0.0408 | 1.1154 | 0.1378 | 1.0018 |
| CuK | 72.61 | 53.44 | 1196.97 | 2.03 | 0.6966 | 0.9532 | 1.0011 | 1.0052 |
| ZnK | 0.90 | 0.64 | 12.83 | 61.43 | 0.0085 | 0.9537 | 0.9833 | 1.0086 |

III.2.4 Echantillon numéro°4

III.2.4.1 Micrographie par MEB

Les images obtenues par MEB de la microstructure du matériau ici étudié, C-4, montrent, par différence de contraste, la présence de deux phases, tout comme est prédit par les micrographies optiques.

On peut distinguer, sur le cliché montré sur la figure III-34, la présence d'une matrice, dont la fraction volumique est dominante, qui apparaît avec un contraste clair, par rapport à la seconde phase. Cette brillance du contraste indique que la matrice comporte beaucoup plus d'atomes lourds que la seconde phase. Par analogie, la phase plus sombre est largement plus constituée d'atomes plus légers, autrement dit d'Al.

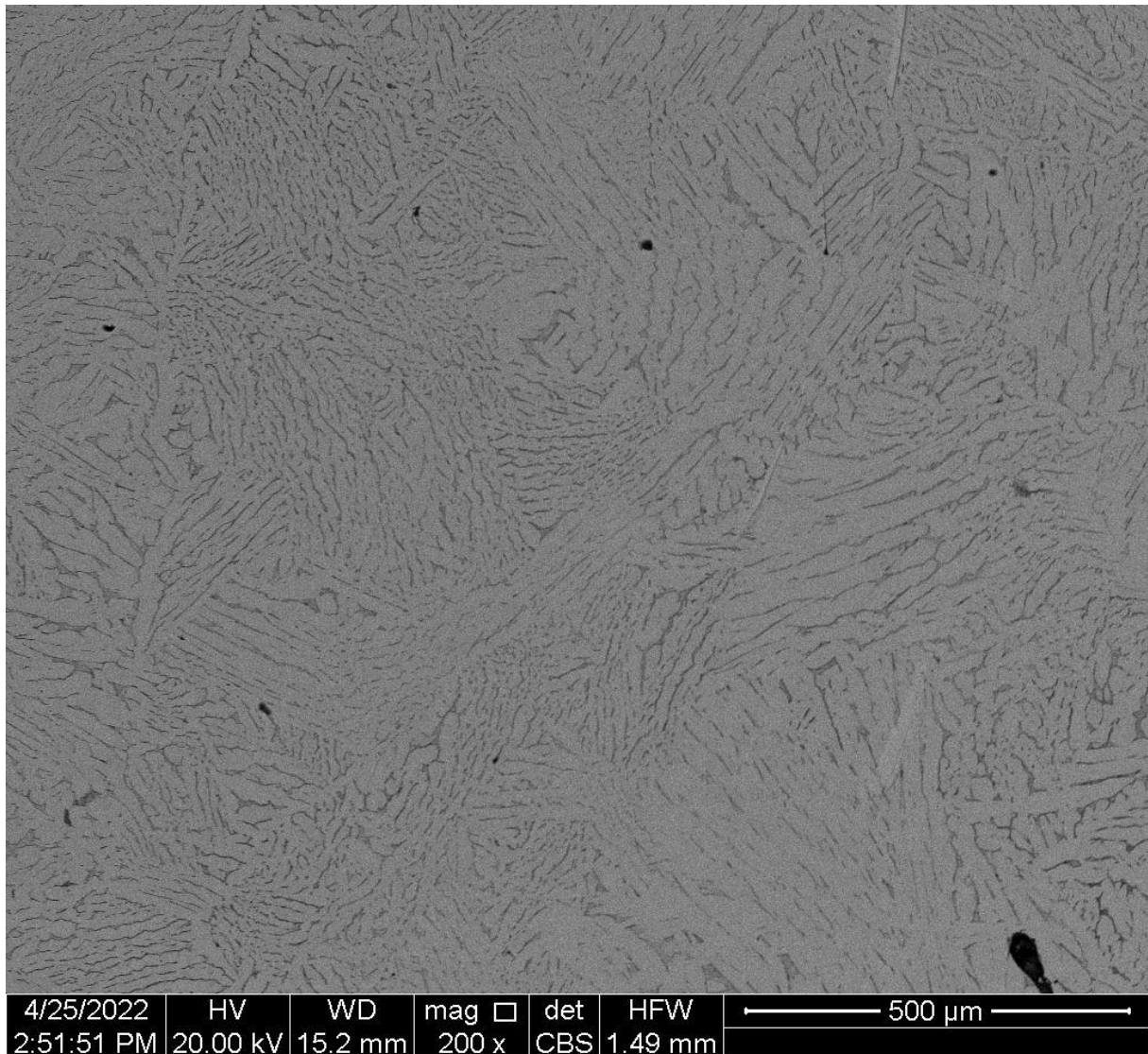


Figure III-34 : Observation par MEB de l'échantillon C-4.

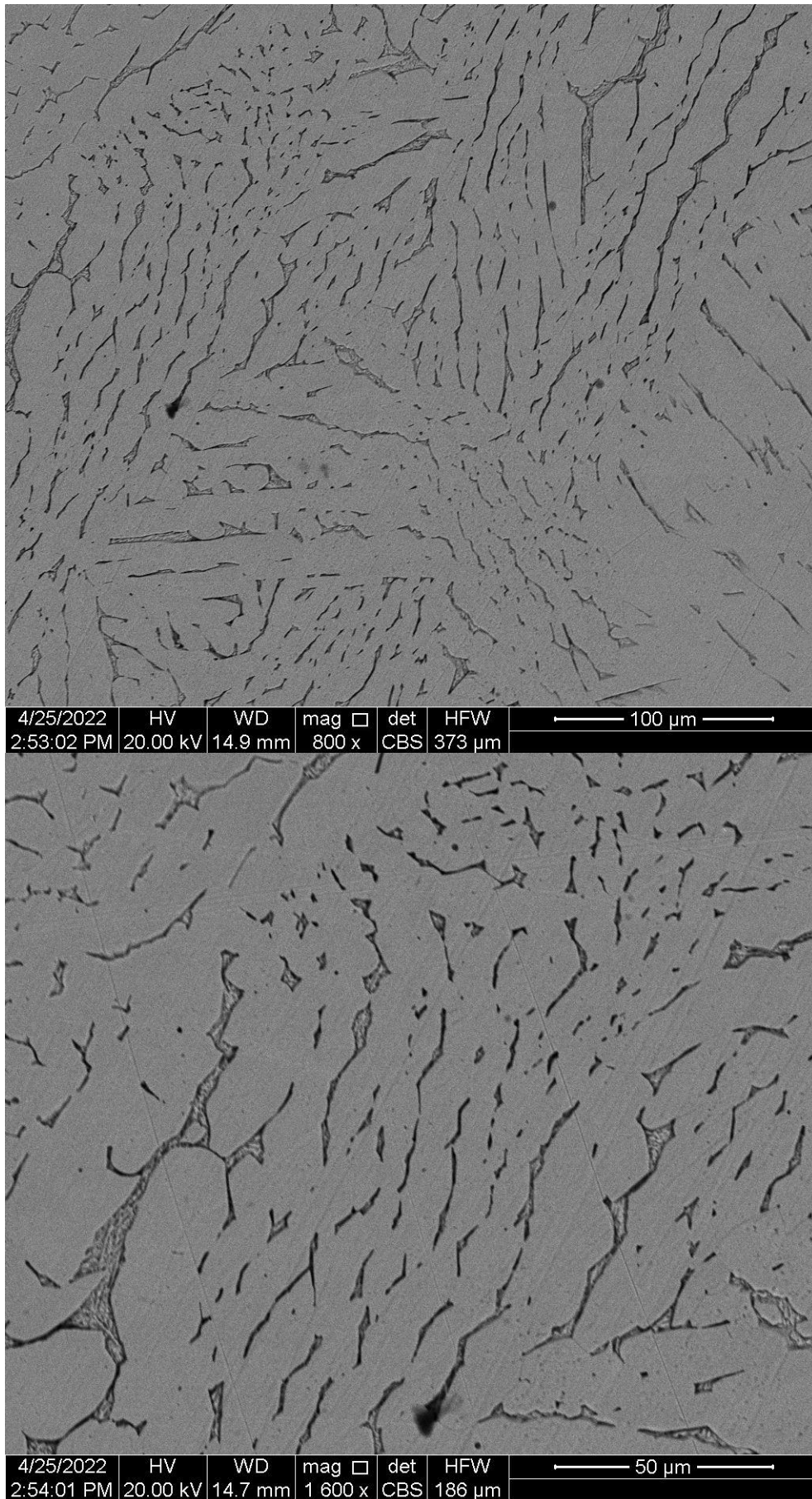


Figure III-35 : Observation par MEB de l'échantillon C-4.

Tout comme les pièces précédentes, celle-ci étudiée exhibe la présence de phases noires entourées de tâches à contraste moins sombre. Pourtant, cette fois-ci leur fraction volumique est largement plus réduite comme le confirment les figures présentées en dessus (Figure III-35). On peut donc conclure, par analogie avec les résultats des échantillons précédents que la fraction des ports, résiduels du compactage, est d'autant plus faible qu'on bascule du côté riche en Al vers celui riche en Cu.

En outre, on peut, par ce fait, associer ces phases noirâtres aux ports, qui emprisonnent l'air, et les taches autour à la formation des oxydes, comme il a déjà été discuté et mis au clair dans les cas qui précèdent.

Ainsi, la microstructure, de cet échantillon C-4, peut être considérée comme étant composée seulement de deux principales phases distinctes. Néanmoins les oxydes, très probablement formés, peuvent manifester leur présence dans d'autres techniques de caractérisation, telles que la diffraction de rayons-X. Si c'est le cas, leur manifestation sera discutée.

Par ailleurs, La phase plus sombre (Figure III-36), préalablement considérée comme des précipités intergranulaires, par les micrographies optiques, est maintenant plus claire et se voit comme étant une précipitation d'un eutectique. Une analyse EDX, accompagnée par d'autres techniques de caractérisations, sont donc primordiales pour pouvoir déterminer, avec certitude, sa nature chimique et structurale.

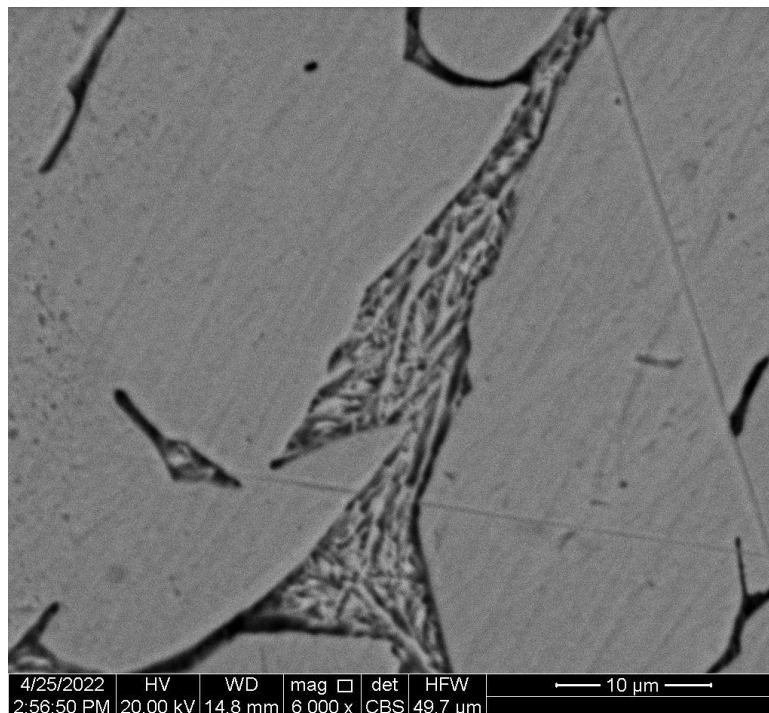


Figure III-36 : Observation par MEB de l'échantillon C-4.

III.2.4.2 Analyse EDX

La cartographie du matériau C-4 (Figure III-37) montre, clairement, que les principaux éléments constitutifs sont ceux d'alliage. Cela confirme que les oxydes, ou les impuretés et les contaminations en termes plus général, sont aussi peu que les phases formées par ces derniers peuvent être hors de considération. On remarque sur ce cliché la présence et la répartition du troisième élément d'addition, Zn, avec un faible taux.

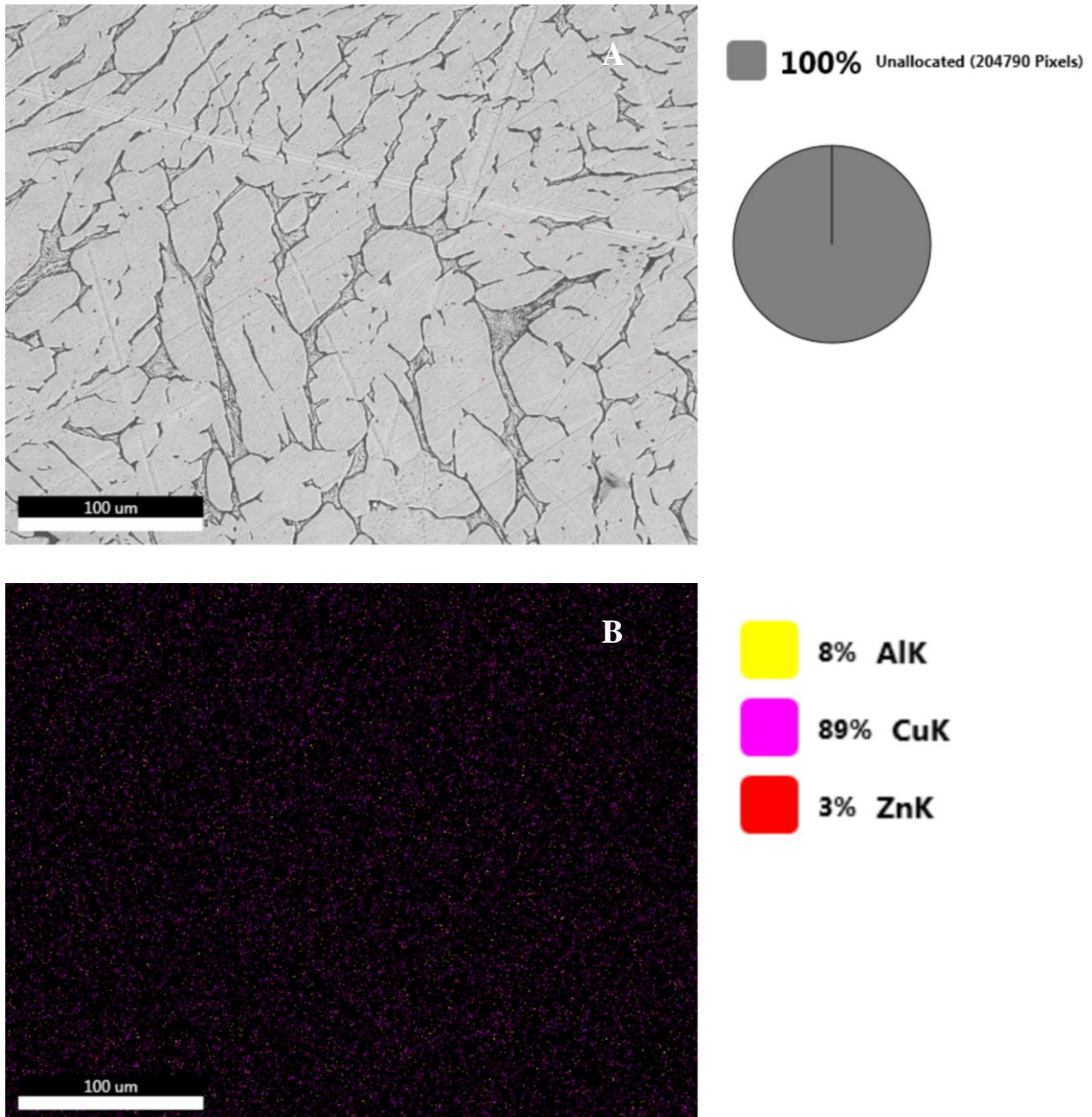


Figure III-37 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-4 montrant la zone étudiée.
B : Cartographie de la zone étudiée de C-4 montrant la nature, le taux et la répartition des éléments présents.

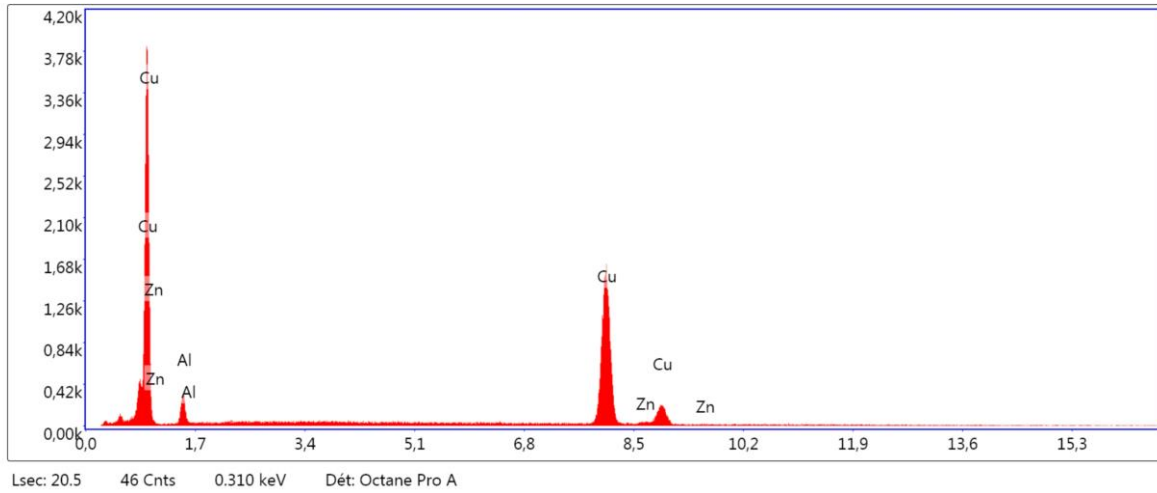


Figure III-38 : spectre résultant de l’analyse EDX C-4.

Tableau III-8 : Résultat quantitatif de l’analyse EDX C-4.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| AlK | 15.30 | 29.86 | 108.80 | 12.46 | 0.0247 | 1.1353 | 0.1420 | 1.0020 |
| CuK | 83.27 | 68.99 | 1195.50 | 1.92 | 0.8128 | 0.9725 | 1.0004 | 1.0032 |
| ZnK | 1.43 | 1.15 | 17.70 | 30.54 | 0.0138 | 0.9733 | 0.9836 | 1.0058 |

Le spectre résultant de la cartographie (Figure III-38 et Tableau III-8) confirme que les autres éléments, mis à part l’Al le Cu et le Zn, peuvent être négligés car leur concentration est aussi faible qu’il devient difficile de déterminer leur nature avec certitude. Il est pourtant possible, à partir de la différence de contraste, de s’assurer qu’ils soient des éléments dus à l’emprisonnement des gaz et, par conséquent, sont l’oxygène et le carbone. Toutefois, l’usage de techniques plus précises sera plus convenable pour trancher sur leur nature.

Une autre analyse EDX, de cet échantillon C-4, confirme que les deux phases qui se forment sont, en effet, le fruit d’une combinaison entre les trois éléments d’alliage. Comme montrent la figure et le tableau ci-dessous (Figure III-39 et Tableau III-9) les éléments détectés sont seulement l’Al, le Cu et le Zn.

Suite à ce qui précède, on peut conclure que la microstructure de l’échantillon C-3 est constituée de deux phases distinctes. Toutes les deux phases ont pour origine la combinaison des trois éléments d’alliages, néanmoins, la concentration en éléments d’alliage dans ces deux dernières est différente ce qui leur confère un contraste différent lors de l’observation par le MEB.

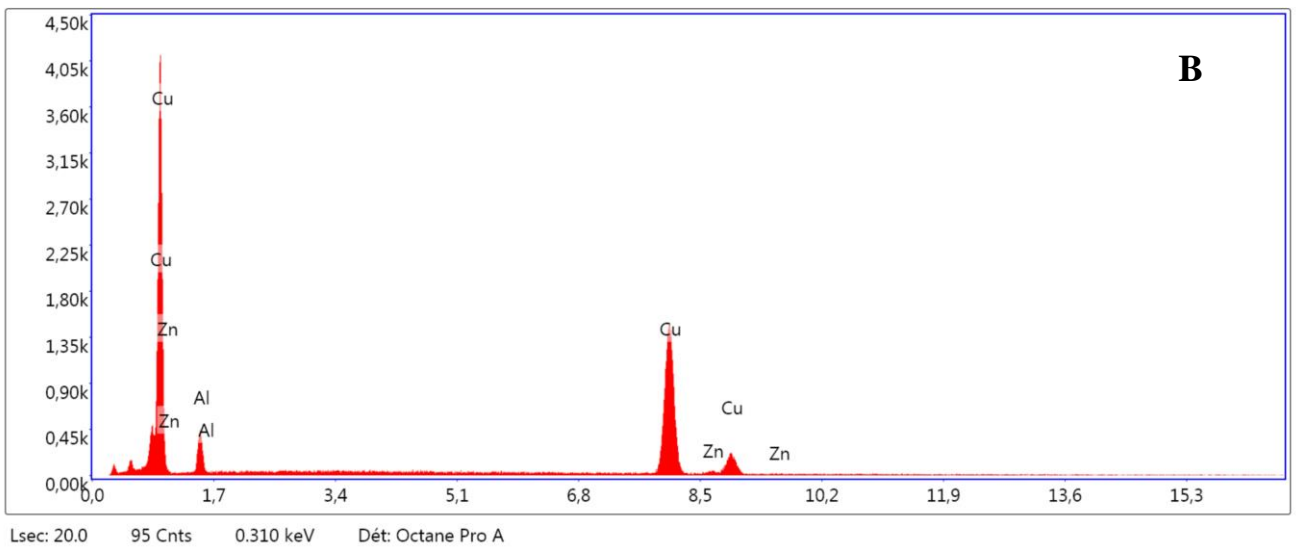
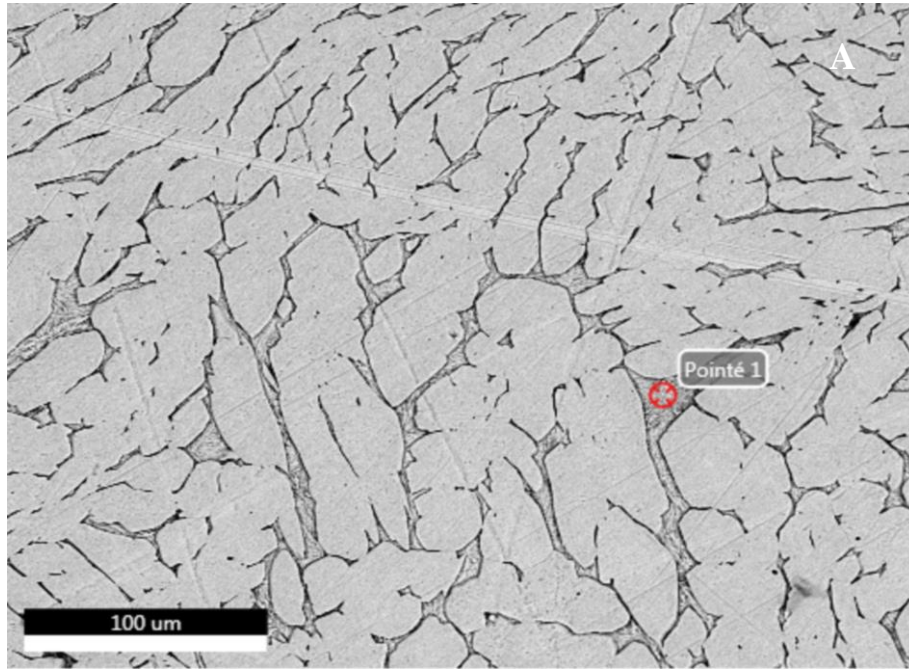


Figure III-39 : A : Observation par MEB de l'échantillon C-4.

B : spectre résultant de l'analyse EDX du point pointé.

Tableau III-9 : Résultat quantitatif de l'analyse EDX C-4.

| Elément | % de masse | % atomique | Intensité totale | Erreur % | Kratio | Z | A | F |
|---------|------------|------------|------------------|----------|--------|--------|--------|--------|
| AlK | 20.52 | 37.83 | 159.51 | 11.51 | 0.0350 | 1.1259 | 0.1511 | 1.0019 |
| CuK | 78.21 | 61.21 | 1153.56 | 1.95 | 0.7571 | 0.9634 | 1.0006 | 1.0041 |
| ZnK | 1.26 | 0.96 | 16.10 | 34.21 | 0.0121 | 0.9641 | 0.9849 | 1.0070 |

III.3 Diffraction des rayons-X

La diffraction des rayons-X est l'une des caractérisations, microstructurales, les plus importantes. Son usage joue un rôle crucial par l'apport d'un nombre d'informations et de résultats, tirés à partir des diffractogrammes récoltés, très fiables.

Dans notre cas d'étude, l'emploi de cette technique a pour but de confirmer la présence, ou la formation, de certaines phases. Cependant, l'affinement des spectres récoltés ne figure, en aucun cas, dans notre champ d'intérêt. Nous utiliserons cette caractérisation, donc, seulement pour identifier les phases formées à travers la présence de leur pics de diffraction.

III.3.1 Echantillon numéro^o1

Le diffractogramme récolté du premier matériau (Figure III-40), échantillon A-1, montre, d'un côté, que la microstructure de ce dernier est polyphasée et confirme, d'un autre côté, un tas de propos tenus dans les discussions précédentes.

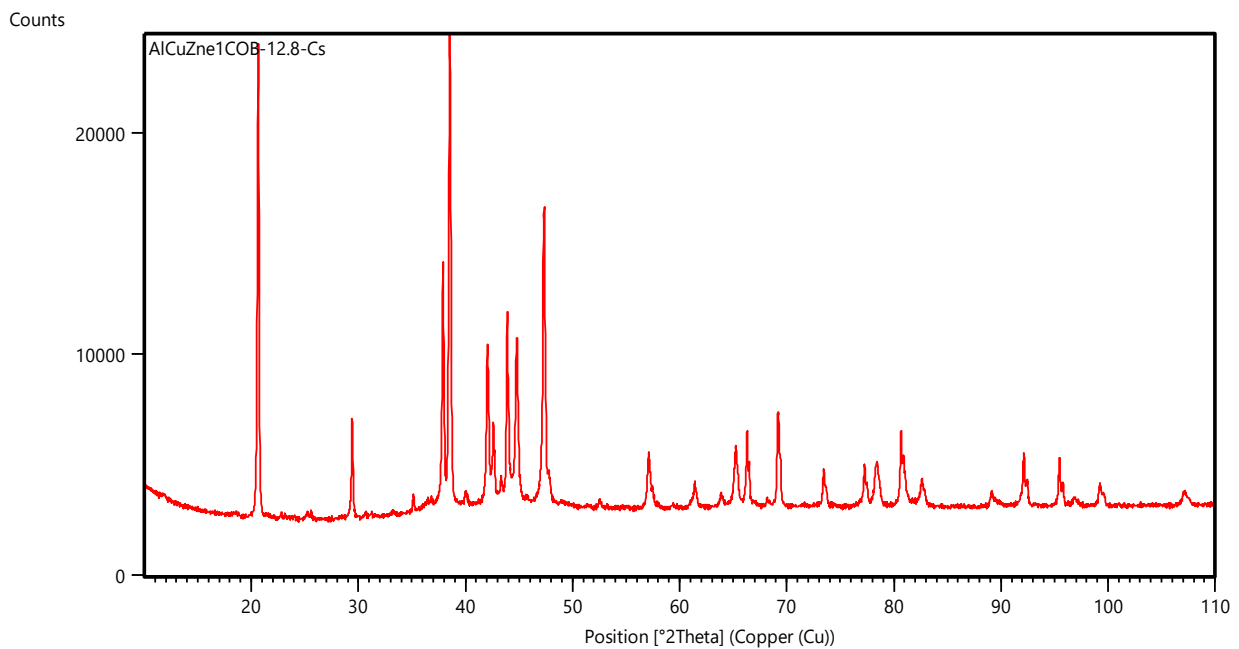


Figure III-40 : Spectre de diffraction échantillon A-1.

L'identification des phases, présentes dans le matériau, se fait par le biais de la comparaison des positions des pics, 2θ sur le diffractogramme, et les données cristallographiques des différentes phases. Le tableau III-10 et III-11 regroupent les pics de diffraction, les phases identifiées, les distances inter-réticulaires mesurées et le code d'identification de chaque phase.

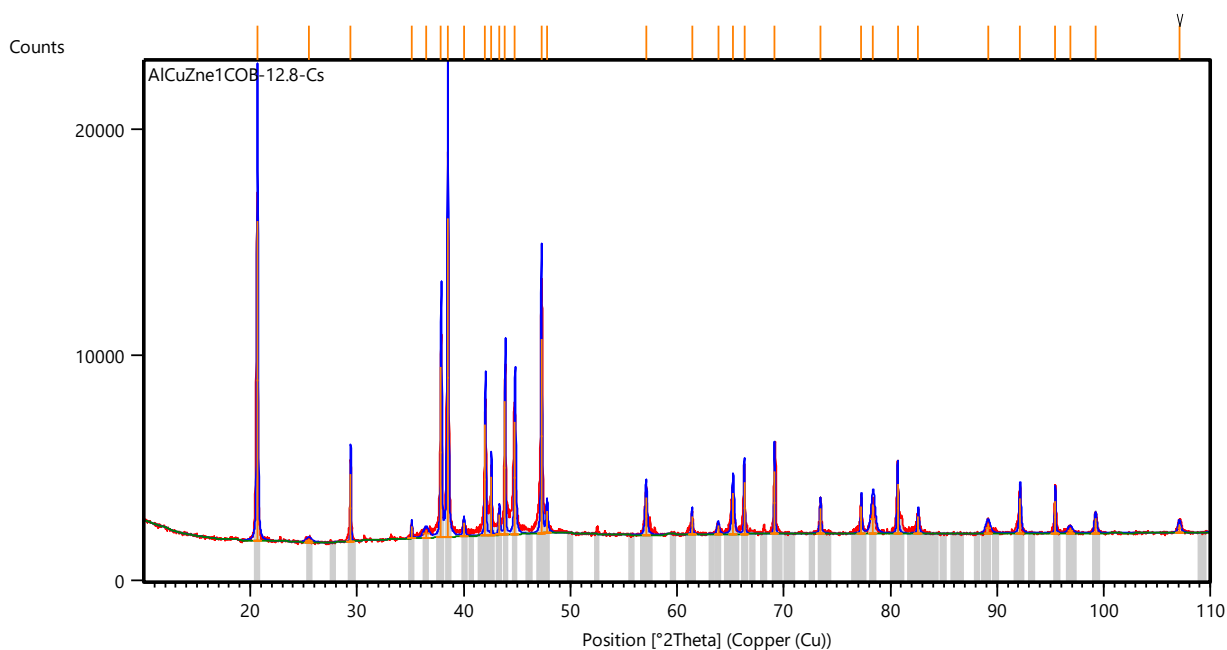


Figure III-41 : Pics identifiés sur le spectre de diffraction A-1.

Tableau III-10 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence.

| Code de référence | Nom | Formule chimique |
|-------------------|----------------------|--------------------------------|
| 98-005-3775 | Aluminium | Al |
| 00-025-0012 | Aluminium cuivre | Cu Al ₂ |
| 98-003-0024 | Alumine | Al ₂ O ₃ |
| 98-010-9025 | Silicium | Si |
| 00-025-1495 | Nitride d'aluminium | Al N |
| 98-017-2174 | Oxyde de cuivre | Cu ₂ O |
| 01-071-2422 | Hydruire d'aluminium | Al H ₃ |

Tableau III-11 : Liste des pics et les phases correspondantes.

| Position [$^{\circ}$ 2Th.] | Distance [Å] Inter-réticulaire | Intensité relative [%] | Code de la phase identifiée |
|-----------------------------|-----------------------------------|---------------------------|--|
| 20,6514 | 4,29750 | 100,00 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 25,4602 | 3,49566 | 1,08 | 98-003-0024 Al₂ O₃ |
| 29,3957 | 3,03600 | 21,05 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-017-2174 Cu₂ O |
| 35,0984 | 2,55468 | 3,87 | 98-003-0024 Al₂ O₃ |
| 36,4429 | 2,46346 | 2,37 | 98-017-2174 Cu₂ O |
| 37,8764 | 2,37345 | 53,12 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-003-0024 Al₂ O₃ 00-025-1495 Al N |
| 38,4834 | 2,33740 | 99,65 | 98-005-3775 Al 98-010-9025 Si 01-071-2422 Al H₃ |
| 39,9989 | 2,25226 | 4,11 | 98-010-9025 Si |
| 42,0035 | 2,14929 | 34,52 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 42,5761 | 2,12170 | 18,27 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 43,3080 | 2,08753 | 6,37 | 98-003-0024 Al₂ O₃ |
| 43,8594 | 2,06255 | 41,72 | 00-025-1495 Al N |
| 44,7926 | 2,02173 | 35,13 | 98-005-3775 Al |
| 47,2914 | 1,92056 | 60,61 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 47,8220 | 1,90048 | 6,84 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 57,1081 | 1,61155 | 11,74 | 00-025-0012 Cu Al₂ 01-071-2422 Al H₃ |

| | | | |
|----------|---------|-------|---|
| 61,4139 | 1,50848 | 5,63 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-003-0024 Al₂ O₃ 98-017-2174 Cu₂ O |
| 63,8535 | 1,45660 | 2,63 | 00-025-1495 Al N |
| 65,2607 | 1,42855 | 12,89 | 98-005-3775 Al |
| 66,3129 | 1,40841 | 16,09 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-003-0024 Al₂ O₃ 01-071-2422 Al H₃ |
| 69,1447 | 1,35748 | 19,42 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 73,4514 | 1,28816 | 7,75 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-017-2174 Cu₂ O |
| 77,2862 | 1,23353 | 8,43 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-003-0024 Al₂ O₃ 98-017-2174 Cu₂ O 01-071-2422 Al H₃ |
| 78,3813 | 1,21902 | 9,18 | 98-005-3775 Al 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 80,6960 | 1,18978 | 15,40 | 00-025-0012 Cu Al₂ 98-003-0024 Al₂ O₃ 00-025-1495 Al N |
| 82,6150 | 1,16694 | 5,48 | 98-005-3775 Al 98-010-9025 Si 01-071-2422 Al H₃ |
| 89,1448 | 1,09759 | 2,97 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 92,1670 | 1,06934 | 10,80 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 95,4603 | 1,04097 | 10,00 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 96,8474 | 1,02971 | 1,57 | 00-025-0012 Cu Al₂ 00-025-1495 Al N |
| 99,2340 | 1,01125 | 4,64 | 00-025-0012 Cu Al₂ |
| 107,0984 | 0,95765 | 2,67 | 98-010-9025 Si |

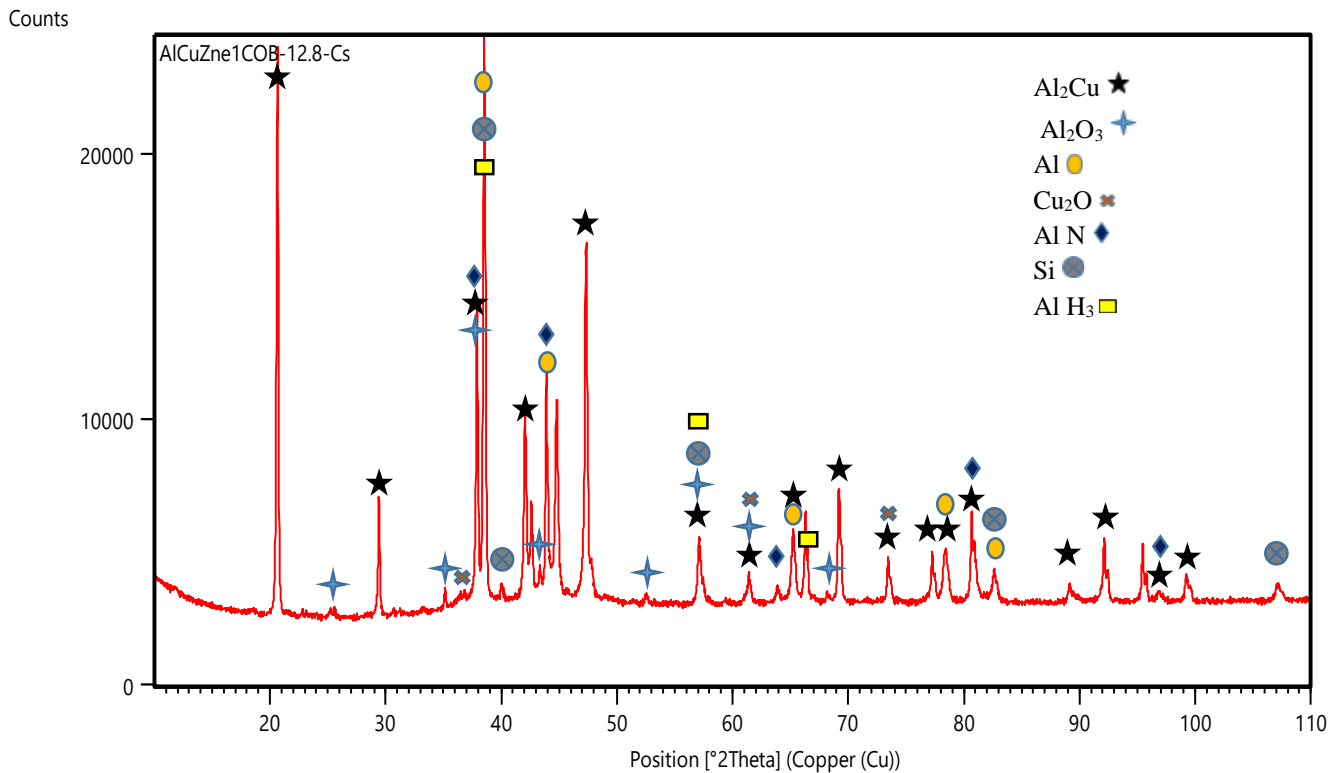


Figure III-42 : Spectre de diffraction indexé A-1.

La comparaison des pics et l'indexation du spectre a mis en évidence l'existence de sept phases distinctes pour l'échantillon A-1. Ces phases sont : Al₂Cu, Al₂O₃, Al, Cu₂O, Al-N, Si et Al-H₃. Ces résultats sont en parfait accord avec ce qui est observé et discuté, à la microscopie électronique à balayage. On peut par cela conclure que :

La phase, majoritaire, constituante de l'alliage est le composé intermétallique Al₂Cu. Ce résultat est cohérent avec ce qu'on a observé sur les images MEB par le biais du contraste et l'analyse EDX. Reste à dire que le Zn détecté soit rentré en substitution, avec le Cu, dans cette phase.

Les ports emprisonnant de l'air ont conduit à la formation des oxydes Al₂O₃, Cu₂O, le nitrure Al-N et l'hydruure Al-H₃. Chose qui a été prédite, en analysant la microstructure du matériau via les images MEB, mais non confirmée à cause de l'impossibilité de détecter de tels éléments légers, parlant d'hydrogène.

Les interactions entre les éléments présents (ceux d'alliage et les gaz d'air emprisonnés) sous l'effet du champ magnétique appliqué, et les champs induits, ont conduit à la transmutation du Si à partir de l'Al. Cela est confirmé, avec certitude, par l'apparition du Al-H₃ et les pics de diffractions clairs et net du silicium Si.

On admet que notre équipe de recherche est, mondialement, la première à pouvoir atteindre de tels résultats. La mise en évidence d'une possible transmutation $\text{Al} \rightarrow \text{Si}$ pour des basses températures, pressions et surtout énergies est un exploit immesurable qui ouvre tout un champ de recherche moderne. La réélaboration de cette nuance, échantillon A-1, avec des conditions aussi similaires que possible devient, par conséquent, obligatoire pour prouver, d'une part, la reproductibilité du phénomène, et d'une autre, la maîtrise des paramètres d'élaboration menant aux tels résultats extraordinaires.

Les spectres illustrés sur la figure III-43 représentent des diffractogrammes de deux autres échantillons A-1, de même composition et mêmes conditions d'élaboration. Bien que les textures de ces trois matériaux soient différentes, on remarque clairement la reproductibilité des mêmes pics de diffraction, avec des intensités différentes. Cela est dû au changement de la direction favorable du front de solidification, néanmoins, ce qui nous intéresse ici, et la raison pour laquelle nous avons jugé indispensable de témoigner les deux spectres illustrés sur la figure III-43, est de démontrer, et confirmer avec certitude, la reproductibilité des mêmes pics certifiant ainsi la formation des mêmes phases et confirmant la transmutation évoquée.

Les deux spectres de diffraction, des deux autres pièces élaborées, sont ceux présentés en haut dans la figure III-43. Le spectre sur la figure III-42, celui représenté en bas sur la figure III-43, est le diffractogramme qu'on a choisi d'indexer en raison de la clarté des pics. Les autres spectres ne seront pas indexés afin d'éviter la saturation de la figure.

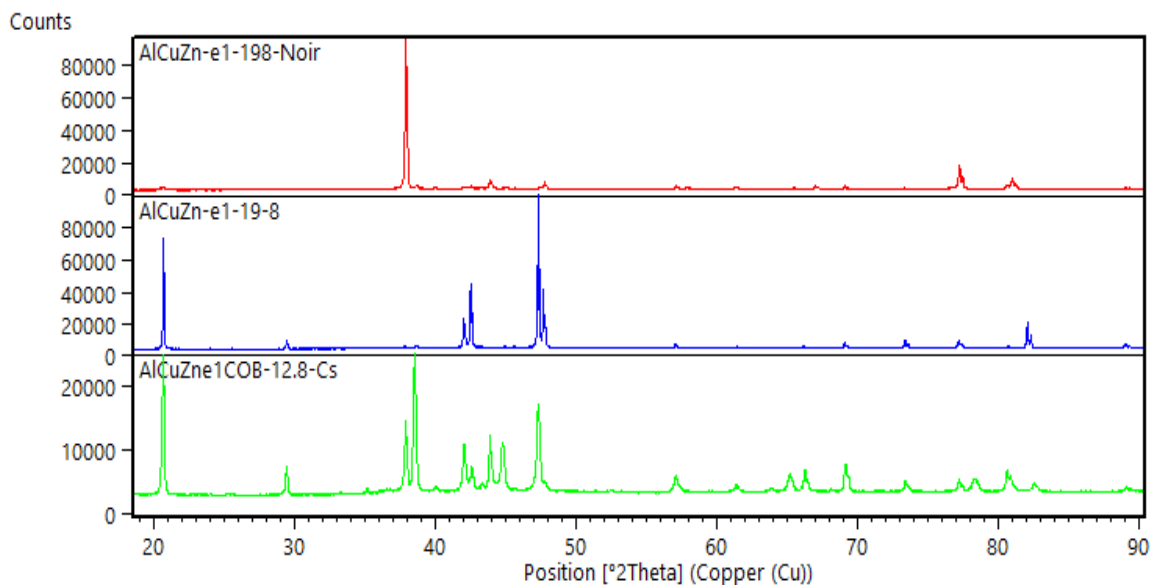


Figure III-43 : Spectre de diffraction pour deux autres nuances similaires qu'A-1.

III.3.2 Echantillon numéro^o2

La diffraction des rayons-X (Figure II-44) a mis en évidence, pour l'échantillon A-2, la formation de de cinq phases. Ces dernières sont regroupées dans le tableau III-12.

Sur les cinq phases présentes, trois figurent intuitives. Ces trois phases sont AlCu, Al₂Cu et Al_{35.472}Cu_{47.792} (qu'on désignera par Al_xCu_y). La formation de ces composés semble raisonnable et, plus ou moins, prévisible pour une nuance similaire élaborée hors d'équilibre.

Cependant, l'apparition des deux autres phases est distinctement contre intuitive comparant à ce qu'on a l'habitude de trouver en littérature. Les phases énigmatiques dont on parle sont le silicium Si et son nitrure Si₃N₄. La figure III-45 montre le spectre indexé d'A-2.

Tableau III-12 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence.

| Code de référence | Nom | Formule chimique |
|-------------------|---------------------|---|
| 98-024-0196 | Aluminium Cuivre | Al _{35.472} Cu _{47.792} |
| 01-074-0554 | Nitrure de Silicium | Si ₃ N ₄ |
| 03-065-1228 | Aluminium Cuivre | Al Cu |
| 03-065-2695 | Aluminium Cuivre | Al ₂ Cu |
| 96-450-7227 | Silicium | Si |

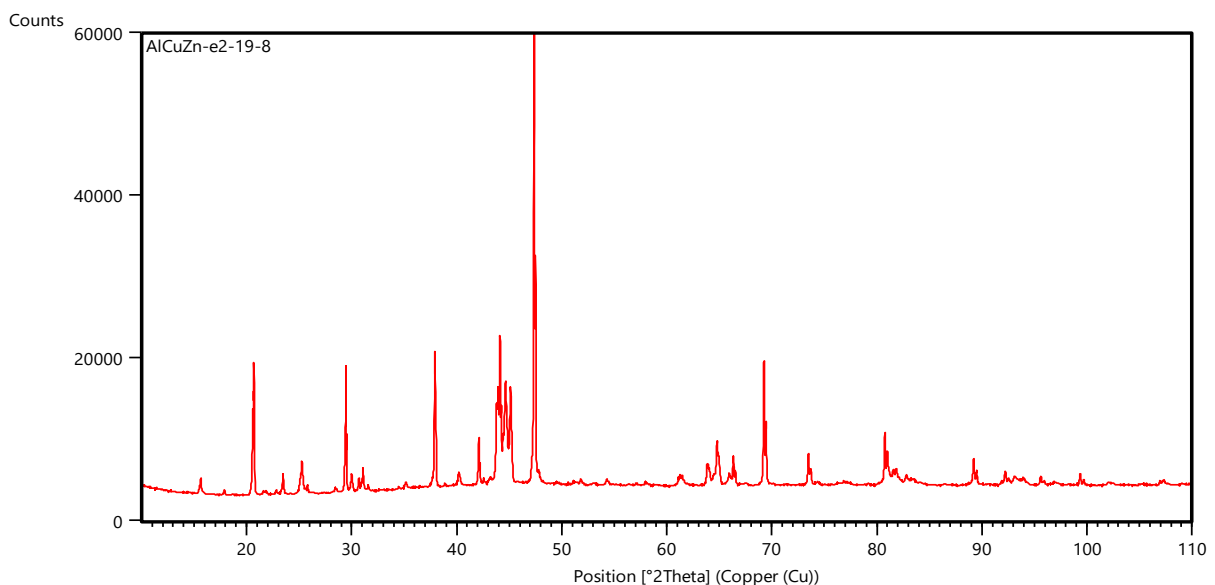


Figure III-44 : Spectre de diffraction pour A-2.

Tableau III-13 : Liste des pics et les phases correspondantes.

| Position. [$^{\circ}$ 2Th.] | Distance inter-réticulaire [\AA] | Intensité relative. [%] | Code de la phase identifiée |
|------------------------------|---|-------------------------|--|
| 15,608(3) | 5,67295 | 2,12 | 03-065-1228 Al Cu |
| 17,876(3) | 4,95788 | 0,97 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |
| 20,6362(5) | 4,30064 | 16,42 | 01-074-0554 Si3 N4 03-065-2695 Al2 Cu |
| 21,70(3) | 4,09211 | 0,41 | 98-024-0196 Al_xCu_y |
| 22,817(5) | 3,89431 | 0,71 | 01-074-0554 Si3 N4 |
| 23,456(1) | 3,78961 | 3,34 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |
| 25,245(1) | 3,52498 | 4,93 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |
| 25,781(4) | 3,45292 | 1,21 | 03-065-1228 Al Cu |
| 28,454(8) | 3,13432 | 0,58 | 98-024-0196 Al_xCu_y 96-450-7227 Si |
| 29,4435(3) | 3,03118 | 19,51 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-2695 Al2 Cu |
| 29,989(2) | 2,97724 | 2,91 | 03-065-1228 Al Cu |
| 30,678(2) | 2,91193 | 2,40 | 98-024-0196 Al_xCu_y |
| 31,072(1) | 2,87590 | 3,93 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si3 N4 03-065-1228 Al Cu |
| 31,576(3) | 2,83116 | 1,09 | 03-065-1228 Al Cu |
| 35,142(7) | 2,55159 | 0,94 | 01-074-0554 Si3 N4 03-065-1228 Al Cu |
| 37,9252(3) | 2,37051 | 28,77 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-2695 Al2 Cu |
| 40,191(3) | 2,24194 | 2,31 | 01-074-0554 Si3 N4 03-065-1228 Al Cu |
| 42,1092(6) | 2,14414 | 8,80 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-2695 Al2 Cu |
| 43,2(2) | 2,09068 | 0,80 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si3 N4 |
| 43,796(1) | 2,06538 | 13,83 | 03-065-1228 Al Cu |
| 43,949(1) | 2,05855 | 11,38 | 03-065-1228 Al Cu |
| 44,1349(4) | 2,05032 | 26,95 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |

| | | | |
|--------------------|---------|--------|--|
| 44,632(2) | 2,02861 | 16,14 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |
| 45,1210(5) | 2,00777 | 17,52 | 03-065-1228 Al Cu |
| 47,3768(1) | 1,91730 | 100,00 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-2695 Al₂ Cu 96-450-7227 Si |
| 51,5(3) | 1,77406 | 0,45 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu |
| 54,270(3) | 1,68893 | 1,24 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |
| 59(13887345874004) | 1,55319 | 0,00 | 01-074-0554 Si₃ N₄ |
| 61,300(6) | 1,51101 | 1,39 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al₂ Cu |
| 63,885(1) | 1,45596 | 4,46 | 98-024-0196 Al_xCu_y |
| 64,796(1) | 1,43767 | 8,83 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu |
| 65,936(3) | 1,41555 | 1,91 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu |
| 66,3438(8) | 1,40783 | 5,96 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-2695 Al₂ Cu |
| 69,2558(3) | 1,35558 | 27,33 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al₂ Cu 96-450-7227 Si |
| 73,4955(8) | 1,28749 | 6,76 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al₂ Cu |
| 80,7705(6) | 1,18887 | 10,86 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al₂ Cu |
| 81,52(4) | 1,17983 | 1,97 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al₂ Cu |
| 81,892(8) | 1,17541 | 0,72 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si₃ N₄ 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al₂ Cu |

| | | | |
|------------|---------|------|---|
| 82,802(4) | 1,16478 | 1,69 | 98-024-0196 Al_xCu_y 03-065-1228 Al Cu |
| 83,42(1) | 1,15768 | 0,95 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si_3N_4 03-065-1228 Al Cu |
| 89,2189(9) | 1,09687 | 6,02 | 98-024-0196 Al_xCu_y 01-074-0554 Si_3N_4 03-065-2695 Al_2Cu |
| 92,226(3) | 1,06880 | 2,65 | 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al_2Cu |
| 93,109(6) | 1,06097 | 1,58 | 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al_2Cu |
| 93,85(1) | 1,05451 | 1,23 | 03-065-1228 Al Cu |
| 95,612(2) | 1,03972 | 2,08 | 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al_2Cu |
| 96,9(3) | 1,02891 | 0,36 | 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al_2Cu |
| 99,358(2) | 1,01032 | 2,44 | 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al_2Cu |
| 102,15(6) | 0,99014 | 0,45 | 03-065-1228 Al Cu |
| 107,20(4) | 0,95704 | 0,60 | 03-065-1228 Al Cu 03-065-2695 Al_2Cu |

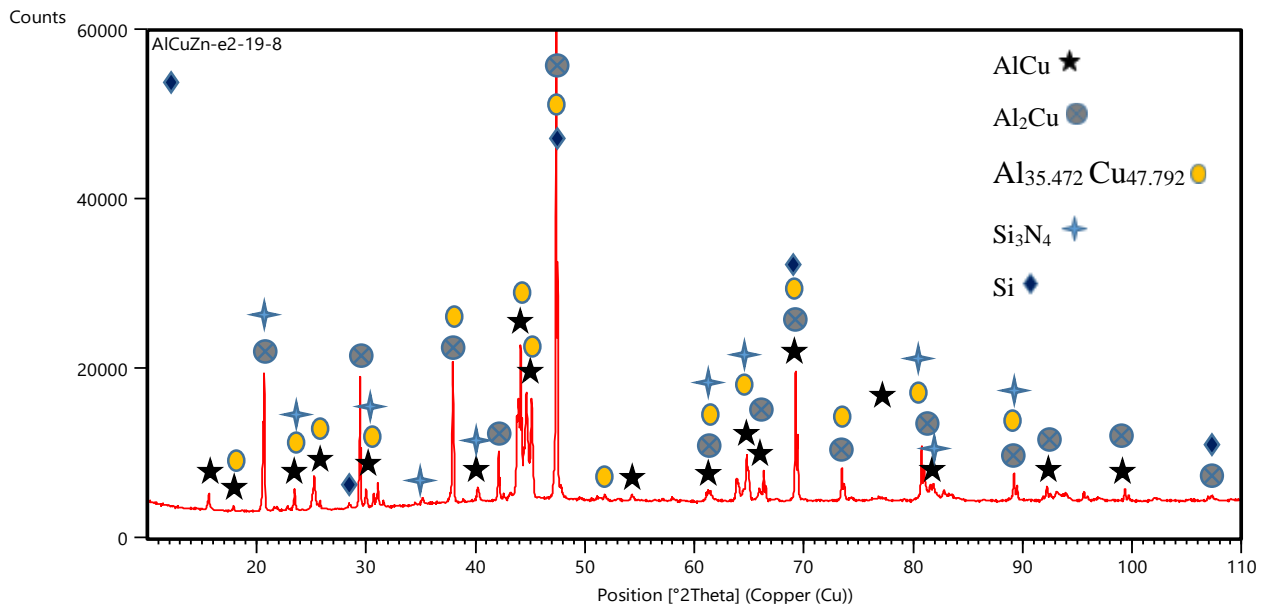


Figure III-45 : Spectre de diffraction indexé A-2.

Ces résultats, qui semblent étranges, viennent confirmer ce qui a déjà été observé dans le cas du matériau A-1. L'incapacité de détecter le Si par le MEB revient au fait que la quantité d'Al transmutée dans ce cas soit faible et par conséquent le Si aussi. L'effet causé par l'H dans ce cas est peu appréciable, par rapport à A-1, minimisant ainsi la fraction de Si produite.

III.3.3 Echantillon numéro°3

La diffraction des rayons-X, pour l'échantillon C-3 (Figure III-46), a mis en évidence l'existence de trois phases qui constituent l'alliage. Ces phases sont : Al_4Cu_9 , AlCu_3 et Cu_5Zn_8 .

Ces phases sont regroupées dans le tableau III-14 et III-15 et indexées sur la figure III-47.

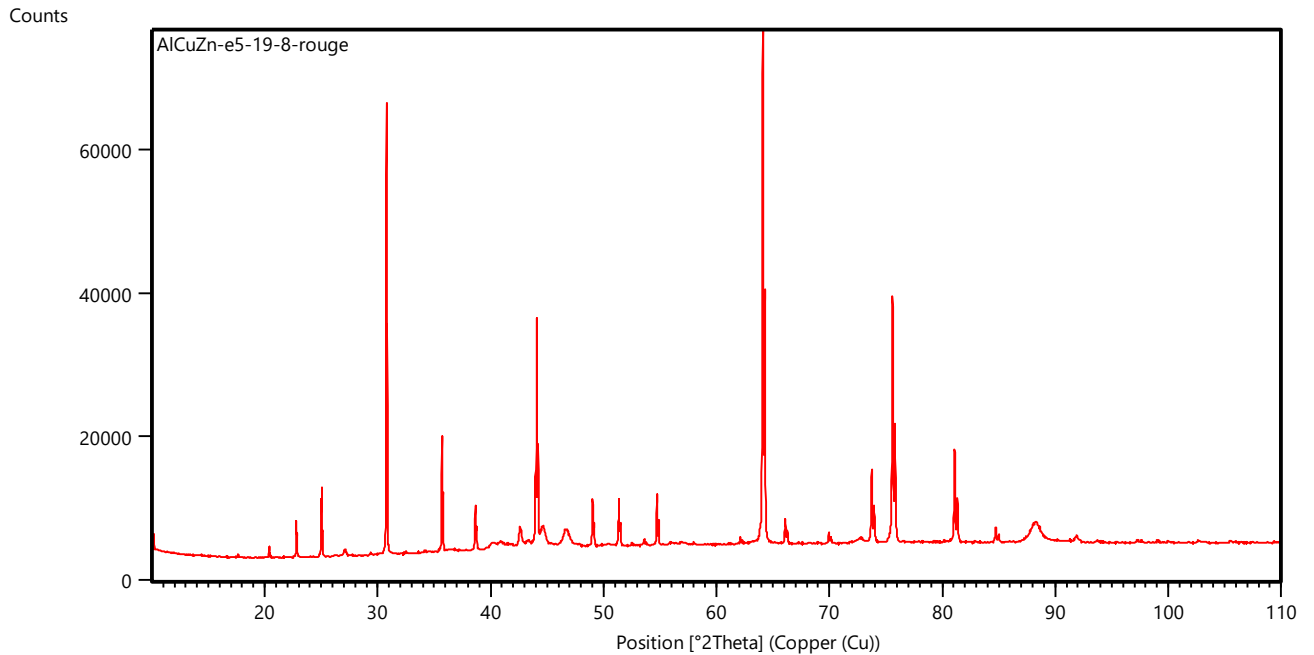


Figure III-46 : Spectre de diffraction échantillon C-3.

Tableau III-14 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence.

| Code de référence | Nom | Formule chimique |
|-------------------|------------------|---------------------------|
| 00-028-0005 | Aluminium Cuivre | Al Cu_3 |
| 03-065-1855 | Aluminium Cuivre | $\text{Al}_4 \text{Cu}_9$ |
| 03-065-3157 | Cuivre Zinc | $\text{Cu}_5 \text{Zn}_8$ |

Tableau III-15 : Liste des pics et les phases correspondantes.

| Position. [$^{\circ}$ 2Th.] | Distance [\AA] Inter-réticulaire | Intensité relative [%] | Code de la phase identifiée |
|------------------------------|--|---------------------------|--|
| 10,1804(6) | 8,68198 | 3,33 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 20,3947(5) | 4,35100 | 3,19 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 22,7981(8) | 3,89746 | 6,15 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 25,0183(4) | 3,55639 | 9,51 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 27,083(4) | 3,28973 | 0,94 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 30,77648(6) | 2,90286 | 88,69 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 35,6889(2) | 2,51376 | 22,82 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 38,6544(4) | 2,32745 | 7,99 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 40,084(8) | 2,24770 | 0,50 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 40,95(3) | 2,20234 | 0,89 | 03-065-3157 Cu₅ Zn₈ |
| 42,592(2) | 2,12094 | 3,02 | 00-028-0005 Al Cu₃ 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 43,27(1) | 2,08910 | 0,99 | 03-065-3157 Cu₅ Zn₈ |
| 43,9732(4) | 2,05748 | 11,92 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 44,0871(1) | 2,05243 | 37,26 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 44,601(4) | 2,02994 | 2,88 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 46,663(4) | 1,94495 | 2,40 | 00-028-0005 Al Cu₃ 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 49,0280(4) | 1,85652 | 8,82 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 51,3614(4) | 1,77752 | 8,29 | 00-028-0005 Al Cu₃ 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 53,603(3) | 1,70837 | 1,02 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |
| 54,7286(4) | 1,67585 | 9,54 | 03-065-1855 Al₄ Cu₉ |

| | | | |
|-------------|---------|--------|--|
| 62,118(2) | 1,49306 | 1,46 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 64,09872(8) | 1,45161 | 100,00 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 66,0955(7) | 1,41252 | 4,90 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 69,955(1) | 1,34374 | 2,27 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 72,66(1) | 1,30025 | 0,59 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 73,7514(3) | 1,28366 | 14,07 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 75,5947(1) | 1,25687 | 47,27 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 81,0932(3) | 1,18496 | 17,72 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 03-065-3157 Cu_5Zn_8 |
| 84,721(1) | 1,14323 | 2,88 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |
| 88,187(4) | 1,10702 | 2,76 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 03-065-3157 Cu_5Zn_8 |
| 91,825(6) | 1,07243 | 1,04 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 03-065-3157 Cu_5Zn_8 |
| 102,718(9) | 0,98620 | 0,49 | 03-065-1855 Al_4Cu_9 |

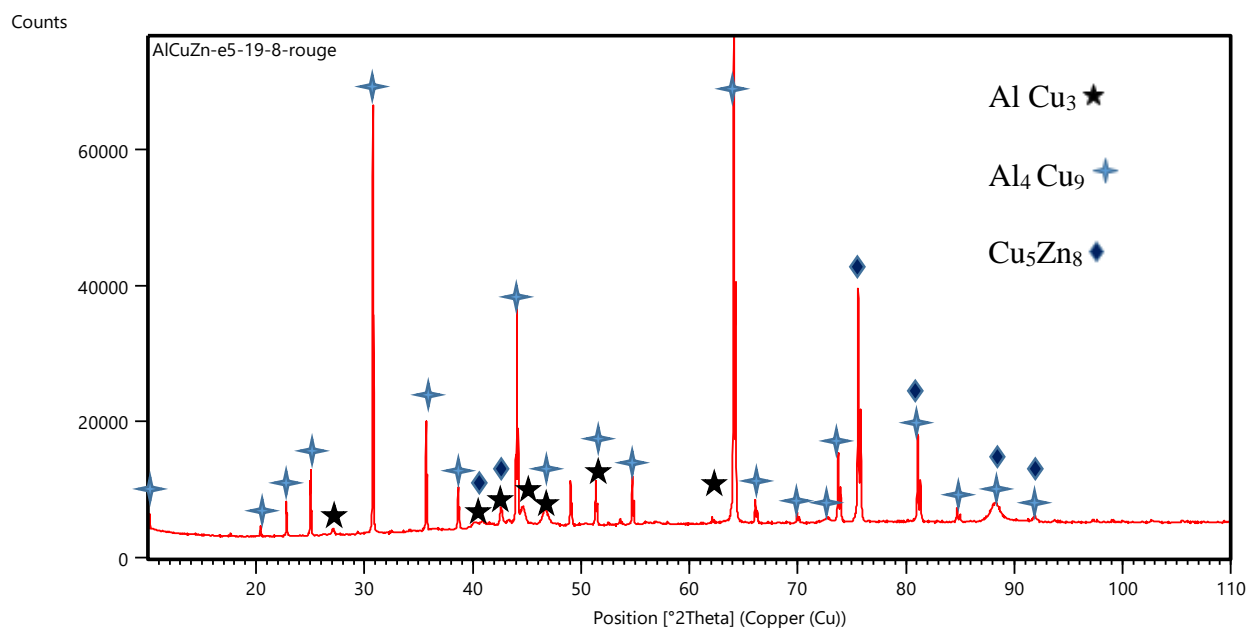


Figure III-47 : Spectre de diffraction indexé C-3.

III.3.4 Echantillon numéro^o4

La diffraction des rayons-X, Figure III-48, a confirmé que la microstructure à étudier, l'échantillon C-4, est seulement biphasée. Les deux phases qui constituent la microstructure de cet échantillon sont : AlCu_3 qui est majoritaire et représente la matrice de ce dernier, et le composé intermétallique Cu_3Zn .

Ces phases sont regroupées dans le tableau III-16 et III-17 et indexées sur la figure III-49.

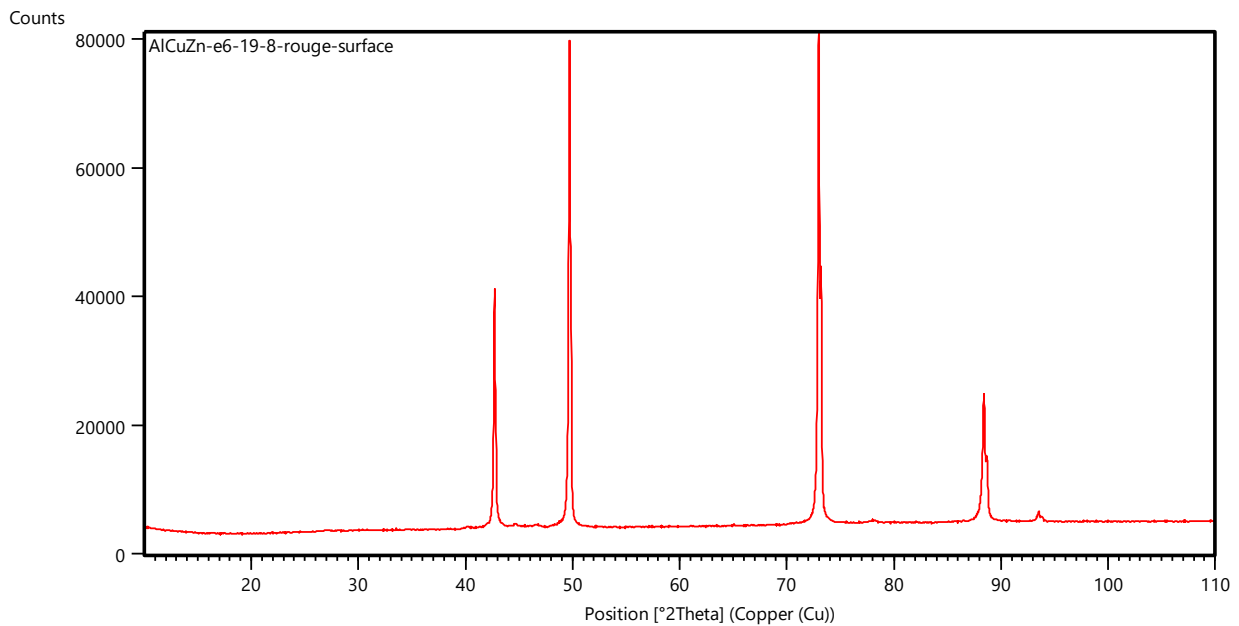


Figure III-48 : Spectre de diffraction échantillon C-4.

Tableau III-16 : Les phases identifiées, formules chimiques, et leur code de référence.

| Code de référence | Nom | Formule chimique |
|-------------------|------------------|-------------------------|
| 00-028-0005 | Aluminium Cuivre | Al Cu_3 |
| 03-065-6567 | Cuivre Zinc | $\text{Cu}_3 \text{Zn}$ |

Tableau III-17 : Liste des pics et les phases correspondantes.

| Position. [$^{\circ}$ 2Th.] | Distance inter-réticulaire [\AA] | Intensité relative. [%] | Code de la phase identifiée |
|------------------------------|---|-------------------------|--|
| 41,08(5) | 2,19547 | 0,47 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 42,6990(2) | 2,11588 | 44,83 | 00-028-0005 Al Cu₃ 03-065-6567 Cu₃ Zn |
| 44,59(1) | 2,03027 | 0,65 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 46,42(6) | 1,95458 | 0,43 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 49,6957(1) | 1,83313 | 92,40 | 03-065-6567 Cu₃ Zn |
| 72,9811(1) | 1,29529 | 100,00 | 00-028-0005 Al Cu₃ 03-065-6567 Cu₃ Zn |
| 77,97(5) | 1,22440 | 0,34 | 00-028-0005 Al Cu₃ |
| 88,3897(4) | 1,10500 | 25,24 | 00-028-0005 Al Cu₃ 03-065-6567 Cu₃ Zn |
| 93,505(3) | 1,05752 | 1,88 | 03-065-6567 Cu₃ Zn |

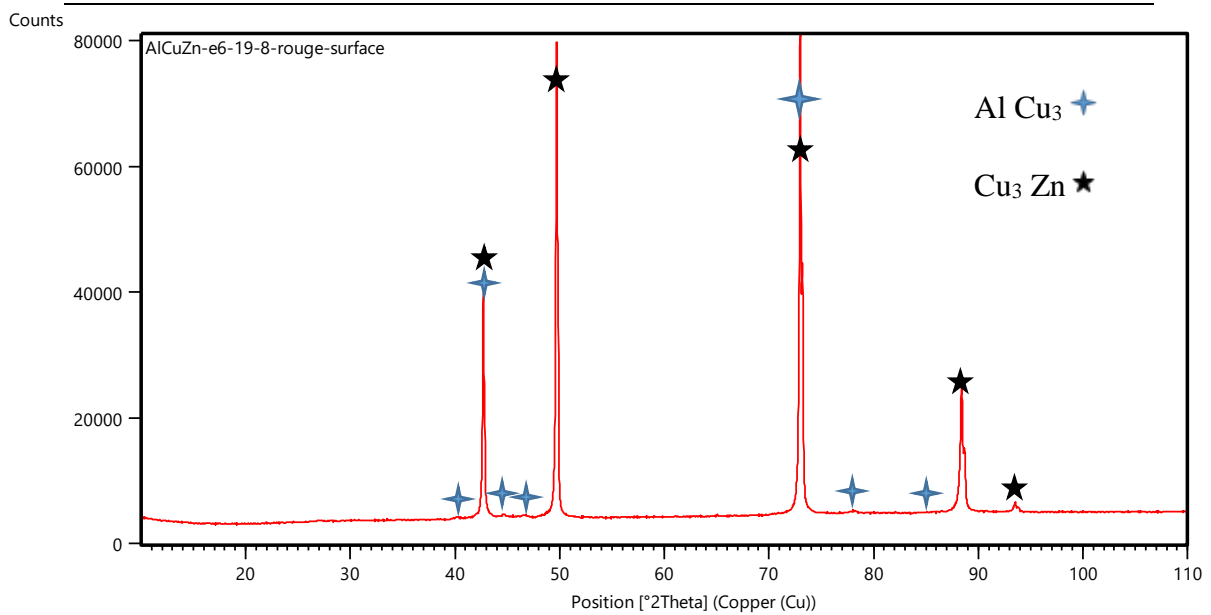


Figure III-49 : Spectre de diffraction indexé C-4.

III.4 Calorimétrie différentielle à balayage DSC

La DSC est une technique de caractérisation thermique complémentaire. Son emploi réside dans la détermination de la stabilité, et les transitions thermiques, des phases. L'usage de la DSC, dans notre cas, a pour but de renforcer les preuves sur les propos tenus concernant les phases formées et les composés existants, dans la mesure du possible, via une caractérisation thermique. Le cycle appartenant au refroidissement nous intéresse peu car le plus important pour nous est de savoir de quoi notre matériau hors d'équilibre est constitué.

III.4.1 Echantillon numéro^o1

Les deux courbes DSC présentées sur les figures III-50 et III-51 montrent les variations du flux de chaleur, en fonction de la température, de l'échantillon A-1. Les vitesses de balayage, pendant le chauffage et le refroidissement, étaient respectivement de 5°C/min et 13°C/min. Les deux courbes montrent un ensemble de pics, endothermiques et exothermiques, pendant le chauffage et le refroidissement.

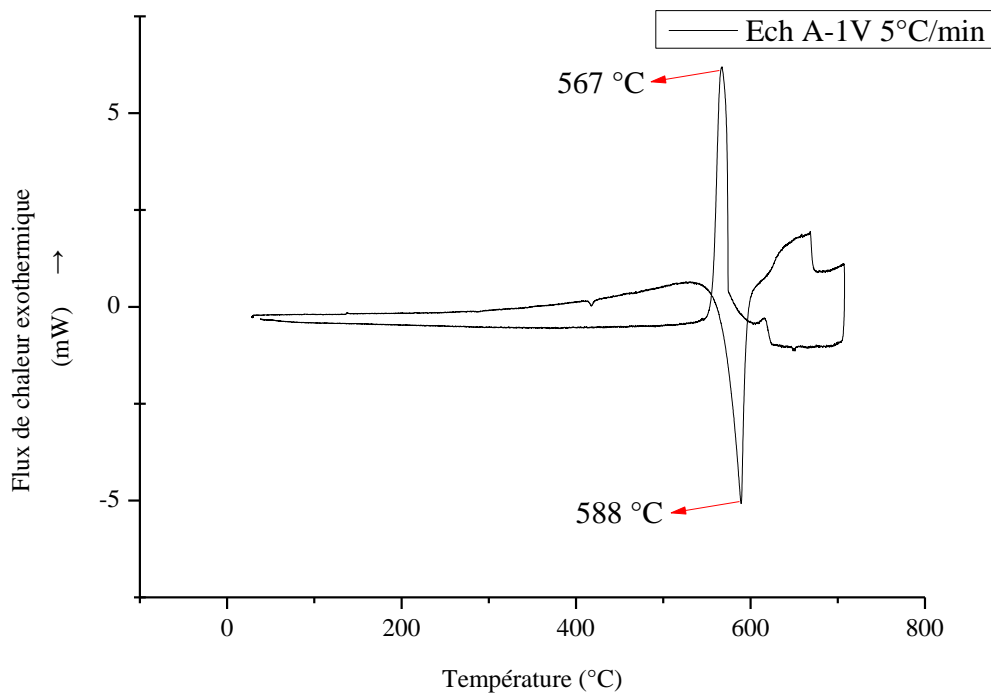


Figure III-50 : Courbe DSC pour une vitesse de 5°C/min A-1.

Les quatre pics les plus intenses dans les deux cas de figure sont attribués à la fusion, les deux pics endothermiques pendant le chauffage, et la solidification, les deux pics exothermiques pendant le refroidissement, du composé intermétallique Al_2Cu .

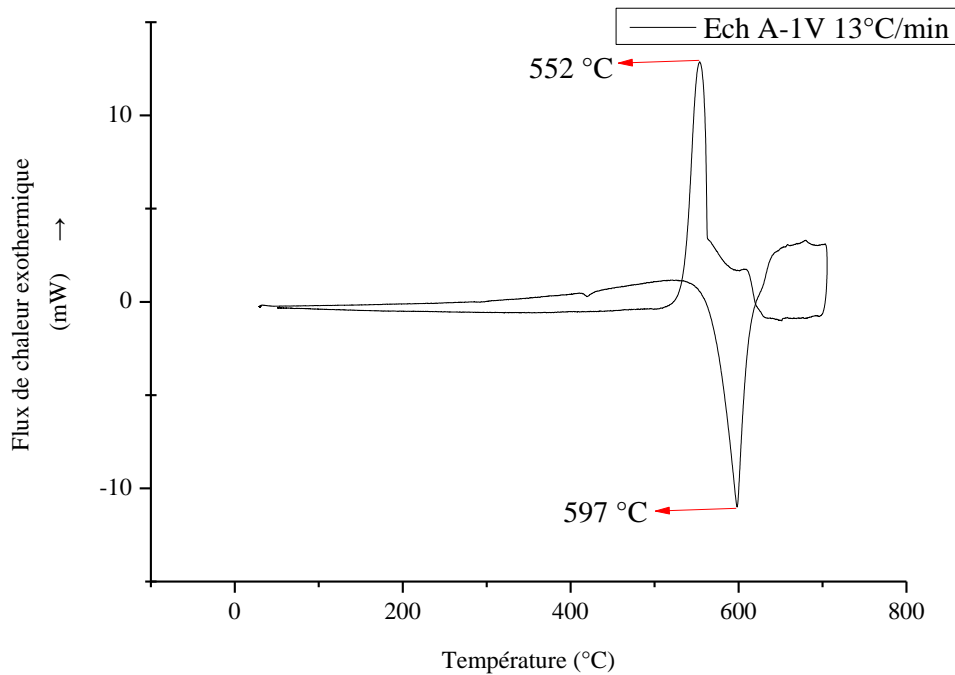


Figure III-51 : Courbe DSC pour une vitesse de 13°C/min A-1.

Les pics dont on parle sont reproductibles dans les deux cycles (chauffage et refroidissement) indiquant que la phase Al_2Cu est une phase d'équilibre pour une telle composition. Ces derniers sont observés à des températures respectivement : 588°C et 597°C pendant le chauffage, 567°C et 552°C pendant le refroidissement. Ces températures correspondent à la température de fusion, ou de solidification, du composé intermétallique Al_2Cu qui est observée, dans un cas d'équilibre, à 591 °C.

En termes de précision, les températures prises de la courbe DSC avec une vitesse de 5°C/min sont plus exactes. Cela est bien connu et est dû à l'influence de la vitesse, de balayage, sur la position et l'intensité des pics [6]. Les températures prises en considération dans notre étude sont, donc, celles récoltées sur la courbe de vitesse 5°C/min.

L'écart entre la température de fusion enregistrée, 588°C, et la température d'équilibre, 591°C, est dû à deux principales causes. La première revient à l'instrument de caractérisation et englobe l'effet de vitesse et l'erreur qu'accompagne toute mesure expérimentale. La seconde raison revient au fait de la possible dissolution d'une certaine quantité d'atomes de Zn, ou autres, dans ce composé engendrant un abaissement de la température de fusion de cette dernière. De l'autre côté, l'écart entre la température de fusion d'équilibre et celle observée pendant le refroidissement, 552°C, est principalement dû à la surfusion.

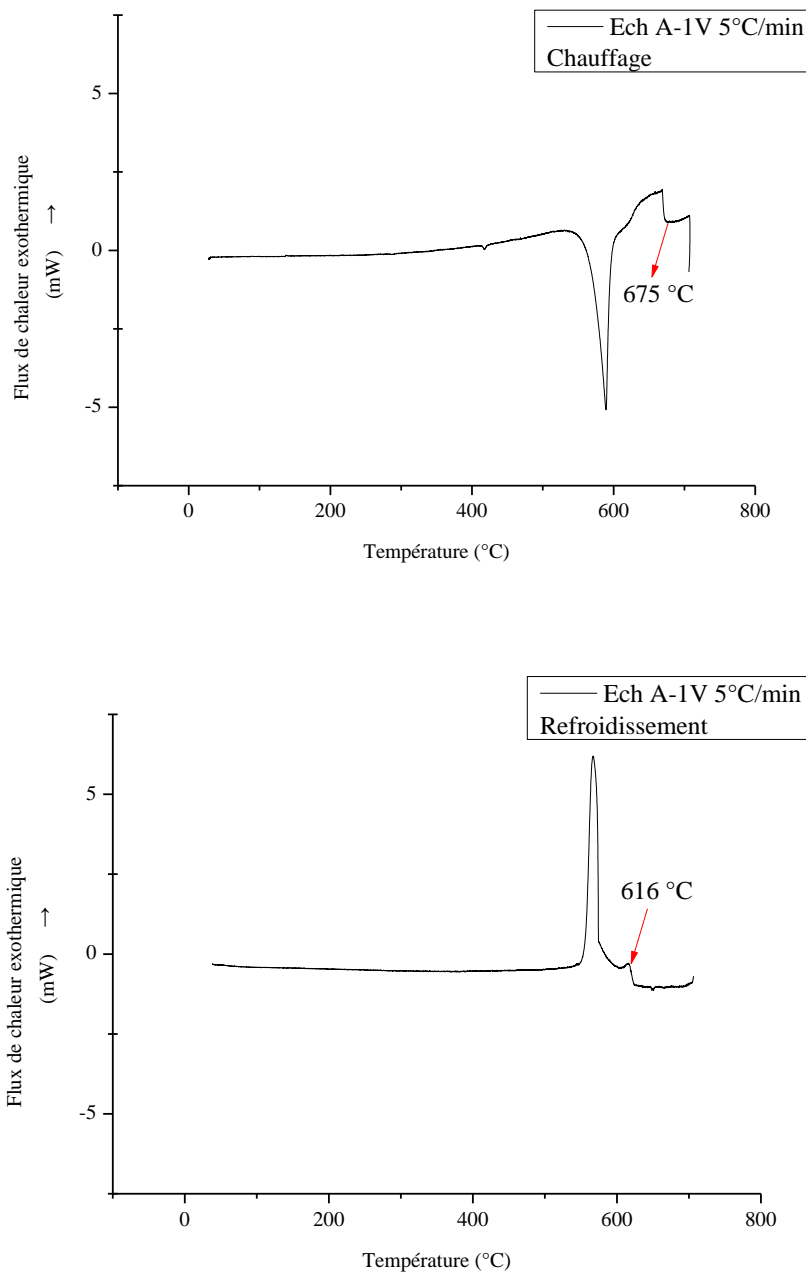


Figure III-52 : Courbe DSC pour une vitesse de 5°C/min A-1 montrant les deux cycles séparément.

Plus loin, la DSC a mis en évidence la formation de la phase α Al via l'apparition d'un pic endothermique, pendant le chauffage, à 675°C et exothermique, pendant le refroidissement, à 616°C (Figure III-52). Le décalage du pic, de fusion, vers les hautes températures est causé par l'effet de la vitesse de balayage tandis que le décalage, vers les basses températures, du pic de solidification, indique un potentiel retour vers l'état d'équilibre via la dissolution de plus d'atomes de solutés, par substitution, dans cette dernière.

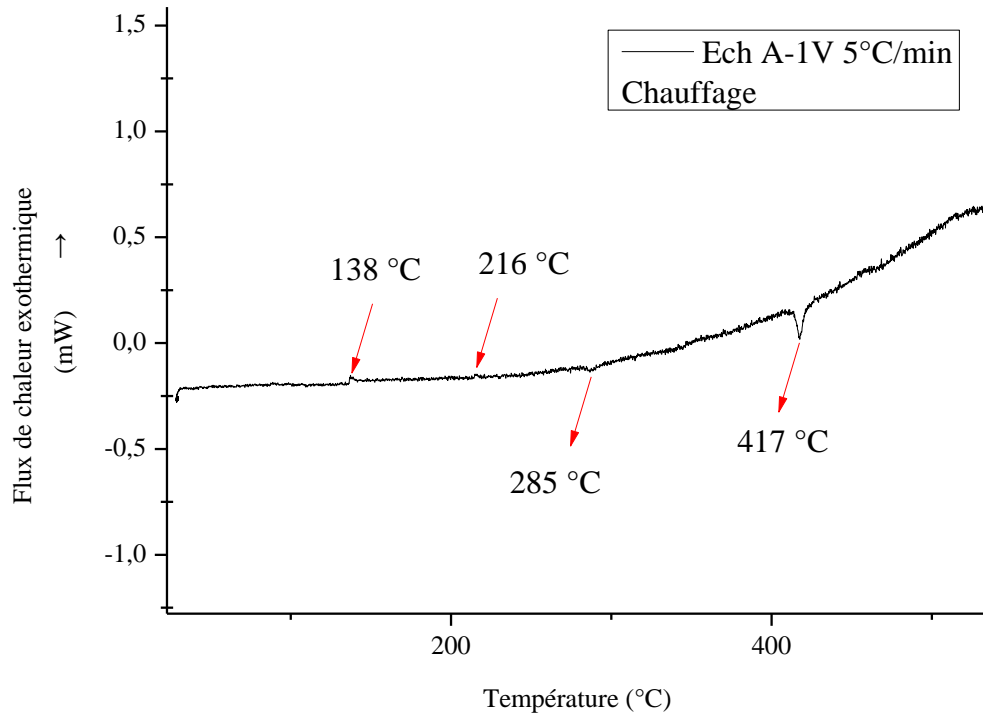


Figure III-53 : Zoom sur la courbe DSC A-1 pendant le chauffage pour une vitesse de 5°C/min.

La figure III-53 montre un zoom sur une partie, pendant le chauffage, de la courbe DSC pour A-1. On observe sur cette partie la présence d'une série de quatre pics, deux exothermiques et deux endothermiques.

Les deux premiers pics, exothermiques, reflètent le dégagement du système d'une quantité d'énergie. Le premier pic obtenu à une température de 138°C est attribué à la formation des zones de Guinier Preston (ZGP) comme expliqué par des recherches plus précises [7]. En effet, après la trempe, la microstructure est saturée en atomes de solutés, Cu et/ou Zn dans ce cas. L'augmentation de température d'une telle pièce augmente significativement la mobilité des atomes, autrement dit le coefficient de diffusion. Cette mobilité va permettre aux atomes de soluté de mouvoir et, potentiellement, précipiter. Le regroupement des atomes de soluté, dans le réseau, donne naissance aux ZGP.

La formation des ZGP et l'augmentation, au fur et à mesure, de la température donnera naissance à la première phase de transition métastable θ'' . Cette apparition, nécessite le

dégagement d'une quantité de chaleur, chose qui est confirmée par l'obtention du second pic exothermique à 216°C [8].

La préservation de cette phase très métastable, θ'' , exige un traitement thermique spécifique. L'augmentation continue de la température, avec une vitesse inappropriée pour la préservation de cette phase, va finalement provoquer sa dissolution. Ce phénomène se confirme par l'apparition d'un troisième pic endothermique, qui reflète une absorption de chaleur, pour une température de 285°C [7], [8].

Le quatrième, et dernier, pic observé dans cette série est observé à une température de 417°C. Ce pic endothermique est relié à la dissolution de la phase métastable θ' [9]. Cette phase est, préalablement, présente dans l'alliage suite à la trempe lors de l'élaboration.

Le zoom sur la courbe DSC pendant le refroidissement, (Figure III-54), montre qu'aucun pic ne se forme dans cette plage de températures. La disparition de cette série de pics confirme, donc, par le retour partiel à l'état d'équilibre car la vitesse de refroidissement est de loin très faible par rapport à celle de trempe, que ces phases sont hors d'équilibre. Chose qui est en total accord avec ce qui a été observé et répliqué pour les phases détectées pendant le chauffage.

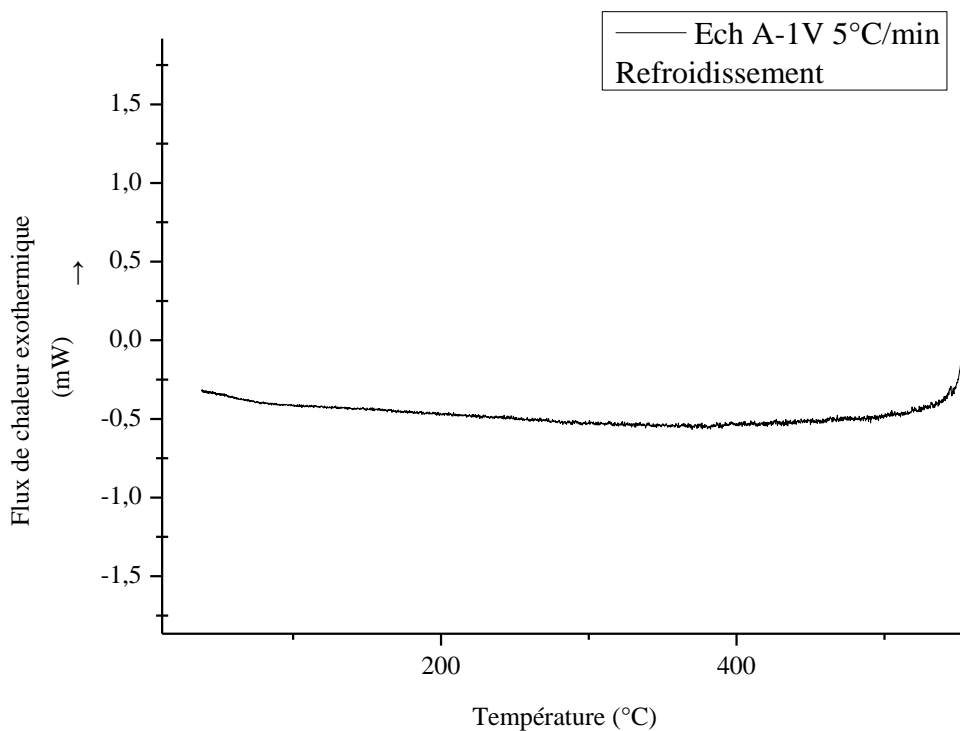


Figure III-54 : Zoom sur la courbe DSC A-1 pendant le refroidissement pour une vitesse de 5°C/min.

La présence de cette série de pics pendant le chauffage manifeste l'aptitude de notre matériau à durcir structurellement par l'application d'un traitement thermique. Cette propriété est une possession de plus qui s'ajoute au palmarès des caractéristiques extraordinaires de cet échantillon.

L'absence de pics appartenant aux autres phases revient aux faits que l'hydruure d'aluminium AlH_3 présente une température de fusion très basse et nécessite un temps de mesure élevé, avec des vitesses de balayage très faibles, pour pouvoir le détecter. Concernant les autres phases, notamment le Si, Al_2O_3 , Al-N et Cu_2O , l'absence de leur pics revient au fait que ces substances présentent des températures de transition très élevées et nécessitent des instruments de mesure spéciaux, qui peuvent atteindre les hautes températures.

III.4.2 Echantillon numéro^o2

La courbe DSC présentée sur la figure III-55 montre les variations du flux de chaleur, en fonction de la température, de l'échantillon A-2. La vitesse de balayage, pendant le chauffage et le refroidissement, est de $5^\circ C/min$. Les deux cycles, chauffage et refroidissement, montrent un ensemble de pics, endothermiques et exothermiques. En revanche, on s'intéresse dans ce cas, à l'étude du cycle du chauffage qui représente les transitions de phases présentes dans l'échantillon après la trempe.

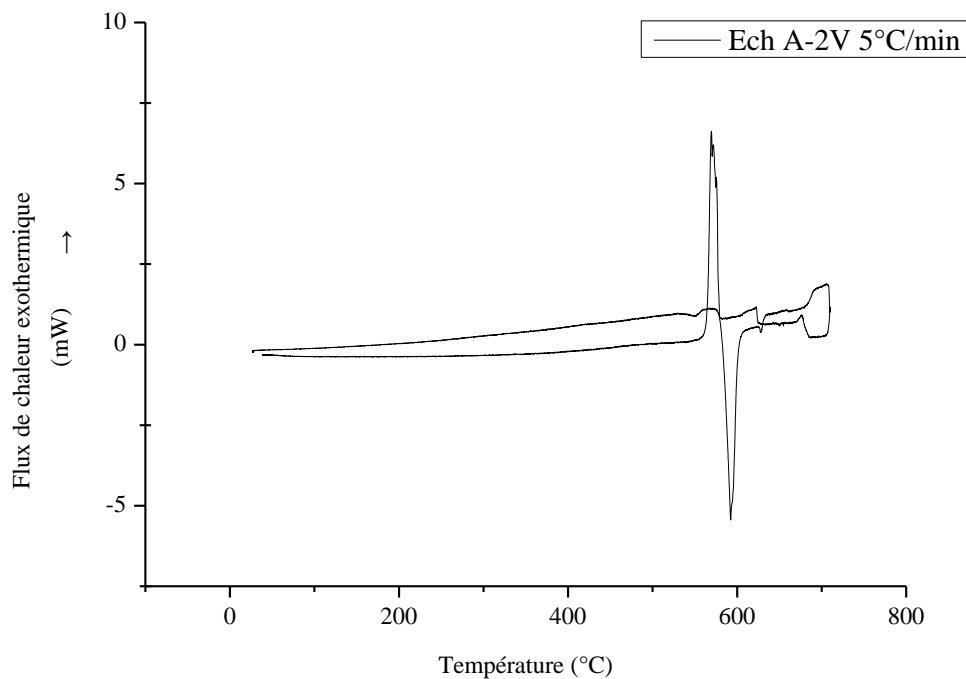


Figure III-55 : Courbe DSC A-2 pour une vitesse de $5^\circ C/min$.

La courbe DSC (Figure III-56) pendant le chauffage, de cet échantillon A-2, montre la présence de trois pics endothermiques situés respectivement à 551°C, 592°C et 628°C. Les pics enregistrés reflètent une absorption de chaleur par le matériau, chose qui est traduite par une transition de phase à ces températures.

Le premier pic, situé à une température de 551°C a pour cause la dissolution du composé, métastable, $\text{Al}_{35.472}\text{Cu}_{47.792}$ présent dans le matériau. Le retour partiel vers l'état d'équilibre exige un rétablissement de la composition de ce dernier pour, finalement, donner le composé stable Al-Cu.

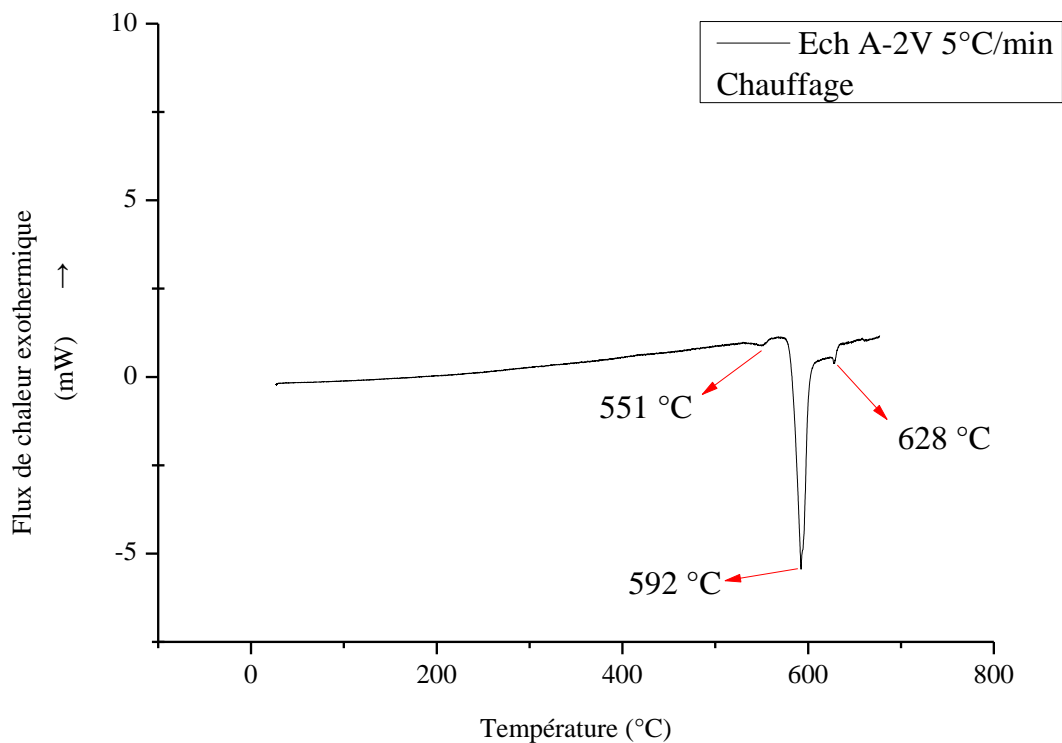


Figure III-56 : Courbe DSC A-2 pendant le chauffage pour une vitesse de 5°C/min.

Le second pic, situé à une température de 592°C, correspond à la fusion du composé intermétallique Al_2Cu . Étant le pic le plus intense, parmi les trois observés, démontre que ce composé représente la phase dominante dans ce matériau. Ce résultat est conforme avec ce que l'on observe pour la diffraction des rayons-X.

Le dernier pic, observé à 628°C, est attribué à la dissolution du composé intermétallique AlCu suivant une réaction isothermique comme le montre le diagramme d'équilibre Al-Cu.

III.4.3 Echantillon numéro 3

La courbe DSC présentée sur la figure III-57 montre les variations du flux de chaleur, en fonction de la température, de l'échantillon C-3. La vitesse de balayage, pendant le chauffage et le refroidissement, est de 30°C/min. Les deux cycles, chauffage et refroidissement, montrent un ensemble de pics, endothermiques et exothermiques. On s'intéresse, par contre, dans ce cas, à l'étude du cycle du chauffage.

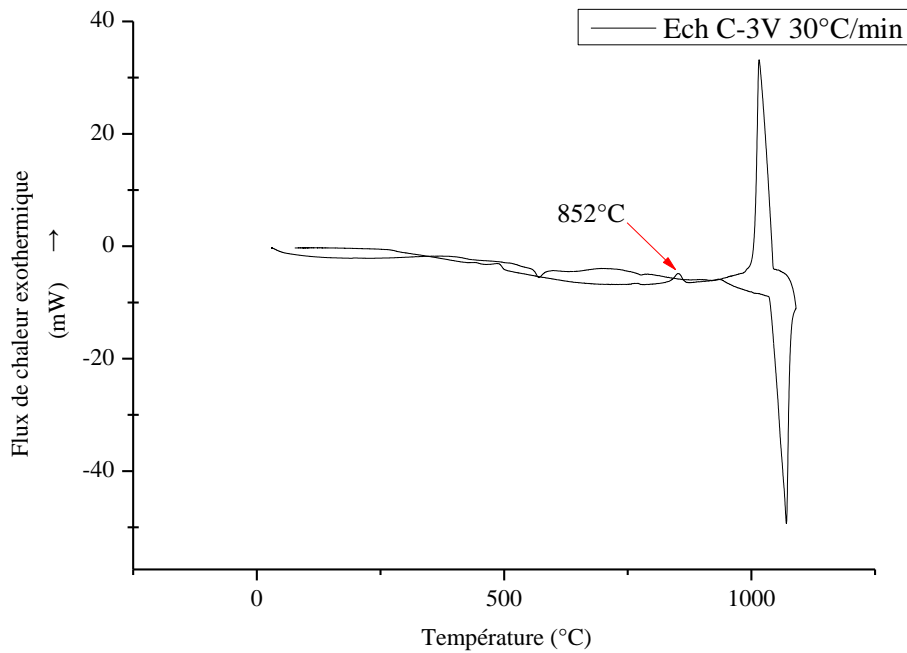


Figure III-57 : Courbe DSC C-3 pour une vitesse de 30°C/min.

La courbe DSC de cet échantillon, C-3, pendant le chauffage (Figure III-58) montre l'apparition d'un pic endothermique situé à 1069°C. Ce pic est attribué à la fusion des deux composés intermétalliques Al_4Cu_9 et AlCu_3 qui sont présents dans le matériau et partagent des températures de fusion proches.

Deux autres pics endothermiques apparaissent, pendant le chauffage, à des températures respectivement 572°C et 780°C.

Le pic qui apparaît à 780°C est attribué à la fusion de la phase Cu_5Zn_8 qui se confirme par la suite en refroidissement par l'apparition d'un pic exothermique à 852°C. Un écart appréciable est pourtant remarqué entre cette température et celle du diagramme d'équilibre. Cela est dû à la composition chimique de cette phase car une substitution des atomes Cu et Zn par les atomes

d'Al est tout à fait possible. Chose qui abaisse remarquablement la température de fusion de cette dernière.

Le dernier pic observé à une température de 572°C revient à la dissolution de la phase Cu_3Zn (pour donner naissance à la phase αCu) qui peut être présente dans la microstructure du matériau mais avec une fraction très faible au point que ses pics de diffraction soient noyés, dans le bruit de fond, ou confondus avec les autres pics de diffraction intenses.

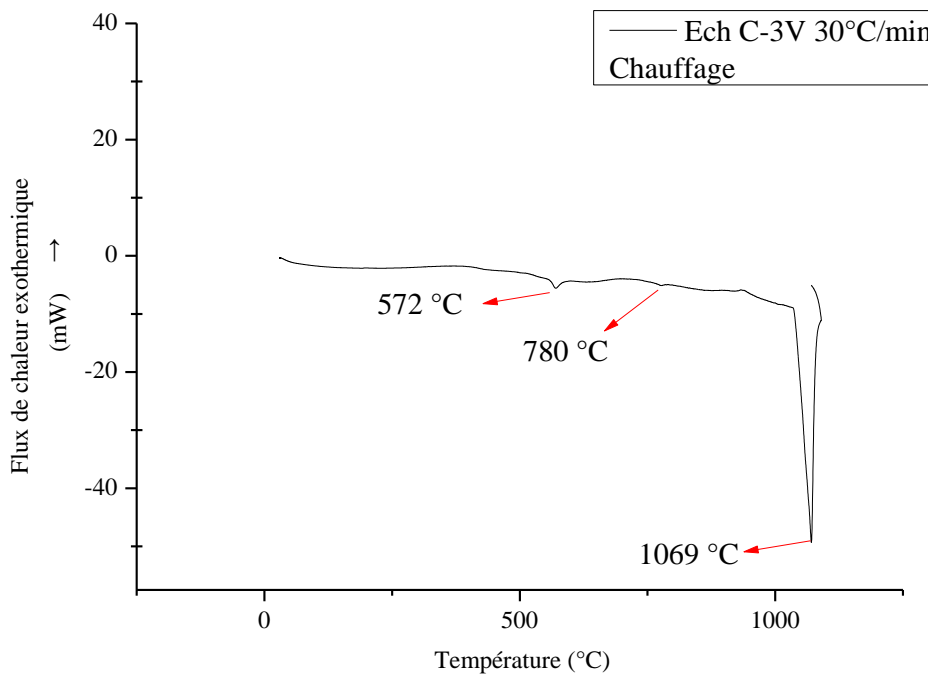


Figure III-58 : Courbe DSC C-4 pendant le chauffage pour une vitesse de 30°C/min.

III.4.4 Echantillon numéro 4

La courbe DSC présentée sur la figure III-59 montre les variations du flux de chaleur, en fonction de la température, de l'échantillon C-4. La vitesse de balayage, pendant le chauffage et le refroidissement, est de 30°C/min. Les deux cycles, chauffage et refroidissement, montrent un ensemble de pics, endothermiques et exothermiques

La courbe DSC du matériau C-4 pendant le chauffage (Figure III-60) montre l'apparition de deux pics endothermiques. Ces pics sont situés à 572 °C et 1053°C.

Le premier pic qui apparaît pour une température de 572°C correspond à la dissolution du composé intermétallique Cu_3Zn . Cette phase se dissout et donne naissance à une phase (αCu).

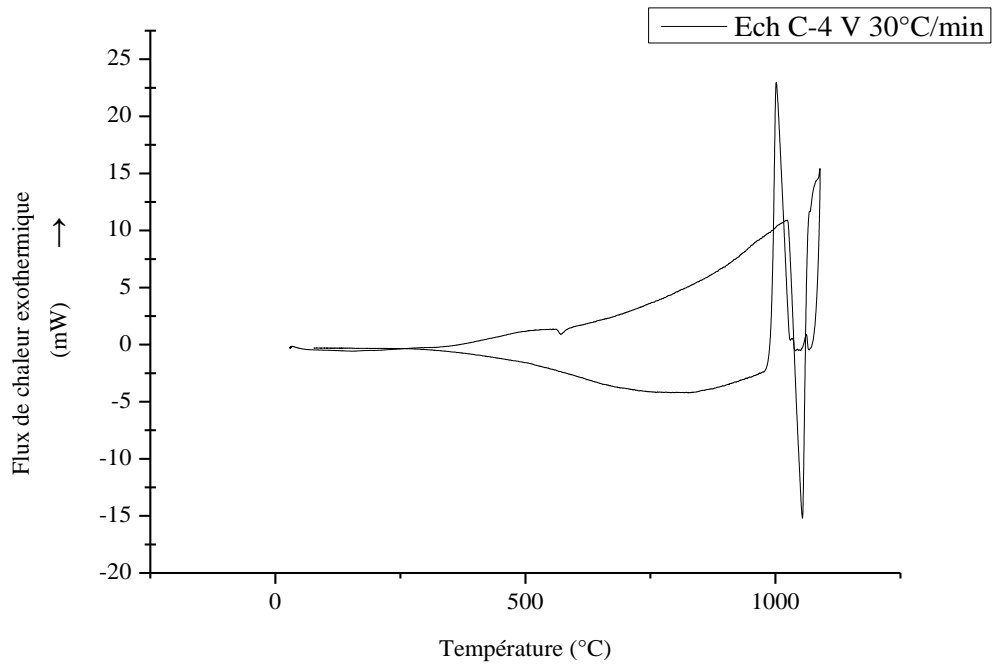


Figure III-59 : Courbe DSC C-4 pour une vitesse de 30°C/min.

Le second pic observé à une température de 1053°C est attribué à la fusion du composé intermétallique AlCu_3 , qui constitue la phase majoritaire, et la phase (αCu).

Ces deux résultats sont en parfait accord et cohérence avec ce qui a déjà été démontré avec les techniques de caractérisation précédentes notamment la DRX et le MEB.

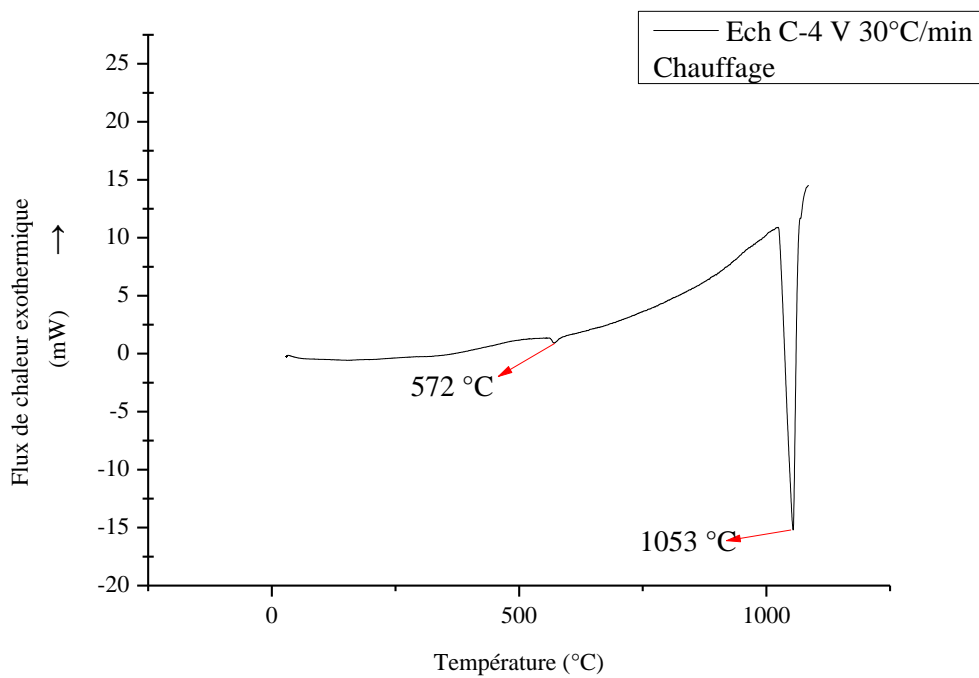


Figure III-60 : Courbe DSC C-4 pendant le chauffage pour une vitesse de 30°C/min.

III.5 Références bibliographique

- [1] K. Rodak, T. Rzychoń, T. Mikuszewski, B. Chmiela, M. Sozańska, and S. Boczkal, “Ultrafine-Grained Microstructures of Al-Cu Alloys with Hypoeutectic and Hypereutectic Composition Produced by Extrusion Combined with Reversible Torsion,” *Microsc. Microanal.*, vol. 28, pp. 1–8, 2022, doi: 10.1017/S1431927622000563.
- [2] S. Chen *et al.*, “The rapid H₂ release from AlH₃ dehydrogenation forming porous layer in AlH₃/hydroxyl-terminated polybutadiene (HTPB) fuels during combustion,” *J. Hazard. Mater.*, vol. 371, no. January, pp. 53–61, 2019, doi: 10.1016/j.jhazmat.2019.02.045.
- [3] W. Su *et al.*, “Synthesis and stability of hydrogen storage material aluminum hydride,” *Materials (Basel)*, vol. 14, no. 11, 2021, doi: 10.3390/ma14112898.
- [4] J. Graetz *et al.*, “Aluminum hydride as a hydrogen and energy storage material: Past, present and future,” *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. SUPPL. 2, pp. S517–S528, 2011, doi: 10.1016/j.jallcom.2010.11.115.
- [5] M. A. Boutabba, M. Y. Debili, and F. Layachi, “Magnetic monopole’s role in hydrogen bubbles formation in rapidly solidified Al–Cu–Zn alloys,” *Int. J. Hydrogen Energy*, vol. 50, no. xxxx, pp. 613–625, 2024, doi: 10.1016/j.ijhydene.2023.07.319.
- [6] J. Bénard, *Métallurgie générale*. in *Maitrise ès sciences - certificat de métallurgie*. Masson, 1984. [Online]. Available: <https://books.google.dz/books?id=P3ekugEACAAJ>
- [7] G. Mrówka-Nowotnik, “Analysis of precipitation strengthening process in 2xxx aluminium alloys,” *Inżynieria Mater.*, vol. 1, no. 3, pp. 10–14, 2016, doi: 10.15199/28.2016.3.2.
- [8] M. Araghchi, H. Mansouri, and R. Vafaei, “Influence of cryogenic thermal treatment on mechanical properties of an Al–Cu–Mg alloy,” *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*, vol. 34, no. 4, pp. 468–472, 2018, doi: 10.1080/02670836.2017.1407553.
- [9] M. Takeda, S. K. Son, Y. Nagura, U. Schmidt, and T. Endo, “DSC study on the phase decomposition of an Al-Cu alloy occurring during annealing at 403 K,” *Zeitschrift fuer Met. Res. Adv. Tech.*, vol. 96, no. 8, pp. 870–873, 2005, doi: 10.3139/146.101113.

Conclusion générale

Conclusion générale

La caractérisation de la microstructure des alliages A-1, A-2, C-3 et C-4 bruts de fusion, élaborés par fusion haute fréquence (HF) sous induction magnétique, à l'aide des différentes techniques expérimentales a révélé la présence de différents types de phases distinctes.

La micrographie optique, accompagnée de la microscopie électronique à balayage en mode électrons rétrodiffusés, nous ont permis de distinguer, par différence de contraste, la présence d'au moins deux phases dans la microstructure de chaque matériau.

L'observation des phases à contraste sombre, dans le premier matériau A-1, nous a incité à s'interroger sur la nature des éléments chimiques qui constituent ces phases. Nous avons déduit, après une discussion détaillée, que des éléments étrangers, qui proviennent des ports résiduels du compactage, ont été à l'origine de l'apparition de ce contraste sombre.

L'analyse par dispersion d'énergie (EDX) et la diffraction des rayons-X (DRX) ont confirmé par la suite la nature chimique et cristallographique des constituants présents, et ont surtout tranché sur la nature des éléments étrangers. Il s'est avéré, que ces éléments dont on parle sont : l'oxygène, l'azote et l'hydrogène.

La transmutation du Si, à partir de l'Al, dans les deux premières compositions A-1 et A-2 a été confirmée à l'aide de ces deux caractérisations. Cette transmutation a été mise en évidence par l'apparition du pic appartenant au Si dans le spectre EDX, de l'échantillon A-1, accompagnée de l'apparition des pics de diffraction de l'hydrure d'aluminium AlH_3 et du Si. En ce qui concerne l'échantillon A-2, la diffraction des rayons-X a prouvé l'existence du Si à travers les pics qui appartiennent au nitrure de silicium Si_3N_4 et au Si.

Finalement, l'analyse thermique par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) nous a cédé des informations, concernant les températures de transitions de phases, à partir desquelles on a pu déduire la précipitation de phases stables et métastables dues à au mode d'élaboration.

Conclusion générale

Suite à l'interprétation de l'ensemble des résultats on peut conclure que :

- Echantillons numéro°1, A-1 :
 - Les gaz emprisonnés lors du compactage sont à l'origine de l'apparition des oxydes, nitrures et hydrures présents dans la microstructure.
 - La microstructure d'A-1 est composée de sept phases qui sont :
Al, Cu Al₂, Al₂ O₃, Cu₂ O, Al N, Al H₃ et Si.
 - La présence de l'hydrogène est confirmée par la DRX.
 - La transmutation du Si s'est assurée par l'apparition des hydrures d'aluminium.
 - La microstructure de l'alliage est apte au durcissement structural.
- Echantillon numéro°2, A-2 :
 - La microstructure d'A-2 est composée de cinq phases qui sont :
Al_{35.472} Cu_{47.792}, Al₂ Cu, Al Cu, Si₃ N₄ et Si.
 - La DSC a mis en évidence la présence des phases observées par la DRX.
- Echantillon numéro°3, C-3 :
 - La microstructure de C-3 est composée de trois phases qui sont :
Al₄-Cu₉, Al-Cu₃ et Cu₅-Zn₈.
- Echantillons numéro°4, C-4 :
 - La microstructure de C-4 est composée seulement de deux phases qui sont :
Al Cu₃ et Cu₃ Zn.