

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



MEMOIRE

Présenté pour obtenir le Grade de

MASTER

Filière : Chimie

Spécialité : physique et chimie des matériaux

Par

M. NAIT SADI Nor

Thème

**CONTRIBUTION AU PROJET D'ELABORATION DE NOUVEAUX
ALLIAGES D'ALUMINIUM DE TYPE Al-Zn-Mg**

Soutenu le 07 juillet 2013 devant le jury composé de :

Mr	SADAoui Youcef	MCA - UMMTO	Président
Mr	DELLAH Mohamed	MAA - UMMTO	Encadreur
Mr	BOURNANE Mohamed	Pr -UQAC- Canada	Co-Encadreur
Mme	DELLAH Saliha	MCA - UMMTO	Examinatrice
Mr	ASMA Farid	MCA - UMMTO	Examineur
Mr	KADOUCHE Slimane	MCB - UMMTO	Examineur

Re m e r c i e m e n t s

Nous tenons à remercier d'une façon générale, l'ensemble de nos enseignants pour tout le savoir qu'ils nous ont donné à l'issu de notre cursus universitaire,

en particulier :

Notre promoteur Monsieur DELLAH M. et notre Co promoteur le professeur BOURNANE Mohamed de l'UQAC – Canada, pour nous avoir confié ce sujet.

Nos vifs remerciements vont également à :

A Monsieur KHIMECHE Kamel, de l'EMP- Bordj El Bahri.

Nos sincères remerciements vont aussi aux membres du jury pour nous avoir fait l'honneur d'examiner et de juger notre travail.

DEDICACES

Je voudrais d'abords lancer un message à tous les lecteurs : ne vous arrêtez pas avant d'atteindre l'arrivée. C'est en arrivant à la fin que vous allez goûter le délice de vos efforts. Et surtout ne perdez pas confiance en vos compétences.

De ma part, je dédie ce modeste travail à toutes les personnes qui ont cru en moi et en mes compétences, tous ceux qui m'aiment, et évidemment toutes les personnes qui ont marqué leurs présences dans ma vie avec leurs contributions à ma réussite ainsi que le grand amour que je porte envers elles, en particulier la personne qui m'a donné la vie, celle qui m'a maintenu en vie et celle qui veille pour que je puisse en avoir une belle vie.

NAIT SADI Nor

SOMMAIRE

Introduction **06**

Généralités sur l'aluminium et ses alliages

Introduction	09
I. Classification des alliages d'aluminium	09
II. Propriétés générales des alliages d'aluminium	11
III. Alliage Al-Zn-Mg.	13

Partie expérimentale

I. Traitement thermique	17
II. Analyse thermique	18
III. Analyse thermique différentielle	20
IV. Calorimétrie différentielle à balayage	21
V. La micro dureté	23

Analyse des résultats

I. Résultats	27
a. L'analyse thermique	27
b. La DSC	36
c. Micro dureté	38
d. Observation avec microscope électronique à balayage	41
II. Interprétation	42

Conclusion **44**

Introduction :

Le monde de l'industrie et de la technologie connaît un énorme développement aujourd'hui. La grande évolution du domaine industriel interpelle une énorme utilisation des matériaux, plus précisément les métaux, qui prennent une place importante dans le progrès des industries. Toutefois les métaux purs présentent des caractéristiques principales très limitées, c'est pour cela qu'on s'intéresse beaucoup plus aux alliages métalliques qui donnent des propriétés plus intéressantes.

Parmi les alliages les plus sollicités ces derniers temps dans le monde industriel, on trouve les alliages à base d'aluminium. Malgré ses bonnes caractéristiques physiques, à savoir sa légèreté, sa malléabilité, son point de fusion modéré ainsi que sa grande résistance à la corrosion, l'aluminium à l'état pur n'est pratiquement utilisé que pour les applications électriques. Mais il est le plus souvent associé à d'autres métaux, pour former une gamme étendue d'alliages répondant à des exigences variées de propriétés physiques, chimiques et mécaniques.

L'utilisation des alliages d'aluminium connaît une grande ampleur, que ce soit dans l'industrie légère telle que la fabrication des canettes, d'emballage de conserve ainsi que la fabrication des matériaux de construction (poutres, fenêtres...etc.) ou bien dans l'industrie lourde comme la fabrication des moteurs, de carrosseries d'automobiles. L'intérêt accordé aux alliages d'aluminium provient des grandes propriétés physiques et mécaniques que ces composés procurent à l'industrie, ainsi que l'existence d'une gamme élargie d'alliages d'aluminium qui offre une variété de choix aux industriels.

La famille des alliages d'aluminium étant remarquablement grande et variée, nous allons nous intéresser, dans ce présent travail, à l'étude d'un type d'alliages appartenant à la famille des alliages de fonderie, à savoir le système Al-Zn-Mg. Ce travail s'inscrit dans la série de recherches menées par l'université de Québec à CHICOUTIMI visant l'élaboration et l'étude des propriétés des alliages Al-Zn-Mg destinés à l'industrie aéronautique et automobile.

Problématique :

L'importance accordée aux alliages d'aluminium et la large utilisation de ces derniers provoquent l'augmentation de la production des matériaux à base d'aluminium et incitent les laborantins à penser à améliorer les performances des alliages existant ainsi qu'à chercher de nouvelles compositions qui peuvent répondre aux sollicitations et aux exigences de l'industrie.

La valeur industrielle d'un nouveau produit se mesure par les propriétés qu'il présente. La connaissance des différentes caractéristiques d'un alliage (caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques) demande la maîtrise de la technologie des alliages métalliques, une technologie qui se repose sur la compréhension des divers aspects de transformations de phases. Pour étudier un alliage qui reste encore dans la phase d'élaboration, cas de notre travail, nous avons intérêt à collecter le maximum d'information concernant cet élément.

Pour l'analyse globale de l'alliage Al-Zn-Mg, il est nécessaire d'étudier l'influence des éléments alliés à l'aluminium, en l'occurrence le magnésium, sur la microstructure du composé ainsi que son comportement dans les différents domaines de la température.

Objectif :

Dans notre travail nous allons essayer d'évaluer l'apport de l'augmentation de la proportion du magnésium ainsi que son influence sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Zn-Mg.

Pour cela, on travaille sur des compositions de l'alliage en question ayant des teneurs en magnésium différentes d'un échantillon à un autre (0%, 1.25%, 2.5%, 3.75%).

La première partie du travail est réservée à l'analyse thermique des échantillons (analyse thermique différentielle ATD ainsi que la calorimétrie différentielle à balayage DSC) tandis que la deuxième partie consiste en l'analyse de la microstructure des compositions tout en leur faisant subir des essais mécaniques à l'état brut de coulée tels que :

- Les essais de micro-dureté.



Introduction

L'aluminium appartient au troisième groupe de classification de Mendéliev, de nombre atomique de 13, la masse atomique 26.28 et la température de fusion 660°C. Il se cristallise dans un système cubique à faces centrées, avec un paramètre de maille 0.404 nm. Sa masse volumique est 2.7 kg/dm³, son coefficient de dilatation thermique linéaire est de l'ordre de 23.10⁻⁶, son module de Young de 6600 bar. (1)

L'aluminium pur possède des propriétés mécaniques très réduites et insuffisantes pour son utilisation dans un bon nombre d'applications structurales. Ses principales caractéristiques sont la légèreté, la ductilité, la résistance à la corrosion et la bonne conductivité thermique et électrique. Ces caractéristiques se voient modifiées en le mettant en commun avec d'autres éléments. (2), (3)

L'aluminium peut être recyclé de nombreuses fois sans être altéré. Le recyclage des produits en aluminium contribue à la protection de l'environnement : préservation des réserves naturelles de bauxite, et contribution à la diminution des dépenses énergétiques puisque le recyclage utilise 20 fois moins d'énergie que pour la production d'aluminium primaire. (2),(3)

L'aluminium est un matériau qui se travaille bien, son point de fusion modéré facilite l'élaboration d'alliage et explique l'existence d'une gamme importante de composés à base d'aluminium. (2),(3)

I. Classification des alliages d'aluminium :

Les alliages d'aluminium sont répartis en deux grandes classes ; les alliages de corroyage et les alliages de fonderie. Les alliages de corroyage sont obtenus en travaillant les lingots directement par différentes méthodes telles que le laminage, extrusion, tréfilage ou forgeage, tandis que les alliages de fonderie s'obtiennent en fondant les lingots et en les coulant dans des moules ayant la forme du produit voulu. (3),(4)

La principale différence entre les deux types réside dans les quantités des éléments ajoutés à l'aluminium de base. En fait, les proportions des éléments ajoutés sont plus importantes dans les alliages de fonderie.

Ces deux catégories sont souvent distinguées par la désignation numérique mise en œuvre par l'Association Aluminium des Etats-Unis ; trois chiffres et une décimale pour les alliages de fonderie, et quatre chiffres pour les alliages corroyés.

Alliages de fonderie :

série	Principaux éléments
1XX.X	Al à 99%
2XX.X	Al-Cu
3XX.X	Al-Si-Cu/ Al-Si-Mg
4XX.X	Al-Si
5XX.X	Al-Mg
7XX.X	Al-Zn
8XX.X	Al-Sn
9XX.X	Al- autres éléments

Alliages de corroyage :

série	Principaux éléments
1XXX	Al à 99%
2XXX	Al-Cu
3XXX	Al-Mn
4XXX	Al-Si
5XXX	Al-Mg
6XXX	Al-Mg-Si
7XXX	Al-Zn
8XXX	Al- autres éléments

Le premier chiffre de la série désigne la famille et indique le ou les principaux éléments alliés. Pour les alliages de fonderie, puisque c'est la catégorie qui nous intéresse, les deux chiffres suivants de la série indiquent les éléments spécifiques dans l'alliage et le dernier chiffre après le point indique la forme du produit, soit coulé ou en lingot. Dans la série lxx.x, les autres chiffres représentent la pureté de l'alliage.

II. Propriétés des alliages d'aluminium :

La production des alliages d'aluminium connaît une grande ampleur dans le monde actuellement. L'intérêt industriel est tourné remarquablement vers la production et l'utilisation de l'aluminium et ses dérivés, une place occupée grâce à un certain nombre de propriétés qui font de cet élément (Al) un matériau irremplaçable. Parmi ces propriétés on cite :

La résistance à la corrosion :

Elle est bonne, tout comme l'aluminium non allié, grâce à la couche protectrice d'oxyde Al_2O_3 .

- Résistance mécanique :

La résistance mécanique des alliages d'aluminium varie en fonction de la température, c'est-à-dire elle diminue en augmentant la température tandis qu'elle n'est pas faible à des températures ambiantes à cause de la structure cristalline de ces alliages (l'aluminium se cristallise dans un réseau cubique à faces centrées).

- La mise en forme :

Les alliages d'aluminium de fonderie offrent une grande facilité de mise en forme, vu les caractéristiques importantes qui se présentent en leur :

- Ø Point de fusion modéré ;
- Ø Grande fluidité permettant de remplir chaque partie du moule ;
- Ø Grande conductivité thermique (de l'aluminium liquide vers le moule), ce qui assure la rapidité de la mise en forme ;
- Ø Stabilité chimique ;
- Ø Tendance à présenter des surfaces bien finie, polies et représentant peu de défauts.

Les alliages d'aluminium de fonderie sont en général mis en forme sous pression, dans des moules permanents, de sable humide ou sec et de plâtre. Ces derniers sont également facilement mis en forme sous vide, sous basse pression ainsi que sous l'effet d'une force centrifuge. L'alliage d'aluminium qui nous intéresse plus particulièrement pour cette étude est l'Al-Zn-Mg. (2),(3),(4),(5)

III. Apport des éléments alliés sur les propriétés mécaniques :

Zinc :

Le zinc améliore remarquablement les caractéristiques mécaniques, c'est pour cela qu'on trouve que c'est les alliages 7XX.X qui ont les caractéristiques mécaniques les plus élevées de tous les alliages d'aluminium. Les alliages Al-Zn sont considérés comme des alliages soudables (en l'absence du cuivre dans la composition), ce qui veut dire que le zinc

améliore la qualité de soudabilité chez l'aluminium. L'ajout du zinc joue aussi un rôle négatif en diminuant la tenue à la corrosion. (3),(4)

Magnésium :

L'addition du Mg fait augmenter la dureté des alliages dans les pièces moulées tout en diminuant leur ductilité. L'addition du Mg améliore la résistance à la corrosion et la soudabilité et offre une bonne aptitude aux traitements de surfaces. Une forte augmentation de la teneur de Mg peut provoquer la fissuration à chaud et rendre les traitements plus difficiles. (3),(4)

La dureté d'un alliage dépend quelque part de la taille des grains qui le constituent ; plus les grains ont une dimension petite, plus les propriétés mécaniques sont importantes. A titre d'exemple, les structures ayant des grains relativement petits ont une bonne résistance à la fissuration à chaud. C'est pour ces raisons qu'on effectue généralement un affinage lors de l'élaboration d'un alliage, et ce en injectant des affineurs à la composition initiale. Dans notre alliage, l'affineur qu'on a jugé meilleur est bien le Zirconium-Scandium qu'on a aussi utilisé lors de cette étape d'élaboration (l'affinage). (6)

IV. Alliage Al-Zn-Mg :

L'alliage que nous allons étudier est obtenu à partir de

- ✓ l'aluminium (élément de base) à 99.99% ;
- ✓ zinc à 99.999%
- ✓ magnésium à 99.99%

L'alliage nous est fourni sous forme de plusieurs échantillons cylindrique élaborés par Mr DELLAH et Pr BOURNANE au niveau de l'UQAC (université de Québec à CHICOUTIMI).

Comme il a été porté dans l'objectif, nous allons mettre à l'étude quelques échantillons ayant des proportions différentes de Mg tout en fixant le taux du Zinc à 6.5%.

Les compositions chimiques sont comme suit :

	%Zn	%Mg	%Cu	%Si	%Zr	%Al
I	5.62	0.00<	0.00	0.01	0.0003	94.37
II	5.76	1.25	0.01	0.02	0.2707	92.67
III	6.58	2.55	0.02	0.02	0.0000	90.86
IV	6.40	3.66	0.00	0.02	0.0001	89.92

On remarque bien, dans quelques compositions, apparition des éléments autres que le Zinc et le magnésium. Ça s'explique par l'étape qui accompagne l'élaboration qui est l'affinage. L'affinage étant fait par ajout du zirconium-scandium, l'apparition du Zr est explicable tandis que l'absence du scandium est expliquée par l'absence d'un détecteur scandium dans l'appareillage utilisé surtout lorsqu'on sait que cet élément est peu utilisé dans le monde d'affinage des alliages d'aluminium.

La présence de quelques proportions du cuivre et du silicium est expliquée par le fait que l'affineur utilisé n'était pas d'une grande pureté. Pour des raisons purement économique, les affineurs utilisés sont des « masters alloys » composés d'une grande proportion de Zirconium et/ ou scandium, mais contenant d'autres impuretés.

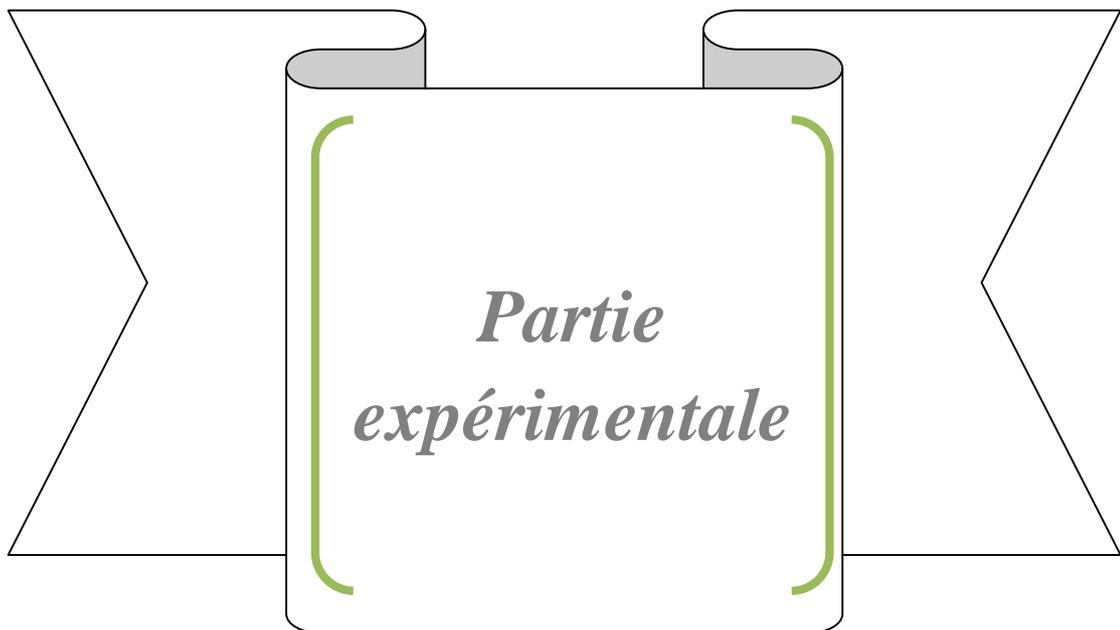
Le système Al-Zn-Mg fait partie des nouveaux alliages d'aluminium. Le terrain de recherches demeure encore peu exploité, ce qui explique plus ou moins la rareté des informations requises sur ce type d'alliage.

M. DELLAH et l'équipe de recherche au niveau de l'UQAC, dans leurs études sur la décomposition précoce des solutions solides sursaturées des alliages Al-Zn-Mg, ont travaillé sur la résistivité électrique, la dureté ainsi que les changements structurels des alliages Al-Zn-Mg vieilliss. Le premier point qui fût commenté concerne les zones Guinier-Preston (ZGP). Les ZGP se forment lors du vieillissement des alliages. Pendant ce processus, l'alliage durcit progressivement et spontanément et la solution solide se décompose pour donner naissance à la formation des petits amas de soluté en très grande densité (de l'ordre de 10^{17} à 10^{18} /cm³). Ce phénomène est appelé pré précipitation.

Comme première remarque des résultats obtenus, les changements de structure commencent à une température voisine de 80°C (début de formation des ZGP). Pour le

domaine de température allant de 80°C jusqu'à 180°C, on observe la croissance des zone GP qui prennent ensuite des formes sphériques homogènes.

L'autre point qui a été commenté concerne la décomposition de l'alliage qui montre que ce type d'alliage se constitue de deux élément à l'image de Al et du complexe MgZn (ou bien MgZn₂) qui se combine dans les ZGP, et qui se précipitent pour donner une phase de Al₂Mg₃Zn₃ au-delà d'une température dépassant les 250°C. (7)



I. Traitements thermiques des alliages d'aluminium:

Les traitements thermiques sont des séries d'opérations de chauffage et de refroidissement visant l'amélioration des propriétés mécaniques des éléments étudiés. Ces procédés de traitement assurent généralement le durcissement des alliages d'aluminium et interviennent dans l'augmentation de leur dureté. Pour cela, les travaux de traitement des alliages d'aluminium s'accroissent sur trois étapes :

- Mise en solution ;
- Trempe ;
- Vieillessement.

1. Mise en solution:

Cette étape consiste en le maintien d'une pièce à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue pour que les éléments d'alliage soient distribués de façon homogène.

La composition chimique de l'alliage impose la température de chauffage de sorte qu'il faut faire attention, lors de la procédure, à ne pas surchauffer l'alliage en question car une surchauffe entraînera la perte des propriétés et une dégradation de la pièce.

2. Trempe :

La trempe est l'étape qui suit directement la mise en solution. Cette partie contient un refroidissement rapide de la solution homogène pour l'amener à la température ambiante afin de préserver l'effet de la mise en solution. On va donc amener l'alliage le plus rapidement possible à la température ambiante de manière à figer les atomes dans leur position en solution solide.

La trempe est l'étape la plus difficile dans le procédé de traitement thermique, vu les contraintes introduites par le refroidissement rapide. Une difficulté qui se manifeste encore une fois de plus dans le choix du meilleur mode de refroidissement parmi les quatre existants : la trempe à l'eau, à l'eau giclée chaude, à l'eau giclée froide et à l'air ambiant, et ce, selon les propriétés caractéristiques de la pièce mise à l'étude.

3. Vieillessement :

Le vieillissement est la dernière étape du processus de traitement thermique des alliages d'aluminium qu'on place juste après la mise en solution et la trempe. Le procédé consiste à maintenir le matériau trempé, pendant des jours, à température ambiante dans le cas du vieillissement naturel ou à température accrue, pendant quelques heures, dans le cas du vieillissement artificiel.

a. *Vieillessement naturel :*

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques heures jusqu'à plusieurs jours. D'une autre manière, le revenu s'effectue sans l'intervention d'un paramètre autre que le refroidissement à l'air libre.

b. *Vieillessement artificiel :*

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintien selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité, la précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel et il est effectué à des températures allant jusqu'à 240°C. Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné. (8)

II. Analyse thermique :

L'analyse thermique est définie comme une série de méthodes par lesquelles les propriétés physiques ou chimiques d'une substance, d'un mélange et /ou réactif sont mesurées comme une fonction de la température ou du temps pendant que l'échantillon est soumis à un programme de température contrôlé.

L'analyse thermique peut être simple lorsque la mesure est effectuée directement ou bien différentielle si la mesure est comparée à une référence.

On dit que la mesure est statique lorsqu'on travaille sous régime isotherme (température constante), comme on parle d'une mesure dynamique lorsqu'on effectue la

mesure en échauffant l'échantillon (calorimétrie différentielle à balayage) ou bien en refroidissant progressif l'élément étudié (analyse thermique simple ou différentielle).

Les mesures peuvent avoir lieu à l'aire libre ou dans une atmosphère contrôlée. (9),(10)

En ce qui suit, présentation de quelques méthodes d'analyse thermique :

Nom de la méthode en français	Nom de la méthode en anglais	Grandeur mesurée
Analyse thermogravimétrique	Thermogravimetric analysis (TGA)	Masse
Analyse thermomécanique	Thermomechanical analysis (TMA)	Caractéristiques mécaniques
Analyse thermique différentielle (ATD)	Differential thermal analysis (DTA)	Caractéristiques thermiques : température
Calorimétrie différentielle à balayage	Differential scanning calorimetry (DSC)	Caractéristiques thermiques : enthalpie

I.1.L'analyse thermogravimétrique (ATG) :

C'est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction du temps, pour une température ou un profil de température donné.

Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures : masse, température et variation de température. Comme les courbes de variations de masse sont souvent similaires, il faut souvent réaliser des traitements de ces courbes afin de pouvoir les interpréter. La dérivée de ces courbes montre à quels points ces variations sont les plus importantes. (10)

L'ATG est souvent employée dans la recherche et les essais pour déterminer les caractéristiques des matériaux tels que les polymères, pour estimer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température, pour déterminer les températures de

dégradation, l'humidité absorbée par le matériau, la quantité en composés organiques et inorganiques d'un matériau, le point de décomposition d'un explosif et des résidus de solvants.

I.2. Analyse thermomécanique (ATM) :

L'analyse thermomécanique mesure de façon précise les changements dimensionnels d'un échantillon en fonction de la température, du temps, et de la force constante appliquée.

Les transitions éventuelles d'une substance peuvent être détectées. Les plastiques amorphes, par exemple, ont généralement plusieurs transitions.

Les appareils d'ATM enregistrent en continu la déformation d'une substance, sous charge fixe, pendant qu'elle est soumise à un programme de température contrôlé.

II. Analyse thermique différentielle :

Lorsqu'un matériau ou alliage subit un changement de phase, en faisant varier sa température, le processus se traduit généralement par un dégagement ou absorption de chaleur, et la méthode la plus simple pour détecter ces températures de transition des matériaux est l'analyse thermique différentielle. Cette technique a été imaginée par **Roberts-Austen** en 1899. (4),(10), (11)

Principe :

L'analyse thermique différentielle (ATD) consiste à mesurer la différence de température entre un échantillon et une référence (matériau inerte thermiquement) en fonction du temps ou de la température, lorsqu'ils sont soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. Avec la méthode ATD, toute transformation est détectable pour toutes les catégories de matériaux. Les différentes étapes de mesures sont :

1. L'échantillon et la référence sont soumis à la montée en température ;
2. Quand l'échantillon subit un changement de phase, sa réponse en température va varier par rapport à la référence ;

3. Le thermocouple va mesurer cette variation. Celle-ci va être enregistrée
 $DT=TS-TR= f(T \text{ ou } t)$;
4. Le type de réaction (exo ou endothermique) va produire un pic.

III. Calorimétrie différentielle à balayage :

La calorimétrie différentielle à balayage est une technique déterminant la variation de flux thermique émis ou reçu par un échantillon lorsqu'il est soumis à une programmation de température, sous atmosphère contrôlée. Lors d'une chauffe ou d'un refroidissement, toute transformation intervenant dans un matériau est accompagnée d'un échange de chaleur : la DSC permet de déterminer la température de cette transformation et de quantifier la chaleur.

La technique est la même que pour l'ATD si ce n'est que les températures sont mesurées à partir de plateaux de grande surface sur lesquels reposent le creuset de référence et le creuset contenant l'échantillon. C'est la DSC par flux de chaleur. Cette technique permet, par exemple, de mesurer la chaleur spécifique. On rencontre deux grandes classes de DSC :

III.a. DSC à flux thermique:

Pour cette méthode, l'échantillon et la référence sont placés dans un même four. Le contrôle et l'enregistrement de l'évolution de la température de l'appareil sont assurés par une sonde en platine, le signal est converti ensuite en un signal de puissance calorifique. Cette technique mesure les différences de flux de chaleur entre l'échantillon et la référence pendant un cycle de température. La figure ci-dessus schématise le fonctionnement de ce type de DSC :

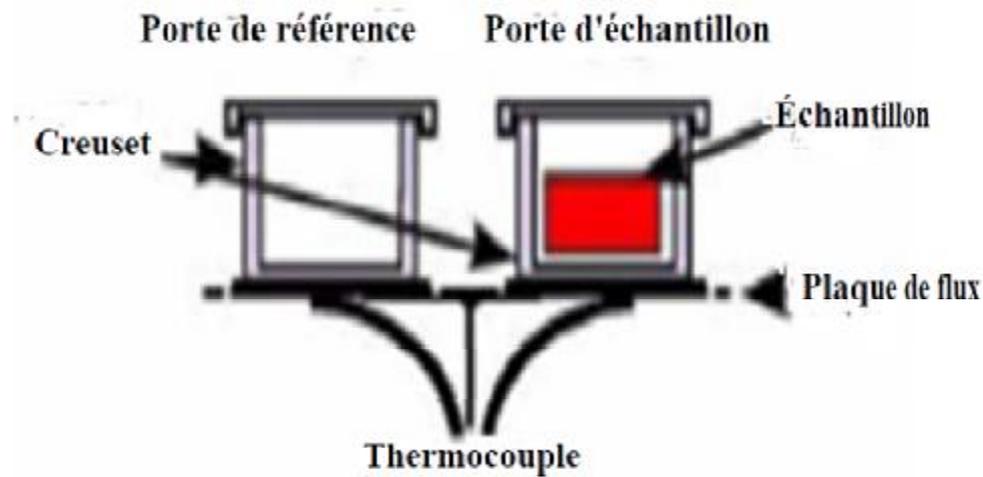


Fig 1-a. DSC à flux thermique

III.b. DSC par compensation de puissance:

Dans les systèmes à compensation de puissance, l'échantillon et la référence sont pourvus chacun d'éléments chauffants S1 et S2.

Il existe deux boucles de contrôle de la température. L'une sert à programmer l'augmentation de température de l'échantillon ou de la référence à une vitesse contrôlée qui est enregistrée. La seconde boucle permet, lorsqu'un déséquilibre thermique se produit entre la substance et la référence (à cause, par exemple, d'un effet exothermique ou endothermique dans l'échantillon), d'ajuster la puissance d'entrée de manière à réduire à néant cette différence : c'est le principe de la compensation de puissance. Cet ajustement de la puissance de chauffe se fait de façon continue et automatique. (4), (10)

Le schéma est représenté sur la figure.

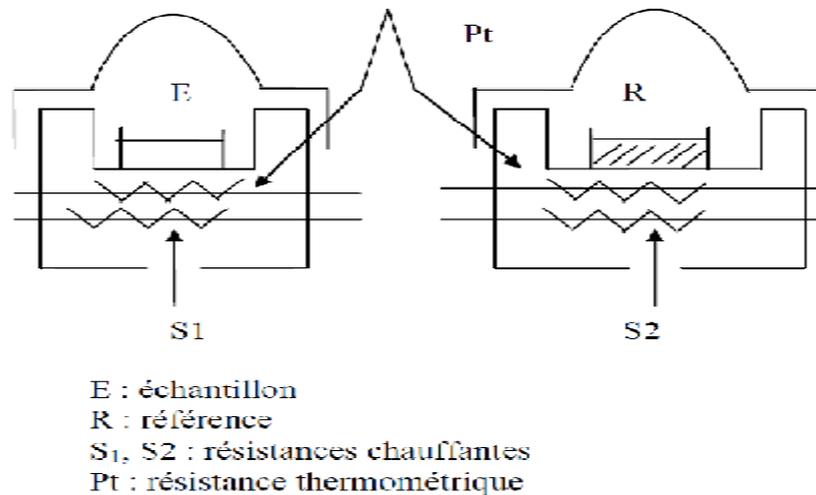


Fig 1-b. DSC par compensation de puissance

IV. Définition globale de la dureté :

La dureté représente la résistance d'un matériau à l'empreinte d'un corps en matériau plus dur. C'est une propriété simple à mesurer et permettant de différencier et décrire les matériaux et leur état physique. Pour cela, la majorité des tests de dureté utilisent un pénétrateur dur qui soit pressé à la verticale dans la surface mise à l'étude.

La méthode la plus connue dans les mesures de dureté est les tests de dureté Vickers. Dans ce genre de tests, le pénétrateur utilisé est à base de diamant de forme pyramidale à la base carrée ayant des angles à facettes de 136°. Le choix du pénétrateur influe directement sur le résultat final de la mesure car les valeurs obtenues sont indépendantes de la surface de l'empreinte résultante du contact du pénétrateur et de région étudiée. Le prélèvement des résultats se fait suivant la formule : $HV = 1,8454 \cdot F/d^2$, où F représente la charge d'essai et d la diagonale de l'empreinte qui en résulte après avoir retiré le pénétrateur.

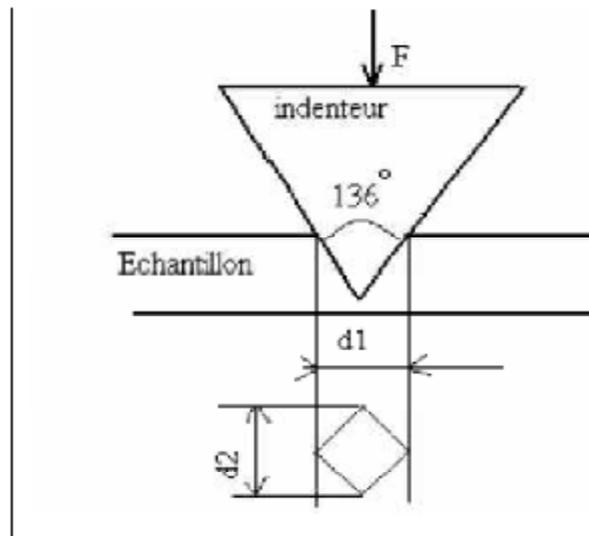


Fig 2. Principe de Vickers

a. Essais de micro-dureté :

Le domaine de caractérisation des matériaux a connu plusieurs problèmes à l'image de l'évaluation de la dureté des couches minces ainsi que l'exploration des alliages connaissant des phases multiples. C'est à partir de là qu'on a commencé à réfléchir à des méthodes plus précises de caractérisation, c'est ce qui a fait naître les essais de micro-dureté.

b. Principe :

Les essais de micro-dureté s'intéressent à l'étude des propriétés à l'intérieur des grains de la matière ou de ses différents constituants, tandis que les essais de dureté étudient les caractéristiques des grains du métal d'où la différence entre les deux méthodes.

L'autre différence qui se manifeste encore s'agit de la façon d'extraire des informations d'un échantillon : les essais de micro-dureté permettent de déterminer les caractéristiques locales alors que les tests de dureté donnent une valeur moyenne d'une zone d'un métal étudié.

(4)

c. Dureté sous charge réduite et micro-dureté Vickers

Ce type d'essai se repose sur le même principe que les essais de dureté Vickers. Le pénétrateur utilisé est un diamant de forme pyramidale.

Les essais de micro-dureté sont parfois délicats à réaliser. Le manipulateur doit, d'un côté, préciser les paramètres de mesure tels que la vitesse de mise en charge, la charge appliquée, la structure micrographique, la préparation de l'échantillon, et d'un autre côté, prendre des précautions lors de la manipulation à l'image de l'élimination des vibrations au cours de la prise de mesures et de veiller à ce que le dispositif expérimental soit de qualité acceptable pour le bon déroulement des test (précision mécanique, forme du pénétrateur...)

Lorsque les mesures se fassent dans les conditions normales, la micro-dureté donne des résultats remarquablement intéressants concernant surtout :

- les échantillons de petites dimensions (couches minces, fils,...) ;
- les couches superficielles (couches cémentées, nitrurées, dépôts électrolytiques) ;
- les matières dures et fragiles (carbures, verres, émaux) susceptibles de se fissurer, sauf sous très faible charge ;
- les différents constituants des alliages ; on peut apprécier la variation de dureté dans les grains d'une solution solide non homogène, en fonction de la diffusion des éléments, ou de celle des différentes phases précipitées. **(4), (10), (12)**



I. Résultats

Cette partie est répartie en deux, dans la première on définit l'environnement du travail (appareillage ainsi que les conditions de travail) et dans la deuxième, on représente les résultats obtenu tout en essayant de les analyser et les commenter.

1. Analyse thermique :

a. Environnement de travail :

Les expériences de l'analyse thermique on été effectuée par Mr DELLAH au niveau de l'UQAC. Le dispositif mis en place est représenté dans les figures ci-dessous :

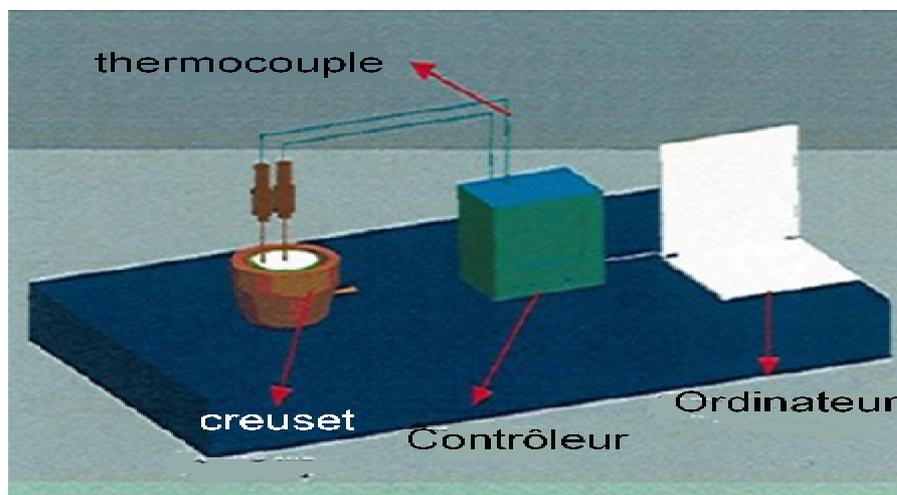


Fig 3. Dispositif de l'analyse thermique

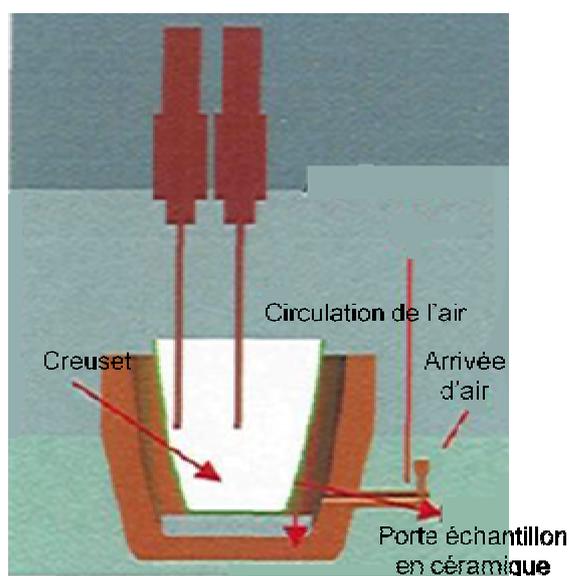


Fig. 4. Représentation du Creuset

Le dispositif est constitué essentiellement de quatre parties

- A. Un creuset : contient l'échantillon mis à l'étude. Le creuset est constitué essentiellement d'une plaque en céramique et d'un petit robinet sur la base servant à contrôler la vitesse de refroidissement,
- B. Deux thermocouples : le premier est placé au centre du creuset et le deuxième est placé près de la paroi. La distance entre les deux est de : 1 cm.
- C. Chambre de contrôle.
- D. Système d'acquisition de données (ordinateur) : enregistre les réponses en signales émises par la chambre de contrôle.

Le refroidissement s'est fait à l'air libre dans un premier temps. Par la suite la vitesse de refroidissement a été modifiée (40 psi, 80 psi) pour étudier l'influence de la vitesse sur la microstructure de l'échantillon.

b. Résultats de l'analyse thermique (air libre):

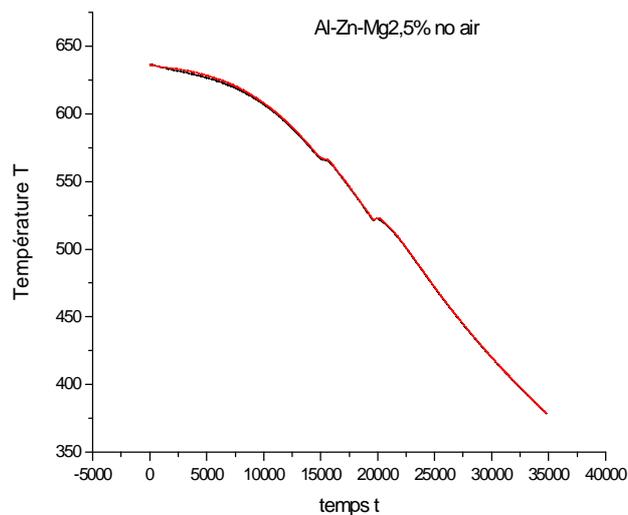


Fig.5 : résultat de l'analyse thermique Al-Zn-Mg2.5%

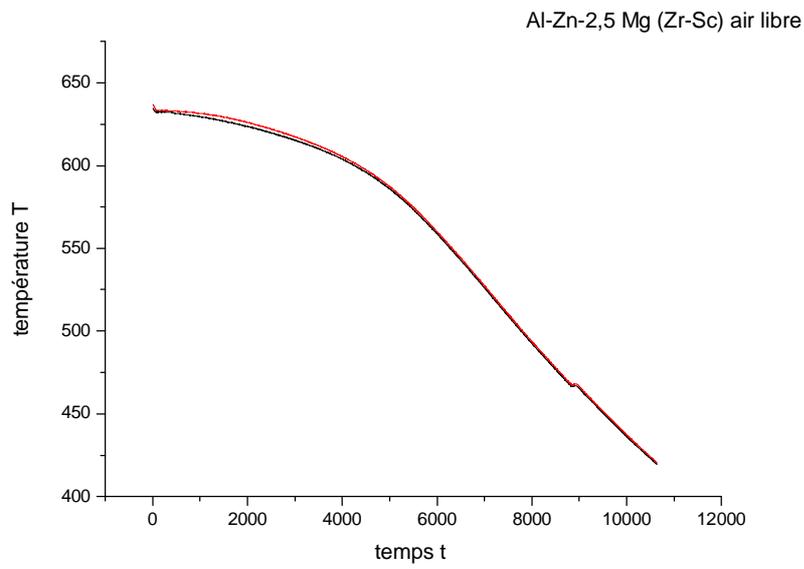


Fig.6 : résultat de l'analyse thermique Al-Zn-Mg2.5%(Zr-Sc)

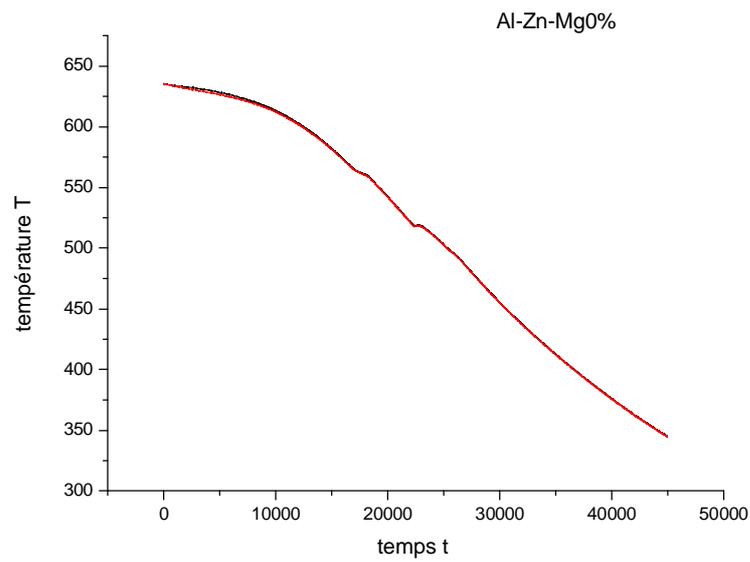


Fig.7 : résultat de l'analyse thermique Al-Zn-Mg0%

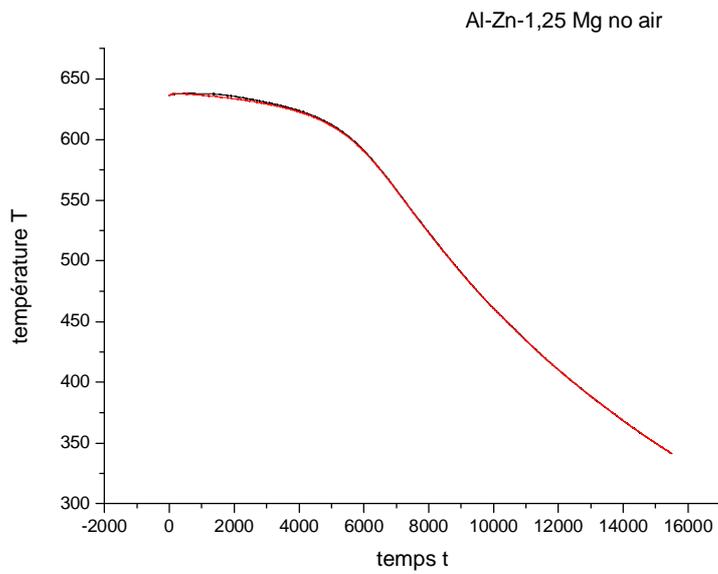


Fig.8 : résultat de l'analyse thermique Al-Zn-Mg1.25% no air

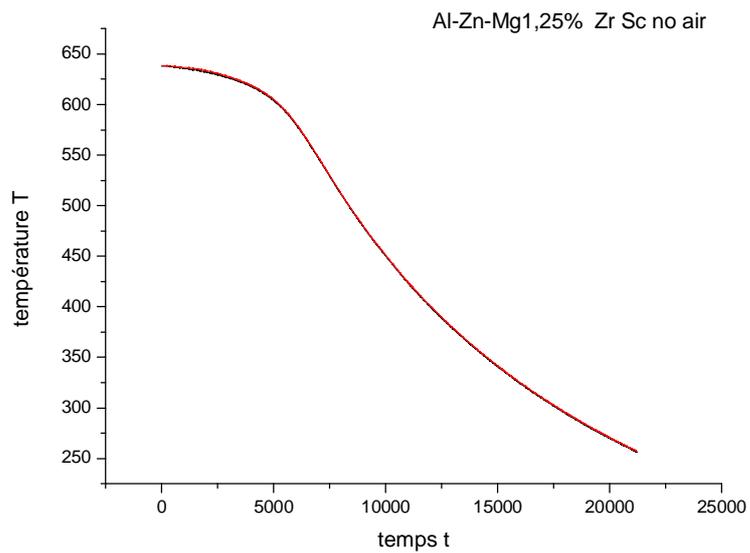


Fig.9 : résultat de l'analyse thermique Al-Zn-Mg1.25%(Zr-Sc) no air

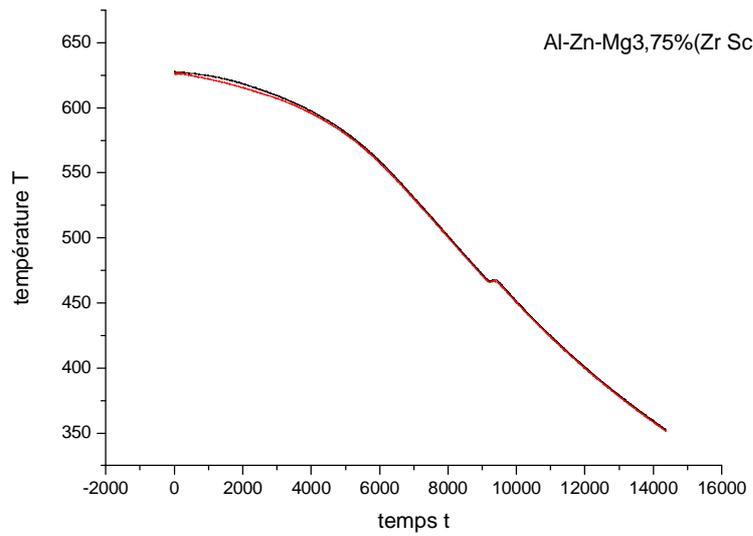


Fig.10 : résultat de l'analyse thermique Al-Zn-Mg3.75% (Zr-Sc) no air

c. Résultat de l'analyse thermique en tenant compte de la vitesse de refroidissement :

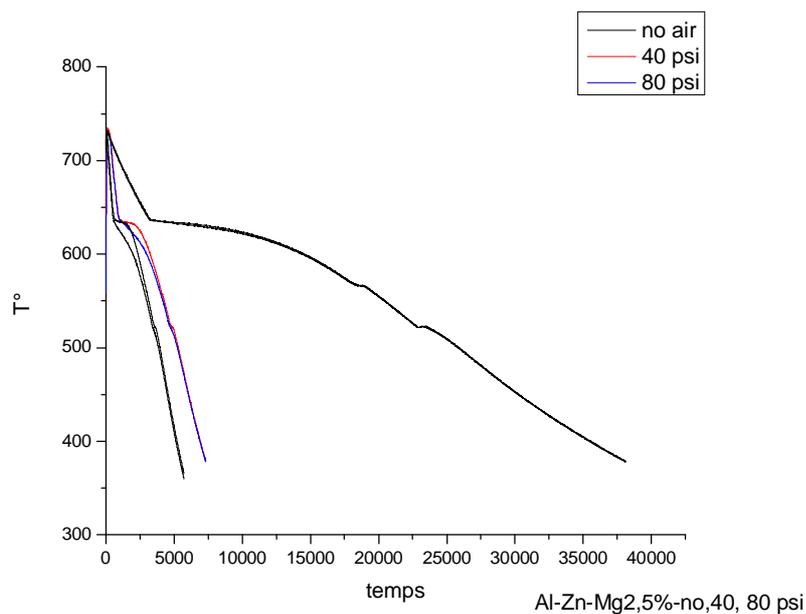


Fig.11 : résultat de l'analyse thermique comparative Al-Zn-Mg2.75%

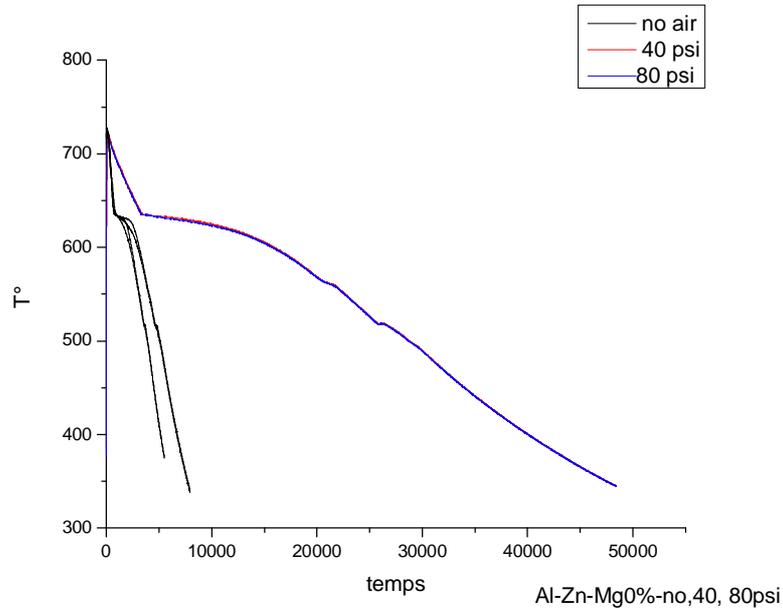


Fig.12 : résultat de l'analyse thermique comparative Al-Zn-Mg0%

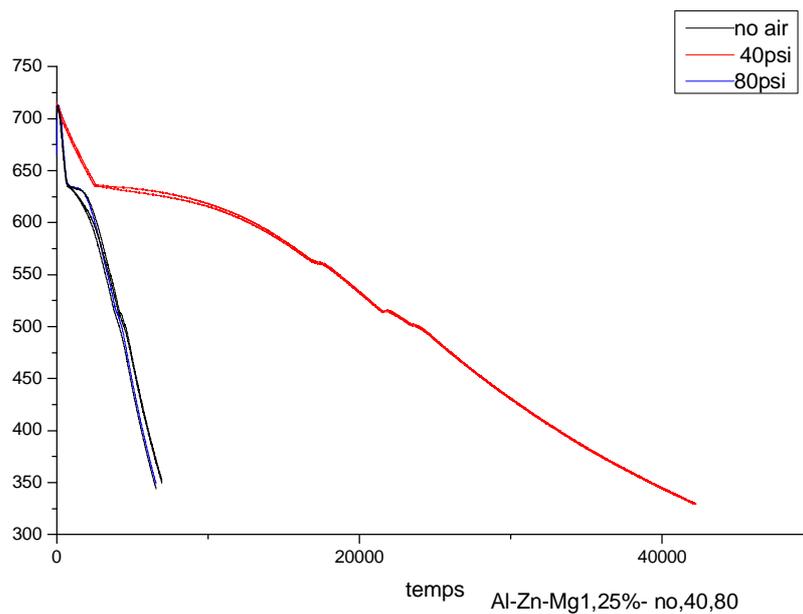


Fig.13 : résultat de l'analyse thermique comparative Al-Zn-Mg1.25%

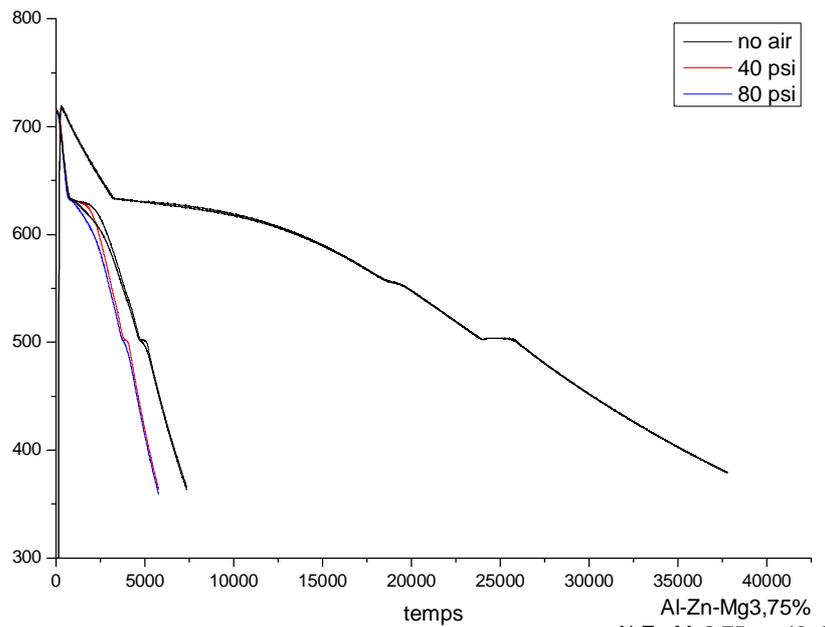


Fig.14 : résultat de l'analyse thermique comparative Al-Zn-Mg3.75%

d. Résultats de l'analyse thermique différentielle :

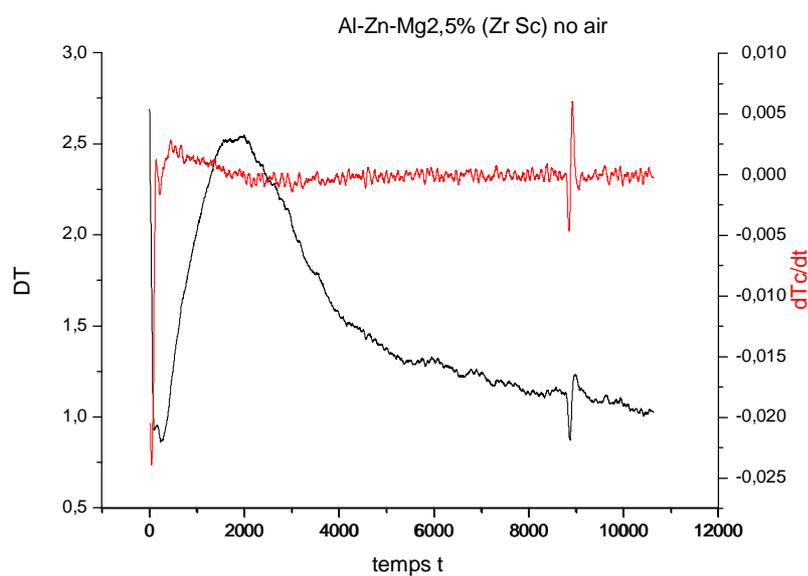


Fig.15 : Résultats de l'ATD Al-Zn-Mg2.5%(Zr-Sc)

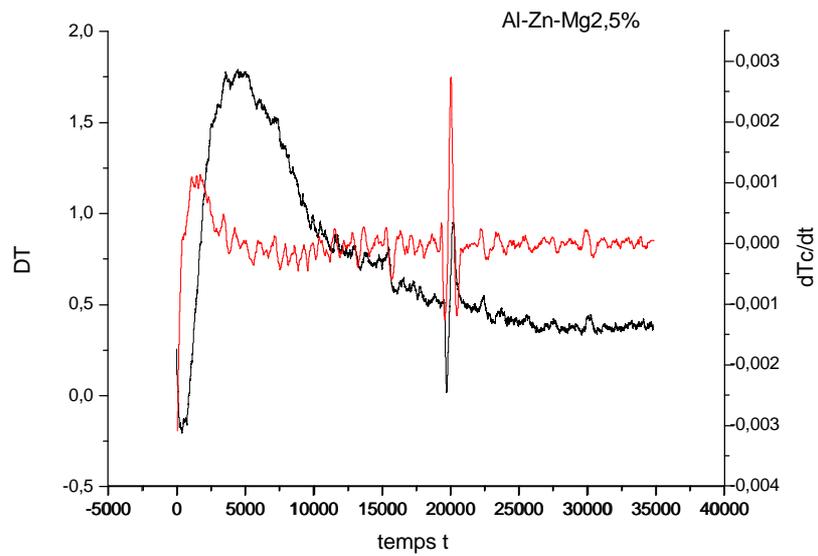


Fig.16 : Résultats de l'ATD Al-Zn-Mg2.5%

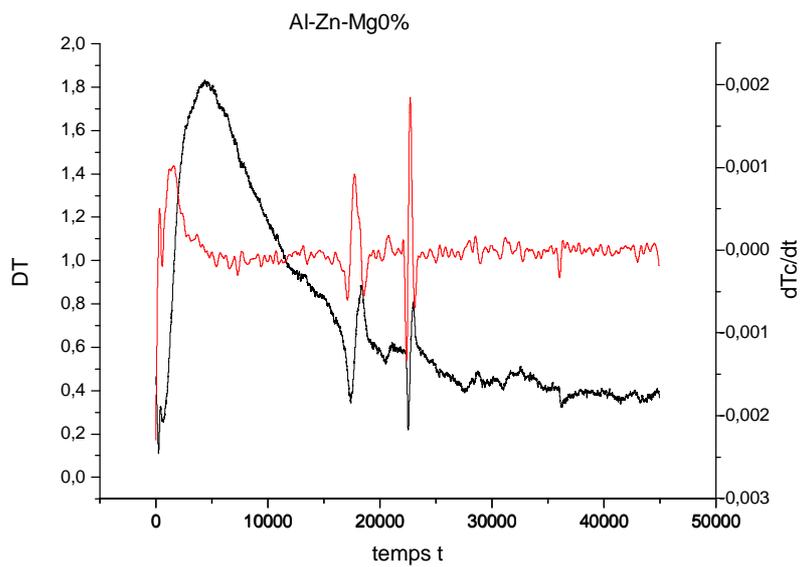


Fig.17 : Résultats de l'ATD Al-Zn-Mg0%

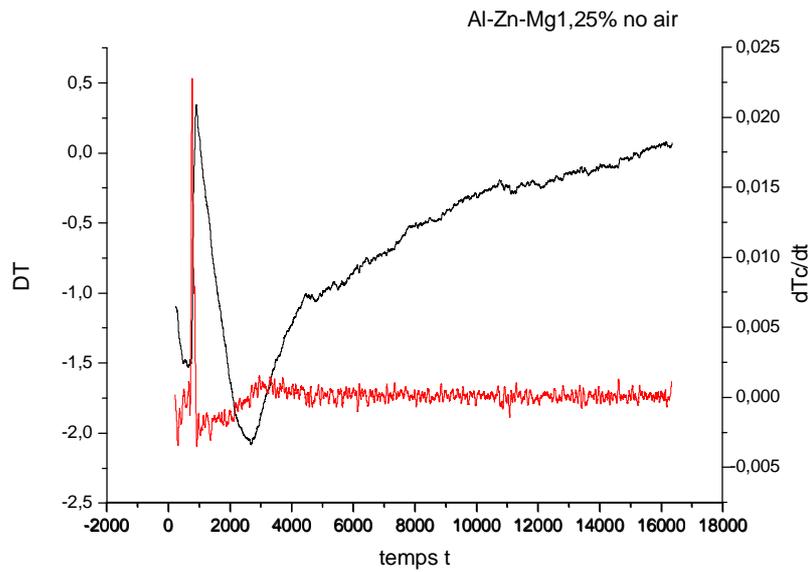


Fig.18 : Résultats de l'ATD Al-Zn-Mg1.25%

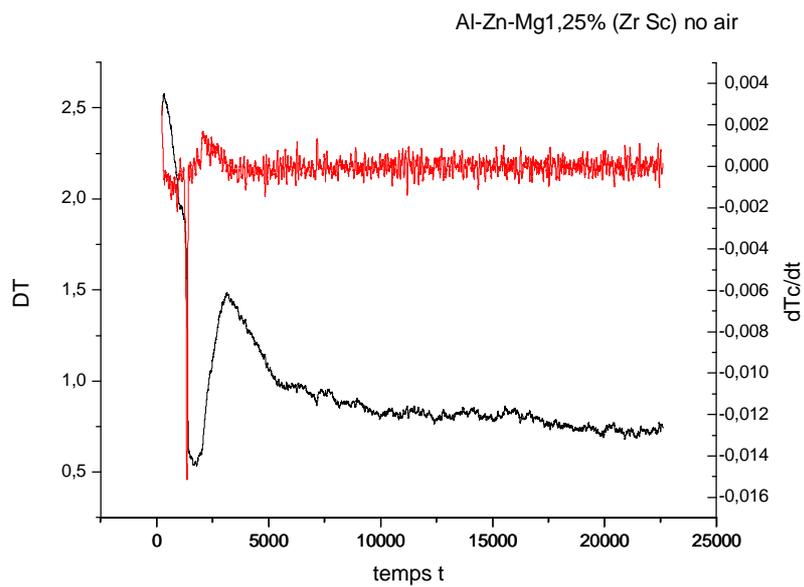


Fig.19 : Résultats de l'ATD Al-Zn-Mg1.25%(Zr-Sc)

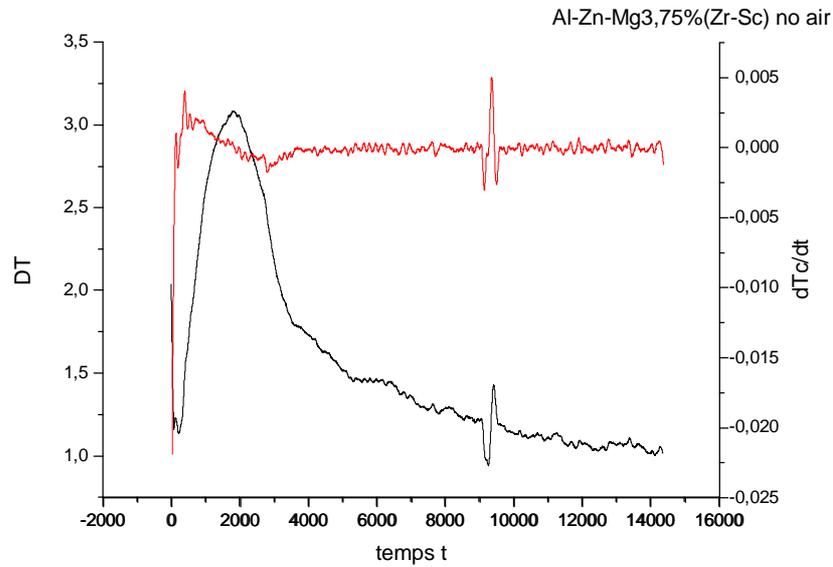


Fig.20 : Résultats de l'ATD Al-Zn-Mg3.75%(Zr-Sc)

2. Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) :

a. Environnement de travail :

Conditions de travail :

T allant de 25°C-200°C avec une grande vitesse

200°C-580°C avec $v=15^\circ/\text{mn}$

Les analyses ont été effectuées avec un appareil DSC-8000 représenté sur la figure :



Fig.21 : dispositif de DSC 8000

b. Résultats :

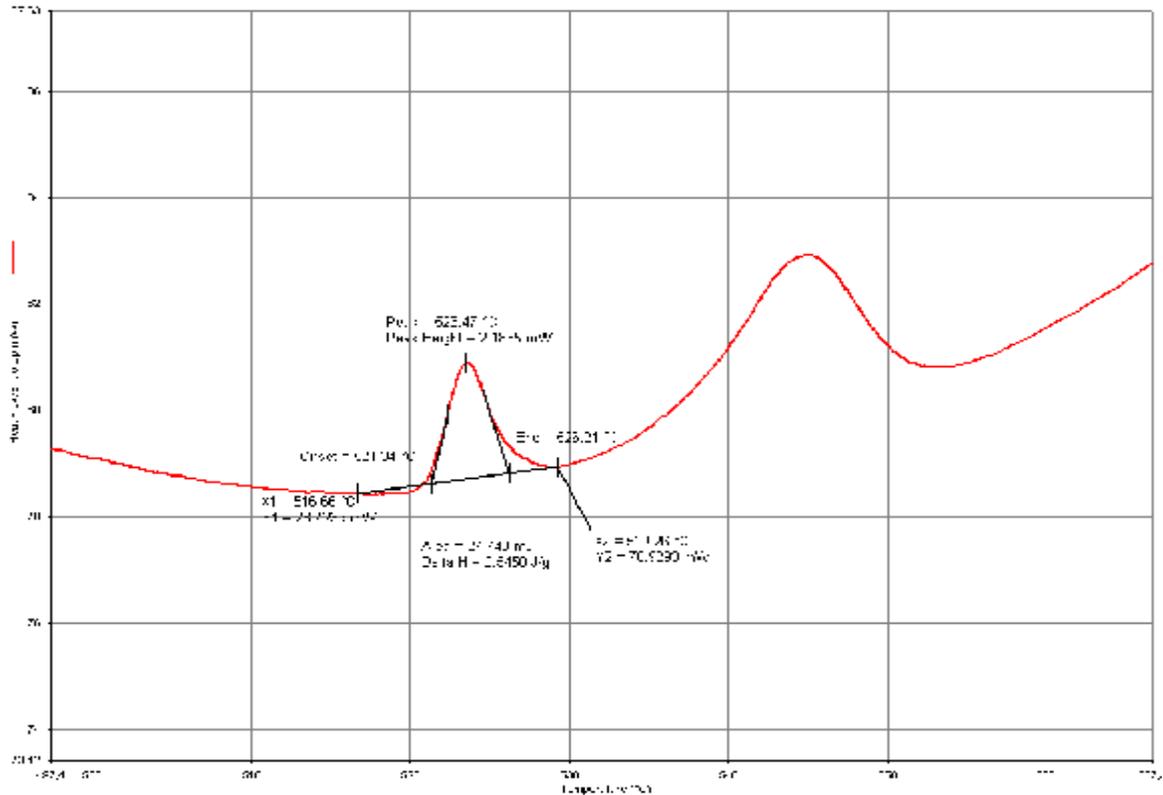


Fig.22 : résultat de la DSC pour l'échantillon A1 (1.25%Mg)

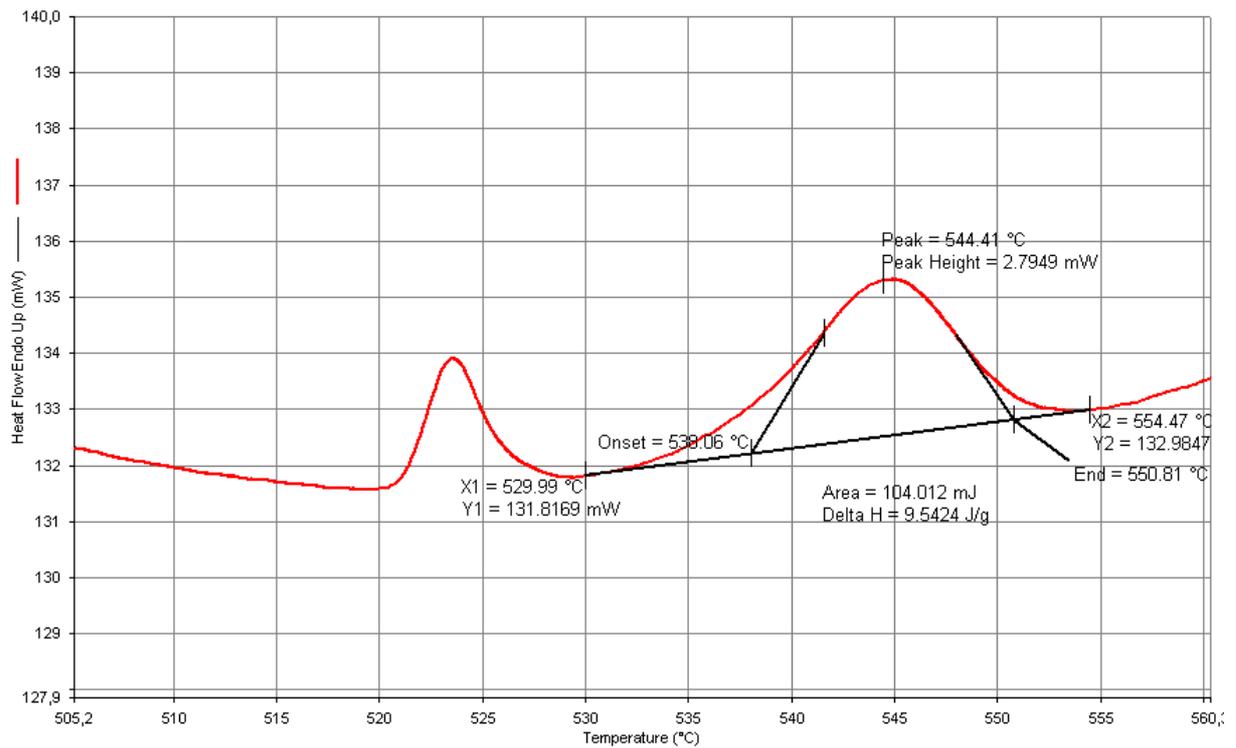


Fig.23 : résultat de la DSC pour l'échantillon A2 (2.5%Mg)

3. Tests de microdureté :

a. Préparation des échantillons :

Les tests de microdureté s'effectuent sur les échantillons ayant des surfaces bien finies. Pour bien préparer nos échantillons, nous avons effectué un polissage suivant un protocole bien défini qui comportait six étapes.

Les six étapes se distinguent par la nature du papier abrasif utilisé, la vitesse de rotation des disques (le disque qui porte l'échantillon et celui qui porte le papier abrasif), le temps de la procédure, la force appliquée, l'utilisation de l'eau et le lubrifiant.

- Le papier abrasif : le type du papier utilisé varie de 220-500 pour les trois premières étapes, puis de 6-0.01 μ pour les trois dernières en utilisant la patte diamantée correspondante à ces trois derniers types de papier.
- La vitesse de rotation : choisie entre 90-120 Tours/minute pour les trois premières étapes, puis elle est fixée à 120 tours/minute pour les trois dernières.
- Le temps : le temps de chaque étape est fixé à 30mn et 30s.
- La force : la force appliquée est fixée à 30 N pour les étapes 1-2-3 puis à 120N pour les étapes 4-5-6, à mentionner que les disques tournent dans deux sens opposés.
- L'eau n'a pas été utilisée pour les étapes allant de 1 à 3 mais plutôt dans les dernières étapes allant de 4 à 6.
- La première étape n'a pas vu utiliser aucun lubrifiant, par contre les deuxième, troisième et quatrième nécessite l'utilisation d'un lubrifiant bleu, et les deux dernière étapes un lubrifiant rose.

Pour la finalisation de la procédure, au bout de la cinquième étape on procède à l'observation de l'état de la surface avec un microscope optique. Si la procédure donne des résultats satisfaisant (la grande partie des rayures présents au début sur la surface disparaît), on procède à la sixième et dernière étape, sinon on reprend l'expérience à partir de la troisième étape jusqu'à la fin du polissage.

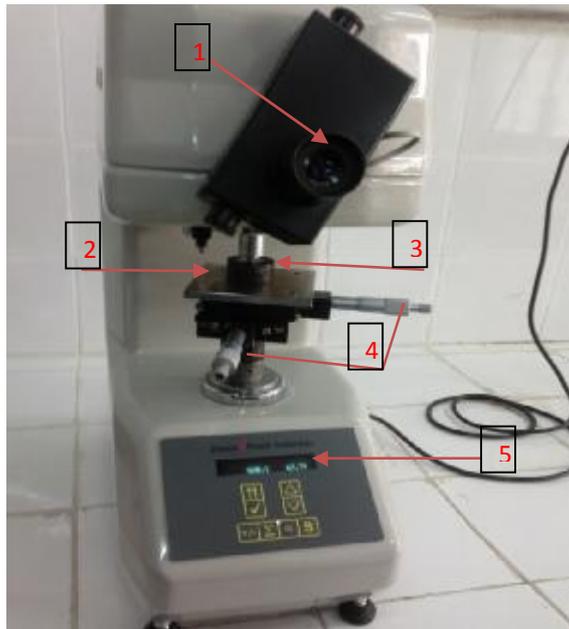
Le tableau suivant résume le protocole suivi lors du polissage.

Étape/par diamètre	Papier grain	Vitesse de rotation (tr/min)	temps (mn/s)	Force (N)	eau eau	Lubrifiant lubrifiant
1	220	90-120	30mn-30s	30	On	Sans
	320	90-120	30mn-30s	30	On	Bleu
3	500	90-120	30mn-30s	30	On	Bleu
4	6 μ	120	30mn-30s	120	Off	Bleu
5	1 μ	120	30mn 30s	120	Off	Rose
6	0.01 μ	120	30mn-30s	120	Off	Rose

Une fois le polissage terminé, on peut entamer les tests de microdureté.

b. Environnement de travail :

Le microduromètre utilisé dans cette expérience est Zwick/Roell ZHV qui apparaît sur la figure :



- 1. Oculaire
- 2. Porte échantillon (Platine)
- 3. Echantillon
- 4. Vis d'ajustement
- 5. Afficheur
- 6. Indenter
- 7. Revolver
- 8. Lentille
- 9. Roue

Fig.24 : dispositif expérimental de la micro dureté Vickers

Comme nous avons travaillé sur la méthode de tests microdureté Vickers, nous avons déterminé les paramètres au début de l'expérience à l'image de la charge appliquée qui est de 100gF, ainsi que le temps de chaque mesure qui était de 20s.

L'appareil nous informe sur la diagonale de l'empreinte, ce qui rend le calcul de HV possible en appliquant $HV = 1,8454 \cdot F/d^2$.

c. Résultats :

La valeur de microdureté de chaque alliage est donnée par la moyenne de 6-7 valeurs prélevées sur différentes empreintes. Ces mesures ont été réalisées en considérant trois régions de chaque échantillon : région 1 - matrice (région dépourvue de phases-solution solide), région 2 - région qui contient peu de phases et région 3 - domaine qui renfermant assez de phases.

Pour la composition A :

Composition	HV 1	HV 2	HV 3	HV 4	HV 5	HV 6	HV7	MOYENNE
A1	82	84	70	102	74	53	49	73.42 ± 0.1
A2	24	75	70	151	60	79	/	76.5 ± 0.1

4. Observation MEB :

Les analyses par Microscope Electronique à Balayage (MEB) utilisé dans notre expérience est de marque Philips. Le vide nécessaire dans l'environnement de la cathode est de 10^{-3} Pa.

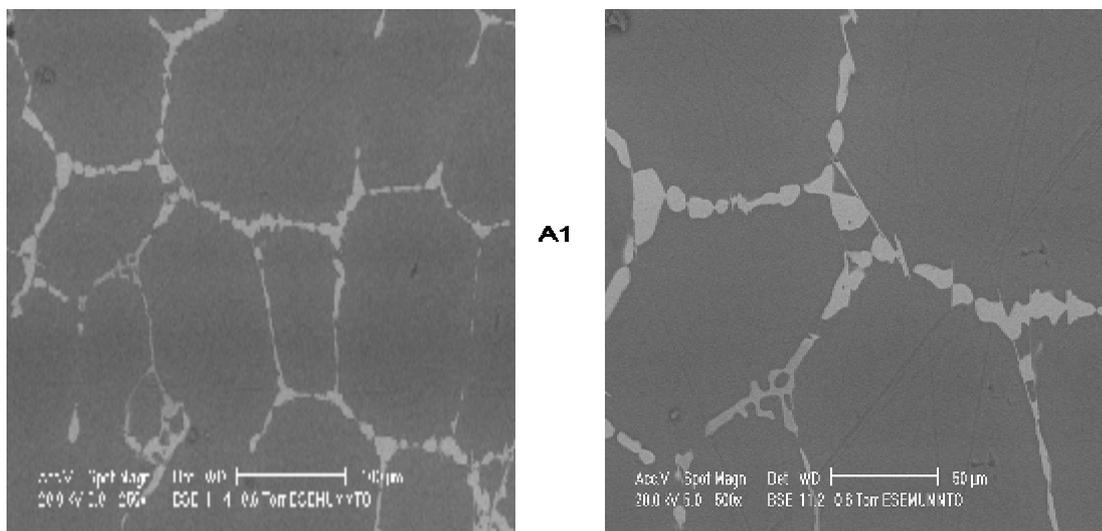


Fig.25 : observation MEB de l'échantillon A1

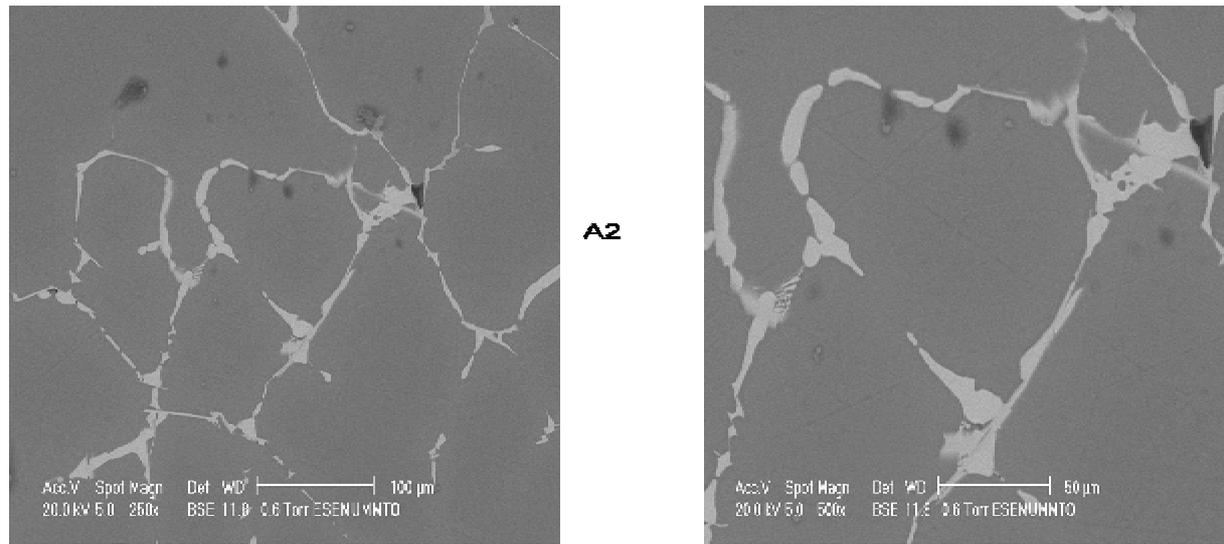


Fig.26 :observation MEB de l'échantillon A2

II. Interprétation des résultats :

a. L'analyse thermique :

A partir des courbes de l'analyse thermique, on constate la formation des points de flexion indiquant un changement de phase. Ce qui nous permet de dire qu'il y a au minimum deux phases qui se précipitent au moment du refroidissement.

b. L'ATD :

L'allure des courbes obtenue dans l'ATD donne des résultats plus clairs sur la transformation des phases. La présence des pics sur les courbes de la différentielle appuie le résultat trouvé avec l'analyse thermique.

c. Les courbes comparatives :

Le refroidissement accéléré au-delà de 40psi ne fait pas apparaître la formation des différentes phases.

d. La DSC :

On constate l'apparition de deux pics sur les courbes obtenues par la DSC, ce qui confirme la présence de deux phase qui se précipitent lors de l'expérience. Ce qui converge avec les résultats obtenus par l'analyse thermique.

e. La micro dureté :

Nous suggérons pour les projets futurs de refaire les tests de micro dureté car nous jugeons que les résultats obtenues ne sont pas conformes avec l'intervalle requis par les autres travaux de recherches dans le domaine d'aluminium.

f. Observation microscopique :

L'analyse des résultats obtenus montre la présence de plusieurs phases intermétalliques avec des structures cristallines différentes de celle la matrice mère.

La présence des particules de la phase ZnMg (et/ou Zn_2Mg_2) est favorable aux propriétés mécaniques sauf que cette phase engendre des microfissures dans la matrice mère. Lors de la solidification, celles-ci se développent avec la contraction thermique du métal solide et provoquent la fissuration à chaud du métal.

Conclusion :

Le système Al-Zn-Mg fait partie des nouveaux alliages d'aluminium. Le terrain des recherches demeure encore peu exploité, ce qui explique plus ou moins la rareté des informations requises sur ce type d'alliage.

M. DELLAH et l'équipe de recherche de l'UQAC, dans leurs études sur la décomposition précoce des solutions solides sursaturées des alliages Al-Zn-Mg, ont travaillé sur la résistivité électrique, ainsi que les changements structurels des alliages Al-Zn-Mg vieillis.

A travers notre étude qui se base sur l'analyse thermique ; l'ATD, la DSC ainsi que la micro-dureté qui sont complémentaire aux études antérieures, nous pouvons conclure que :

- Lors de la solidification de ces alliages, il y a précipitation de plusieurs phases intermétalliques (au moins 2).

Dans l'alliage avec une teneur de l'ordre de 2.5 % est favorisée plutôt la formation des particules des phases $MgZn_2$; $MgZn$ et celle de la phase $(Al_2Mg_3Zn_3)$ Il en résulte alors une nette amélioration de la résistance mécanique (limite élastique et résistance à la traction). Dans notre travail la dureté de l'alliage Al-Zn-Mg.

- L'élévation de la teneur en Mg conduit à l'augmentation de la fraction volumique des précipités de la phase $Al_2Mg_3Zn_3$. Ceci fait normalement augmenter considérablement la dureté, sauf que cela mène à une détérioration de la structure voir apparition de pore ; donc mauvaise homogénéisation de l'alliage.

Perspectives :

Dans un avenir proche, nous nous intéresserons à deux études :

- Au vieillissement des alliages considérés dans cette présente étude.
- À la variation du Mg dans le domaine des teneurs dépassant les 6% m

Bibliographie

- (1) J.P. Bailon et J. M. Dorlot, Des Matériaux, par presses internationales Polytechniques, pp. 227-242 et 512-520, réimpression, automne, 2004, Canada.
- (2) J. Bernard, A. Michel, J. Philibert et J. Tablot, "métallurgie générale", Masson & Cie, (1969).
- (3) Denis BEAULIEU, les caractéristiques de l'aluminium structural, la presse de l'université Laval, 2002
- (4) HONORÉ KAMGUO KAMGA, M.Sc "INFLUENCE OF ALLOYING ELEMENTS IRON AND SILICON ON MECHANICAL PROPERTIES OF ALUMINUM-COPPER TYPE B206 ALLOYS" these doctorat, université de Québec à Chicoutimi, 2010.
- (5) Marcel Coté, « ORBITE: un producteur stratégique de scandium », aout 2012.
- (6) H. Leiris, Métaux et alliages autres que les aciers et les fontes, Tome II, Masson et cie éditeurs. Pp.71-92, 1971
- (7) M.DELLAH and Al, "Early decomposition of supersaturated solid solutions of Al-Zn-Mg casting alloys", materials and design (2013) 606-612
- (8) Lucien Elégant, Jean Rouquerol, "Technique de l'ingénieur", R.3010. "Applications des microcalorimètres aux mesures thermiques" (2001).
- (9) A.P. Rolet et R. Bouaziz, "analyse thermique, tome I, les changements de phase", Gautier-Villars (1972).
- (10) E. BELBACHA. "Etude par analyse enthalpique et analyse thermique différentielle d'alliage à base d'aluminium, du plomb microallié au calcium, des alliages (Mg, Ga), et des alliages (Ca, Ni).", thèse de doctorat, Nancy (1989).
- (11) Anis Jouini, "Etude thermodynamique des systèmes : MIPO₃-Y (PO₃)₃(MI=Li, K et Cs) synthèse et détermination structurale de PrP₃O₉ .3H₂O, Pr (PO₃)₃ et NaLnP₂O₇
- (12) propriétés optiques de Pr⁺³ et Nd⁺³ dans LnP₃O₉ .3H₂O, Ln (PO₃)₃ et NaLnP₂O₇ (Ln=Pr, Nd)", thèse de doctorat, Université Claude Berberd- Lyon1, (2004).